

## 北柴胡（柴胡）配方颗粒

### Beichaihu (Chaihu) Peifangkeli

【来源】本品为伞形科植物柴胡 *Bupleurum chinense* DC. 的干燥根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】取北柴胡饮片 4000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 12%~19%），加辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【鉴别】取本品 0.5g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液浓缩至 2ml，作为供试品溶液。另取柴胡（北柴胡）对照药材 0.5g，同法制备对照药材溶液。再取柴胡皂苷 a 对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版 通则 0502）试验，吸取上述供试品溶液及对照品溶液各 3 $\mu$ l、对照药材溶液 6 $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-乙醇-水（8：2：1）为展开剂，预饱和 30 分钟，展开，取出，晾干，喷以 2%对二甲氨基苯甲醛的 40%硫酸溶液，在 60 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材和对照品色谱相应位置上，分别显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【特征图谱】照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版 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，（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.7 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 211nm、250nm；柱温为 35 $^{\circ}$ C；流速为每分钟 0.4ml。理论板数按柴胡皂苷 a 峰计算应均不低于 10000。

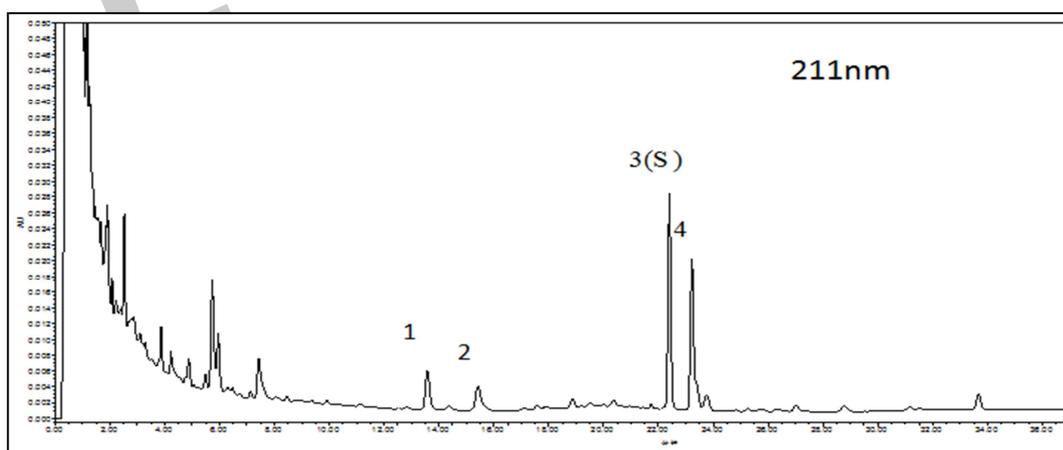
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	25→28	75→72
8~15	28→29	72→71
15~20	29→36	71→64
20~28	36	64
28~31	36→40	64→60
31~37	40	60

**参照物溶液的制备** 取柴胡(北柴胡)对照药材 0.5g, 置锥形瓶中, 加水 25ml, 加热回流 30 分钟, 滤过, 取续滤液 20ml, 蒸干, 加 5%浓氨试液的 50%乙醇溶液 25ml, 超声(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 取出, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项对照品溶液, 作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 同(含量测定)项。

