

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 |

十五、氟苯尼考固体制剂中非法添加 β -受体激动剂

检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于氟苯尼考粉、可溶性粉、预混剂中非法添加克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、西马特罗、西布特罗、妥布特罗、马布特罗、特布他林、氯丙那林的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、西马特罗、西布特罗、妥布特罗、马布特罗、特布他林、氯丙那林的检查时，需进行空白试验和检测限测定。

2 检查方法（高效液相色谱-串联质谱法）

色谱条件 用十八烷基键合硅胶为填充剂；以 0.1%甲酸乙腈溶液为流动相 A，0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.45ml；柱温为 35℃。

| 时间 (分钟) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|---------|-----------|-----------|
| 0 | 4 | 96 |
| 0.5 | 4 | 96 |
| 2.5 | 30 | 70 |
| 3 | 90 | 10 |
| 4 | 90 | 10 |
| 4.01 | 4 | 96 |
| 5 | 4 | 96 |

质谱条件 扫描方式为电喷雾源正离子扫描；检测方式为多反应监测；电离电压 3.0 kV；源温 150℃；碰撞气为氩气 (3.0×10^{-3} mbar)；驻留时间 0.2 秒。

表 1 定性、定量离子对和锥孔电压、碰撞能量表

| 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) |
|------------|---------------|---------------|----------|-----------|
| 西马特罗 | 220.1 > 143.1 | 220.1 > 160.1 | 17 | 25 |
| Cimaterol | 220.1 > 160.1 | | | 20 |
| 西布特罗 | 234.2 > 143.1 | 234.2 > 160.1 | 17 | 25 |
| Cimbuterol | 234.2 > 160.1 | | | 15 |

| | | | | |
|---------------|---------------|---------------|----|----|
| 克伦特罗 | 277.1 > 132.0 | 277.1 > 203.0 | 22 | 28 |
| Clenbuterol | 277.1 > 203.0 | | | 15 |
| 马布特罗 | 311.2 > 217.1 | 311.2 > 237.1 | 17 | 25 |
| Mabuterol | 311.2 > 237.1 | | | 15 |
| 莱克多巴胺 | 302.2 > 107.1 | 302.2 > 164.1 | 20 | 27 |
| Ractopamine | 302.2 > 164.1 | | | 15 |
| 沙丁胺醇 | 240.2 > 148.1 | 240.2 > 148.1 | 20 | 20 |
| Salbutamol | 240.2 > 222.1 | | | 12 |
| 特布他林 | 226.2 > 152.1 | 226.2 > 152.1 | 22 | 16 |
| Terbutaline | 226.2 > 125.1 | | | 12 |
| 妥布特罗 | 228.1 > 154.1 | 228.1 > 154.1 | 17 | 15 |
| Tulobuterol | 228.1 > 172.1 | | | 12 |
| 氯丙那林 | 214.1 > 153.9 | 214.1 > 153.9 | 25 | 18 |
| Clorprenaline | 214.1 > 118.3 | | | 12 |

测定法 取供试品约 0.5g, 置 50ml 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液-甲醇 (1:1) 适量, 超声处理 10 分钟, 放冷, 用 0.1mol/L 盐酸溶液-甲醇 (1:1) 稀释至刻度, 摇匀。滤过, 取续滤液 0.1ml, 用 0.1% 的甲酸溶液稀释至 10.0ml, 摇匀; 取 0.1ml, 用 0.1% 的甲酸溶液稀释至 20.0ml, 摇匀, 作为供试品溶液。另取克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、西马特罗、西布特罗、妥布特罗、马布特罗、特布他林、氯丙那林对照品适量, 加甲醇适量使溶解, 用 0.1% 的甲酸溶液稀释制成每 1ml 中各约含 0.005 μ g 的混合溶液, 作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 2 μ l 注入液相色谱-串联质谱仪, 记录特征离子质量色谱图。

3 结果判定

- 3.1 试剂空白和供试品空白溶液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相应对照品保留时间一致的峰 (差异小于等于 \pm 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), 判定为检出克伦特罗、莱克多巴胺、沙丁胺醇、西马特罗、西布特罗、妥布特罗、马布特罗、特布他林或氯丙那林。

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

本方法检测限克均为 0.5g/kg。