

# 顶空气相色谱法同时测定醒脑静注射液中6种有机溶剂的残留量

黄卫娟\*, 杨丽玲, 王淑芬, 黄肖梅, 何秀云, 姜松, 林绘(东莞市第五人民医院, 广东东莞 523900)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)27-3868-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.27.35

**摘要** 目的:建立同时测定醒脑静注射液中甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇、乙酸乙酯、乙腈6种有机溶剂残留量的方法。方法:采用顶空气相色谱法。色谱柱为DB-624毛细管柱,程序升温,进样口温度为200℃,检测器为氢火焰离子化检测器,检测器温度为250℃,载气为氮气,氮气流速为25 mL/min,分流比为35:1,顶空进样量为1 mL,顶空加热温度为80℃,平衡时间为15 min。结果:甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇、乙酸乙酯、乙腈检测质量浓度线性范围分别为15.00~240.00 μg/mL( $r=0.9999$ )、25.00~400.00 μg/mL( $r=0.9999$ )、25.00~400.00 μg/mL( $r=0.9999$ )、25.00~399.99 μg/mL( $r=0.9999$ )、25.00~399.99 μg/mL( $r=0.9998$ )、5.00~80.00 μg/mL( $r=0.9999$ );定量限分别为5.98、3.94、2.05、2.13、1.39、1.24 μg/mL,检测限分别为2.01、2.11、1.18、1.56、1.15、0.01 μg/mL;精密度的RSD均<2.0%,稳定性、重复性试验只检出乙酸乙酯,其RSD<2.0%;回收率分别为93.59%~99.02%(RSD=2.62%, $n=6$ )、92.42%~98.40%(RSD=2.43%, $n=6$ )、94.81%~104.64%(RSD=3.47%, $n=6$ )、94.56%~106.73%(RSD=4.21%, $n=6$ )、97.04%~106.33%(RSD=3.50%, $n=6$ )、98.40%~107.97%(RSD=3.37%, $n=6$ )。结论:该方法专属性强,操作简便快速,结果准确,可用于醒脑静注射液中6种有机溶剂残留量的同时测定。

**关键词** 顶空气相色谱法;醒脑静;有机溶剂;残留量;甲醇;乙醇;异丙醇;正丁醇;乙酸乙酯;乙腈

## Simultaneous Determination of 6 Residual Organic Solvents in Xingnaojing Injection by Headspace GC

HUANG Weijuan, YANG Liling, WANG Shufen, HUANG Xiaomei, HE Xiuyun, JIANG Song, LIN Hui (Dongguan Fifth People's Hospital, Guangdong Dongguan 523900, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish the method for simultaneous determination of 6 residual organic solvents in Xingnaojing injection, such as methanol, ethanol, isopropanol, *n*-butanol, ethyl acetate and acetonitrile. METHODS: Headspace GC method was adopted. The determination was performed on DB-624 capillary column by temperature programming with the injector temperature of 200 °C; flame ionization detector was adopted with the temperature of 250 °C; carrier gas was nitrogen with flow rate of 25 mL/min and split ratio of 35:1; headspace sampling size was 1 mL, and heating temperature of headspace sampling was 80 °C; equilibrium time was 15 min. RESULTS: The linear ranges of methanol, ethanol, isopropanol, *n*-butanol, ethyl acetate and acetonitrile were 15.00-240.00 μg/mL ( $r=0.9999$ ), 25.00-400.00 μg/mL ( $r=0.9999$ ), 25.00-400.00 μg/mL ( $r=0.9999$ ), 25.00-399.99 μg/mL ( $r=0.9999$ ), 25.00-399.99 μg/mL ( $r=0.9998$ ) and 5.00-80.00 μg/mL ( $r=0.9999$ ). The LOQ were 5.98, 3.94, 2.05, 2.13, 1.39, 1.24 μg/mL, and the LOD were 2.01, 2.11, 1.18, 1.56, 1.15, 0.01 μg/mL, respectively. RSDs of precision tests were all less than 2.0%, stability and repetitive tests only ethyl acetate was detected, RSD<2.0%; the recoveries were 93.59%-99.02% (RSD=2.62%, $n=6$ ), 92.42%-98.40% (RSD=2.43%, $n=6$ ), 94.81%-104.64% (RSD=3.47%, $n=6$ ), 94.56%-106.73% (RSD=4.21%, $n=6$ ), 97.04%-106.33% (RSD=3.50%, $n=6$ ) and 98.40%-107.97% (RSD=3.37%, $n=6$ ). CONCLUSIONS: The method is specific, rapid, simple and accurate, and can be used for simultaneous determination of 6 residual organic solvents in Xingnaojing injection.

