

柴胡



圖1 柴胡外觀圖

1. 名稱

藥材正名: Radix Bupleuri

中文名: 柴胡

漢語拼音名: Chaihu

2. 來源

本品為傘形科植物柴胡 *Bupleurum chinense* DC. 的乾燥根。春、秋二季採挖，除去莖葉及泥沙，乾燥。

3. 性狀

本品呈圓柱形或長圓錐形，長3.5-16 cm，直徑通常為3-12 mm。根頭膨大，頂端殘留3-15個莖基或短纖維狀葉基，下部分枝。表面黑褐色或淺棕色，具縱皺紋、支根痕及皮孔。質硬而韌，不易折斷，斷面顯纖維性，皮部淺棕色，木部黃白色。氣微香，味微苦(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

木栓層為數列扁平木栓細胞。皮層窄，有少數油管。韌皮部散有油管，常現裂隙；油管週圍為分泌細胞，管腔含黃棕色或綠黃色分泌物或油滴。形成層成環。木質部寬廣，約佔根的一半以上，導管單個或成群，射線明顯；木纖維發達，與木薄壁細胞排成斷續的環狀(圖2)。

粉末

灰棕色。油管多碎斷，含黃棕色或綠黃色條狀分泌物，直徑10-50 μm 。木纖維較多，單個或成束，無色或淡黃色，長梭形，直徑7-25 μm ，壁厚2-8 μm ，木化。網紋、螺紋導管多見，直徑5-80 μm 。木栓細胞黃棕色，多角形(圖3)。

