

大黄（掌叶大黄）(后下) 配方颗粒

Dahuang (Zhangyedahuang) (Houxia) Peifangkeli

【来源】 本品为蓼科植物掌叶大黄*Rheum palmatum* L.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】 取大黄（掌叶大黄）饮片4300g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为12%~23%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为棕色至棕褐色的颗粒；气清香，味苦而微涩。

【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，用乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄（掌叶大黄）对照药材0.1g，同法制成对照药材溶液。再取大黄酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，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，吸取供试品溶液4 μ l、对照药材溶液5 μ l、对照品溶液2 μ l，分别点于同一硅胶H薄层板上，以石油醚（30~60℃）-甲酸乙酯-甲酸（15:5:1）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，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【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150mm，内径为2.1mm，粒径为1.6 μ 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脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为25℃；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（%）
0~6	3→7	97→93
6~8	7→15	93→85
8~13	15→20	85→80
13~18	20→22	80→78
18~22	22→26	78→74

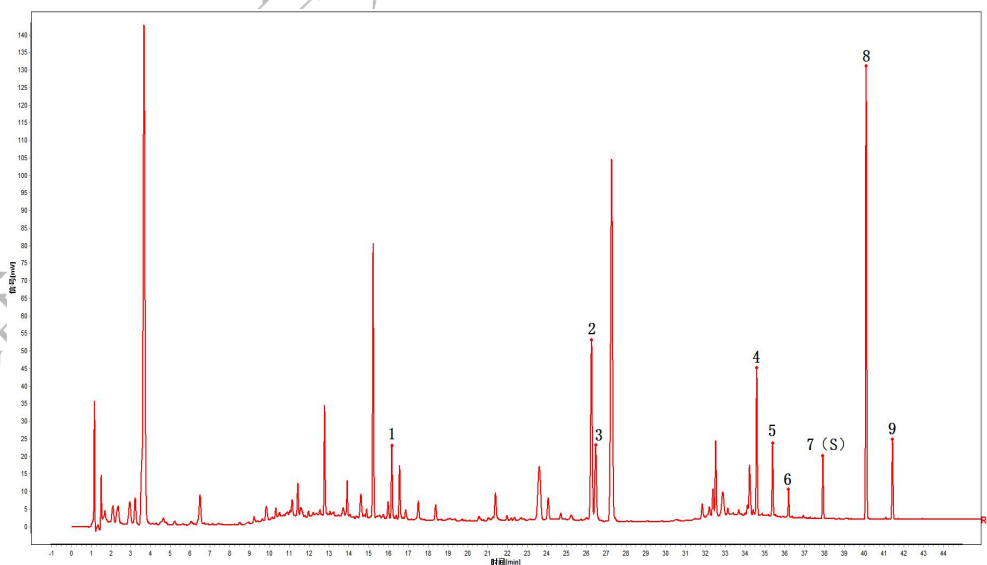
22~28	26→26.5	74→73.5
28~34	26.5→55	73.5→45
34~40	55→75	45→25
40~45	75	25

参照物溶液的制备 取大黄（掌叶大黄）对照药材0.5g，置具塞锥形瓶中，加水25ml，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〔含量测定〕总蒽醌项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕游离蒽醌项。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各1μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现9个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的9个特征峰保留时间相对应，其中峰4、峰5、峰7、峰8、峰9应分别与芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚、大黄素甲醚对照品参照物峰保留时间相对应。与芦荟大黄素参照物峰相应的峰为S峰，计算峰1~峰3、峰6与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.40（峰1）、0.66（峰2）、0.67（峰3）、0.96（峰6）。



对照特征图谱

峰4：芦荟大黄素 峰5：大黄酸 峰7（S）：大黄素 峰8：大黄酚 峰9：大黄素甲醚

色谱柱：CORTECS UPLC T3，2.1mm×150mm，1.6μm

【检查】 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】 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，用乙醇作溶剂，不得少于15.0%。

【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；以甲醇-0.1%磷酸溶液（85:15）为流动相；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，加甲醇制成每1ml含芦荟大黄素5μg、大黄酸5μg、大黄素2μg、大黄酚7μg、大黄素甲醚2μg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，挥去溶剂，加盐酸溶液（22→100）10ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）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，洗液并入分液漏斗中，分取三氯甲烷层，酸液再用三氯甲烷振摇提取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20μl，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6.5mg~23.0mg。

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。

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，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与供试品溶液各20 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1.3mg~7.5mg。

【规格】 每1g配方颗粒相当于饮片4.3g

【贮藏】 密封。