

川烏(生)



圖 1 川烏(生)外觀圖

A. 川烏(生) B. 母根橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Aconiti Radix (unprocessed)

中文名：川烏(生)

漢語拼音名：Chuanwu (Sheng)

2. 來源

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

3. 性狀

本品呈不規則的圓錐形，稍彎曲，頂端常有殘莖，中部多向一側膨大，長2-7.5 cm，直徑12-30 mm。表面棕色或灰棕色，皺縮，有小瘤狀側根及子根痕。質堅實，斷面類白色至灰黃色，形成層環紋呈多角形。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、長橢圓形或類三角形，胞腔較大；內皮層不明顯。韌皮部散有篩管群，內側偶見纖維束。形成層環呈類多角形。其內側偶有1至數個異型維管束。木質部導管多列，呈徑向或“V”形排列。髓部明顯。薄壁細胞充滿澱粉粒(圖2)。

粉末

淺棕色至棕色。單粒澱粉粒球形、長圓形或腎形，直徑3-25 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62-280 μm，直

徑 49-117 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 12-70 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)。

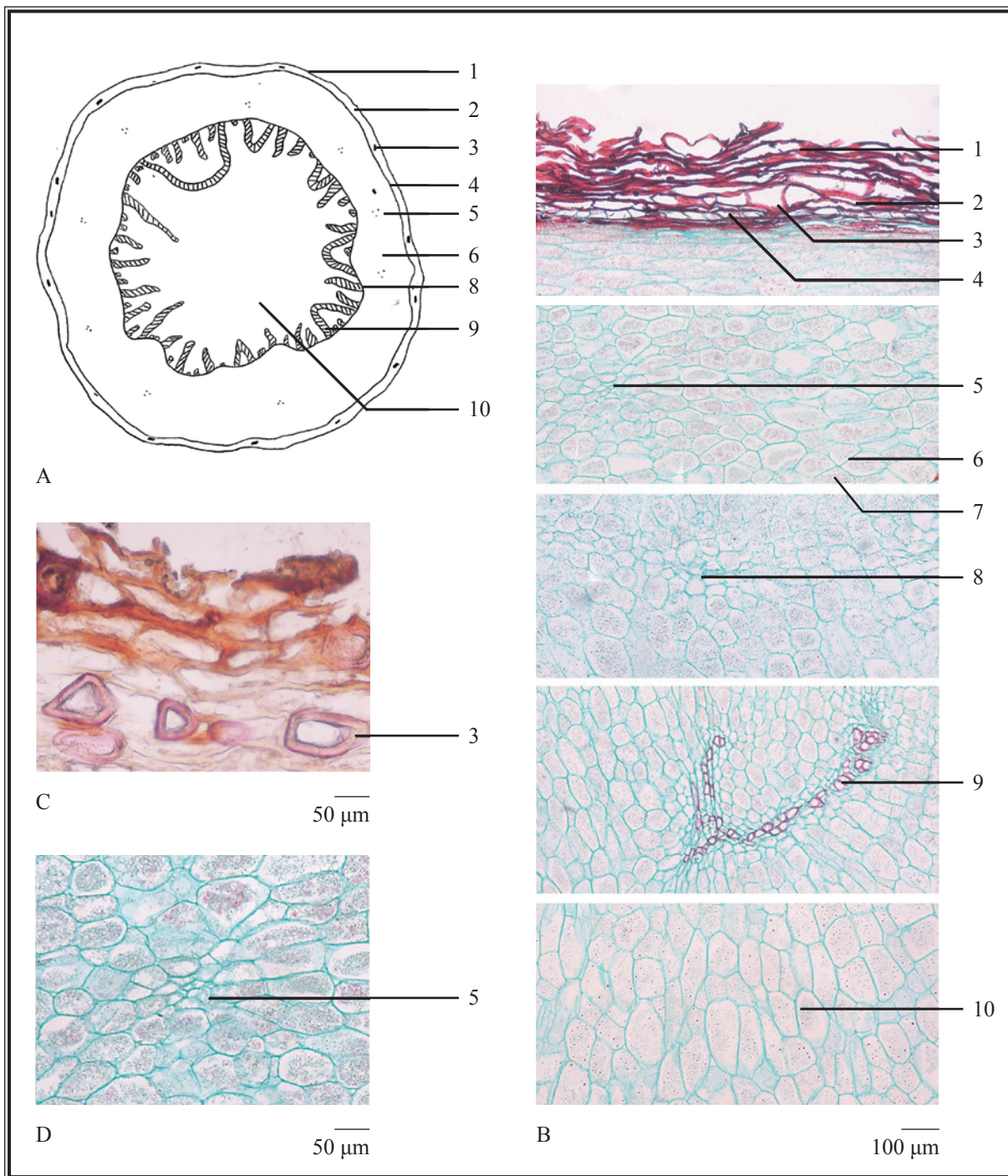


圖 2 川烏(生)橫切面顯微特徵圖

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. 韌皮部
- 7. 澱粉粒 8. 形成層 9. 木質部 10. 髓

