

云南省农业厅文件

云农牧〔2018〕10号

云南省农业厅关于印发2018年兽药质量监督抽检和风险监测计划的通知

各州、市农业（畜牧兽医）局，省动物卫生监督所，省兽药饲料检测所：

为切实加强兽药质量安全监管和风险监测工作，提高兽药产品质量安全水平，有效保障养殖业生产安全和动物产品质量安全，根据《农业部关于印发〈2018年兽药质量监督抽检和风险监测计划〉的通知》（农医发〔2018〕3号）要求，现将《云南省2018年兽药质量监督抽检和风险监测计划》印发给你们，请认真组织实施。并就有关事项通知如下。

一、加强组织监测。各级兽医行政主管部门负责辖区内兽药质量安全监管，并组织做好质量抽检和风险监测工作，省兽药饲料检测所、州市动物卫生监督所和兽药检测所具体负责实施年度监督抽检计划。各地要严格核查监督抽检兽药贮存条件、产品效期、样品基数等内容，规范监督抽样检验行为，确保监督抽检工作的合法性、真实性、科学性和公正性。

二、加强检打联动。各地要深入推进检打联动，严格执行抽检计划规定程序，对监督抽检过程中发现的非法企业和存在违法违规行为的生产经营者，要立即依法立案查处；对监督抽检发现的假兽药和经检验发现的质量不合格兽药，要第一时间固定证据，开展立案查处工作，切实提高监督抽检工作效能和监督执法效率。

三、加强协作配合。各州市要加大跨区域假劣兽药案件的督促和查处配合力度，畅通信息共享、案件移交和问题通报渠道，及时准确将案件查处有关证据材料提供给兽医行政管理部门，形成监管合力。各兽药检验任务承担单位要严格履行结果确认和检验报告送达等要求，要加强与兽医行政管理部门的信息沟通，推动后续监督执法和案件查处工作。

四、加强信息报送。兽药监管与兽药抽检结果实行半年报和年报制度，各州市兽药质量监督抽检和风险监测情况，请于

2018年7月15日和2019年1月15日前上报我厅兽医处和省兽药饲料检测所。各地兽药案件和典型案件查处情况请在农业部和省农业厅通报发布后2个月内上报我厅。

五、加强结果通报。2018年，我厅将继续加强对兽药质量监督抽检结果和检打联动落实情况的通报，继续把兽药质量监督抽检及假劣兽药查处等工作纳入对州市年度考核指标体系，并对落实检打联动制度有力、及时查处非法企业及涉嫌违法的生产经营者、及时准确报送案件查处信息的州市予以通报表扬。

联系人及联系方式：省农业厅兽医处杨锦华，0871-65749513（传真）；电子信箱：1284753147@qq.com。

省兽药饲料检测所谭梅，18669074674；电子信箱：ynsysls@163.com。



2018年云南省兽药质量监督抽检和风险监测计划

为做好2018年兽药质量监督抽检和风险监测工作，充分发挥兽药质量监督效能，根据《农业部关于印发〈2018年兽药质量监督抽检和风险监测计划〉的通知》（农医发〔2018〕3号）要求，结合我省实际，特制定本计划。

一、职责分工

各州(市)兽医行政管理部门负责本辖区兽药质量安全监管工作，负责制定本辖区兽药质量监督抽检方案并组织实施。省兽药饲料检测所、各州市动物卫生监督所和9个州市兽药检测所承担本计划抽检工作。

二、抽检和监测原则

兽药质量监督抽检和风险监测要遵循突出重点、强化预警、固本清源、扶优打劣的原则，重点抽检和监测兽药生产经营问题较多、诚信较差企业的产品，加大对兽药经营、使用环节的抽检和监测力度。原则上对每个标称生产企业抽检和监测批数累计不超过本年度总批数的4批。重点加大近年来没有实施抽检的企业产品抽检力度，对本辖区兽药生产企业至少实施1次监督抽检。对兽药经营企业，重点关注本辖区销售量大、覆盖面广的企业，

