烏藥

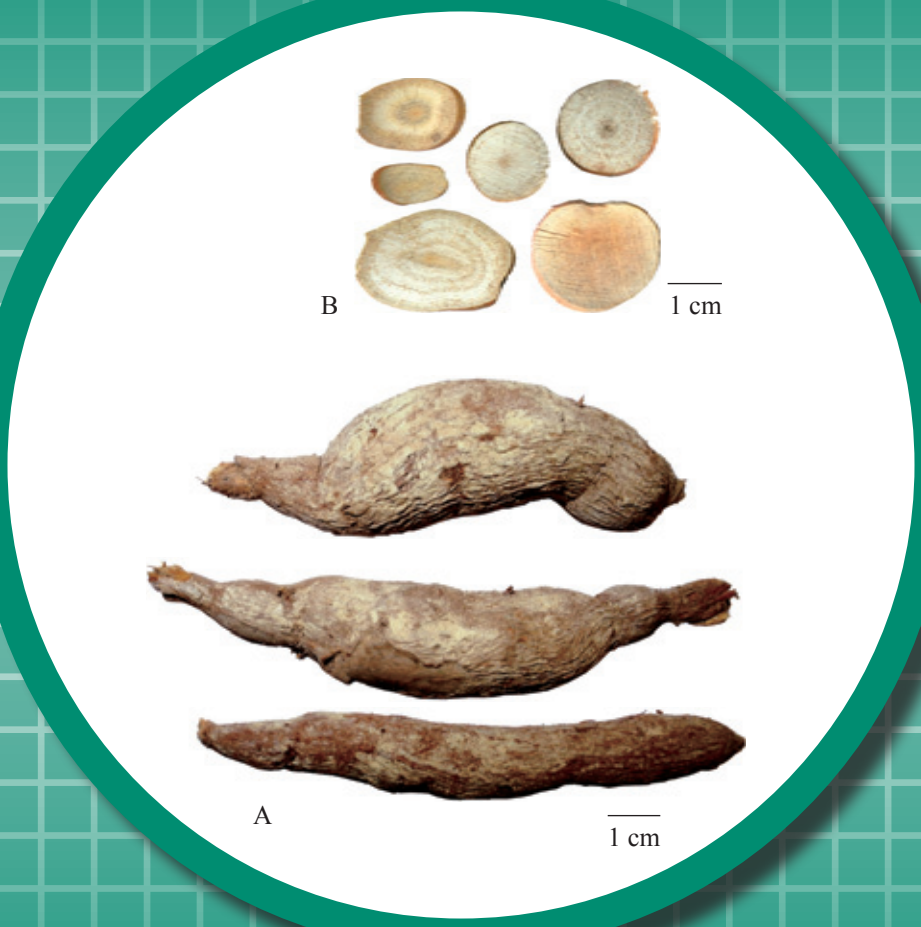

圖 1　烏藥外觀圖

A. 烏藥　B. 塊根切片放大圖

1. 名稱

藥材正名：Linderae Radix

中文名：烏藥

漢語拼音名：Wuyao

2. 來源

本品為樟科植物烏藥 *Lindera aggregata* (Sims) Kosterm. 的乾燥塊根。全年均可採挖，除去細根，洗淨，直接曬乾；或趁鮮切片，曬乾。

3. 性狀

本品多呈紡錘狀，略彎曲，有的中部收縮成連珠狀，長 6-15 cm，直徑 10-30 mm，末端稍粗。表面黃棕色，有縱皺紋及稀疏的細根痕。質堅硬。切片厚 0.5-3 mm，橫切面黃白色至黃棕色，中心顏色較深，射線放射狀，可見年輪環紋。氣香，味微苦、辛，有清涼感(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *(附錄 III)*

橫切面

木栓層由 10 餘列木栓細胞組成，細胞多數扁平，排列整齊，有時破碎。皮層由數列薄壁細胞組成，散有大量橢圓形或類圓形的油細胞，內含油狀物。韌皮部散有油細胞。韌皮部與皮層薄壁細胞易破碎，形成空隙。形成層成環，明顯。木質部佔根的大部分，年輪明顯。導管多單列或多列，或單個散在，導管呈類多角形或類圓形；木射線寬 1-4 列細胞，細胞類長方形，多切向延長，部分較小。薄壁細胞含大量的澱粉粒(圖 2)。

