

桔梗中桔梗皂苷 D 的测定

SGLC-LC-350

摘要：本文建立了桔梗中桔梗皂苷 D 的 HPLC 测定方法。参照 2020 版《中国药典》色谱条件，采用色谱柱 ShimNex CS C18 和 ShimNex WR C18 分析桔梗中桔梗皂苷 D，结果显示，桔梗皂苷 D 峰形对称，理论塔板数大于 3000，桔梗皂苷 D 与相邻杂质峰基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为桔梗中桔梗皂苷 D 的检测提供参考。

关键词：桔梗 桔梗皂苷 D ShimNex CS C18 ShimNex WR C18 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μ m，4.6 \times 250 mm；P/N：380-01230-01）

ShimNex WR C18（5 μ m，4.6 \times 250 mm；P/N：380-01230-22）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 对照品溶液的制备

取桔梗皂苷 D 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液，即得。

1.3 供试品溶液的制备

取本品粉末（过二号筛）约 2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 50 mL，称定重量，超声处理（功率 250 W，频率 40 kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过；精密量取续滤液 25 mL，蒸干，残渣加水 20 mL，微热使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 20 mL，合并正丁醇液，用氨试液 50 mL 洗涤，弃去氨液，再用正丁醇饱和的水 50 mL 洗涤，弃去水液，正丁醇液回收溶剂至干，残渣加甲醇适

量使溶解，转移至 5 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

1.4 分析条件

柱温：30℃

检测器：ELSD-LTIII 蒸发光散射检测仪

漂移管温度：60℃

流速：1.0 mL/min

进样量：10 μL

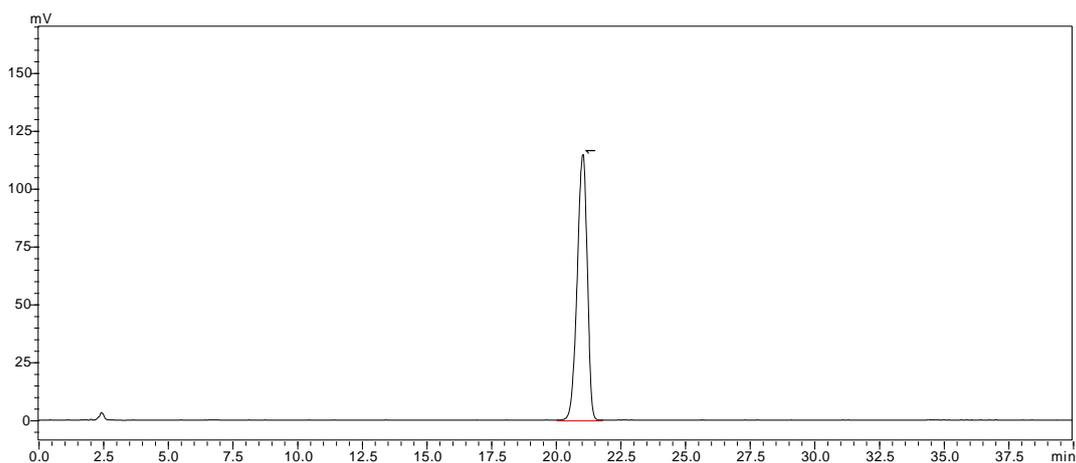
流动相：乙腈：水 =25：75

1.5 实验结果

1.5.1 色谱柱：ShimNex WR C18 (5 μm, 4.6×250 mm; P/N: 380-01230-22)

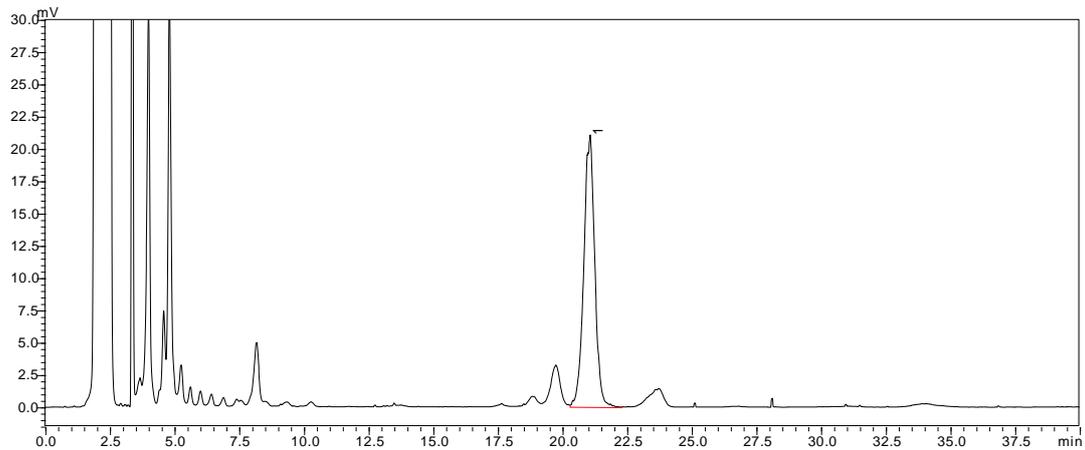
按照上述色谱条件 (1.4) 进行采集，对照品溶液和供试品溶液色谱图如下：

对照品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	桔梗皂苷 D	20.925	2680467	109410	18190	0.981	--

