附子（生）

圖 1　附子（生）外觀圖

A. 附子（生）　B. 子根橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Aconiti Lateralis Radix (unprocessed)

中文名：附子(生)

漢語拼音名：Fuzi (Sheng)

2. 來源

本品為毛茛科植物烏頭 *Aconitum carmichaelii* Debx. 未經炮製的乾燥子根。6 月下旬至 8 月上旬採挖，除去母根、鬚根及泥沙，曬乾。

3. 性狀

本品呈圓錐形、多角圓錐形或深皺圓錐形，長 1-7 cm，直徑 8-50 mm，表面灰棕色至棕色，頂端常有凹陷的芽痕，周圍有瘤狀突起的支根或支根痕。體重，橫切面灰白色至淺黃棕色，形成層環紋略呈類圓形或類多角形，環紋內側導管排列不整齊。氣微(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *(附錄 III)*

橫切面

後生皮層為棕色木栓化細胞；皮層薄壁組織偶見石細胞，單個散在或數個成群，類長方形、方形或長橢圓形，胞腔較大；內皮層明顯。韌皮部寬廣，散有篩管群。形成層環紋略呈類圓形或類多角形。木質部導管多列，呈徑向或略呈“V”形排列。髓部明顯。薄壁細胞充滿澱粉粒(圖 2)。

粉末

灰白色至灰棕色。單粒澱粉粒球形、長圓形或腎形，直徑 3-22 μm；偏光顯微鏡下呈黑十字狀；複粒澱粉粒由 2-15 分粒組成。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，長 68-280 μm，

直徑 45-117 μm，壁厚 4-13 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胞腔。導管近無色或淡黃色，主為具緣紋孔，直徑 27-70 μm，末端平截或短尖，穿孔位於端壁或側壁，有的導管粗短拐曲或縱橫連接(圖 3)。

