维普资讯 http://www.cqvip.com

枸橼酸维静宁及其制剂的微量比色测定法

高一医院临床药理研究室 何海霞 朱治本

镇咳药枸橼酸维静宁，中国药典规定用高氯酸非水溶液滴定法测定含量。此法为常量分析，片剂[1]及糖浆剂[2]的分析样品前处理较繁，费工，试剂消耗量大，特别是不能对每片或每滴丸的含量进行均匀度测定。本文在Weclawska[3]法的基础上，对枸橼酸维静宁及其制剂的微量比色测定法进行了探讨，并加以改进。

本法的基本原理是枸橼酸维静宁与吖嗪染料T(橙黄Ⅰ)在pH<3(最适pH值为2.6)时，10min内产生一复合物，此复合物溶于氯仿，用氯仿抽提后，于λ_{max}490nm处测定含量。

仪器和试剂

1. **仪器** 721型分光光度计

2. **试剂** 1. 1.5mol/L乙酸溶液；2. 0.1%橙黄Ⅰ溶液；3. 氯仿；4. 枸橼酸维静宁储备液—精密称取经五氧化二磷干燥至恒重的枸橼酸维静宁一定量，用蒸馏水配成1mmol/L的标准储备液。冰箱保存。

实验方法与结果

1. **实验条件的选择**

(1) 最大吸收波长的确定：将枸橼酸维静宁

[8] 潘善培，等，暨南理医学报，1986 (1)：111
[9] Naylor G P, et al. Med & Biol Eng & Comput 1982; 20: 207
[10] Earnshaw J C, et al. Med & Biol Eng & Comput 1985; 23:263
[11] 龚尔璋，等．重庆医科大学学报 1987; 12 (4):282
[12] Levin R D, et al. Fertil & Steril 1980; 33 (6):631
[13] 施锡恩，等．泌尿外科学，北京人民卫生出版社 1978; 528

THE TURBIDIMETRIC ANALYING METHOD OF SPERM MOTILITY

Ye Jilun, et al

(Department of physics)

This article describes the turbidimetric method of measuring sperm motility and its experimental apparatus. By this method, the sperm motilities of 10 rats have been measured. Its possible clinical applications are mentioned

KEY WORDS Turbidimetry; Sperm motility; Absorbance

维普资讯 http://www.cqvip.com

储备液用蒸馏水稀释成0.1mmol/L的工作浓度。取3ml于分液漏斗中，加1.5mol/L乙酸溶液1ml，0.1%橙黄Ⅱ溶液2.5ml，用氯仿萃提2次，每次5ml，合并于25ml量瓶中，加氯仿至刻度。用721型分光光度计在450—530nm进行手动扫描，结果枸橼酸维静宁与橙黄Ⅱ形成的有色复合物在490nm处有最大吸收值。

（2） 显色复合物稳定性试验：取0.1mmol/L的枸橼酸维静宁标准液，操作方法同前。在490nm处于不同时间测定其吸收度的变化，观察显色复合物的稳定度。结果表明枸橼酸维静宁与橙黄Ⅱ形成的有色复合物在24h内稳定。

（3） 乙酸溶液，橙黄Ⅱ溶液及氯仿用量的确定：将枸橼酸维静宁储备液用蒸馏水稀释成50μg/ml的工作浓度，取8ml，加1.5mol/L乙酸溶液2ml，测定其pH值为2.56，加橙黄Ⅱ溶液5ml后测其pH值为2.66，均在Weclawska报道的pH<3范围内。而实际测定中，最大取样量为4ml，故只需加1ml乙酸溶液即可。

一定量的枸橼酸维静宁溶液与橙黄Ⅱ显色后复合物的吸收度与其显色剂的用量有关。结果表明1ml显色剂与原法的2.5ml具有相当的吸收度。故选用1ml橙黄Ⅱ试剂为宜。

在确定上述两试剂用量的基础上，于50μg/ml枸橼酸维静宁溶液4ml（含量为200μg）中加氯仿10ml，抽提一次，透光度(T)为15.5%；另用氯仿5ml再抽提一次，测得T值为99.2%。可见10ml氯仿已将显色复合物基本提取完全，故用10ml氯仿抽提一次即可。

（4） 显色时间的确定：枸橼酸维静宁工作浓度为50μg/ml。取2ml，加乙酸溶液1ml，橙黄Ⅱ试剂1ml，室温放置2min，加氯仿10ml，在液体快速混合器上分别振荡1、2、3min，于490nm测定吸收度，结果见图1。由图1可知最适振荡时间为2min。

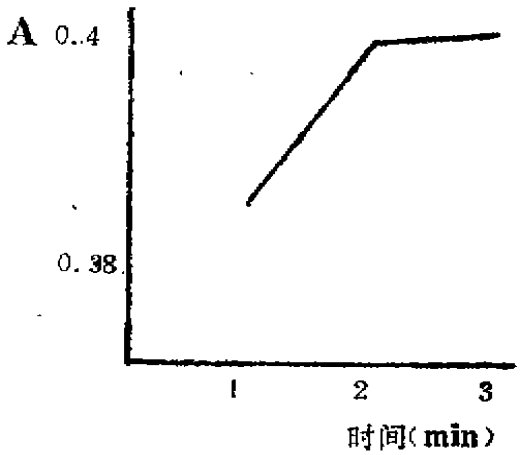


图1 旋摇时间对吸收度的影响

（5） 批内、批间误差：在确定测定方法的基础上，对同一浓度的标准品一次测定10管，以及隔日测定3管，连测五日。结果见表1。

表1 批内和批间误差

μg/ml		A					X	SD	CV(%)
50	批内(n=10)	0.389	0.379	0.387	0.400	0.393	0.394	0.0091	2.32
		0.398	0.403	0.410	0.387	0.390			
	批间(n=5)	0.380	0.405	0.390	0.381	0.395	0.394	0.0071	1.88

