

酒大黄（唐古特大黄）配方颗粒

Jiudahuang (Tanggutedahuang) Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物唐古特大黄 *Rheum tanguticum* Maxim.ex Balf. 的干燥根和根茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取酒大黄（唐古特大黄）饮片 3300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 20%~30%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微，味苦而微涩。

【鉴别】 （1）取本品 0.1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，再加盐酸 1ml，加热回流 30 分钟，立即冷却，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加三氯甲烷 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄（唐古特大黄）对照药材 0.3g，加水 50ml，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣自“加甲醇 20ml”起，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、对照药材溶液、以及〔含量测定〕项下的对照品溶液各 6 μ l，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 H 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-甲酸乙酯-甲酸（15:3:1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，显相同的五个橙黄色荧光斑点。

（2）取本品 0.1g，研细，加甲醇 5ml，超声处理 15 分钟，离心，取上清液，作为供试品溶液。另取大黄（唐古特大黄）对照药材 0.5g，加水 50ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液减压浓缩至干，残渣自“加甲醇 5ml”起，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，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（20:3:2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，分别置日光和紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【特征图谱】 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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.6 μ m）；以甲醇为流动相 A，以 0.05% 磷酸溶液为流动相 B，按下表

中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.25ml；柱温为 35℃；检测波长为 265nm。理论板数按大黄酸峰计算应不低于 2000。

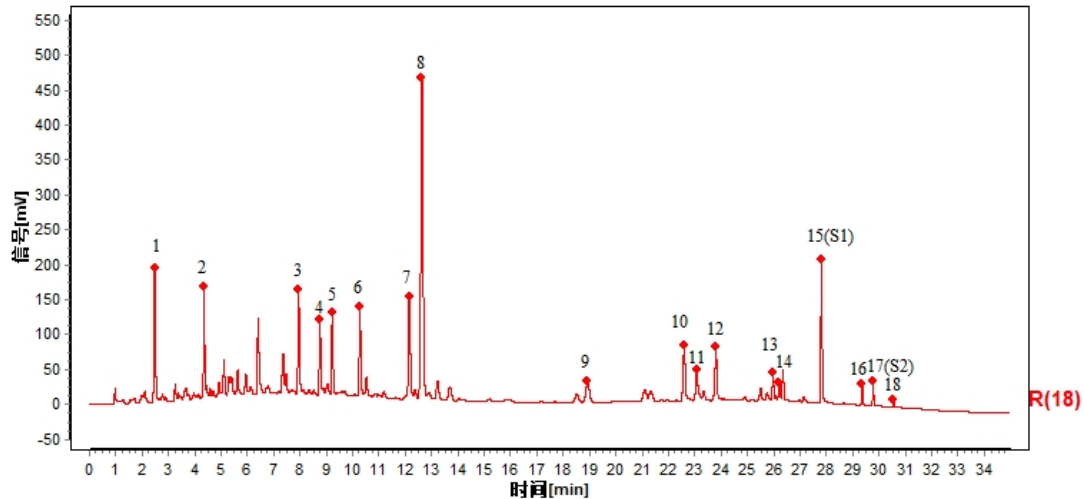
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	5→20	95→80
1~9	20→35	80→65
9~17	35→37	65→63
17~21	37→48	63→52
21~24	48→60	52→40
24~30	60→100	40→0
30~35	100	0

参照物溶液的制备 取大黄(唐古特大黄)对照药材约 2g, 置具塞锥形瓶中, 加入水 50ml, 加热回流 1 小时, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加 80%甲醇 50ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取没食子酸对照品、儿茶素对照品、番泻苷 A 对照品、大黄酸对照品、大黄素对照品、大黄酚对照品、大黄素甲醚对照品、芦荟大黄素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 ml 各含没食子酸 140 μ g、儿茶素、番泻苷 A 各 20 μ g、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚各 16 μ g、芦荟大黄素 8 μ g 的混合溶液, 作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 取本品适量, 研细, 取约 0.5g, 置具塞锥形瓶中, 加 80%甲醇 50ml, 密塞, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

供试品色谱中应呈现 18 个特征峰, 应与对照药材参照物色谱中的 18 个特征峰的保留时间相对应。其中峰 1、峰 2、峰 9、峰 14~18 应分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。与大黄酸对照品参照物峰相对应的峰为 S1 峰, 计算其余各特征峰与 S1 峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的 \pm 10%范围之内, 规定值为: 0.29 (峰 3)、0.31 (峰 4)、0.33 (峰 5)、0.37 (峰 6)、0.44 (峰 7)、0.45 (峰 8)、0.81 (峰 10)、0.83 (峰 11)、0.86 (峰 12)、0.93 (峰 13)。与大黄酚对照品参照物峰相对应的峰为 S2 峰, 计算峰 5、峰 7、峰 8 的峰面积总和与 S2 峰的相对峰面积; 计算峰 9 与 S2 峰的相对峰面积, 其相对峰面积均应在规定值的范围之内, 规定值为: 不得小于 19.0 (总和)、不得小于 1.4 (峰 9)。



