

团 体 标 准

T/SDVDA 002—2022

兽药制剂用金银花提取物

Herba Artemisiae and Radix Isatidis extract for veterinary preparations

2022-08-17 发布

2022-09-19 实施

山东省兽药协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由山东省兽药协会提出并归口。

本文件起草单位：山东亚康药业股份有限公司、四川恒瑞通达生物科技有限公司、山东晟华检测技术有限公司、山东畜牧兽医职业学院、山东鑫谷健康产业有限公司、滨州职业学院。

本文件主要起草人：陈炳见、卜发玉、耿艳红、孙堂青、卢超、郭洪梅、李克鑫、张冰。

本文件为首次发布。

兽药制剂用金银花提取物

1 范围

本文件规定了兽药制剂用金银花提取物的术语和定义、技术指标、抽样、试验方法、检验规则、包装、运输、贮存、保质期。

本文件适用于兽药银黄可溶性粉中间产品金银花提取物，也适用于其他提取工艺相同的金银花提取物。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

《中华人民共和国兽药典》二部

《兽药质量标准》（2017年版）中药卷

3 术语和定义

兽药制剂用金银花提取物 *Herba Artemisiae and Radix Isatidis extract for veterinary preparations*

指按照《兽药质量标准》（2017年版）中药卷银黄可溶性粉质量标准中制法得到的金银花提取物。

4 技术指标

4.1 性状

浅黄色至棕黄色的粉末，色泽均匀。

4.2 技术指标

技术指标应符合表1的要求

表1 技术指标

绿原酸鉴别	薄层色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。
水分，%	≤5.0
溶解性	符合规定
绿原酸 (C ₁₆ H ₁₈ O ₉)，mg/g	≥34.0

5 抽样

5.1 组批

同原料、同工艺、同班次生产，质量均一、规格相同的产品为一批。

5.2 抽样

具体抽样数量规则如下：设每批的总包装数量为 N ，当 $N \leq 3$ 时，每件取样；当 $3 < N \leq 300$ 时，按抽样量 $\sqrt{N} + 1$ 随机抽样；当 $N > 300$ 时，按照抽样量 $\sqrt{N}/2 + 1$ 随机抽样，混合。

6 试验方法

6.1 性状

取本品适量，放置在白瓷盘内，在自然光下观察。

6.2 绿原酸鉴别

按附录 A 规定执行。

6.3 水分

按《中华人民共和国兽药典》二部附录 0832 水分测定法（第三法）中的规定执行。

6.4 溶解性

按《中华人民共和国兽药典》二部附录 0114 可溶性粉剂中的规定执行。

6.5 绿原酸

按附录 B 规定执行。

7 检验规则

7.1 检验

7.1.1 检验项目：技术指标规定的全部项目。

7.1.2 检验由生产企业的质检部门负责。

7.1.3 检验合格的，签发“产品质量检验合格证”。

7.2 判定规则

7.2.1 抽取样品经检验，所检项目全部合格，判定该批产品为合格。

7.2.2 检验结果如有 1 项指标不合格，应重新自同批产品中抽取两倍量的样品进行复检，以复检结果为准，若仍有不合格项，判定该批产品为不合格。

8 包装、运输、贮存、保质期

8.1 包装

包装材料应符合《中华人民共和国兽药典》二部 附录 9032 药包材通用要求指导原则及农业农村部部的规定，均应无毒、洁净，与内容物不发生化学反应，并不得影响内容物的质量。整洁、卫生、无破损。

8.2 运输

运输设备应清洁卫生、不得与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品混装，应避免受潮、暴晒。

8.3 贮存

贮存在阴凉、通风、干燥、清洁的仓库内，不得与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品放在一起。

8.4 保质期

在符合运输、贮存条件的情况下，原包装产品的保质期与标签中标明的保质期一致。

附录 A (规范性)

兽药制剂用金银花提取物中绿原酸的鉴别方法

A.1 原理

试料中的绿原酸用75%乙醇提取，用薄层色谱法进行鉴别。

A.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。水为符合GB/T 6682规定的三级水。

A.2.1 乙醇。

A.2.2 醋酸。

A.2.3 75%乙醇：取乙醇79mL，用水稀释至100mL。

A.2.4 绿原酸标准工作液（0.3mg/mL）：精密称取绿原酸对照品（供薄层色谱鉴别及含量测定用）3mg，置10mL棕色容量瓶中，用75%乙醇（A.2.3）溶解并稀释至刻度，摇匀。4℃保存。

