

# 安徽省中药饮片炮制规范公示草案

## 草案 039-2018

### 麸炒乌药饮片质量标准（草案）

#### 麸炒乌药

#### Fuchaowuyao

#### LINDERAE RADIX

本品为樟科植物乌药 *Lindera aggregata* (Sims) Kosterm. 的干燥块根。全年均可采挖，除去细根，洗净，趁鲜切片，晒干，或直接晒干。

**【炮制】** 取净乌药片，先将炒制容器加热，至撒入麸皮即刻烟起，随即投入净乌药片，迅速翻动，炒至表面黄色，取出，筛去麸皮，放凉。

每100kg乌药，用麦麸15kg。

**【性状】** 本品呈类圆形的薄片，直径1~3cm。外表皮黄棕色或黄褐色，表面黄色，射线放射状，可见年轮环纹。质脆。具麸焦香气，味微苦、辛，有清凉感。

**【鉴别】** (1) 本品粉末黄白色。淀粉粒甚多，单粒类球形、长圆形或卵圆形，直径4~39 μm，脐点叉状、人字状或裂缝状；复粒由2~4分粒组成。木纤维淡黄色，多成束，直径20~30 μm，壁厚约5 μm，有单纹孔，胞腔含淀粉粒。韧皮纤维近无色，长梭形，多单个散在，直径15~17 μm，壁极厚，孔沟不明显。具缘纹孔导管直径约至68 μm，具缘纹孔排列紧密。木射线细胞壁稍增厚，纹孔较密。油细胞长圆形，含棕色分泌物。

(2) 取本品粉末1g，加石油醚（30~60℃）30ml，放置30分钟，超声处理（保持水温低于30℃）10分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取乌药对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取乌药醚内酯对照品，用乙酸乙酯溶解，制成每1ml含0.75mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国药典》2015年版四部 通则0502）试验，吸取供试品溶液4 μl、对照药材溶液4 μl、对照品溶液3 μl，分别点于同一硅胶H薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯（15:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液。

供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

**【检查】水分** 不得过 13.0%（《中国药典》2015 年版四部 通则 0832 第四法。）

**总灰分** 不得过 4.0%（《中国药典》2015 年版四部 通则 2302。）

**酸不溶性灰分** 不得过 1.5%（《中国药典》2015 年版四部 通则 2302。）

**【浸出物】照醇溶性浸出物测定法**（《中国药典》2015 年版四部 通则 2201）项下的热浸法测定，用 70% 乙醇作溶剂，不得少于 12.0%。

**【含量测定】乌药醚内酯** 照高效液相色谱法（《中国药典》2015 年版四部 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；以乙腈-水（56：44）为流动相；检测波长为 235nm。理论板数按乌药醚内酯峰计算应不低于 2000。

**对照品溶液的制备** 取乌药醚内酯对照品 10mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 10ml，置 25ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得（每 1ml 中含乌药醚内酯 40 μg）。

**供试品溶液的制备** 取本品粗粉约 1g，精密称定，置索氏提取器中，加乙醚 50ml，提取 4 小时，提取液挥干，残渣用甲醇分次溶解，转移至 50ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，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 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含乌药醚内酯（ $C_{15}H_{16}O_4$ ）不得少于 0.020%。

**去甲异波尔定** 照高效液相色谱法（《中国药典》2015 年版四部 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；以乙腈为流动相 A，以含 0.5% 甲酸和 0.1% 三乙胺溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 280nm。理论板数按去甲异波尔定峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~13	10→22	90→78
13~22	22	78

**对照品溶液的制备** 取去甲异波尔定对照品适量，精密称定，加甲醇-盐酸溶液（0.5→100）（2：1）的混合溶液制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品粉末（过三号筛）约0.5g，精密称定，置圆底烧瓶中，精密加入甲醇-盐酸溶液（0.5→100）（2：1）的混合溶液25ml，密塞，称定重量，加热回流并保持微沸1小时，放冷，再称定重量，用甲醇-盐酸溶液（0.5→100）（2：1）的混合溶液补足减失的重量，摇匀，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5 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含去甲异波尔定（ $C_{18}H_{19}NO_4$ ）不得少于0.26%。