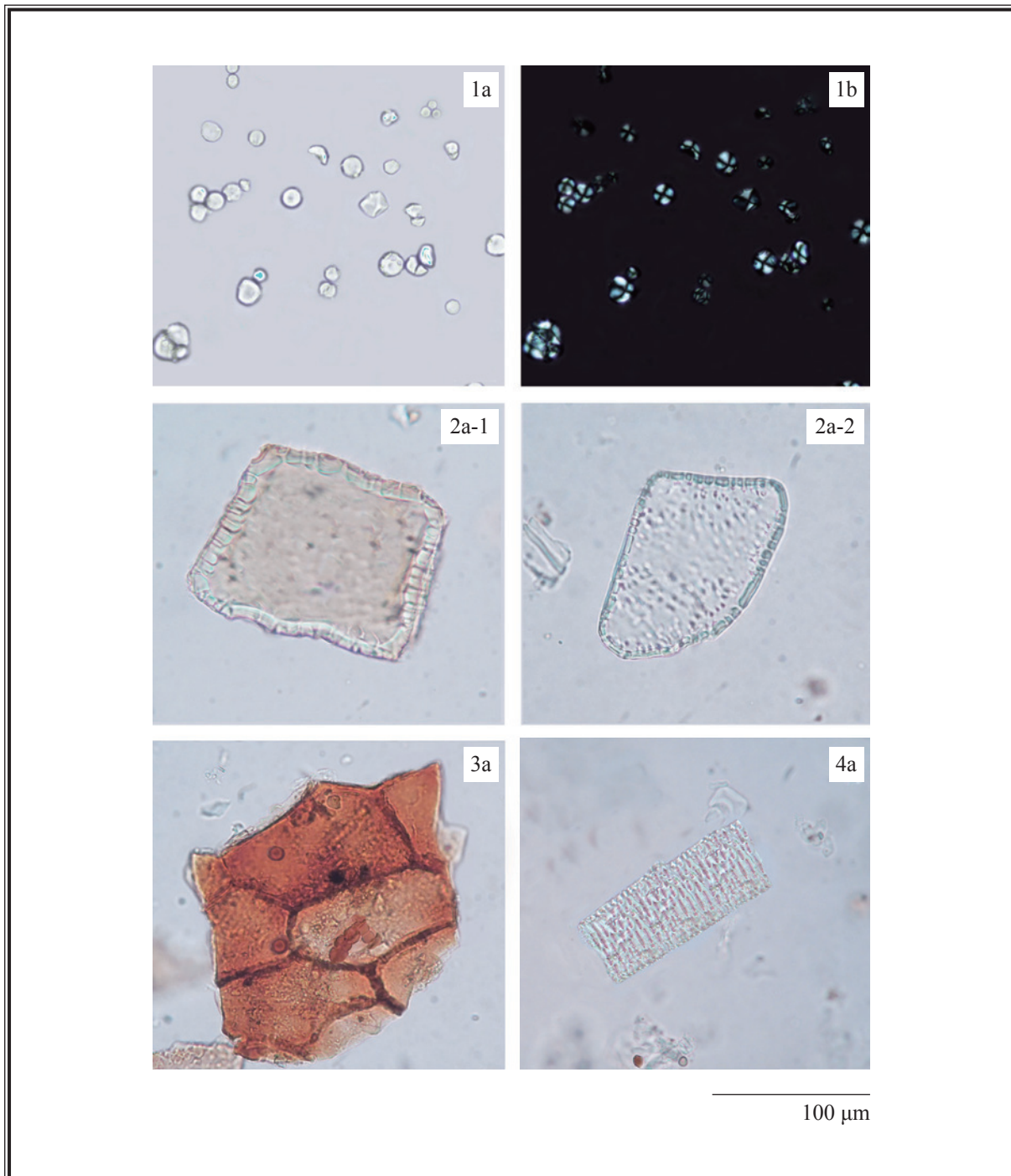


圖 3 川烏(生) 粉末顯微特徵圖

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

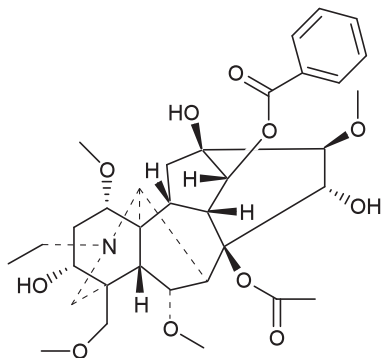
取本品粉末 2.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 9.1% (w/v) 氨溶液 3 mL 和乙醚 25 mL，加蓋，置冰浴中超聲(300 W)處理 30 分鐘。濾過，取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 0.5 mL 乙酸乙酯，即得。

