

中图分类号: R932;R283.3;R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2023)17-0039-06
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2023.17.010



九蒸九晒和九蒸九烘干燥工艺对何首乌化学成分的影响*

姜誉弘, 刘史佳, 任娟, 庞会明[△]

(南京中医药大学附属医院·江苏省中医院, 江苏 南京 210029)

摘要:目的 探讨何首乌在九蒸九晒和九蒸九烘干燥工艺中,其外观性状、浸出物和化学成分的变化规律。方法 分别采用九蒸九晒和九蒸九烘炮制工艺制备样品,观察外观性状;参考2020年版《中国药典(四部)》通则2201浸出物测定法测定醇溶性浸出物;建立不同炮制样品的高效液相色谱指纹图谱,以二苯乙烯苷峰为参照峰,导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012.130723版),鉴定其中的化学成分。结果 何首乌炮制后饮片颜色逐渐加深,显黑褐色或棕褐色,质硬,断面角质样,第9次炮制后有明显蜡样光泽,晒干品和烘干品无明显差异;醇溶性浸出物在2种炮制过程中均逐渐减少并趋于平稳。生品和炮制品的高效液相色谱图中共检出22个峰,其中7个共有峰,指认出没食子酸、5-羟甲基糠醛、二苯乙烯苷、大黄素、大黄素甲醚,发现7个新成分。3批炮制品中,第1批烘品中5种成分的含量比晒品稍高,第2批和第3批晒品中5种成分的含量比烘品稍高。结论 何首乌经上述2种工艺炮制后的结果无显著差异,可考虑用九蒸九烘的现代工艺代替传统的九蒸九晒工艺。

关键词:何首乌;化学成分;九蒸九晒;九蒸九烘;高效液相色谱法;指纹图谱;含量测定

Effect of Nine-Time Repeat of the Steaming and Sun-Drying Process and Nine-Time Repeat of the Steaming and Oven-Drying Process on the Chemical Components of Polygoni Multiflori Radix

JIANG Yuhong, LIU Shijia, REN Juan, PANG Huiming

(The Affiliated Hospital of Nanjing University of Chinese Medicine·Jiangsu Province Hospital of Chinese Medicine, Nanjing, Jiangsu, China 210029)

Abstract: Objective To investigate the changes in appearance, extract, and chemical components of Polygoni Multiflori Radix processed by nine-time repeat of the steaming and sun-drying process and nine-time repeat of the steaming and oven-drying process. **Methods** Samples were processed by nine-time repeat of the steaming and sun-drying process and nine-time repeat of the steaming and oven-drying process techniques, and their appearance characteristics were observed. According to general rule 2201 of the *Chinese Pharmacopoeia* (2020 Edition, Volume IV), the determination of alcohol-soluble extracts was carried out. The high-performance liquid chromatography (HPLC) fingerprints of different processed samples was established with the stilbene glycoside peak as the reference peak, and the Similarity Evaluation System for Chromatographic Fingerprint of Traditional Chinese Medicine (Version 2012.130723) was used to identify the chemical components. **Results** The color of the processed slices of Polygoni Multiflori Radix gradually deepened, appearing black brown or sepia, with a hard texture and a horny cross-section. After the 9th processing, it had a significant wax-like luster, and there was no significant difference between the sun-dried and oven-dried products. The alcohol-soluble extract of Polygoni Multiflori Radix showed a trend of decreasing first and then stabilizing. A total of twenty-two peaks were detected in the HPLC chromatograms of the raw and processed products, including seven common peaks, the gallic acid, 5-hydroxymethylfurfural, diphenyl ethylene glycoside, emodin, and physcion were identified, and seven new components were found. Among the three batches of processed products, the content of five components in the first batch of oven-dried products was slightly higher than that in the sun-dried products, while the content of five components in the second and third batches of sun-dried products was slightly higher than that in the oven-dried products. **Conclusion** There is no significant difference in the results of Polygoni Multiflori Radix processed by the above two processes. Therefore, the modern process of nine-time repeat of the steaming and oven-drying process can be considered to replace the traditional nine-time repeat of the steaming and sun-drying process.

