

十三、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

1 适用范围

1.1 本方法适用于氧氟沙星、诺氟沙星（及其盐）、恩诺沙星（及其盐）、环丙沙星（及其盐）注射液、可溶性粉及粉剂中非法添加对乙酰氨基酚、安乃近的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加对乙酰氨基酚、安乃近检查时，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》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；以磷酸二氢钠溶液（取磷酸二氢钠 3.0g，加水 1000ml 使溶解，加三乙胺 0.5ml，用氢氧化钠饱和溶液调节 pH 值至 7.0）为流动相 A，甲醇为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；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 244nm 波长处的色谱图。供试品溶液中对乙酰氨基酚、安乃近色谱峰与相邻色谱峰分离度应符合要求。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	70	30
10	70	30
11	40	60
16	40	60
17	70	30
22	70	30

测定法 取供试品 2.0g 或 2.0ml，置 50ml 量瓶中，加甲醇适量超声处理 5 分钟（固体制剂），加甲醇稀释至刻度，摇匀；滤过（固体制剂），取滤液 1.0ml，置 25ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；取对乙酰氨基酚对照品、安乃近对照品适量，分别加甲醇使溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，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对乙酰氨基酚或安乃近。

3 结果判定

3.1 供试品溶液色谱图中如出现与对乙酰氨基酚对照品、安乃近对照品保留时间一致的峰（差异小于等于±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±2nm），判定为检出对乙酰氨基酚或安乃近。

3.2 供试品溶液色谱图中峰保留时间与对乙酰氨基酚对照品、安乃近对照品峰相同，但峰面积小于检测限峰面积，判定为未检出乙酰氨基酚或安乃近。

4 检测限

本方法检测限为：对乙酰氨基酚 0.5g/kg 或 0.5g/L，安乃近 5g/kg 或 5g/L。