

炮天雄质量标准研究

李德斌^{1,2}, 黄志芳², 刘云华², 刘玉红², 陈燕², 易进海^{2*}

(1. 成都中医药大学, 成都 611137; 2. 四川省中医药科学院, 成都 610041)

[摘要] 目的: 建立炮天雄的质量标准。方法: 采用薄层色谱法对苯甲酰新乌头原碱进行定性研究; 采用高效液相色谱方法, 选用 Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 柱温 35 °C, 流动相 A 为 0.1 mol·L⁻¹ 醋酸铵溶液(每 1 000 mL 加冰醋酸 0.5 mL), B 为四氢呋喃-乙腈(15:25), 梯度洗脱, 体积流量 1 mL·min⁻¹, 检测波长 235 nm。结果: 炮天雄中水分分为 10.1% ~ 12.3%; 定性鉴别专属性强; 苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱、新乌头碱、次乌头碱和乌头碱分别在 0.049 4 ~ 1.976, 0.023 32 ~ 0.932 8, 0.049 95 ~ 1.998, 0.024 46 ~ 0.978 56, 0.024 91 ~ 0.996 48, 0.022 02 ~ 0.880 8 μg 进样量呈良好线性关系, *r* 均为 0.999 9; 平均回收率分别为 98.79%, 100.66%, 97.06%, 97.91%, 103.58%, 102.77%; RSD 分别为 1.90%, 2.23%, 1.91%, 1.96%, 1.08%, 2.19%。结论: 该方法操作简便, 结果准确, 可作为炮天雄的质量控制方法。

[关键词] 炮天雄; 酯型生物碱; 质量标准; 薄层色谱; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)23-0146-05

[doi] 10.11653/syfyj2013230146

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20130924.1433.001.html>

[网络出版时间] 2013-09-24 14:33

Study on the Quality Standard for Processed *Aconitum Carmichaeli*

LI De-bin^{1,2}, HUANG Zhi-fang², LIU Yun-hua², LIU Yu-hong², CHEN Yan², YI Jin-hai^{2*}

(1. Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China;

2. Sichuan Academy of Chinese Medicine Sciences, Chengdu 610041, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the quality standards for Chinese medicine processed *Aconitum carmichaeli* (Tuber of *Aconitum armichaeli*). **Method:** Benzoylmesaconine was identified by TLC method. Monoester alkaloids and diester type alkaloids were determined by HPLC method. HPLC condition was as follows: The Eclipse XDB-C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column was used; the column temperature was maintained at 35 °C. The mobile phase system was 0.1 mol·L⁻¹ ammonium acetate (per 1 000 mL contains 0.5 mL glacial

[收稿日期] 20130504(008)

[基金项目] 国家重点基础研究发展计划(973 计划)项目(2009CB522804)

[第一作者] 李德斌, 在读硕士, 从事中药化学成分与质量标准研究, Tel:15928127934, E-mail:396917203@qq.com

[通讯作者] * 易进海, 博士, 研究员, 从事中药化学成分与质量评价研究, Tel:028-85210843, E-mail:yijinhai63@163.com

[6] 徐鹏翔, 贾卫民, 毕良武, 等. 中国新疆椒样薄荷油的化学成分分析和品质研究 [J]. 林产化学与工业, 2003, 23(1): 43.

[7] 魏兴国, 董岩. 野生薄荷挥发油成分的 GC-MS 分析 [J]. 烟台师范学院学报, 2003, 19(2): 116.

[8] 梁呈元, 佟海英. 水蒸气蒸馏与超临界 CO₂ 萃取法提取薄荷油的化学成分比较 [J]. 林产化学与工业, 2007, 27(1): 81.

[9] 张玉朋, 张莹, 容蓉, 等. 气相色谱质谱联用结合保留指数分析薄荷挥发油成分 [J]. 山东中医药大学学

报, 2011, 35(3): 247.

[10] 颜永刚, 郭晓恒, 邓翀. 云南产野生和栽培薄荷中挥发油的 GC-MS 比较分析 [J]. 中草药, 2011, 42(6): 1090.

[11] 王文凯, 贾静, 张正, 等. 薄荷品种、采收加工和包装贮藏研究进展 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(13): 307.