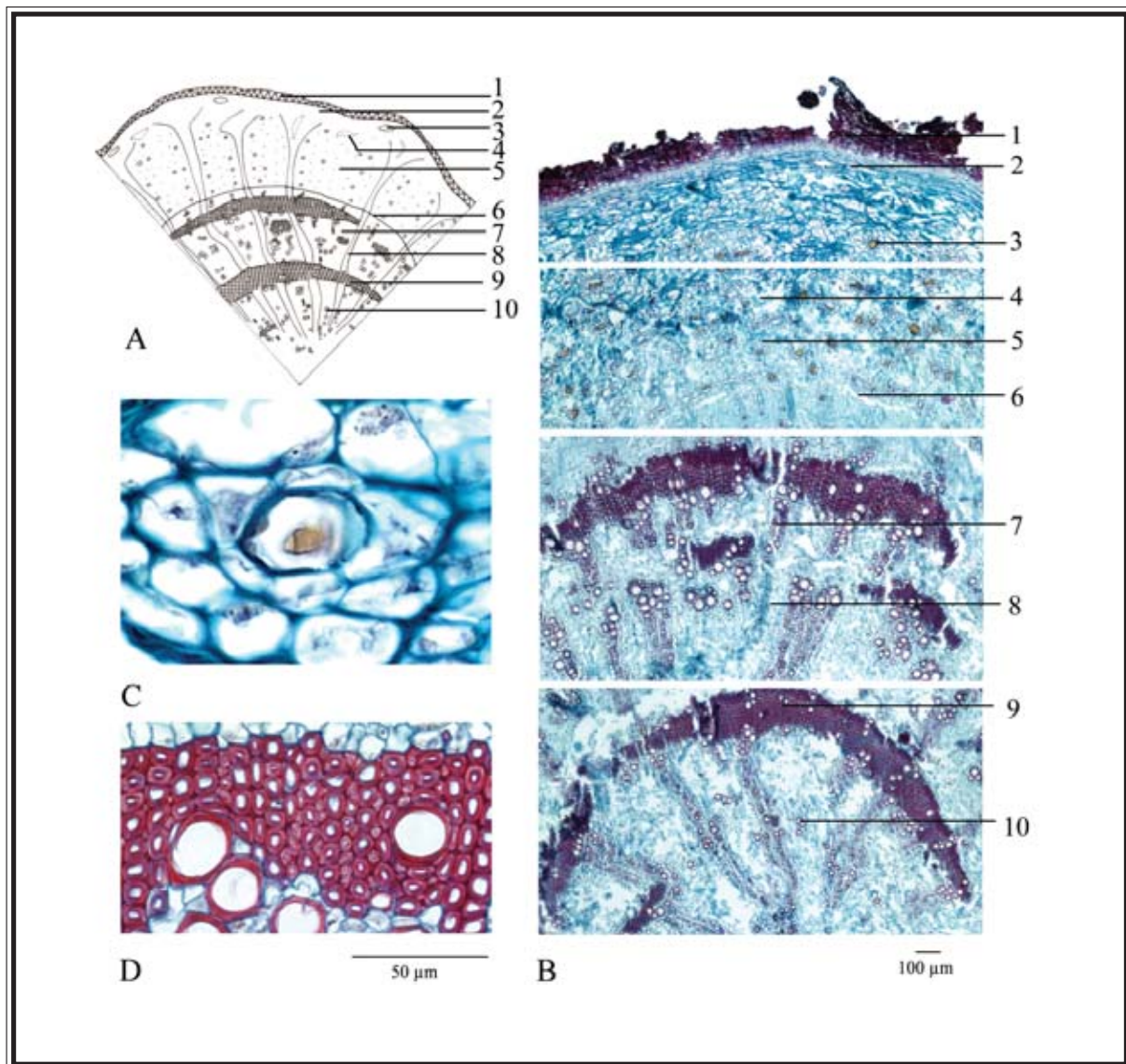


圖2 柴胡橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 油管 D. 木纖維

1. 木栓層 2. 皮層 3. 油管 4. 裂隙 5. 韌皮部 6. 形成層 7. 木質部 8. 木射線
9. 木纖維 10. 導管

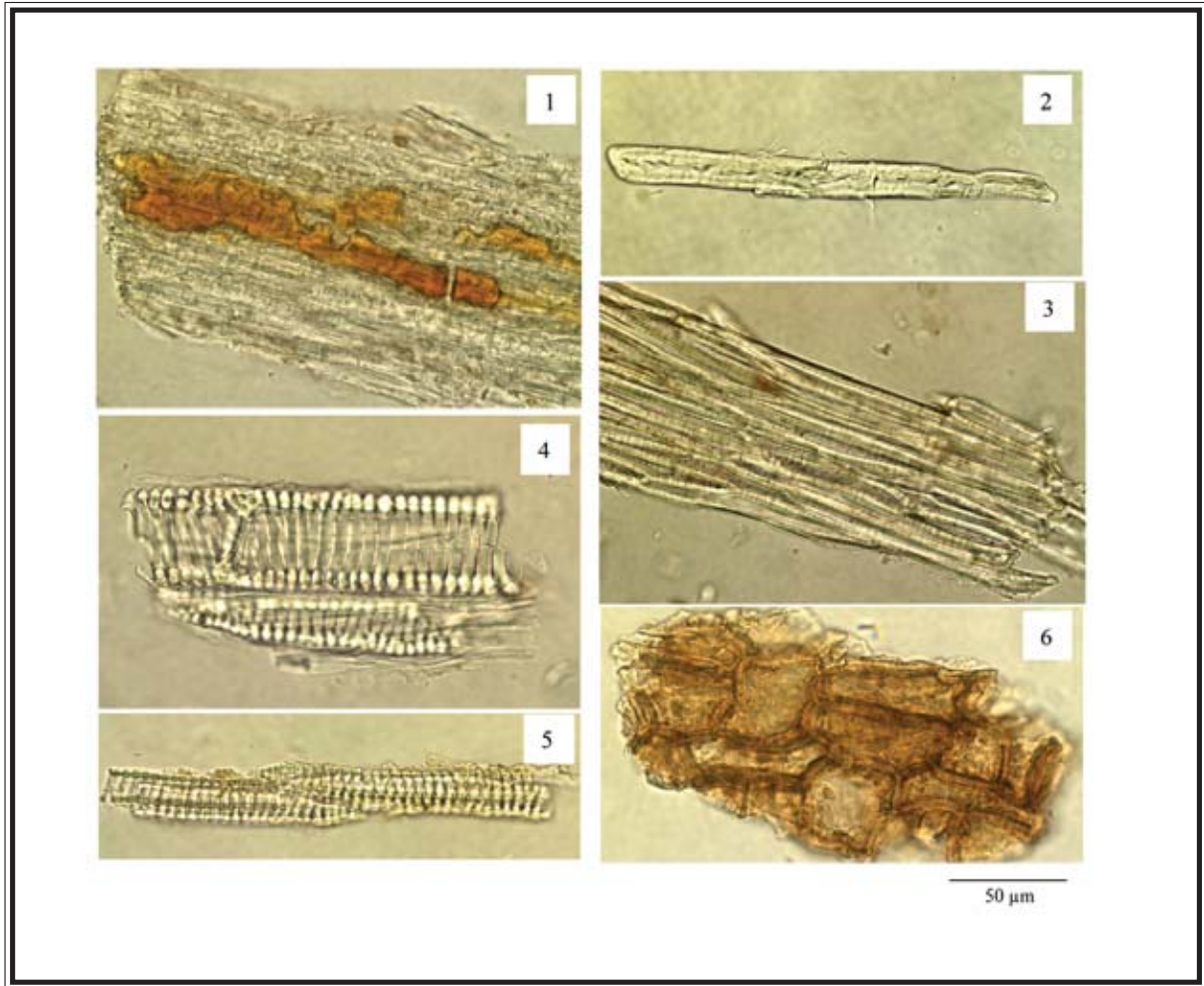


圖3 柴胡粉末顯微特徵圖 (光學顯微鏡下)

- 1. 油管 2. 木纖維 3. 木纖維束 4. 網紋導管 5. 螺旋導管 6. 木栓細胞

4.2 理化鑒別

操作程序

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加甲醇 20 mL，振搖 2 小時，靜置約 30 分鐘，濾過。取濾液 100 μ L 轉移於試管中，加二氯甲烷 3 mL，輕搖。小心沿管壁加硫酸 1.5 mL，兩液接界處顯紅至紅褐色環。

4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

