
兽药制剂中非法添加磺胺类和喹诺酮类 25 种化合物

检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于黄芪多糖注射液、维生素 C 可溶性粉、硫酸卡那霉素注射液中非法添加磺胺脒、磺胺、磺胺二甲异嘧啶钠、磺胺醋酰、磺胺嘧啶、甲氧苄啶、磺胺吡啶、马波沙星、磺胺甲基嘧啶、氧氟沙星、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、恩诺沙星、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯达嗪钠、沙拉沙星、磺胺多辛、磺胺甲噁唑、磺胺异噁唑、磺胺苯甲酰、磺胺氯吡嗪钠、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉或磺胺苯吡唑的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加磺胺脒、磺胺、磺胺二甲异嘧啶钠、磺胺醋酰、磺胺嘧啶、甲氧苄啶、磺胺吡啶、马波沙星、磺胺甲基嘧啶、氧氟沙星、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、恩诺沙星、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯达嗪钠、沙拉沙星、磺胺多辛、磺胺甲噁唑、磺胺异噁唑、磺胺苯甲酰、磺胺氯吡嗪钠、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉、磺胺苯吡唑等检查时，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（附录 0512）测定。

2.1 色谱条件与系统适用性试验 采用超高效液相色谱柱，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（Agilent EclipsePlusC18 RRHD 2.1mm×150mm, 1.8μm, 或其他等效的色谱柱）；以 0.1% 甲酸溶液（三乙胺调节 pH 值至 3.40）为流动相 A，以乙腈为流动相 B，流速为每

分钟 0.2ml，柱温 25℃，按下表进行线性梯度洗脱；二极管阵列检测器检测，采集波长范围为 200nm~400nm，分辨率为 1.2nm，记录 280nm 波长处的色谱图。

梯度洗脱方法

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	91	9
7	86	14
20	84.5	15.5
25	80	20
30	76	24
37	70	30
39	50	50
39.5	91	9
42	91	9

取马波沙星、磺胺甲基嘧啶、磺胺喹噁啉和磺胺苯吡唑对照品适量，加 60%乙腈溶液，制成每 1ml 中各含 4 μ g 的混合溶液，作为系统适用性溶液。取 0.5 μ l 注入超高效液相色谱仪，记录色谱图和光谱图。马波沙星与磺胺甲基嘧啶色谱峰、磺胺喹噁啉与磺胺苯吡唑色谱峰的分离度均应不小于 1.0。

2.2 测定法

取黄芪多糖注射液 1.0ml、硫酸卡那霉素注射液 1.0ml 或取维生素 C 可溶性粉 1.0g，置 50ml 量瓶中，加 60%乙腈溶液约 40ml，超声 5 分钟，放冷，加 60%乙腈溶液至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取磺胺脒、磺胺、磺胺二甲异嘧啶钠、磺胺醋酰、磺胺嘧啶、甲氧苄

啉、磺胺吡啉、马波沙星、磺胺甲基嘧啉、氧氟沙星、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、恩诺沙星、磺胺间甲氧嘧啉、磺胺氯达嗪钠、沙拉沙星、磺胺多辛、磺胺甲噁唑、磺胺异噁唑、磺胺苯甲酰、磺胺氯吡嗪钠、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉或磺胺苯吡唑对照品适量，加 60% 乙腈溶液，制成每 1ml 中含 4 μ g 的溶液，作为对照品溶液。

2.3 取供试品和对照品溶液各 0.5 μ l，分别注入超高效液相色谱仪，同时记录色谱图和光谱图。通过与相应对照品溶液色谱图保留时间和光谱图比对，确定供试品中是否含有磺胺脒、磺胺、磺胺二甲异嘧啉钠、磺胺醋酰、磺胺嘧啉、甲氧苄啉、磺胺吡啉、马波沙星、磺胺甲基嘧啉、氧氟沙星、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、恩诺沙星、磺胺间甲氧嘧啉、磺胺氯达嗪钠、沙拉沙星、磺胺多辛、磺胺甲噁唑、磺胺异噁唑、磺胺苯甲酰、磺胺氯吡嗪钠、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉或磺胺苯吡唑。

