



团 体 标 准

T/CACM 1543.4—2023

木香精油

Essential oil of aucklandiae radix

2023 - 09 - 26发布

2023 - 09 - 26实施

中 华 中 医 药 学 会 发 布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 提取工艺	1
4.1 提取工艺流程	2
4.2 提取工艺要求	2
5 技术要求	2
5.1 感官要求	2
5.2 理化指标	2
5.3 含量要求	3
6 试验方法	3
6.1 色状检定	3
6.2 香气评定	3
6.3 相对密度测定	3
6.4 折光指数测定	3
6.5 旋光度测定	3
6.6 90% (V/V) 乙醇溶混度评估	4
6.7 酸值测定	4
6.8 黏度测定	4
6.9 含量测定	4
7 检验规则	4
8 用途用法	5
9 标志、包装、运输、贮藏和保质期	5
9.1 标志	5
9.2 包装	5
9.3 运输	5
9.4 贮藏	5
9.5 保质期	5
附录A (规范性) β -石竹烯和去氢木香内酯检测方法	6
参考文献	9

前 言

本文件参照 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专利的责任。

本文件由江西古香今韵大健康产业有限公司、江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西古香今韵大健康产业有限公司、江西中医药大学、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基因组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药股份有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药科大学、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医药大学、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：杨明、黄小英、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、张帅杰、曹远东、李小锋。

本文件参与起草人：朱根华、郑琴、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、韩丽、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、严志宏、王芳、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

木香精油

1 范围

本文件规定了姜黄精油的提取工艺、技术要求、检验规则和标志、包装、运输、贮藏、保质期等要求，描述了相应的试验方法。

本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从木香干燥根中提取得到的木香精油。

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；不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 11538—2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法

GB/T 11540—2008 香料 相对密度的测定

GB/T 14454.2—2008 香料 香气评定法

GB/T 14454.4—2008 香料 折光指数的测定

GB/T 14454.5—2008 香料 旋光度的测定

GB/T 14455.3—2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估

GB/T 14455.5—2008 香料 酸值或含酸量的测定

中华人民共和国药典（四部）（2020年版）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

木香 *aucklandiae radix*

菊科植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 的干燥根。

注：秋、冬二季采挖，除去泥沙和须根，切段，大的再纵剖成瓣，干燥后撞去粗皮。

3.2

木香精油 *essential oil of aucklandiae radix*

经水蒸气蒸馏法从木香中提取的挥发油。

4 提取工艺

4.1 提取工艺流程

木香精油提取工艺流程见图1。



图1 水蒸气蒸馏法提取木香精油工艺流程示意图

4.2 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备，气压 ≥ 1.5 Mpa，时间为9 h~10 h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，在10℃~26℃温度条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置12h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用0.45 μm过滤器过滤，收集得精油。

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

感官指标	要求
外观	透明油状液体
色泽	黄色至棕色
香气	具有木香的特征香气

5.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

项目名称	技术要求
相对密度 (20℃/20℃)	0.8909~0.9300
折光指数 (20±0.2)℃	1.4037~1.5038
旋光度 (20±0.2)℃	-5.080° ~14.920°
溶混度 (20±0.2)℃	1 体积的木香精油溶在 5.3~17.9 体积 90% (体积分数) 乙醇中, 呈澄清透明
酸值/(mg·KOH/g)	6.36~33.69
黏度 (25±0.1)℃/(Pa·s)	8.78~58.23

5.3 含量要求

本品含 β -石竹烯不应少于3.38%、去氢木香内酯不应少于9.51%。

6 试验方法

6.1 色状检定

色状按照目视比色法, 取试样于25 mL比色管内, 在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

按照 GB/T 14454.2—2008 第一法三角评析法评定。

6.3 相对密度测定

在 (20±0.2)℃条件下, 按照 GB/T 11540—2008 描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在 (20±0.2)℃条件下, 按照 GB/T 14454.4—2008 描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在 (20±0.2)℃条件下, 按照 GB/T 14454.5—2008 描述的方法进行测定。

6.6 90% (V/V) 乙醇溶混度评估

在(20±0.2)℃条件下,按照GB/T 14455.3—2008规定的方法进行评估。

6.7 酸值测定

按照GB/T 14455.5—2008描述的方法进行测定。

6.8 黏度测定

在(25±0.1)℃条件下,按照《中华人民共和国药典》(四部)(2020年版)通则0633黏度测定法测定。

6.9 含量测定

6.9.1 仪器

测定仪器如下:

