

## 京制制草乌

Jingzhi Zhicaowu

【药材来源】 本品为毛茛科植物北乌头 *Aconitum kusnezoffii* Reichb. 的干燥块根。秋季茎叶枯萎时采挖，除去须根及泥沙，干燥。以个大、肥壮、质坚实、断面色灰白者为佳。

【炮制】取原药材，除去杂质，大小分开，浸泡 10~12 天，每日换水二次，轻轻搅拌，泡至口尝无麻辣感为度，洗净，取出，加甘草银花水用武火煮 3~4 小时，随时翻动，以内无白心为度，取出，晒 4~5 成干，切厚片，干燥，筛去碎屑。

每 100kg 草乌，用甘草 5kg、金银花 2kg。

甘草银花水制法 取串碎的甘草 5kg、金银花 2kg，加水适量，煎煮二次，第一次 2 小时、第二次 1 小时，合并煎液，滤过，取滤液（约 50L）。

【性状】 本品为不规则圆形或近三角形厚片。表面黑褐色，有灰白色多角形形成层环及点状维管束，并有空隙，周边皱缩或弯曲。质脆。气微，味微辛辣，稍有麻舌感。

【鉴别】（1）取本品粉末 2g，加氨试液 2ml 润湿，加乙醚 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加二氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品、苯甲酰新乌头原碱对照品，加异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（6.4:3.6:1）为展开剂，置氨蒸气饱和 20 分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2) 取本品粉末 10g, 加乙醚 40ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 药渣加甲醇 30ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 40ml 使溶解, 用正丁醇振摇提取 3 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 用水洗涤 3 次, 每次 20ml, 弃去水液, 正丁醇液蒸干, 残渣加甲醇 5ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取甘草对照药材 1g, 同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典 2020 年版通则 0502) 试验, 吸取供试品溶液 5 $\mu$ l、对照药材溶液 1~2 $\mu$ l, 分别点于同一用 1% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15:1:1:2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 置紫外光灯(365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 水分 不得过 12.0% (中国药典 2020 年版通则 0832 第二法)。

双酯型生物碱 照〔含量测定〕项下色谱条件、供试品溶液的制备方法试验。

对照提取物溶液的制备 取乌头双酯型生物碱对照提取物适量, 精密称定, 加异丙醇-三氯甲烷(1:1) 混合溶液制成每 1ml 含 50 $\mu$ g 的溶液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照提取物溶液与〔含量测定〕项下的供试品溶液各 10 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品含双酯型生物碱以乌头碱( $C_{34}H_{47}NO_{11}$ )、次乌头碱( $C_{33}H_{45}NO_{10}$ ) 和新乌头碱( $C_{33}H_{45}NO_{11}$ ) 的总量计, 不得过 0.040%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(中国药典 2020 年版通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈-四氢呋喃(25:15) 为流动相 A, 以 0.1mol/L 醋酸铵溶液(每 1000ml 加冰醋酸 0.5ml) 为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 检测波长为 235nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0 ~ 48	15→26	85→74
48 ~ 49	26→35	74→65
49 ~ 58	35	65
58 ~ 65	35→15	65→85

**对照品溶液的制备** 取苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品、苯甲酰新乌头原碱对照品适量，精密称定，加异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液制成每 1ml 含苯甲酰乌头原碱 20 $\mu$ g、苯甲酰次乌头原碱 0.1mg、苯甲酰新乌头原碱 80 $\mu$ g 的混合溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品粉末（过三号筛）约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加氨试液 3ml，精密加入异丙醇-乙酸乙酯（1:1）混合溶液 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz；水温在 25℃以下）30 分钟，放冷，再称定重量，用异丙醇-乙酸乙酯（1:1）混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液 25ml，40℃以下减压回收溶剂至干，残渣精密加入异丙醇-三氯甲烷（1:1）混合溶液 3ml 溶解，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含苯甲酰乌头原碱（C<sub>32</sub>H<sub>45</sub>NO<sub>10</sub>）、苯甲酰次乌头原碱（C<sub>31</sub>H<sub>43</sub>NO<sub>9</sub>）和苯甲酰新乌头原碱（C<sub>31</sub>H<sub>43</sub>NO<sub>10</sub>）的总量应为 0.020% ~ 0.070%。

**【性味与归经】** 辛、苦，热；有毒。归心、肝、肾、脾经。

**【功能与主治】** 祛风除湿，温经止痛。用于风寒湿痹，关节疼痛，心腹冷痛，寒疝作痛，麻醉止痛。

**【用法与用量】** 1.5 ~ 3g，宜先煎、久煎。

**【注意】** 孕妇慎用；不宜与贝母类、半夏、白及、白蔹、天花粉、瓜蒌类同用。

【贮藏】 置通风干燥处，防蛀。