

越低, 静脉炎发生概率越大。本研究中, 盐酸丙帕他莫分别与 5%葡萄糖注射液、10%葡萄糖注射液、0.9%氯化钠注射液、葡萄糖氯化钠注射液、果糖注射液配伍, 在 0.5 h 溶液 pH 值均<4.0, 其中 10%葡萄糖注射液、葡萄糖氯化钠注射液和果糖注射液溶液在配伍后 0 h pH 值即<4.0, 若在此 pH 水平下输液, 会加大患者输液性静脉炎的发生率, 导致不良反应的发生, 因此不推荐上述 3 种注射液与盐酸丙帕他莫配伍。盐酸丙帕他莫与 0.9%氯化钠注射液配伍后 0 h 溶液 pH 值为 4.52, 与其他 4 组相比, 更接近人体血液 pH 值, 即发生静脉炎的可能性低, 说明 0.9%氯化钠注射液最适宜与盐酸丙帕他莫配伍; 同时, 注射用盐酸丙帕他莫说明书也推荐使用 0.9%氯化钠注射液作为溶媒, 与本研究的结论一致。

由此可见, 注射用盐酸丙帕他莫在 5 种常用的注射液中均不稳定, 临床应首选 0.9%氯化钠注射液与之配伍, 且应现配现用, 尽量在配伍后 0.5 h 内完成输注。

REFERENCES

- [1] DELBOS A, BOCCARD E. The morphine-sparing effect of propacetamol in orthopedic postoperative pain [J]. *J Pain*

Symptom Manage, 1995, 10(4): 279-286.

- [2] 陆忠祥, 邢怀阳, 赵仁, 等. 注射用盐酸丙帕他莫的安全性试验[J]. *淮海医药*, 2008, 26(5): 443-445.
- [3] 严国胜, 刘泽文, 刘会长. 新型非甾体类镇痛药盐酸丙帕他莫的临床应用进展[J]. *实用临床医药杂志*, 2013, 17(11): 168-170.
- [4] EREMENKO A A, KUSLIEVA E V. Analgesic and opioid-sparing effects of intravenous paracetamol in the early period after aortocoronary bypass surgery [J]. *Anesteziol Reanimatol*, 2008(5): 11-14.
- [5] LIN S Y, YANG C Y, PAN D T, et al. Stability of propacetamol for injection single-agent and compatible with β -lactam drugs or proton pump inhibitors [J]. *J China Pharm(中国药房)*, 2014, 25(46): 4358-4360.
- [6] 刘春格. 盐酸丙帕他莫和泮托拉唑钠的配伍禁忌[J]. *山西医药杂志: 下半月版*, 2012, 41(6): 559.
- [7] HUANG L J, LIU W, LI L. *In vitro* stability of tropisetron hydrochloride with representative infusion solutions [J]. *Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学)*, 2015, 32(5): 595-598.
- [8] 徐巍 邓树海 宋燕青. 高效液相色谱法测定盐酸丙帕他莫注射剂的含量[J]. *中国医院药学杂志*, 2006, 26(1): 106-107.
- [9] 纪宏新, 柯昌禄, 何世琼, 等. 盐酸丙帕他莫的药理学原理与临床应用[J]. *中国医药指南*, 2011, 9(4): 36-38.
- [10] KOKOTIS K . Preventing chemical phlebitis [J]. *Nursing*, 1998, 28(11): 41-47.
- [11] CHEE S, TAN W. Reducing infusion phlebitis in Singapore hospitals using extended life endline filters [J]. *J Infus Nurs*, 2002, 25(2): 95-104.
- [12] 刘实, 张颖, 董少华, 等. 输液低 pH 值引发输液性静脉炎研究进展[J]. *中国医疗前沿*, 2009, 4(22): 13, 21.