（6） 干扰试验：于50μg/ml枸橼酸维静宁2ml中，分别加入10倍、50倍、100倍的氯化铵、蔗糖及氯化铵与蔗糖的混合物。实验结果表明这些物质对枸橼酸维静宁的测定均无影响。

2. 测定方法

（1） 枸橼酸维静宁标准曲线的制备

将枸橼酸维静宁储备液用蒸馏水稀释成50μg/ml的工作浓度。分别取0.5、1.0、2.0、3.0、4.0ml于25ml具塞试管中。加蒸馏水使每管体积为4ml，加1.5M乙酸溶液1ml，0.1%橙黄Ⅱ试剂1ml，室温放置5min，再加氯仿10ml，旋摇2min，静置5min，弃去水层。以同样处理之蒸馏水为空白，于490nm处测定吸收度，结果见图2。

（2） 样品测定

① 枸橼酸维静宁氯化铵片及糖衣片的测定：

取枸橼酸维静宁氯化铵片（每片含枸橼酸维静宁25mg，氯化铵300mg）及糖衣片（含枸橼酸维静宁25mg/片）各1片，分别配成浓度为50μg/ml的溶液，取2ml。同枸橼酸维静宁标准曲线的制备项下操作。每种片剂各作10片。其结果分别相当于标示量的97—105%和94.79—99%。均在药典规定的合

维普资讯 http://www.cqvip.com

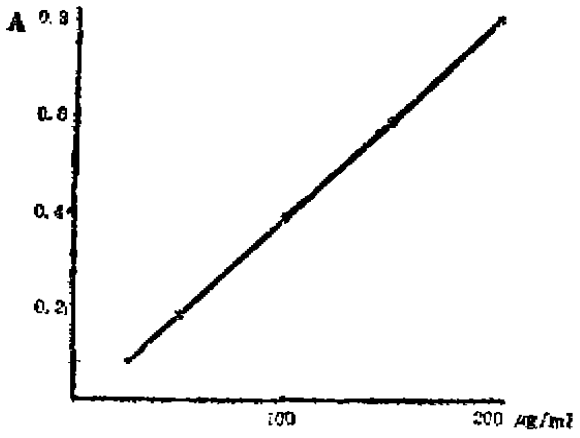


图2 枸橼酸维静宁标准曲线

（$r=0.99997$ $y=0.2053x-0.0227$）

格范围内。

② 糖浆药测定：糖浆中枸橼酸维静宁的含量为2mg/ml，用蒸馏水稀释成50μg/ml的溶液，取2ml，按枸橼酸维静宁标准曲线的制备项下操作，其结果相当于标示量的96.56%，在药典规定的合格范围内。

讨 论

本法操作简便、快速，有较好的精密度和准确度。对枸橼酸维静宁糖浆能直接进行微量测定，也可对枸橼酸维静宁氯化铵片、糖衣片及滴丸直接进行均匀度检验。结果见表2。根据中国药典规定，测定10片，每片的含量与平均含量相比较含量差异>±15%的不得多于1片，并不得>±20%。从表2中可见，枸橼酸维静宁氯化铵片及糖衣片的含量均匀度检查结果均符合药典标准。

表 2 枸橼酸维静宁氯化铵片及糖衣片含量均匀度检查结果

	西南制药三厂（含氯化铵片） 批号：86301					湖北制药厂（糖衣片） 批号：870418				
测定mg/片	25.90	24.25	24.74	25.63	25.01	24.74	24.08	23.70	23.70	24.74
	25.50	25.75	26.25	24.74	26.31	24.70	24.08	23.70	24.44	23.08
平均mg			25.217					24.054		
与平均值的差异（±%）	−0.86	−3.83	−1.89	+1.60	−0.82	+2.85	+1.36	−1.47	−1.47	+2.85
	+1.12	+2.11	+4.10	−1.89	+0.97	−1.47	+0.02	−1.47	+2.85	−4.04

本法采用的显色剂为0.1%橙黄Ⅱ溶液，也有用0.1%甲基橙溶液作为显色剂[4]，但反应的最适pH值为5。

（本实验得到西南制药三厂曾德惠总工程师的支持和指导，表示衷心地感谢！）

参 考 资 料

[1] 中国药典 北京 人民卫生出版社 1985：282

[2] 上海市药品标准 上海 上海人民出版社 1974：338

[3] Weclawska K., Pharmazie, 1987, 42(7)：483

[4] 吴晓青，等，药学通报1985；9：526

简 讯

病毒性肝炎“七、五”攻关项目汇报会在渝召开

卫生部“七、五”攻关项目“病毒性肝炎发病机理”协作汇报会于五月在重庆医科大学病毒性肝炎研究所召开，来自北京、上海等地和本校的项目组专家出席会议。专家们汇报了各协作组的进展。重庆医科大学在国内首次建立HBsAg特异性人T细胞克隆并完成了IL-2等因子与肝炎免疫调控关系研究。北京医科大学研究出病毒DNA粘性末端对病毒复制的重要意义并在国内首次建立PreS2单克隆抗体。上海医科大学完成病毒转染并产生Dane体的研究。同济医科大学对丁型肝炎进行了系统研究。上海静安区中心医院完成了PreS1、PreS2的研究。以上一部分研究反映了当前国际上研究的动向，填补了国内空白，达到预期目标。专家们进行深入的学术交流，为明年上半年卫生部的验收奠定了良好基础。

（科研处供稿）