Key words: Polygoni Multiflori Radix; nine-time repeat of the steaming and sun-drying process; nine-time repeat of the steaming and oven-drying process; HPLC; fingerprint; content determination

何首乌为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的干燥块根^[1],含有蒽醌类、二苯乙烯苷、磷酸酯类、糖类等化学成分^[2],具有解毒、消痈、截疟、润肠通便等^[3]。炮制后,二苯乙烯苷含量下降,结合型蒽醌转变成游离型蒽醌,毒性减弱^[4],性温,具有补肝肾、益精血、乌须发、强筋骨、化

*基金项目:国家中医临床研究基地开放课题项目[JD2019SZ14];江苏省中医药科技发展专项[2020ZX11]。

第一作者:姜誉弘,女,硕士,主管中药师,研究方向为医疗机构制剂开发,(电子信箱)jyuhong@foxmail.com。

[△]通信作者:庞会明,女,硕士,主任中药师,研究方向为药事管理学与中药炮制,(电子信箱)szpanghuiming@163.com。

浊调脂等功效^[5]。加辅料炮制的记载始于唐代,宋代之后“九蒸九晒”为其最常用的炮制方法^[6-7],且为我国有代表性的“四大九蒸货”之一^[8]。何首乌九蒸九晒后,药物滋腻黏稠的性质减弱,变得更易消化,药性更纯、更平和。但由于炮制周期长,工艺烦琐,易受到气候影响而腐烂霉变^[9-10]。九蒸九烘法与九蒸九晒法非常接近,不受气候、温度、相对湿度等自然条件的影响,且能缩短制药周期,可有效避免药材因未及时晒干而发霉变质。本研究中拟用九蒸九烘法代替九蒸九晒法,为九制何首乌大生产提供理论数据。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Waters 2998 型高效液相色谱仪(美国 Waters 公司);SK6200H 型超声波清洗机(上海科导超声仪器有限公司,功率为 280 W,频率为 50 kHz);HH-6 型数显恒温水浴锅(国华仪器制造有限公司);DHG-9123A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海精宏实验设备有限公司);AX224ZH/E 型电子分析天平(奥豪斯仪器有限公司,精度为万分之一);Sartorius BP211D 型电子天平(德国赛多利斯科学仪器有限公司,精度为十万分之一)。

1.2 试剂

何首乌生品(贵州信邦中药材发展有限公司,批号分别为 20200410,20200611,20210114),经江苏省中医院刘志辉主任中药师鉴定为正品;没食子酸对照品(上海麦克林生化科技股份有限公司,批号为 C11987277,含量大于 91.5%);5-羟甲基糠醛对照品(批号为 H12M9Z61023,含量大于 99.2%),二苯乙烯苷对照品(批号为 H08J11E115101,含量大于 99.8%),均购自上

海源叶生物科技有限公司;大黄素对照品(批号为 210620,含量大于 96.0%),大黄素甲醚对照品(批号为 210713,含量大于 99.2%),均购自南京聚康医药化工有限公司;乙腈、甲醇均为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 炮制品制备与性状

