

대황
(大黃)
Rhubarb

Rhei Radix et Rhizoma

이 약은 장엽대황 (掌葉大黃) *Rheum palmatum* Linné, 탕구트대황 *Rheum tanguticum* Maximowicz ex Balf. 또는 약용대황 (藥用大黃) *Rheum officinale* Baillon (여뀌과 Polygonaceae)의 뿌리 및 뿌리줄기로서 주피를 제거한 것이다.

이 약은 정량할 때 환산한 건조물에 대하여 센노시드 A (C₄₂H₃₈O₂₀ : 862.74)로서 0.02 % 이상 및 알로에에모딘(C₁₅H₁₀O₅ : 270.24), 레인(C₁₅H₈O₆ : 284.23), 에모딘(C₁₅H₁₀O₅ : 270.24), 크리소파놀(C₁₅H₁₀O₄ : 254.25), 파이시온(C₁₆H₁₂O₅ : 284.27)의 합 1.5 % 이상을 함유한다.

성 상 이 약은 뿌리 및 뿌리줄기로 달걀모양, 긴 달걀모양 또는 원기둥모양이며, 때로 가로 및 세로로 잘려서 다듬어져 있으며, 길이 5 ~ 15 cm, 지름 4 ~ 10 cm이다. 바깥쪽은 껍질이 거의 벗겨져 있다. 피부의 대부분이 제거된 것은 바깥면이 황갈색 ~ 연한 갈색이고 흰색의 가는 그물눈 모양을 보이며, 질은 치밀하고 단단하다. 코르크층이 남아있는 것은 바깥면이 어두운 갈색 또는 흑적색을 띠고 주름이 있으며, 질은 거칠면서 무르다. 이 약의 횡단면은 섬유성이 아니며, 연한 회갈색 또는 갈색이고, 흑갈색에 흰색, 연한 갈색이 뒤섞인 복잡한 무늬가 있으며, 이 무늬는 형성층 부근에서 때로 방사상을 이룬다. 안쪽의 수에는 지름 1 ~ 3 mm의 갈색의 작은 원의 중심에서 방사상을 이루는 선문과 같은 조직으로 되어 있고 이 조직은 고리모양으로 배열되거나 또는 불규칙하게 흩어져 있다.

이 약의 횡단면을 현미경으로 볼 때 장엽대황(掌葉大黃)은 뿌리줄기의 코르크층과 피부가 대부분 제거되었지만 부분적으로 남아있을 때도 있다. 사부수선은 3 ~ 4 열이며 비교적 곧고 안에는 갈색 물질이 들어있다. 형성층은 납작한 세포로 되어있다. 목부수선은 비교적 촘촘하고 2~4열의 세포로 되어있으며 그 안에는 진한 갈색물질이 들어있다. 도관은 드물고 성글며 중앙을 향하여 배열한다. 수부는 넓고 주로 유세포로 되었으며 다수의 이형유관속이 하나의 울타리 속에 들어 있거나 또는 흩어져 있다. 이형유관속은 형성층이 고리모양이고 중앙에는 사부가 있으며 형성층 근처에는 점액강이 보일 때가 있고 형성층의 바깥쪽에는 목부가 있으며 수선은 별모양으로 뻗어나고 그 안에는 진한 갈색물질이 들어있다. 유세포에는 전분립이 많이 들어 있고 대형의 옥살산칼슘 집정도 들어있다. 탕구트대황은 뿌리줄기의 사부수선이 2 ~ 3 열이고 물결 모양으로 구부러졌으며 사부에는 점액강이 많고 중심성의 고리를 이루어 배열하며 목부수선이 없고 성점안에는 점액강이 많다. 약용대황(藥用大黃)은 뿌리줄기의 사부수선이 1 ~ 2 열이고 곧으며 사부에는 점액강이 없고 목부수선도 없으며 성점 안에도 점액강이 없다.

이 약은 특유한 냄새가 있고 맛은 뚱고 쓰다. 이를 씹으면 가는 모래를 씹는 느낌이 있고 침을 노랗게 물들인다.