操作程序

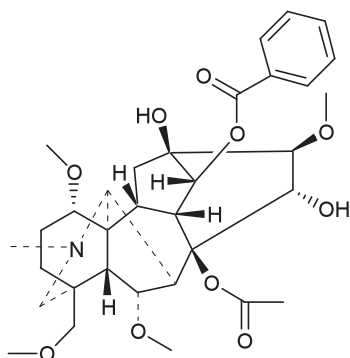
照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取烏頭鹼對照品溶液 4 μL、次烏頭鹼對照品溶液 4 μL、新烏頭鹼對照品溶液 4 μL 和供試品溶液 8 μL，點於同一高效矽膠 G60 薄層板上。加上上述新製備的展開劑置雙槽層析缸一槽中，加 9.1% (w/v) 氨溶液於另一槽內，將薄層板懸掛於雙槽層析缸中，

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)

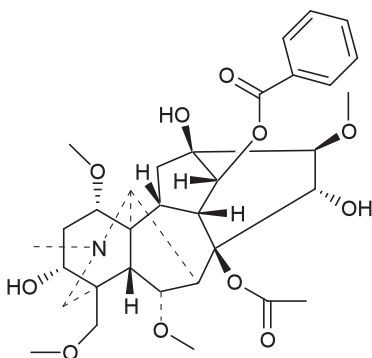


圖 4 化學結構式 (i) 烏頭鹼 (ii) 次烏頭鹼 (iii) 新烏頭鹼

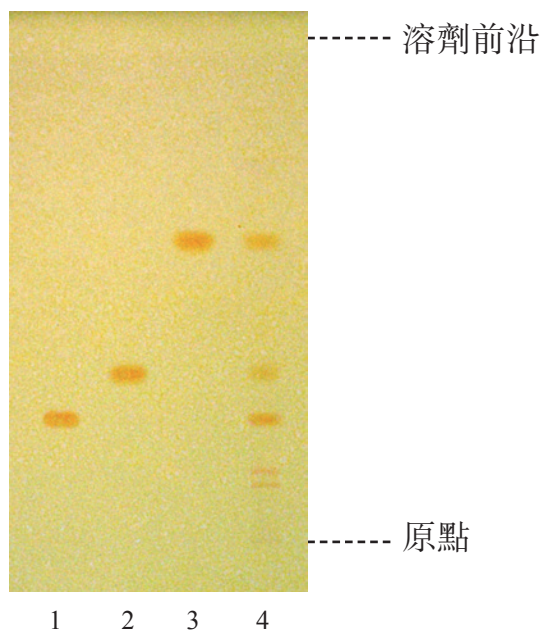


圖 5 川烏(生)提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

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 (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- 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 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。

川烏(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 川烏(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	0.68	± 0.03
2 (新烏頭鹼)	0.89	± 0.05
3 (指標成份峰,次烏頭鹼)	1.00	-
4 (烏頭鹼)	1.05	± 0.03
5	1.18	± 0.03

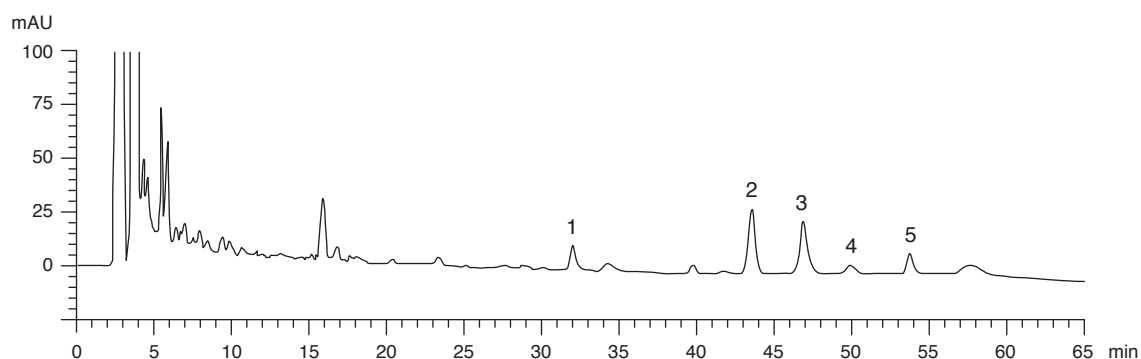


圖 6 川烏(生)提取液對照指紋圖譜

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 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(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 9.0%。

酸不溶性灰分：不多於 1.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 12.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(熱浸法)：不少於 37.0%。

醇溶性浸出物(熱浸法)：不少於 19.0%。

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 5、10、20、50、100 mg/L 和含新烏頭鹼分別為 10、20、50、100、200 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- 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 10 mg/L、次烏頭鹼 20 mg/L 和新烏頭鹼 50 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 0.056% 至 0.12%。

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。