

附件 1

复方麻黄散中非法添加喹烯酮检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于复方麻黄散中非法添加喹烯酮的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加喹烯酮检查时，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（《中国兽药典》二部附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（60：40）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 314nm 波长处的色谱图。供试品溶液中喹烯酮色谱峰与相邻色谱峰的分离度应符合要求。

测定法 取供试品 1.0g，置 20ml 棕色量瓶中，加 N,N-二甲基甲酰胺 5ml，超声处理 10 分钟，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀，静置，取上清液 2.0ml，置 20ml 棕色量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取喹烯酮对照品 10.0mg，置 20ml 棕色量瓶中，加 N,N-二甲基甲酰胺 5ml 使溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀，取 2.0ml，置 20ml 棕色量瓶中，用甲醇稀释至刻度，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喹烯酮。

3 结果判定

3.1 供试品溶液色谱图中如出现与喹烯酮对照品峰保留时间一致的色谱峰（差异小于等于 $\pm 5\%$ ），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，最大吸收波长一致（差异小于等于 $\pm 2\text{nm}$ ），判定为检出喹烯酮。

3.2 供试品溶液色谱图中如出现与喹烯酮对照品保留时间一致的色谱峰，但峰面积小于检测限峰面积，判定为未检出喹烯酮。

4 检测限

本方法喹烯酮的检测限为 0.25g/kg 。

附件 2

恩诺沙星注射液中非法添加呋塞米检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于恩诺沙星注射液中非法添加呋塞米的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加呋塞米检查时，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（《中国兽药典》一部附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以水-四氢呋喃-冰醋酸（70：30：1）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 272nm 波长处的色谱图。供试品溶液中呋塞米色谱峰与相邻色谱峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品 1.0ml，置 200ml 量瓶中，用混合溶液（取冰醋酸 22ml，加 50%乙腈溶液至 1L，摇匀）稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取呋塞米对照品适量，加混合溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.01mg 的溶液，作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液各 20 μ l，注入液相色谱仪，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

呋塞米。

3 结果判定

3.1 供试品溶液色谱图中如出现与呋塞米对照品峰保留时间一致的色谱峰（差异小于等于±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（差异小于等于±2nm），判定为检出呋塞米。

3.2 供试品溶液色谱图中如出现与呋塞米对照品保留时间一致的色谱峰，但峰面积小于检测限峰面积，判定为未检出呋塞米。

4 检测限

本方法检测限为 1.0 μ g/ml。

硫酸新霉素可溶性粉中非法添加苯并咪唑 和大环内酯类抗寄生虫药物检查方法

1 适用范围

1.1 本方法适用于硫酸新霉素可溶性粉中非法添加氧阿苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、三氯苯达唑、乙酰氨基阿维菌素、阿维菌素、伊维菌素的检查。

1.2 用于其他兽药制剂中非法添加氧阿苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、三氯苯达唑、乙酰氨基阿维菌素、阿维菌素、伊维菌素检查时，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（《中国兽药典》一部附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性 用十八烷基键合硅胶为填充剂（Diamonsil C₁₈ 4.6mm×250mm, 5μm, 或其他等效的色谱柱）；以水为流动相 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，采集波长范围为 200nm~400nm，分辨率为 1.2nm，记录 245nm 波长处的色谱图。取乙酰氨基阿维菌素与阿维菌素对照品适量，加含 1%冰醋酸的甲醇溶解制成每 1ml 中含 0.1mg 的混合溶液，作为系统适用性溶液。取 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图和光谱图。乙酰氨基阿维菌素和阿维菌素之间的分离

度应符合要求。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	70	30
2	70	30
16	30	70
21	30	70
21.5	15	85
26	15	85
26.5	12	88
30	12	88
30.5	70	30
35	70	30

测定法 取供试品 0.1g, 置 10ml 量瓶中, 加含 1%冰醋酸的甲醇 8ml, 超声处理 10 分钟, 用含 1%冰醋酸的甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。另取氧阿苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、三氯苯达唑、乙酰氨基阿维菌素、伊维菌素与阿维菌素对照品适量, 用含 1%冰醋酸的甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中各含 0.1mg 的混合溶液(必要时超声处理使溶解), 作为对照品溶液。取供试品和对照品溶液各 10 μ l, 分别注入液相色谱仪, 同时记录色谱图和光谱图。通过与对照品溶液色谱图相应对照品保留时间和光谱图比对, 确定供试品中是否含有氧阿苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、三氯苯达唑、乙酰氨基阿维菌素、阿维菌素和伊维菌素。