收稿日期: 2015-08-26

HPLC 同时测定四季三黄片中芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 的含量

汪佳萍, 柴军, 吕林峰(绍兴市食品药品检验中心, 浙江 绍兴 312071)

摘要: 目的 采用 HPLC 同时测定四季三黄片中芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 的含量。方法 采用 Welch Topsil-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 4 μ m); 流动相: 甲醇-0.2%磷酸水溶液; 梯度洗脱; 检测波长分别为 254 nm(芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮)和 440 nm(西红花苷-I); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 柱温: 30 $^{\circ}$ C。结果 芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 线性范围分别为 0.079 10~1.582 μ g·mL⁻¹($r=0.999\ 5$), 0.167 5~3.350 μ g·mL⁻¹($r=0.999\ 8$), 0.097 92~1.958 μ g·mL⁻¹($r=0.999\ 7$)和 0.033 57~0.671 5 μ g·mL⁻¹($r=0.999\ 4$), 平均加样回收率分别为 95.9%(RSD=0.7%), 97.5%(RSD=0.8), 96.4%(RSD=1.0%), 95.5%(RSD=1.3%)。结论 该方法简便、准确、专属性强、重复性好, 可用于四季三黄片中芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 的定量分析。

关键词: 四季三黄片; 芦荟大黄素; 黄芩苷; 黄柏酮; 西红花苷-I; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2016)02-0199-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2016.02.017

作者简介: 汪佳萍, 女, 主管药师

Tel: (0575)88030665

E-mail: sxjpwang@163.com

Simultaneous Determination of Aloe-emodin, Baicalin, Obacunone and Crocin I in Sijisanhuang Tablets by HPLC

WANG Jiaping, CHAI Jun, LYU Linfeng(Shaoxing Center for Food and Drug Control, Shaoxing 312071, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC method for the simultaneous determination of aloe-emodin, baicalin, obacunone and crocin I in Sijisanhuang tablets. **METHODS** A Welch Topsil-C₁₈ column(4.6 mm×250 mm, 4 μm) was used with the mobile phase of methanol-0.2% phosphate solution at a flow rate of 1.0 mL·min⁻¹, the column temperature was 30 °C and the detection wavelength was 254 nm for aloe-emodin, baicalin, obacunone and 440 nm for crocin I. **RESULTS** The calibration curves of aloe-emodin, baicalin, obacunone and crocin I were linear over the ranges of 0.079 10–1.582 μg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 5$), 0.167 5–3.350 μg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 8$), 0.097 92–1.958 μg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 7$), 0.033 57–0.671 5 μg·mL⁻¹ ($r=0.999\ 4$), respectively, and the average recoveries were 95.9%(RSD=0.7%), 97.5%(RSD=0.8), 96.4%(RSD=1.0%), 95.5%(RSD=1.3%), respectively. **CONCLUSION** The method is simple, accurate, specific and repeatable, which can be used for quantitative analysis of aloe-emodin, baicalin, obacunone and crocin I in Sijisanhuang tablets.

KEY WORDS: Sijisanhuang tablets; aloe-emodin; baicalin; obacunone; crocin I ; HPLC

四季三黄片收载于卫生部颁药品标准(中药成方制剂第二十册),由大黄、黄芩、黄柏和栀子4味中药组成,具有消炎退热、通便利水等功效,主要用于口鼻生疮、咽疼齿痛、口干舌燥、目眩头晕、大便秘结、小便赤黄等的治疗。方中大黄、黄芩和黄柏是君药,大黄具有泻下攻积,清热泻火,凉血解毒,逐瘀通经,利湿退黄之功效,芦荟大黄素为其主要有效成分;黄芩具有清热燥湿、泻火解毒、止血、安胎之功效,黄芩苷为其主要有效成分;黄柏具有清热解毒、清热燥湿之功效,黄柏酮为其主要有效成分;此外,栀子具有泻火除烦、清热利湿、凉血解毒之功效,西红花苷-I为其主要有效成分。现行质量标准未对四季三黄片的特征成分进行含量控制^[1],本实验参考相关文献^[2-12],建立了一种同时测定四季三黄片中芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I含量的HPLC方法,该方法简便、可靠、高效,可用于四季三黄片的质量控制。

1 仪器与试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪, DAD 检测器, Chemstation 色谱工作站(美国 Agilent 公司)。XS-205PU 电子天平(梅特勒-托力多仪器上海有限公司); USC502 超声波清洗器(上海波龙电子设备有限公司); 超纯水器(密理博公司)。

甲醇(色谱纯,德国默克 MERCK); 磷酸(分析纯,国药集团化学试剂有限公司); 冰醋酸(分析纯,国药集团化学试剂有限公司); 水为超纯水; 芦荟大黄素对照品(批号: 110795-201308, 含量: 97.8%)、黄芩苷对照品(批号: 110715-200308, 含量: 93.3%)、黄柏酮对照品(批号: 111923-201303,