**KEYWORDS** Headspace GC; Xingnaojing; Organic solvent; Residual; Methanol; Ethanol; Isopropanol; *n*-butanol; Ethyl acetate; Acetonitrile

醒脑静注射液由麝香、郁金、冰片、栀子等4味中药材组成,具有清热解毒、凉血活血、开窍醒脑的功效<sup>[1-3]</sup>,临床常用于中风昏迷、颅脑外伤、脑梗死等脑部疾病的治疗<sup>[4-6]</sup>,其联合纳洛酮可改善肝性脑病患者的认知功能,降低外周血神经毒性物质及炎症因子水平<sup>[7]</sup>。醒脑静注射液生产工艺中主要使用的有机溶剂是乙醇<sup>[8-9]</sup>,而在工业发酵生产乙醇时可产生甲醇、异丙醇、正丁醇、乙

酸乙酯、乙腈等有机溶剂<sup>[10-12]</sup>,因此在醒脑静注射液生产过程中可能会带入这些有机溶剂。为保证该制剂的质量和用药安全,必须严格控制其有机溶剂的残留量。但目前有关醒脑静注射液中有机溶剂残留量的测定尚未见文献报道。鉴于此,笔者参考2015年版《中国药典》(四部)中关于有机溶剂残留量测定法的指导原则<sup>[13]</sup>和文献<sup>[14]</sup>采用顶空气相色谱法建立了同时测定醒脑静注射液中甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇、乙酸乙酯和乙腈6种有机溶剂残留量的方法,以期完善该制剂的质量

\*副主任药师。研究方向:医院药学。电话:0769-85012062。  
E-mail:710753877@qq.com

标准提供参考。

## 1 材料

### 1.1 仪器

7890B型气相色谱仪,包括氢火焰离子化检测器、工作站、自动顶空进样器(美国 Agilent公司);PURELAB Ultra型超纯水仪[威立雅水处理技术(上海)有限公司];BS124S型万分之一电子分析天平(德国 Sartorius 公司)。

### 1.2 药品与试剂

醒脑静注射液(厂家A,批号:1604112、1603052,规格:5 mL;厂家B,批号:1510132,规格:10 mL);甲醇对照品(河北四友卓越科技有限公司,批号:110616,纯度:>99.9%);乙醇对照品(批号:20160601,纯度:>99.7%);异丙醇对照品(批号:20130726,纯度:>99.7%);正丁醇对照品(批号:20151228,纯度:>99.5%);乙酸乙酯对照品(批号:20160316,纯度:>99.5%)均购自天津天泰精细化学品有限公司;乙腈对照品[赛默飞世尔科技(中国)有限公司,批号:135525,纯度:>99.9%];水为纯化水。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱:DB-624毛细管柱(30 m×0.32 mm,1.80 μm);升温程序:起始温度为60℃,保持8 min,以30℃/min升温至120℃,保持1 min,最后以60℃/min升温至220℃,保持1 min;进样口温度:200℃;检测器:氢火焰离子化检测器;检测器温度:250℃;载气:氮气;氮气流速:25 mL/min;分流比:35:1;顶空进样量:1 mL;顶空加热温度:80℃;平衡时间:15 min。