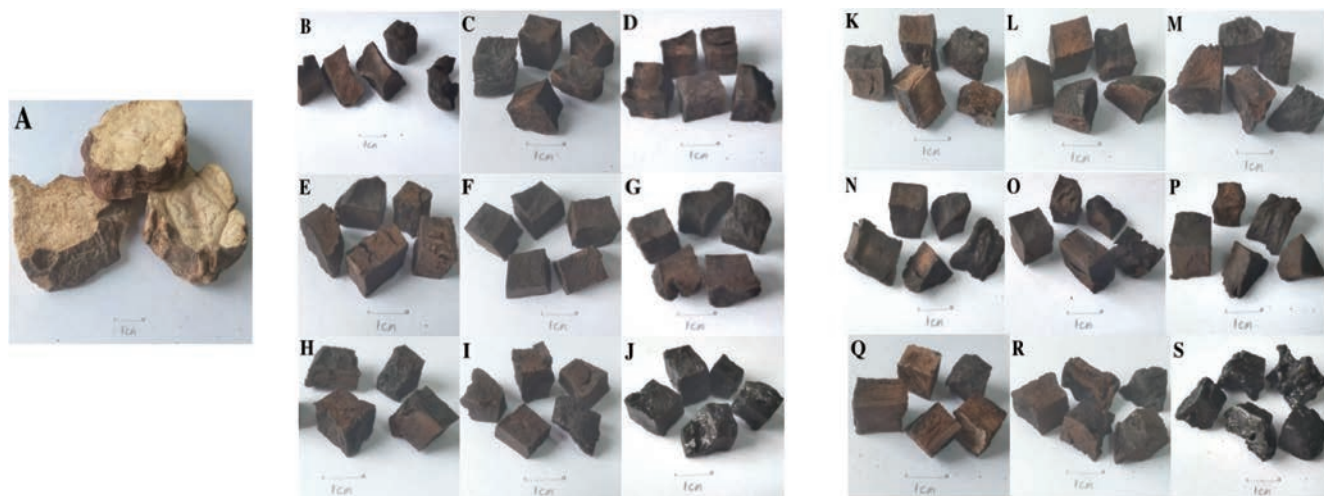
九蒸九晒炮制品:取何首乌块 10 kg,用黑豆汁(每 100 kg 何首乌块,用黑豆 10 kg)拌匀,置蒸锅中蒸透无白心,蒸制不少于 24 h,置夏季阳光下自然干燥 2 d,取 500 g,封存,标记;余药用蒸锅中原液拌匀,继续蒸 24 h,阳光下自然干燥,取 500 g,封存,标记;余药同上操作,共 9 次,即得。

九蒸九烘炮制品:取何首乌块 10 kg,用黑豆汁(每 100 kg 何首乌块,用黑豆 10 kg)拌匀,置蒸锅中蒸透无白心,蒸制不少于 24 h,置 50 °C 烘房干燥 10 h,取 500 g,封存,标记;余药用蒸锅中原液拌匀,继续蒸 24 h,置 50 °C 烘房干燥,取 500 g,封存,标记;余药同上操作,共 9 次,即得。

样品性状:何首乌生品表面红棕色,体重,质坚硬,断面浅黄色,显粉性。在九蒸九制过程中,饮片的颜色逐渐加深,表面显黑褐色或棕褐色,质硬,断面角质样,棕褐色或黑色。第 9 次炮制后,何首乌有明显蜡样光泽,晒干品与烘干品无明显差异。详见图 1。

2.2 浸出物测定

参考 2020 年版《中国药典(四部)》通则 2201 浸出物测定法项下的热浸法测定醇溶性浸出物,取样品粉末(过 2 号筛)4 g,精密称定,置 250 mL 锥形瓶中,加



A. 生品 B - J. 一蒸一晒至九蒸九晒 K - S. 一蒸一烘至九蒸九烘

图 1 何首乌生品与炮制品性状

A. Raw products B - J. From one-time repeat of the steaming and sun-drying process to nine-time repeat of the steaming and sun-drying process
K - S. From one-time repeat of the steaming and oven-drying process to nine-time repeat of the steaming and oven-drying process

Fig. 1 Characteristics of raw and processed Polygoni Multiflori Radix

表1 何首乌生品与炮制品中醇溶性浸出物测定结果(%)

Tab. 1 Determination results of alcohol-soluble extract in raw and processed *Polygoni Multiflori Radix* (%)