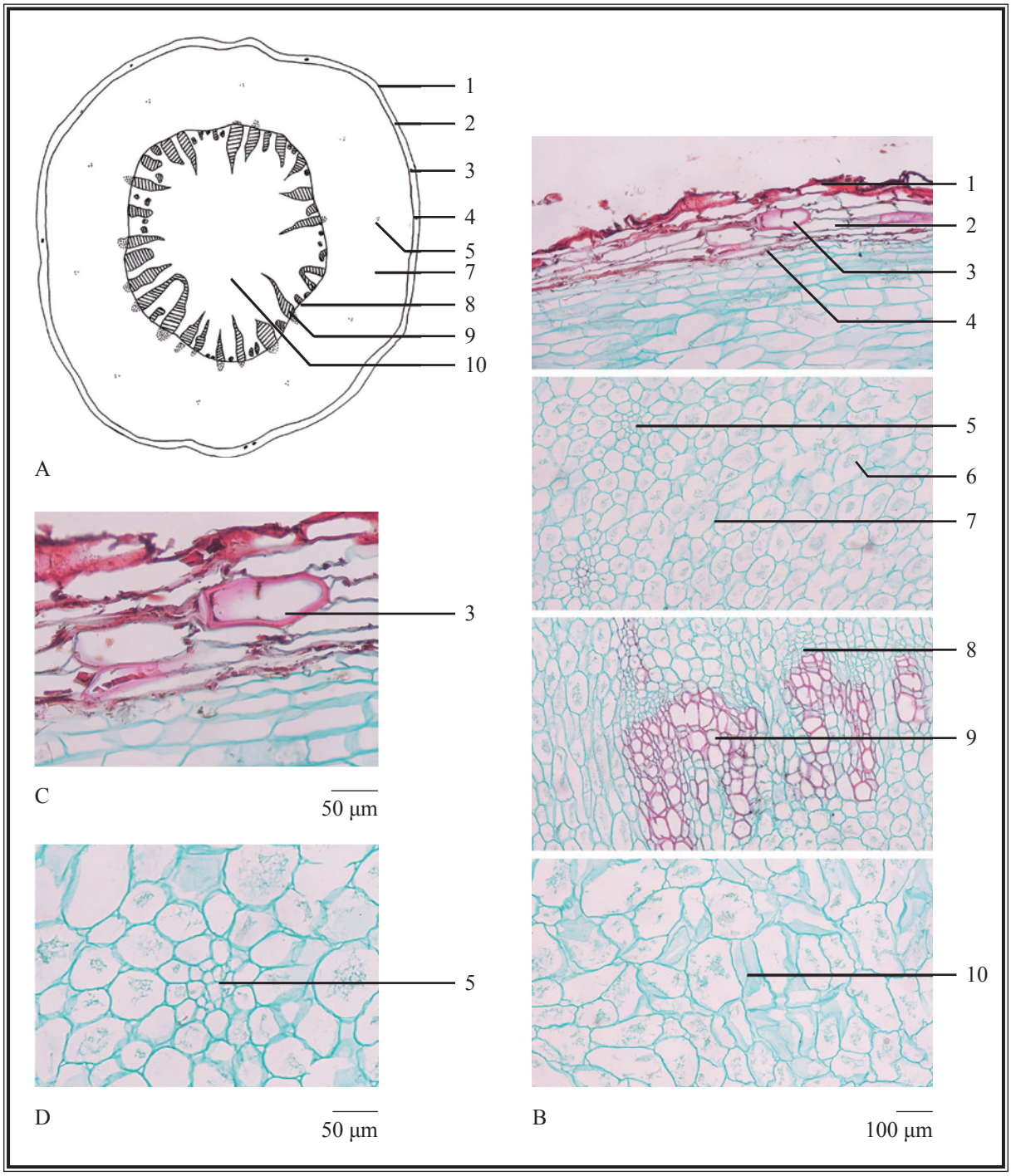


圖 2　附子(生)橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 皮層石細胞　D. 篩管群

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

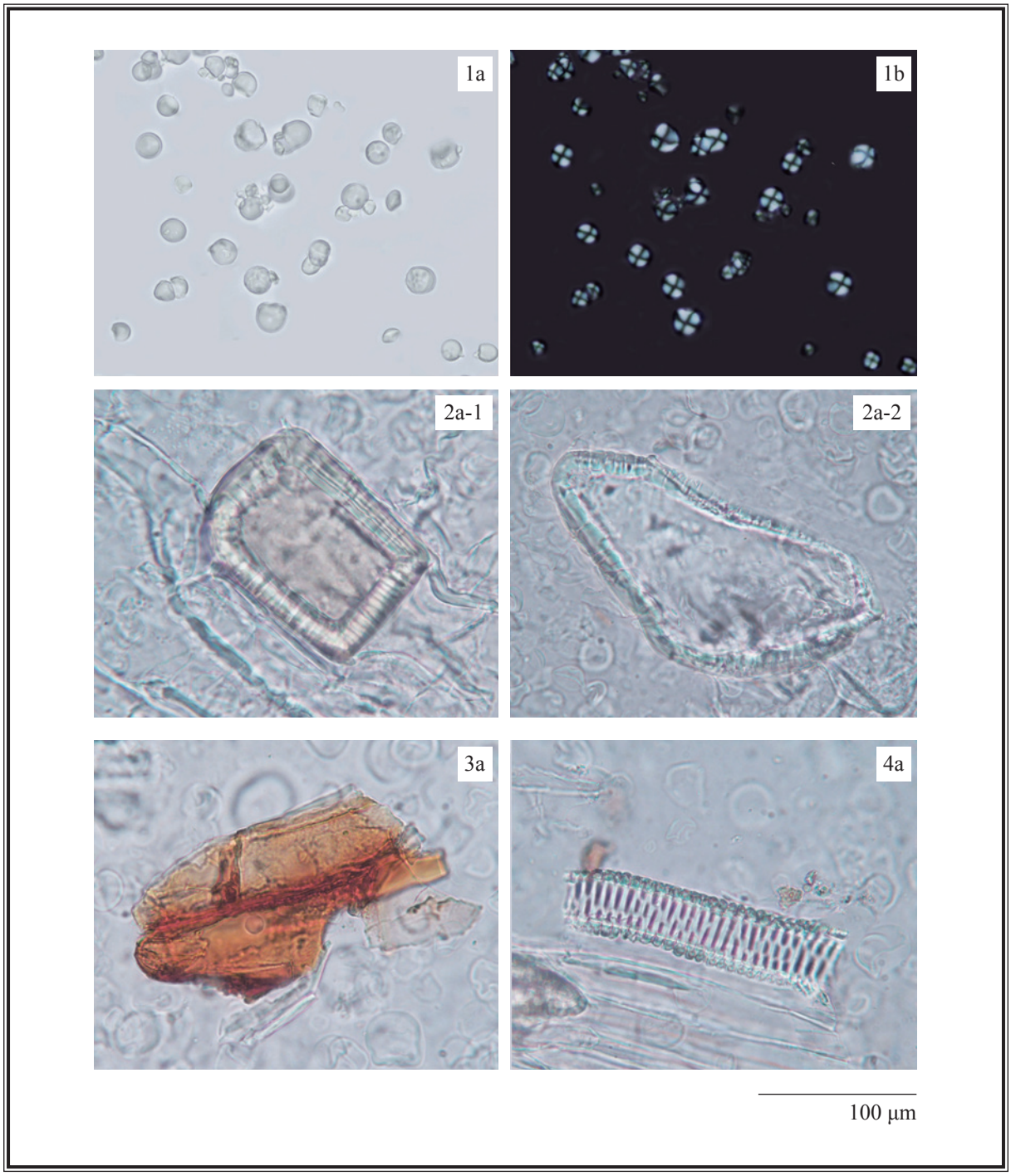


圖 3　附子(生)粉末顯微特徵圖

1. 澱粉粒　2. 石細胞(2-1 類方形石細胞，2-2 多角形石細胞)
3. 後生皮層細胞　4. 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) 1.0 mg，溶解於 1 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) 1.0 mg，溶解於 1 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) 1.0 mg，溶解於 1 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

製備正己烷－乙酸乙酯－甲醇(6.4:5:1, 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

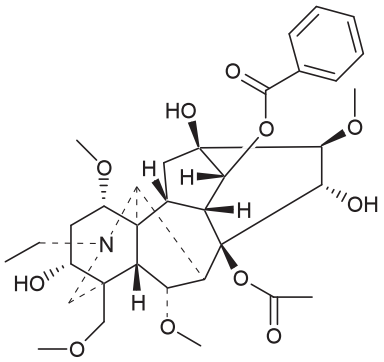
