

草烏(生)



圖 1 草烏(生)外觀圖

A. 草烏(生) B. 塊根橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Aconiti Kusnezoffii Radix (unprocessed)

中文名：草烏(生)

漢語拼音名：Caowu (Sheng)

2. 來源

本品為毛茛科植物北烏頭 *Aconitum kusnezoffii* Reichb. 未經炮製的乾燥塊根。秋季莖葉枯萎時採挖，除去鬚根和泥沙，洗淨，曬乾。

3. 性狀

本品呈不規則長圓錐形或圓錐形，略彎曲，長 2-9 cm，直徑 7-25 mm。頂端常有殘莖和少數不定根殘基，有的頂端一側有一枯萎的芽，一側有一圓形或扁圓形不定根殘基。表面黑棕色，皺縮，有縱皺紋、點狀鬚根痕及數個瘤狀側根。質硬，斷面灰白色或暗灰色，有的有裂隙，形成層環紋類圓形，髓部較大或中空。氣微(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

後生皮層由 1-9 列棕黃色栓化細胞組成。皮層狹窄。石細胞類長方形、方形或長圓形，胞腔大，單個散在或 2-5 成群散於皮層。內皮層多不明顯。韌皮部寬廣，篩管群隨處可見，並伴有不規則裂隙。形成層外近木質部導管處偶見厚壁組織。形成層環紋呈類圓形或類多角形。木質部導管幾個或幾十個成群，位於形成層角隅的內側，有的內含棕黃色物。髓部較大。薄壁細胞充滿澱粉粒(圖 2)。

粉末

灰棕色。單粒澱粉粒類圓形，直徑 2-26 μm ；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒澱粉粒由 2-6 分粒組成。後生皮層細胞棕色，表面觀呈類方形或長多角形，壁不均勻增厚，有的呈瘤狀突入胞腔。厚壁細胞呈長條形或長梭形，直徑 21-37 μm ；偏光顯微鏡下呈亮白色。石細胞無色，與後生皮層細胞連結的呈棕色，類方形、類長方形、類圓形、梭形或長條形，直徑 22-155 μm ，壁厚薄不一，壁厚者層紋明顯，紋孔細，有的含棕色物；偏光顯微鏡下呈亮白色。導管主要為網紋導管，偶見環紋導管，直徑 4-59 μm ；偏光顯微鏡下呈白色(圖 3)。

