

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

三、中兽药散剂中非法添加喹乙醇、乙酰甲喹检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于止痢散、健胃散、清瘟败毒散、胃肠活、肥猪散、清热散、银翘散中非法添加喹乙醇、乙酰甲喹的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加喹乙醇、乙酰甲喹检查时，需进行空白试验和检测限定。

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，则用高效液相色谱法验证。

淡黄绿色结晶，呈棱形、三角形或不规则形，表面有梯形、人字或不定型纹理，为喹乙醇的显微特征。

鲜黄色结晶，长短不一，呈棒状或一端或两端呈梭形，表面有暗绿色纵裂纹或裂缝，为乙酰甲喹的显微特征。

2.2 薄层色谱法

取供试品 1.0g，置具塞锥形瓶中，加入约 50℃ 的乙醇溶液 (1→5) 10ml，超声处理 5 分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取喹乙醇、乙酰甲喹对照品适量，加入约 50℃ 的乙醇溶液 (1→5) 适量分别制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法 (《中国兽药典》一部附录 0502) 试验，吸取供试品溶液 5 μ l，喹乙醇、乙酰甲喹对照品溶液各 1 μ l 分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上。以乙酸乙酯-丙酮-乙醇 (60 : 40 : 5) 为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯 (254nm) 下检视。供试品色谱中，在与喹乙醇、乙酰甲喹对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的斑点。若出现相同颜色的斑点，则用高效液相色谱法验证。

2.3 高效液相色谱法

照高效液相色谱法 (《中国兽药典》一部附录 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；以乙腈-0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液 (1:9) (用三乙醇胺调节 pH 值至 6.0) 为流动相 (可调节流动相比例，使喹乙醇峰保留时间约为 5 分钟)；二极管阵列检测器，采集波长范围为 200nm~400nm，分辨

率为 1.2nm；记录 365nm 波长处的色谱图。供试品溶液中噻乙醇、乙酰甲噻色谱峰与相邻色谱峰的分度应符合要求。

测定法 取供试品 1.0g，置具塞锥形瓶中，加入 90%乙腈 20ml，超声处理 15 分钟，静置，过滤；取续滤液 1.0ml，加流动相至 10.0ml，摇匀，作为供试品溶液。取噻乙醇、乙酰甲噻对照品各 10.0mg，分别加 90%乙腈 20ml 使溶解；取 1.0ml，加流动相至 10.0ml，作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 10 μ l，分别注入液相色谱仪，同时记录色谱图与光谱图。必要时，可调整供试品溶液或对照品溶液的浓度，使两者峰面积近似。通过与对照品溶液色谱图保留时间、光谱图的比对，确定供试品中是否含有噻乙醇、乙酰甲噻。

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保留时间一致的峰（差异小于等于 $\pm 5\%$ ），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（差异小于等于 $\pm 2\text{nm}$ ）），判定为检出噻乙醇或乙酰甲噻。

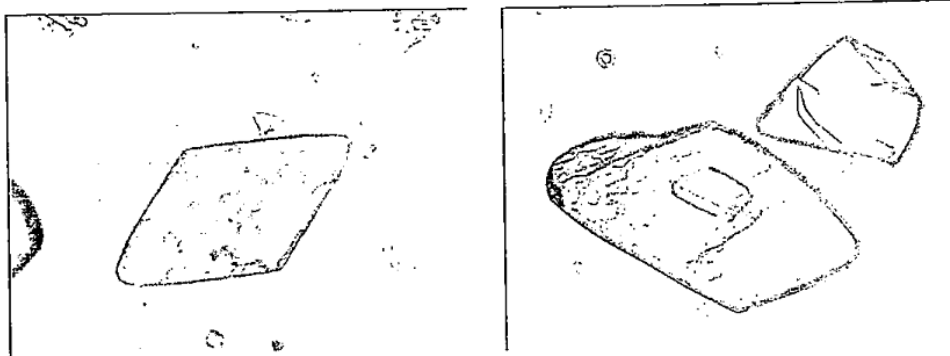
3.2 供试品溶液色谱图中峰保留时间与相应对照品峰相同，但峰面积小于检测限峰面积，判定为未检出噻乙醇或乙酰甲噻。

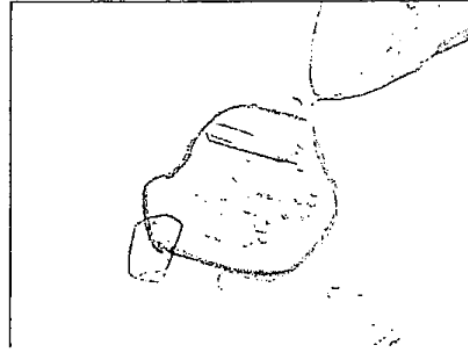
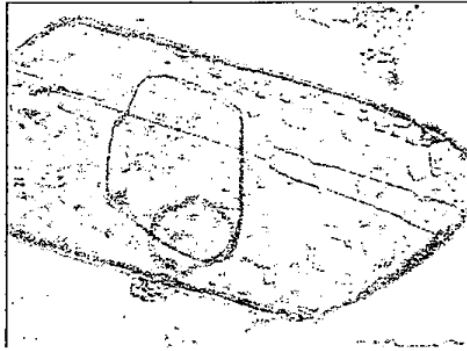
4 检测限

本方法检测限为 50mg/kg。

附图：

1、噻乙醇（结晶）10 \times 40 图（淡黄绿色结晶，棱形、三角形或不规则形，表面有梯形、人字或不定型纹理。）





2、乙酰甲嗪（结晶） 10×40 图（鲜黄色结晶，长短不一，呈棒状或一端或两端呈梭形，表面有暗绿色纵裂纹或裂缝。）