同时还应兼顾从未开展过抽检的企业。

要注意合理配置检验资源，减少同时符合以下标准的企业的产品抽检和监测比例，其产品由中监所进行监督抽检：①近3年被抽检兽药产品批数超过100批；②合格率大于99%（含99%）；③产品不确认率小于2%（含2%）；④风险监测未发现质量安全隐患；⑤无农业部公告第2071号规定情形等违反兽药管理规定的各项情形；⑥2017年已列入近3年监督抽检数量较多且合格率较高企业名单的，除监督抽检总批数外，其他条件均满足的继续保留。具体见“近3年抽检批数多且合格率较高的企业名单”（附录2）

三、抽检和监测比例

（一）品种比例

各地抽检和监测的水产、蚕、蜂用兽药产品批数应占总数的5%~20%，上述产品的主产区、主销区以及用量较大的地区可增加抽检和监测比例；兽用抗菌药抽检和监测比例不得低于40%。

（二）抽检和监测类别及比例

1. **监督抽检。**从生产、经营环节抽取样品，原则上生产环节、经营环节按2：8比例进行，辖区内生产企业在20家以下的，上述比例可适当调整。监督抽检重点是2017年监督抽检不合格的产品（见2017年质量通报）、重点监控企业产品以及回函不确认

产品较多的企业（附录3）产品、近3年未被抽检兽药生产企业的产品、新建或新增剂型兽药生产企业的产品，其抽检批次应不少于全年抽检批次的40%；进口兽药产品应有一定比例，进口口岸以及用量较大的地区抽检比例不得低于5%。2018年兽药监督抽检指定兽药品种（附录4）的抽检批次应不少于全年抽检批次的20%。

2.风险监测。从使用环节抽取样品，中药、化学药品各半，其中抗寄生虫类药物和中药类散剂等兽药产品应占风险监测抽检批次的40%以上，对可能存在的非法添加物进行全面筛查、确认，以掌握兽药质量的真实情况。

四、抽样要求

（一）监督检查

1.在监督抽检和风险监测中均坚持抽样和监督检查相结合，抽样时对被抽样单位实施监督检查。

2.发现列入农业部发布的禁止使用的药品和化合物清单（禁用兽药清单）的产品、标准已经废止的产品、未经农业部批准的产品、过期失效产品、改变标准或改变处方产品、近两年列入农业部发布的兽药质量通报同一批号的假劣产品，以及2017年被通报为非法企业（附录5）的所有产品，由兽医行政管理部门依法实施收缴销毁，立案查处，不再进行抽样。

3.2016年7月1日起生产的、未赋二维码的兽药产品，依据《兽药管理条例》《兽药标签和说明书管理办法》等有关规定进行处理，不再进行抽样。

对现场发现的上述违法情况、发现的假兽药或其他违法违规行为，地方兽医行政管理部门要按照《兽药管理条例》和《农业行政处罚程序规定》，依法及时查处并按季度汇总到我厅，同时报送省监督所，我厅定期上报农业部。

(二) 抽样

1. 监督检验抽样活动要严格执行《兽药质量监督抽样规定》(农业部令2001年第6号)。风险监测抽样样品数量可适当减少，满足检验和留样需要即可。抽样程序均应符合规定，抽样单填报信息要完整，抽样时要核对产品贮存要求和实际存储条件、清点所抽取产品的库存数量，并在抽样单上标注贮存条件和数量。从经营、使用环节抽样时，抽样前应对抽取样品来源和购销情况进行现场核实。核实内容包括：二维码追溯情况、购买方式、供货单位、人员和联系电话、进货时间、进货数量等，上述内容应在抽样单上标注，并经双方签字认可。同时，应收集购货发票复印件等相关购货凭证留存备查。

2. 对2017年度经生产企业确认非该企业产品累计3批以上、且企业确认非该企业产品占被抽检产品总批数75%以上的兽药经

营企业（附录6）要列为重点监督检查单位，并加大对其经营产品的抽检比例。

3.抽样时，所抽产品的有效期离失效日期至少应有半年以上，以保证产品在有效期内满足检验、复检要求。抽样单位要检查样品保存条件是否符合标签说明书上的规定。

五、检验要求

（一）监督抽检

1.各地应遵循当季抽样、当季完成检验和按时上报结果的工作原则，不得采取集中抽取样品，分次检验和上报结果的工作方式，并注意保证产品的贮存条件和有效期满足检验、复检要求。

