

圖1 附子(生)外觀圖

A. 附子(生) B. 子根横切面放大圖

inseng Folium 人灸葉 Aconiti Lateralis Radix (unprocessed) 附于

Bolbostemmatis Rhizoma

月季花

Litseae Fructu 華澄茄

ahoniae Caulis 橘紅 功券木 Citri Exocarpium *附子(生)* 

magnonae Sinoin Exocarpium Rubrum 厚朴花 (生)

s Flos

金銀花

# 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)

#### 横切面

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。石細胞近無色或淡黄綠色,呈類長方形、類方形、多角形或一邊斜尖,長 68-280 μm,

Nelumbinis Receptaculum 蓮房 穿山龍

Irobii Officinalis Caulis 鐵及石)

枸竹

n Cervi Cornu Pantotrichur ・・・・ナナ

Japonici Herba

仙鶴草 Agrimoniae Herba

在上柏 骨碎衫

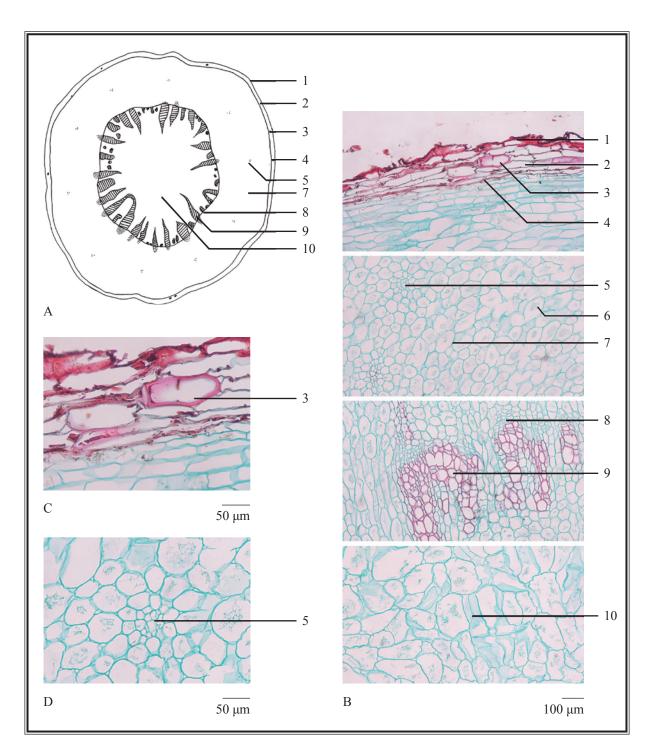
土木香 Inulae Radix

dix Polyporus 豬苓

附子 (生)

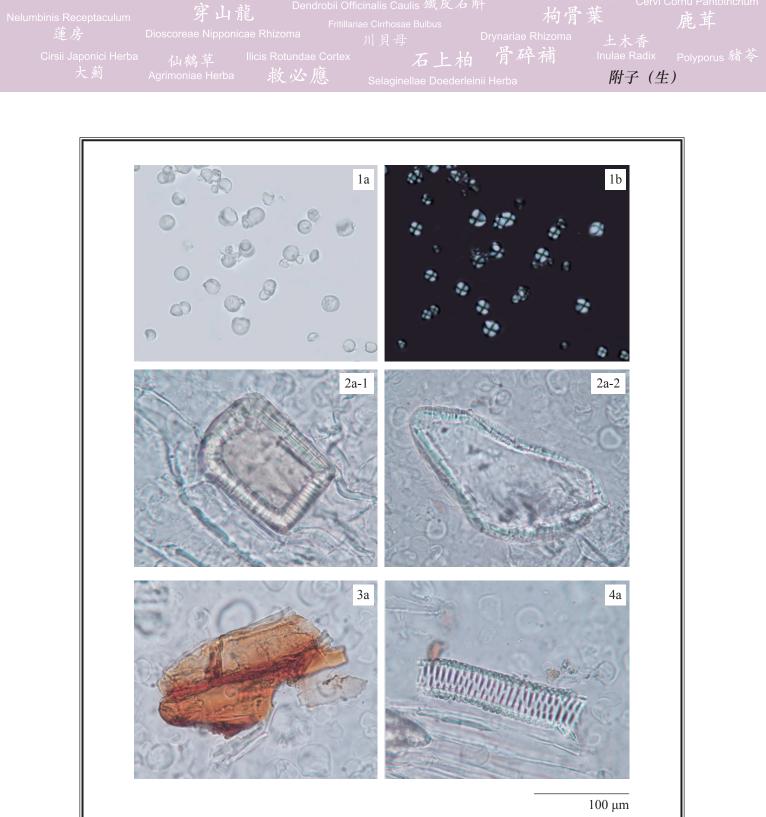
直徑 45-117  $\mu m$ ,壁厚 4-13  $\mu m$ ,壁厚者層紋明顯,紋孔較稀疏。後生皮層細胞棕色,有的壁呈瘤狀增厚突入胞腔。導管近無色或淡黃色,主為具緣紋孔,直徑 27-70  $\mu m$ ,末端平截或短尖,穿孔位於端壁或側壁,有的導管粗短拐曲或縱橫連接(圖 3)。