### 2.2 溶液的制备

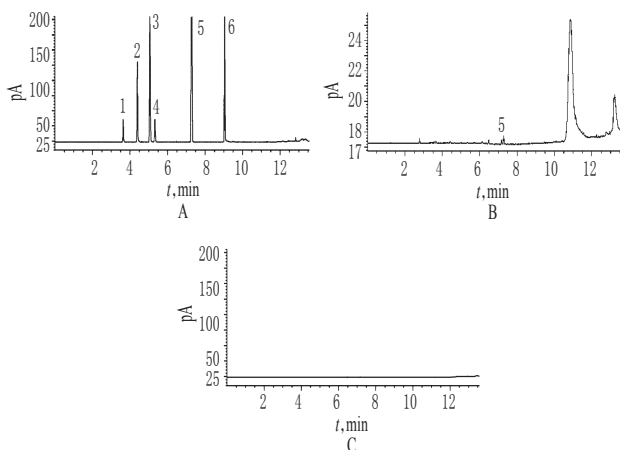
2.2.1 混合对照品溶液 精密称取甲醇对照品0.3003 g、乙醇对照品0.5015 g、异丙醇对照品0.5015 g、正丁醇对照品0.5025 g、乙酸乙酯对照品0.5025 g、乙腈对照品0.1001 g,分别置于10 mL量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,即得单一对照品贮备液。精密量取上述单一对照品贮备液各1 mL,置于同一100 mL量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,即得甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇、乙酸乙酯、乙腈的质量浓度分别为300.3、501.5、501.5、502.5、502.5、100.1 μg/mL的混合对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 取样品适量,置于5 mL量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

2.2.3 空白溶液 以水为空白溶液。

### 2.3 专属性试验

精密量取“2.2”项下混合对照品溶液、供试品溶液、空白溶液各适量,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱,详见图1。由图1可知,在该色谱条件下,各有机溶剂均能达到基线分离,分离度>1.5;理论板数以乙酸乙酯峰计>5 000,保留时间约为7.25 min。结果表明,其他成分对测定无干扰。



A.混合对照品;B.供试品;C.空白;1.甲醇;2.乙醇;3.异丙醇;4.乙腈;5.乙酸乙酯;6.正丁醇

A.mixed control; B.test sample; C.blank; 1.methanol; 2.ethanol; 3.isopropanol; 4.acetonitrile; 5.ethyl acetate; 6. n-butanol;

图1 气相色谱图

Fig 1 GC chromatograms

### 2.4 线性关系考察

分别精密量取“2.2.1”项下混合对照品溶液0.5、1.0、2.0、4.0、8.0 mL,分别置于10 mL量瓶中,加水定容,摇匀,即得系列混合对照品溶液。取上述系列混合对照品溶液各适量,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以各待测有机溶剂质量浓度( $x$ , μg/mL)为横坐标、峰面积( $y$ )为纵坐标进行线性回归,回归方程与线性范围见表1。

表1 回归方程与线性范围

Tab 1 Regressive equations and linear ranges

| 待测有机溶剂 | 回归方程                              | $r$     | 线性范围, μg/mL  |
|--------|-----------------------------------|---------|--------------|
| 甲醇     | $y=0.292\ 241\ 09x-0.131\ 451\ 1$ | 0.999 9 | 15.00~240.00 |
| 乙醇     | $y=0.663\ 563\ 92x-1.330\ 023\ 4$ | 0.999 9 | 25.00~400.00 |
| 异丙醇    | $y=1.243\ 380\ 75x-1.082\ 333\ 1$ | 0.999 9 | 25.00~400.00 |
| 正丁醇    | $y=1.843\ 947\ 44x-2.429\ 883\ 3$ | 0.999 9 | 25.00~399.99 |
| 乙酸乙酯   | $y=5.858\ 921\ 56x-6.209\ 028$    | 0.999 8 | 25.00~399.99 |
| 乙腈     | $y=1.095\ 783x+0.252\ 720\ 8$     | 0.999 9 | 5.00~80.00   |

### 2.5 定量限(LOQ)与检测限(LOD)

取“2.2.1”项下混合对照品溶液适量,倍比稀释,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。当信噪比为10:1时,得LOQ;当信噪比为3:1时,得LOD。结果,甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇、乙酸乙酯、乙腈的LOQ分别为5.98、3.94、2.05、2.13、1.39、1.24 μg/mL, LOD分别为2.01、2.11、1.18、1.56、1.15、0.01 μg/mL。

### 2.6 精密度试验

精密量取“2.2.1”项下混合对照品溶液适量,用水稀释5倍,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,甲醇、乙醇、异丙醇、正丁醇、乙酸乙酯、乙腈峰面积的RSD分别为1.02%、0.81%、0.97%、1.38%、1.65%、1.00%( $n=6$ ),表明仪器精密度良好。

### 2.7 稳定性试验

精密量取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:1604112)适量,分别于室温下放置0、2、4、6、8、10 h时按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,只检出乙酸乙酯,其峰面积的RSD=1.32%(n=6),表明供试品溶液在室温下放置10 h内稳定性良好。