柴胡皂苷A 對照品溶液

取柴胡皂苷A 對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

柴胡皂苷C 對照品溶液

取柴胡皂苷C 對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

柴胡皂苷D 對照品溶液

取柴胡皂苷D 對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 2 mL 甲醇中。

展開劑

製備乙酸乙酯 - 乙醇 - 水 (8:2:1, v/v) 的混合溶液。

顯色劑

取對 - 二甲氨基苯甲醛 2.0 g，溶解於 100 mL 40% (v/v) 稀硫酸中，臨用配製。

供試品溶液

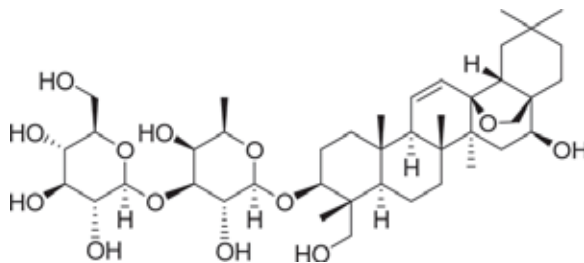
取本品粉末 0.5 g，置 50-mL 圓底燒瓶中，加甲醇約 20 mL，加熱回流 1 小時，放冷至室溫，濾過。取濾液轉移於 100-mL 錐形瓶中，在水浴中濃縮至約 5 mL。濾過，即得。