**【性味与归经】** 辛，温。归肺、脾、肾、膀胱经。

**【功能与主治】** 行气止痛，温肾散寒。用于寒凝气滞，胸腹胀痛，气逆喘急，膀胱虚冷，遗尿尿频，疝气疼痛，经寒腹痛。

**【用法与用量】** 6~10g。

**【处方应付】** 写麸炒乌药、炒乌药均付麸炒乌药。

**【贮藏】** 置阴凉干燥处，防蛀。

## 起草说明

**【名称】** 麸炒乌药。

**【来源】** 本品为樟科植物乌药 *Lindera aggregata* (Sims) Kosterm. 的干燥块根。

**【采收与加工】** 全年均可采挖，除去细根，洗净，趁鲜切片，晒干，或直接晒干。

**【原植物】** 为常绿灌木或小乔木，高达 5m；树皮灰褐色；幼枝绿色，密被锈色绢毛，后渐脱落；根纺锤形或结节状膨大，外面棕褐色，表面有细皱纹，具香味。叶柄长 4~8mm，被毛；叶片革质，卵形，近圆形或椭圆形，长 2.5~7.5 cm，宽 1.5~4.5cm，先端长渐尖，基部圆形，上面绿色有光泽，下面灰白色，密被棕褐色柔毛，后渐脱落，3 出脉。花单性，雌雄异株，伞形花序腋生，常 6~8 个花序集生于长 1~2mm 的短枝上；花被片 6，黄绿色，外面被白色柔毛，内面无毛；能育雄蕊 9，3 轮，第 3 轮雄蕊花丝基部有 1 对宽肾形具柄腺体，花药 2 室，内向瓣裂，退化雌蕊坛状；雌花的退化雄蕊长条状，子房椭圆形被褐色短柔毛。果实卵形或近圆形，直径 4~7mm，成熟时紫黑色，果梗长 5~8mm。花期 3~4 月，果期 5~11 月。

**【产地】** 主产于浙江、湖南、安徽、广东、广西。此外，湖北、江西、陕西、四川、云南、福建等地亦产。以浙江天台所产者品质最佳，故称“天台乌药”或“台乌药”。

**【成分】** 主要含挥发油、异喹啉生物碱及呋喃倍半萜及其内酯三大类。根中挥发油主要含有龙脑、柠檬烯、 $\beta$ -草烯等。呋喃倍半萜及其内酯主要包括香樟烯；乌药烯、乌药醇、乙酸乌药酯、乌药酮、乌药醚、异乌药醚、乌药内酯、新乌药内酯、乌药醚内酯、伪新乌药醚内酯、异呋喃吉马烯、异乌药内酯、表二氢异乌药内酯等。

