

醋大黄

Cudahuang

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.的干燥根和根茎的炮制加工品。

【炮制】 取大黄，照醋炙法(附录I)炒干，取出，放凉。

每100kg大黄，用米醋15kg。

【性状】 本品呈不规则的厚片或块。外表皮深棕色或棕褐色。断面浅棕色或棕褐色；切面有明显散在或排列成环的星点，有的有空隙。质轻。略具醋香气，味微苦、微酸而微涩。

【鉴别】 (1)本品粉末为浅棕色至深棕色。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；复粒有2~8分粒组成。

(2)取本品粉末约0.1g，加甲醇15ml，浸泡1小时，放冷，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，用乙醚分2次振摇提取，每次20ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加二氯甲烷2ml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年版四部通则0502)试验，吸取上述三种溶液各3 μ 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(15:5:1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，分别置紫外光灯(365nm)和日光下检视。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，显相同的橙黄色的荧光斑点，置氨蒸气中熏后，斑点变为红色。

【检查】 土大黄苷 取本品粉末约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年版四部通则0502)试验，吸取上述二种溶液各5 μ l，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以二甲苯-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 年版四部通则 0832 第二法)。

总灰分 不得过 10.0% (《中国药典》2020 年版四部通则 2302)。

【浸出物】 照水溶性浸出物测定法 (《中国药典》2020 年版四部通则 2201) 项下的热浸法测定，不得少于 40.0%。

【含量测定】 总蒽醌 照高效液相色谱法 (《中国药典》2020 年版四部通则 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 精密称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，加甲醇分别制成每 1ml 含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各 80μg，大黄素甲醚 40μg 的溶液；分别精密量取上述对照品溶液各 2ml，混匀，即得 (每 1ml 含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各 16μg，大黄素甲醚 8μg)。

供试品溶液的制备 取本品中粉约 0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，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 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

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 年版四部通则 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 取本品中粉约 0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，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 10 μ l 与供试品溶液 10~20 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(C₁₅H₁₀O₅)、大黄酸(C₁₅H₈O₆)、大黄素(C₁₅H₁₀O₅)、大黄酚(C₁₅H₁₀O₄)和大黄素甲醚(C₁₆H₁₂O₅)的总量计，不得少于 0.35%。

【性味与归经】 苦、寒。归脾、胃、大肠、肝、心包经。

【功能与主治】 泻下攻积，清热泻火，凉血解毒，逐瘀通经，利湿退黄。用于实热积滞便秘，血热吐衄，目赤咽肿，痈肿疮疡，肠痈腹痛，瘀血经闭，产后瘀阻，跌扑损伤，湿热痢疾，黄疸尿赤，淋证，水肿，外治烧烫伤。

【用法与用量】 3~15g；用于泻下不宜久煎。外用适量，研末敷。

【注意】 孕妇及月经期、哺乳期慎用。

【贮藏】 置干燥处。