

【一】品种说明

【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的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

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

【性状】本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味苦、微涩。

【二】特征图谱

1、样品制备

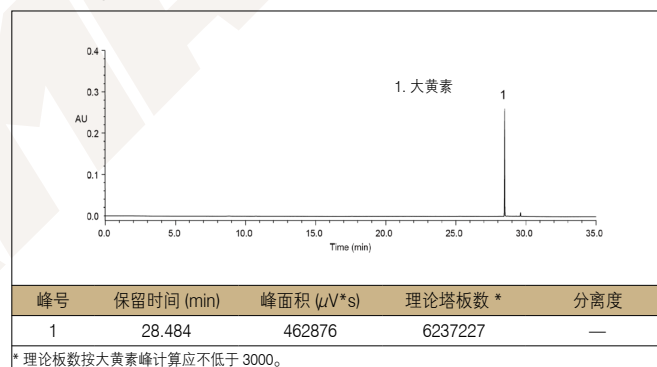
制备方法	参照物溶液 取大黄 (药用大黄) 对照药材 0.5 g，置具塞锥形瓶中，加水 25 mL，加热回流 60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取大黄素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 50 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25 mL，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil [®] C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)		
流动相	A: 乙腈		
	B: 0.1% 磷酸溶液		
	时间 / 分钟	A/%	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	
流速	0.3 mL/min		
进样量	1 μ L		
柱温	25 $^{\circ}$ C		
检测波长	260 nm		
仪器	Waters H-class UPLC		

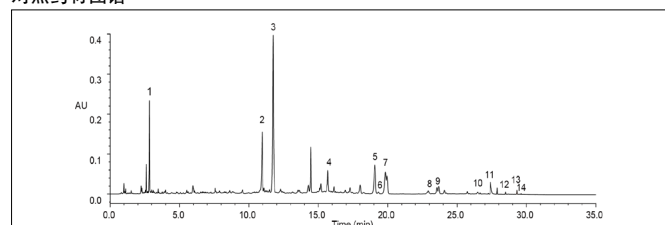
3、实验图谱

对照品图谱



3、实验图谱

对照药材图谱



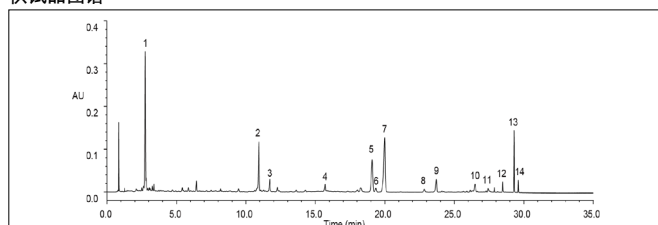
峰 1: 没食子酸; 峰 3: 大黄酸 8-O- β -D 葡萄糖苷; 峰 4: 番泻苷 A; 峰 5: 决明酮 8-O- β -D 葡萄糖苷; 峰 7: 大黄素 8-O- β -D 葡萄糖苷; 峰 10: 芦荟大黄素; 峰 11: 大黄酸; 峰 12: 大黄素; 峰 13: 大黄酚; 峰 14: 大黄素甲醚

Endeavorsil[®] C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	2.832	409807	69823	—
2	10.958	550839	221313	114.38
3	11.747	1865182	165010	7.16
4	15.685	201559	547885	36.82
5	19.071	503037	164341	23.89
6	19.332	21610	242192	1.50
7	19.829	629760	7216	2.12
8	22.925	24590	555919	14.12
9	23.690	63693	631302	6.25
10	26.484	23033	424429	20.30
11	27.410	118792	1177813	7.40
12	28.484	10145	6595425	15.55
13	29.308	22573	5015044	17.12
14	29.607	3900	6673605	6.28

* 理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

供试品图谱



峰 1: 没食子酸; 峰 3: 大黄酸 8-O- β -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 10: 芦荟大黄素; 峰 11: 大黄酸; 峰 12: 大黄素; 峰 13: 大黄酚; 峰 14: 大黄素甲醚

Endeavorsil[®] C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	2.752	966798	23693	—
2	10.930	453140	217806	96.10
3	11.930	115762	196561	7.67
4	15.693	54470	539704	40.40
5	19.086	548301	151684	23.56
6	19.354	51046	209671	1.47
7	19.982	1008324	161949	3.36
8	22.838	43477	266968	14.71
9	23.703	165081	462988	5.32
10	26.489	99983	465633	18.37
11	27.434	32799	819671	6.88
12	28.485	37842	6628355	13.05
13	29.310	280074	5661528	17.03
14	29.609	52626	6794469	6.00

* 理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil[®] C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003) 检测大黄(药用大黄)配方颗粒, 供试品指纹图谱中分别呈现与参照物色谱峰保留时间相同的色谱峰, 采用 Mark 峰匹配, 按中药色谱指纹图谱相似度评价系统, 供试品指纹图谱与对照指纹图谱相似度为 0.86, 符合方法要求。