含量: 98.0%)和西红花苷-I对照品(批号: 111588-201303, 含量: 92.6%)均由中国食品药品检定研究院提供; 四季三黄片(昆明圣火药业有限公司, 批号: 20140302, 20140601, 20141009, 规格: 每片 0.36 g)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适应性试验

色谱柱: Welch Topsil 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 4 μm); 流动相: 甲醇(A)-0.2%磷酸水溶液(B); 梯度洗脱: 0~5 min 10% A, 5~12 min 15% A, 12~22 min 30% A, 22~30 min 40% A, 30~40 min 60% A, 40~60 min 80% A; 检测波长: 254 nm(芦荟大黄素、黄芩苷和黄柏酮)和 440 nm(西红花苷-I); 流速: 1.0 mL·min⁻¹, 进样量: 10 μL。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取芦荟大黄素对照品 10.11 mg 置于 100 mL 量瓶中; 精密称取黄芩苷 14.93 mg 置于 100 mL 量瓶中; 精密称取黄柏酮对照品 12.49 mg 置于 100 mL 量瓶中; 精密称取西红花苷-I对照品 11.33 mg 置 50 mL 量瓶中, 加入甲醇稀释到刻度, 再精密量取 5 mL 置于 25 mL 量瓶中, 分别加入甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得 4 种对照品储备液。分别精密量取芦荟大黄素、黄柏酮和西红花苷-I 储备液各 2 mL, 黄芩苷对照品储备液 3 mL 置于 100 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得混合对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备

取本品 10 片研细, 精密称取 0.36 g, 置 100 mL 具塞锥形瓶中, 加甲醇 50 mL, 超声处理 30 min, 过滤, 重复提取 2 次, 合并提取液, 减压回收溶

剂至干,用甲醇溶解并转移至 50 mL 量瓶中,定容至刻度,摇匀,用 0.45 μm 滤膜过滤,取续滤液作为供试品溶液。

2.4 系统适用性试验

根据四季三黄片处方,分别取缺栀子、黄芩、

黄柏和大黄的其他处方药材,按其质量标准分别制成相应的空白样品,按“2.3”项下方法分别制备成阴性对照样品溶液,按“2.1”项下色谱条件分别测定,记录色谱图。结果在与对照品相对应的色谱峰位处无干扰峰出现,结果见图 1。

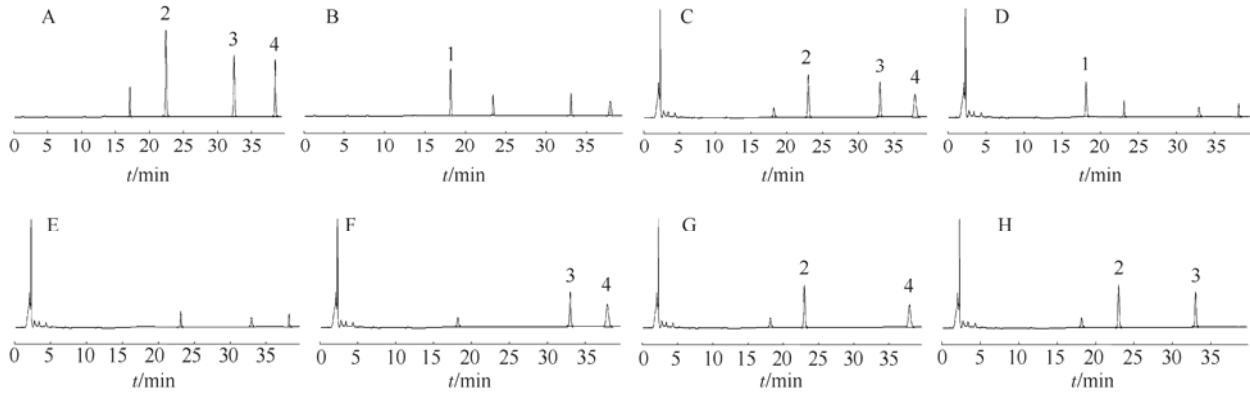


图 1 四季三黄片高效液相色谱图

A-混合对照品溶液(254 nm); B-混合对照品溶液(440 nm); C-供试品溶液(254 nm); D-供试品溶液(440 nm); E-阴性对照溶液 I (缺栀子, 440 nm); F-阴性对照溶液 II(缺黄芩, 254 nm); G-阴性对照溶液 III(缺黄柏, 254 nm); H-阴性对照溶液 IV(缺大黄, 254 nm); 1-西红花苷-I; 2-黄芩苷; 3-黄柏酮; 4-芦荟大黄素。