取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 9.1% (w/v) 氨溶液 3 mL 和乙醚 25 mL，加蓋，置冰浴中超聲 (300 W)處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 0.5 mL 乙酸乙酯，即得。

操作程序

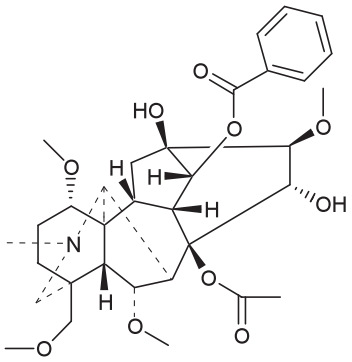
照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取烏頭鹼對照品溶液 4 μL、次烏頭鹼對照品溶液 4 μL、新烏頭鹼對照品溶液 4 μL 和供試品溶液 8 μL，點於同一高效硅膠 G60 薄層板上。加上述新製備的展開劑置雙槽層析缸一槽中，加 9.1% (w/v) 氨溶液於另一槽內，將薄層板懸掛於雙槽層析缸

中，預先飽和 10 分鐘，再將薄層板置展開劑的槽中，展開約 8 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)

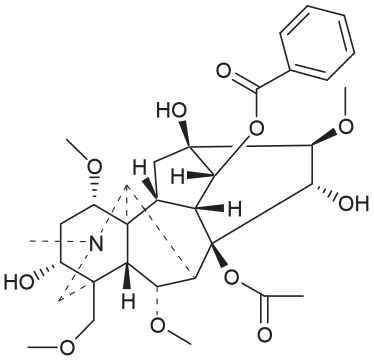


圖 4　化學結構式 (i) 烏頭鹼 (ii) 次烏頭鹼 (iii) 新烏頭鹼

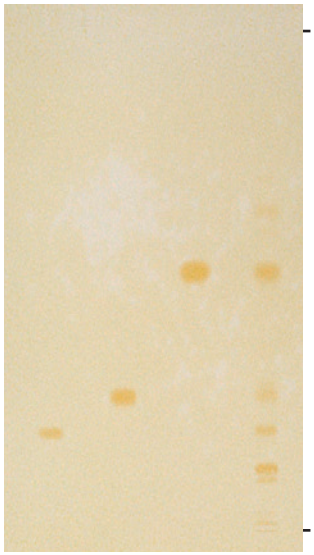


圖 5 附子(生)提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

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 (50 mg/L)