3 结果判定

3.1 供试品溶液色谱图中如出现与相应对照品溶液保留时间一致的峰（差异不大于 $\pm 5\%$ ），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（差异不大于 $\pm 2\text{nm}$ ），判定为检出磺胺脒、磺胺、磺胺二甲异嘧啉钠、磺胺醋酰、磺胺嘧啉、甲氧苄啉、磺胺吡啉、马波沙星、磺胺甲基嘧啉、氧氟沙星、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、恩诺沙星、磺胺间甲氧嘧啉、磺胺氯达嗪钠、沙拉沙星、磺胺多辛、磺胺甲噁唑、磺胺异噁唑、磺胺苯甲酰、磺胺氯吡嗪钠、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉或磺胺苯吡唑。

3.2 供试品溶液色谱图中如出现与相应对照品溶液保留时间一致的色谱峰,但峰面积小于检测限峰面积,判定为未检出磺胺脒、磺胺、磺胺二甲异嘧啶钠、磺胺醋酰、磺胺嘧啶、甲氧苄啶、磺胺吡啶、马波沙星、磺胺甲基嘧啶、氧氟沙星、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、恩诺沙星、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯达嗪钠、沙拉沙星、磺胺多辛、磺胺甲噁唑、磺胺异噁唑、磺胺苯甲酰、磺胺氯吡嗪钠、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉或磺胺苯吡唑。

4 检测限

本方法中磺胺脒、磺胺、磺胺二甲异嘧啶钠、磺胺醋酰、磺胺嘧啶、甲氧苄啶、磺胺吡啶、马波沙星、磺胺甲基嘧啶的检测限均为 100mg/L 或 100mg/kg, 氧氟沙星、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、恩诺沙星、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯达嗪钠、沙拉沙星、磺胺多辛、磺胺甲噁唑、磺胺异噁唑、磺胺苯甲酰、磺胺氯吡嗪钠、磺胺地索辛、磺胺喹噁啉或磺胺苯吡唑的检测限均为 200mg/L 或 200mg/kg。

5 注意事项

5.1 根据初筛的非法添加情况,恰当选择需要使用的对照品种类。

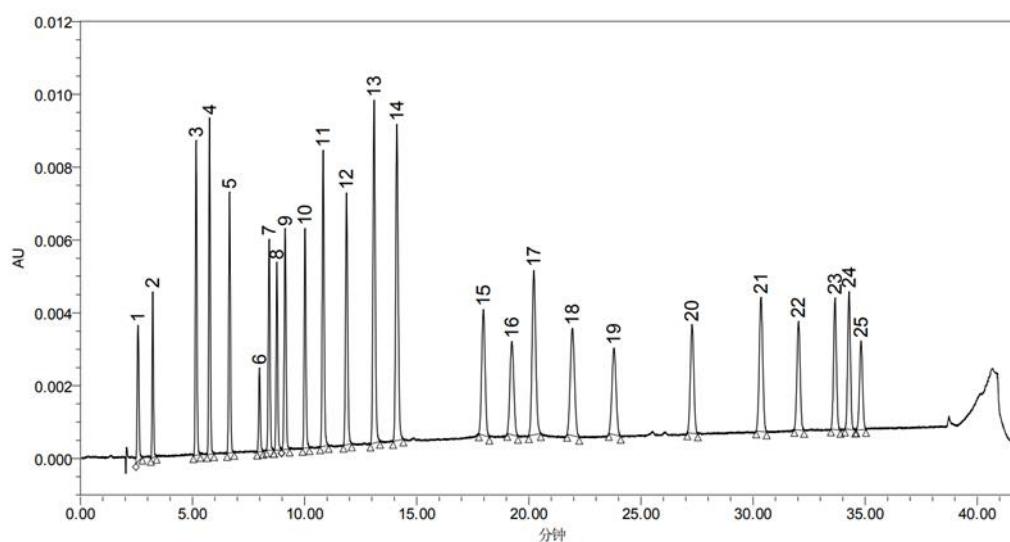
5.2 如果拟考察的对照品色谱峰之间的分离度小于 1.0, 建议实验操作时, 注意如下两个方面:

5.2.1 正式进样前, 以每分钟 0.5ml 的流速运行该方法中的梯度洗脱条件至少 10 个循环, 然后再将流速变更为每分钟 0.2ml, 按照方法中的色谱条件进样测定。