操作程序

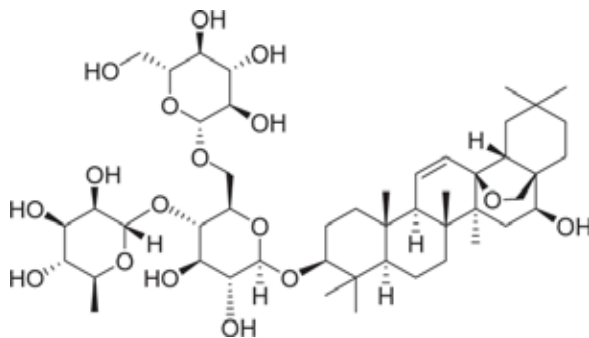
照薄層色譜法 [附錄 IV(A)] 進行。分別吸取柴胡皂苷 A、柴胡皂苷 C、柴胡皂苷 D 對照品溶液和供試品溶液各 5 μL ，點於同一高效硅膠 F_{254} 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 60°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 5 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

供試品色譜應顯出與柴胡皂苷 A、柴胡皂苷 C 及柴胡皂苷 D 色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶。

(i)



(ii)



(iii)

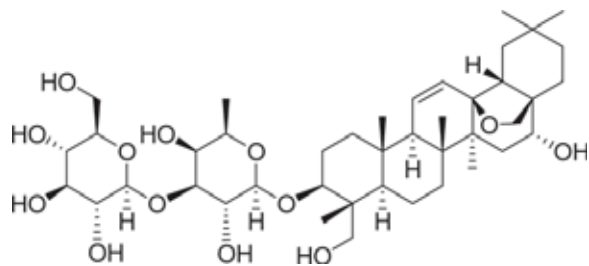


圖 4 化學結構式 (i) 柴胡皂苷A (ii) 柴胡皂苷C (iii) 柴胡皂苷D

4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

對照品溶液

柴胡皂苷D 對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取柴胡皂苷D 對照品 1.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加 (25%, v/v) 氨溶液 - 甲醇 (1:4, v/v) 混合溶液 20 mL，混勻，超聲 (220 W) 處理 1 小時，離心 10 分鐘 (約 $3200 \times g$)，濾過。取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 5 mL 甲醇，用 0.45- μ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

色譜系統

液相色譜: 檢測波長 210 nm; 4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μ m) 填充柱; 流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下:

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 20	70 \rightarrow 50	30 \rightarrow 50	綫性梯度
20 – 30	50 \rightarrow 40	50 \rightarrow 60	綫性梯度
30 – 45	40 \rightarrow 10	60 \rightarrow 90	綫性梯度
45 – 60	10 \rightarrow 0	90 \rightarrow 100	綫性梯度

系統適用性要求

吸取柴胡皂苷D 對照品溶液 *Std-FP* 20 μ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：柴胡皂苷D 的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；柴胡皂苷D 峰的保留時間相對標準偏差應不大於 5.0%；理論塔板數按柴胡皂苷D 峰計算應不低於 20000。

供試品測試中 3 號峰與 4 號峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 5)。

操作程序

分別吸取柴胡皂苷D 對照品溶液 *Std-FP* 和供試品溶液各 20 μ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中柴胡皂苷D 峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 4 個特徵峰 (圖 5) 的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中柴胡皂苷D 峰的保留

時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中柴胡皂苷D峰。二色譜圖中柴胡皂苷D峰的保留時間相差應不大於3.0%。按附錄XII公式計算特徵峰的相對保留時間。

柴胡提取液4個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表1。

表1 柴胡提取液4個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1 (柴胡皂苷A)	0.70	± 0.03
2 (指標成份峰，柴胡皂苷D)	1.00	-
3	2.34	± 0.09
4	2.37	± 0.09

