【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】取醋北柴胡饮片 3500 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

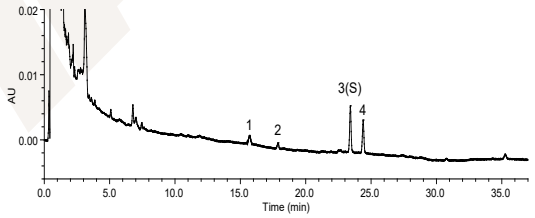
制备方法	**参照物溶液** 取柴胡（北柴胡）对照药材 0.5 g，置锥形瓶中，加水 25 mL，加热回流 30 分钟，滤过，取续滤液 20 mL，蒸干，加 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液 25 mL，超声处理 30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。取柴胡皂苷 a 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 75 μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。 **供试品溶液** 取本品适量，研细，取约 1.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入含 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用 5% 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 ℃		
检测波长	211 nm、250 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

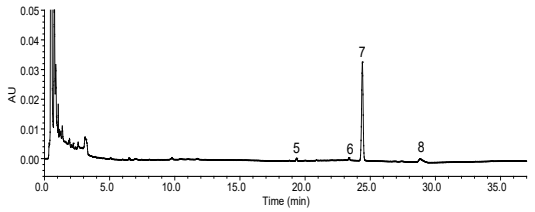
3、实验图谱

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(S): 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)

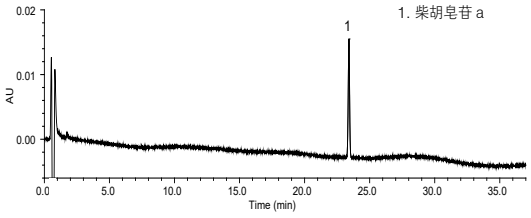
峰 7: 柴胡皂苷 b2；峰 8: 柴胡皂苷 b1
色谱柱 : Endeavorsil® C18，2.1 mm x 100 mm，1.8 μm

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 8 面积与峰 8 面积及峰 6 面积之和的比值应不大于 0.85。

对照品图谱

211 nm

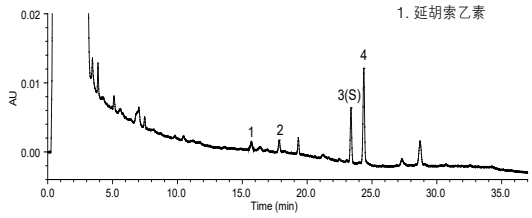


峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	23.406	137787	224957	—

* 理论板数按柴胡皂苷 a 峰计算应不低于 10000。

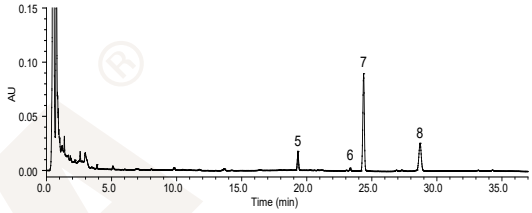
供试品图谱

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

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)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	15.694	10725	33588	—
2	17.847	13396	126569	7.70
3	23.384	59558	228518	24.43
4	24.371	112939	205758	4.73
5	19.323	111858	210262	—
6	23.340	16086	253470	22.71
7	24.370	740091	199301	5.12
8	28.708	315632	116181	15.45

* 理论板数按柴胡皂苷 a 峰计算应不低于 10000。

4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18，2.1 mm x 100 mm，1.8 μm (**Cat# 87003**) 检测醋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)，均在规定范围内；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 8 面积及峰 6 面积之和的比值为 0.79，在规定范围内，符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

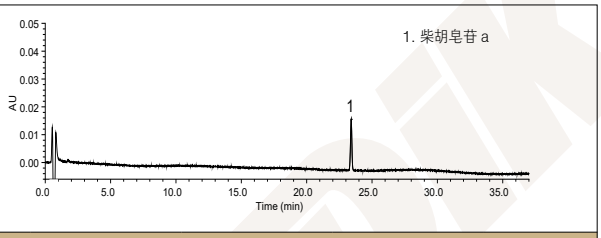
制备方法	**对照品溶液** 取柴胡皂苷 a 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 75 μg 的溶液，即得。 **供试品溶液** 取本品适量，研细，取约 1.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入含 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用 5% 浓氨试液的 50% 乙醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18，2.1 mm x 100 mm，1.8 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 ℃		
检测波长	211 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

3、实验图谱

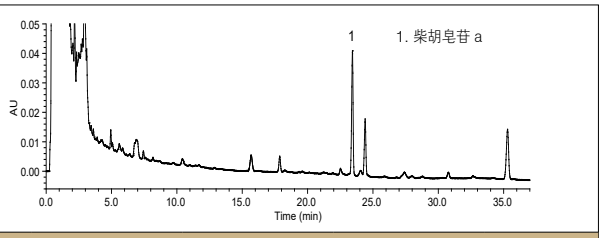
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*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 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	23.384	59558	228518	—

* 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 0.81 mg，不在方法规定的范围内 (1.10 mg~4.00 mg)。