

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

二十、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

1 适用范围

1.1 本方法适用于柴胡注射液中非法添加盐酸吗啉胍、金刚烷胺、金刚乙胺的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加盐酸吗啉胍、金刚烷胺、金刚乙胺的检查时，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（含亲水基团）；以甲醇为流动相 A，0.2% 甲酸溶液为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温为 30℃。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	10	90
1.0	80	20
3.0	80	20
3.1	10	90
6.0	10	90

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 120℃；碰撞气为氩气（0.1mbar）；驻留时间 0.05 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)
盐酸吗啉胍	172.13 > 113.06			20
Moroxydine Hydrochloride	172.13 > 60.10	172.13 > 60.10	33	17
金刚烷胺	152.03 > 135.05	152.03 > 135.05	36	18
Amantadine	152.03 > 92.95			28
金刚乙胺	180.10 > 163.06	180.10 > 163.06	38	16
Rimantadine	180.10 > 80.97			24

测定法 取供试品 2.0ml，置 100ml 量瓶中，加甲醇-水-甲酸（10：90：0.2）稀释至刻

度, 摇匀, 取 1.0ml, 用甲醇-水-甲酸 (10:90:0.2) 稀释至 100ml, 摇匀, 取 1.0ml, 用甲醇-水-甲酸 (10:90:0.2) 稀释至 10.0ml, 摇匀, 作为供试品溶液。另取盐酸吗啡、金刚烷胺、金刚乙胺对照品适量, 加甲醇-水-甲酸 (10:90:0.2) 使溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.02 μ g 的混合溶液, 摇匀, 作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 5 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 试剂空白溶液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盐酸吗啡、金刚烷胺或金刚乙胺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), 判定为检出盐酸吗啡、金刚烷胺或金刚乙胺。

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

本方法检测限均为 1g/L。