对照特征图谱

峰 1:没食子酸; 峰 2:儿茶素; 峰 3:表儿茶素-3-O-没食子酸酯; 峰 4:异莲花掌苷; 峰 5:莲花掌苷;
 峰 6:芦荟大黄素-8-O-β-D-葡萄糖苷; 峰 7:白藜芦醇-4'-O-β-D-(6''-O-没食子酰)葡萄糖苷;
 峰 8:大黄酸-8-O-β-D-葡萄糖苷; 峰 9:番泻苷 A; 峰 10:大黄酚-1-O-β-D-葡萄糖苷;
 峰 11:大黄酚-8-O-β-D-葡萄糖苷; 峰 12:大黄素-8-O-β-D-吡喃葡萄糖苷;
 峰 13: 大黄素甲醚-8-O-β-D-葡萄糖苷; 峰 14:芦荟大黄素; 峰 15(S1):大黄酸; 峰 16:大黄素;
 峰 17(S2):大黄酚; 峰 18:大黄素甲醚

色谱柱: CORTECS T3 C18, 2.1mm×100mm, 1.6μm

【检查】 土大黄苷 取本品 0.2g, 研细, 加甲醇 10ml, 超声处理 20 分钟, 滤过, 取滤液 1ml, 加甲醇至 10ml, 作为供试品溶液。另取土大黄苷对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 10μg 的溶液, 作为对照品溶液 (临用新制)。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 5μl, 分别点于同一聚酰胺薄膜上。以甲苯-甲酸乙酯-丙酮-甲醇-甲酸 (30:5:5:20:0.1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯 (365nm) 下检视。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 不得显相同的亮蓝色荧光斑点。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定 (中国药典 2020 年版通则 0104)。

【浸出物】 取本品研细, 取约 2g, 精密称定, 精密加入乙醇 100ml, 照醇溶性浸出物测定法 (中国药典 2020 年版通则 2201) 项下的热浸法测定, 不得少于 38.0%。

【含量测定】 总蒽醌 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 (柱长为 250mm, 内径为 4.6mm, 粒径为 5μm); 以甲醇-0.1%磷酸溶液 (78: 22) 为流动相; 流速为每分钟 0.8ml; 检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取芦荟大黄素对照品、大黄酸对照品、大黄素对照品、大黄酚对照品、大黄素甲醚对照品适量, 精密称定, 分别加甲醇制成每 1ml 含芦荟大黄素、大黄酸、

大黄素、大黄酚各 80 μ g、大黄素甲醚 40 μ g 的溶液；分别精密量取上述对照品溶液各 2ml，混匀，即得（每 1ml 中含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各 16 μ g，含大黄素甲醚 8 μ g）。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 10% 盐酸溶液 20ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）5 分钟，再加三氯甲烷 50ml，加热回流 45 分钟，放冷，置分液漏斗中，分取三氯甲烷层，加无水硫酸钠 2g，振摇，滤过，用三氯甲烷 20ml 洗涤容器，并入分液漏斗中，与水层充分振摇，分取三氯甲烷层，酸液再用三氯甲烷振摇提取 3 次，每次 20ml，三氯甲烷液依次以铺有无水硫酸钠 2g 的漏斗滤过，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣精密加入甲醇 50ml，密塞，称定重量，置水浴中微热使溶解，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液及供试品溶液各 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含总蒽醌以芦荟大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）、大黄酸（ $C_{15}H_8O_6$ ）、大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）、大黄酚（ $C_{15}H_{10}O_4$ ）和大黄素甲醚（ $C_{16}H_{12}O_5$ ）的总量计，应为 21.0mg~46.0mg。

游离蒽醌 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 同〔含量测定〕总蒽醌项下。

对照品溶液的制备 取〔含量测定〕总蒽醌项下的对照品溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 5 μ l 与供试品溶液 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含游离蒽醌以芦荟大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）、大黄酸（ $C_{15}H_8O_6$ ）、大黄素（ $C_{15}H_{10}O_5$ ）、大黄酚（ $C_{15}H_{10}O_4$ ）和大黄素甲醚（ $C_{16}H_{12}O_5$ ）的总量计，应为 5.0mg~17.0mg。

【注意】 孕妇及月经期、哺乳期慎用。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.3g

【贮藏】 密封。