[责任编辑 邹晓翠]

acetic acid, phase A) and tetrahydrofuran-acetonitrile (15:25, phase B) with gradient elution. The flow rate was 1 mL·min⁻¹. The detection wavelength was set at 235 nm. **Result:** The water content was ranged from 10.1% to 12.3%. The qualitative identification was specific. Benzoylmesaconine, benzoylaconine, benzoylhypaconine, mesaconitine, hypaconitine and aconitine showed good linear relationship in the range of 0.049 4-1.976, 0.023 32-0.932 8, 0.049 95-1.998, 0.024 46-0.978 56, 0.024 91-0.996 48, 0.022 02-0.880 8 μg respectively ($r = 0.999 9$ for all six substances). The average recovery rates of benzoylmesaconine, benzoylaconine, benzoylhypaconine, mesaconitine and hypaconitine were 98.79%, 100.66%, 97.06%, 97.91%, 103.58% and 102.77% respectively with RSD of 1.90%, 2.23%, 1.91%, 1.96%, 1.08% and 2.19% respectively. **Conclusion:** The method is simple, reproducible and accurate; it can be used as the quality control methods of the Chinese medicine processed *Aconitum carmichaeli*.

[**Key words**] processed *Aconitum carmichaeli*; ester-type alkaloids; quality standard; thin-layer chromatography; high performance liquid chromatography

炮天雄为毛茛科植物乌头的子根的炮制加工品,与附子同源,为附子商品饮片规格之一^[1]。《神农本草经》记载炮天雄功效主要有温阳、止痛、祛风,目前中国大陆使用较少,但港澳、东南亚地区仍习惯沿用炮天雄入方治疗元阳素虚、肾亏阳虚证患者。其主要毒/效成分为乌头类生物碱,其中双酯型生物碱有乌头碱,次乌头碱,新乌头碱,单酯型生物碱有苯甲酰乌头原碱,苯甲酰次乌头原碱和苯甲酰新乌头原碱等^[2]。天雄自《神农本草经》载为下品以来,已沿用近2 000年。后代医药方书如《名医别录》、《药性论》等均记载“有大毒”,临床应用前均须炮制^[3-4],炮制方法各异。炮天雄的现代研究较少,仅见药效、毒性、基源的相关研究^[5-6]。本文旨在制定炮天雄的质量标准,建立薄层色谱鉴别和高效液相色谱法测定6种酯型生物碱含量的方法,制定合理的含量限度标准,保证炮天雄质量可控、安全有效。

1 材料

Agilent 1200 型高效液相色谱仪系列(美国安捷伦),KQ-300 型超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司),AUW220D 型 1/10 万电子天平(日本岛津),Sigma3K15 型高速冷冻离心机(德国 Sigma),Milli-Q Integral 3 超纯水机(美国 Millipore)。选择个大的泥附子,洗净,浸入食用胆巴的水溶液中数日,连同浸液煮至透心,捞出,水漂,剥皮修型,再用水漂制,姜汁浸泡,取出,蒸透,烤制至酥脆,得实验用炮天雄。

乌头碱(批号 110720-200410)、次乌头碱(批号 110798-200404,含量以 99.8% 计)、新乌头碱(批号 110799-200404)、苯甲酰新乌头原碱(批号 111795-200901,含量以 99.6% 计)、苯甲酰乌头原碱(批号

111794-200901,含量以 98.6% 计)、苯甲酰次乌头原碱(批号 111796-201002,含量以 97.3% 计)均购自中国药品生物制品检定所;水为超纯水,乙腈、四氢呋喃为色谱纯,其余试剂均为分析纯。

本实验收集到不同批次的炮天雄样品共 13 批,来源于四川江油中坝附子科技发展有限公司、四川佳能达攀西药业有限公司等,经四川省中医药科学院舒光明研究员鉴定为毛茛科植物乌头 *Aconitum carmichaelii* Debx. 的子根的炮制品。

