附件

氟苯尼考制剂中非法添加磺胺二甲嘧啶、

磺胺间甲氧嘧啶的检查方法

1 适用范围

本法适用于氟苯尼考可溶性粉、氟苯尼考粉、氟苯尼考预混剂、氟苯尼考溶液、氟苯尼考注射液的检查。

2 测试药物

磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶

3 检查方法

照高效液相色谱法（《中国兽药典》二Ｏ一Ｏ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**；以乙腈-0.2%冰醋酸溶液（27:73）为流动相；二极管阵列检测器，采集波长范围为200nm～400nm，分辨率为1.2nm，流速为每分钟1ml;记录270nm波长处的色谱图。取**氟苯尼考对照品25mg、磺胺二甲嘧啶对照品50mg、磺胺间甲氧嘧啶对照品25mg，置同一容器中，加0.1mol/L氢氧化钠溶液5ml使溶解，加27%乙腈溶液稀释至50ml；取1ml加27%乙腈溶液稀释至10ml，作为系统适用性试验溶液。取10*μ*l注入液相色谱仪，同时记录色谱图及光谱图。磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、氟苯尼考色谱峰的分离度应符合要求。

测定法取供试品，加0.1mol/L氢氧化钠溶液5ml，使溶解，用27%乙腈溶液稀释制成每1ml中约含氟苯尼考50*μ*g的溶液，作为供试品溶液。取需验证物质的相应对照品（磺胺二甲嘧啶约50mg或磺胺间甲氧嘧啶约25mg），置同一容器内，加0.1mol/L 氢氧化钠溶液5ml，超声处理使溶解，加27%乙腈溶液稀释至50ml，取5ml，加27%乙腈溶液稀释至50ml，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，同时记录色谱图及光谱图。通过与对照品色谱图保留时间、光谱图的比对，确定供试品溶液中是否含有磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶。

4结果判定

4.1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主峰保留时间一致（差异小于等于±5%）；在200nm**～**400nm波长范围内，供试品出现的色谱峰与相应对照品色谱峰相对峰高大于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）；最大吸收处波长一致（差异小于等于±2nm），则判为检出被测试药物。

4.2供试品色谱图中如出现与相应对照品保留时间一致的色谱峰，但峰面积小于检出限峰面积，判定为未检出被测试药物。

5 检测限

本测定法的检测限为磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶：0.25mg/ml或0.25mg/g。

起草单位：山东省兽药质量检验所

复核单位：广东省兽药与饲料监察总所

内蒙古自治区兽药监察所