## 2.8 重复性试验

精密量取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:1604112)适量,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,只检出乙酸乙酯,其峰面积的RSD=1.32%(n=6),表明本方法重复性良好。

## 2.9 回收率试验

取空白辅料适量,共6份,精密称定,分别置于5 mL量瓶中,各加入一定质量的待测有机溶剂对照品,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算回收率,结果见表2。

表2 回收率试验结果(n=6)

Tab 2 Results of recovery tests(n=6)

| 待测有机溶剂 | 加入量, μg | 测得量, μg | 回收率, % | 平均回收率, % | RSD, % |
|--------|---------|---------|--------|----------|--------|
| 甲醇     | 600.0   | 594.1   | 99.02  | 96.98    | 2.62   |
|        | 600.0   | 563.3   | 93.88  |          |        |
|        | 600.0   | 589.4   | 98.24  |          |        |
|        | 600.0   | 561.5   | 93.59  |          |        |
|        | 600.0   | 593.8   | 98.97  |          |        |
|        | 600.0   | 589.1   | 98.19  |          |        |
| 乙醇     | 1000.0  | 947.0   | 94.70  | 95.73    | 2.43   |
|        | 1000.0  | 945.6   | 94.56  |          |        |
|        | 1000.0  | 960.1   | 96.01  |          |        |
|        | 1000.0  | 924.2   | 92.42  |          |        |
|        | 1000.0  | 984.0   | 98.40  |          |        |
|        | 1000.0  | 982.9   | 98.29  |          |        |
| 异丙醇    | 1000.0  | 948.1   | 94.81  | 101.46   | 3.47   |
|        | 1000.0  | 1009.5  | 100.95 |          |        |
|        | 1000.0  | 1046.4  | 104.64 |          |        |
|        | 1000.0  | 1015.8  | 101.58 |          |        |
|        | 1000.0  | 1033.4  | 103.34 |          |        |
|        | 1000.0  | 1034.2  | 103.42 |          |        |
| 正丁醇    | 1000.0  | 945.6   | 94.56  | 103.01   | 4.21   |
|        | 1000.0  | 1030.4  | 103.04 |          |        |
|        | 1000.0  | 1067.3  | 106.73 |          |        |
|        | 1000.0  | 1036.7  | 103.67 |          |        |
|        | 1000.0  | 1048.3  | 104.83 |          |        |
|        | 1000.0  | 1052.1  | 105.21 |          |        |
| 乙酸乙酯   | 1000.0  | 970.4   | 97.04  | 103.29   | 3.50   |
|        | 1000.0  | 1042.6  | 104.26 |          |        |
|        | 1000.0  | 1009.9  | 100.99 |          |        |
|        | 1000.0  | 1063.3  | 106.33 |          |        |
|        | 1000.0  | 1050.3  | 105.03 |          |        |
|        | 1000.0  | 1060.8  | 106.08 |          |        |
| 乙腈     | 82.0    | 80.7    | 98.40  | 104.88   | 3.37   |
|        | 82.0    | 85.5    | 104.30 |          |        |
|        | 82.0    | 87.8    | 107.09 |          |        |
|        | 82.0    | 85.5    | 104.30 |          |        |
|        | 82.0    | 88.0    | 107.26 |          |        |
|        | 82.0    | 88.5    | 107.97 |          |        |

## 2.10 样品中有机溶剂残留量的测定

取3批样品(批号:1604112、1603052、1510132)各适

量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,以外标法计算待测有机溶剂残留量。结果,3批样品中有2批(批号:1604112、1603052),只检出乙酸乙酯,其残留量均为0.01%(n=3)。

## 3 讨论

### 3.1 溶剂的选择

由于醒脑静注射液中可能存在的有机溶剂在水中均有较好溶解性,且纯化水的安全性强、经济环保,故选择纯化水作为本研究的溶剂。

### 3.2 色谱柱的选择

本试验曾考察了HP-INNOWAX和DB-624两种型号的毛细管柱,发现使用HP-INNOWAX测定6种有机溶剂残留时,待测有机溶剂不能达到基线分离;而选用DB-624毛细管柱,可使待测有机溶剂完全分离且峰型尖锐美观,无杂质峰干扰。