2 方法与结果

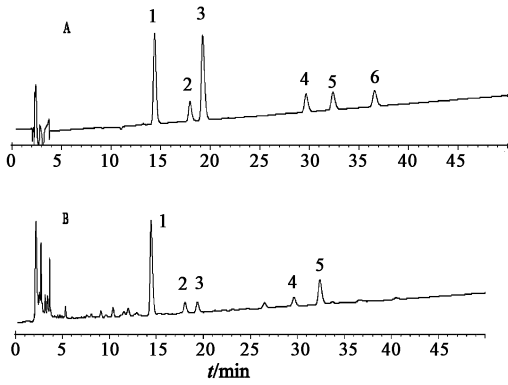
2.1 薄层色谱鉴别^[1] 取本品粉末 5 g,加氨试液 6 mL 润湿,加乙醚 50 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液挥干,残渣加无水乙醇 0.5 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取苯甲酰新乌头原碱对照品,加乙醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VI B)试验,吸取供试品溶液 10~20 μL 和对照品溶液 5 μL,分别点于同一硅胶 g 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯-甲醇(6:4:2)为展开剂,置氨蒸气饱和 20 min 的展开缸内,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与苯甲酰新乌头原碱对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

2.2 水分测定 照 2010 年版《中国药典》一部附录 IX H 水分测定法第一法(烘干法)测定。13 批炮天雄水分为 10.1%~12.3%,故暂定本品水分不得过 15.0%。

2.3 含量测定

2.3.1 色谱条件^[1] Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm),流动相 0.1 mol·L⁻¹ 醋酸铵溶液(每 1 000 mL 溶液加冰醋酸 0.5 mL)(A),四氢呋喃-乙腈(15:25)(B),流速 1 mL·min⁻¹,梯度洗脱

(0 ~ 48 min, 15% ~ 26% B; 48 ~ 49 min, 26% ~ 35% B; 49 ~ 58 min, 35% B; 58 ~ 68 min, 35% ~ 15% B), 柱温 35 °C, 检测波长 235 nm, 进样量 20 μL。对照品溶液及供试品溶液的色谱图见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; 1. 苯甲酰新乌头原碱;
2. 苯甲酰乌头原碱; 3. 苯甲酰次乌头原碱; 4. 新乌头碱;
5. 次乌头碱; 6. 乌头碱

图 1 炮天雄 HPLC

2.3.2 对照品溶液的制备^[7] 精密称取对照品新乌头碱 5.56 mg、次乌头碱 5.20 mg、乌头碱 7.34 mg、苯甲酰新乌头原碱 9.92 mg、苯甲酰次乌头原碱 10.27 mg、苯甲酰乌头原碱 5.91 mg, 分别置 10 mL 量瓶中, 加 0.05% 盐酸甲醇溶液溶解稀释至刻度, 摇匀。分别精密吸取上述对照品溶液新乌头碱 0.44 mL、次乌头碱 0.48 mL、乌头碱 0.30 mL、苯甲酰新乌头原碱 0.50 mL、苯甲酰次乌头原碱 0.50 mL、苯甲酰乌头原碱 0.40 mL, 置同一 10 mL 量瓶中, 加 0.05% 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 即得。

2.3.3 供试品溶液的制备^[1] 取炮天雄粉末(过三号筛)约 2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加氨试液 3 mL 润湿, 精密加入异丙醇-乙酸乙酯(1:1)混合溶液 50 mL, 称定质量, 超声处理(功率 300 W, 频率 40 kHz, 水温在 25 °C 以下)30 min, 放冷, 再称定质量, 用异丙醇-乙酸乙酯(1:1)混合溶液补足减失的质量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液 25 mL, 40 °C 以下减压回收溶剂至干, 残渣精密加入 0.05% 盐酸溶液 2 mL 溶解, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.3.4 线性关系考察 对照品溶液精密吸 1, 2, 5, 10, 15, 20, 40 μL, 注入液相色谱仪中, 以对照品峰面积(A)为纵坐标(Y), 进样量(μg)为横坐标(X), 进行线性回归, 得回归方程, $Y_{\text{新乌头碱}} = 1\ 205.21X + 1.28$, $Y_{\text{次乌头碱}} = 1\ 236.18X - 2.46$, $Y_{\text{乌头碱}} = 1\ 235.58X - 3.93$, $Y_{\text{苯甲酰新乌头原碱}} = 1\ 143.45X - 2.52$,

$Y_{\text{苯甲酰次乌头原碱}} = 1\ 196.52X - 2.14$, $Y_{\text{苯甲酰乌头原碱}} = 1\ 272.40X - 10.49$ ($r = 0.999\ 9$)。表明新乌头碱、次乌头碱、乌头碱、苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱分别在 0.024 46 ~ 0.978 56, 0.024 91 ~ 0.996 48, 0.022 02 ~ 0.880 8, 0.049 4 ~ 1.976, 0.023 32 ~ 0.932 8, 0.049 95 ~ 1.998 μg 均呈良好线性关系。