批次	生品	第1次炮制品		第2次炮制品		第3次炮制品		第4次炮制品		第5次炮制品		第6次炮制品		第7次炮制品		第8次炮制品		第9次炮制品	
		晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干
第1批	19.95	5.02	4.20	3.32	4.18	4.14	4.71	1.63	3.29	1.78	4.14	2.71	2.79	3.04	1.85	2.89	1.31	2.36	2.45
第2批	23.24	6.38	8.20	6.19	5.86	2.89	3.83	3.08	2.47	2.42	1.88	2.03	1.65	1.60	1.24	1.61	1.00	1.49	1.37
第3批	18.51	6.25	6.90	3.08	4.59	4.25	4.19	2.44	3.73	2.35	4.05	3.06	2.49	4.20	1.65	2.98	1.48	2.60	4.09

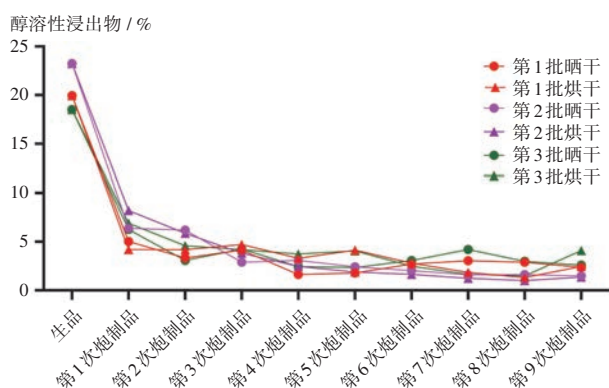


图2 何首乌生品与炮制品中醇溶性浸出物测定结果

Fig. 2 Determination results of alcohol-soluble extract in raw and processed *Polygoni Multiflori Radix*

95%乙醇100 mL, 密塞, 称定质量, 静置1 h, 连接冷凝管, 加热至沸腾, 保持微沸1 h, 放冷, 取下锥形瓶, 密塞, 再称定质量, 用95%乙醇补足减失的质量, 摇匀, 精密量取液体25 mL, 置已干燥至恒定质量的蒸发皿中, 水浴蒸干, 105℃干燥3 h, 在干燥器中冷却30 min, 迅速精密称定质量。3批何首乌生品与炮制品中醇溶性浸出物测定结果见表1和图2, 在九蒸九晒和九蒸九烘过程中, 醇溶性浸出物的含量整体呈下降趋势; 第4次炮制后, 醇溶性浸出物的含量趋于平稳; 与生品比较, 炮制品中醇溶性浸出物含量降低; 晒干品和烘干品中醇溶性浸出物含量无显著差异。

2.3 指纹图谱建立

2.3.1 色谱条件

色谱柱: Hedera ODS-2 C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈(A) - 0.1%磷酸水溶液(B), 梯度洗脱(0~10 min时10%A~20%A, 10~15 min时20%A~30%A, 15~30 min时30%A~45%A, 30~35 min时45%A~80%A, 35~40 min时80%A~90%A, 40~50 min时90%A~10%A, 50~55 min时10%A); 柱温: 30℃; 检测波长: 254 nm; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL。

2.3.2 溶液制备

分别取没食子酸、5-羟甲基糠醛、二苯乙烯苷、大黄素和大黄素甲醚对照品各适量, 精密称定, 加甲醇配制成质量浓度分别为1 039, 2 000, 1 177, 891, 254 μg/mL的对照品贮备液。分别吸取上述对照品贮备液

1, 0.5, 2, 1, 2 mL, 置同一10 mL容量瓶中, 加甲醇定容, 混匀, 即得混合对照品溶液。

取样品粉末(过4号筛)1.0 g, 精密称定, 置锥形瓶中, 加90%甲醇25 mL, 称定质量, 超声30 min, 放冷, 再称定质量, 用90%甲醇补足减失的质量, 摇匀, 用0.22 μm微孔滤膜滤过, 即得供试品溶液。

2.3.3 方法学考察

精密度试验: 取同一份何首乌炮制品适量, 按2.3.2项下方法制备供试品溶液, 按2.3.1项下色谱条件进样测定6次, 记录色谱图。以二苯乙烯苷的保留时间和峰面积作为参照, 结果各共有峰相对保留时间和相对峰面积的RSD均小于5%(n=6), 表明仪器精密度良好。

