

## 酒大黄（药用大黄）配方颗粒

### Jiudahuang (Yaoyongdahuang) Peifangkeli

**【来源】**本品为蓼科植物药用大黄 *Rheum officinale* Baill. 的干燥根和根茎经炮制并按标准汤剂主要质量指标加工制成的配方颗粒。

**【制法】**取酒大黄饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 14%~25%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

**【性状】**本品为棕黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦、微涩。

**【鉴别】**取本品 0.1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液 5ml，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，用乙醚分 2 次振摇提取，每次 20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄（药用大黄）对照药材 0.1g，同法制成对照药材溶液。再取芦荟大黄素对照品、大黄酸对照品、大黄素对照品、大黄素甲醚对照品、大黄酚对照品，加甲醇制成每 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 2015 年版 通则 0502）试验，吸取供试品溶液、对照药材溶液各 5 $\mu$ l、对照品溶液 2 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 H 薄层板上，以石油醚（30~60 $^{\circ}$ C）-甲酸乙酯-甲酸（15：1：1）的上层溶液为展开剂，在低温状态下展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

**【指纹图谱】**照高效液相色谱法（中国药典 2015 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 150mm，内径 2.1mm，粒径为 1.6 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗；流速为每分钟 0.30ml；柱温为 25 $^{\circ}$ C；检测波长为 260nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~1	2→11	98→89
1~3	11	89
3~6	11→15	89→85
6~8	15	85

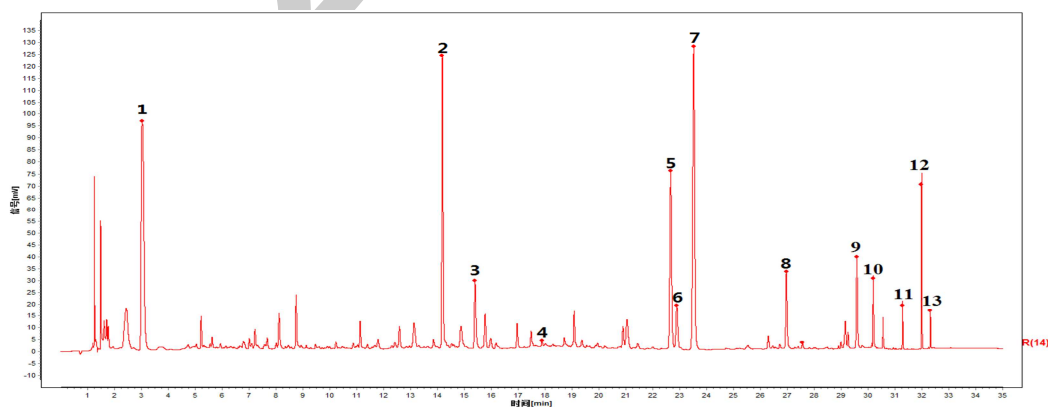
8~9	15→18	85→82
9~12	18→19	82→81
12~14	19→25	81→75
14~20	25→27	75→73
20~25	27→40	73→60
25~28	40→100	60→0
28~35	100	0

**参照物溶液的制备** 取大黄（药用大黄）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入水 25ml，密塞，加热回流 60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取大黄素对照品、番泻苷 A 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含大黄素 50 $\mu$ g、番泻苷 A 40 $\mu$ g 的溶液，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 0.2g，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** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 1 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品指纹图谱中应分别呈现与参照物色谱峰保留时间相对应的色谱峰，其中峰 4 应与番泻苷 A 对照品参照物峰保留时间相对应，峰 11 应与大黄素对照品参照物峰保留时间相对应。以大黄素参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 4 与 S 峰的相对峰面积，其相对峰面积应不小于 0.07。按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算，采用 Mark 峰匹配，供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度不得低于 0.90。



对照指纹图谱

峰 1: 没食子酸 峰 3: 大黄酸 8-O- $\beta$ -D 葡萄糖苷 峰 4: 番泻苷 A

峰 5: 决明酮 8-O-β-D 葡萄糖苷 峰 7: 大黄素 8-O-β-D 葡萄糖苷 峰 9: 芦荟大黄素

峰 10: 大黄酸 峰 11: 大黄素 峰 12: 大黄酚 峰 13: 大黄素甲醚

色谱柱 CORTECS T3 C18, 2.1mm×150mm, 1.6μm

**【检查】 土大黄苷** 取本品适量，研细，取约 0.2g，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 2015 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，在紫外光（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 2015 年版通则 0104）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2015 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 30.0%。

**【含量测定】 总蒽醌** 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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 1.8μm）；以甲醇-乙腈（1：4）为流动相 A，以 0.1%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 0.3ml；柱温为 30℃；检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~15	52→75	48→25

**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，加甲醇制成每 1ml 含芦荟大黄素 6μg、大黄酸 6μg、大黄素 3μg、大黄酚 8μg、大黄素甲醚 3μg 的混合溶液，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 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）60 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液 5ml，置烧瓶中，挥去溶剂，加 8%盐酸溶液 10ml，超声处理 2 分钟，再

加三氯甲烷 10ml，加热回流 1 小时，放冷，置分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容器，并入分液漏斗中，分取三氯甲烷层，酸液再用三氯甲烷提取 3 次，每次 10ml，合并三氯甲烷液，减压回收溶剂至干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，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 2 $\mu$ 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 10.0mg~26.0mg。

**游离蒽醌** 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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。

对照品溶液的制备 同〔含量测定〕总蒽醌项。

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，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与供试品溶液各 2 $\mu$ 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 2.0mg~8.0mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4g。

**【贮藏】** 密封。