**【炮制】** 取净乌药片，先将炒制容器加热，至撒入麸皮即刻烟起，随即投入净乌药片，迅速翻动，炒至表面黄色，取出，筛去麸皮，放凉。

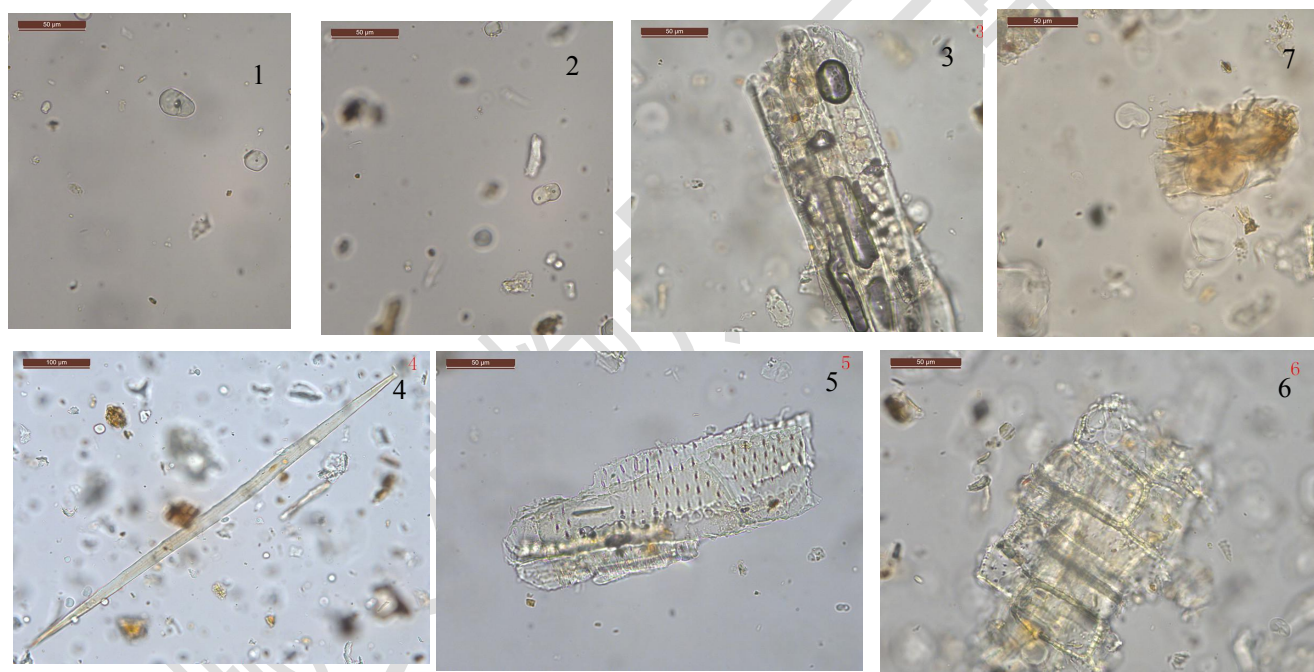
每 100kg 乌药，用麦麸 15kg。

**【性状】** 根据对实际收集样品的观察，并参照《中国药典》2015 年版一部、《安徽省中药炮制规范》2005 年版乌药项下进行描述。见图 1。



图1 麸炒乌药饮片

【鉴别】（1）照显微鉴别法（《中国药典》2015年版四部通则2001）测定麸炒乌药的粉末显微特征，并对其显微特征进行描述。见图2。

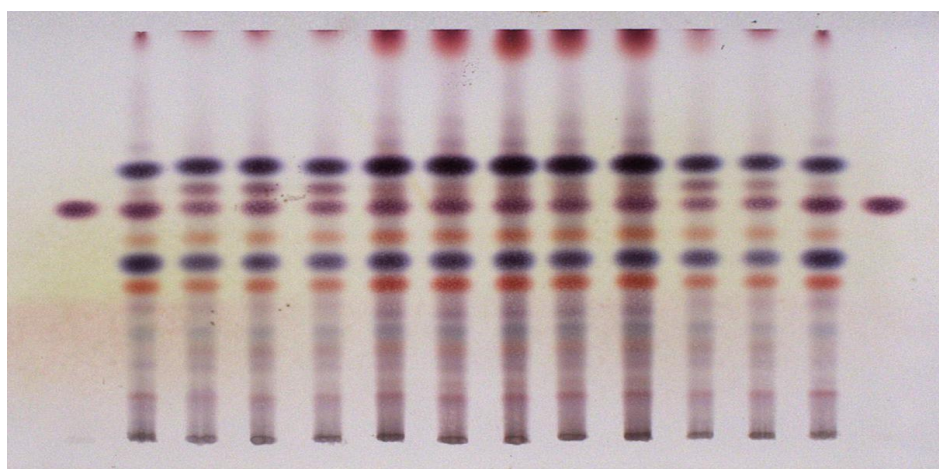


1. 淀粉粒单粒 2. 淀粉粒复粒 3. 木纤维 4. 韧皮纤维 5. 具缘纹孔导管 6. 木射线 7. 油细胞

图2 麸炒乌药粉末显微图

（2）照薄层色谱法（《中国药典》2015年版 通则0502）测定，以乌药对照药材和乌药醚内酯对照品为对照，建立薄层色谱鉴别方法。见图3。

T: 20℃ RH :45%



S2 S1 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 S1 S2

S1: 乌药对照药材 S2: 乌药醚内酯对照品 1~10: 麸炒乌药样品

图3 麸炒乌药薄层色谱鉴别图