稳定性试验: 取同一份何首乌炮制品适量, 按2.3.2项下方法制备供试品溶液, 分别于0, 2, 4, 6, 12, 24 h时按2.3.1项下色谱条件进样测定, 记录色谱图。以二苯乙烯苷的保留时间和峰面积作为参照, 结果各共有峰相对保留时间和相对峰面积的RSD均小于5%(n=6), 表明供试品溶液在24 h内稳定性良好。

重复性试验: 取同一份何首乌炮制品适量, 共6份, 按2.3.2项下方法制备供试品溶液, 按2.3.1项下色谱条件进样测定。以二苯乙烯苷的保留时间和峰面积作为参照, 结果各共有峰相对保留时间和相对峰面积的RSD均小于5%(n=6), 表明方法重复性良好。

2.3.4 指纹图谱色谱峰的归属与比较

取2.3.2项下供试品溶液适量, 按2.3.1项下色谱条件进样测定, 记录色谱图。将结果导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012.130723版)进行分析, 设置第9次烘干炮制品为参照图谱, 采用平均数法, 时间窗宽度为0.1, 经过多点校正, 生成对照图谱R, 共确定7个共有峰, 详见图3和图4。与混合对照品溶液色谱图(图5)进行比对, 共指认5个成分, 即峰3为没食子酸, 峰5为二苯乙烯苷, 峰14为大黄素, 峰15为大黄素甲醚, 峰a为5-羟甲基糠醛。

记录各色谱峰的峰面积, 计算第9次晒干品与第9次烘干品各色谱峰的单位质量(g)和峰面积(A)的比值(A_{9晒干品}/A_{生品}和A_{9烘干品}/A_{生品}), 并根据已知对照品的保留时间对炮制品中的色谱峰进行归属。结果见表2。何

