

烏藥

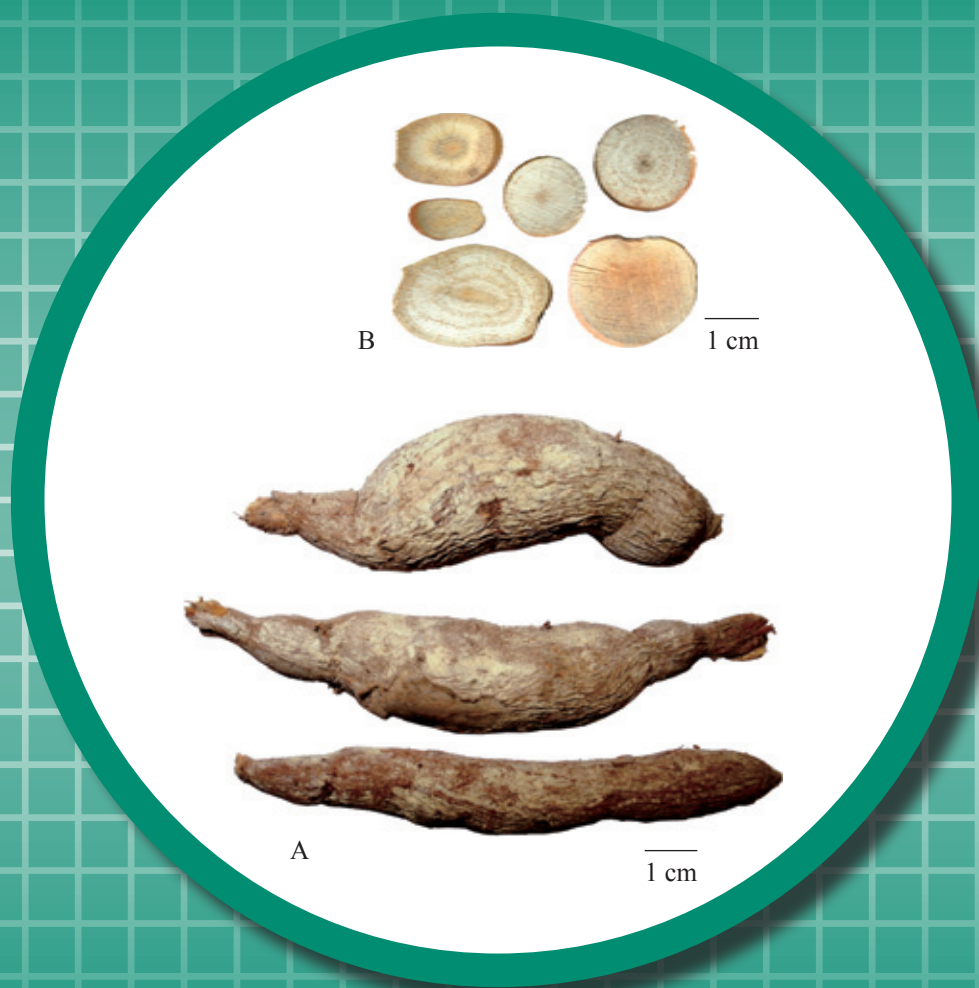


圖 1 烏藥外觀圖

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)。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花

