

(三)干扰试验 用鲎试剂溶解液将供试品稀释成 1:2, 1:4 浓度,同灵敏度测定方法,以供试品原液、1:2 及 1:4 浓度分别将细菌内毒素工作标准品按比例稀释成上述系列浓

度,其余操作均同 2。结果见表 1。

(四)供试品的细菌内毒素检测 将供试品 1:2 稀释液,用鲎试剂(0.25EU/ml, 961219)进行检测,结果见表 2。

表 2 葡萄糖氯化钠注射液鲎法检测结果

供试品批号 (1:2)	检测结果(鲎试剂, 0.25EU/ml, 961219)					
	1	2	3	4	阴性对照	阳性对照 ¹
96091802	-	-	-	-	-	+
96100901	-	-	-	-	-	+
97012802	-	-	-	-	-	+

¹以 0.5EU/ml(2λ_b)内毒素浓度作为阳性对照

(五)热原检查 3 批供试品均为市售合格产品。

三、讨论

1. 药典规定,如有供试品或无供试品测得的灵敏度在 0.5 ~ 2.0λ_b (含 0.5λ_b 和 2.0λ_b) 则认为供试品在该浓度下不干扰试验^[1]。实验证明,葡萄糖氯化钠注射液对 0.25EU/ml 鲎试剂的灵敏度测定为 4λ_b (1EU/ml),有干扰作用,经 1:2 稀释后,测得灵敏度为 1.41λ_b (0.35EU/ml),可排除这种干扰。大输液的内毒素限值规定不得超过

0.5EU/ml,因此相应提高鲎试剂的灵敏度为 0.25EU/ml,即可用于葡萄糖氯化钠注射液的细菌内毒素检测,此法作为替代家兔热原试验值得推广。

2. 本实验采取了有供试品和无供试品测灵敏度同时进行的方法,并设立了供试品的阴性对照,提供了 3 个不同批号的干扰试验数据,使实验结果更为可靠准确。

参考文献

[1]中国药典.1995:附录 77

[2]吴伟洪编.鲎与鲎试验法论文汇编(三).1996:15

鲎法检查大输液中细菌内毒素假阳性结果判定

张会林

(解放军第 25 医院药材科 甘肃酒泉 735000)

自 1988 年 10 月卫生部部颁标准规定^[1],应用鲎法在 5 种大输液中检查细菌内毒素取代热原检查法。由于鲎法具有灵敏度高,特异性强及简便快速等优点。本文采用国产鲎试剂对 100 批大输液进行热原测定,并与家兔法对照,结果证明鲎法(灵敏度为 0.5EU/ml)检查阳性率较家兔法高,我们通过降低鲎试剂的灵敏度,使假阳性结果出现率降低。

一、实验方法和结果

部颁标准细菌内毒素检查仅规定 5 种注射剂的内毒素限值(<EU/ml),根据 5 种注射剂的细菌内毒素限量计算,热原检查家兔法剂量为 10ml/kg(M)和我国内毒素标准品的致热阈 10EU/kg(K),计算出 5 种大输液理论限值(L),根据药品内毒素限值:L = K/M^[2] = 1EU/ml,依据计算结果与规定,大输液的内毒素限值为 ≤1EU/ml。笔者通过对 100 批大输液鲎法检查出现的 10 批阳性结果进行试验性研究,其中 1 管为阳性者 3 批、

2管为阳性者7批的品种进行降低鲎试剂灵敏度后和家兔法同时复试,结果见表1。

表1 鲎法和家兔法对照试验和结果制定(10批大输液)

名称	批号	pH	鲎试验法				家兔法	
			凝胶反应 0.5EU/ml	结果判定	凝胶反应 1EU/ml	结果判定	平均体温 (℃)	结果判定
10%葡萄糖注射液	950420	5.1	±	阳性	-	阴性	+0.20	阴性
0.9%氯化钠注射液	950710	5.5	+	阳性	-	阴性	+0.38	阴性
5%葡萄糖注射液	950728	4.2	±	阳性	-	阴性	+0.27	阴性
10%葡萄糖注射液	951007	4.0	+	阳性	-	阴性	+0.25	阴性
10%葡萄糖注射液	951021	4.5	+	阳性	+	阳性	+0.63	阳性
0.9%氯化钠注射液	951104	5.0	±	阳性	-	阴性	+0.25	阴性
10%葡萄糖注射液	960110	4.7	+	阳性	-	阴性	+0.31	阴性
5%葡萄糖注射液	960118	4.5	+	阳性	-	阴性	+0.29	阴性
10%葡萄糖注射液	960277	5.0	+	阳性	-	阴性	+0.23	阴性
5%葡萄糖注射液	960306	5.0	+	阳性	±	阳性	+0.60	阳性

从上表结果可见,灵敏度为0.5EU/ml的鲎试剂在细菌内毒素检查中,结果为1阳、1阴时,再用家兔法和灵敏度为1EU/ml鲎试剂重复试验,家兔体温无变化,鲎试验法为阴性结果,此类结果无需4管复测,即认为是符合规定。对2管阳性或在复测中3管、4管为阳性者,需用适当灵敏度鲎法复测,我们对5批合格的大输液加入内毒素,行适当灵敏度鲎法与家兔法检查,灵敏度为1EU/ml鲎法的内毒素检查与家兔法的热原检查,结果两者相符。

二、讨论

1. 鲎法具有快速、准确、经济和操作简便等优点,因此用适当灵敏度的鲎试剂检查

法代替家兔法对大输液进行热原检查复测是可行的。

2. 部颁标准规定,将试管从水浴中轻轻取出,缓倒180°时,管内凝胶保持完整、不变形、不从管壁滑脱者为阳性,否则即为阴性,笔者通过实验结果证明,若1管阴1管阳,不需要重复试验,笔者认为可判定为合格。

3. 对2管或3管、4管阳性者,用灵敏度为1EU/ml的鲎试剂代替家兔法进行热原重复试验。笔者认为可行的。

以上实验结果和讨论仅供参考。

参考文献

- [1] WS₁-(B-122)-91 卫生部标准
[2] 夏振民. 药品细菌内毒素检查的限值. 药物分析杂志, 1995;15(3):54

复方氧氟沙星滴鼻液的制备及应用

黄 一 张 寄 平*

(浙江省平阳县药品检验所 平阳 325400)

摘要 本文拟定了复方氧氟沙星滴鼻液处方制备工艺和质量控制标准,并对其进行了稳定性试验。采用紫外分光光度法测定了氧氟沙星的吸收度,盐酸麻黄碱在波长293nm处无干扰。结果表明该制剂应用安全,疗效可靠,室温放置12mo质量仍符合要求。

* 浙江省平阳县人民医院