

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 2

兽药中非法添加氨茶碱和二羟丙茶碱 检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于环丙沙星注射液及可溶性粉、恩诺沙星注射液、替米考星注射液及预混剂、盐酸多西环素可溶性粉、酒石酸泰乐菌素可溶性粉、磷酸泰乐菌素预混剂、金花平喘散、荆防败毒散、麻杏石甘散中非法添加氨茶碱、二羟丙茶碱的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加氨茶碱和二羟丙茶碱检查时,需进行空白试验和系统适用性试验。供试品溶液中氨茶碱、二羟丙茶碱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;以磷酸二氢钾溶液(取磷酸二氢钾 3.4g,加水 1000ml 使溶解)-甲醇(72:28)为流动相,二极管阵列检测器检测,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。取氨茶碱、二羟丙茶碱对照品各约 25mg,置同一 50ml 量瓶中,加甲醇-水(1:9)溶解,并稀释至刻度,摇匀。量取 5.0ml,用甲醇-水(1:9)稀释至 50ml,摇匀,作为系统适用性试验溶液。取 10 μ l 注入高效液相色谱仪,记录光谱图和色谱图。各色谱峰之间的分离度均应符合要求。

测定法 取供试品约 2.0g(或 2.0ml),加甲醇-水(1:9)适量,超声处理 15 分钟(固体制剂),稀释至 100ml,摇匀。量取 5.0ml(必要时过滤,取续滤液),用甲醇-水(1:9)稀释至 50ml,摇匀,作为供试品溶液。另取氨茶碱、二羟丙茶碱对照品各约 25mg,置同一 50ml 量瓶中,加甲醇-水(1:9)溶解,并稀释至刻度,摇匀。精密量取 5ml,用甲醇-水(1:9)稀释至 50ml,摇匀,作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 10 μ l,分别注入高效液相色谱仪,同时记录光谱图和色谱图。通过与相应对照品溶液色谱图保留时间和光谱图的比对,确定供试品中是否含有氨茶碱和二羟丙茶碱。

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氨茶碱对照品峰或二羟丙茶碱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),判定为检出氨茶碱或二羟丙茶碱。

3.2 进行其他兽药制剂中非法添加氨茶碱或二羟丙茶碱检查时,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

本法中氨茶碱和二羟丙茶碱的检出限分别为 0.25 g/L (g/Kg)。