**测定法** 精密吸取参照物溶液及供试品溶液各 3 $\mu$ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

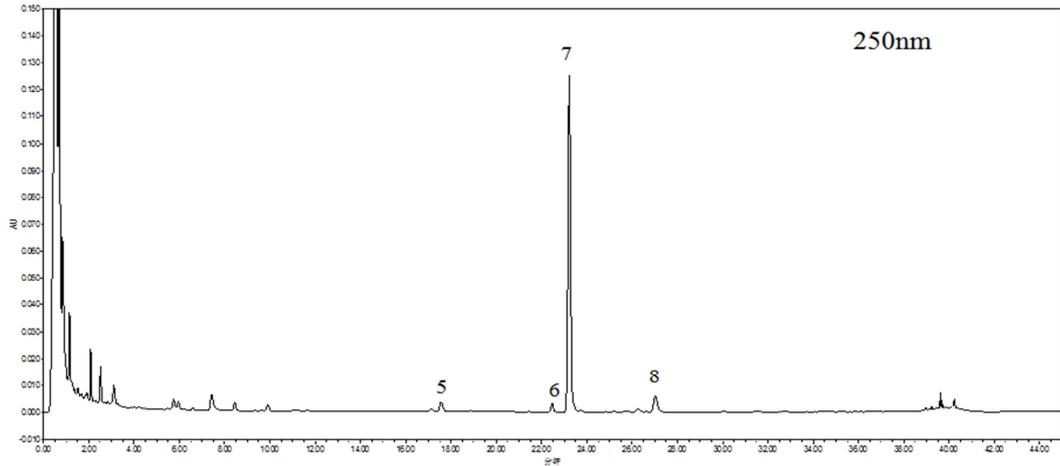
在 211nm 下, 供试品特征图谱应呈现 4 个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应, 与柴胡皂苷 a 参照物峰相应的峰为 S 峰, 计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间, 峰 1 和峰 2 的相对保留时间应在规定值的  $\pm 10\%$  范围之内, 峰 4 的相对保留时间应在规定值的  $\pm 8\%$  范围之内, 规定值为: 0.61 (峰 1)、0.69 (峰 2)、1.04 (峰 4); 且峰 1 与峰 3 面积的比值应小于 0.35; 在 250nm 下, 供试品色谱中应呈现 4 特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的 4 特征峰保留时间相对应, 与柴胡皂苷 a 参照物峰相应的峰为 S 峰, 计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间, 峰 5 的相对保留时间应在规定值的  $\pm 10\%$  范围之内, 峰 7 和峰 8 的相对保留时间应在规定值的  $\pm 8\%$  范围之内, 规定值为: 0.78 (峰 5)、1.04 (峰 7)、1.20 (峰 8)。峰 8 面积与峰 8 面积及峰 6 峰面积之和的比值应不大于 0.85。



对照特征图谱 (211nm)

峰 1: 柴胡皂苷 c 峰 2: 柴胡皂苷 f 峰 3: 柴胡皂苷 a 峰 4: 柴胡皂苷 b<sub>2</sub>

色谱柱 BEH C18, 2.1mm $\times$ 100mm, 1.7 $\mu$ m



对照特征图谱 (250nm)

峰 6: 柴胡皂苷 a 峰 7: 柴胡皂苷 b<sub>2</sub> 峰 8: 柴胡皂苷 b<sub>1</sub>

色谱柱 BEH C18, 2.1mm×100mm, 1.7μm

**【检查】 重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法(中国药典 2015 年版 通则 2321)测定。本品含铅不得过 5mg/kg; 含镉不得过 0.3mg/kg; 含砷不得过 2mg/kg; 含汞不得过 0.2mg/kg; 铜不得过 20mg/kg。

**其他** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(中国药典 2015 年版 通则 0104)。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法(中国药典 2015 年版 通则 2201)项下的热浸法测定, 用乙醇作溶剂, 不得少于 18.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法(中国药典 2015 年版 通则 0512)测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 检测波长为 211nm, 其余同〔特征图谱〕项。

**对照品溶液的制备** 取柴胡皂苷 a 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 75μg 的溶液, 即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量, 研细, 取约 1.0g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入含 5%浓氨试液的 50%乙醇溶液 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 5%浓氨试液的 50%乙醇溶液补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 3μl, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

本品每 1g 含柴胡皂苷 a (C<sub>42</sub>H<sub>68</sub>O<sub>13</sub>) 应为 1.60mg~5.00mg。

**【规格】** 每 1g 配方颗粒相当于饮片 4.0g。

【贮藏】 密封。

信  
箱  
不  
开