Mahoniae Caulis 橘紅 Magnoliae Officinalis Flos 功券木 Citri Exocarpium Rubrum 厚朴花 附子 (生)



附子(生)橫切面顯微特徵圖 圖 2

- 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



# 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

fonis Venenum 蟾酥 華澄茄

honiae Caulis 分券木 Citri Exoca **----- 附子 (生)** 

橘紅 xocarpium Rubrum **开)** 

厚朴花

月季花 Rosae Chinensis Flos 金銀花

# 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  $4^{\circ}\text{C}$ 。

次烏頭鹼對照品溶液

取次鳥頭鹼對照品(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  $4^{\circ}$ C。

新烏頭鹼對照品溶液

取新鳥頭鹼對照品(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  $4^{\circ}\text{C}$ 。

#### 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

取鹼式硝酸铋  $0.85\,\mathrm{g}$ ,溶解於  $10\,\mathrm{mL}$  冰醋酸和  $40\,\mathrm{mL}$  水的混合溶液。溶液 B

取碘化鉀 4g,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  $2.0 \,\mathrm{g}$ ,置 50-mL 錐形瓶中,加 9.1% (w/v) 氨溶液  $3 \,\mathrm{mL}$  和乙醚  $25 \,\mathrm{mL}$ ,加蓋,置冰浴中超聲 ( $300 \,\mathrm{W}$ )處理  $30 \,\mathrm{分鐘}$ 。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  $0.5 \,\mathrm{mL}$  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  $4 \mu L$ 、次烏頭鹼對照品溶液  $4 \mu L$ 、新烏頭鹼對照品溶液  $4 \mu L$  和供試品溶液  $8 \mu L$ ,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

川目舟

土木香 Inulae Radix

Cirsii Japonici Herl 大薊

仙鶴草 Agrimoniae Herba

救必應

Selaginellae Doederleinii Herba

附子 (生)

中,預先飽和 10 分鐘,再將薄層板置展開劑的槽中,展開約  $8 \, \mathrm{cm}$ ,取出,標記溶劑前沿,晾乾。均匀噴上顯色劑,晾乾。置可見光下檢視,並計算  $R_{\mathrm{f}}$  值。

圖 4 化學結構式 (i) 鳥頭鹼 (ii) 次鳥頭鹼 (iii) 新鳥頭鹼

Litseae Fructu 華澄茄

Pseudolaricis Cortex 土莉皮

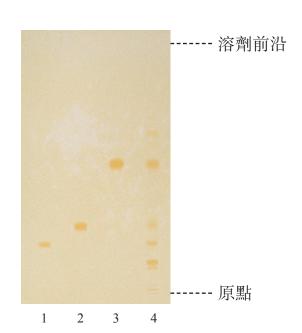
Bolbostemmatis Rhi

Bufonis Venenum 蟾園

rae Japonicae I

Citri Exocarpium 附子(生) 厚朴花

月季花 Rosae Chinensis Flos



**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. 新鳥頭鹼對照品溶液 2. 鳥頭鹼對照品溶液
- 3. 次鳥頭鹼對照品溶液 4. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與鳥頭鹼、次鳥頭鹼和新鳥頭鹼色澤相同、 $R_{\rm f}$ 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)

取鳥頭鹼對照品 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)

取次鳥頭鹼對照品 0.5~mg,溶解於 10~mL 甲醇含 0.01% 鹽酸中。保持於 約  $4^{\circ}\text{C}$ 。

新鳥頭鹼對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取新鳥頭鹼對照品 0.5 mg,溶解於 10 mL 甲醇含 0.01% 鹽酸中。保持於 約  $4^{\circ}\mathrm{C}$ 。