沙苑子 Astragali Complanati Semen

Solidaginis Herba
一枝黃花

Buddlejæ Flos
密蒙花

覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺 Gleditsiæ Spina

Sennæ Folium
番瀉葉

鬱金 Curcumæ Radix
豬牙皂

Gleditsiæ Fructus Abnormalis

川楝子
Toosendan Fructus

Cyathulæ Radix
川牛膝

烏藥

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)。

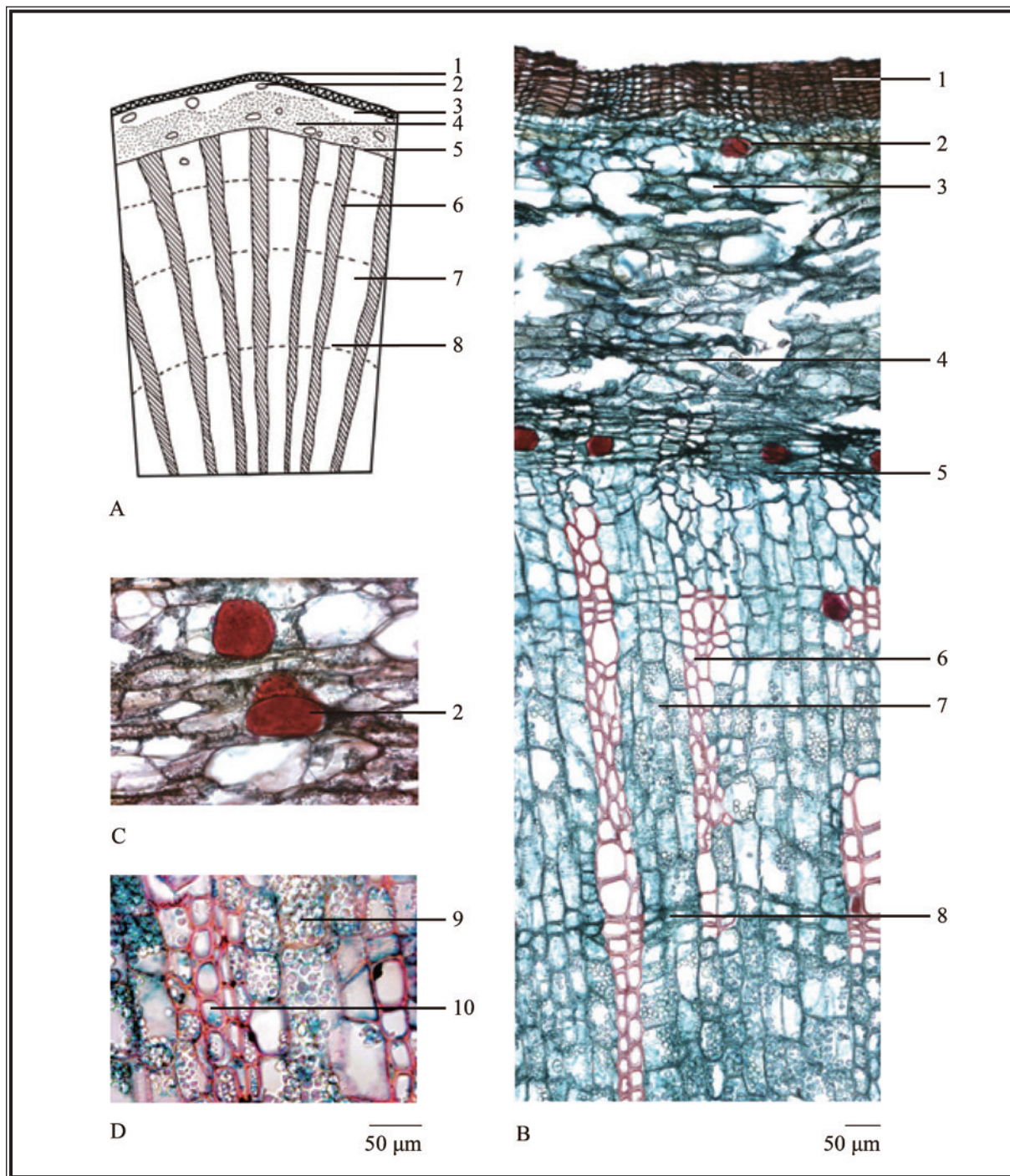


圖 2 烏藥橫切面顯微特徵圖

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

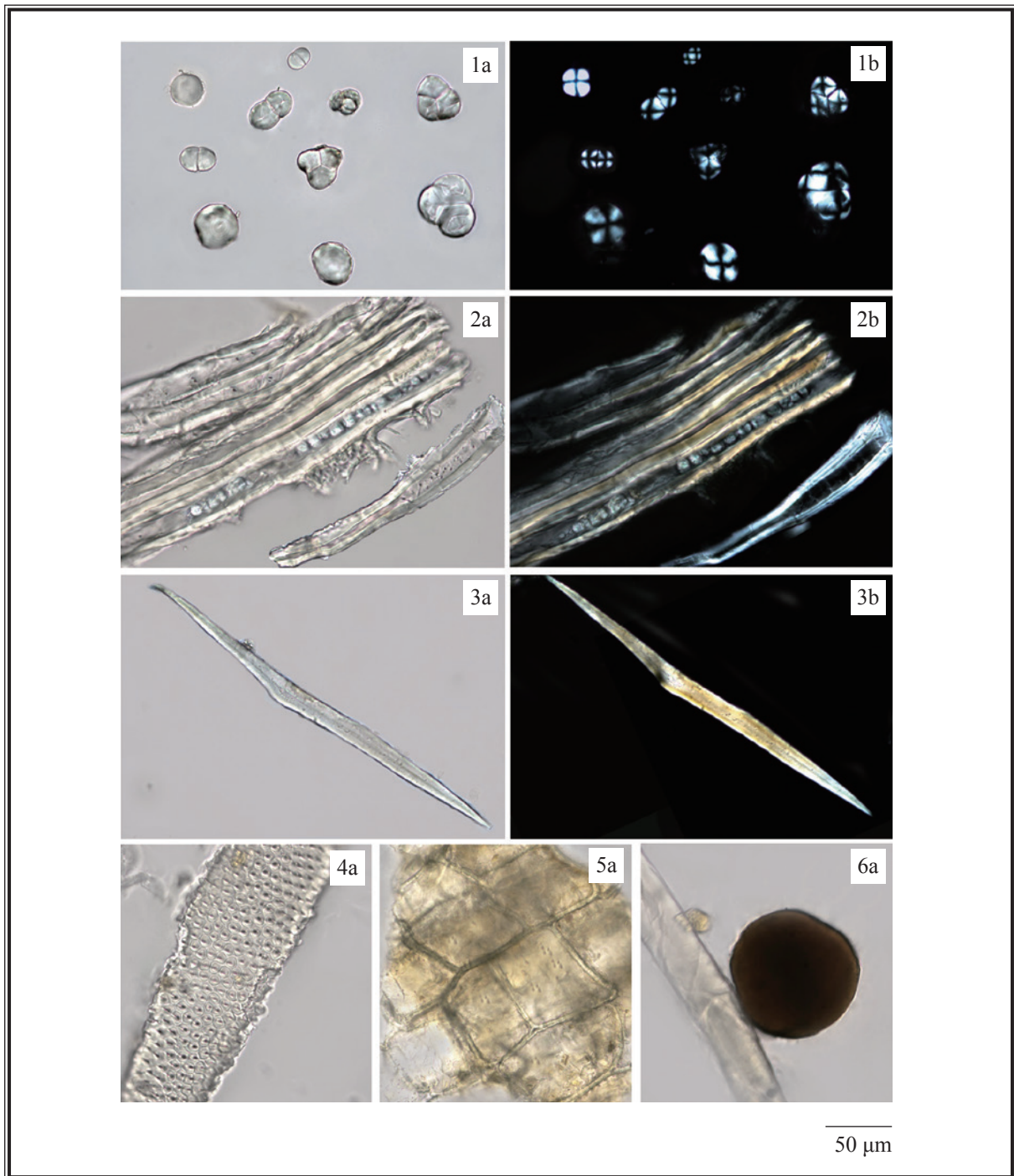


圖 3 烏藥粉末顯微特徵圖

- 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 μ L，點於同一高效矽膠 F₂₅₄ 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。