**【检查】 水分** 照水分测定法（《中国药典》2015年版四部 通则 0832 第四法）测定 10 批样品，结果在 9.1%~10.9%之间。拟定限度为不得过 13.0%。

**总灰分** 照灰分测定法（《中国药典》2015年版四部 通则 2302）测定 10 批样品，结果在 1.3%~3.3%之间。根据测定结果，拟定限度为不得过 4.0%。

**酸不溶性灰分** 照酸不溶性灰分测定法（《中国药典》2015年版四部 通则 2302）测定 10 批样品，结果在 0.2%~0.3%之间。根据测定结果，拟定限度为不得过 1.5%。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（《中国药典》2015年版四部 通则2201）项下的热浸法测定，用70%乙醇作溶剂，测定10批样品，结果在12.3%~16.6%之间。根据测定结果，拟定限度为不得过12.0%

**【含量测定】** 参考《中国药典》2015年版一部乌药项下的含量测定方法建立了乌药中乌药醚内酯、去甲异波尔定的 HPLC 含量测定方法。见图 4~图 7

依法测定 10 批样品，结果乌药醚内酯在 0.027%~0.072%之间，根据测定结果，拟定限度为不得少于 0.020%；去甲异波尔定在 0.55%~0.64%之间，根据测定结果，拟定限度为不得少于 0.26%。