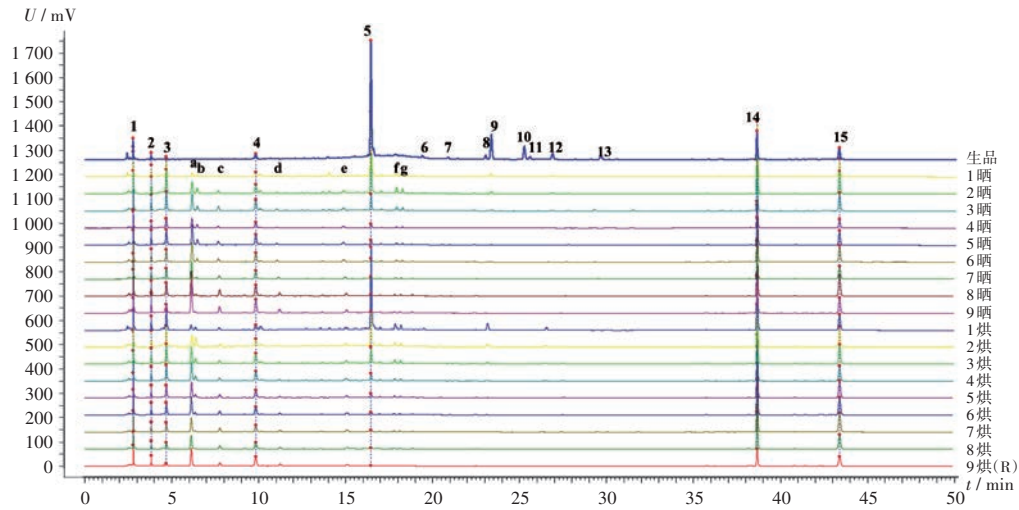


图3 何首乌生品与炮制品高效液相色谱叠加指纹图谱

Fig. 3 HPLC overlay fingerprint of raw and processed Polygoni Multiflori Radix

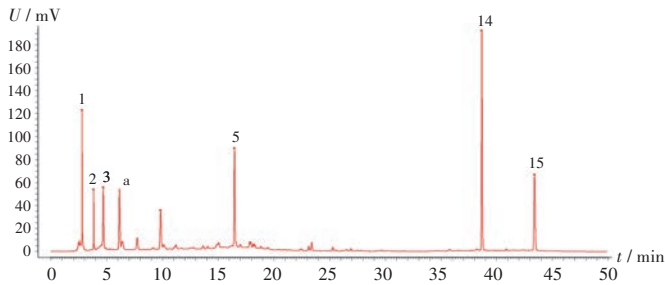
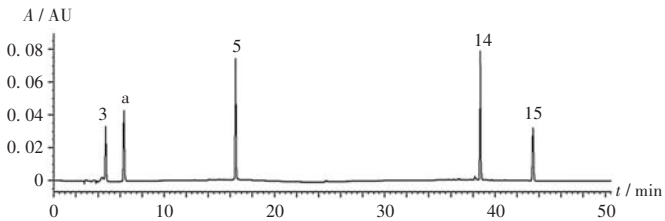


图4 何首乌生品与炮制品高效液相色谱指纹图谱共有模式

Fig. 4 Common pattern of HPLC fingerprint of raw and processed Polygoni Multiflori Radix



3. 没食子酸 a. 5-羟甲基糠醛 5. 二苯乙炔苷 14. 大黄素
15. 大黄素甲醚

图5 混合对照品溶液高效液相色谱图

3. Gallic acid a. 5-Hydroxymethylfurfural 5. Diphenyl ethylene glycoside
14. Emodin 15. Physcion

Fig. 5 HPLC chromatograms of mixed reference solution

首乌生品与炮制品共检出22个色谱峰,包括7个共有峰和15个非共有峰。共有峰中,峰1、峰2、峰3(没食子酸)、峰4、峰14(大黄素)和峰15(大黄素甲醚)在炮制过程中逐渐增加,峰5(二苯乙炔苷)在炮制过程中逐渐降低。非共有峰中,峰7、峰8、峰10、峰11、峰13第1次炮制后消失;峰6第2次炮制后消失;峰9和峰12第4次炮制后消失;峰a(5-羟甲基糠醛)、峰b至峰g为炮制后发现的7个新成分,均在第1次炮制后出现,其中峰a在炮制过程中逐渐增加,峰b、峰f、峰g在炮制过程中逐渐降低,峰c至峰e在炮制过程中呈平稳趋势。

表2 何首乌第9次晒干和第9次烘干炮制品的色谱峰比较

Tab. 2 Comparison of chromatographic peaks of processed Polygoni Multiflori Radix by the 9th sun-drying and the 9th oven-drying

峰号	归属	第1批		第2批		第3批		变化趋势
		$A_{\text{炮制品}}/A_{\text{生品}}$	$A_{\text{炮制品}}/A_{\text{生品}}$	$A_{\text{炮制品}}/A_{\text{生品}}$	$A_{\text{炮制品}}/A_{\text{生品}}$	$A_{\text{炮制品}}/A_{\text{生品}}$	$A_{\text{炮制品}}/A_{\text{生品}}$	
1		1.01	1.27	2.08	1.36	2.03	2.31	上升
2		1.46	1.96	3.19	2.34	2.57	3.51	上升
3	没食子酸	6.16	7.66	2.66	1.04	3.99	5.75	上升
4		1.04	1.81	3.05	2.70	1.81	3.51	上升
5	二苯乙炔苷	0.03	0.03	0.03	0.02	0.02	0.03	下降
14	大黄素	2.97	1.18	1.37	1.00	1.71	1.21	上升
15	大黄素甲醚	2.80	1.01	1.40	1.08	1.71	1.25	上升

2.4 高效液相色谱法测定5个成分含量

2.4.1 方法学考察

线性关系考察:分别精密吸取2.3.2项下对照品贮备液各适量,置10 mL容量瓶中,加甲醇制成系列质量浓度的混合对照品溶液,按2.3.1项下色谱条件进样测定,以待测成分的质量浓度($X, \mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标、峰面积为纵坐标(Y)进行线性回归。结果见表3。