2.3.5 检测限与定量限 在 2.3.1 色谱条件下, 当信噪比是 3 时, 得双酯型生物碱(乌头碱、次乌头碱和新乌头碱)的检测限为 5 ng, 单酯型生物碱(苯甲酰次乌头原碱、苯甲酰乌头原碱和苯甲酰新乌头原碱)的检测限为 4 ng; 当信噪比是 10 时, 得双酯型生物碱(次乌头碱、新乌头碱和乌头碱)的定量限为 15 ng, 单酯型生物碱(苯甲酰乌头原碱、苯甲酰新乌头原碱和苯甲酰次乌头原碱)的定量限为 13 ng。

2.3.6 精密度试验 精密吸取供试品溶液(9#) 20 μL, 注入液相色谱仪, 重复进样 6 次, 结果次乌头碱、苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱的 RSD 分别为 1.89%, 0.31%, 1.08%, 0.78%, 表明仪器精密度良好。

2.3.7 稳定性试验 取同一供试品溶液(9#), 于 0, 2, 4, 6, 12, 24 h 分别进样 20 μL, 在 2.3.1 色谱条件下, 次乌头碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰次乌头原碱 RSD 分别为 1.68%, 1.12%, 0.30%, 0.55%, 新乌头碱和乌头碱未检出, 结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.3.8 重复性试验 照含量测定项下操作, 对同一批样品(12#)进行多次测定, 计算含量和 RSD, 测得新乌头碱 $1.677 \times 10^{-3}\%$ (RSD 0.43%), 次乌头碱 $4.534 \times 10^{-3}\%$ (RSD 0.80%), 苯甲酰乌头原碱 $1.746 \times 10^{-3}\%$ (RSD 0.74%), 苯甲酰新乌头原碱 $13.44 \times 10^{-3}\%$ (RSD 1.45%), 苯甲酰次乌头原碱 $1.694 \times 10^{-3}\%$ (RSD 2.04%), 表明该方法重复性良好。

2.3.9 加样回收率试验 取已知含量的样品(12#)约 1.0 g, 共 6 份, 精密称定, 准确加入所测成分约等量的对照品, 照含量测定项下操作, 计算加样回收率。测得次乌头碱、新乌头碱、乌头碱、苯甲酰乌头原碱、苯甲酰新乌头原碱和苯甲酰次乌头原碱平均回收率分别为 103.58% (RSD 1.08%), 97.91% (RSD 1.96%), 102.77% (RSD 2.19%), 100.66% (RSD 2.23%), 98.79% (RSD 1.90%), 97.06% (RSD 1.91%)。见表 1。

表1 炮天雄中6种成分加样回收率试验

成分	样品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /mg	平均回 收率/%	RSD /%
苯甲酰新 乌头原碱	0.127 3	0.132 0	0.261 9	101.94	98.79	1.90
	0.136 1	0.132 0	0.266 9	99.13		
	0.133 6	0.132 0	0.264 6	99.23		
	0.135 0	0.132 0	0.263 5	97.29		
	0.132 7	0.132 0	0.262 8	98.61		
	0.130 1	0.132 0	0.257 6	96.54		
苯甲酰次 乌头原碱	0.016 0	0.015 1	0.030 3	94.60	97.06	1.91
	0.017 2	0.015 1	0.031 9	97.82		
	0.016 8	0.015 1	0.031 6	97.63		
	0.017 0	0.015 1	0.032 0	99.60		
	0.016 7	0.015 1	0.031 1	95.17		
	0.016 4	0.015 1	0.031 1	97.52		
苯甲酰 乌头原碱	0.016 5	0.016 0	0.032 4	99.00	100.66	2.23
	0.017 7	0.016 0	0.033 4	98.54		
	0.017 4	0.016 0	0.033 9	103.65		
	0.017 5	0.016 0	0.033 9	102.28		
	0.017 2	0.016 0	0.033 6	101.98		
	0.016 9	0.016 0	0.032 7	98.49		
新乌头碱	0.015 9	0.015 8	0.031 7	100.23	97.91	1.96
	0.017 0	0.015 8	0.032 6	98.59		
	0.016 7	0.015 8	0.031 6	64.58		
	0.016 8	0.015 8	0.032 4	98.65		
	0.016 6	0.015 8	0.031 9	97.10		
	0.016 2	0.015 8	0.031 8	98.33		
次乌头碱	0.042 9	0.047 4	0.091 9	103.12	103.58	1.08
	0.045 9	0.047 4	0.094 6	102.68		
	0.045 1	0.047 4	0.094 7	104.62		
	0.045 6	0.047 4	0.095 1	104.40		
	0.044 8	0.047 4	0.094 4	104.63		
	0.043 9	0.047 4	0.092 4	102.05		
乌头碱	0.000 0	0.021 0	0.020 7	98.58	102.77	2.19
	0.000 0	0.021 0	0.022 0	104.57		
	0.000 0	0.021 0	0.021 9	104.49		
	0.000 0	0.021 0	0.021 7	103.24		
	0.000 0	0.021 0	0.021 8	103.66		
	0.000 0	0.021 0	0.021 4	102.07		