2.各兽药检验机构根据产品情况确定合理的检测项目，对兽药国家标准规定了鉴别、有关物质和含量测定项的产品，原则上应对鉴别、有关物质和含量测定项全部进行检验，并上报结果。中监所负责组织承担单位进行检测项目的能力验证考核。

3.检验结果不符合兽药国家标准的，涉嫌改变处方添加其他药物成分的、含量无法测定的以及添加违禁药物的样品判定为不合格，并在上报结果时标明相关信息。省兽药饲料检测所发现的无法出具检测报告、无法确证的，送中监所进行确证检验并出具检验报告。

（二）风险监测

应执行当季抽样、当季完成检验和按时上报结果的工作原则，实施风险物质筛查或按农业部兽医局要求开展重点项目质量监测。风险监测结果仅用于对使用环节的兽药质量情况进行风险预警，为制定兽药质量监管措施提供技术依据。针对监测不合格的情形，检验机构要及时报告我厅，必要时实施跟踪监督抽检。发现新的尚无检测方法的非法添加药物时，兽药检验机构要第一时间报告我厅和省药检所。

(三) 对非法添加其他药物成分的检验

应当执行农业部公告第 2353 号、第 2395 号、第 2448 号、第 2451 号、第 2571 号等农业部发布的补充检查方法。对于没有补充检查方法的，可按《兽药中非法添加物质检查方法标准》(附录 7) 自行建立补充检查方法。使用补充检查方法所得出的监督检验结果，可以作为兽药监督管理部门认定兽药质量的依据。州市兽药检验机构遇到对添加其他药物成分的兽药产品难以进行确认时，可将样品送省药检所进行检验。

六、监督抽检结果处理

(一) 报告发送和复检

经营环节监督抽检的产品经检验不合格时，兽药检验机构应以快递方式或直接送达方式向被抽样单位所在地州市兽医行政管理部门和标称生产企业所在地省级兽医行政管理部门发出检验报

告，标称生产企业所在地省级兽医行政管理部门应在收到检验报告后3个工作日内将不合格检验报告转交标称生产企业，并留存凭证。生产环节监督抽检的产品经检验不合格时，兽药检验机构应以快递方式或直接送达方式向被抽样单位和生产企业所在地省级兽医行政管理部门发出检验报告，并留存凭证。

标称生产企业/生产企业对检验结果有异议的，应当在收到检验结果之日起7个工作日内，向原检验单位申请复检，并说明复检理由。未按时提出异议的，视为认可检验结果。原检验单位认为复检理由合理的，应进行复检。标称生产企业对复检结果仍有异议的，可自收到复检结果之日起7个工作日内向我厅提出复检申请。对于合理的申请，我厅指定复检单位，复检样品由原检验单位提供（应为抽样留存样品）。

（二）结果处理

1.被抽样单位的处理

生产、经营企业所在地兽医行政管理部门在收到监督抽检不合格检验结果报告后应及时按照抽样单上标注的库存数量，对被抽样单位依法实施查处，清缴销毁库存产品，责令停止生产经营、召回售出产品，监督销毁并依法实施立案处罚；经我厅和经营许可证发证部门审核认为整改合格后，方可恢复生产经营。

2.标称生产企业的处理

对经营环节监督抽检样品，标称生产企业所在地省级兽医行政管理部门收到不合格检验结果报告后，应及时开展调查核实。

标称生产企业对产品真实性有异议的，可以向所在地省级兽医行政管理部门提出，由所在地省级兽医行政管理部门对生产销售情况进行调查核实，并将情况通报被抽样单位所在地省级兽医行政管理部门。被抽样单位省级兽医行政管理部门接到对不合格产品真实性异议的通报后，要立即立案调查，追溯产品来源，对确属于标称生产企业的，由相关省级兽医行政管理部门对标称生产企业从重处罚。

