

〔美〕 U.S.FDA 编著
国家商检局 FDA—ADAM 译校

Animal
Drug
Analytical
Manual

动物组织及饲料中 兽药分析手册



中国对外经济贸易出版社

动物组织及饲料中 兽 药 分 析 手 册

葛志荣 富恩承 董际璿 王利民
曹 喆 孙兆芬 齐立珠 译校

新登字062号

ANIMALDRUG ANALYTICAL MANUAL
U.S.Department of Health and Human Services
Food and Drug Administration
Center for Veterinary Medicine
动物组织及饲料中
兽药分析手册

国家商检局FDA-ADAM译校组

葛志荣 富恩承 董际璿 王利民
曹 喆 孙兆芬 齐立珠 译校

*

中国对外经济贸易出版社出版
(北京安定门外大街东后巷28号)
(邮政编码 100710)
新华书店北京发行所发行
一二〇一工厂印刷

*

850×1168毫米 大32开本 9.25印张 238千字
1992年2月第1版 1992年2月第1次印刷
印数 1-3000册
ISBN 7-80004-250-2/R·1
定价: 8.00元

序

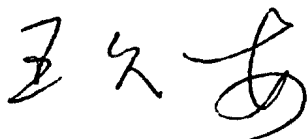
为了向人类提供足够的营养丰富的食品，提高农产品和动物产品的数量和质量，世界各国政府和科技界多年来投入相当的力量，积极研制和广泛使用了多种农药，兽药于农业和畜牧业中，已使其成为各类农产品、畜产品及禽、鱼、蛋、奶、蜜等动物源食品增产的重要手段，并取得了极大的成功。

事物总是有其二重性。科学技术的不断发展，向人们揭示出某些农药、兽药残留于人类食用的农产品和动物源食品中，会对人类的健康和安全造成严重的影响和危害。例如抗生素确能有效地治疗奶牛乳腺炎，但残留于奶牛肌体内而被对抗生素高度敏感的人群食用，会产生严重致敏休克，甚至有致命危险；又如畜禽饲料中添加土霉素，可防病治病，但使用不当或过量残留，易使人类食后产生耐药性；有些兽药甚至还会致癌、致畸、致突变等。因此，国际社会普遍越来越关注农药、兽药残留问题，许多国家政府通过严格立法，实施强制性标准，制订限量规定，采取了严格的检验和管理程序，对进口商品的安全，卫生项目的要求愈加严厉。农产品和动物源食品是我国传统大宗出口商品，生产部门、外贸部门、商检部门对于各国主管当局的法令和国际市场的变化趋向，应当给予高度重视并采取切实措施，以保证我国商品的顺利出口。

我国《进出口商品检验法》颁布实施已二年了。为了依法施检，加强把关，国家要求商检部门“要加快农药、兽药残留含量检验方法标准的制定”。商检部门作为涉外经济监督部门，对进出口商品的检验和质量管理，尤其涉及安全、卫生的问题，负有重要职责。

要大力加强检验方法标准制订工作，借鉴和吸收国外的方法和标准是一个有效途径。为此，国家商检局组织编写和翻译了有关资料。美国食品药品监督管理局发布的兽药分析手册(FDA-ADAM)便是其中之一。我希望，本书的出版将会有助于加强出口食品中兽药残留的检验把关，对进出口商品检验和管理有所裨益，也会对外贸、生产、科研工作有一定参考价值。

国家进出口商品检验局局长

A handwritten signature in black ink, consisting of three stylized Chinese characters: '王' (Wang), '久' (Jiu), and '安' (An), which together read '王久安' (Wang Jia'an).

