

中华人民共和国农业部公告

第 2451 号

根据《兽药管理条例》规定,我部组织制定了《兽药中非法添加甲氧苄啶检查方法》等 5 个检查方法标准,现予发布,自发布之日起执行。

特此公告。

- 附件:1. 兽药中非法添加甲氧苄啶检查方法
2. 兽药中非法添加氨茶碱和二羟丙茶碱检查方法
3. 兽药中非法添加对乙酰氨基酚、安乃近、地塞米松和地塞米松磷酸钠检查方法
4. 兽药中非法添加喹乙醇和乙酰甲喹检查方法
5. 硫酸黏菌素制剂中非法添加阿托品检查方法



附件 1

兽药中非法添加甲氧苄啶检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于替米考星预混剂、磷酸泰乐菌素预混剂、盐酸多西环素可溶性粉、乳酸环丙沙星可溶性粉及注射液、恩诺沙星注射液中非法添加甲氧苄啶的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加甲氧苄啶检查时，需进行空白试验和系统适用性试验。供试品溶液中甲氧苄啶色谱峰与相邻色谱峰分离度应符合要求。

2 检查方法

照高效液相色谱法测定（《中国兽药典》一部附录 0512）。

色谱条件与系统适用性 用十八烷基键合硅胶为填充剂，以甲醇-0.02mol/L 磷酸二氢钾（27:73）为流动相，二极管阵列检测器，采集波长范围为 200~400nm，分辨率为 1.2nm，记录 270nm 波长处的色谱图。甲氧苄啶色谱峰与相邻色谱峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取供试品 1.0g（或 2.0ml），置 50ml 量瓶中，加流动相适量，超声处理 10min，用流动相稀释至刻度，摇匀；量取 5.0 ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取甲氧苄啶对照品适量，加甲醇适量，超声处理使溶解，用甲醇-水（8:2）稀释制成每 1ml 中含约 20 μ g 的溶液，作为对照品溶液（临用前配制）。取供试品溶液和对照品溶液各 10 μ l，分别注入高效液相色谱仪，同时记录光谱图和色谱图。通过与对照品溶液色谱图保留时间和光谱图比对，确定供试品中是否含有甲氧苄啶。

3 结果判定

3.1 在相同试验条件下，供试品色谱图中如出现色谱峰与甲氧苄啶对照品峰保留时间一致（差异小于等于 $\pm 5\%$ ）；且为单一物质峰（纯度角度小于纯度阈值）；在大于 200nm 的波长范围内，两者紫外光谱图匹配（匹配角度小于匹配阈值），最大吸收波长一致（差异小于等于 ± 2 nm），判定为检出甲氧苄啶。

3.2 进行其他兽药制剂中非法添加甲氧苄啶检查时，可通过调整供试品溶液或对照品溶液的浓度，使两者峰面积近似后，进行检测。

4 检出限

本方法甲氧苄啶的检出测限为 0.5g/Kg（固体制剂），0.25 g/L（液体制剂）。