Fig. 1 HPLC chromatogram of Sijisanhuang tablets

A-mixed reference substance solutions(254 nm); B-mixed reference substance solutions(440 nm); C-sample solution(254 nm); D-sample solution (440 nm); E-negative sample I (without Jasmine, 440 nm); F-negative sample II (without Baikal skullcap, 254 nm); G-negative sample III(without Cypress, 254 nm); H-negative sample III(without Chinese rhubarb, 254 nm); 1-aloe-emodin; 2-baicalin; 3-obacunone; 4-crocin I.

2.5 线性关系考察

分别精密量取混合对照品溶液 1.0, 3.0, 5.0, 10.0, 20.0 mL 于 25 mL 量瓶,加甲醇至刻度,摇匀。按“2.1”项下色谱条件分别精密吸取 10 μL 进样测定,记录色谱峰面积,以峰面积(Y)为纵坐标,以对照品溶液的浓度(X)为横坐标作线性回归,即得芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 峰峰面积的标准曲线,所得回归方程见表 1。

表 1 芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 的回归曲线

Tab. 1 Regression curve of aloe-emodin, baicalin, obacunone and crocin I

化合物	回归方程	r	进样范围/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$
芦荟大黄素	$Y=86.37X+23.15$	0.999 5	0.079 10~1.582
黄芩苷	$Y=18.35X-2.365$	0.999 8	0.167 5~3.350
黄柏酮	$Y=-24.57X+63.27$	0.999 7	0.097 92~1.958
西红花苷-I	$Y=19.78X+125.2$	0.999 4	0.033 57~0.671 5

2.6 稳定性试验

精密吸取“2.3”项下的供试品溶液 10 μL ,按“2.1”项下色谱条件,分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10, 24 h 测定,得到芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 峰峰面积 RSD 分别为 0.9%,

0.7%, 1.0%和 1.1%,表明溶液在 24 h 内稳定。

2.7 仪器精密度试验

精密吸取“2.2”项下的混合对照品溶液 10 μL ,按“2.1”项下色谱条件,重复进样 6 次,峰面积积分值基本一致,芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 峰峰面积 RSD 分别为 0.7%, 0.8%, 1.0%和 1.1%。

2.8 重复性试验

取同一批样品(批号: 20140302),平行制备 6 份供试品溶液,按“2.3”项下方法制备样品并测定,求得芦荟大黄素平均含量为 $0.248 1 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$, RSD 为 1.0%;黄芩苷平均含量为 $0.587 1 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$, RSD 为 1.1%;黄柏酮平均含量为 $0.345 8 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$, RSD 为 1.3%;西红花苷-I 平均含量为 $0.085 3 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$, RSD 为 1.4%。

2.9 回收率试验

精密称取已测得含量的四季三黄片样品(批号: 20140302)0.18 g,平行称取 9 份,置 100 mL 具塞锥形瓶中,分别加入芦荟大黄素、黄柏酮和西红花苷-I 储备液各 0.4, 0.5, 0.6 mL,黄芩苷对照品储备液 0.8, 1.0, 1.2 mL,按“2.3”项下方法制备样品并测定,计算回收率,结果见表 2。