1991年8月

译 者 的 话

随着当代科学技术的发展,人类不断研制,生产和使用了大量的各种类型的化学化合物,与危害人畜禽和农作物的疾病、灾害进行斗争。化学化合物(指人药、兽药、农药等)的使用,保证了人、畜禽免除疾病和农作物的高产丰收;但在食品及农作物中的某些残留的化学化合物也给人们的健康带来危害,引起国际社会对食品卫生和安全性的普遍关注。各进口国对食品中的各种残留规定了严格的限量标准,国际食品法规组织也规定了各种残留量检验方法标准。为了适应我国对外贸易发展的需要,为进出口商品检验,外贸合同的签订及国内食品品质控制和等同等效采用国际及国外先进标准提供依据,在国家商检局副局长兼总工程师吕宝英同志的关怀和指导下,我们不揣浅拙翻译此书,以供各有关方面参考(另外还翻译了美国FDA-PAM“农药残留量分析手册”作为姊妹篇,已于1990年5月由湖南科学技术出版社出版)。

译校组

1990年1月

前 言

食品药物管理局负责管理用于动物的药物。药物可用于宠物(猫和狗)、食品加工用的动物(牛、羊、猪、小鸡、火鸡、鱼)、动物园的动物和其他较小种类的动物(河狸、兔、鸟、等)。

食品药物管理局的兽医学中心是负责确保使用兽药的正确和安全。在批准一种药物用于一种动物之前,需要由药物主办人提供检查报告,证明该药的安全性和有效性。

按批准程序,申请人必须提供分析方法,来检查和测定该药在市售的成药中的含量和在动物组织及器官中的残留量。构成的方法须在生产该产品时,显示质量控制目的,并在销售期监测该药物产品,以达到管理的目的。用于管理目的的方法,需要监测该药物产品并保证符合合格标准。检测动物器官和/或组织中某种药物残留量的方法,仅适用于食品加工用的动物。用于食品加工类的动物,是提供人类消费食物的主要来源(肉和肉副产品)。

本手册虽名为“兽药分析手册”,但仅包括对动物组织中药物残留量的检测方法和对加药的预混饲料及成品饲料中的药物测定,即将药物传播至动物体内的媒介。除加药的饲料产品之外,目前尚未包括对成药的管理方法。

目前对动物组织或器官中和加药的饲料产品中的药物残留的公定测定方法的唯一来源是1973年“食品添加剂分析手册”(FAAM),设在食品药物管理局内的Public Hearing Clerk文献管理服务处1973年的FAAM首先提供了食品添加剂方法的来源。一旦兽药分析手册中包括FAAM所列的方法,FAAM则将失效。Public Hearing Clerk服务处将继续保留有用的方法副本。

食品药物管理局的目的是提供合法的方法。可是，手册中将有许多方法在本管理局开始合法化审批之前已获批准使用。总之，所有方法被认为对指定的药物和药物产品是可用的最佳方法。这些方法被认为是公定的和可以接受使用的。由于很多的现行方法还在发展并成为可用的，它们将被收入到手册中。

方法的合法化是由申请人提供的对方法步骤的核实来完成的。合法化将经由包括政府经办人在内的设立的体制来完成，包括监测动物中药物残留并执行适当的法令。这些经办人包括食品药物管理局和美国农业部。美国农业部负责日常的对动物和供应的肉类的监测，食品药物管理局负责对这些产品报告的任何残留量进一步确证，并对违犯者进行起诉。

这些经过适当合法化审批手续的方法，将包括合法的报告的摘要或作为适当来源的参考文献。合法化也可经AOAC的协作研究来完成。此AOAC研究对药物发起者或申请人负责。经这样检验过的任何方法，将被指明为适用的参考法。

所提供的方法，除了申请新兽药时必须提供的检测方法之外，本手册还包括了刊于其他杂志或手册中有关方法的参考资料。对于后一类方法分析者必须仔细地评价和使用。使用的责任由确证用于被检产品的方法可靠性的分析者自负。