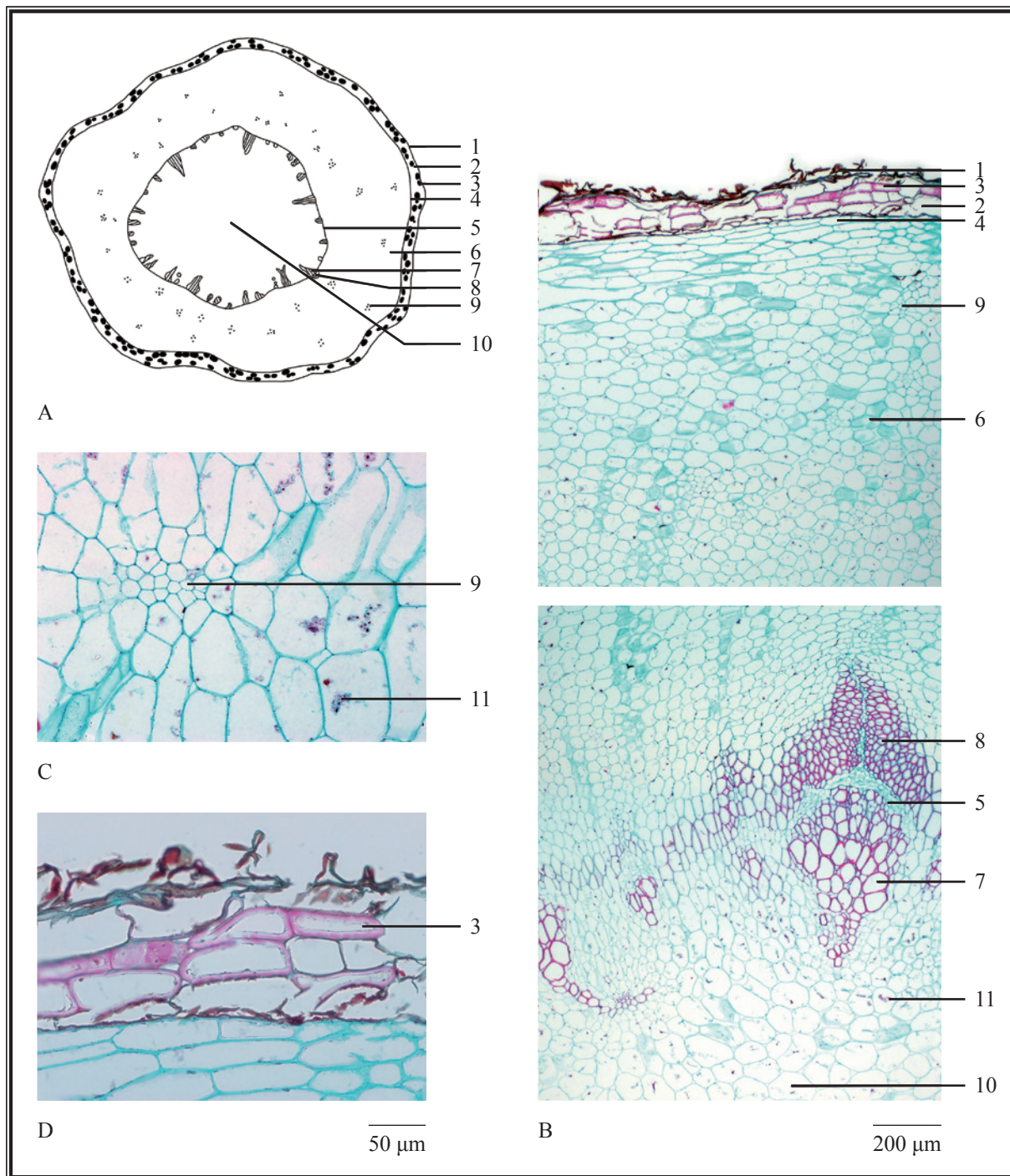


圖 2 草烏(生)橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 韌皮部篩管 D. 皮層石細胞

- 1. 後生皮層 2. 皮層 3. 皮層石細胞 4. 內皮層 5. 形成層 6. 韌皮部
- 7. 木質部導管 8. 厚壁組織 9. 篩管群 10. 髓 11. 澱粉粒