A.2.5 聚酰胺薄膜。

A.3 仪器设备

A.3.1 分析天平：感量0.0001g，0.00001g。

A.3.2 棕色容量瓶。

A.3.4 层析缸。

A.3.5 三用紫外分析仪。

A.4 样品

兽药制剂用金银花提取物装入磨口瓶中作为试料检测。

A.5 试验步骤

A.5.1 提取

取试料50（±5）mg，置10mL棕色容量瓶中，用75%乙醇（A.2.3）9mL溶解，作为试样溶液。

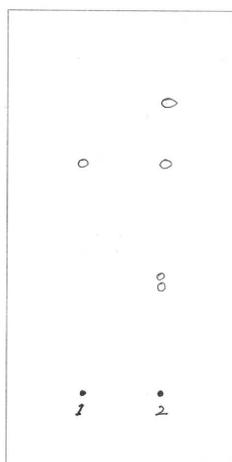
A.5.2 鉴别法

分别吸取绿原酸标准工作液（A.2.4）与试样溶液（A.5.1）各2μL，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以醋酸（A.2.2）为展开剂，展开，取出，晾干，置三用紫外分析仪（365nm）下检视。

A.6 结果判定

薄层色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

A.7 绿原酸薄层鉴别色谱图



1. 绿原酸对照品

2. 样品

附录 B
(规范性)

兽药制剂用金银花提取物中绿原酸的定量测定方法

B.1 原理

试料中的绿原酸用水提取，用高效液相色谱法测定，外标法定量。

B.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。水为符合GB/T 6682规定的一级水。

B.2.1 甲醇：色谱纯。

B.2.2 乙腈：色谱纯。

B.2.3 磷酸。

B.2.4 62%甲醇：取甲醇62mL，用水稀释至100mL。

B.2.5 绿原酸（CAS 327-97-9，含量 \geq 96.3%）

B.2.6 0.4%磷酸溶液：取磷酸4.0mL，用水稀释至1000mL。

B.2.7 绿原酸标准储备液（100 μ g/mL）：精密称取绿原酸对照品（供薄层色谱鉴别及含量测定用）10mg，置100mL棕色容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。2 $^{\circ}$ C~8 $^{\circ}$ C保存，有效期3个月。

B.2.8 绿原酸标准工作液（10 μ g/mL）：精密量取100 μ g/mL的绿原酸标准储备液1mL，置10mL棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。4 $^{\circ}$ C保存。

B.2.9 微孔滤膜：0.45 μ m，有机相、水相。

B.3 仪器设备

B.3.1 分析天平：感量0.0001g，0.00001g。

B.3.2 高效液相色谱仪（配紫外检测器）。

B.3.4 棕色容量瓶。

B.3.5 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（4.6mm \times 250mm，5 μ m）的色谱柱；或性能相当者。

B.4 样品

兽药制剂用金银花提取物装入磨口瓶中作为试料检测。

B.5 试验步骤

B.5.1 提取

平行做两份试验。精密称取试料50（ \pm 0.5）mg，置50mL棕色容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取2mL，置10mL棕色容量瓶中，用62%甲醇（B.2.4）稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为试样溶液。

B.5.2 液相色谱参考条件

流动相：A：0.4%磷酸溶液（B.2.6），B：乙腈（B.2.2），梯度洗脱，洗脱程序见表1。

检测波长：327nm。

流速：1.0mL/min。

进样量：20 μ L。

表 1 梯度洗脱程序

时间, min	流速, mL/min	流动相 A, %	流动相 B, %
0~14	1.0	88	12
14~17	1.0	88 \rightarrow 73	12 \rightarrow 27
17~27	1.0	73	27
27~30	1.0	73 \rightarrow 88	27 \rightarrow 12
30~35	1.0	88	12

B.5.3 定量测定

分别精密吸取绿原酸标准工作液（B.2.8）与试样溶液（B.5.1）各 20μL，注入液相色谱仪，以色谱峰面积的响应值，用外标法进行定量测定。

B.6 试验数据处理

试样中绿原酸的含量以质量分数 X 计，数值以%表示，按式（B.1）计算：

$$X = \frac{A_{\text{对}} \times M_{\text{对}} \times C_{\text{对}} \times V_{\text{样}}}{A_{\text{样}} \times M_{\text{样}} \times V_{\text{对}}} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

$A_{\text{对}}$ ——对照品峰面积；

$A_{\text{样}}$ ——样品的峰面积；

$M_{\text{对}}$ ——对照品的质量，单位为毫克（mg）；

$M_{\text{样}}$ ——样品的质量，单位为毫克（mg）；

$C_{\text{对}}$ ——对照品含量；

$V_{\text{对}}$ ——对照品的稀释体积，单位毫升（mL）；

$V_{\text{样}}$ ——样品的稀释体积，单位为毫升（mL）；

测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

B.8 精密度

两个平行测定结果的相对偏差不大于2%。

B.9 对照品色谱图