目 录

引 言	(1)
仪器和试剂来源索引	(3)
卡巴因(CARBADOX)	(5)
组织中的测定方法	
一、电子俘获—气相色谱法测定猪肝中卡巴因残留量：定量和确证步骤	(7)
二、公定电子俘获—气相色谱法测定猪组织中卡巴因残留量	(28)
饲料中的测定方法	
一、比色法测定饲料中卡巴因	(36)
二、分光光度法测定猪饲料中卡巴因	(39)
三、高效液相色谱法测定饲料和相应的饲料原料(Static Feed Material.)中的卡巴因	(48)
己烯雌酚(DIETHYLSTILBESTROL)	(54)
组织中的测定方法	
一、电子俘获—气相色谱法测定牛组织中的己烯雌酚(DES)残留量	(55)
饲料中的测定方法	
一、分光计法测定饲料中己烯雌酚	(67)
二、气相色谱法(GC)测定饲料中的己烯雌酚	(74)
三、薄层层析法(TLC)鉴定饲料中的己烯雌酚	

雌酚.....	(80)
拉沙里菌素(LASALOCID)	(85)
组织中的测定方法	
一、高效液相色谱法(HPLC)和气相色谱/	
质谱(GC/MS)法测定牛肝中的拉沙里	
菌素残留量.....	(87)
二、TLC-生物自显影法测定雏鸡组织中的	
拉沙里菌素残留量.....	(106)
饲料中的测定方法	
一、微生物测定饲料中的拉沙里菌素.....	(119)
二、荧光分光光度法测定饲料中拉沙里菌	
素.....	(129)
甲烯雌醇乙酸酯(MELENGESTROL ACETATE)	(137)
组织中的测定方法	
一、用电子俘获气相色谱法测定牛组织中的	
MGA ^(R) 用GC/MS鉴定.....	(138)
酒石酸噻烯氢嘧啶(MORANTEL TARTRATE)	(155)
组织中的测定方法	
一、电子俘获—气相色谱法测定牛肝中的酒	
石酸噻烯氢嘧啶残留量.....	(157)
二、气相色谱/质谱联用鉴定和确证牛肝中	
的酒石酸噻烯氢嘧啶残留量.....	(174)
双硝苯脲二甲嘧啶醇(NICARBAZIN).....	(188)
组织中的测定方法	
一、极谱法测定雏鸡组织中的双硝苯脲二甲	
嘧啶醇残留量.....	(189)
饲料中的测定方法	
一、液相色谱法测定动物饲料中的双硝苯脲	
二甲嘧啶醇.....	(199)

酒石酸噻吩嘧啶(PYRANTEL TARTRATE).....(204)

组织中的测定方法

- 一、电子俘获—气相色谱法(GC)测定猪组织中的酒石酸噻吩嘧啶的残留量.....(205)
- 二、GC/MS鉴定和确证猪肝中酒石酸噻吩嘧啶的残留量.....(223)

饲料中的测定方法

- 一、分光光度法测定饲料中的酒石酸噻吩嘧啶.....(231)

磺胺二甲嘧啶(SULFAMETHAZINE).....(236)

组织中的测定方法

- 一、气相色谱法测定猪和牛组织中磺胺二甲嘧啶残留量.....(238)
- 二、色质联用(GC/MS)测定猪组织中磺胺二甲嘧啶残留量.....(254)

饲料中的测定方法

- 一、饲料中氯磺酰的测定.....(269)

引 言

食品药物管理局基本目的之一，是与其他美国联邦政府机构协作，建立和保持一个广泛的监督和评价供应的民族食品，以确保没有兽药和其代谢物的不安全残留物。为达到此目的，重要的是要由有关的实验室一起参加，使用具有最大限度的可重现性和精确性的化学方法，以便得到精确和正确的分析结果。使用适当的方法，还要提供所需资料并根据需要可用以按规定校正。

制订的兽药分析手册将程序和方法汇集在一起，做为正式的方法用于按规定对肉类、肉副产品、牛乳和饲料样品，依照美国食品、药物和化妆品条例进行检验。

本手册仅包括对食品加工的动物医疗用的药物的检验方法。这些方法用来测定存在于食品加工的动物组织或器官样品和加入药物的动物饲料产品(预混的、块状的、完全饲料)常常将药物转移到动物中的药物的残留。