标称生产企业对产品真实性无异议的，企业所在地省级兽医行政管理部门应及时组织查处，责令停止生产、召回售出产品，监督销毁库存产品和召回产品，并依法实施立案处罚；经企业所在地省级兽医行政管理部门审核认为整改合格后，方可恢复生产。

3.依法从重处罚

按照农业部公告 2071 号规定，对符合从重处罚的情形，依法予以从重处罚，应当启动吊销兽药生产许可证、经营许可证以及撤销兽药产品批准文号程序，严肃查处。

七、重点监控企业判定原则及处罚措施

（一）判定原则

1.符合下列条件之一的均列入本年度重点监控企业。

- (1) 当期兽药质量通报产品涉嫌违法添加其他药物成分的；
- (2) 当期兽药质量通报产品含量低于 50%（含 50%）或高于 150%（含 150%）的；
- (3) 全年兽药质量通报产品含量低于 80%（含 80%）或高于 120%（含 120%）累计 2 批次以上的；
- (4) 全年兽药质量通报中同一企业被抽检产品不合格批次超过 10%（含 10%）的。

2.符合下列任一条件的，均列入本年度重点监控的经营企业。

- (1) 2017 年被列入重点监控企业未被撤销/取消的；
- (2) 2018 年经营经生产企业回函不确认（2016 年 6 月 30 日前生产的）、未赋二维码（2016 年 7 月 1 日后生产的）或非法企业产品的；
- (3) 发现超范围经营，或销售假兽药、原料药、人用药、禁用药的；
- (4) 2018 年抽检 2 批次以上不合格的；
- (5) 被省厅及辖区市县实施兽药 GSP 飞行检查或监督检查且查实存在违反兽药 GSP 规范行为或存在较大质量隐患的。

（二）监控措施

- 1.为严厉打击生产假劣兽药违法活动，加大兽药质量监管力

度，2018 年度被通报为重点监控的企业，在辖区兽医主管部门未完成立案查处、未提交企业整改报告、未提交假劣兽药收回销毁记录前，不受理其兽药生产许可证、产品批准文号等行政许可申请，不安排兽药 GMP 检查验收；被两次通报为重点监控的企业，视情节严重程度和飞行检查情况，我厅将采取收回《兽药 GMP 证书》、吊销《兽药生产许可证》和撤销兽药产品批准文号等行政处罚措施，并在 1 年内不受理该企业所有兽药行政许可申请；对连续两次抽检不合格的产品，将依法撤销该产品批准文号，并在 3 年内不受理该产品批准文号申请。

2.对列入重点监控的外省兽药生产企业，将宣布为我省不受欢迎的企业，不准进入我省兽药市场。

3.重点监控经营企业的监管措施：

(1) 在辖区兽医行政管理部门未完成查处、未提交企业整改报告和假劣兽药收回销毁记录前，不受理其兽药经营许可证等相关行政许可申请，不安排兽药 GSP 评审；监督检查发现问题不整改(含整改后再犯的)出现两次的，视情节严重程度和兽药 GSP 飞行、监督检查情况，采取吊销《兽药经营许可证》等行政处罚，并在 1 年内不受理该企业所有兽药行政许可申请。

(2) 年度内被列入重点监督的经营企业，所在县或市兽医行政管理部门应至少每个月对企业监督检查 1 次直至撤销或取消重

点监督，并跟踪抽检直至连续3次检验合格，每次抽样应及时送检。每季度上报监督及跟踪抽检情况。

八、工作要求

（一）各州市要建立完善兽药质量跟踪监督制度，对抽检不合格的兽药，应对该企业同品种不同批号及其他产品进行跟踪抽检3批。在对生产该不合格兽药的生产企业跟踪时，对该品种1年以上暂不生产的，有关生产企业应当提供书面说明；当该品种恢复生产时，必须书面报告我厅和市级兽医管理部门，对恢复生产后的前3批进行跟踪抽检。省兽药检测所应将跟踪抽检结果单独报送我厅和农业部兽医局、中监所，并按季度将跟踪抽检纳入监督抽检和风险监测不合格产品汇总上报。