5.2.2 在配制 0.1% 甲酸溶液时, 用玻璃刻度吸管移取甲酸, 加水

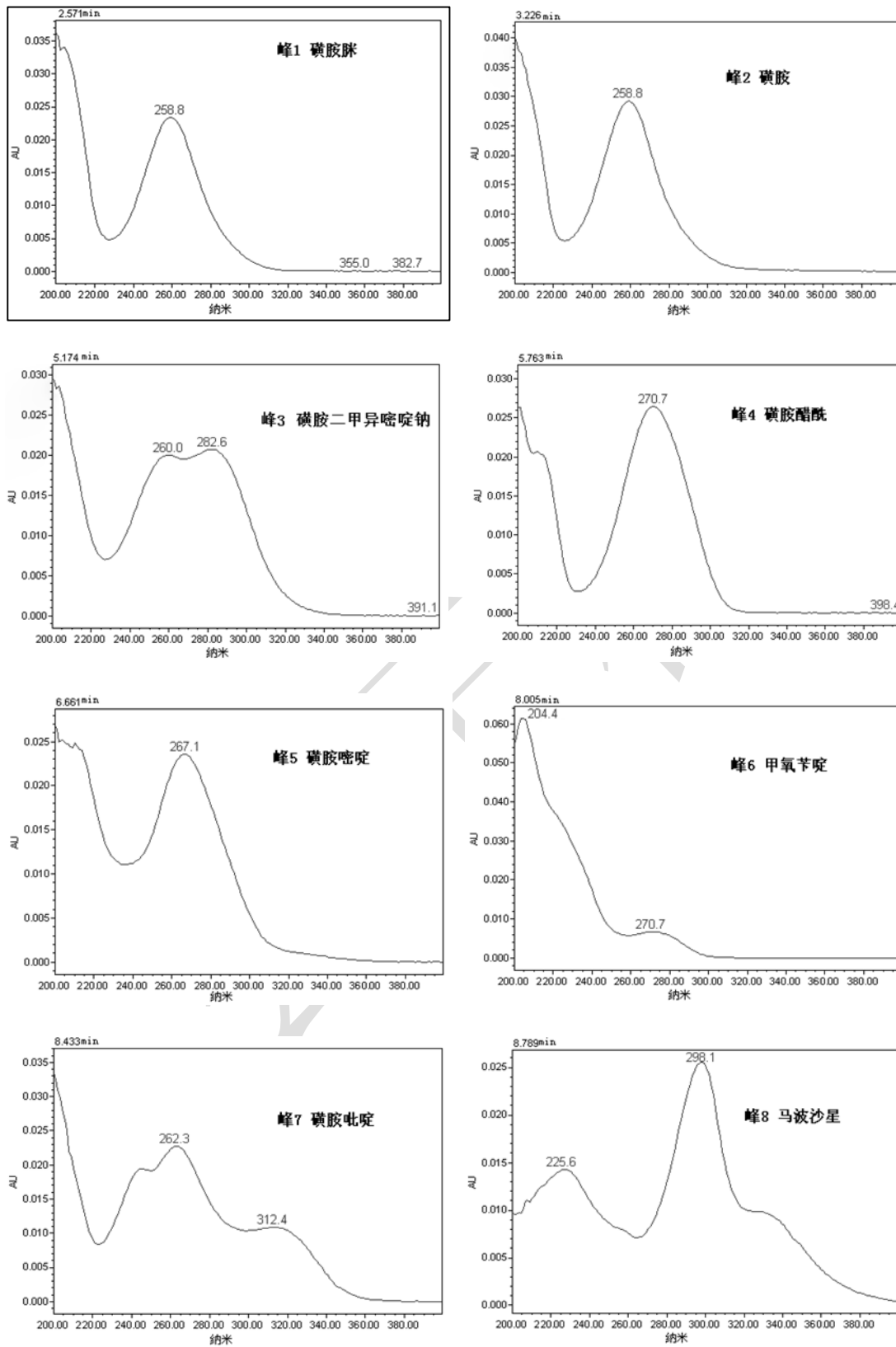
稀释后，搅拌均匀，用三乙胺调节 pH 值至 3.40 ± 0.01 ，即可。不要使用塑料制品移取甲酸，也不要过滤该甲酸溶液。