本手册所含内容是仅限于美国食品、药物和化妆品Sec512条例所批准和列于美国联邦法规，标题21, Subchapter E, Part500中的基本药物。

本手册中指定的方法是按照食品药物管理局根据需要批准的在食品药物和化妆品条例Sec500之内应用的新兽药。每个方法列举了符合美国联邦法规涉及的有关特种药物。这些方法被认为是可以接受的基本实施方法，或是“公定方法”，也可以选定其他方法来测定药物。使用任选方法，其责任由分析者自负。当样品研究不能用基本方法或公定方法进行分析时，他们可以使用任选方法。

列于手册中的有些方法和参考资料，未经协同研究和试验来达到被公职分析化学家协会需要接受的程度。一些方法做为选用的方法而存在和被采纳。有些方法是参考现行的和最近版本的AOAC公定分析方法。

为满足食品药品监督管理局(三个政府实验室成功的测定)的需要或上述AOAC范畴的方法的批准，做了相应的标示。

在需要和可用的地方，特别在动物组织和/或器官中，提供了确证方法。

本手册为有经验的分析者选编用来分析药物残留。有经验的分析者必须警惕干扰物和必需认清如果这些方法产生偏差，就需要确证全部检验结果。

为了实施目的而改变指定的方法，它须适用于本手册，因为他们变成了通用的方法。

此新手册仅介绍包括8种化合物的方法。FDA的意旨是从1973年版的食品添加剂分析手册(现已不出版)中移出有关的兽药方法，放在本手册中，根据需要准备了和修订了另外的一些方法，他们对手册持有者将是适用的。

评注和建议可直接给出版者转交给办事处。

本手册所列方法不保留版权，故可自由复制。

仪 器 和 试 剂 来 源 索 引

(本书涉及的全部市售的仪器和化学试剂仅是为了叙述目的,并不是由美国食品药物管理局指定或推荐的产品或产品出处。可用相当的产品代替)

Analtech, Inc., 75 Blue Hen Drive, P. O. Box 7558, Newark, DE 19711

Branson Cleaning Equipment Co., Parrott Drive, Shelton, CT 06484

Brinkmann Instruments, Inc., Cantiague Road, Westbury, NY 11590

Burdick and Jackson Labs., Inc., 1953 S. Henry St., Muskegon, MI 49442

E. C. Condit, P. O. Box 75, Middle Haddam, CT 06456

Damon/IEC Division, 300 Second Ave., Needham Heights, MA 02194

Davison Chemical Division, W. R. Grace and Co., P. O. Box 2117, Baltimore, MD 21203

Difco Laboratories, P. O. Box 1058 A, Detroit, MI 48232

Drummond Scientific Co., 500 Parkway, Broomall, PA 19008

Eastman Kodak Co., 343 State St., Rochester, NY 14650

Eberbach Corp., 505 S. Maple Rd., P. O. Box 1024, Ann Arbor, MI 48106

Arthur C. Farmer, P. O. Box 1785, Trenton, NJ 08618

Gilford Instruments Labs., 132 Artino St., Oberlin, OH 44074

Hanovia Chemical and Manufacturing Co., Newark, NJ 07100

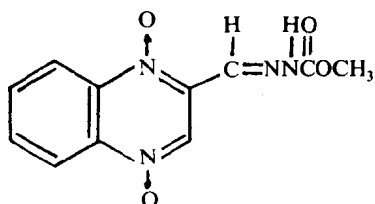
Lab-Line Instruments, Inc., 15th and Bloomingdale Aves. Merose Park, IL 60160