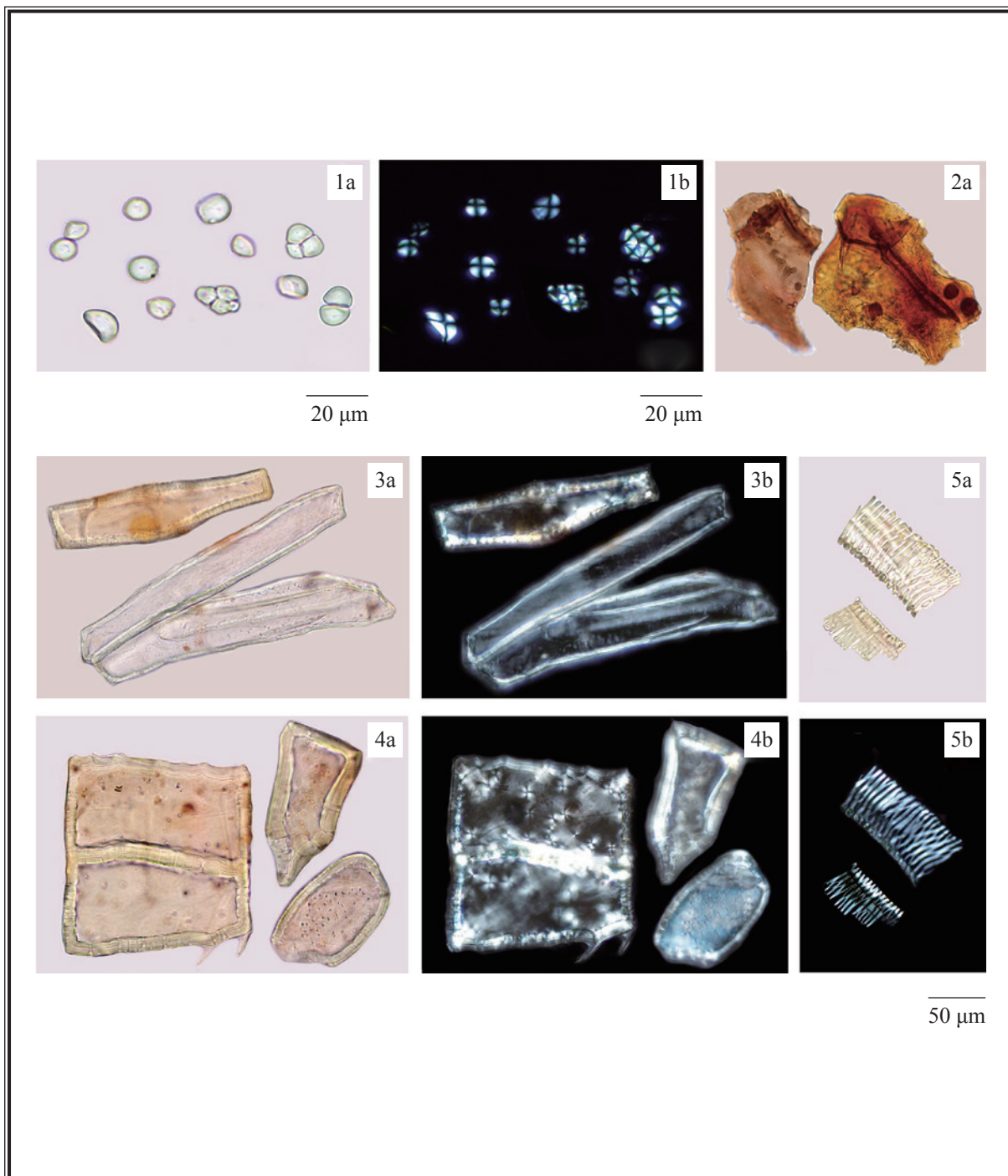


圖 3 草烏(生)粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒 2. 後生皮層細胞 3. 厚壁細胞 4. 石細胞 5. 導管

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

烏頭鹼對照品溶液

取烏頭鹼對照品(圖 4) 3.5 mg，溶解於 2 mL 異丙醇－乙酸乙酯(1:1, v/v) 的混合溶液中。保持於約 4°C。

次烏頭鹼對照品溶液

取次烏頭鹼對照品(圖 4) 2.5 mg，溶解於 2 mL 異丙醇－乙酸乙酯(1:1, v/v) 的混合溶液中。保持於約 4°C。

新烏頭鹼對照品溶液

取新烏頭鹼對照品(圖 4) 2.5 mg，溶解於 2 mL 異丙醇－乙酸乙酯(1:1, v/v) 的混合溶液中。保持於約 4°C。

展開劑

製備乙酸乙酯－正己烷－甲醇(6.8:6.4:1, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

溶液 A

取鹼式硝酸鉍 0.85 g，溶解於 10 mL 冰醋酸和 40 mL 水的混合溶液。

溶液 B

取碘化鉀 4 g，溶解於 10 mL 水中。

顯色劑

取溶液 A 5 mL，溶液 B 5 mL 和冰醋酸 20 mL 置 100-mL 量瓶中，加水至刻度，臨用製備。

供試品溶液

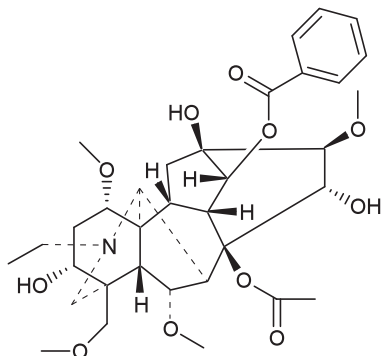
取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 9.1% (w/v) 氨溶液 2 mL 和乙醚 20 mL，加蓋，置冰浴中超聲(300 W)處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 1 mL 異丙醇－乙酸乙酯(1:1, v/v) 的混合溶液，即得。

操作程序

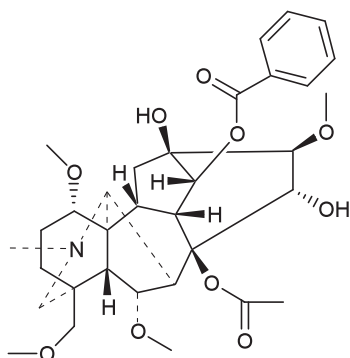
照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取烏頭鹼對照品溶液 3 μL、次烏頭鹼對照品溶液 5 μL、新烏頭鹼對照品溶液 10 μL 和供試品溶液 10 μL，點於同一高效矽膠 G60 薄層板上。加上述新製備的展開劑置雙槽層析缸一槽中，加 9.1% (w/v) 氨溶液於另一槽內，將薄層板懸掛於雙