综上所述,本方法专属性强,操作简便快速,结果准确,可用于醒脑静注射液中6种有机溶剂残留量的同时测定。

## 参考文献

- [1] 汪秀月.气相色谱法测定醒脑静注射液中麝香酮含量[J].海峡药学,2011,23(11):66-67.
- [2] 方颖,赵希贤,赵鸣舒,等.气相色谱法同时测定醒脑静注射液中麝香酮、龙脑、樟脑、异龙脑的含量[J].中国实验方剂学杂志,2012,18(8):96-99.
- [3] 杨立新,冯伟红,夏伯候,等.醒脑静注射液HPLC特征图谱研究[J].中国中药杂志,2016,41(9):1640-1645.
- [4] Peng W, Yang J, Wang Y, et al. Systematic review and Meta-analysis of randomized controlled trials of Xingnaojing treatment for stroke[J].Evid Based Complement Alternat Med,2014,doi:10.1155/2014/210851.
- [5] 华承磊,叶建新.醒脑静注射液的临床治疗现状[J].中国中医急症,2011,20(4):626-627.
- [6] 于广石,陈军,周小荣.醒脑静治疗脑梗死急性期的临床效果初步研究[J].当代医学,2017,23(10):40-42.
- [7] 邓磊,李依.醒脑静联合纳洛酮对肝性脑病患者相关指标的影响[J].中国药房,2017,28(12):1630-1632.
- [8] 朱华桥.醒脑静注射乳剂的研究[D].沈阳:沈阳药科大学,2005.
- [9] 张琼丹.精制醒脑静注射液工艺与质量标准研究[D].广州:广州中医药大学,2012.
- [10] 金春钰.白酒中杂醇油分析方法的研究进展[J].酿酒科技,2005,doi:10.13746/j.njkj.2005.10.030.
- [11] 沈怡方.白酒中四大乙酯在酿造发酵中形成的探讨[J].酿酒科技,2003,doi:10.13746/j.njkj.2003.05.006.
- [12] 徐立,刘正丹,曹美龄.氢火焰-气相色谱法测定水中乙腈和丙烯腈的应用[J].中国卫生检验杂志,2010,20(12):3530-3531.
- [13] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:四部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:105.
- [14] 谢颖,戴丹,谢春燕.气相色谱法测定丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>原料药中

# UPLC-MS/MS 法同时检测抗风湿中药制剂中非法添加的 12 种非甾体抗炎药

言慧洁<sup>1\*</sup>, 刘伟<sup>1</sup>, 夏青松<sup>1</sup>, 潘源虎<sup>2</sup> (1.湖北省直属机关医院, 武汉 430071; 2.华中农业大学动物科技与动物医学院, 武汉 430072)

中图分类号 R927.2; R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)27-3871-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.27.36

**摘要** 目的: 建立同时检测抗风湿中药制剂中非法添加的 12 种非甾体抗炎药。方法: 采用超高效液相色谱-质谱法。色谱条件: 色谱柱为 Hypersil Golden C<sub>18</sub>, 流动相为 5 mmol/L 甲酸铵溶液-甲醇(梯度洗脱), 流速为 0.2 mL/min, 柱温为 40 °C, 进样量为 2 μL。质谱条件: 离子源为电喷雾离子源, 气帘气压为 25 kPa, 雾化气压为 60 kPa, 辅助气压为 55 kPa, 电喷雾电压为 4 500 V, 离子源温度为 650 °C, 采集方式为多反应监测模式。结果: 对乙酰氨基酚、乙酰水杨酸、氨基比林、美洛昔康、布洛芬、萘普生、舒林酸、尼美舒利、双氯芬酸、吲哚美辛、酮洛芬、塞来昔布检测质量浓度线性范围分别为 0.01~2.0 μg/mL ( $r=0.995\ 6$ )、0.05~5.0 μg/mL ( $r=0.997\ 6$ )、0.01~2.0 μg/mL ( $r=0.998\ 7$ )、0.02~5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 0$ )、0.02~5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 3$ )、0.02~5.0 μg/mL ( $r=0.996\ 5$ )、0.05~5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 4$ )、0.02~5.0 μg/mL ( $r=0.996\ 0$ )、0.05~5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 9$ )、0.02~5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 7$ )、0.02~5.0 μg/mL ( $r=0.996\ 8$ )、0.01~2.0 μg/mL ( $r=0.998\ 7$ ); 定量限 ≤ 0.20 mg/g, 检测限 ≤ 0.05 mg/g; 精密性、稳定性、重复性试验的 RSD < 5.0%; 加样回收率为 80.8%~114.2% (RSD 为 3.85%~7.32%,  $n=9$ )。结论: 该方法操作简便, 精密性、稳定性、重复性好, 可用于抗风湿中药制剂中非法添加的 12 种非甾体抗炎药的同时检测。

