

製川烏



圖1 製川烏外觀圖

1. 名稱

藥材正名: Radix Aconiti Praeparata

中文名: 製川烏

漢語拼音名: Zhichuanwu

2. 來源

本品為毛茛科植物烏頭 *Aconitum carmichaeli* Debx. 乾燥母根的炮製加工品。於夏季採挖烏頭的母根，乾燥後稱為川烏。取淨川烏，大小個分開，用水浸泡至內無乾心，取出，加水煮沸4-6小時(或蒸6-8小時)至取大個及實心者切開內無白心，口嘗微有麻舌感時，取出，晾至近乾，切片，乾燥為製川烏。

3. 性狀

本品為不規則或長三角形的片。表面黑褐色或黃褐色，有灰棕色形成層環紋。體輕，質脆，斷面有光澤。無臭，微有麻舌感(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

粉末

灰黃色。石細胞近無色或淡黃綠色，呈類長方形、類方形、多角形或一邊斜尖，直徑 36-125 μm ，長 75-204 μm ，壁厚 5-17 μm ，壁厚者層紋明顯，紋孔較稀疏。後生皮層細胞棕色，有的壁呈瘤狀增厚突入細胞腔。澱粉粒大多糊化，偶見未糊化者。導管淡黃色，主為具緣紋孔，直徑 18-67 μm ，末端平截或短尖，穿孔位於端壁或側壁，有的導管分子粗短拐曲或縱橫連接(圖2)。