槽層析缸中，預先飽和 15 分鐘，再將薄層板置展開劑的槽中，展開約 7 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，晾乾。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

(i)



(ii)



(iii)

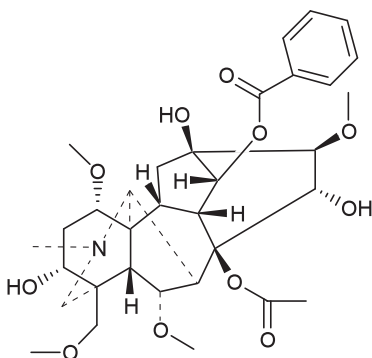


圖 4 化學結構式 (i) 烏頭鹼 (ii) 次烏頭鹼 (iii) 新烏頭鹼

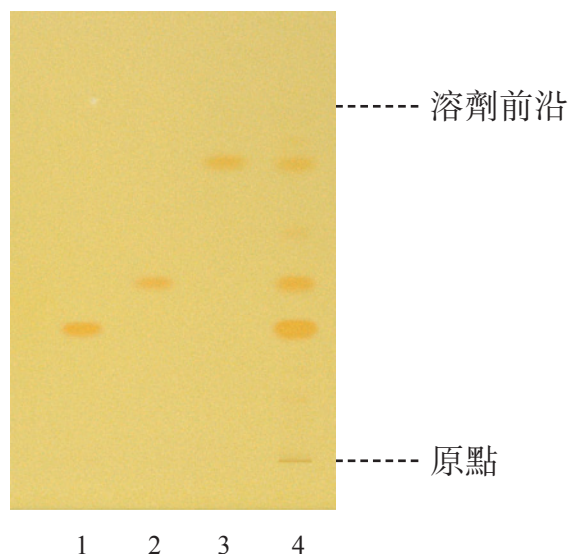


圖 5 草烏(生)提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 新烏頭鹼對照品溶液
2. 烏頭鹼對照品溶液
3. 次烏頭鹼對照品溶液
4. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼色澤相同、 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

烏頭鹼對照品溶液 *Std-FP (180 mg/L)*

取烏頭鹼對照品 0.9 mg，溶解於 5 mL 甲醇含 0.01% 鹽酸中。保持於約 4°C。

次烏頭鹼對照品溶液 *Std-FP (320 mg/L)*

取次烏頭鹼對照品 1.6 mg，溶解於 5 mL 甲醇含 0.01% 鹽酸中。保持於約 4°C。

新烏頭鹼對照品溶液 *Std-FP (420 mg/L)*

取新烏頭鹼對照品 2.1 mg，溶解於 5 mL 甲醇含 0.01% 鹽酸中。保持於約 4°C。

供試品溶液

取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 9.1% (w/v) 氨溶液 2 mL 和

異丙醇－乙酸乙酯(1:1, v/v)的混合溶液 20 mL，加蓋，置冰浴中超聲(300 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 3000 × g)。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，殘渣用異丙醇－乙酸乙酯(1:1, v/v)的混合溶液洗滌 3 次，每次 10 mL。合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾(低於 40°C)，殘渣溶於 3 mL 甲醇含 0.01% 鹽酸，轉移於 5-mL 量瓶中，加甲醇含 0.01% 鹽酸至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜(nylon)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；柱溫 30°C；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% 醋酸 * (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 44	79 → 69	21 → 31	綫性梯度
44 – 65	69 → 65	31 → 35	綫性梯度

* 用三乙胺調 pH 值至 6.2

系統適用性要求

吸取烏頭鹼對照品溶液 Std-FP、次烏頭鹼對照品溶液 Std-FP 和新烏頭鹼對照品溶液 Std-FP 各 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：烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰計算均應不低於 20000。

供試品測試中 2 號峰、3 號峰和 4 號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取烏頭鹼、次烏頭鹼、新烏頭鹼對照品溶液 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 色譜圖中烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 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 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶

液色譜圖中烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰。二色譜圖中烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

草烏(生)提取液 4 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 草烏(生)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	0.31	± 0.03
2 (新烏頭鹼)	0.86	± 0.03
3 (指標成份峰, 次烏頭鹼)	1.00	-
4 (烏頭鹼)	1.04	± 0.03