**关键词** 非甾体类抗炎药; 中药制剂; 非法添加; 超高效液相色谱-质谱法

## Simultaneous Determination of 12 Nonsteroidal Anti-inflammatory Drugs Illegally Added into Antirheumatic TCM Preparations by UPLC-MS/MS

YAN Huijie<sup>1</sup>, LIU Wei<sup>1</sup>, XIA Qingsong<sup>1</sup>, PAN Yuanhu<sup>2</sup> (1. Hubei Zhishu Jiguan Hospital, Wuhan 430071, China; 2. College of Animal Sciences Technology & College of Veterinary Medicine, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430072, China)

**ABSTRACT** **OBJECTIVE:** To develop a method for simultaneous determination of 12 nonsteroidal anti-inflammatory drugs (NSAIDs) illegally added into antirheumatic TCM preparations. **METHODS:** UPLC-MS/MS was adopted. The determination was performed on Hypersil Golden C<sub>18</sub> column with mobile phase consisted of 5 mmol/L ammonium formate solution-methanol (gradient elution) at the flow rate of 0.2 mL/min. The column temperature was 40 °C, and the sample size was 2 μL. A tandem quadrupole mass spectrometer equipped with electrospray ionization source was used in positive-negative ion mode: curtain gas of 25 kPa, atomizing gas of 60 kPa, auxiliary gas of 55 kPa, electrospray voltage of 4 500 V, ion source temperature of 650 °C. The multiple reaction monitoring mode was performed. **RESULTS:** The linear ranges of acetaminophen, acetylsalicylic acid, aminopyrine, meloxicam, ibuprofen, naproxen, lam acid, nimesulide, diclofenac, indomethacin, ketoprofen and celecoxib were 0.01-2.0 μg/mL ( $r=0.995\ 6$ ), 0.05-5.0 μg/mL ( $r=0.997\ 6$ ), 0.01-2.0 μg/mL ( $r=0.998\ 7$ ), 0.02-5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 0$ ), 0.02-5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 3$ ), 0.02-5.0 μg/mL ( $r=0.996\ 5$ ), 0.05-5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 4$ ), 0.02-5.0 μg/mL ( $r=0.996\ 0$ ), 0.05-5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 9$ ), 0.02-5.0 μg/mL ( $r=0.995\ 7$ ), 0.02-5.0 μg/mL ( $r=0.996\ 8$ ), 0.01-2.0 μg/mL ( $r=0.998\ 7$ ), respectively. The limits of quantitation were no more than 0.20 mg/g, and the limits of detection were no more than 0.05 mg/g. RSDs of precision, stability and reproducibility tests were all lower than 5.0%. The recoveries were 80.8%-114.2% (RSD was 3.85%-7.32%,  $n=9$ ). **CONCLUSIONS:** The established method is simple, accurate, stable and reproducible, and can be used for simultaneous determination of 12 NSAIDs illegally added into antirheumatic TCM preparations.

**KEYWORDS** Nonsteroidal anti-inflammatory drugs; TCM preparation; Illegally added; UPLC-MS/MS

非甾体类抗炎药(NSAIDs)是临床上常用的解热镇痛抗炎药, 机制为通过抑制体内环氧化酶(COX)活性而

减少局部组织前列腺素(PG)的生物合成, 除具有解热、镇痛作用外, 多数还有抗炎、抗风湿的作用, 也是治疗类

有机溶剂残留量[J]. 华西药理学杂志, 2014, 29(1): 84.

(收稿日期: 2017-04-03 修回日期: 2017-07-05)

(编辑: 刘柳)

\* 副主任药师。研究方向: 临床药学。电话: 027-87234240。

E-mail: butterfly20058@hotmail.com