粉末

黃白色。澱粉粒極多，單粒類球形、長圓形或卵圓形，直徑 4-40 μm，臍點點狀、人字狀或裂縫狀；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒由 2-4 分粒組成。木纖維多成束，淡黃色，直徑 20-30 μm，壁厚 3-5 μm，有單紋孔，胞腔含澱粉粒；偏光顯微鏡下呈亮白色至黃白色。韌皮纖維多單個散在，近無色，長梭形，直徑 15-30 μm，壁極厚，孔溝不明顯；偏光顯微鏡下呈亮黃白色。具緣紋孔導管直徑 23-70 μm，具緣紋孔排列緊密。木射線細胞類方形、類長方形或類多角形，壁稍增厚，紋孔緊密。油細胞單個散在或數個成群，圓形或長圓形，含黃棕色至棕色油狀物(圖 3)。

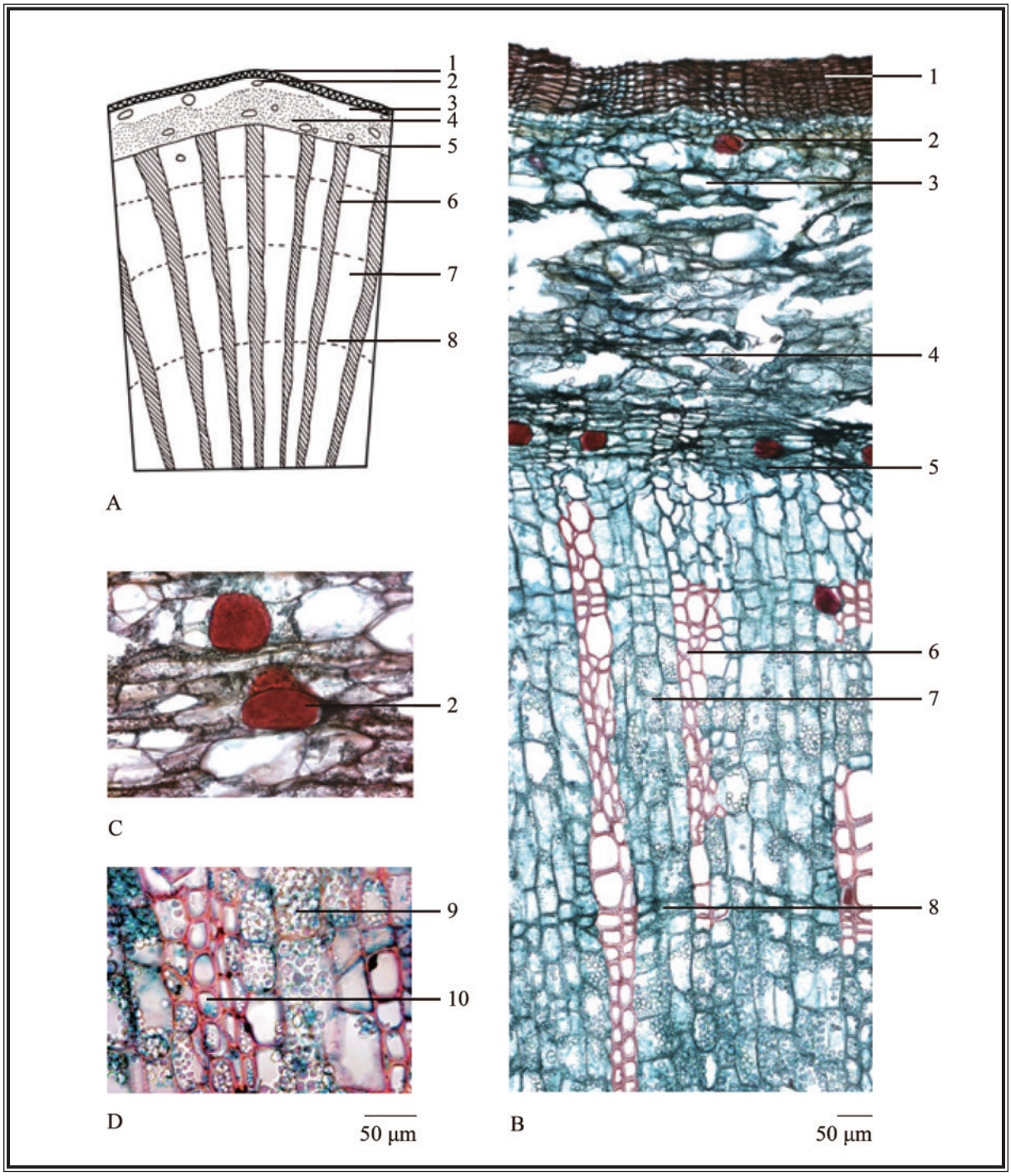

圖 2　烏藥橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 油細胞　D. 澱粉粒

1. 木栓層　2. 油細胞　3. 皮層　4. 韌皮部　5. 形成層　6. 木質部　7. 木射線
8. 年輪　9. 澱粉粒　10. 導管

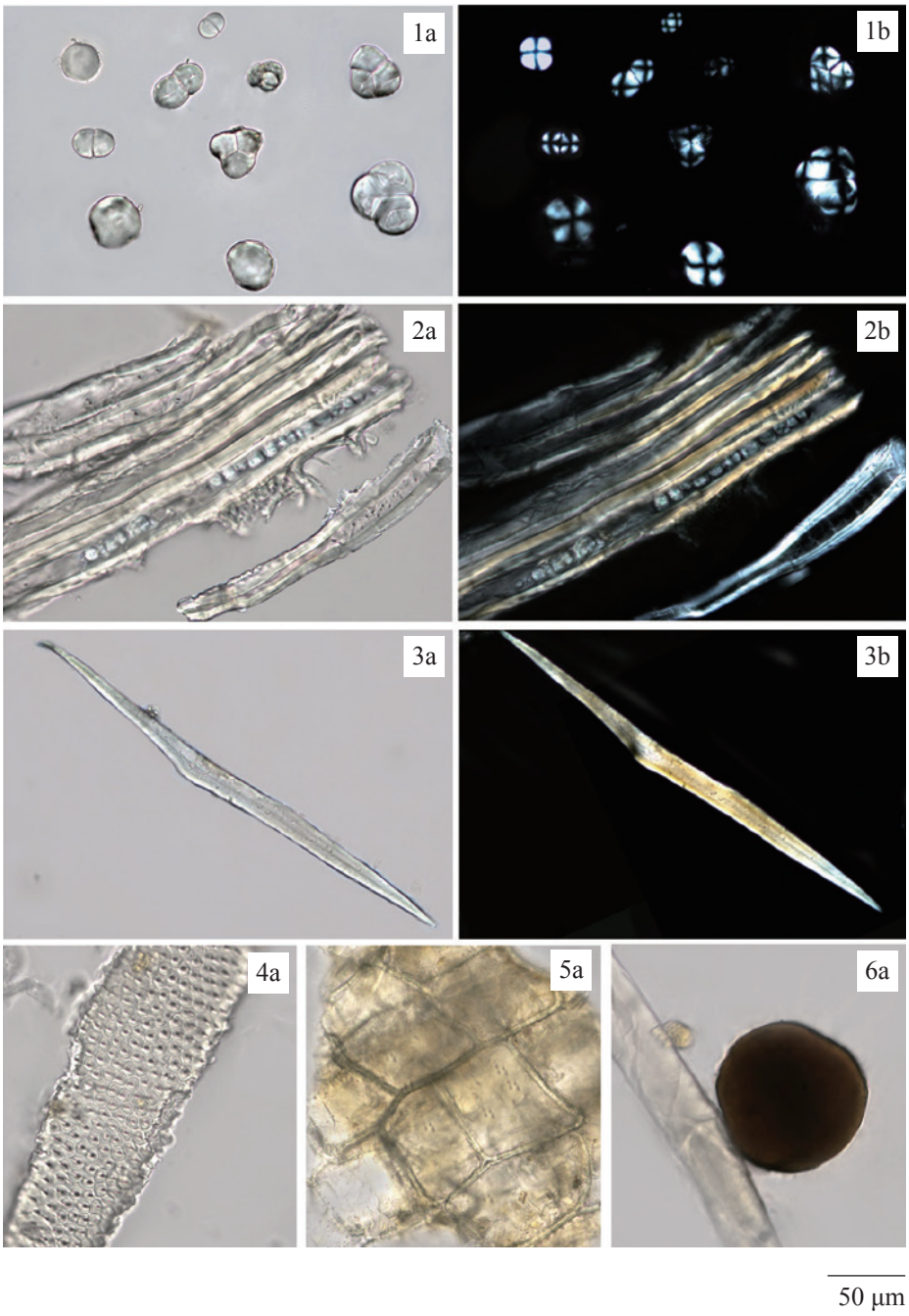

圖 3　烏藥粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒　2. 木纖維　3. 韌皮纖維　4. 具緣紋孔導管　5. 木射線細胞
6. 油細胞

a. 光學顯微鏡下特徵　b. 偏光顯微鏡下特徵

4.2 薄層色譜鑒別 *[附錄 IV (A)]*

對照品溶液

烏藥醚內酯對照品溶液

取烏藥醚內酯對照品(圖 4) 0.75 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備正己烷 – 乙酸乙酯 (5:1, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取香草醛 1 g，溶解於 100 mL 硫酸中。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 30 mL，超聲(100 W)處理 40 分鐘，濾過。取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 甲醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取烏藥醚內酯對照品溶液和供試品溶液各 6 μL，點於同一高效硅膠 F_{254} 薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中，加上述新製備的展開劑於另一槽內，預先飽和 15 分鐘，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，展開約 7 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約 5-10 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

