

【一】品种说明

【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 4000 g，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 1000 g，即得。

【性状】本品为黄色至黄棕色的颗粒；气微，味微苦。

【二】特征图谱

1、样品制备

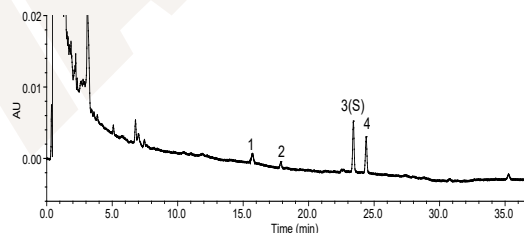
制备方法	参照物溶液	取柴胡（北柴胡）对照药材 0.5 g，置锥形瓶中，加水 25 mL，加热回流 30 分钟，滤过，取续滤液 20 mL，蒸干，加 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液 25 mL，超声处理 30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。取柴胡皂苷 a 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 75 μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液	取本品适量，研细，取约 1.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入含 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003)	
流动相	A: 乙腈	B: 水
	时间 / 分钟	A/% 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	
流速	0.4 mL/min	
进样量	3 μL	
柱温	35 °C	
检测波长	211 nm、250 nm	
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC	

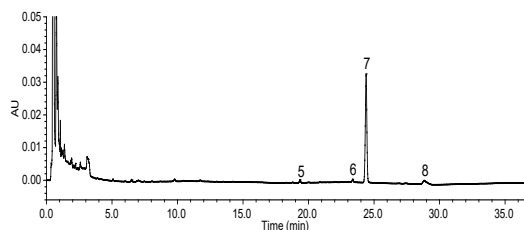
3、实验图谱

对照药材图谱



对照药材图谱 (211 nm)

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: Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm



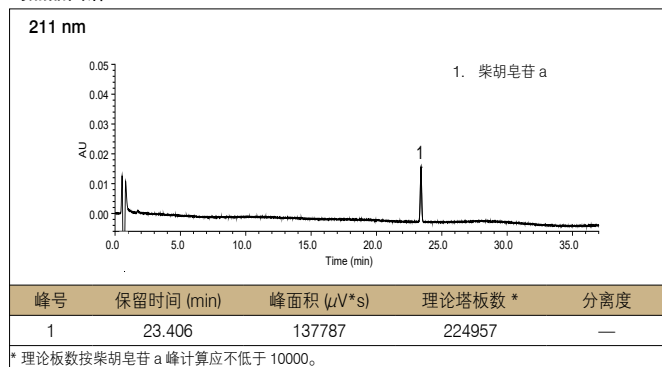
对照药材图谱 (250 nm)

峰 7: 柴胡皂苷 b2; 峰 8: 柴胡皂苷 b1
色谱柱: Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm

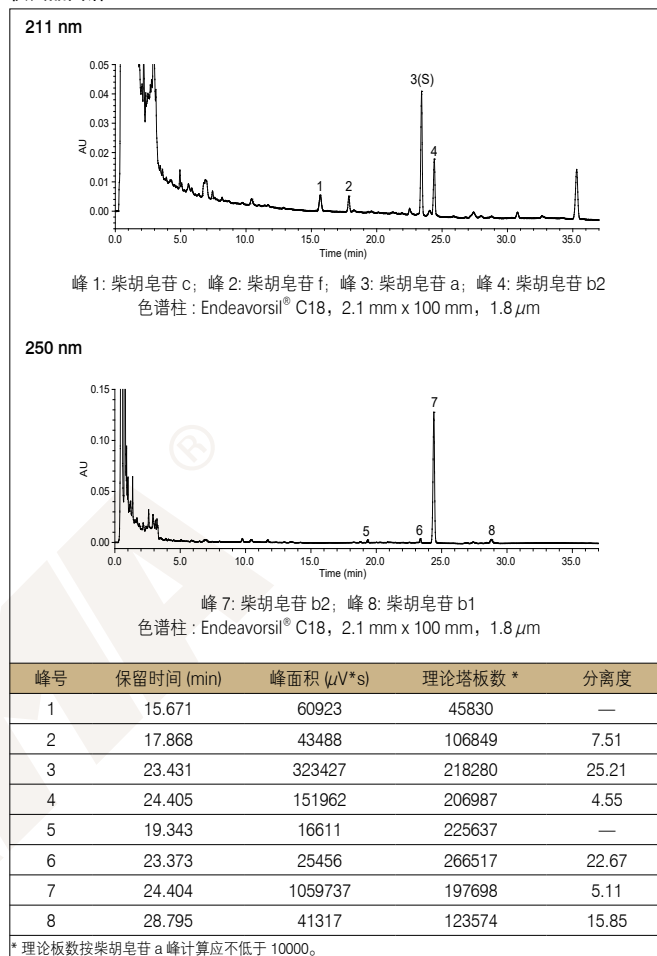
峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值	规定值 ± 10% (峰 1、2) / ± 8% (峰 4) 的范围	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	15.686	0.67	0.61	0.55~0.67	12933	39684	—
2	17.880	0.76	0.69	0.62~0.76	7002	121046	7.10
3	23.413	—	1.00	—	53466	225276	22.72
4	24.391	1.04	1.04	0.96~1.12	40222	186504	4.57
5	19.352	—	—	—	5310	260694	—
6	23.369	—	—	—	5856	318634	22.44
7	24.394	—	—	—	273231	200813	5.01
8	28.822	—	—	—	21962	38705	10.19

