

中华人民共和国农业部公告

第 2395 号

根据《兽药管理条例》规定,我部组织制定了《硫酸卡那霉素注射液中非法添加尼可刹米检查方法》标准,现予发布,自发布之日起执行。

特此公告。

附件:硫酸卡那霉素注射液中非法添加尼可刹米检查方法



附件

硫酸卡那霉素注射液中非法添加 尼可刹米检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于硫酸卡那霉素注射液中非法添加尼可刹米的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加尼可刹米检查时,需进行空白试验和检测限测定。

2 检查方法

按照高效液相色谱法(《中国兽药典》)二〇一〇年版一部附录36页)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(30:70)为流动相;二极管阵列检测器,采集波长范围为210nm~400nm,分辨率为1.2nm;记录263nm波长处的色谱图。供试品溶液中尼可刹米色谱峰与相邻色谱峰分离度应符合要求。

测定法 取供试品1.0ml,置100ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀;取1.0ml,置10ml量瓶中,加流动相稀释至刻度,作为供试品溶液;取尼可刹米对照品适量,加水使溶解并稀释制成每1ml中含

0.5mg 的溶液;取 1.0ml,置 10ml 量瓶中,加流动相稀释至刻度,作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 10 μ l 注入液相色谱仪,同时记录色谱图与光谱图。必要时,可调整供试品溶液或对照品溶液的浓度,使两者峰面积近似。通过与对照品溶液色谱图保留时间、光谱图的比对,确定供试品中是否含有尼可刹米。

3 结果判定

3.1 在相同试验条件下,供试品溶液色谱图中如出现色谱峰与尼可刹米对照品保留时间一致峰(差异小于等于 $\pm 5\%$),且为单一物质峰(纯度角度小于纯度阈值);在规定的采集波长范围内,两者紫外光谱图应匹配(匹配角度小于匹配阈值),最大吸收波长一致(差异小于等于 $\pm 2\text{nm}$),判定为检出尼可刹米。

3.2 供试品溶液色谱图中峰保留时间与尼可刹米对照品峰相同,但峰面积小于检测限峰面积,判为未检出尼可刹米。

4 检出限

本方法中尼可刹米检出限为 2.5g/L。