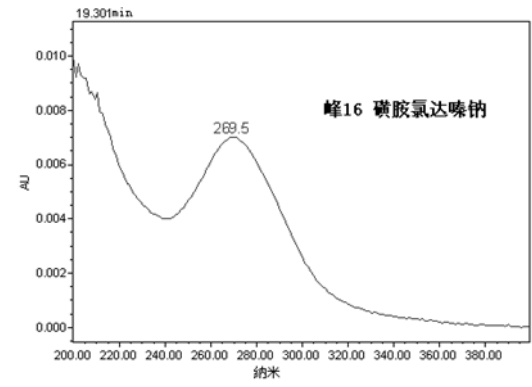
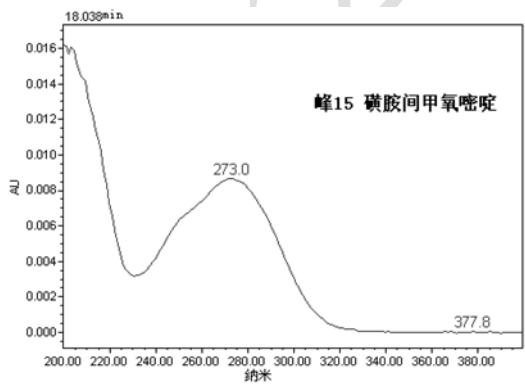
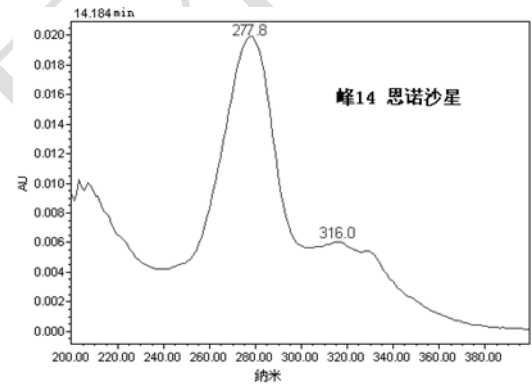
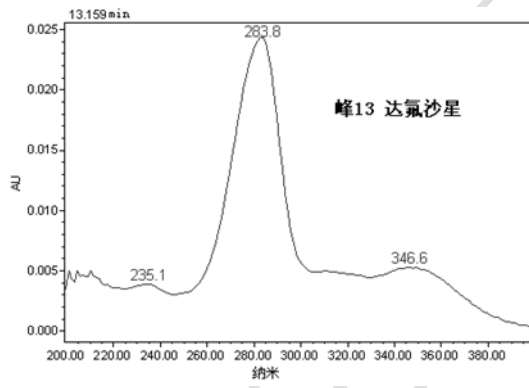
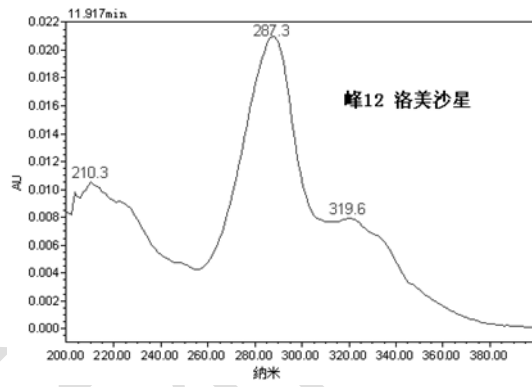
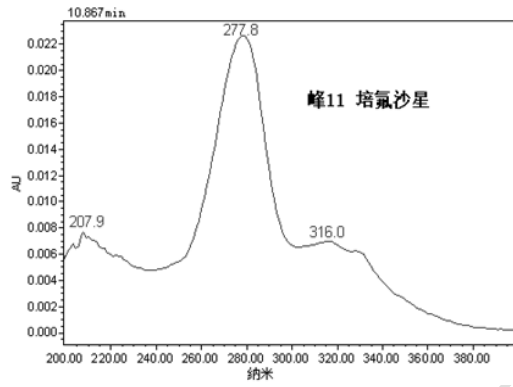
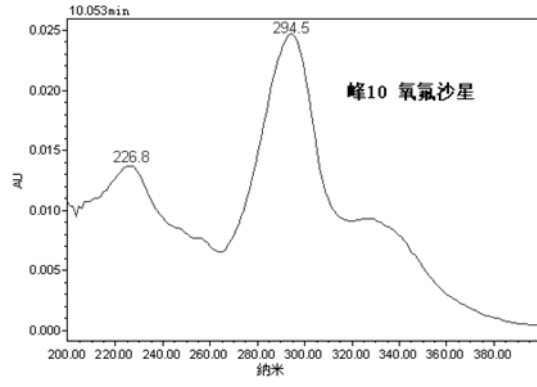
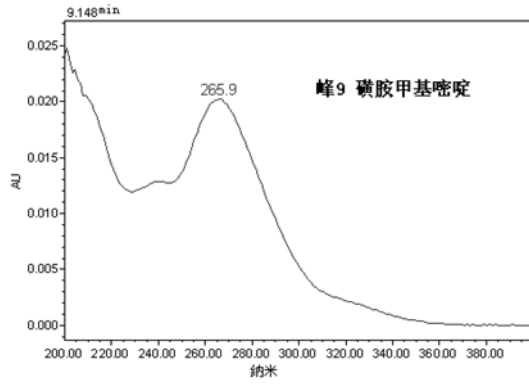
附图 1：色谱图