- 色谱仪、记录仪和积分仪[符合《中华人民共和国药典》(四部)(2020年版)通则0521气相色谱法中的规定];
- 毛细管色谱柱;
- 氢火焰离子化检测器。

6.9.2 测定方法

β -石竹烯和去氢木香内酯的含量按《中华人民共和国药典》(四部)(2020年版)通则0521气相色谱法中外标法测定特征组分的含量规定方法测定,按照附录A操作。

6.9.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538—2006描述的方法执行。

7 检验规则

7.1 木香精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品符合本文件的要求。

7.2 验收单位宜按本文件的各项规定,检验所收到的产品质量是否符合要求。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法为:对于每批包装单位,在100个以下的部分中抽取3个,在100个以上的部分中再抽取3%。开启包装取样时,外观检查应无水分和杂质,然后振摇使其充分混匀,再用玻璃取样管每个吸取样品50 mL~100 mL,注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁干燥、具磨砂塞的玻璃瓶中,遮光保存。瓶上注明:生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 验收结果中有任何一项指标不符合本文件要求的,应会同生产厂自两倍量的包装中重新抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量产生异议时,可由双方协议解决或由法定检测机构复验及判定。

8 用途用法

- 8.1 用于中医芳香疗法，以及作为中医药大健康产品应用领域的精油原料。
- 8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用，不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名、生产地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期、贮存条件、许可证号及本文件编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装于符合国家卫生要求的、能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶内，密封包装。量大的应装于清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止出现混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等情形。

9.4 贮藏

宜遮光、密封、通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

在符合规定的运输和贮存条件、包装完整且未经启封的情况下，销售包装上标明的期限即为产品的保质期或限期使用日期。

逾期应重新按照本文件进行检验，合格仍可使用。

附 录 A
(规范性)
 β -石竹烯和去氢木香内酯检测方法

A.1 目的

建立 β -石竹烯和去氢木香内酯含量测定的气相色谱法标准检验操作规程。

A.2 适用

适用于 β -石竹烯和去氢木香内酯的含量测定。

A.3 对照品

β -石竹烯标准品、去氢木香内酯标准品。

A.4 试剂

无水乙醇（色谱纯）。

A.5 仪器

测定仪器如下：

- 色谱仪、记录仪和积分仪（符合《中华人民共和国药典》（四部）（2020年版）通则 0521 气相色谱法中的规定）；
- 毛细管色谱柱；
- 氢火焰离子化检测器；
- 万分之一分析天平。

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取 β -石竹烯标准品适量，精密吸取，加入无水乙醇混溶，摇匀，制得浓度为 50 $\mu\text{L}/\text{mL}$ 的 β -石竹烯对照品溶液；稀释不同浓度梯度，绘制标准曲线。取去氢木香内酯标准品适量，精密称取，加入无水乙醇适量，60 $^{\circ}\text{C}$ 超声 10 min，无水乙醇定容，制得浓度为 2 mg/mL 的去氢木香内酯对照品溶液；稀释不同浓度梯度，绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

精密量取木香精油 100 μL ，置 10 mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，加入适量无水硫酸钠，以 0.22 μm 微孔滤膜过滤，即得样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱选择以 100% 二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱（柱长为 30 m，内径为 0.25 mm，膜厚度为 0.25 μm ）。柱温为程序升温：起始温度 70 $^{\circ}\text{C}$ ，以 0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 75 $^{\circ}\text{C}$ ，然后以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$

升至 100 ℃，再以 1 ℃/min 升至 110 ℃，再以 8 ℃/min 升至 150 ℃，最后以 10 ℃/min 升至 200 ℃，总时长 35 min。检测器温度 240 ℃，N₂ 流速 30 mL/min，H₂ 流速 30 mL/min，O₂ 流速 300 mL/min。进样口温度 210 ℃，进样量 1 μL，分流进样，分流比 40:1，载气流速 0.95 mL/min。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定、基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各 1 μL，注入气相色谱仪，以标准品为对照品，用面积外标法计算样品中 β-石竹烯、去氢木香内酯的含量。