3 结果判定

3.1 供试品溶液色谱图中如出现与对照品溶液中相应对照品保留时间一致的色谱峰 (差异小于等于 $\pm 5\%$), 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

异小于等于 $\pm 2\text{nm}$), 判定为检出氧阿苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、三氯苯达唑、乙酰氨基阿维菌素、阿维菌素或伊维菌素。

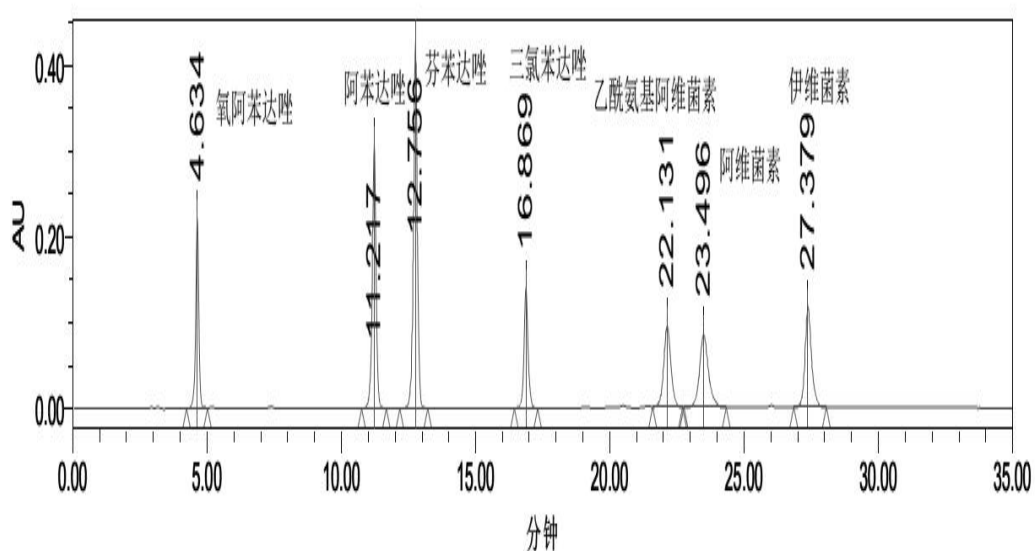
3.2 供试品溶液色谱图中如出现与相应对照品保留时间一致的色谱峰, 但峰面积小于检测限峰面积, 判定为未检出氧阿苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑、三氯苯达唑、乙酰氨基阿维菌素、阿维菌素或伊维菌素。

4 检测限

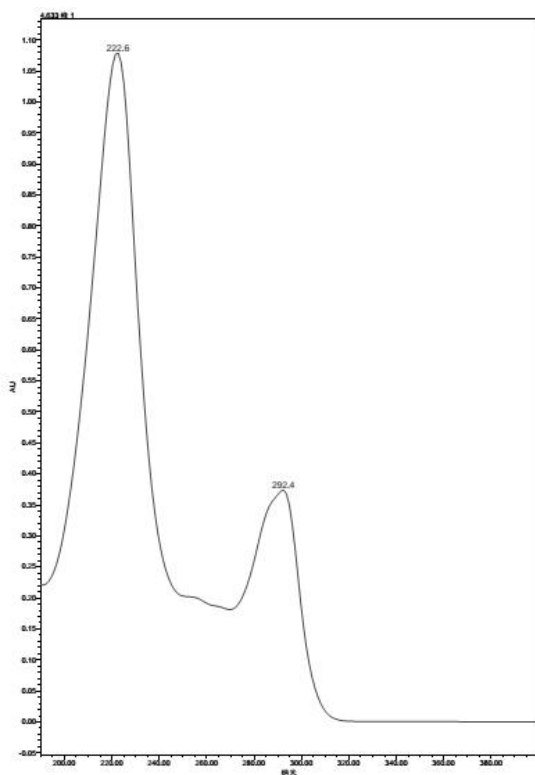
本方法中氧阿苯达唑、阿苯达唑、芬苯达唑和三氯苯达唑的检测限均为 0.05g/kg , 乙酰氨基阿维菌素、阿维菌素和伊维菌素的检测限均为 0.3g/kg 。

