

# 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 5

# 硫酸黏菌素制剂中非法添加阿托品检查方法

### 1 适用范围

本方法适用于硫酸黏菌素可溶性粉、硫酸黏菌素预混剂中非法添加阿托品的检查。

### 2 检查方法（高效液相色谱法—串联质谱法）

色谱条件 用十八烷基键合硅胶为填充剂；以 0.1%甲酸溶液为流动相 A，乙腈为流动相 B，按下表进行梯度洗脱，流速为每分钟 0.3 ml，柱温 40℃。

时间 (min)	A 相(%)	B 相(%)	变化曲线
0	90	10	1
1.5	70	30	6
3.5	10	90	6
4	10	90	6
5	90	10	1

质谱条件 扫描方式为电喷雾离子源正离子扫描；检测方式为多反应监测 (MRM)；毛细管电压：2.5 kV；源温：150℃；脱溶剂温度：500℃；锥孔气流速为 150 L/h，脱溶剂气流速为 1000 L/h。

定性、定量离子对和锥孔电压、碰撞能量表

药物名称	保留时间 (min)	定性离子对 (m/z)	定量离子对 (m/z)	锥孔电压 (V)	碰撞能量 (eV)
阿托品	1.42	290.1 > 124.1	290.1 > 124.1	2	22
		290.1 > 93.0			28

测定法 取供试品 1.0 g (或 1.0 ml)，置于 100 ml 量瓶中，加水适量，超声处理 10 min，稀释至刻度，滤过，取续滤液 1.0 ml，置于 100 ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。再次稀释 100 倍，作为供试品溶液。

另取阿托品对照品适量，加水适量使溶解，并稀释制成每 1ml 中约含 0.005 μg 的溶液，混匀，作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 2μl，分别注入高效液相色谱-串联质谱仪，记录质量色谱图。

### 3 结果判定

3.1 试剂空白和供试品空白不能出现与阳性对照品溶液相同的离子峰；

3.2 所有离子色谱峰的信噪比 (S/N) 都在 3:1 以上，信噪比以峰对峰 (PtP) 计算；

3.3 供试品溶液色谱图中色谱峰的保留时间，应与对照品溶液色谱图中的色谱峰保留时间一致 (差异小于等于 ±2.5%)；

3.4 供试品溶液的离子丰度比应与对照品溶液一致，允许偏差符合下表的要求。

离子丰度比的允许偏差范围

相对离子丰度(%)	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差(%)	±20	±25	±30	±50

3.5 供试品溶液质量色谱图中如出现与相应对照品溶液保留时间一致的质量色谱峰，且质量色谱峰满足以上定性条件，判定为检出相应的阿托品。

#### 4 检出限

本法中阿托品的检出限为 0.2 g/Kg(或 g/L)。