穿山龍

Fritillariae Cirrhosae Bulbus

枸骨

山鶴草 Ilicis Rotundae Cor

石上柏 骨碎補

土木香 Inulae Radix

Mauix Polyporus 物名へ

附子 (生)

#### 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  $3000 \times g$ )。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  $40^{\circ}$ 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- $\mu$ 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; $4.6 \times 250$  mm 十八 烷基鍵合硅膠 $(5 \mu m)$ 填充柱;柱溫  $30^{\circ}C$ ;流速約 1.0 mL/min。色譜洗脱程序如下(表 1):

表1 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.2% 醋酸 * (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脱
0 - 44	79 → 69	21 31	綫性梯度
44 - 65	$69 \rightarrow 65$	$31 \rightarrow 35$	綫性梯度

<sup>\*</sup>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

分別吸取鳥頭鹼、次鳥頭鹼、新鳥頭鹼對照品溶液 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 色譜圖中鳥頭鹼峰、次鳥頭鹼峰和新鳥頭鹼峰的保留時間,及供試品溶液

agnoliae Officinalis Fi 厚朴花

月季花 Rosae Chinensis Flos 全銀花

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	$\pm~0.03$
2	0.68	$\pm~0.03$
3 (新鳥頭鹼)	0.90	$\pm~0.05$
4(指標成份峰,次鳥頭鹼)	1.00	-
5 (烏頭鹼)	1.06	± 0.03

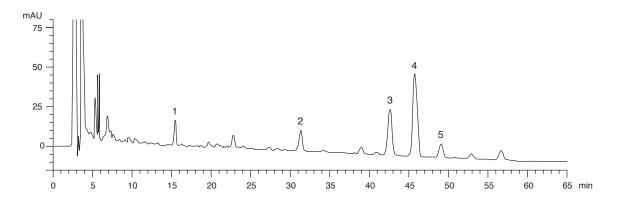


圖6 附子(生)提取液對照指紋圖譜

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)。

Nelumbinis Receptaculum 蓮房 穿山龍

Fritillariae Circhaeae Bulbus

枸骨葉

仙鶴草 Agrimoniae Herba icis Rotundae Corte 救必應 石上柏 骨碎補

土木香 Inulae Radix

Polyporus 豬苓

附子 (生)

# 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  $4^{\circ}$ C。

noniae Caulis 橘糸 り券木 Citri Exocarpiu **附子 (生)** 

橘紅 Exocarpium Rubrum (井)

厚朴花

月季花 Rosae Chinensis Flos 金銀花

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  $5 \times 8 \times 10 \times 20 \times 50$  mg/L;含次烏頭鹼分別為  $10 \times 20 \times 50 \times 100 \times 500$  mg/L 和含新烏頭鹼分別為  $10 \times 20 \times 50 \times 100 \times 500$  mg/L 系列的混合對照品溶液。保持於約  $4^{\circ}$ 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  $3000 \times g$ )。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  $40^{\circ}$ 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- $\mu$ 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  $\mu$ m) 填充柱;柱溫 30°C;流速約 1.0 mL/min。色譜洗脱程序如下(表 3):

表 3 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.2% 醋酸 * (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脱
0 - 44	$79 \rightarrow 69$	$21 \rightarrow 31$	綫性梯度
44 – 65	$69 \rightarrow 65$	$31 \rightarrow 35$	綫性梯度

<sup>\*</sup>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。

附子 (生)

供試品測試中鳥頭鹼峰、次鳥頭鹼峰和新鳥頭鹼峰分別與其鄰近峰之間的分 離度均應不低於15。

### 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。分別以鳥頭鹼、次鳥頭鹼和新鳥頭鹼的峰面積 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 鹼和新鳥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鳥頭鹼峰、次鳥頭鹼峰和新鳥頭鹼峰。二色譜圖中 鳥頭鹼、次鳥頭鹼和新鳥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鳥頭鹼、次鳥頭鹼和新 鳥頭鹼的濃度(mg/L),並計算樣品中鳥頭鹼、次鳥頭鹼和新鳥頭鹼的百分含 量。

### 限度

按乾燥品計算,本品含鳥頭鹼 $(C_{34}H_{47}NO_{11})$ 、次鳥頭鹼 $(C_{33}H_{45}NO_{10})$ 和新鳥頭 鹼(C33H45NO11) 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。