

无星点。质坚，易断。气清香，味苦而微涩，嚼之粘牙，有砂粒感。

酒制大黄 全体呈黑褐色，质坚，易断，断面黑褐色，星点等不明显。气微香，味涩、苦。

酒洗大黄 棕色至深棕色。

【鉴别】生大黄 (1)粉末黄棕色。草酸钙簇晶直径20~160 μm ，有的至190 μm 。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 μm ，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，用乙醚分2次振摇提取，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》2005年版一部附录VI B）试验，吸取上述三种溶液各4 μl ，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 $^{\circ}\text{C}$ ）-甲酸乙酯-甲酸（15:5:1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，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 生大黄 取本品粉末0.2g，加甲醇2ml，温浸10分钟，放冷，取上清液10 μl ，点于滤纸上，以45%乙醇展开，取出，晾干，放置10分钟，置紫外光灯（365nm）下检视，不得显持久的亮紫色荧光。

干燥失重 取本品，在105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥6小时，减失重量不得过15.0%（《中国药典》2005年版一部附

录IX G）。

总灰分 不得过10.0%（《中国药典》2005年版一部附录IX K）。

酸不溶性灰分 不得过0.8%（《中国药典》2005年版一部附录IX K）。

【浸出物】生大黄 照浸出物测定法项下的热浸法（《中国药典》2005年版一部附录X A）测定，用水作溶剂，不得少于20.0%。

【含量测定】生大黄 照高效液相色谱法（《中国药典》2005年版一部附录VI D）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（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，用甲醇分别制成每1ml含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各80 μg ，大黄素甲醚40 μg 的溶液；分别精密量取上述对照品溶液各2 μl ，混匀，即得（每1ml中含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各16 μg ，含大黄素甲醚8 μg ）。

供试品溶液的制备 精密称取本品粉末（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，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 μl ，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含芦荟大黄素（ $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_5$ ）、大