

## 【一】品种说明

【来源】本品为菊科植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 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】取木香饮片 1300 g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 40%~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 1000 g，即得。

【性状】本品为浅黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微苦。

## 【二】特征图谱

## 1、样品制备

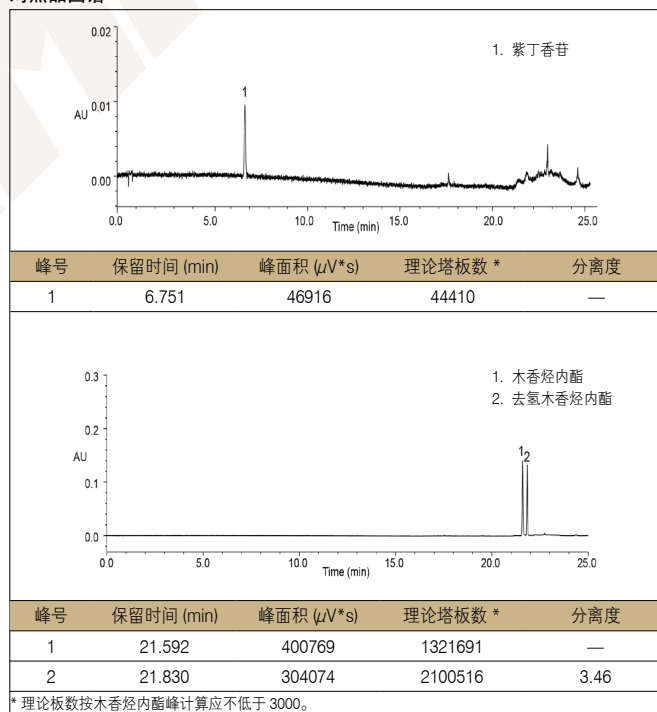
制备方法	参照物溶液 取木香对照药材 0.5 g，加水 25 mL 煎煮沸腾后保持微沸 30 分钟，滤过，滤液旋转蒸发至干，残渣加 70% 甲醇 15 mL，超声处理 20 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液作为对照药材参照物溶液。取紫丁香苷对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1 mL 含 3 μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。另取木香羟内酯对照品、去氢木香内酯对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1 mL 各含 50 μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.3 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 15 mL，密塞，称定重量，超声处理 20 分钟，取出，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。

## 2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87113)		
流动相	A: 乙腈	B: 0.1% 磷酸溶液	
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~4	5.5	94.5
	4~10	5.5 → 18	94.5 → 82
	10~15	18 → 30	82 → 70
	15~16	30 → 40	70 → 60
	16~18	40 → 48	60 → 52
	18~20	48	52
20~22	48 → 100	52 → 0	
22~24	100 → 5.5	0 → 94.5	
流速	0.4 mL/min		
进样量	2 μL		
柱温	40 °C		
检测波长	225 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

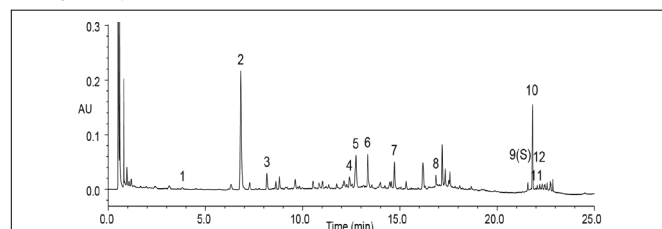
## 3、实验图谱

## 对照品图谱



## 3、实验图谱

对照药材图谱

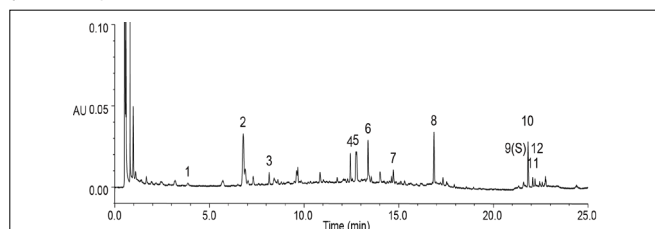


峰 2: 紫丁香苷; 峰 9(S): 木香烯内酯; 峰 10: 去氢木香内酯  
色谱柱: Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	3.831	15506	17614	—
2	6.820	1024418	52155	23.86
3	8.164	86401	188363	13.57
4	12.409	59869	121716	47.76
5	12.744	239960	87138	2.86
6	13.350	162917	606117	6.00
7	14.719	140866	640788	18.70
8	16.858	45677	1113050	30.52
9(S)	21.583	41770	1412402	60.24
10	21.823	361667	1948980	3.43
11	22.066	14358	3243473	4.09
12	22.197	12771	4510538	2.68