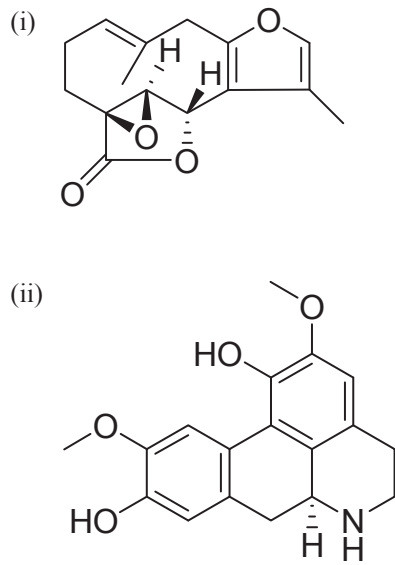


圖 4 化學結構式 (i) 烏藥醚內酯 (ii) 去甲異波爾定

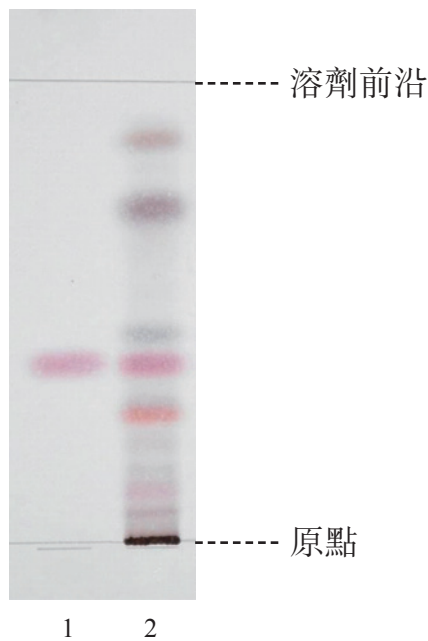


圖 5 烏藥提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

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- μ m 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 μ m) 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 μ L，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 μ L，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	-

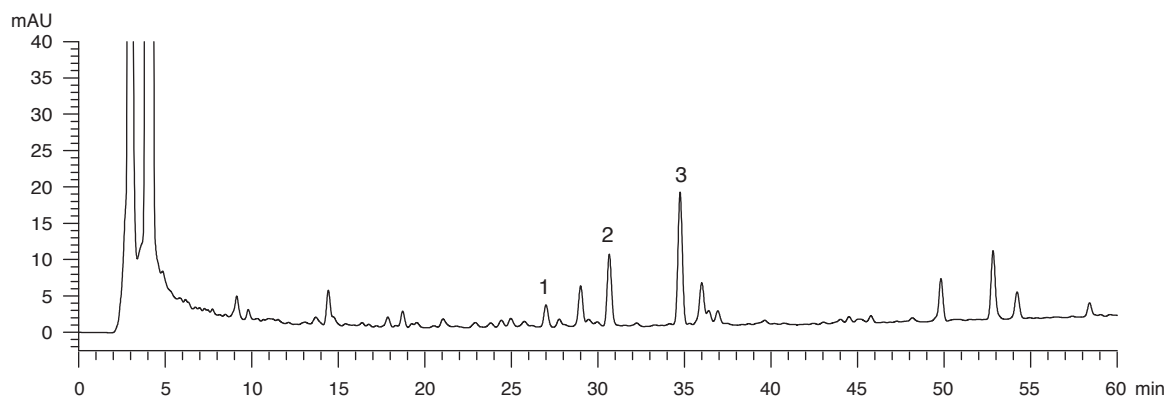


圖 6 烏藥提取液對照指紋圖譜

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(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- μ m 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 μ m) 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 μ L，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。

標準曲線

將烏藥醚內酯系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，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 點的標準曲線得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 10 μ L，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 (C₁₅H₁₆O₄) 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 $3000 \times g$)。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。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus
密蒙花
Buddlejae Flos

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽
覆盆子
Rubi Fructus
皂角刺
Gleditsiae Spina

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花
Sennae Folium
番瀉葉
鬱金
Curcumae Radix
豬牙皂
Gleditsiae Fructus Abnormalis

沙苑子
Astragali Complanati Semen
川楝子
Toosendan Fructus

Solidaginis Herba
一枝黃花
Cyathulae Radix
川牛膝
烏藥

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 (C₁₈H₁₉NO₄) 不少於 0.40%。