

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

三十四、兽药制剂中非法添加磺胺类药物检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于阿莫西林可溶性粉、氟苯尼考粉、盐酸林可霉素注射液、伊维菌素注射液、恩诺沙星注射液、盐酸环丙沙星可溶性粉、鱼腥草注射液、止痢散、黄芪多糖注射液、健胃散中非法添加磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶或磺胺甲噁唑的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶或磺胺甲噁唑等磺胺类药物检查时，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（《中国药典》一部附录）测定。

2.1 色谱条件与系统适用性 用十八烷基键合硅胶为填充剂（Waters Atlantis T3 4.6mm×250mm, 5 μ m, 或其他等效的色谱柱）；以 0.1%甲酸溶液（三乙胺调节 pH 值至 3.4）为流动相 A，以乙腈为流动相 B，流速为每分钟 1.0ml，按下表进行线性梯度洗脱；二极管阵列检测器检测，采集波长范围为 210nm-400nm，分辨率为 1.2nm，记录 270nm 波长处的色谱图。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	90	10
15	76	24
35	65	35
36	90	10
40	90	10

取磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶对照品适量，加 10%乙腈溶液使溶解，制成每 1ml 中各含 50 μ g 的混合溶液，作为系统适用性溶液。取 10 μ l 注入高效液相色谱仪，记录色谱图。磺胺二甲嘧啶峰与磺胺对甲氧嘧啶峰之间的分离度应符合要求。供试品溶液中磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶或磺胺甲噁唑峰与相邻峰分离度应符合要求。

2.2 测定法

2.2.1 供试品溶液配制

2.2.1.1 盐酸林可霉素注射液、鱼腥草注射液、黄芪多糖注射液、伊维菌素注射液：
取供试品 2.0ml，置 100ml 量瓶中，加 10%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

2.2.1.2 止痢散、健胃散：取供试品 2.0g，置锥形瓶中，加 10%乙腈溶液 100 ml，
超声 15 分钟，静置，滤过，取续滤液作为供试品溶液。

2.2.1.3 阿莫西林可溶性粉：取供试品 2.0g，置 100ml 量瓶中，加 10%乙腈溶液溶
解，并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

2.2.1.4 恩诺沙星注射液：取供试品 2.0 ml，置 100ml 量瓶中，加 10%乙腈溶液稀
释至刻度，摇匀；取 5.0ml，置 50ml 量瓶中，加 10%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试
品溶液。

2.2.1.5 氧氟沙星注射液：取供试品 2.5 ml，置 100ml 量瓶中，加 10%乙腈溶液稀
释至刻度，摇匀；取 5.0ml，置 50ml 量瓶中，加 10%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试
品溶液。

2.2.1.6 氟苯尼考粉：取供试品 1.0 g，置 200 ml 量瓶中，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶
液溶解并稀释至刻度，摇匀，室温放置 8 小时，作为供试品溶液（7 小时内完成进样）。

2.2.2 取磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶或磺胺甲噁唑
适量，加 10%乙腈溶液使溶解，并制成每 1ml 中含 50 μg 的溶液，作为对照品溶液。

2.2.3 取供试品溶液和对照品溶液各 10μl，分别注入高效液相色谱仪，同时记录色
谱图和光谱图。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
与相应对照品溶液色谱峰保留时间、光谱图比对，确定供试品中是否含有磺胺嘧啶、磺胺二
甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶或磺胺甲噁唑。

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溶液保留时间一致的峰（差异不大于±
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（差异不大于±2nm），判定为检出磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间
甲氧嘧啶或磺胺甲噁唑。

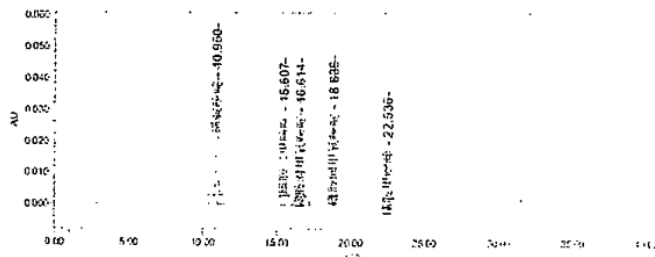
3.2 供试品溶液色谱图中峰保留时间与相应对照品一致，但峰面积小于检测限峰面
积，判为未检出磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶或磺胺甲噁唑。

4 检测限

4.1 阿莫西林可溶性粉：0.1g/kg

- 4.2 盐酸林可霉素注射液、伊维菌素注射液：0.1g/L
- 4.3 恩诺沙星注射液、鱼腥草注射液、黄芪多糖注射液：1g/L
- 4.4 氟苯尼考粉：0.4 g/kg
- 4.5 盐酸环丙沙星可溶性粉：0.8g/kg
- 4.6 止痢散：5g/kg
- 4.7 健胃散：1g/kg

附图 1：色谱图



附图 2：光谱图

