

新疆维吾尔自治区药品监督管理局

中药配方颗粒标准

新 PF00502023

川木香配方颗粒（试行）

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 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。其他同[含量测定]绿原酸、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸项。

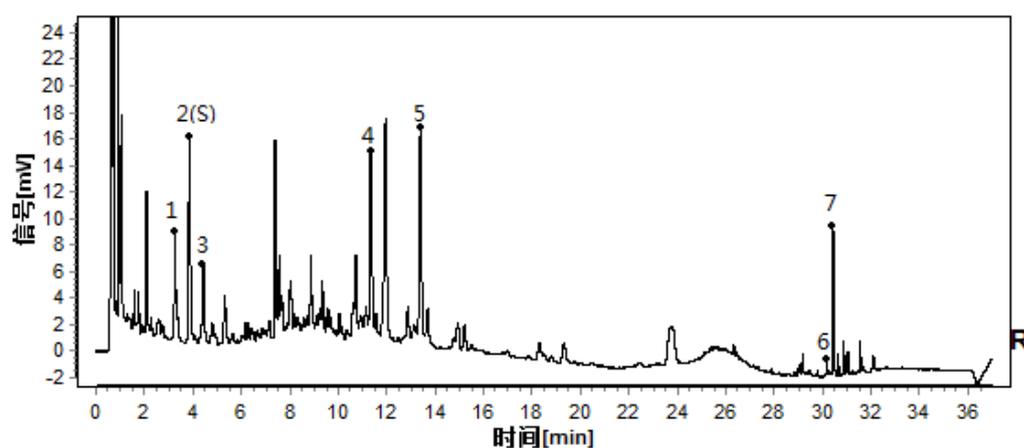
参照物溶液的制备 取川木香（川木香）对照药材 1g，加水 25ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加入 70% 甲醇 20ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取紫丁香苷对照品、绿原酸对照品、3,4-*O*-二咖啡酰奎宁酸对照品、4,5-*O*-二咖

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 分别含紫丁香苷 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*-二咖啡酰奎宁酸对照品项。

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：木香烃内酯；峰 7：去氢木香内酯
参考色谱柱：HSST3 C18；2.1mm \times 100mm，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项下的热浸法（中国药典 2020 年版通则 2201）测定，不得少于 8.0%。

【含量测定】 木香烃内酯、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 100mm，内径 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 100mm，内径 2.1mm，粒径为 1.8 μ m 或 1.9 μ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.05% 磷酸为流动相 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 $^{\circ}$ C；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 分别含绿原酸 24 μ g、4,5-*O*-二咖啡酰奎宁酸 26 μ g 的对照品溶液，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% 甲醇补足缺失重量，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。