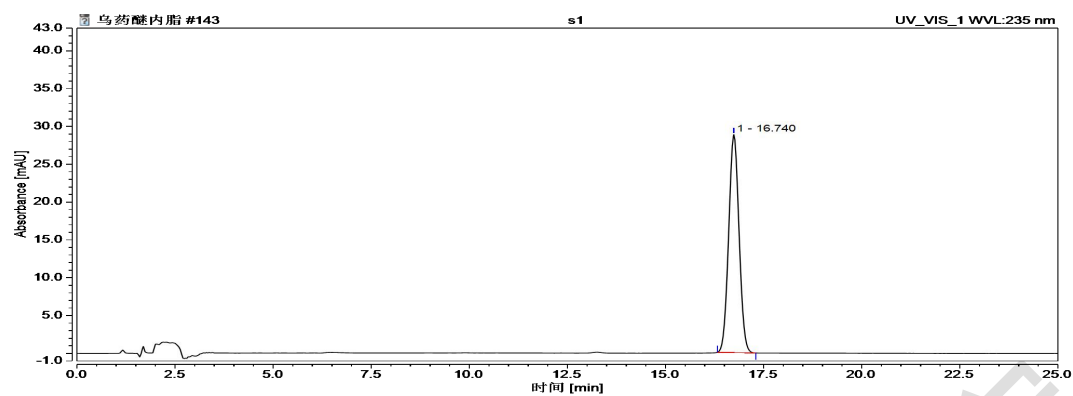


图4 乌药醚内酯对照品溶液色谱图

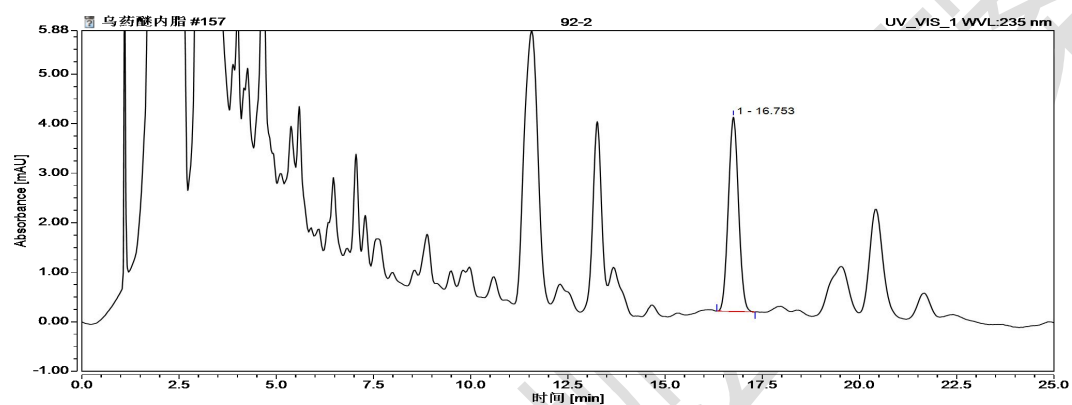


图5 麸炒乌药供试品溶液色谱图

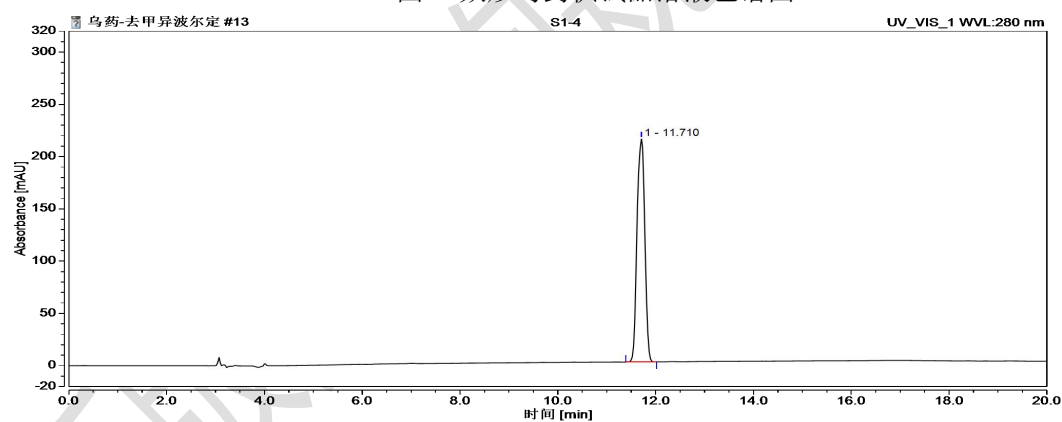


图6 去甲异波尔多定对照品溶液色谱图

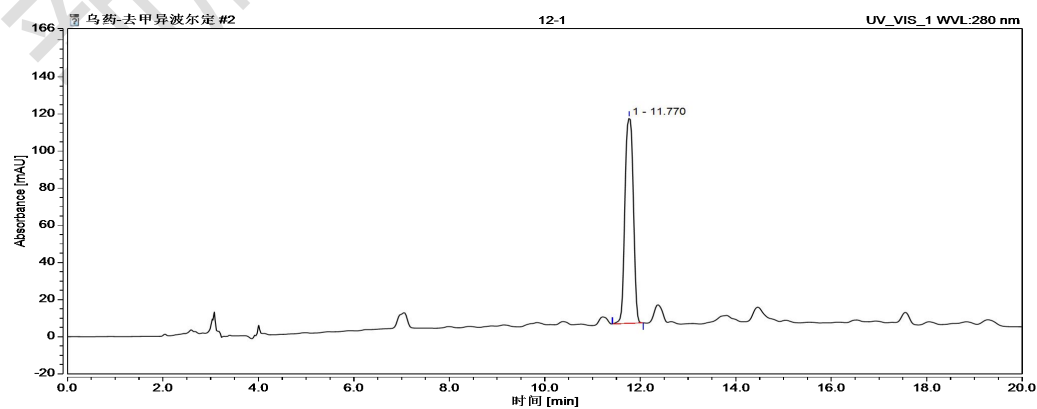


图7 麸炒乌药供试品溶液色谱图

**【性味与归经】【功能与主治】【用法与用量】【贮藏】** 参照《中国药典》2015年版一部乌药项下拟定。

**【处方应付】** 同《安徽省中药饮片炮制规范》2005年版乌药项下，未修订。

发布单位：安徽省食品药品监督管理局

起草单位：亳州中药科技学院

起草人：陈德方 李梅

复核单位：淮北市食品药品检验中心

复核人：戚继红 岳莉

审核单位：安徽省食品药品检验研究院

审核人：郝自新 张亚中 班永生