

# 涂碳型 PVC 膜依诺沙星选择电极的研制与应用

钟爱国(台州学院化学系,浙江 临海 317000)

**摘要:**目的 建立盐酸依诺沙星药片的测定方法。方法 以依诺沙星与溴汞酸盐生成络合物为电活性物,制作涂碳 PVC 膜依诺沙星电极。结果 在 pH 1.5 ~ 4.5 内,电极的 Nernst 响应范围为  $1.0 \times 10^{-2} \sim 5.0 \times 10^{-5}$  mol/L,斜率为 31.0 mV/pC,检测限为  $4.2 \times 10^{-6}$  mol/L。平均回收值为 98.0%,RSD 为 1.0%。结论 用于该药片的含量测定,与紫外分光光度法基本一致。

**关键词:**依诺沙星;离子选择性电极;涂碳电极

中图分类号:R972.2;R978.1 文献标识码:B 文章编号:1007-7693(2003)06-0487-02

## Preparation and application of a coated carbon PVC membrane enoxacin electrode

ZHONG Aiguo( Department of Chemistry, Taizhou College, Linhai 317000, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To determine contents of enoxacin hydrochloride. **METHOD** A coated carbon PVC membrane enoxacin selective electrode based on enoxacin and mercuric bromide was prepared. **RESULTS** The electrode showed Nernst response for enoxacin with a slope of 31.0 mV/pC over the concentration range of  $1.0 \times 10^{-2} \sim 5.0 \times 10^{-5}$  mol/L and detection limit of  $4.2 \times 10^{-6}$  mol/L. The average recovery was 98.0%, and RSD for 2.0% ( $n=9$ ). **CONCLUSION** The results obtained agree with those of ultraviolet spectrophotometry.

**KEY WORDS:** enoxacin; ion-selective electrode; coated carbon electrode

依诺沙星(Enoxacin)是第三代氟喹诺酮类抗生素,临床上用于消化系统,泌尿系统疾病的治疗。它的测定方法有高效液相色谱法<sup>[1]</sup>,溶出伏安法<sup>[2]</sup>和紫外分光光度法<sup>[3]</sup>等。本实验以依诺沙星与溴汞酸盐形成的络合物为电活性物,制作了涂碳型 PVC 膜依诺沙星选择电极,并用该电极对依诺沙星药片的含量进行了测定。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器与试剂

PXJ-1B 数字式离子计(江苏电分析仪器厂)。依诺沙星(浙江药检所,纯度为 99.5%)标准溶液用 0.10 mol/L HCl 溶液配制;PVC 粉为工业品,依诺沙星片(西南制药厂,批号 2000512),其余均为分析纯。

#### 1.2 电活性物的制备

称取 0.986g  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ ,用 0.02 mol/L 的 KBr 溶解并定

量稀释至 200 mL,在不断搅拌下将其滴入 0.01 mol/L 的盐酸依诺沙星水溶液中,生成的沉淀,静置过夜。用 4 号砂蕊漏斗抽滤,用去离子水洗涤 6~8 次,于 60℃ 烘干 24h,即成。

#### 1.3 电极的制备

称取上述电活性物 20 mg,加入 0.6 mL 邻苯二甲酸二丁酯,200 mg PVC 粉和 5 mL 四氢呋喃,搅拌均匀得到一透明黏液。将上如黏液涂布于磨平并处理过的碳电极的一端(涂 3~4 次),放入干燥箱中干燥 2d,即成涂碳型 PVC 膜依诺沙星电极。电极使用前在  $10^{-3}$  mol/L 的盐酸依诺沙星溶液中活化 20 min,然后用去离子水洗 3~4 次,至电势达到稳定值即可使用。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 膜组成对电极响应性能的影响

以不同的物质(苯甲酸依诺沙星,溴汞酸依诺沙星,酒石

作者简介:钟爱国(1964-),男,副教授,现从事物理化学教研工作。

酸依诺沙星),膜中活性物含量(10,20,30 mg),增塑剂种类(枸橼酸三丁酯,磷酸三丁酯,邻苯二甲酸二丁酯)和增塑剂用量(0.6,0.8,1.0 mL)作四因素三水平正交试验;以响应斜率最大为目标,发现用溴汞酸盐和依诺沙星络合物为电活性物,膜中电活性物量为20 mg时,以0.6 mL邻苯二甲酸二丁酯为增塑剂,制备的涂碳型PVC膜电极对依诺沙星溶液的响应斜率最大(31.0 mV/pC)。故在以下试验中选用之。

## 2.2 电极性能测试

### 2.2.1 线性范围和响应时间

电极的线性范围为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 5.0 \times 10^{-5}$  mol/L,检测限为 $4.2 \times 10^{-6}$  mol/L,回归方程 $E/mV = -124.5 + 31.0 pC(mol/L)$ , $R=0.9980$ 。

当依诺沙星浓度在 $10^{-2} \sim 10^{-4}$  mol/L时,电极响应的时间为60s;为 $10^{-5}$  mol/L时为120s。

### 2.2.2 pH的影响

pH在1.5~4.5范围内,电池的电势随pH值变化 $\leq \pm 1$  mV。

### 2.2.3 电极的重现性

电极在 $10^{-2} \sim 10^{-6}$  mol/L标准溶液中分别测定5次,所得其RSD(%)在0.80%~1.22%。电极使用寿命约为1个月。放于冰箱中,则为2个月。

### 2.2.4 电极的选择性

电极对 $Fe^{3+}$ ,  $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Cl^-$ ,  $NO_3^-$ ,硬脂酸钠,淀粉,哌嗪等基本无响应;其它一价正离子干扰物的选择性系数在 $(1.5 \sim 2.0) \times 10^{-3}$ ,二

价离子的在 $(1.0 \sim 6.0) \times 10^{-4}$ 之间。对诺氟沙星、氧氟沙星和吡啶的选择系数分别为 $2.0 \times 10^{-2}$ ,  $1.5 \times 10^{-2}$ 和 $1.0 \times 10^{-1}$ 。

## 3 电极的初步应用

取盐酸依诺沙星20片研碎,混匀备用。采用本法和紫外分光光度法<sup>[3]</sup>,分别对标量为每片100 mg的依诺沙星药片的含量及回收率进行了测定,所得结果列于表1。可见,本法与紫外分光光度法相当。

表1 盐酸依诺沙星片含量测定及回收率结果(mg/片,  $n=9$ )

Tab 1 The results of determination and recovery test of tablets enoxacin

	平均值	RSD (%)	加标量	测得总量	平均回收率 (%)
光度法	100.2	1.9	100.0	198.2	98.0
本法	100.6	2.0	100.0	197.8	97.2

## 参考文献

- [1] 曹洪沛,刘万忠.依诺沙星软膏的HPLC分析研究.药物分析杂志,1993,13(3):181.
- [2] 何小梅,黎艳飞,张正奇.依诺沙星在混合粘接剂碳糊电极上的电化学性质.分析试验室,1998,17(5):71.
- [3] 钟惠平,康钦树,黄尊动.紫外分光光度法测定依诺沙星片含量.药物分析杂志,1992,12(1):50.

收稿日期:2002-03-14