

川木香（川木香）配方颗粒

Chuanmuxiang (Chuanmuxiang) Peifangkeli

【来源】 本品为菊科植物川木香 *Vladimiria souliei* (Franch.) Ling 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取川木香（川木香）饮片1400g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为36%~50%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为灰黄色至黄棕色的颗粒；气香，味微苦。

【鉴别】 取本品适量，研细，取约2g，加乙醚20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取川木香（川木香）对照药材2g，加水50ml，加热回流30分钟，滤过，滤液浓缩至约20ml，用乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取上述两种溶液各10 μ l，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯（19:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典2020年版通则0512）测定。

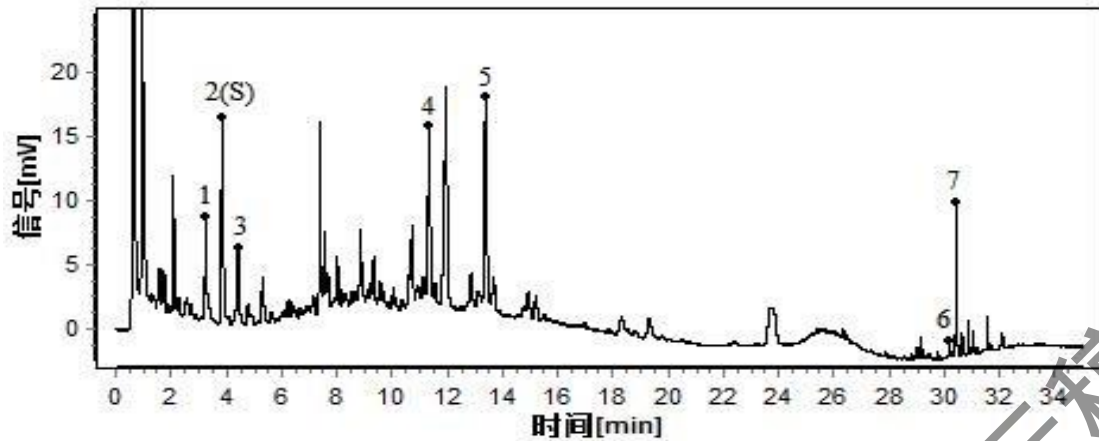
色谱条件与系统适用性试验 除检测波长为238nm外，其余同〔含量测定〕绿原酸、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸项。

参照物溶液的制备 取川木香（川木香）对照药材1g，加水25ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加70%甲醇20ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取紫丁香苷对照品、绿原酸对照品、3,4-O-二咖啡酰奎宁酸对照品、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸对照品、木香烃内酯对照品、去氢木香内酯对照品适量，加甲醇制成每1ml含紫丁香苷10 μ g、绿原酸10 μ g、3,4-O-二咖啡酰奎宁酸10 μ g、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸10 μ g、木香烃内酯20 μ g、去氢木香内酯20 μ g的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕绿原酸、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各1 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现7个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，其中峰1、峰2、峰4、峰5、峰6、峰7应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与绿原酸参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰3与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：1.14（峰3）。



对照特征图谱

峰1:紫丁香苷; 峰2(S):绿原酸; 峰3:隐绿原酸; 峰4:3,4-O-二咖啡酰奎宁酸;

峰5:4,5-O-二咖啡酰奎宁酸; 峰6:木香烯内酯; 峰7:去氢木香内酯

色谱柱:HSS T3 C18, 100mm×2.1mm, 1.8 μ m

【检查】应符合颗粒剂项下有关的各项规定(中国药典2020年版通则0104)。

【浸出物】取本品适量,研细,取约2g,精密称定,精密加入乙醇100ml,照醇溶性浸出物测定法(中国药典2020年版通则2201)项下的热浸法测定,不得少于8.0%。

【含量测定】木香烯内酯、去氢木香内酯 照高效液相色谱法(中国药典2020年版通则0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为100mm,内径为2.1mm,粒径为1.8 μ m或1.9 μ m);以甲醇-水(65:35)为流动相;流速为每分钟0.25ml;检测波长为225nm。理论板数按木香烯内酯峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取木香烯内酯对照品、去氢木香内酯对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含木香烯内酯3 μ g、去氢木香内酯36 μ g的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25ml,称定重量,超声处理(功率250W,频率40kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1g含木香烯内酯(C₁₅H₂₀O₂)和去氢木香内酯(C₁₅H₁₈O₂)的总量应为1.0mg~4.0mg。

绿原酸、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸 照高效液相色谱法(中国药典2020年版通则0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为100mm,内径为2.1mm,粒径为1.8或1.9 μ m);以乙腈为流动相A,以0.05%磷酸溶液为流动相B,按下表中的规定进行梯度洗脱;流速为每分钟0.35ml;柱温

为30℃；检测波长为327nm。理论板数按4,5-O-二咖啡酰奎宁酸峰计算应不低于6000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~3	10	90
3~5.5	10→15	90→85
5.5~7.0	15→18	85→82
7.0~15	18→23	82→77
15~21	23→25	77→75
21~23	25→28	75→72
23~31	28→80	72→20
31~35	80	20

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含绿原酸24μg、4,5-O-二咖啡酰奎宁酸26μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇20ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含绿原酸（C₁₆H₁₈O₉）和4,5-O-二咖啡酰奎宁酸（C₂₅H₂₄O₁₂）的总量应为0.5mg~2.0mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片1.4g

【贮藏】 密封。