

醋大黄

Cudahuang

【药材来源】本品为蓼科植物掌叶大黄 *Rheum palmatum* L.、唐古特大黄 *Rheum tanguticum* Maxim. ex Balf. 或药用大黄 *Rheum officinale* Baill. 的干燥根和根茎。秋末茎叶枯萎或次春发芽前采挖，除去细根，刮去外皮，切瓣或段，绳穿成串干燥或直接干燥。以质坚实、断面锦纹明显、色红棕、气清香、味苦而微涩、嚼之粘牙者为佳。

【炮制】取净大黄片，加米醋拌匀，闷透，置锅内，文火炒至表面微带焦斑时，取出，晾凉。

每 100kg 大黄片，用米醋 10kg。

【性状】本品呈不规则的厚片。表面深棕黄色，切面较平坦，有明显散在或排列成环的星点，有的可见焦斑，略有醋香气。

【鉴别】（1）本品粉末黄棕色。草酸钙簇晶直径 20~160 μ m，有的至 190 μ m。具缘纹孔导管、网纹导管、螺纹导管及环纹导管非木化。淀粉粒甚多，单粒类球形或多角形，直径 3~45 μ m，脐点星状；复粒由 2~8 分粒组成。

（2）取本品粉末少量，进行微量升华，可见菱状针晶或羽状结晶。

（3）取本品粉末 0.1g，加甲醇 20ml，浸泡 1 小时，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，吸取上述三种溶液各 4 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℃）-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，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的五个橙黄色荧光主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同的橙黄色荧光斑点，置氨蒸气中熏后，斑点变为红色。

【检查】土大黄苷 取本品粉末 0.1g，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 10 μ g 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 5 μ l，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。

水分 不得过 13.0%（中国药典 2020 年版通则 0832 第二法）。

总灰分 不得过 10.0%（中国药典 2020 年版通则 2302）。

【浸出物】照水溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，不得少于 25.0%。

【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、大黄酸、大黄素、大黄酚各 16 μ g，含大黄素甲醚 8 μ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过四号筛）约 0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，加热回流 1 小时，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

北京市中药饮片炮制规范（2023 年版）

本品按干燥品计算，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，不得少于 1.5%。

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 取本品粉末（过四号筛）约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，加热回流 1 小时，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，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，不得少于 0.50%。

【性味与归经】 苦，寒。归脾、胃、大肠、肝、心包经。

【功能与主治】 消积化瘀。用于食积痞满，产后瘀停，癥瘕癖积。

【用法与用量】 3~15g。

【注意】 孕妇及月经期、哺乳期慎用。

【贮藏】 置通风干燥处，防蛀。