

中华人民共和国农业部公告

第 2571 号

根据《兽药管理条例》，我部组织制定了兽药中非法添加非泼罗尼检查方法，现予发布，自发布之日起执行。

特此公告。

附件：兽药中非法添加非泼罗尼检查方法



附件

兽药中非法添加非泼罗尼检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于阿维菌素粉中非法添加非泼罗尼的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加非泼罗尼的检查时,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》一部附录 0512)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;以水为流动相 A,乙腈为流动相 B,流速为每分钟 1.0ml,按下表进行梯度洗脱;二极管阵列检测器,采集波长范围为 190nm ~ 400nm,分辨率为 1.2nm;记录 220nm 波长处的色谱图。供试品溶液中非泼罗尼色谱峰与相邻色谱峰分离度应符合要求。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	30	70
12	30	70
13	5	95
20	5	95
21	30	70
25	30	70

测定法取供试品 1.0g(或 1.0ml),置 50ml 量瓶中,加甲醇适量,超声处理 5 分钟,放冷,加甲醇稀释至刻度,摇匀;取 5.0ml,置 50ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度;摇匀,作为供试品溶液。取非泼罗尼对照品约 25mg,置 50ml 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀;取 5.0ml,置 50ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 10 μ l,分别注入液相色谱仪,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非泼罗尼。

3 结果判定

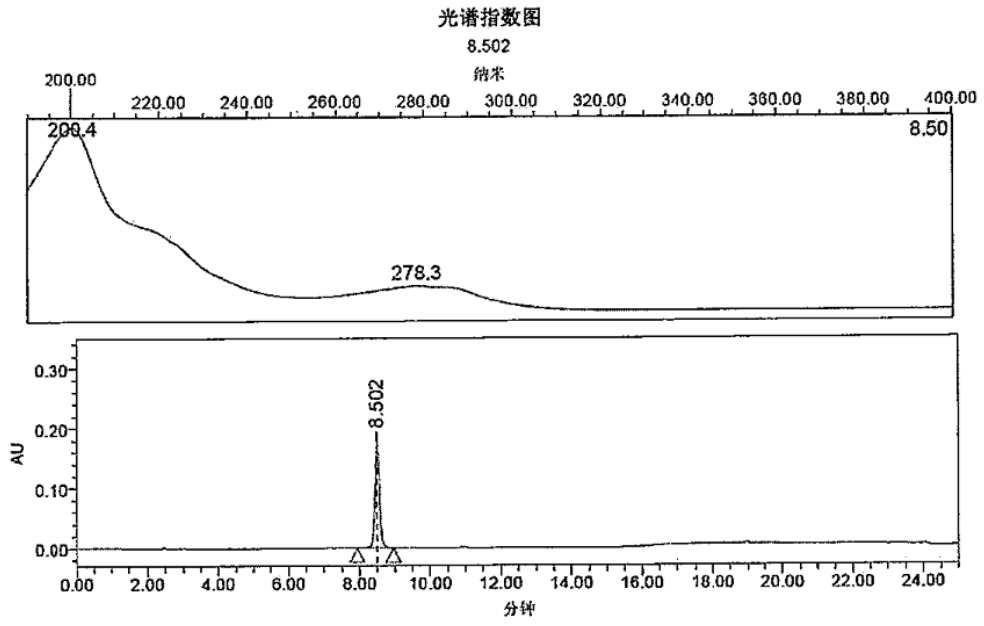
3.1 供试品溶液色谱图中如出现与非泼罗尼对照品保留时间一致的峰(差异小于等于 $\pm 5\%$),且为单一物质峰;在规定的采集波长范围内,两者紫外光谱图匹配,且最大吸收波长一致(差异小于等于 $\pm 2\text{nm}$),判定为检出非泼罗尼。

3.2 供试品溶液色谱图中峰保留时间与非泼罗尼对照品峰相同,但峰面积小于检测限峰面积,判定为未检出非泼罗尼。

4 检测限

本方法检测限为 0.5g/kg。

附图



非泼罗尼光谱图与对照品溶液色谱图