Matheson, 30 Seaview Dr., Secaucus, NJ 07094

Matheson Gas Products, Inc., P. O. Box 158, Secaucus, NJ 07094

Merck Chemical Division, Rahway, NJ 07065
Millipore Corp., Ashby Road, Bedford, MA 01730
Numonics Corp., North Wales, PA 19454
Organomation Associates, Inc., 266 River Road, South Berlin,
MA 01549
Pesce Co., Kenneth Square, PA 19348
Pfizer Inc., Quality Control, Agricultural Division, 1107 South
Missouri Route 291, Lee's Summit, MO 64063
Princeton Applied Research Corp. (EG & G), P. O. Box 2565,
Princeton, NJ 08540
Rinco Instrument Co., 503 S. Prairie St., Greenville, IL 62246
Romac Container, Inc., 33625 Penn Oak Parkway, Avon Lake,
OH 44021
S & L Metal Products Corp., 58-29 57th Drive, Maspeth, NY
11378
Ultra-Violet Products, Inc., 5100 Walnut Grove Ave., San Ga-
briel, CA 91778
Vangard International, Inc., P. O. Box 312, Red Bank, NJ
07701
Whatman Chemical Separation, Inc., 9 Bridewell Pl., Clifton,
NJ 07014
Wilkens-Anderson Co., 4525 W. Division St., Chicago, IL 60651
Will Scientific Co., P. O. Box 23, High Bridge Station, New
York, NY 10452

卡 巴 因(CARBADOX)



化学文摘名称:

2-(2-对二氮萘基-甲叉)肼-羧酸甲酯 $\underline{\text{N}}^1$, $\underline{\text{N}}^4$ -二氧化物

(2-(2-quinoxalinylnyl-methylene) hydrazine-carboxylic acid methyl ester $\underline{\text{N}}^1$, $\underline{\text{N}}^4$ -dioxide)

化学文摘注册号:

6804-07-5

实验式: $\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_4$

分子量: 262.23

别名:

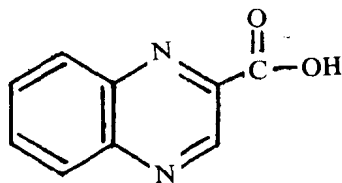
甲基3-(2-对二氮萘基-甲叉)羧酸酯- $\underline{\text{N}}^1$, $\underline{\text{N}}^4$ -二氧化物; 麦卡多克斯

(methyl 3-(2-quinoxalinylnyl-methylene) carbazate- $\underline{\text{N}}^1$, $\underline{\text{N}}^4$ -dioxide; Mecadox)

说 明 事 项

概述: 使用 C^{14} 标记的卡巴因进行放射示踪代谢研究以及化学检

定减耗研究表明，卡巴因这种药物会迅速代谢为多种化合物，其中大部分化合物仅存在于服药后的几个小时内。在主要的可以鉴别出的代谢物中，QCA或称为对二氮萘-2-羧酸存在于组织中要比任何其它代谢物的时间都长，比初期的代谢物存在的时间要长得多。放射示踪代谢研究还表明，与卡巴因有关的残留物在各种组织中的含量，肝脏中要高于肾脏中，肌肉中相当低，脂肪中没有。化学检定减耗研究表明，对停止服用卡巴因当天所宰杀的猪，其肌肉中QCA残留物含量低于30ppb。



对二氮萘-2-羧酸(Quinoxaline-2-carboxylic Acid)

“QCA”或CP-16,505

应用公定卡巴因组织残留测定法测定对二氮萘-2-羧酸。组织中不存在这种最终代谢物，则组织中肯定不会存在其前面的代谢物，即不会存在卡巴因和初期的代谢物。因此，可以应用公定测定方法来实施“组织中不得存有与卡巴因药物有关的残留物”的规定性要求。鉴于肝脏中的代谢残留物要比其它组织中的含量高且存在时间要长，因而对肝脏组织中的对二氮萘-2-羧酸进行化学分析，就足以能够检测出卡巴因药物使用不当的情况。猪组织中对二氮萘-2-羧酸的规定限量为30ppb。

下面所述的组织中的测定方法一，比公定法所需的测定时间短，所采用的制备样品的净化步骤，与气相色谱(GC)测定和色