取烏頭鹼對照品 0.5 mg，溶解於 10 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 (50 mg/L)

取次烏頭鹼對照品 0.5 mg，溶解於 10 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 (50 mg/L)

取新烏頭鹼對照品 0.5 mg，溶解於 10 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 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 9.1%（w/v）氨溶液 3 mL 和異丙醇－乙酸乙酯（1:1, v/v）的混合溶液 30 mL，加蓋，置冰浴中超聲（300 W）處理 30 分鐘，離心 5 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-μm 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 μm）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 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 3 號峰、4 號峰和 5 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 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 5 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。

附子(生)提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2　附子(生)提取液 5 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	0.34	± 0.03
2	0.68	± 0.03
3（新烏頭鹼）	0.90	± 0.05
4（指標成份峰，次烏頭鹼）	1.00	-
5（烏頭鹼）	1.06	± 0.03

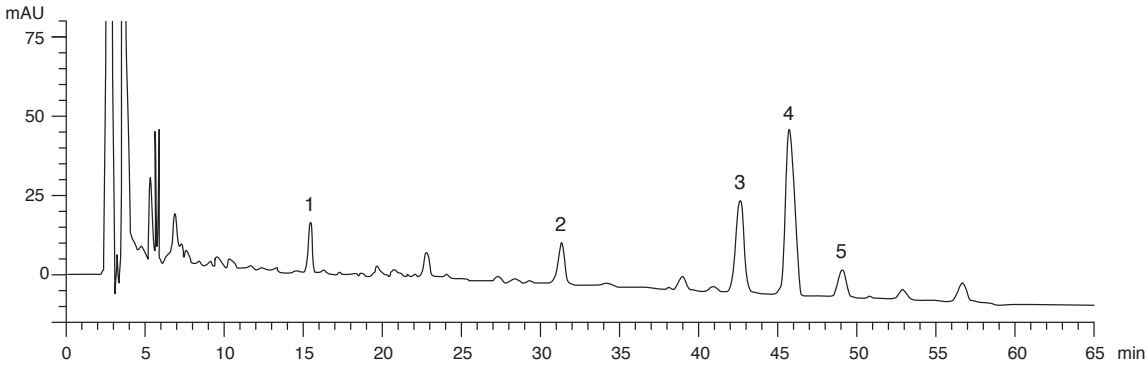


圖 6　附子(生)提取液對照指紋圖譜

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 5 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 2.0%。

5.6 灰分*(附錄 IX)*

總灰分：不多於 3.0%。
酸不溶性灰分：不多於 1.0%。

5.7 水分*(附錄 X)*

烘乾法：不多於 15.0%。

6. 浸出物*(附錄 XI)*

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 35.0%。
醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 8.0%。

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（各 1000 mg/L）
精密稱取烏頭鹼對照品、次烏頭鹼對照品和新烏頭鹼對照品各 10.0 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 5、8、10、20、50 mg/L；含次烏頭鹼分別為 10、20、50、100、500 mg/L 和含新烏頭鹼分別為 10、20、50、100、500 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 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加 9.1%（w/v）氨溶液 3 mL 和異丙醇－乙酸乙酯（1:1, v/v）的混合溶液 30 mL，加蓋，置冰浴中超聲（300 W）處理 30 分鐘，離心 5 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-μm 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 μm）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 10 mg/L、次烏頭鹼 50 mg/L 和新烏頭鹼 50 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 μL，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（$C_{34}H_{47}NO_{11}$）、次烏頭鹼（$C_{33}H_{45}NO_{10}$）和新烏頭鹼（$C_{33}H_{45}NO_{11}$）的總量應為 0.052% 至 0.18%。

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。