供试品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	桔梗皂苷 D	20.841	628063	22029	13733	1.008	--

重现性

对照品溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
桔梗皂苷 D	20.925	21.043	20.895	0.50	2680467	2687782	2670467	0.46

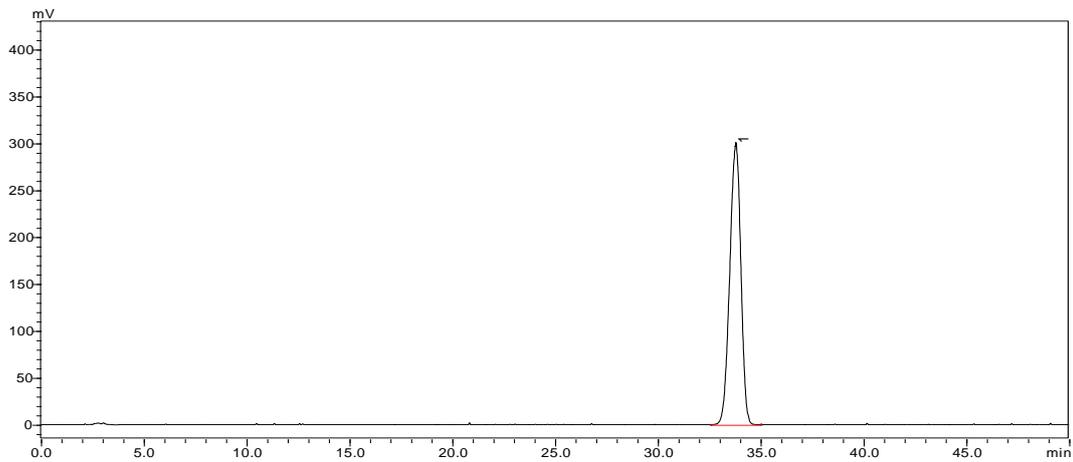
供试品溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
桔梗皂苷 D	20.841	21.074	21.112	0.15	628063	615553	624945	1.07

1.5.2 色谱柱: ShimNex CS C18 (5 μm, 4.6×250 mm; P/N: 380-01230-01)

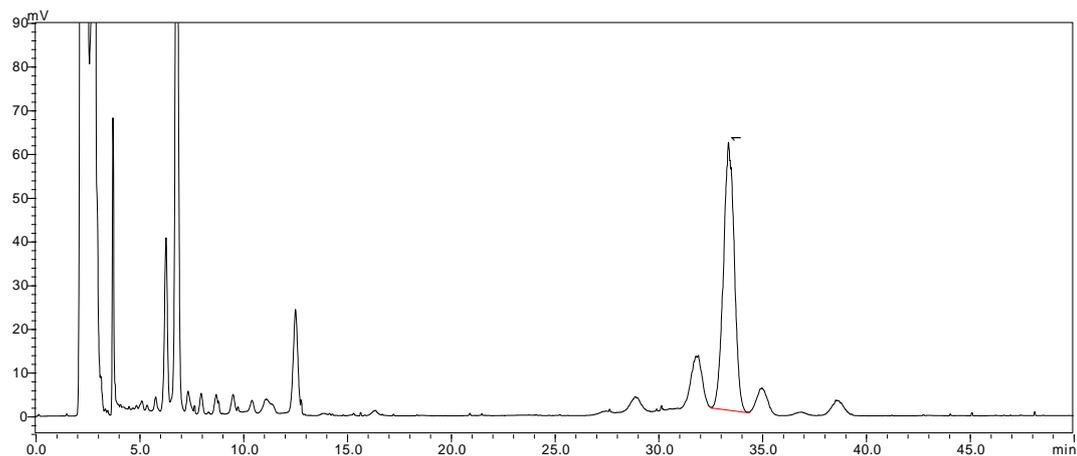
按照上述色谱条件 (1.4) 进行采集, 对照品溶液和供试品溶液色谱图如下:

对照品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	桔梗皂苷 D	33.792	11230920	300801	23033	0.969	--

供试品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	桔梗皂苷 D	33.378	2210081	61172	23389	1.036	--

重现性

对照品溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
桔梗皂苷 D	33.792	33.997	34.217	0.63	11230920	11417105	11274758	0.86

供试品溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
桔梗皂苷 D	33.378	33.546	33.386	0.28	2210081	2234103	2248199	0.86

2. 结论

本文建立了桔梗中桔梗皂苷 D 的 HPLC 测定方法。参照 2020 版《中国药典》色谱条件, 采用色谱柱 ShimNex CS C18 和 ShimNex WR C18 分析桔梗中桔梗皂苷 D, 结果显示, 桔梗皂苷 D 峰形对称, 理论塔板数大于 3000, 桔梗皂苷 D 与相邻杂质峰基线分离, 满足《中国药典》要求。此方法可为桔梗中桔梗皂苷 D 的检测提供参考。