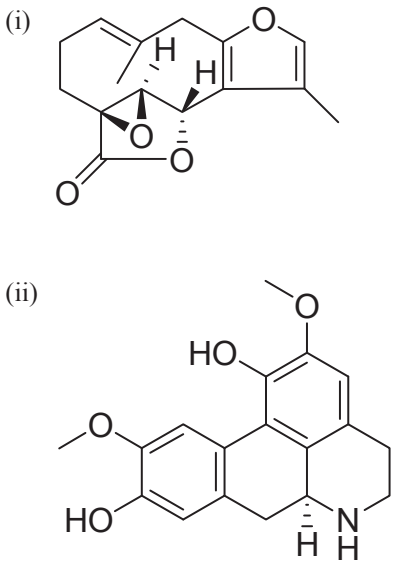

圖 4　化學結構式　(i) 烏藥醚內酯　(ii) 去甲異波爾定

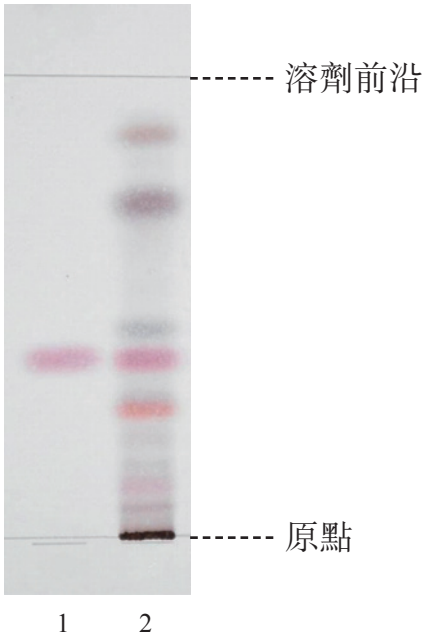

圖 5　烏藥提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 烏藥醚內酯對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與烏藥醚內酯色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法*(附錄 XII)*

對照品溶液

烏藥醚內酯對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取烏藥醚內酯對照品 0.5 mg，溶解於 10 mL 丙酮中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加丙酮 25 mL，超聲(100 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 3000 × *g*)。取上清液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，重複提取一次。合併上清液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 25 mL 丙酮，用 0.45-μm 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 235 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.2% 磷酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 20	70 → 55	30 → 45	綫性梯度
20 – 40	55 → 40	45 → 60	綫性梯度
40 – 60	40 → 20	60 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

吸取烏藥醚內酯對照品溶液 Std-FP 10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：烏藥醚內酯的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；烏藥醚內酯峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按烏藥醚內酯峰計算應不低於 80000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.0(圖 6)。

操作程序

分別吸取烏藥醚內酯對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中烏藥醚內酯峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中烏藥醚內酯峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中烏藥醚內酯峰。二色譜圖中烏藥醚內酯峰的保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

烏藥提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2　烏藥提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.78	±0.03
2	0.88	±0.03
3 （指標成份峰，烏藥醚內酯）	1.00	-

