

附件：川芎国家药品标准修订草案（修订部分）公示稿

川芎

【含量测定】 阿魏酸 照高液相色谱法（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；以甲醇-1%醋酸溶液（30：70）为流动相；检测波长为 321nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取阿魏酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加 70% 甲醇制成每 1ml 含 20 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过四号筛）约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 50ml，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，静置，取上清液，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含阿魏酸（C₁₀H₁₀O₄）不得少于 0.10%。

藁本内酯 照高液相色谱法（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；以甲醇-水（52：48）为流动相；丁苯酞检测波长为 230nm，藁本内酯检测波长为 330nm；柱温为 35 $^{\circ}$ C。理论板数按丁苯酞峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取丁苯酞对照品适量，精密称定，加无水乙醇制成每 1ml 含 80 μ g 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过四号筛）约 0.2g，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（300W，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，置棕色瓶中，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 5 μ l 与供试品溶液 5~10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定。以丁苯酞对照品的峰面积为对照, 乘以校正因子 1.1087, 计算藁本内酯的含量, 即得。藁本内酯色谱峰与丁苯酞色谱峰的相对保留时间应在 1.67 的 \pm 5%范围之内。

本品按干燥品计算, 含藁本内酯 (C₁₂H₁₄O₂) 不得少于 0.80%。

饮片

【炮制】 除去杂质, 分开大小, 洗净, 润透, 切厚片, 干燥。

【性状】 本品为不规则厚片, 外表皮灰褐色或褐色, 有皱缩纹。切面黄白色或灰黄色, 具有明显波状环纹或多角形纹理, 散生黄棕色油点。质坚实。气浓香, 味苦、辛, 微甜。

【鉴别】 **【检查】** (水分 总灰分) **【浸出物】** 同药材。

【含量测定】 同药材, 按干燥品计算, 含阿魏酸 (C₁₀H₁₀O₄) 不得少于 0.10%, 藁本内酯 (C₁₂H₁₄O₂) 不得少于 0.60%。

川芎标准草案起草说明

川芎药材新增藁本内酯的含量测定, 以丁苯酞为对照, 校正计算藁本内酯的含量。川芎饮片同步修订。

起草单位: 四川省中医药科学院
中国科学院成都生物研究所
复核单位: 四川省药品检验研究院
重庆市食品药品检验检测研究院
成都市药品检验研究院
主要起草人: 易进海, yjinhai63@163.com