\* 理论板数按木香烯内酯峰计算应不低于 3000。

供试品图谱



峰 2: 紫丁香苷; 峰 9(S): 木香烯内酯; 峰 10: 去氢木香内酯  
色谱柱: Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm

峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值	规定值 ± 10% 的范围	峰面积 (μV*s)	相对峰面积	相对峰面积规定值	理论塔板数 *	分离度
1	3.857	—	—	—	9882	—	—	38835	—
2	6.782	—	—	—	118533	16.6	> 1.0	55586	25.83
3	8.153	0.38	0.39	0.35~0.43	23037	—	—	177539	13.60
4	12.444	0.58	0.57	0.51~0.63	42640	—	—	585971	55.08
5	12.740	0.59	0.58	0.52~0.64	86165	—	—	230936	3.35
6	13.380	0.62	0.62	0.56~0.68	53336	—	—	781158	7.42
7	14.714	0.68	0.70	0.63~0.77	20296	—	—	586775	19.87
8	16.862	0.78	0.79	0.71~0.87	71677	—	—	1165269	31.80
9(S)	21.597	—	1.00	—	7139	—	1.00	2520025	66.13
10	21.831	—	—	—	63307	—	—	2105204	3.35
11	22.072	1.02	1.06	0.95~1.17	11374	—	—	3158447	4.15
12	22.203	1.03	1.07	0.96~1.18	7606	—	—	4036118	2.40

\* 理论板数按木香烯内酯峰计算应不低于 3000。

## 4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87113) 检测木香配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 12 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 12 个特征峰保留时间相对应, 其中 3 个峰分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与木香烯内酯参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算其他各特征峰与 S 峰的相对保留时间分别为 0.38(峰 3)、0.58(峰 4)、0.59(峰 5)、0.62(峰 6)、0.68(峰 7)、0.78(峰 8)、1.02(峰 11)、1.03(峰 12), 在规定值的 ± 10% 之内, 符合方法要求。计算峰 2 与 S 峰的相对峰面积为 16.6(峰 2), 符合规定范围。

## 【三】含量测定

## 1、样品制备

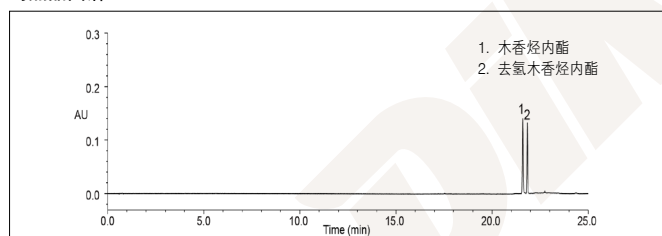
制备方法	对照品溶液	取木香羟内酯对照品、去氢木香内酯对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1 mL 各含 50 μg 的混合溶液，即得。
	供试品溶液	取本品适量，研细，取约 0.3 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 15 mL，密塞，称定重量，超声处理 20 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

## 2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18-A, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87113)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~4	5.5	94.5
	4~10	5.5 → 18	94.5 → 82
	10~15	18 → 30	82 → 70
	15~16	30 → 40	70 → 60
	16~18	40 → 48	60 → 52
	18~20	48	52
20~22	48 → 100	52 → 0	
22~24	100 → 5.5	0 → 94.5	
流速	0.4 mL/min		
进样量	2 μL		
柱温	40 °C		
检测波长	225 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

## 3、实验图谱

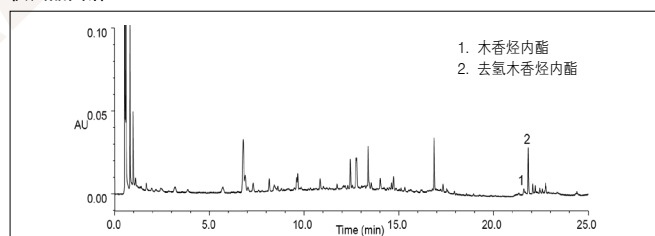
## 对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	21.592	400769	1321691	—
2	21.830	304074	2100516	3.46

\* 理论板数按木香羟内酯峰计算应不低于 3000。

## 供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	21.597	8665	2325567	—
2	21.831	63571	2097300	2.96

\* 理论板数按木香羟内酯峰计算应不低于 3000。

## 4、实验结果

经测定本品每 1 g 含木香羟内酯 (C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>) 和去氢木香内酯 (C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>) 的总量为 0.6 mg，不在方法规定的范围内 (1.2 mg~4.5 mg)。