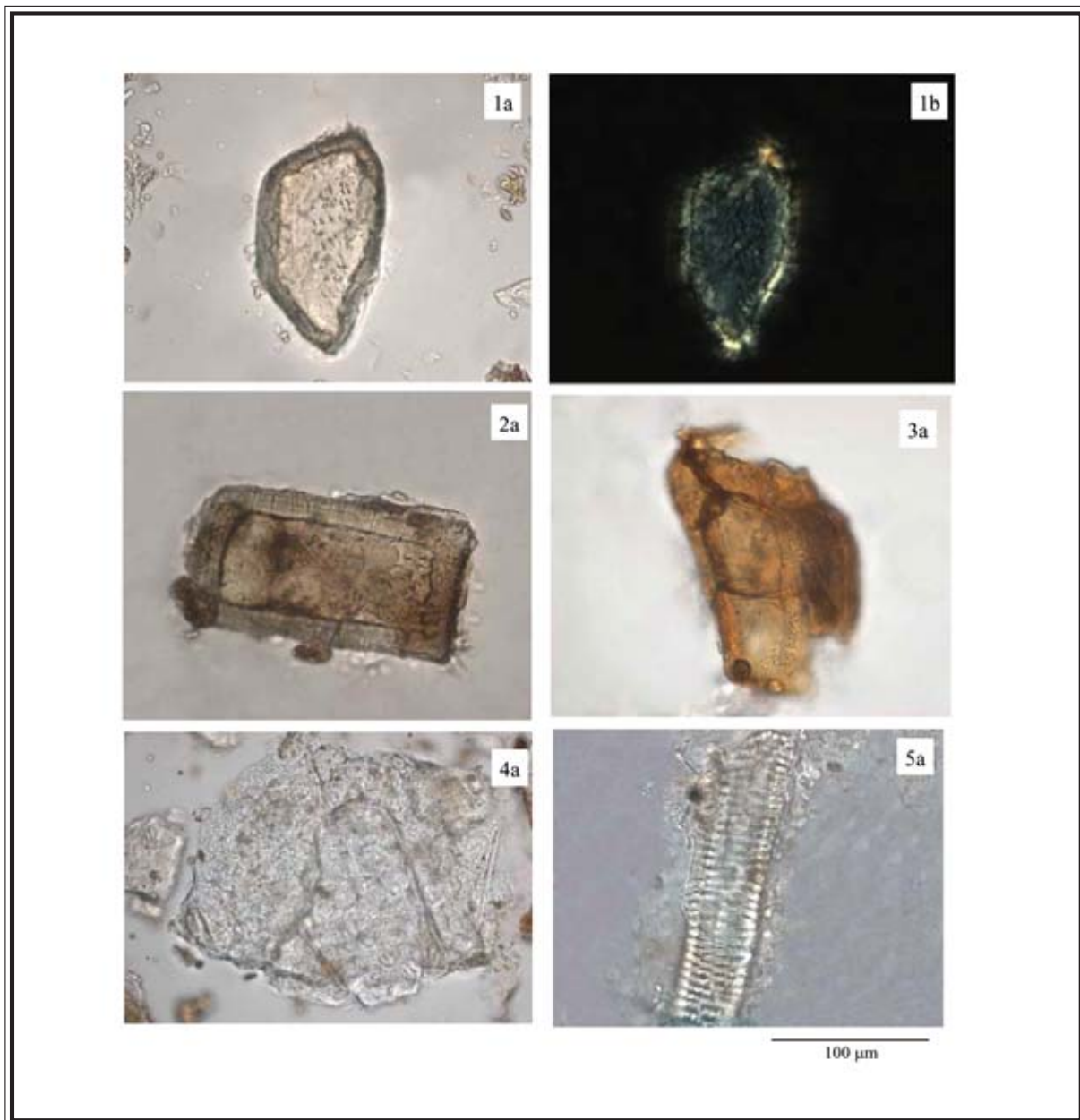


圖 2 製川烏粉末顯微特徵圖

1. 多角形石細胞 2. 類方形石細胞 3. 後生皮層細胞 4. 糊化澱粉粒 5. 導管
 a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

4.2 理化鑒別

試劑

碘化鉍鉀試液 R₁

取鹼式硝酸鉍 0.85 g，加冰乙酸 10 mL 與水 40 mL 溶解後，加 40% (w/v) 碘化鉀溶液 20 mL。

操作程序

取本品粉末 2.0 g，置試管中，加甲醇 10 mL，超聲 (490 W) 處理 30 分鐘，濾過，濾液用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於 1 mL 甲醇，轉移於試管中，加上述試液 2 滴，生成橙色或橙棕色沉澱。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

苯甲酰中烏頭胺對照品溶液

取苯甲酰中烏頭胺對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

展開劑

製備甲苯 - 乙酸乙酯 - 二乙胺 (6:4:0.5, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

溶液 A

取六氯鉍酸溶液 2 mL，加至 48 mL 水中，混勻。

溶液 B

取碘化鉀 3.0 mg，溶解於 50 mL 水中。

顯色劑

取溶液 A 50 mL 和溶液 B 50 mL 混合，臨用配製。

供試品溶液

取本品粉末 3.0 g，置 50-mL 離心管中，加濃氨溶液 2 mL 和二氯甲烷 12 mL，超聲 (490 W) 處理 2 小時，離心 10 分鐘 (約 1800 × g)。取上清液轉移於另一試管中，用氮氣吹乾，殘渣溶於 1 mL 二氯甲烷，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV(A)] 進行。分別吸取苯甲酰中烏頭胺對照品溶液 5 μL 和供試品溶液 3 μL，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製

備的展開劑展開約 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與苯甲酰中烏頭胺色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

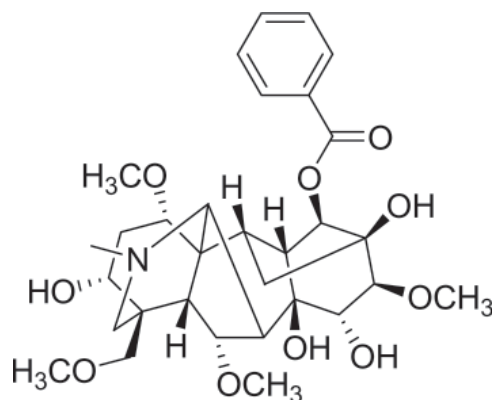


圖 4 苯甲酰中烏頭胺化學結構式

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

苯甲酰中烏頭胺對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取苯甲酰中烏頭胺對照品 2.5 mg，溶解於 50 mL 0.01 M 鹽酸中。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 10-mL 離心管中，加 50% 甲醇 5 mL，超聲 (490 W) 處理 60 分鐘，離心 5 分鐘 (約 $1800 \times g$)，上清液用 $0.45\text{-}\mu\text{m}$ 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 240 nm； 4.6×250 mm 十八烷基鍵合硅膠 ($5\ \mu\text{m}$ ，pH：1-12) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	碳酸氫銨溶液* (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 50	95 → 40	5 → 60	綫性梯度
50 – 60	40 → 0	60 → 100	綫性梯度

* 碳酸氫銨溶液

取碳酸氫銨 0.79 g，溶解於 1 L 水中，加 4 mL 濃氨溶液，調 pH 至 10。

系統適用性要求

吸取苯甲酰中烏頭胺對照品溶液 *Std-FP* 20 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：苯甲酰中烏頭胺的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；苯甲酰中烏頭胺峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按苯甲酰中烏頭胺峰計算應不低於 60000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取苯甲酰中烏頭胺對照品溶液 *Std-FP* 和供試品溶液各 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中苯甲酰中烏頭胺峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰 (圖 5) 的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中苯甲酰中烏頭胺峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中苯甲酰中烏頭胺峰。二色譜圖中苯甲酰中烏頭胺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。