확인시험 이 약의 가루 2 g을 달아 테트라히드로푸란·물혼합액(7 : 3) 40 mL를 넣고 30 분 간 흔들어서 섞은 다음 원심분리한다. 상층액을 분액깔때기에 옮기고 염화나트륨 13 g을 넣고 30 분 간 흔들어서 섞는다. 분리된 물층과 녹지 않은 염화나트륨을 따로 취하고 1 mol/L 염산시액을 넣어 pH를 1.5로 조정한다. 이 액을 다른 분액깔때기에 옮기고 테트라히드로푸란 30 mL를 넣고 10 분 간 흔들어서 섞은 다음 분리한 테트라히드로푸란층을 취하여 검액으로 한다. 따로 센노시드 A 표준품 1 mg을 테트라히드로푸란·물혼합액(7 : 3) 4 mL에 녹여 표준액으로 한다. 이들 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 및 표준액 40 μL씩을 박층크로마토그래프용실리카겔(형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적한 다음 아세트산에틸·n-프로판올·물·아세트산(100)혼합액(40 : 40 : 30 : 1)을 전개용매로 하여 약 15 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선(주파장 365 nm)을 쬐일 때 검액에서 얻은 여러 개의 반점 중 1 개의 반점은 표준액에서 얻은 붉은색의 형광반점과 색상 및 R_f 값이 같다.

순도시험 1) 라폰티신 이 약의 가루 0.5 g을 달아 에탄올 10 mL를 넣고 환류냉각기를 달고 수욕에서 10 분 간 가온한 다음 여과한 여액을 검액으로 한다. 이 액을 가지고 박층크로마토그래프법에 따라 시험한다. 검액 10 μ L를 박층크로마토그래프용실리카겔 (형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적한다. 다음에 이소프로필에테르·n-부탄올·메탄올혼합액(26 : 7 : 7)을 전개용매로 하여 약 10 cm 전개한 다음 박층판을 바람에 말린다. 여기에 자외선 (주파장 약 365 nm)을 쬐일 때 R_f 값 0.3 ~ 0.6에서 청백색의 형광을 볼 수 있더라도 청자색의 형광을 나타내지 않는다.

2) 중금속 가) 납 5 ppm 이하.

나) 비소 3 ppm 이하.

다) 수은 0.2 ppm 이하.

라) 카드뮴 0.3 ppm 이하.

3) 잔류농약 가) 총 디디티(p,p'-DDD, p,p'-DDE, o,p'-DDT 및 p,p'-DDT의 합) 0.1 ppm 이하.

나) 디엘드린 0.01 ppm 이하.

다) 총 비에이치씨(α, β, γ 및 δ -BHC의 합) 0.2 ppm 이하.

라) 알드린 0.01 ppm 이하.

마) 엔드린 0.01 ppm 이하.

4) 이산화황 30 ppm 이하.

건조감량 13.0 % 이하 (6 시간).

회 분 13.0 % 이하.

산불용성회분 2.0 % 이하.

정 량 법 1) 센노시드 A 이 약의 가루 약 0.5 g을 정밀하게 달아 탄산수소나트륨용액(1 → 1000) 50 mL를 정확하게 넣어 30 분 간 흔들어 섞은 다음 여과하여 여액을 검액으로 한다. 따로 센노시드 A 표준품 (미리 실리카겔테시케이터에서 24 시간 건조한다) 약 10 mg을 정밀하게 달아 탄산수소나트륨용액(1 → 1000)에 녹여 정확하게 50 mL로 한 다음 이 액 5 mL를 정확하게 취하여 탄산수소나트륨용액(1 → 1000)을 넣어 정확하게 20 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μ L씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액 및 표준액의 피크면적 A_T 및 A_S 를 측정한다.

$$\begin{aligned} & \text{센노시드 A (C}_{42}\text{H}_{38}\text{O}_{20}) \text{의 양 (mg)} \\ & = \text{센노시드 A 표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{4} \end{aligned}$$

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 340 nm)

칼 럼 : 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 15 ~ 25 cm인 스테인레스강관에 5 ~ 10 μ m의 액체크로마토그래프용옥타데실릴실리카겔을 충전한다.

칼럼온도 : 40 $^{\circ}$ C 부근의 일정온도

이동상 : 희석시킨 아세트산(1 → 80)·아세트니트릴혼합액(4 : 1)

유 량 : 센노시드 A의 유지시간이 약 15 분이 되도록 조정한다.

