

# 国家药品监督管理局 国家药品标准

YBZ-PFKL-2021011

## 北柴胡配方颗粒

Beichaihu 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 1g，加水 50ml，煎煮 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 20ml，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 2020 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 2020 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。

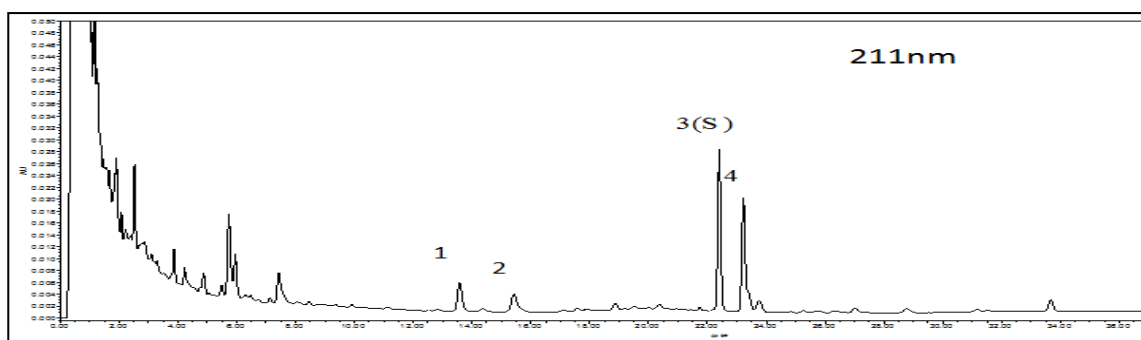
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~8	25→28	75→72
8~15	28→29	72→71
15~20	29→36	71→64
20~28	36	64
28~31	36→40	64→60
31~37	40	60

**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。

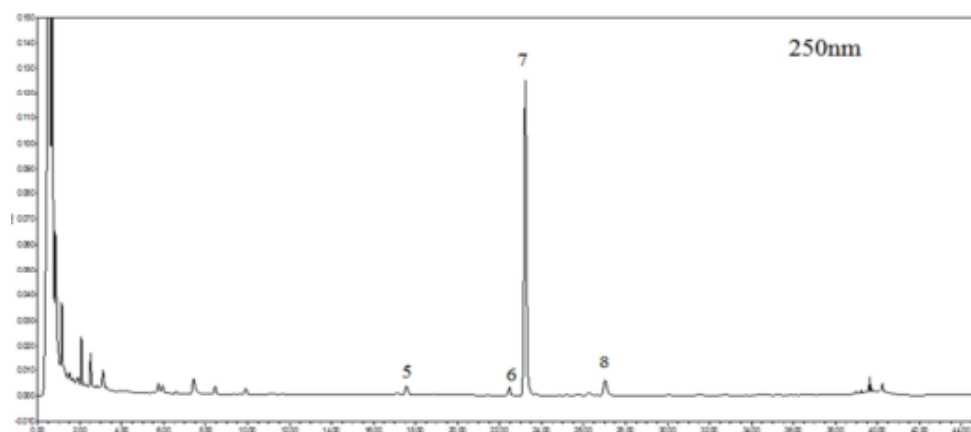
在 211nm 下，供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，与柴胡皂苷 a 参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，峰 1 和峰 2 的相对保留时间应在规定值的 $\pm$ 10%范围之内，峰 4 的相对保留时间应在规定值的 $\pm$ 8%范围之内，规定值为：0.61（峰 1）、0.69（峰 2）、1.04（峰 4）；且峰 1 与峰 3 面积的比值应小于 0.35；在 250nm 下，供试品色谱中应呈现 4 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 4 个特征峰保留时间相对应，峰 8 面积与峰 8 面积及峰 6 峰面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 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】** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

**【浸出物】** 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 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 2020 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 1.7μm）；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；柱温为 35℃；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

**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 4g

**【贮藏】** 密封。