* 理论板数按柴胡皂苷 a 峰计算应不低于 10000。
注: 标准规定, 峰 1 与峰 3 面积的比值应小于 0.35, 峰 8 面积与峰 6 面积及峰 7 面积之和的比值应不小于 0.85。

对照品图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μm (Cat# 87003) 检测北柴胡配方颗粒的特征峰, 在 211 nm 下, 供试品色谱中呈现 4 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应, 计算峰 1、峰 2、峰 4 与 S 峰 (柴胡皂苷 a 峰) 的相对保留时间分别为 0.67(峰 1)、0.76(峰 2)、1.04(峰 4), 计算峰 1 与峰 3 面积的比值为 0.24, 均在规定的范围内; 在 250 nm 下, 供试品色谱中呈现 4 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应, 峰 8 面积与峰 7 面积及峰 6 面积之和的比值为 0.79, 在规定的范围内, 符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

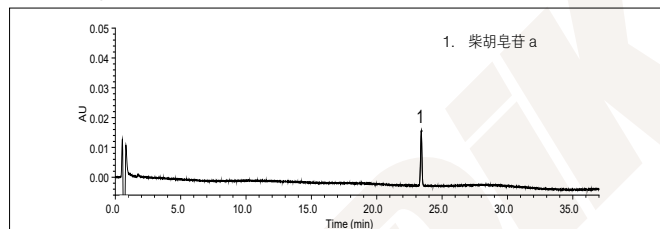
制备方法	对照品溶液	取柴胡皂苷 a 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 75 μ g 的溶液，即得。
	供试品溶液	取本品适量，研细，取约 1.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入含 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil [®] C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)		
流动相	A: 乙腈		B: 水
	时间 / 分钟	A/%	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
流速	0.4 mL/min		
进样量	3 μ L		
柱温	35 $^{\circ}$ C		
检测波长	211 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

3、实验图谱

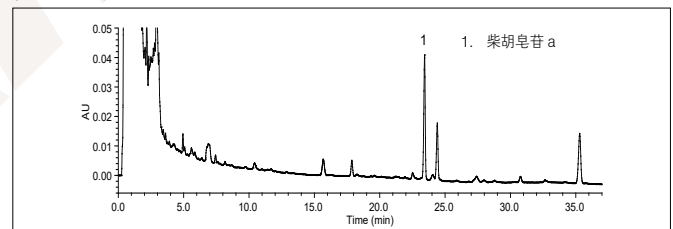
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	23.406	137787	224957	—

* 理论板数按柴胡皂苷 a 峰计算应不低于 10000。

供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	23.431	323427	218280	—

* 理论板数按柴胡皂苷 a 峰计算应不低于 10000。

4、实验结果

经测定本品每 1 g 含柴胡皂苷 a ($C_{42}H_{68}O_{13}$) 为 4.40 mg，在方法规定的范围内 (1.60 mg~5.00 mg)。