製川烏提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 1。

表 1 製川烏提取液 4 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	0.30	± 0.03
2	0.32	± 0.03
3 (指標成份峰，苯甲酰中烏頭胺)	1.00	-
4	1.69	± 0.03

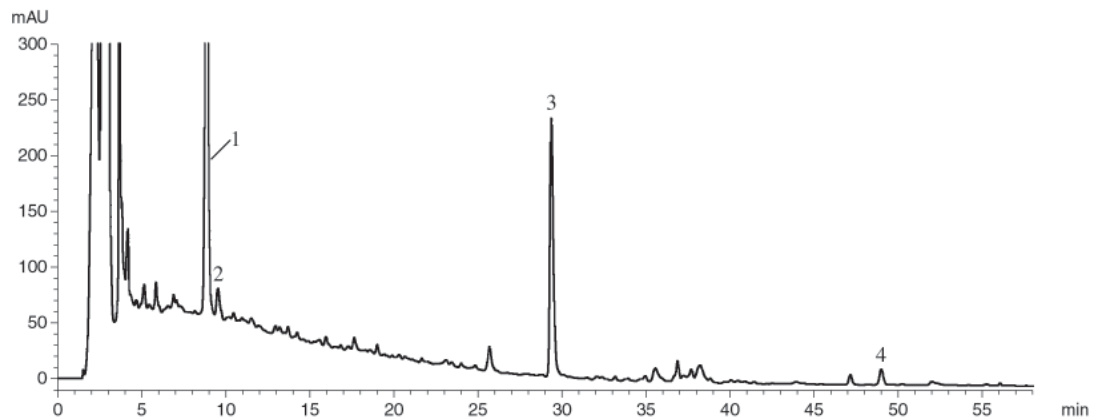


圖5 製川烏提取液對照指紋圖譜

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4個特徵峰(圖5)。

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8.0%。

酸不溶性灰分：不多於2.0%。
- 5.7 水分(附錄 X)：不多於13.0%。
- 5.8 烏頭鹼、次烏頭鹼和中烏頭鹼(附錄 XIV)

按乾燥品計算，本品含烏頭鹼($C_{34}H_{47}NO_{11}$)、次烏頭鹼($C_{33}H_{45}NO_{10}$)和中烏頭鹼($C_{33}H_{45}NO_{11}$)的總量不多於0.022%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 11.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法)：不少於 4.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

對照品溶液

苯甲酰中烏頭胺對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取苯甲酰中烏頭胺對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 0.01 M 鹽酸中。

苯甲酰中烏頭胺對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取苯甲酰中烏頭胺對照品儲備液適量，以 0.01 M 鹽酸稀釋製成含苯甲酰中烏頭胺分別為 10、20、40、60、80 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 10-mL 離心管中，加 50% 甲醇 5 mL，超聲 (490 W) 處理 30 分鐘。離心 5 分鐘 (約 1800 × g)。取上清液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 3 次，合併上清液，加 50% 甲醇至刻度，混勻，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (RC) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長 240 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m，pH：1-12) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	碳酸氫銨溶液* (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 50	95 → 40	5 → 60	綫性梯度
50 – 60	40 → 0	60 → 100	綫性梯度

* 碳酸氫銨溶液

取碳酸氫銨 0.79 g，溶解於 1 L 水中，加 4 mL 濃氨溶液，調 pH 至 10。

系統適用性要求

將苯甲酰中烏頭胺對照品溶液 *Std-AS* (40 mg/L) 20 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：苯甲酰中烏頭胺的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；苯甲酰中烏頭胺峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按苯甲酰中烏頭胺峰計算應不低於 60000。

供試品測試中苯甲酰中烏頭胺峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 2.5。

標準曲綫

將苯甲酰中烏頭胺系列對照品溶液 *Std-AS* 各 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以苯甲酰中烏頭胺的峰面積和相應濃度作圖。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 20 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與苯甲酰中烏頭胺對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中苯甲酰中烏頭胺峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中苯甲酰中烏頭胺峰。二色譜圖中苯甲酰中烏頭胺相應峰的保留時間相差應不大於 2.0%。測定峰面積，按附錄 IV(B) 公式計算供試品溶液中苯甲酰中烏頭胺的濃度 (mg/L)，並計算樣品中苯甲酰中烏頭胺的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含苯甲酰中烏頭胺 (C₃₁H₄₃NO₁₀) 不少於 0.035%。