

中华人民共和国农业部公告

第 2448 号

为加强兽药监管,根据《兽药管理条例》规定,我部组织制定了《兽药制剂中非法添加磺胺类药物检查方法》等 3 项检查方法标准,修订了阿莫西林可溶性粉中非法添加解热镇痛类药物检查方法等 31 个检查方法标准,现予发布,自发布之日起执行。原我部发布的同种检查方法标准同时废止。

特此公告。

附件:1. 兽药中非法添加物检查方法目录

2. 中兽药散剂中非法添加呋喃唑酮、呋喃西林、呋喃妥因检查方法等 34 个检查方法标准

3. 参与兽药中非法添加物检查方法起草、修订汇编人员名单



附件 1

兽药中非法添加物检查方法目录

序号	检查方法名称
1	中兽药散剂中非法添加呋喃唑酮、呋喃西林、呋喃妥因检查方法
2	中兽药散剂中非法添加氯霉素检查方法
3	中兽药散剂中非法添加乙酰甲喹、喹乙醇检查方法
4	黄芪多糖注射液中非法添加解热镇痛类、抗病毒类、抗生素类、氟喹诺酮类等 11 种化学药物(物质)检查方法
5	肥猪散、健胃散、银翘散等中药散剂中非法添加氟喹诺酮类药物(物质)检查方法
6	氟喹诺酮类制剂中非法添加乙酰甲喹、喹乙醇等化学药物检查方法
7	氟苯尼考粉和氟苯尼考预混剂中非法添加氧氟沙星、诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星检查方法
8	氟苯尼考制剂中非法添加磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶检查方法
9	乳酸环丙沙星注射液中非法添加对乙酰氨基酚检查方法
10	阿莫西林可溶性粉中非法添加解热镇痛类药物检查方法
11	注射用青霉素钾(钠)中非法添加解热镇痛类药物检查方法
12	氟苯尼考制剂中非法添加烟酰胺、氨茶碱检查方法
13	氟喹诺酮类制剂中非法添加对乙酰氨基酚、安乃近检查方法
14	硫酸庆大霉素注射液中非法添加甲氧苄啶检查方法
15	氟苯尼考固体制剂中非法添加 β -受体激动剂检查方法
16	盐酸林可霉素制剂中非法添加对乙酰氨基酚、安乃近检查方法

序号	检查方法名称
17	黄芪多糖注射液中非法添加地塞米松磷酸钠检查方法
18	氟苯尼考液体制剂中非法添加β-受体激动剂检查方法
19	柴胡注射液中非法添加利巴韦林检查方法
20	柴胡注射液中非法添加盐酸吗啉胍、金刚烷胺、金刚乙胺检查方法
21	柴胡注射液中非法添加对乙酰氨基酚检查方法
22	鱼腥草注射液中非法添加甲氧氯普胺检查方法
23	鱼腥草注射液中非法添加林可霉素检查方法
24	鱼腥草注射液中非法添加水杨酸、氧氟沙星检查方法
25	中兽药散剂中非法添加金刚烷胺和金刚乙胺检查方法
26	扶正解毒散中非法添加茶碱、安乃近检查方法
27	黄连解毒散中非法添加对乙酰氨基酚、盐酸溴己新检查方法
28	酒石酸泰乐菌素可溶性粉中非法添加茶碱检查方法
29	硫酸安普霉素可溶性粉中非法添加诺氟沙星检查方法
30	硫酸黏菌素预混剂中非法添加乙酰甲喹检查方法
31	硫酸安普霉素可溶性粉中非法添加头孢噻肟检查方法
32	阿维拉霉素预混剂中非法添加莫能菌素检查方法
33	甘草颗粒中非法添加吲哚美辛检查方法
34	兽药制剂中非法添加磺胺类药物检查方法

二、中兽药散剂中非法添加氯霉素检查方法

1 适用范围

- 1.1 本法适用于白头翁散、苍术香连散和银翘散中非法添加氯霉素的检查。
- 1.2 用于其他兽药制剂中非法添加氯霉素检查时，需进行空白试验和检测限测定。

2 检查方法

2.1 显微检查法

取供试品少许，置载玻片上，滴加甘油乙醇溶液 2~3 滴，搅匀，封片，置显微镜下观察。若检出如附图所示结晶物质，则用高效液相色谱-串联质谱法验证。

白色至微带黄绿色结晶，呈长椭圆形或不规则形，表面具细纵裂隙及纹理为氯霉素的显微特征。

2.2 高效液相色谱-串联质谱法

色谱条件 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（50：50）为流动相；流速为每分钟 0.3ml；柱温为 30℃。

质谱条件 扫描方式为负离子扫描；检测方式为多反应监测；电离电压 2.8KV；源温 120℃；碰撞气体为氩气（ 3.0×10^{-3} mbar）；数据采集窗口 10 分钟；驻留时间 0.6 秒。

表 1 定性、定量离子对及参考锥孔电压和碰撞电压表

目标化合物	定性离子对 (m/z)	定量离子对 (m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞能量 (eV)
氯霉素	321>152	321>152	28	18
	321>257		28	11

测定法 取供试品 1.0g，置具塞锥形瓶中，加入甲醇 20.0ml，超声处理 15 分钟，静置，滤过，取滤液 0.1ml，用流动相稀释至 10.0 ml；取适量用流动相稀释成每 1ml 约含氯霉素 1ng 的溶液，用 0.22μm 滤膜滤过，作为供试品溶液。另取氯霉素对照品适量，加甲醇适量使溶解，用流动相稀释成每 1ml 含 1ng 的溶液，作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 20μl 注入液相色谱-串联质谱仪，记录特征离子质量色谱图。

3.3 结果判定

- 3.1 试剂空白和供试品空白不出现与对照品溶液相同的特征离子峰。
- 3.2 特征离子色谱峰的信噪比都在 3:1 以上，信噪比以峰对峰计算。

3.3 供试品溶液色谱图中如出现与氯霉素对照品保留时间一致的峰（差异不大于±2.5%），定性离子对与对照品一致（参见表1），特征离子丰度比与对照品溶液的一致（偏差符合表2要求），计算供试品中氯霉素的浓度，如大于等于1mg/kg，判定为检出氯霉素。

表2 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

4 检测限

本方法检测限为1mg/kg。

附图：

氯霉素（结晶）10×40 图（白色至微带黄绿色结晶，呈长椭圆形或不规则形，表面具细纵裂隙及纹理。）