注: 所用冰醋酸为色谱级。

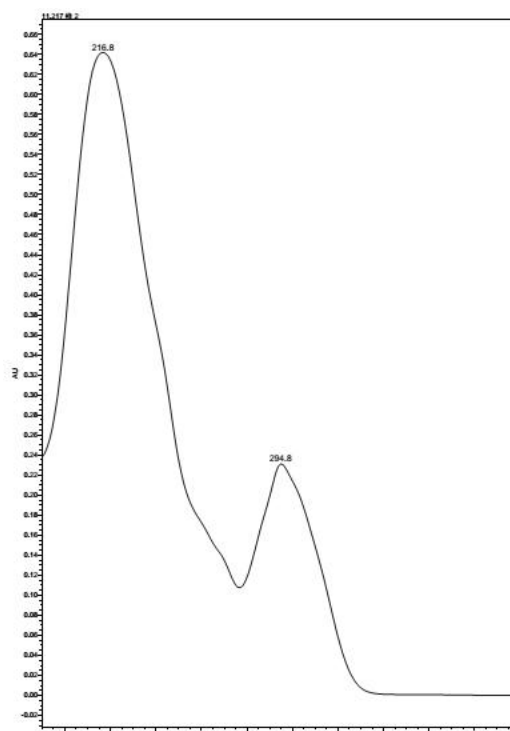
附图 1: 色谱图



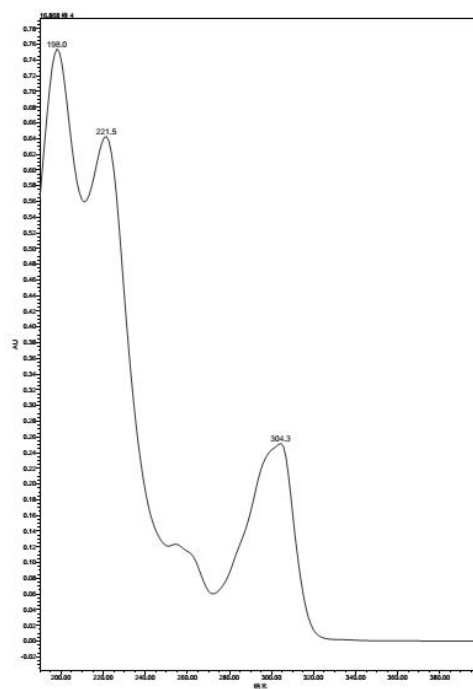
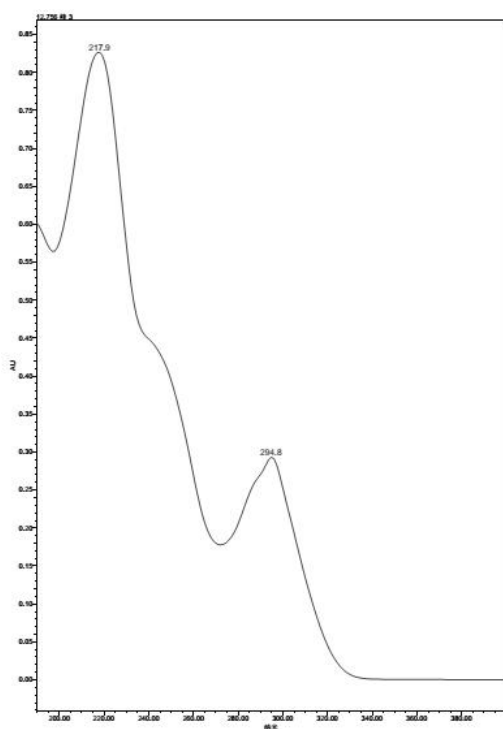
附图 2: 光谱图