（二）州市级兽医行政管理部门要加强本辖区兽药违法案件查处工作的监督指导，要结合日常监管，对被通报的假劣产品组织开展清查收缴工作，并立案排查、捣毁非法生产窝点。

（三）依照《兽药管理条例》等法律法规规定，我厅下达的兽药监督抽检和风险监测计划所需工作经费由省财政支付，各地下达的本辖区兽药监督抽检和风险监测计划所需工作经费应列入当地财政预算。

- 附件：1.2018年兽药质量监督抽检和风险监测数量汇总表
- 2.近3年抽检批数多且合格率较高的企业名单
- 3.2017年回函不确认产品较多的企业名单
- 4.2018年监督抽检指定兽药品种
- 5.2017年被通报的非法企业名单
- 6.重点监督检查兽药经营企业名单
- 7.兽药中非法添加物质检查方法标准
- 8.2018年X半年兽药质量监督抽检不合格产品汇总表
- 9.2018年X半年合法兽药生产企业确认非本企业生产的涉嫌假兽药汇总表
- 10.2018年X半年风险监测产品汇总表

附件 1

2018 年兽药质量监督抽检和风险监测数量汇总表

单位：批次

抽样单位名称	抽样数量	检测单位名称	风险监测数量
昆明市动物卫生监督所	25	昆明市兽药饲料检测所	15
曲靖市兽药饲料监察所	25	曲靖市兽药饲料监察所	15
红河州动物卫生监督所	20	红河州兽药饲料检测所	10
大理州动物卫生监督所	20	大理州兽药饲料检测所	10
昭通市动物卫生监督所	20	昭通市兽药饲料检测所	10
楚雄州动物卫生监督所	20	楚雄州兽药饲料检测所	10
保山市动物卫生监督所	20	保山市饲料兽药检测所	10
普洱市动物卫生监督所	15	红河州兽药饲料检测所	5

文山州动物卫生监督所	15	文山州动物疫病预防控制中心	5
临沧市动物卫生监督所	15	曲靖市兽药饲料监察所	5
玉溪市动物卫生监督所	15	云南省兽药饲料检测所	5
德宏州动物卫生监督所	7	云南省兽药饲料检测所	3
丽江市动物卫生监督所	7	大理州兽药饲料检测所	3
西双版纳州动物卫生监督所	7	红河州兽药饲料检测所	3
怒江州动物卫生监督所	7	保山市饲料兽药检测所	3
迪庆州动物卫生监督所	7	云南省兽药饲料检测所	3
合计	245		115

附件 2

近 3 年抽检批数多且合格率较高的企业名单

序号	省份	企业名称	抽检批数	合格率 (%)	不确认率
1	天津	瑞普 (天津) 生物药业有限公司	125	99.2	0
2	河北	华北制药集团动物保健品有限责任公司	312	99.4	1.0
3	河北	保定冀中药业有限公司	70	100	0
4	河北	河北远征药业有限公司	341	100	0.3
5	河北	河北远征禾木药业有限公司	168	100	0
6	山西	山西易多利动物药业有限公司	182	99.5	1.6
7	黑龙江	哈尔滨绿达生动物药业有限公司	379	99.7	0
8	黑龙江	哈尔滨鼎峰生物技术有限公司	130	100	0
9	黑龙江	哈尔滨摩天农科兽药有限公司	159	99.4	0.6
10	上海	上海公谊药业有限公司	239	100	0
11	上海	上海骑骠动物保健品有限公司	92	100	0
12	上海	上海同仁药业股份有限公司上海兽药厂	186	99.5	1.6
13	江西	江西中成药业集团有限公司	75	100	0