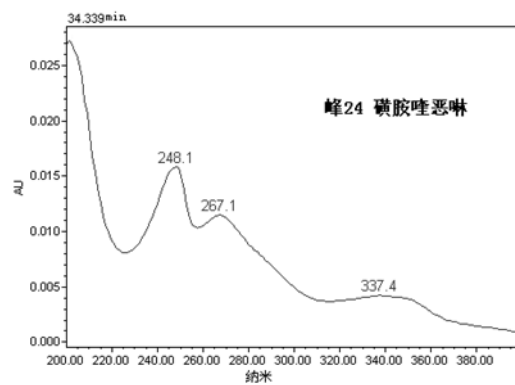
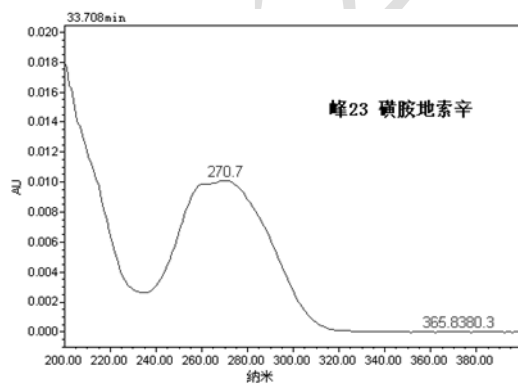
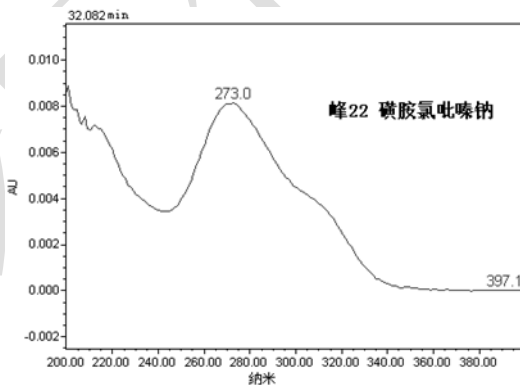
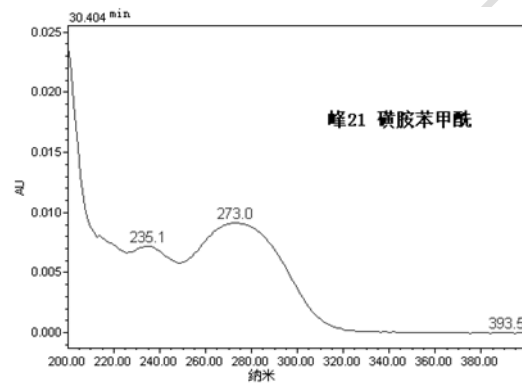
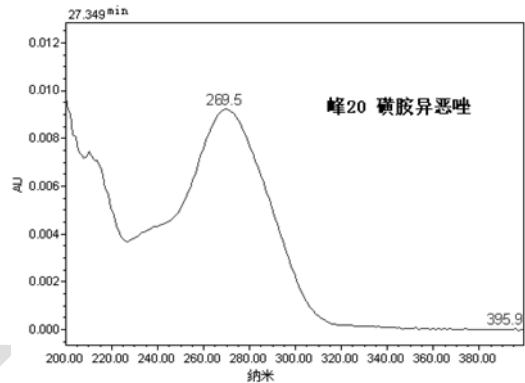
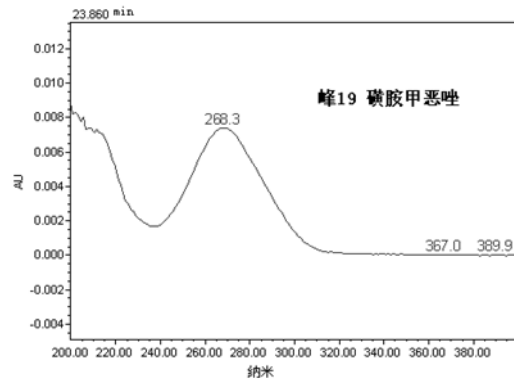
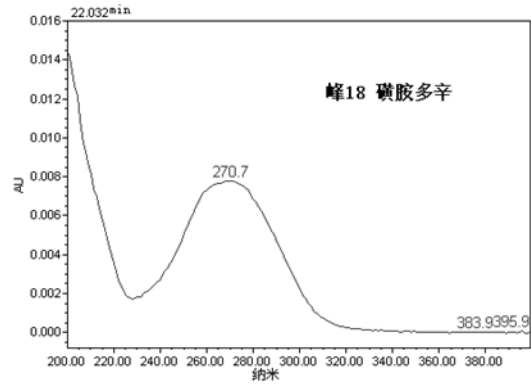
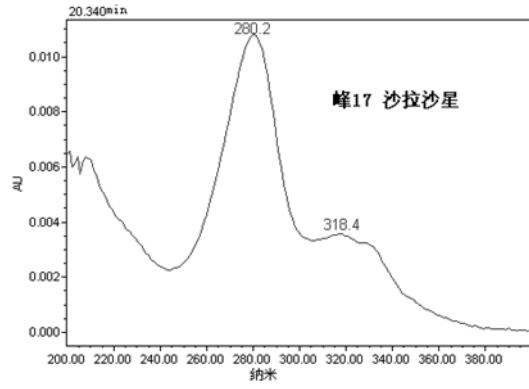