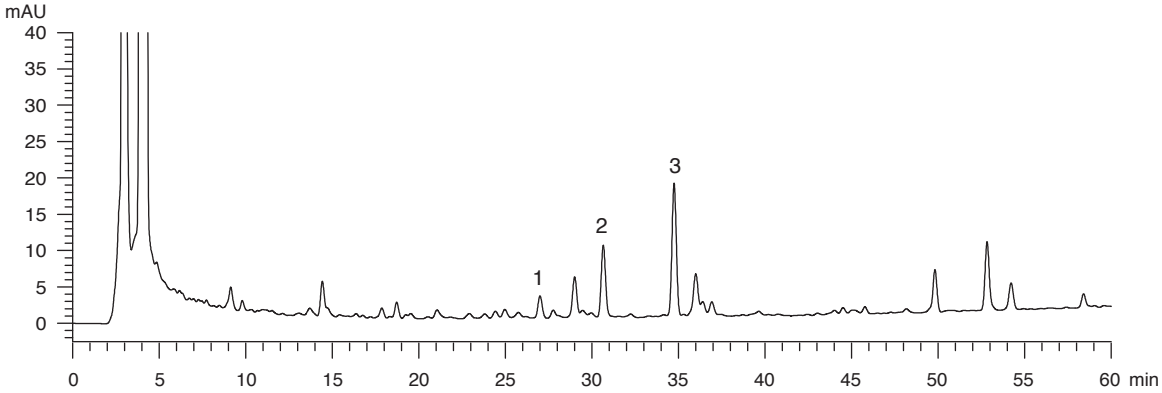

圖 6　烏藥提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 3 個特徵峰(圖 6)。

5. 檢查

5.1 重金屬*(附錄 V)*：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留*(附錄 VI)*：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素－黃曲霉毒素*(附錄 VII)*：應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留*(附錄 XVII)*：應符合有關規定。

5.5 雜質*(附錄 VIII)*：不多於 1.0%。

5.6 灰分*(附錄 IX)*

總灰分：不多於 1.5%。
酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

5.7 水分*(附錄 X)*

烘乾法：不多於 10.0%。

6. 浸出物*(附錄 XI)*

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 10.0%。
醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 12.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B)進行。

7.1 烏藥醚內酯含量測定

對照品溶液
烏藥醚內酯對照品儲備液 Std-Stock（500 mg/L）
精密稱取烏藥醚內酯對照品 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

烏藥醚內酯對照品溶液 Std-AS

精密吸取烏藥醚內酯對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含烏藥醚內酯分別為 10、20、40、60、100 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 15 mL，超聲（100 W）處理 30 分鐘，離心 5 分鐘（約 3000 × *g*）。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 2 次，合併上清液，加甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜（PTFE）濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 235 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為水－乙腈（58:42, v/v）的混合溶液；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將烏藥醚內酯對照品溶液 Std-AS（40 mg/L）10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：烏藥醚內酯的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；烏藥醚內酯峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按烏藥醚內酯峰計算應不低於 8000。

供試品測試中烏藥醚內酯峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將烏藥醚內酯系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以烏藥醚內酯的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與烏藥醚內酯對照品溶液 Std-AS 色譜圖中烏藥醚內酯峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中烏藥醚內酯峰。二色譜圖中烏藥醚內酯相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV（B）公式計算供試品溶液中烏藥醚內酯的濃度（mg/L），並計算樣品中烏藥醚內酯的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含烏藥醚內酯（$C_{15}H_{16}O_4$）不少於 0.14%。

7.2 去甲異波爾定含量測定

對照品溶液

去甲異波爾定對照品儲備液 Std-Stock（2000 mg/L）

精密稱取去甲異波爾定對照品（圖 4）2.0 mg，溶解於 1 mL 0.5% 鹽酸與甲醇的混合溶液（1:2, v/v）中。

去甲異波爾定對照品溶液 Std-AS

精密吸取去甲異波爾定對照品儲備液適量，以 0.5% 鹽酸與甲醇的混合溶液（1:2, v/v）稀釋製成含去甲異波爾定分別為 30、60、90、120、150 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 0.5% 鹽酸與甲醇的混合溶液（1:2, v/v）15 mL，超聲（100 W）處理 30 分鐘，離心 5 分鐘（約 3000 × *g*）。取上清液轉移於 50-mL 量瓶中，重複提取 2 次，合併上清液，加 0.5% 鹽酸與甲醇的混合溶液（1:2, v/v）至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜（PTFE）濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 280 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠（5 μm）填充柱；流速約 1.0 mL/min。流動相為 0.1%三乙胺和 0.5%甲酸－乙腈（90:10, v/v）的混合溶液；流程約 30 分鐘。

系統適用性要求

將去甲異波爾定對照品溶液 Std-AS（90 mg/L）10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：去甲異波爾定的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；去甲異波爾定峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按去甲異波爾定峰計算應不低於 6000。

供試品測試中去甲異波爾定峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將去甲異波爾定系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以去甲異波爾定的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與去甲異波爾定對照品溶液 Std-AS 色譜圖中去甲異波爾定峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中去甲異波爾定峰。二色譜圖中去甲異波爾定相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV（B）公式計算供試品溶液中去甲異波爾定的濃度（mg/L），並計算樣品中去甲異波爾定的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含去甲異波爾定（$C_{18}H_{19}NO_4$）不少於 0.40%。