

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 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

1 适用范围

1.1 本方法可用于氟苯尼考粉及预混剂、泰乐菌素预混剂、替米考星预混剂及注射液、板蓝根注射液和穿心莲注射液中非法添加对乙酰氨基酚、安乃近、地塞米松、地塞米松磷酸钠的检查。

1.2 用于其他兽药制剂种非法添加对乙酰氨基酚、安乃近、地塞米松、地塞米松磷酸钠的检查时，需要进行空白试验和系统适用性试验。供试品溶液中对乙酰氨基酚、安乃近、地塞米松和地塞米松磷酸钠色谱峰与相邻色谱峰之间的分离度应符合要求。

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；以磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钠 3.0g 加水 1000ml 使溶解，加三乙胺 1ml，用氢氧化钠调 pH 值至 7.0 ± 0.02 ）为流动相 A，甲醇为流动相 B，按下表进行梯度洗脱，二极管阵列检测器，采集波长为 200nm~400nm，分辨率为 1.2nm。记录 240nm 波长处的色谱图。

称取对乙酰氨基酚、安乃近、地塞米松和地塞米松磷酸钠对照品约 25mg，加甲醇适量溶解，用甲醇-水（8:2）稀释制成 20 μ g/ml 的混合标准溶液，作为系统适用性溶液。取 10 μ l 注入高效液相色谱仪，记录光谱图和色谱图。各色谱峰之间的分离度均应符合要求。

| 时间(分钟) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) | 曲线 |
|--------|-----------|-----------|----|
| 0 | 80 | 20 | / |
| 30 | 20 | 80 | 6 |
| 33 | 20 | 80 | 6 |
| 34 | 80 | 20 | 1 |

测定法 取供试品 1.0g（或 1.0ml），置 50ml 量瓶中，加甲醇适量，超声 10 分钟，用甲醇稀释至刻度，摇匀。量取 2.0ml，置 50ml 量瓶中，用甲醇-水（8:2）稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取对乙酰氨基酚、安乃近、地塞米松和地塞米松磷酸钠对照品约 25mg，加甲醇适量溶解，用甲醇-水（8:2）稀释制成 20 μ g/ml 的混合标准溶液，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、光谱图的比对，确定供试品中是否含有安乃近、对乙酰氨基酚、地塞米松和地塞米松磷酸钠。对照品溶液出峰时间顺序依次为对乙酰氨基酚、安乃近、地塞米松磷酸钠、地塞米松。

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对乙酰氨基酚对照品峰、安乃近对照品峰、地塞米松对照品峰或地塞米松磷酸钠对照品峰保留时间一致（差异小于等于

±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±2nm), 判定为检出对乙酰氨基酚、安乃近、地塞米松或地塞米松磷酸钠。

3.2 进行其他兽药制剂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

本法中安乃近和地塞米松磷酸钠的检出限为 3.0g/L (g/Kg), 对乙酰氨基酚和地塞米松的检出限均为 1.5g/L (g/Kg)。