A.9 计算

含量按照公式A.1进行计算：

$$W = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

W——试样中 β-石竹烯、去氢木香内酯的含量，%；

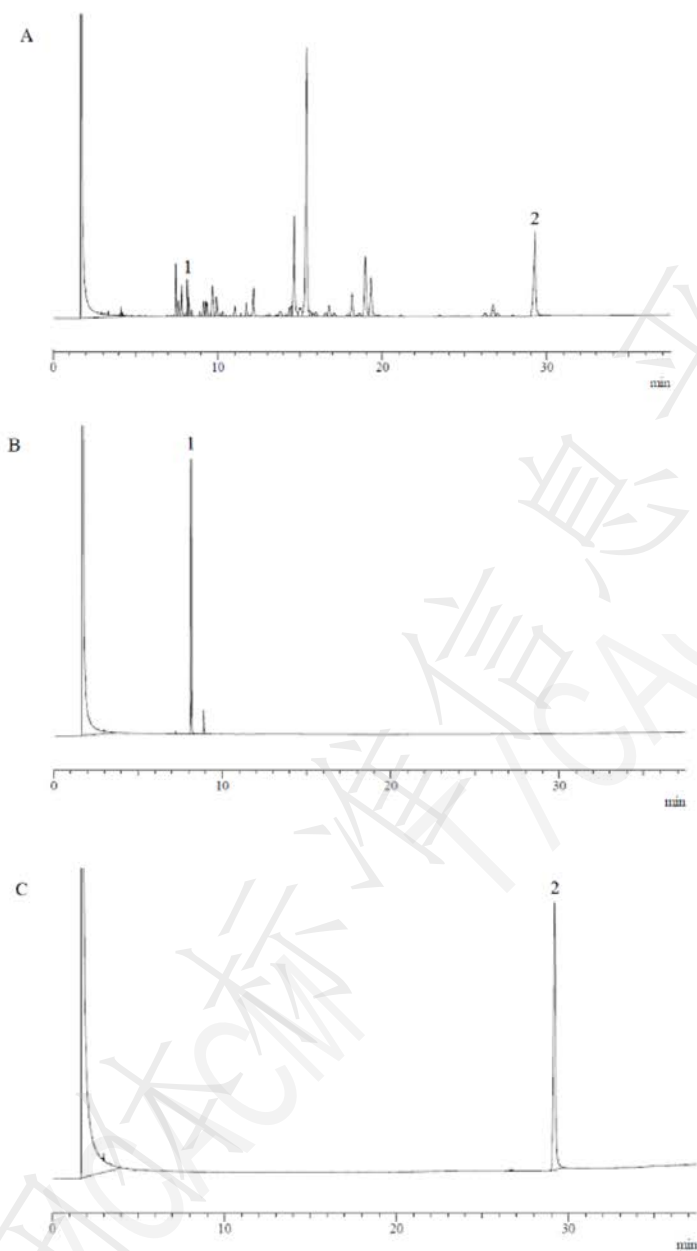
C₁——依据标准曲线计算得到的试样待测液中 β-石竹烯、去氢木香内酯的浓度，单位为微升每毫升（μL/mL）；

C₂——试样的浓度，单位为微升每毫升（μL/mL）。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 木香精油和对照品的气相色谱图

木香精油和对照品的气相色谱图见图A.1。



标引序号（符号）说明：

1—— β -石竹烯；

2——去氢木香内酯；

A——木香精油样品溶液；

B—— β -石竹烯对照品溶液；

C——去氢木香内酯对照品溶液。

图 A.1 木香精油和对照品的气相色谱图

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[M]. 北京:中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:四部[M]. 北京:中国医药科技出版社, 2020.
- [3] 郑加梅, 尚明越, 王嘉乐, 等. 木香的化学成分、药理作用、临床应用研究进展及质量标志物预测[J]. 中草药, 2022, 53(13):4198-4213.
- [4] 杨琴芳, 赵筱斐, 袁吕江. 木香挥发油成分的 GC-MS 分析[J]. 现代盐化工, 2019, 46(01):60-62.
- [5] 马晓冲, 姚辉, 邬兰, 向丽, 陈晓辰, 宋经元. 木香、川木香、土木香、青木香和红木香药材的 ITS2 条形码分子鉴定[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(12):2169-2175.
- [6] 杨辉, 谢金伦, 孙汉董. 云木香化学成分及药理作用研究概况[J]. 天然产物研究与开发, 1998, 10(2):90-98.
-