

醋柴胡（柴胡）配方颗粒

Cuchaihu (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】 取醋柴胡饮片 3500g，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，吸取供试品溶液及对照品溶液各 3 μ l、对照药材溶液 6 μ 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 μ 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。

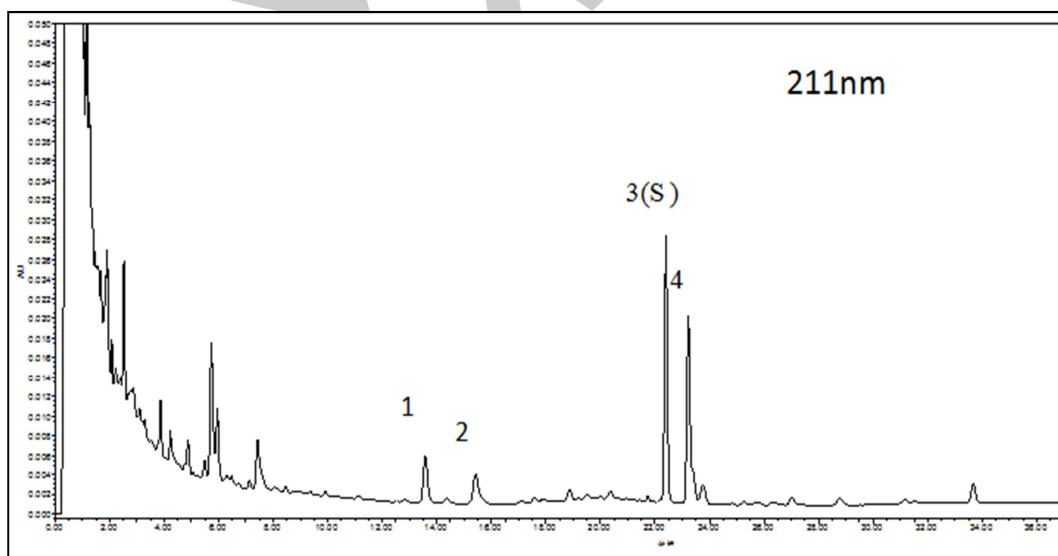
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	25→28	75→72
8~15	28→29	72→71
15~20	29→36	71→64
20~28	36	64
28~31	36→40	64→60
31~37	40	60

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)项下对照品溶液,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 μ l,注入液相色谱仪,测定,即得。

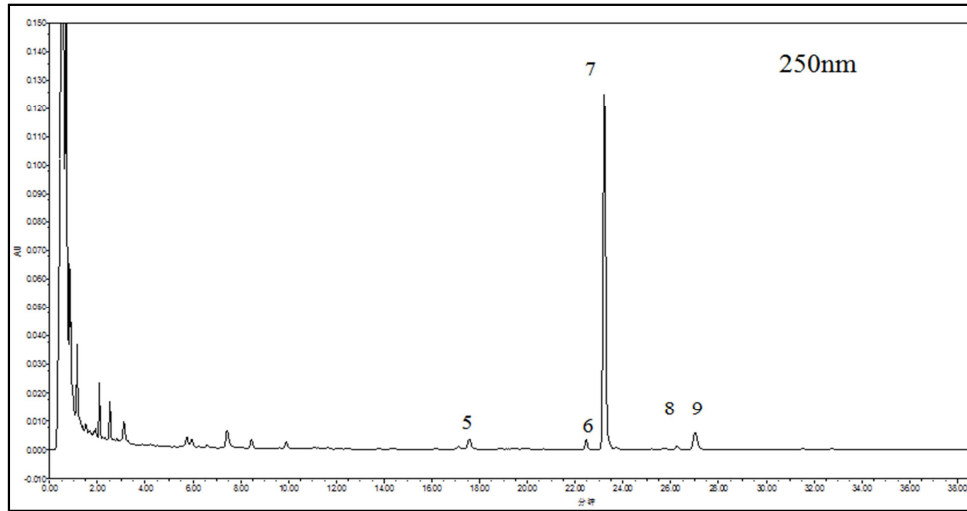
在 211nm 下,供试品色谱中应呈现 4 个特征峰,并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应,与柴胡皂苷 a 参照物峰相应的峰为 S 峰,计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间,峰 1 和峰 2 的相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内,峰 4 的相对保留时间应在规定值的 $\pm 8\%$ 范围之内,规定值为 0.61(峰 1)、0.69(峰 2)、1.04(峰 4);在 250nm 下,供试品色谱中应呈现 5 个特征峰,并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应,与柴胡皂苷 a 参照物峰相应的峰为 S 峰,计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间,峰 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),且峰 8 峰面积与峰 7 峰面积及峰 6 峰面积之和的比值应大于 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 b₂

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



对照特征图谱 (250nm)

峰 6: 柴胡皂苷 a 峰 7: 柴胡皂苷 b₂ 峰 8: 柴胡皂苷 b₁

色谱柱 BEH C18, 2.1mm×100mm, 1.7μm

【检查】 重金属及有害元素 取本品, 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 17.0%。

【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(含量测定)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 (C₄₂H₆₈O₁₃) 应为 1.10mg~4.00mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 3.5g。

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处。

信
不
行
心