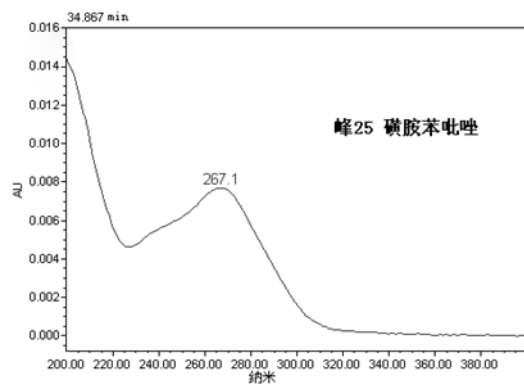
- | | |
|-------------------------------|-------------------------------|
| 1、磺胺脒 (CAS 号: 57-67-0) | 2、磺胺 (CAS 号: 63-74-1) |
| 3、磺胺二甲异嘧啶钠 (CAS 号: 2462-17-1) | 4、磺胺醋酰 (CAS 号: 144-80-9) |
| 5、磺胺嘧啶 (CAS 号: 68-35-9) | 6、甲氧苄啶 (CAS 号: 738-70-5) |
| 7、磺胺吡啶 (CAS 号: 144-83-2) | 8、马波沙星 (CAS 号: 115550-35-1) |
| 9、磺胺甲基嘧啶 (CAS 号: 127-79-7) | 10、氧氟沙星 (CAS 号: 82419-36-1) |
| 11、培氟沙星 (CAS 号: 70458-92-3) | 12、洛美沙星 (CAS 号: 98079-51-7) |
| 13、达氟沙星 (CAS 号: 112398-08-0) | 14、恩诺沙星 (CAS 号: 93106-60-6) |
| 15、磺胺间甲氧嘧啶 (CAS 号: 1220-83-3) | 16、磺胺氯达嗪钠 (CAS 号: 23282-55-5) |
| 17、沙拉沙星 (CAS 号: 91296-86-5) | 18、磺胺多辛 (CAS 号: 2447-57-6) |
| 19、磺胺甲噁唑 (CAS 号: 723-46-6) | 20、磺胺异噁唑 (CAS 号: 127-69-5) |
| 21、磺胺苯甲酰 (CAS 号: 127-71-9) | 22、磺胺氯吡嗪钠 (CAS 号: 102-65-8) |
| 23、磺胺地索辛 (CAS 号: 122-11-2) | 24、磺胺喹噁啉 (CAS 号: 59-40-5) |
| 25、磺胺苯吡唑 (CAS 号: 526-8-9) | |

附图 2: 光谱图









化学名称