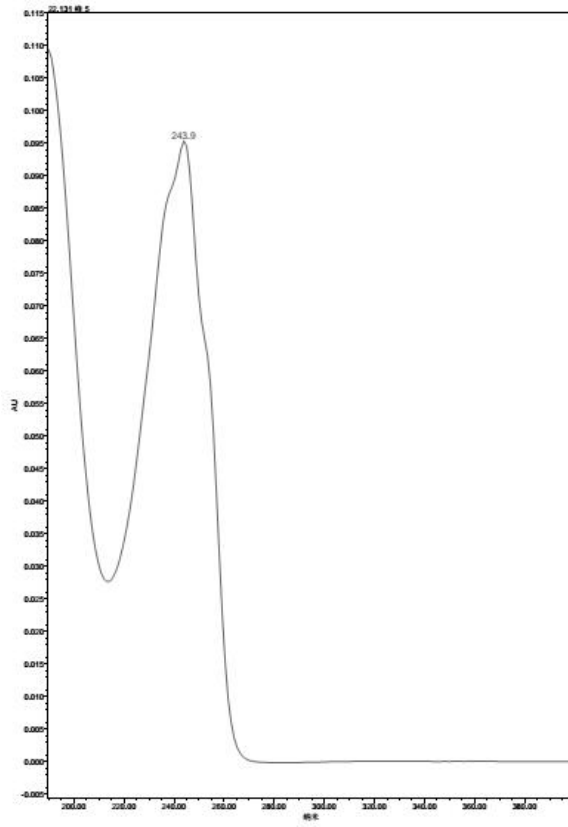
氧阿苯达唑



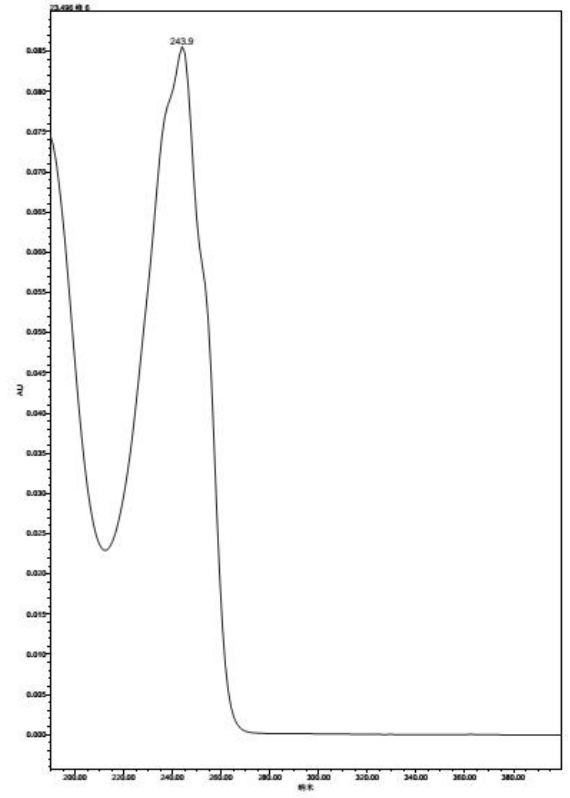
阿苯达唑



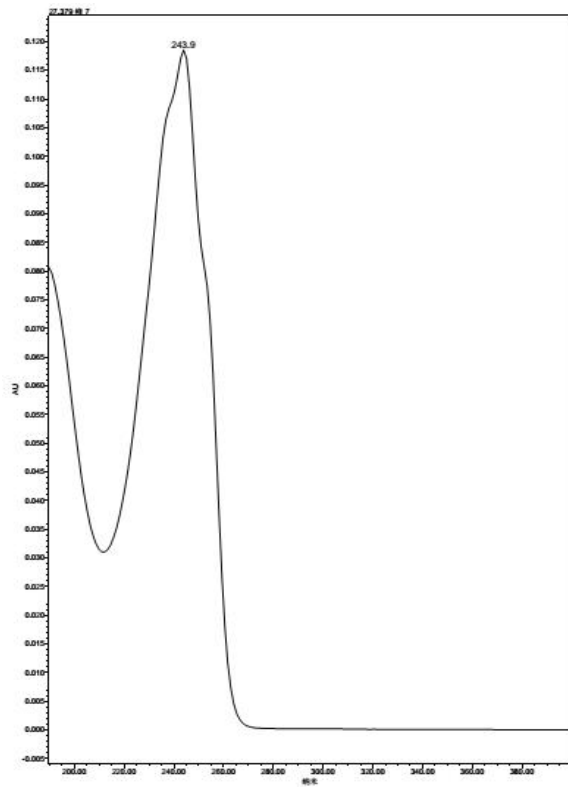
芬苯达唑



三氯苯达唑



乙酰氨基阿维菌素



阿维菌素

伊维菌素