表 2 加样回收率试验结果

Tab. 2 The results of recovery tests

化合物	样品中 含量/mg	加入量/ mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/ %
芦荟 大 黄 素	0.044 21	0.039 55	0.082 2	96.08	95.9	0.7
	0.044 71	0.039 55	0.083 0	96.72		
	0.044 39	0.039 55	0.082 3	95.87		
	0.045 20	0.049 44	0.092 8	96.25		
	0.045 28	0.049 44	0.092 1	94.69		
	0.044 61	0.049 44	0.092 4	96.77		
	0.044 86	0.059 33	0.101 7	95.83		
	0.045 01	0.059 33	0.101 7	95.6		
黄 芩 苷	0.043 84	0.059 33	0.100 6	95.71	97.5	0.8
	0.104 62	0.111 44	0.212 8	97.11		
	0.105 80	0.111 44	0.214 1	97.23		
	0.105 03	0.111 44	0.215 2	98.86		
	0.106 97	0.139 30	0.241 7	96.74		
	0.107 15	0.139 30	0.242 2	96.93		
	0.105 56	0.139 30	0.242 3	98.16		
	0.106 15	0.167 16	0.269 0	97.41		
黄 柏 酮	0.106 50	0.167 16	0.268 5	96.94	96.4	1.0
	0.103 74	0.167 16	0.268 1	98.31		
	0.061 62	0.048 96	0.108 8	96.34		
	0.062 31	0.048 96	0.1096	96.54		
	0.061 86	0.048 96	0.108 3	94.75		
	0.063 00	0.061 20	0.123 3	98.45		
	0.063 11	0.061 20	0.122 4	96.88		
	0.062 17	0.061 20	0.121 4	96.74		
西 红 花 苷	0.062 52	0.073 44	0.132 8	95.76	95.5	1.3
	0.062 73	0.073 44	0.133 7	96.62		
	0.06110	0.073 44	0.131 4	95.78		
	0.015 20	0.016 79	0.030 9	93.32		
	0.015 37	0.016 79	0.031 2	94.28		
	0.015 26	0.016 79	0.031 2	94.69		
	0.015 54	0.020 98	0.035 9	97.12		
	0.015 57	0.020 98	0.035 5	95.23		
	0.015 34	0.020 98	0.035 6	96.77	95.9	1.3
	0.015 42	0.025 18	0.039 5	95.64		
	0.015 47	0.025 18	0.039 8	96.74		
	0.015 07	0.025 18	0.039 2	95.99		

2.10 样品测定

取 3 个批号的四季三黄片样品,按照“2.3”项下方法制备样品。分别精密吸取混合对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,按上述含量测定方法进行测定,计算样品中芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 的含量,结果见表 3。

表 3 含量测定结果(n=3)

Tab. 3 The results of determination(n=3)

化合物	含量/mg·g ⁻¹		
	20140302	20140601	20141009
芦荟大黄素	0.248 1	0.260 1	0.256 4
黄芩苷	0.587 1	0.603 5	0.597 3
黄柏酮	0.345 8	0.360 9	0.356 0
西红花苷-I	0.085 3	0.092 1	0.089 6

3 讨论

本实验利用二极管阵列检测器对芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 混合对照品溶液进行了全波长扫描,发现 254 nm 处芦荟大黄素、黄芩苷和黄柏酮有相对较大吸收,440 nm 处西红花苷-I 有最大吸收,故选择双波长法测定以上 4 种成分,以获得最佳检测效果。

在流动相的选择上比较了乙腈-0.2%磷酸、甲醇-0.2%磷酸、乙腈-0.1%冰醋酸和 0.1%甲醇-冰醋酸等系统,最终根据被测组分的保留时间、峰形、分离度等色谱条件确定甲醇-0.2%磷酸为本实验的流动相系统。

在样品前处理方法的选择上,本实验分别比较了甲醇、95%乙醇和乙醇等提取效果,结果发现甲醇提取效果最佳;又分别比较了冷浸 2 h 后超声 30 min、温浸 2 h 后超声 30 min、直接超声 30 min 等提取效果,发现温浸 2 h 后超声 30 min 和直接超声 30 min 的效果最佳,为了简化前处理程序,故采用直接超声 30 min。

四季三黄片的定量测定方法很多,但经文献查阅,在同一色谱条件下同时测定芦荟大黄素、黄芩苷、黄柏酮和西红花苷-I 等 4 种组分的方法尚未见报道,本实验采用梯度洗脱双波长检测法,可一次进样同时检测上述 4 种成分,检测方法简单、效率高、专属性强、重复性好,可用于四季三黄片的质量控制。

REFERENCES

[1] 卫生部颁药品标准(中药成方制剂第二十册) [S]. 1990: 67.
[2] GAO X Y, LU J Q. HPLC-DAD simultaneous determination of 7 anthraquinone derivatives in Rhubarb [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2010, 30(9): 1636-1641.
[3] 刘瑛, 张浩. RP-HPLC 法测定栀子中西红花苷-I 和西红花总苷含量[J]. 中国民族民间医药, 2007, 89(6): 337-339.
[4] LIANG H Z, DING W H, YUAN D X, et al. Determination of crocin I and crocin II in jasmine by HPLC [J]. Linshizhen Med Mater Med Res(时珍国医国药), 2012, 23(10): 2386-2388.