序号	省份	企业名称	抽检批数	合格率 (%)	不确认率
14	山东	齐鲁动物保健品有限公司	155	100	0
15	山东	山东鲁抗舍里乐药业有限公司高新区分公司	100	99.0	1.0
16	河南	洛阳惠中兽药有限公司	49	100	0
17	河南	普莱柯生物工程股份有限公司	45	100	0
18	河南	河南新正好生物工程有 限公司	39	100	0
19	河南	河南牧翔动物药业有 限公司	123	100	0
20	湖北	武汉回盛生物科技股份 有限公司	77	100	0
21	湖南	韶山大北农动物药业有 限公司	75	100	0
22	广东	佛山市南海东方澳龙制 药有限公司	96	99.0	1
23	广东	广东温氏大华农生物科 技有限公司动物保健品 厂	96	99.0	2.0
24	四川	成都新亨药业有限公司	294	99.7	1.0
25	四川	成都中牧生物药业有限 公司	195	100	1.5
26	四川	四川恒通动物制药有限 公司	228	99.6	1.3
27	重庆	重庆方通动物药业有限 公司	294	99.7	1.0

附件 3

2017 年回函不确认产品较多的企业

省份	企业名称
江西	江西亿圆生物药业有限公司
四川	四川省博腾动物药业有限公司
广西	广西北流市神州兽药厂
四川	四川湟恩动物药业有限公司
四川	四川全龙动物药业有限公司

附件 4

2018 年兽药监督抽检指定兽药品种

序号	兽药产品名称
1	阿苯达唑伊维菌素粉
2	阿苯达唑伊维菌素预混剂
3	阿莫西林可溶性粉
4	白头翁散
5	板蓝根注射液
6	柴胡注射液
7	穿心莲注射液
8	恩诺沙星注射液
9	氟苯尼考粉
10	氟苯尼考注射液
11	黄连解毒散
12	黄芪多糖注射液
13	硫酸庆大霉素注射液
14	硫酸新霉素可溶性粉
15	双黄连口服液
16	盐酸多西环素可溶性粉

序号	兽药产品名称
17	盐酸林可霉素注射液
18	伊维菌素注射液
19	乙酰甲喹注射液
20	注射用头孢噻呋钠

附件 5

2017 年被通报的非法企业名单

序号	标称地区	标称企业名称
1	北京	北京康利莱生物科技有限公司
2	辽宁	辽宁大连鑫辉动物科技有限公司
3	上海	上海隆欣动物药业有限公司
4	上海	上海圆康动物药业有限公司
5	上海	上海永威动物药业有限公司
6	上海	上海莱多士动物保健品有限公司
7	上海	上海康瑞泰生物科技有限公司
8	上海	上海同仁药业有限公司动物保健厂
9	上海	上海华中集团生物工程有限公司
10	浙江	浙江华康动物保健品有限公司
11	江西	江西牧欣生物科技有限公司
12	山东	青岛（中国）金凯利动物药业有限公司
13	河南	洛阳牧野动物药业有限公司
14	河南	河南众邦兽药（众腾）集团有限公司
15	湖北	湖北文翔生物科技有限公司
16	广东	广东永泰动物药业有限公司

序号	标称地区	标称企业名称
17	广西	广西科技制药责任有限公司
18	广西	广西北流市金威兽药有限公司
19	广西	玉林市科联兽药厂
20	广西	广西博白云飞兽药有限公司
21	广西	广西神邦制药责任有限公司
22	广西	南宁万生药业有限责任公司
23	四川	四川华瑞动物药业有限公司
24	四川	四川康奈尔（集团）动物制药有限公司
25	陕西	西安科瑞特生物科技有限公司
26	陕西	陕西凌普生物制药有限公司

附件 6

重点监督检查兽药经营单位

省份	经营单位
云南	大理洱源县牛街德荣兽药经营部
云南	大理洱源县三营康福兽药店
云南	大理洱源县右所兽药经营店

兽药中非法添加物质检查方法标准

无适用的已发布兽药中非法添加物质检查方法标准时使用本标准，本标准执行前应进行耐用性验证，仅限用于建立方法的实验室，其他实验室使用时应重新进行耐用性验证。本标准执行时，应同时进行试剂空白和样品空白与阳性对照试验，检验报告应给出检出限。