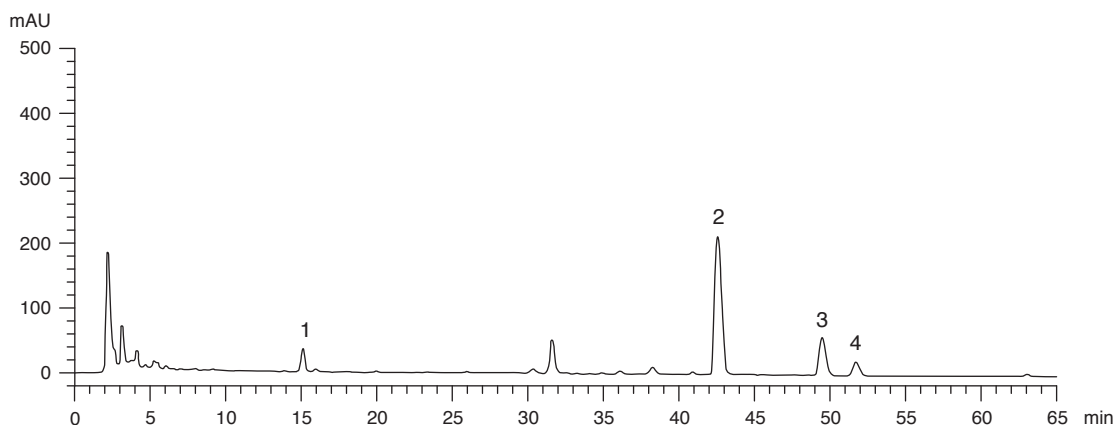


圖 6 草烏(生)提取液對照指紋圖譜

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 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 5.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 6.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

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 23.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 20.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼混合對照品儲備液 *Std-Stock* (烏頭鹼 900 mg/L、次烏頭鹼 1600 mg/L 和新烏頭鹼 2100 mg/L)

精密稱取烏頭鹼對照品 9.0 mg、次烏頭鹼對照品 16.0 mg 和新烏頭鹼對照品 21.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇含 0.01% 鹽酸中。保持於約 4°C。

烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼混合對照品儲備液適量，以甲醇含 0.01% 鹽酸稀釋製成含烏頭鹼分別為 4.5、9、18、36、180 mg/L；含次烏頭鹼分別為 16、32、64、320、640 mg/L 和含新烏頭鹼分別為 21、84、420、840、1050 mg/L 系列的混合對照品溶液。保持於約 4°C。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 離心管中，加 9.1% (w/v) 氨溶液 2 mL 和異丙醇-乙酸乙酯(1:1, v/v) 的混合溶液 20 mL，加蓋，置冰浴中超聲(300 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 3000 × g)。濾過，取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中，殘渣用異丙醇-乙酸乙酯(1:1, v/v) 的混合溶液洗滌 3 次，每次 10 mL。合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾(低於 40°C)，殘渣溶於 3 mL 甲醇含 0.01% 鹽酸，轉移於 5-mL 量瓶中，加甲醇含 0.01% 鹽酸至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜(nylon)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；柱溫 30°C；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.2% 醋酸* (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 44	79 → 69	21 → 31	綫性梯度
44 – 65	69 → 65	31 → 35	綫性梯度

* 用三乙胺調 pH 值至 6.2

系統適用性要求

將烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼混合對照品溶液 Std-AS (烏頭鹼 18 mg/L、次烏頭鹼 64 mg/L 和新烏頭鹼 420 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：烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%；烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%；理論塔板數按烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰計算均應不低於 20000。

供試品測試中烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5。

標準曲綫

將烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼系列混合對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。分別以烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼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。與烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中各成份峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中烏頭鹼峰、次烏頭鹼峰和新烏頭鹼峰。二色譜圖中烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼相應峰的保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式分別計算供試品溶液中烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼的濃度 (mg/L)，並計算樣品中烏頭鹼、次烏頭鹼和新烏頭鹼的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含烏頭鹼 ($\text{C}_{34}\text{H}_{47}\text{NO}_{11}$)、次烏頭鹼 ($\text{C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{10}$) 和新烏頭鹼 ($\text{C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{11}$) 的總量應為 0.39% 至 0.77%。

8. 警告

此為烈性 / 毒性藥材，應按照由註冊中醫開出的處方使用。