表3 方法学考察结果

Tab. 3 Results of the methodological investigation test

成分	回归方程	r	线性范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)
没食子酸	$Y = 12\,034X + 6\,561.6$	0.999 5	0.41~103.90
5-羟甲基糠醛	$Y = 19\,393X + 1\,542.7$	0.999 9	0.39~100.00
二苯乙炔苷	$Y = 2\,915.2X + 18\,414$	0.999 9	4.60~1 177.00
大黄素	$Y = 31\,696X + 1\,318.7$	1.000 0	0.35~89.10
大黄素甲醚	$Y = 32\,518X + 372.93$	1.000 0	0.20~50.80

精密度试验:取同一份何首乌炮制品,按2.3.2项下方法制备供试品溶液,按2.3.1项下色谱条件进样测定6次,记录色谱图。结果没食子酸、5-羟甲基糠醛、二苯乙炔苷、大黄素、大黄素甲醚峰面积的RSD分别为

3.42%, 3.45%, 3.82%, 2.07%, 1.61% ($n = 6$), 表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取同一份何首乌炮制品,按2.3.2项下方法制备供试品溶液,分别于0, 2, 4, 6, 12, 24 h时按2.3.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果没食子酸、5-羟甲基糠醛、二苯乙烯苷、大黄素、大黄素甲醚峰面积的RSD分别为4.35%, 2.50%, 2.97%, 3.03%, 2.42% ($n = 6$), 表明供试品溶液在24 h内稳定性良好。

重复性试验:取同一份何首乌炮制品,精密称定,平行6份,按2.3.2项下方法制备供试品溶液,按2.3.1项下色谱条件进样测定。结果没食子酸、5-羟甲基糠醛、二苯乙烯苷、大黄素、大黄素甲醚含量的RSD分别为3.50%, 4.02%, 4.18%, 2.95%, 2.88% ($n = 6$), 表明方法重复性良好。

加样回收试验:取已知含量的何首乌炮制品0.3 g,精密称定,平行6份,加入2.3.2项下各对照品贮备液适量,按2.3.2项下方法制备供试品溶液,按2.3.1项下色谱条件进样测定。结果没食子酸、5-羟甲基糠醛、二苯乙烯苷、大黄素、大黄素甲醚加样回收率的RSD分别为4.20%, 2.16%, 4.06%, 1.28%, 0.90% ($n = 6$), 表明方法准确性好。

2.4.2 含量测定

分别取3批何首乌生品与炮制品,精密称定,按2.3.2项下方法制备供试品溶液,按2.3.1项下色谱条件进样测定,计算没食子酸、5-羟甲基糠醛、二苯乙烯苷、大黄素、大黄素甲醚的含量,结果见表4。

3 讨论

预试验中,参考文献[11-15],分别对不同流动相系统(乙腈-水、乙腈-0.1%磷酸水溶液)进行考察,结果为乙腈-0.1%磷酸水溶液时的峰形和分离度最优;对不同体积分数甲醇(30%, 50%, 70%, 90%)进行考察,结果以90%甲醇为提取溶剂时提取色谱图信息较丰富;对样品加热回流提取和超声提取(20, 30, 40, 60 min)进行考察,色谱图显示两者无显著差异,考虑方法的简便性与效率性,选择超声提取30 min。

本研究中分别从炮制品性状、浸出物、指纹图谱、含量测定等多方面分析了何首乌九蒸九晒和九蒸九烘2种炮制方法的差异。结果表明,九蒸九晒和九蒸九烘炮制品的性状和浸出物的变化趋势和程度一致,2种炮制工艺无显著差异。系统地分析了何首乌从一蒸一晒(烘)到九蒸九晒(烘)的指纹图谱结果,揭示了何首乌炮制过程中化学成分的变化规律,为可能出现的药效变化提供化学基础。检出的22个色谱峰中,归属5个色谱峰,发现7个新成分;对其中归属的5个成分进行了含量测定,结果第1批烘品含量比晒品稍高,第2批和第3批晒品含量比烘品稍高,考虑到误差,可认为2种炮制方法整体结果无显著差异,为探明何首乌九制的最佳炮制条件提供了理论参考。结合实际生产情况,晒干工艺优点在于简单易行、加工成本较低;而烘干工艺所用时间远短于晒干工艺,且炮制过程稳定可控,避免了饮片霉变、腐烂等情况的发生,且此工艺研究方法可为其他九蒸九晒饮片的研究提供参考。

