

中华人民共和国农业农村部公告

第 801 号

根据《兽药管理条例》规定,农业农村部组织制定了清瘟败毒片中非法添加三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)检查方法,现予发布,自发布之日起执行。

农业农村部将加强相关兽药产品监督抽检力度,对发现的非法添加行为,按照兽药严重违法行为从重处罚情形严厉查处。

附件:清瘟败毒片中非法添加三磷酸核苷竞争性抑制剂
(GS-441524)检查方法

农业农村部

2024年6月17日

附件

清瘟败毒片中非法添加三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于清瘟败毒片中非法添加三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)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(Thermo Hypersil Gold C18(100mm×2.1mm,1.9 μm 或效能相似的色谱柱);以甲醇-50 mmol/L 甲酸铵溶液(20:80)为流动相,流速为每分钟 0.3 ml;柱温为 30℃;二极管阵列检测器,采集波长范围为 200~400 nm,分辨率为 1.2 nm,记录 246 nm 波长处的色谱图。供试品溶液中三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)色谱峰与相邻色谱峰的分离度应符合要求。

测定法 取供试品 10 片,研细,称取 1.0 g,置 50 ml 离心管中,加提取液[0.1 mol/L 盐酸溶液-乙腈(1:1)]20 ml,涡旋混匀,振

摇 20 分钟,离心(每分钟 9000 转)5 分钟;取上清液 1.0 ml,置 100 ml 量瓶中,用 0.1% 甲酸溶液稀释至刻度,摇匀,过滤,作为供试品溶液。另取三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)对照品适量,用 0.1% 甲酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10 μ g 的溶液,作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 5 μ l,分别注入液相色谱仪,同时记录色谱图和光谱图。必要时,可调整供试品溶液或对照品溶液的浓度,使两者峰面积接近。通过与对照品溶液色谱图保留时间、光谱图的对比,确定供试品中是否含有三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)。

3 结果判定

3.1 供试品溶液色谱图中如出现与三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)对照品色谱图中保留时间一致的色谱峰(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 $\pm 2\text{nm}$),判定为检出三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)。

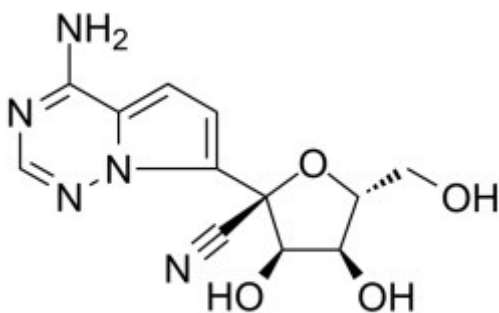
3.2 供试品溶液色谱图中峰保留时间与三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)相同,但峰面积小于检测限峰面积,判定为未检出三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)。

4 检测限

本方法检测限为 0.4 g/kg。

附

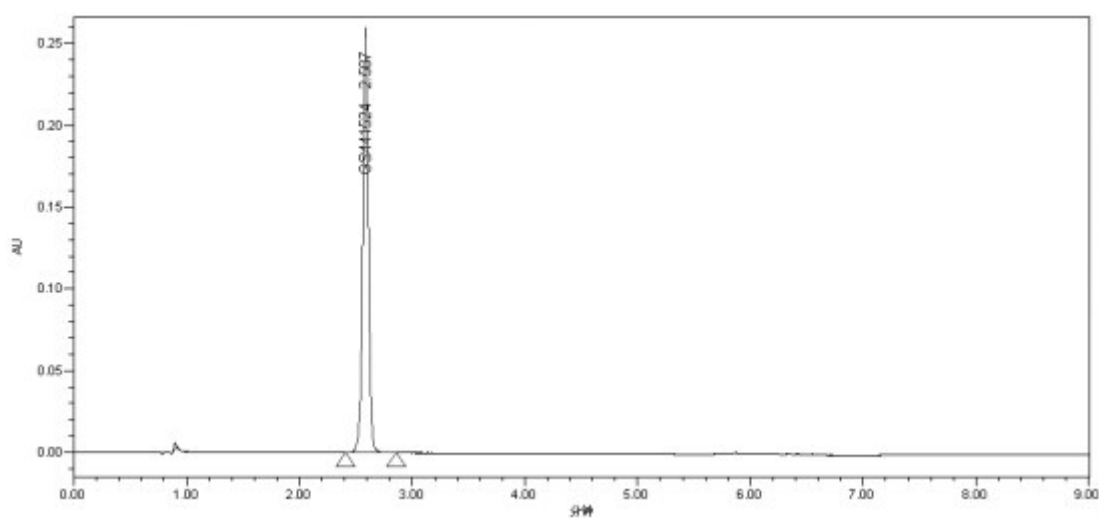
1. 三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)



$C_{12}H_{13}N_5O_4$ 291.26

(2R,3R,4S,5R)-2-(4-氨基吡咯并[2,1-f][1,2,4]三嗪-7-基)-3,4-二羟基-5-(羟甲基)四氢呋喃-2-甲腈

2. 三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)对照品色谱图



3. 三磷酸核苷竞争性抑制剂(GS-441524)对照品光谱图

