

中华人民共和国农业部公告

第 2398 号

根据《兽药管理条例》规定,我部组织制定了《恩诺沙星注射液中非法添加双氯芬酸钠检查方法》标准,现予发布,自发布之日起执行。

特此公告。



恩诺沙星注射液中非法添加双氯芬酸钠检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于恩诺沙星注射液中非法添加双氯芬酸钠的检查。

1.2 用于其它兽药制剂中非法添加双氯芬酸钠检查时，需进行空白试验和检测限测定。

2 检查方法

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-4%冰醋酸溶液（70：30）为流动相；柱温为 30℃；采用二极管阵列检测器，采集波长范围为 200nm~400 nm，分辨率为 1.2 nm；记录 276 nm 波长处的色谱图。供试品溶液中双氯芬酸钠色谱峰与相邻色谱峰分离度应符合要求。

测定法 取供试品 1.0 ml，用 70%甲醇溶液稀释 500 倍，作为供试品溶液；取双氯芬酸钠对照品适量，加 70%甲醇溶液使溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，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双氯芬酸钠。

3 结果判定

3.1 供试品溶液色谱图中如出现色谱峰与双氯芬酸钠对照品保留时间一致峰（差异小于等于±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±2nm），判定为检出双氯芬酸钠。

3.2 供试品溶液色谱图中峰保留时间与双氯芬酸钠对照品峰相同，但峰面积小于检测限峰面积，判为未检出双氯芬酸钠。

4 检测限

本方法检出限为 2.5g/L。