在何首乌的后续研究中,拟对炮制工艺过程及其成

表4 3批何首乌生品与炮制品中5个成分含量测定结果($\mu\text{g/g}$)

Tab. 4 Results of content determination of five components in three batches of raw and processed *Polygoni Multiflori Radix* ($\mu\text{g/g}$)

批次	成分	生品	第1次炮制品		第2次炮制品		第3次炮制品		第4次炮制品		第5次炮制品		第6次炮制品		第7次炮制品		第8次炮制品		第9次炮制品	
			晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干	晒干	烘干
第1批	没食子酸	95.27	928.91	672.21	822.68	1090.25	732.47	1197.42	357.88	1203.35	343.30	1109.49	570.98	588.31	806.80	378.07	885.74	137.33	605.37	779.92
	5-羟甲基糠醛		37.45	12.40	78.11	102.18	64.79	240.89	76.79	260.39	90.79	350.13	199.35	199.65	350.15	94.10	459.15	76.86	267.07	470.90
	二苯乙烯苷	21703.22	15429.93	13260.92	8743.66	12781.29	9586.42	8131.27	1802.89	6859.46	1137.60	4025.37	1066.62	1312.30	1044.42	735.11	843.51	143.44	528.10	530.29
	大黄素	378.77	916.72	702.03	875.09	839.47	793.55	947.08	1159.75	945.11	920.87	1051.88	979.96	1133.35	1007.05	1243.02	1198.78	1141.74	1107.42	692.22
第2批	没食子酸	102.52	680.98	812.78	967.09	809.05	735.21	767.85	349.21	642.71	609.65	499.23	470.14	492.68	391.57	351.35	532.40	274.14	300.83	114.39
	5-羟甲基糠醛		106.65	119.63	347.92	299.93	472.52	448.82	276.99	519.73	590.28	436.80	552.17	494.11	496.93	377.39	702.41	377.07	836.78	482.96
	二苯乙烯苷	21488.35	11487.71	14853.86	6764.90	9562.07	2613.14	2609.74	505.26	1118.04	560.62	496.76	341.44	213.85	118.85	70.19	33.30	17.60	5.30	3.89
	大黄素	419.63	825.61	832.34	1084.69	1018.48	743.10	901.34	393.96	730.03	597.88	803.59	669.02	801.93	496.78	798.38	851.15	570.32	582.18	317.85
第3批	没食子酸	112.55	775.39	777.64	962.64	1063.24	778.78	1266.25	497.14	1063.28	567.12	938.98	720.17	626.37	730.89	448.65	735.60	266.63	542.71	426.15
	5-羟甲基糠醛		72.84	68.79	203.51	192.43	193.74	312.27	238.60	426.44	370.82	442.70	478.61	451.39	485.83	227.42	571.95	341.15	609.98	536.77
	二苯乙烯苷	17524.04	13728.95	14732.94	7914.08	10543.10	7775.46	8054.20	1511.75	4367.36	908.63	2419.87	951.17	807.91	682.88	663.63	384.68	48.73	289.50	176.21
	大黄素	536.82	942.02	793.92	1041.61	1005.57	811.07	1042.44	888.72	922.15	820.64	977.34	967.45	1130.56	815.60	1260.12	991.92	881.06	930.46	632.97
第3批	大黄素甲醚	306.31	430.06	370.13	474.51	442.00	395.54	459.88	436.42	405.45	439.50	451.97	504.83	580.38	447.61	654.37	550.77	527.73	550.12	402.41