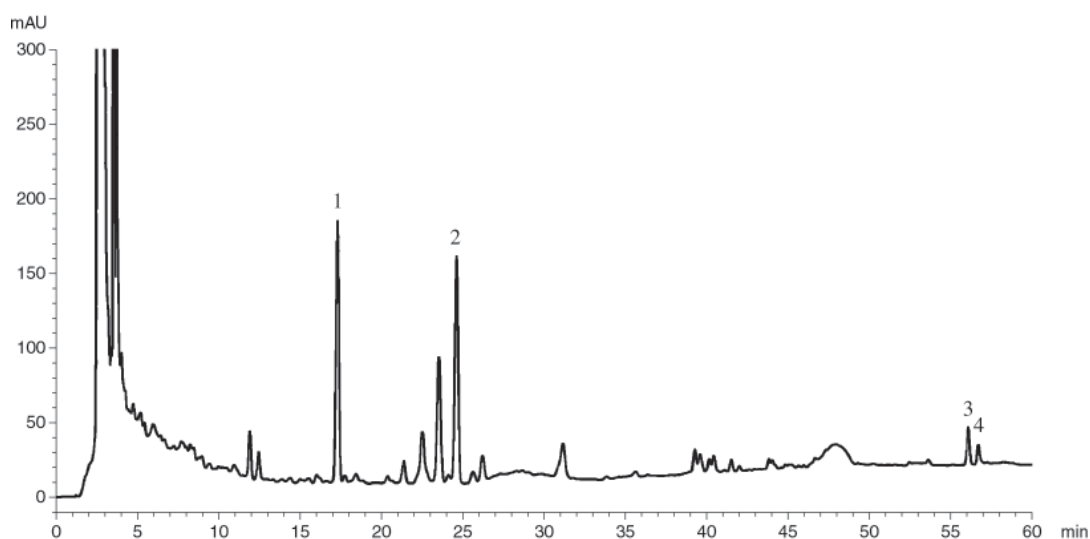


圖5 柴胡提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的4個特徵峰(圖5)。

5. 檢查

5.1 重金屬 (附錄 V)：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留 (附錄 VI)：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素 (附錄 VII) : 應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留 (附錄 XVII) : 應符合有關規定。

5.5 雜質 (附錄 VIII)

非藥用部位不多於 8.0%。

其他雜質不多於 2.0%。

5.6 灰分 (附錄 IX)

總灰分：不多於 9.0%。

酸不溶性灰分：不多於 3.5%。

5.7 水分 (附錄 X) : 不多於 5.0%。

6. 浸出物 (附錄 XI)

水溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 12.0%。

醇溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 11.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液

柴胡皂苷A 對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

精密稱取柴胡皂苷A 對照品 5.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。

柴胡皂苷A 對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取柴胡皂苷A對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含柴胡皂苷A分別為 25、50、100、200、300 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.25 g，置 50-mL 離心管中，加 (25%, v/v) 氨溶液 - 甲醇 (1:4, v/v) 混合溶液 15 mL，超聲 (220 W) 處理 30 分鐘，離心 10 分鐘 (約 3200 × g)，取上清液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中，重複提取 2 次，合併上清

液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於甲醇，轉移於5-mL量瓶中，加甲醇至刻度，用0.45- μm 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：檢測波長210 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；流速約1.0 mL/min。流動相為乙腈-水(38:62, v/v)的混合溶液；流程約30分鐘。

系統適用性要求

將柴胡皂苷A對照品溶液 *Std-AS*(100 mg/L) 20 μL ，注入液相色譜儀，至少重複5次。系統適用性參數的要求如下：柴胡皂苷A的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；柴胡皂苷A峰的保留時間相對標準偏差應不大於5.0%；理論塔板數按柴胡皂苷A峰計算應不低於4000。

供試品測試中柴胡皂苷A峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5。

標準曲綫

將柴胡皂苷A系列對照品溶液 *Std-AS* 各20 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以柴胡皂苷A的峰面積與相應濃度作圖。從相應5點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液20 μL ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與柴胡皂苷A對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中柴胡皂苷A峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中柴胡皂苷A峰。二色譜圖中柴胡皂苷A相應峰的保留時間相差應不大於3.0%。測定峰面積，按附錄IV(B)公式計算供試品溶液中柴胡皂苷A的濃度(mg/L)，並計算樣品中柴胡皂苷A的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含柴胡皂苷A ($\text{C}_{42}\text{H}_{68}\text{O}_{13}$) 不少於0.16%。