第一法 液相色谱-二极管阵列法

色谱条件与系统适用性试验 根据可疑添加物性质，参照药品国家标准、兽药国家标准或者兽药残留检测方法标准的条件自建。

对照品溶液的制备 精密称取目标对照品适量，用甲醇或其他适宜溶剂配制成每 1ml 中含对照品 10 μ g 至 50 μ g 的溶液。

供试品溶液的制备 固体制剂需研细，称取细粉适量（如约相当于一头动物一次用量）；用甲醇或其他适宜溶剂（超声）定量溶解，滤过，即得；液体制剂直接精密量取或称取适量，稀释，即得。对于含有高浓度的有机盐和乳化剂等存在强烈的基质效应辅料的产品，应适当增加前处理步骤。

测定法 分别精密吸取上述两种溶液适量注入液相色谱仪，同时记录色谱图与光谱图；通过与对照品液相色谱图保留时间、光谱图的比对，确定供试品溶液中是否含有可疑添加物。

结果判定 在供试品和对照品浓度接近的情况下，供试品色谱图

中如出现与对照品峰保留时间一致的色谱图(差异不大于 $\pm 5\%$);在一定的波长范围内,两者光谱图无明显差异;最大吸收波长一致(差异不大于 $\pm 2\text{nm}$),判为检出非法添加物。

第二法 液相色谱-高分辨质谱法

液质联用条件 根据可疑添加物性质自建,采用全扫描方式采集一级质谱和二级质谱信息。

对照品溶液的制备 精密称取目标对照品适量,用甲醇或其他适宜溶剂配制成每1ml中含对照品50ng至500ng的溶液。

供试品溶液的制备 同第一法。

测定法 分别精密吸取上述两种溶液适量注入液相色谱仪-串联质谱仪,记录液相色谱图及一级质谱图与二级质谱图;通过与对照品溶液色谱图保留时间、质谱图的对比,确定供试品溶液中是否含有可疑添加物。

结果判定 方法1 供试品色谱图中如出现与对照品峰保留时间一致的色谱峰(保留时间相对偏差不大于2.5%);供试品质谱图应与对照品质谱图一致(包括分子离子和至少一个碎片离子,质量数差异小于等于5ppm),判为检出非法添加物。

方法2 供试品与对照品分子离子峰的质量数偏差不大于5ppm,且二级质谱图与对照品的二级质谱图一致,判为检出非法添加物。

第三法 液相色谱法-串联质谱法

液质联用条件 根据可疑添加物性质自建,采用离子扫描(SRM)或多反应监测(MRM)。定性离子对选用兽药残留检测方法标准中的定

性离子对或者符合至少 4 个（非禁用药 3 个）识别点数的要求。

对照品溶液的制备、供试品溶液的制备 同第二法。

测定法 分别精密吸取上述两种溶液适量注入液相色谱-串联质谱仪，记录特征离子质量色谱图；通过与对照品溶液色谱图保留时间、离子丰度比的对比，确定供试品溶液中是否含有可疑添加物。

结果判定 供试品色谱图中如出现与对照品峰保留时间一致的色谱峰（差异不大于 $\pm 2.5\%$ ）；供试品离子丰度比应与对照品的一致，允许偏差符合下表要求，判为检出非法添加物。

离子丰度比的允许偏差范围

相对丰度 (%)	允许偏差 (%)
>50	± 20
>20~50	± 25
>10~20	± 30
≤ 10	± 50

第四法 显微鉴别法

适用范围 适用于不含矿物药的中兽药散剂中非法添加化学成分的检查。

显微操作 照兽药国家标准中的规定操作，共制样片 5 片，置显微镜下观察。

结果判定 每片均检出非处方晶片，且多见，判为不符合规定。

附件 8

2018 年 X 半年兽药质量监督抽检不合格产品汇总表

序号	抽样环节	产品名称	用药类别	商品名	标称生产企业	被抽样单位名称	批号	不合格项目	检验单位	备注

附件 9

2018 年 X 半年合法兽药生产企业确认非本企业生产的涉嫌假兽药汇总表

序号	计划类别	产品名称	商品名	标称生产企业	被抽样单位名称	批号	抽样单位	备注

附件 10

2018 年 X 半年风险监测产品汇总表

序号	产品名称	用药类别	商品名	标称生产企业	被抽样单位名称	批号	不合格项目	检验单位	备注

云南省农业厅办公室

2018年2月26日印发