2.3.10 样品含量测定^[8-9] 取炮天雄粉末(过三号筛)约2g,如**2.3.3**制备供试品溶液,照**2.3.1**色谱条件试验,测定13批炮天雄中6种酯型生物碱的含量,再根据相应样品的水分含量,换算成以干燥品

计算含单酯型生物碱的总量,结果见表2。

3 讨论

3.1 薄层鉴别 参考《中国药典》一部附子的薄层色谱方法进行鉴别,发现药典展开剂正己烷-乙酸乙酯-甲醇(6.4:3.6:1)极性较小,Rf值偏小,经优化选择展开剂为正己烷-乙酸乙酯-甲醇(6:4:2),色谱分离效果好。此外,炮天雄中苯甲酰新乌头原碱含量相对较高,全部样品均能检出,TLC斑点清晰;苯甲酰次乌头原碱在部分样品中含量较低,未能检出;苯甲酰乌头原碱含量最低,多数样品斑点不清晰或检不出,故以苯甲酰新乌头原碱对照品为对照进行薄层鉴别。

3.2 含量测定^[10-11] 按药典方法测定了13批炮天雄中6种酯型生物碱的含量,分别计算双酯型和单酯型生物碱的总量,考虑到本品炮制加工的复杂性,本实验以双酯型生物碱的总量作为限度标准对炮天雄进行限量检查。根据表1的测定结果,建议本品含双酯型生物碱以新乌头碱、次乌头碱和乌头碱的总量计,不得过0.010%,该限量标准低于药典制附片中双酯型生物碱的含量($\leq 0.020\%$)。

由表1可见,11批炮天雄中单酯型生物碱总量为 $9.82 \times 10^{-3}\%$ ~ $36.57 \times 10^{-3}\%$,另2批样品的含量分别为 $3.95 \times 10^{-3}\%$, $54.79 \times 10^{-3}\%$,显著低于或高于多数样品的平均含量,存在炮制过度或炮制不足的嫌疑。建议本品按干燥品计算,含苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱和苯甲酰次乌头原碱的总量应为0.008%~0.040%。

13批炮天雄中单酯型生物碱总量幅度范围差异较大,根据药材来源统计分析,此结果与炮天雄产地有关,来自四川江油的药材(1~4#药材)单酯型生物碱总含量比较集中,其他产地来源药材单酯型生物碱总含量参差不齐;另外,炮天雄中单酯型生物碱总量还与炮制方法和炮制是否过度有关,如含量测定项中的第7,13批存在炮制不足或炮制过度的嫌疑。

3.3 对照品和供试品溶液 乌头碱类生物碱结构不稳定,甲醇、无水乙醇、乙酸乙酯、乙腈等多种溶剂均能使其结构转化,测定结果不易重复^[12]。本实验将混合对照品0.05%盐酸甲醇溶液于40℃分别放置0,7,15,22d,测定峰面积,考察其稳定性,表明以0.05%盐酸甲醇溶液作溶剂,6种酯型生物碱稳定性良好^[13],峰面积RSD均 $< 2\%$ 。供试品溶液按药典方法制备,但定容溶剂改为2mL0.05%的盐酸溶液,一方面为提高供试品溶液的浓度,同时加大进样

