附件1

山东省 2022 年兽药质量监督抽检

任务分配表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 抽检  区域 | 生产环节(批) | 经营环节(批) | 使用环节(批) | 数量(批) |
| 济南 | 23 | 25 | 17 | 65 |
| 青岛 | 28 | 23 | 17 | 68 |
| 淄博 | 3 | 5 | 2 | 10 |
| 枣庄 | 2 | 7 | 2 | 11 |
| 东营 | 7 | 7 | 2 | 16 |
| 烟台 | 12 | 17 | 12 | 41 |
| 潍坊 | 56 | 17 | 8 | 81 |
| 济宁 | 14 | 10 | 5 | 29 |
| 泰安 | 12 | 8 | 4 | 24 |
| 威海 | 3 | 9 | 5 | 17 |
| 日照 | 7 | 7 | 3 | 17 |
| 临沂 | 12 | 19 | 10 | 41 |
| 德州 | 17 | 15 | 12 | 44 |
| 聊城 | 7 | 16 | 8 | 31 |
| 滨州 | 12 | 10 | 5 | 27 |
| 菏泽 | 18 | 7 | 3 | 28 |
| 合计(批) | 233 | 202 | 115 | 550 |

附件2

山东省2022年兽药质量专项监督抽检

任务分配表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 抽检  区域 | 生产环节(批) | 经营环节(批) | 使用环节(批) | 数量(批) |
|
| 济南 | 5 | 5 | 3 | 13 |
| 青岛 | 6 | 5 | 3 | 14 |
| 淄博 | 1 | 1 | 1 | 3 |
| 枣庄 | 1 | 2 | 1 | 4 |
| 东营 | 1 | 1 | 1 | 3 |
| 烟台 | 2 | 4 | 2 | 8 |
| 潍坊 | 10 | 3 | 2 | 15 |
| 济宁 | 2 | 2 | 1 | 5 |
| 泰安 | 3 | 2 | 1 | 6 |
| 威海 | 1 | 2 | 1 | 4 |
| 日照 | 2 | 1 | 1 | 4 |
| 临沂 | 3 | 4 | 2 | 9 |
| 德州 | 3 | 3 | 2 | 8 |
| 聊城 | 1 | 3 | 2 | 6 |
| 滨州 | 1 | 2 | 1 | 4 |
| 菏泽 | 2 | 1 | 1 | 4 |
| 合计(批) | 44 | 41 | 25 | 110 |

附件 3

2022 年第 X 季度兽药质量监督抽检/跟踪检验结果汇总表

一、监督抽检/跟踪检验不合格产品汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序 号 | 抽检 环节 | 产品 名称 | 商品名 | 兽药 类别 | 用药 类别 | 标称生产企业 | 生产地址 | 产品批准文号 | 生产批号 | 检验  项目 | 不合格 项目 | 被抽样 单位名称 | 备注 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

二、监督抽检/跟踪检验合格产品汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序 号 | 抽检 环节 | 产品 名称 | 商品名 | 兽药 类别 | 用药 类别 | 标称生产企业 | 生产地址 | 产品批准文号 | 生产批号 | 检验  项目 | 被抽样 单位名称 | 备注 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

填表说明：1.抽检环节：生产环节、经营环节、使用环节。 2. 兽药类别：化学药品、兽用抗生素、原料药、中兽药、其他兽药。3.用药类别：畜禽用兽药、 水产用兽药、蚕用兽药、蜂用兽药。 4. 消毒剂兽药、进口兽药请在备注中标明。5.本表适用于省级监督抽检和部级跟踪抽检结果汇总。

附件4

2022 年第 X 季度兽药质量监督抽检假兽药/未赋二维码产品汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 抽检环节 | 产品名称 | 商品名 | 兽药类别 | 用药类别 | 标称生产企业 | 产品批准文号 | 生产批号 | 被抽样单位名称 | 备注 |
| 一 | 假兽药 | | | | | | | | | |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| … |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 二 | 未赋二维码兽药产品 | | | | | | | | | |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| … |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 三 | 二维码无法识读兽药产品 | | | | | | | | | |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| … |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 四 | 查询不到追溯信息兽药产品 | | | | | | | | | |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| … |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

附件5

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 10μg 至 50μg 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。

**测定方法** 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** 在供试品溶液和对照品溶液浓度接近的情况下， 供试品溶液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±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±2nm），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。

**测定方法** 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。

**测定方法** 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±2.5%）；供试品离子丰度比应与对照品 的一致，容许偏差符合表 1 的要求，判为检出非法添加物。

表 1 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组方外化学成分的检查。

**显微操作** 照兽药国家标准中的规定操作，共制样片5 片， 臵显微镜下观察。

**结果判定** 每片均检出非处方晶片，且多见，判为不符合规定。