시스템적합성

시스템의 성능 : 센노시드 A 표준품 1 mg 및 나린진표준품 1 mg을 달아 각각 탄산수소나트륨용액(1 → 1000)을 넣어 녹여 10 mL로 한다. 이 액 20 μ L를 가지고 위의 조건으로 조작할 때 센노시드 A, 나린진의 순서로 유출하고 분리도는 3 이상이다.

시스템의 재현성 : 표준액 20 μ L씩을 가지고 위의 조건으로 시험을 6 회 반복할 때 센노시드 A 피크면적의 상대표준편차는 1.5 % 이하이다.

2) 알로에에모딘, 레인, 에모딘, 크리소파놀 및 파이시온 이 약의 가루 0.15 g을 정밀하게 달아 메탄올 25 mL를 넣고 환류냉각기를 달고 1 시간 가열한 다음 여과한다. 여액 5 mL를

정확하게 취하여 감압농축 한 다음 8 % 염산용액 10 mL를 넣어 2 분 간 초음파추출한다. 여기에 클로로포름 10 mL를 넣고 환류냉각기를 달고 1 시간 가열한 다음 분액깔때기에 옮기고 소량의 클로로포름으로 용기를 씻어 분액깔때기에 합해서 흔들어 섞고, 클로로포름층은 따로 취한다. 염산용액층은 클로로포름 10 mL씩 3 회 추출하고 클로로포름층을 합하여 감압농축한다. 잔류물에 메탄올을 넣어 정확하게 10 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 알로에에모딘, 레인, 에모딘, 크리소파놀 및 파이스온표준품 약 10 mg을 각각 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 정확하게 100 mL로 한다. 이 액 중 알로에에모딘, 레인, 에모딘, 크리소파놀은 각각 10 mL, 파이스온은 5 mL를 정확하게 취하고 메탄올로 정확하게 50 mL로 하여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 10 μ L씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험하여 검액의 알로에에모딘, 레인, 에모딘, 크리소파놀, 파이스온의 피크면적 A_{Ta} , A_{Tb} , A_{Tc} , A_{Td} , 및 A_{Te} 와 표준품의 알로에에모딘, 레인, 에모딘, 크리소파놀, 파이스온의 피크면적 A_{Sa} , A_{Sb} , A_{Sc} , A_{Sd} , 및 A_{Se} 를 측정한다.

$$\begin{aligned} & \text{알로에에모딘 (C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_5\text{)의 양 (mg)} \\ &= \text{알로에에모딘표준품의양(mg)} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{10} \\ & \text{레인 (C}_{15}\text{H}_8\text{O}_6\text{)의 양 (mg)} \\ &= \text{레인표준품의 양(mg)} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{10} \\ & \text{에모딘 (C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_5\text{)의 양 (mg)} \\ &= \text{에모딘표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{10} \\ & \text{크리소파놀 (C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_4\text{)의 양 (mg)} \\ &= \text{크리소파놀표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_{Td}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{10} \\ & \text{파이스온(C}_{16}\text{H}_{12}\text{O}_5\text{)의 양 (mg)} \\ &= \text{파이스온 표준품의 양 (mg)} \times \frac{A_{Te}}{A_{Se}} \times \frac{1}{20} \end{aligned}$$

조작조건

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 254 nm)

칼 럼 : 안지름 4 ~ 6 mm, 길이 15 ~ 25 cm인 스테인레스강관에 5 ~ 10 μ m의 액체크로마토그래프용옥타데실릴실리카겔을 충전한다.

칼럼온도 : 30 $^{\circ}$ C 부근의 일정 온도

이동상 : 아세트니트릴 · 물 · 인산혼합액(850 : 150 : 1)

유 량 : 0.5 mL/분

시스템적합성

시스템의 성능 : 표준액 10 μ L를 가지고 위의 조건으로 조작할 때 알로에에모딘, 레인, 에모딘, 크리소파놀, 파이스온의 순서로 유출하고, 분리도는 3 이상이다.

시스템의 재현성 : 표준액 10 μ L를 가지고 위의 조건으로 시험을 6 회 반복할 때 알로에에모딘, 레인, 에모딘, 크리소파놀, 파이스온 각각의 피크면적의 상대표준편차는 1.5 % 이하이다.

저 장 법 밀폐용기.