表 2 炮天雄样品含量测定

× 10⁻³%

No.	苯甲酰 新乌头原碱	苯甲酰 乌头原碱	苯甲酰 次乌头原碱	新乌头碱	次乌头碱	乌头碱	单酯型 生物碱	单酯型生物碱 (以干燥品计)	双酯型 生物碱
1	4.562	0.734	3.382	-	0.587	-	8.678	9.817	0.587
2	14.063	2.318	7.680	-	-	-	24.061	27.342	-
3	12.015	1.751	5.281	-	-	-	19.047	21.425	-
4	5.760	0.893	4.099	-	-	-	10.752	12.094	-
5	13.51	2.360	5.769	-	-	-	21.639	24.368	-
6	13.17	1.714	3.696	-	-	-	18.580	20.806	-
7	31.10	5.288	12.65	-	5.867	-	49.038	54.791	5.867
8	6.846	1.275	1.079	2.349	5.179	-	9.20	10.234	7.528
9	16.32	3.782	12.37	-	0.457	-	32.472	36.568	0.457
10	8.931	1.235	4.587	-	-	-	14.753	16.502	-
11	20.02	1.899	1.248	-	-	-	23.167	26.148	-
12	13.44	1.746	1.694	1.677	4.534	-	16.880	18.945	6.211
13	2.645	0.377	0.438	-	0.667	-	3.460	3.945	0.667

注：“-”示未检出。

量至 20 μL 也不影响色谱峰的峰形,若用甲醇或药典溶媒溶解,色谱峰变形,不利于样品分析。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:177.

[2] 黄志芳,易进海,陈东安,等. 制川乌 HPLC 特征图谱研究和 6 种酯型生物碱的含量测定[J]. 药物分析杂志,2011,31(2):217.

[3] 曹晖. 中药天雄炮制品的生物碱含量及其急性毒性(LD₅₀)变化的初步研究[J]. 基层中药杂志,1993,7(2):27.

[4] 曹晖,王春燕,王孝涛. 毒性中药天雄炮制历史沿革研究[J]. 中国中药杂志,1998,23(6):34.

[5] 张德昌. 对天雄基源的商讨[J]. 中药材,1985,2(1):46.

[6] 黄宫秀. 本草求真. 第 1 卷[M]. 上海:上海科学技术出版社,1979:25.

[7] 黄志芳,易进海,陈东安,等. 附片质量标准研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2011,17(14):49.

[8] 黄志芳,易进海,陈燕,等. 附子配伍和汤剂 pH 对 6 种酯型生物碱含量的影响[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(8):60.

[9] 黄志芳,唐小龙,刘云华,等. 附子提取液的稳定性研究[J]. 华西药理学杂志,2012,27(2):181.

[10] 梁学政,唐勇琛,吕建伟. 银翘感冒袋泡剂质量标准研究[J]. 中国药房,2010,21(35):3337.

[11] 刘文龙,宋凤瑞,刘志强,等. 川乌与半夏、瓜蒌、贝母、白蔹、白及配伍禁忌的化学研究[J]. 化学学报,2010,68(9):889.

[12] 张丰梅,鲁静,蒋渝,等. 川乌和制川乌中单酯及双酯型生物碱成分的含量测定[J]. 药物分析杂志,2005,25(7):807.

[13] 巍巍,李绪文,周洪玉,等. 3 种乌头原碱的 NMR[J]. 吉林大学学报:理学版,2010,48(1):127.

[责任编辑 顾雪竹]

天津中医药大学期刊编辑部 2014 年征订启事

《天津中医药》月刊,每期 8 元,年定价 96 元,联系电话:022-59596310,联系人:张震之。邮局订阅:邮发代号 6-83 电子邮件:zhongyiyao@vip.126.com, xuebaobj@126.com,网址:http://www.tjzhongyiyao.com,地址:天津市南开区鞍山西道 312 号,邮政编码:300193。

《天津中医药大学学报》双月刊,每期 6 元,年定价 36 元,联系电话:022-59596310,联系人:张震之。邮局订阅:邮发代号 6-153,电子邮件:xuebaobj@vip.126.com, xuebaotxd@126.com,网址:http://www.tjzhongyiyao.com,地址:天津市南开区鞍山西道 312 号,邮政编码:300193。