- [5] ZHANG H H, WANG S, ZHANG D S, et al. Determination of five components in Siji Sanhuang tablets by RP- HPLC [J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2012, 34(10): 1915-1918.
- [6] 卢智玲. 四季三黄片的质量标准研究[J]. 中国中医药科技, 2013, 20(2): 163-164.
- [7] FENG Y, ZHANG D Q, ZHOU N, et al. Five anthraquinone derivatives in Siji Sanghuang tablets determined by HPLC [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2012, 18(7): 96-99.
- [8] ZHU J J, WANG Z M, ZHANG Q W, et al. A quantitative method for simultaneous assay of four flavones with one marker in Radix Scutellariae [J]. China J Chin Mater Med(中国中药杂志), 2009, 34(24): 3229-3234.
- [9] PENG W, LIU Z X. Simultaneous determination of content of baicalin and berberine hydrochloride in Sijisanhuang Tablets [J]. China Pharm(中国药业), 2011, 20(17): 35-36.
- [10] YIN M, MENG Y L, WEN L L. Quantitative analysis of multi-components with single marker for determination of alkaloids in Phellodendri Amurensis Cortex [J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2011, 42(6): 1093-1096.
- [11] CHAI J, WANG J P, LV L F. Simultaneous determination of ferulic acid, rutin, rhein, emodin and chrysophanol in Huangshiganmao tablets by HPLC [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2015, 32(8): 986-990.
- [12] SHU J F. Determination of scopoletin, baicalin, baicalein and farrerol in Qinbaohong Zhike capsule by HPLC [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2014, 31(9): 1114-1117.

收稿日期: 2015-07-14

细辛脑注射剂细菌内毒素检查法研究

罗洁, 张德波, 邓莎, 郑娇娇, 郑萍(成都市食品药品检验研究院, 成都 610045)

摘要: 目的 建立细辛脑注射剂的细菌内毒素检查法。方法 按中国药典 2010 年版二部附录 XIE 细菌内毒素检查法进行实验和结果判断。对不同厂家生产的供试品进行干扰试验和细菌内毒素检查。结果 浓度为 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 细辛脑注射剂溶液对鲎试剂与细菌内毒素的凝集反应有干扰作用, 经稀释后可排除干扰。结论 本品最大不干扰浓度为 $0.05 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, 可采用细菌内毒素检查法进行质量控制。

关键词: 细辛脑注射剂; 细菌内毒素; 鲎试剂; 干扰试验

中图分类号: R927.12

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2016)02-0203-06

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2016.02.018

Study on Bacterial Endotoxin Test for Asarone Injection

LUO Jie, ZHANG Debo, DENG Sha, ZHENG Jiaojiao, ZHENG Ping(Chengdu Institutes for Food and Drug Control, Chengdu 610045, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a bacterial endotoxin test(BET) for asarone injection. **METHODS** According to Ch.P 2010 Vol II Appendix XIE, the interference test and bacterial endotoxin test of different manufacture factory of samples were carried out. **RESULTS** There was interference in the agglutinate reaction between the sample and relative TAL with the concentration of $0.1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ asarone injection solution, and the interference was eliminated after diluted. **CONCLUSION** The nointerference concentration of asarone injection is $0.05 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$. The bacterial endotoxin test can be used for the quality control of asarone injection.

KEY WORDS: asarone injection; bacterial endotoxin; TAL; interference test

目前, 国内上市的细辛脑注射剂包括细辛脑注射液和注射用细辛脑, 临床上主要用于肺炎、支气管哮喘、慢性阻塞性肺疾病伴咳嗽、咯痰、喘息等。细辛脑主要存在于天南星科植物石菖蒲(*Acorus tatarinowii* Schott)等植物的挥发油中, 有很强的药理活性, 化学名称为 2,4,5-三甲氯基-1-丙烯基苯。国内有多家企业生产细辛脑注射剂,

生产工艺不尽相同, 添加的辅料均较多。细辛脑注射剂质量标准繁多, 在可能引起人体发热反应的安全性检查方面, 有的标准收录了兔法热原检查, 有的收录了鲎法细菌内毒素检查, 有的两者均未收录, 显得较为混乱^[1-2]。本研究全面考虑细辛脑注射剂的特点及临床用药的安全性, 为建立统一严格的细菌内毒素检查标准提供参考。

作者简介: 罗洁, 女, 副主任药师

Tel: (028)85366371

E-mail: 527315769@qq.com