

中华人民共和国农业部公告

第 1924

根据《兽药管理条例》规定,我部组织制定了《氟苯尼考粉和氟苯尼考预混剂中非法添加氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星的检查方法》(见附件),现予公布,自发布之日起执行。

附件: 氟苯尼考粉和氟苯尼考预混剂中非法添加氧氟沙星、
诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星的检查方法

农 业 部

2013 年 4 月 12 日

— 1 —

附件

氟苯尼考粉和氟苯尼考预混剂中非法添加

氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星的检查方法

一、适用范围

本方法适用于氟苯尼考粉、氟苯尼考预混剂中非法添加氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星的检查。

二、检查方法

照高效液相色谱法测定（《中国兽药典》二〇一〇版一部附录 36 页）。

色谱条件与系统适用性 用十八烷基键合硅胶为填充剂（Waters XBridge C18 色谱柱或性能相当的色谱柱）；以磷酸溶液（取磷酸 3.0ml，加水至 1000ml，用三乙胺调 pH 值至 3.0 ± 0.1 ，加乙腈 50ml）-甲醇（88:12）为流动相，流速为每分钟 1ml，采用二极管阵列检测器检测，采集波长为 200 nm~400nm，分辨率为 1.2nm；记录 283nm 波长处的色谱图。

称取氧氟沙星对照品、诺氟沙星对照品、环丙沙星对照品、恩诺沙星对照品各约 25mg 分别置 50ml 量瓶中，加 2%磷酸溶液-乙腈（1:1）适量，超声处理 30 分钟使溶解，放冷至室温，用 2%磷酸溶液-乙腈（1:1）稀释至刻度，摇匀。各量取 5ml 置同一 50ml 量瓶中，用磷酸溶液（取磷酸 3.0ml，加水至 1000ml，用三乙胺调 pH 值至 3.0 ± 0.1 ，加乙腈 50ml）稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性试验溶液。取 10 μ l 注入高效液相色谱仪，记录色谱图和光谱图。氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星各相邻色谱峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品 1.0g 置具塞锥形瓶中，加 2%磷酸溶液-乙腈（1:1）50ml，超声处理 15 分钟，放冷至室温，滤过，取续滤液 5ml，加磷酸溶液（取磷酸 3.0ml，加水至 1000ml，用三乙胺调 pH 值至 3.0 ± 0.1 ，加乙腈 50ml）稀释至 50ml，摇匀，作为供试品溶液。另取需要验证物质的相应对照品（氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星）各约 25mg，分别加 2%磷酸溶液-乙腈（1:1）50ml，超声处理 15 分钟使溶解，放冷至室温；各取 5ml，分别加磷酸溶液（取磷酸 3.0ml，加水至 1000ml，用三乙胺调 pH 值至 3.0 ± 0.1 ，加乙腈 50ml）稀释至 50ml，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，分别注入高效液相色谱仪，同时记录色谱图和光谱图。通过与对照品液相色谱图保留时间、光谱图的比对，确定供试品中是否含有氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星。

三、结果判定

1、在相同实验条件下，供试品色谱图中如出现色谱峰与相应对照品峰保留时间一致（±

5%), 在大于 200nm 的波长范围内, 供试品出现的色谱峰和相应对照品峰相对峰高大于 10% 时, 两者光谱图无明显差异(必要时可调整供试品溶液的浓度), 最大吸收波长一致(±2nm), 判定为检出氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星。

2、供试品溶液色谱图中如出现与相应对照品保留时间一致的色谱峰, 但峰面积小于检测限峰面积, 判定为未检出氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星。

四、检测限

本测定法的检测限为 0.5mg/g。

附图:

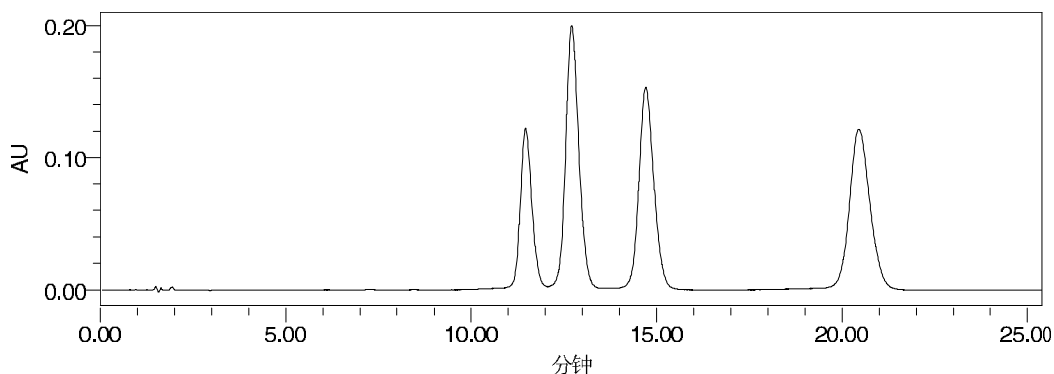


图1 氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星混合标准溶液色谱图

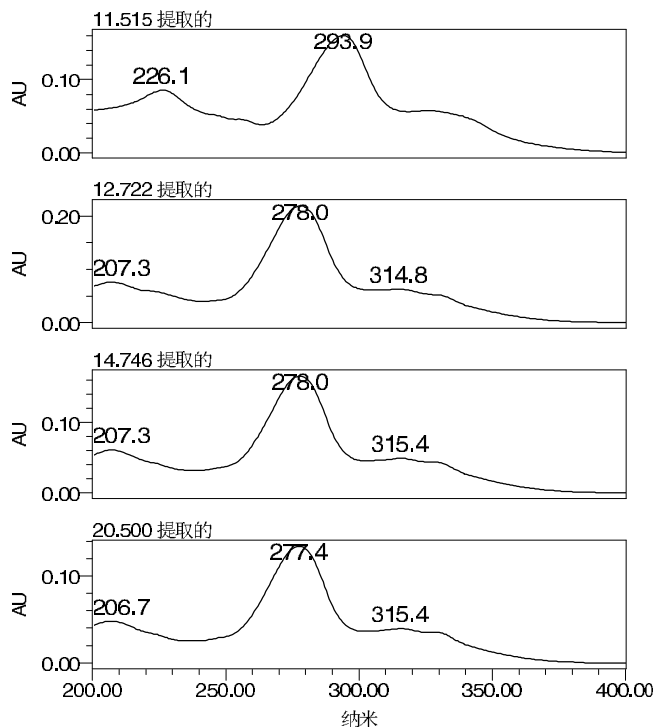


图2 氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星的光谱图

起草单位: 河南省兽药监察所

复核单位：中国兽医药品监察所
江苏省兽药饲料质量检验所