

柴胡分析

SGLC-LC-012

摘要：本文建立了柴胡的测定方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm) 分析柴胡，柴胡皂苷 a 和柴胡皂苷 d 的分离度及其理论塔板数均满足《中国药典》要求。此方法可为柴胡的检测提供参考。

关键词：柴胡 Shim-pack VP-ODS HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 228-34937-92);

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 分析条件

色谱柱：Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm)

流动相：乙腈-水

柱温：40 °C

检测波长：210 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：20 μL(标准品)、10 μL(供试品)

梯度洗脱程序

时间 (min)	乙腈	水
0	25	75
50	90	10
55	90	10

1.3 对照品溶液的制备

取柴胡皂苷 a 对照品、胡皂苷 d 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含胡皂苷 a 0.4 mg、胡皂苷 d 0.5 mg 的溶液，摇匀，即得。

1.4 供试品溶液的制备

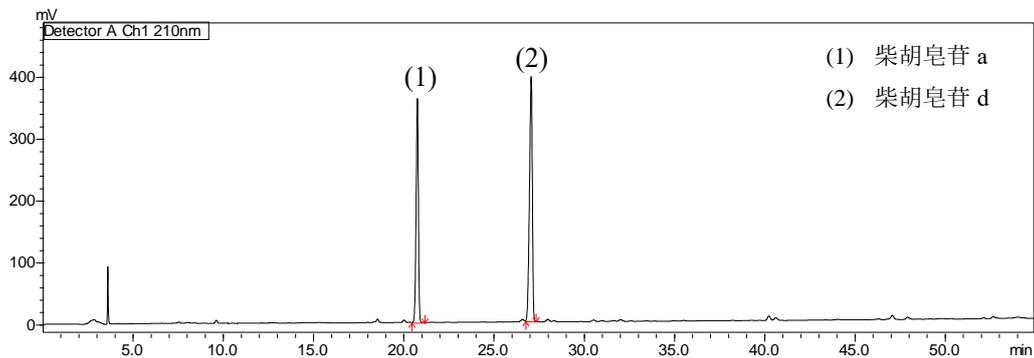
取本品粉末（过四号筛）约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入含 5%浓氨试液的甲醇溶液 25 mL，密塞，30°C 水温超声处理（功率 200W，频率 40kHz）30 分钟，滤过，用甲醇 20 mL 分 2 次洗涤容器及药渣，洗液与滤液合并，回收溶剂至干。残渣加甲醇溶解，转移至 5 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2. 结果讨论

2.1 色谱图

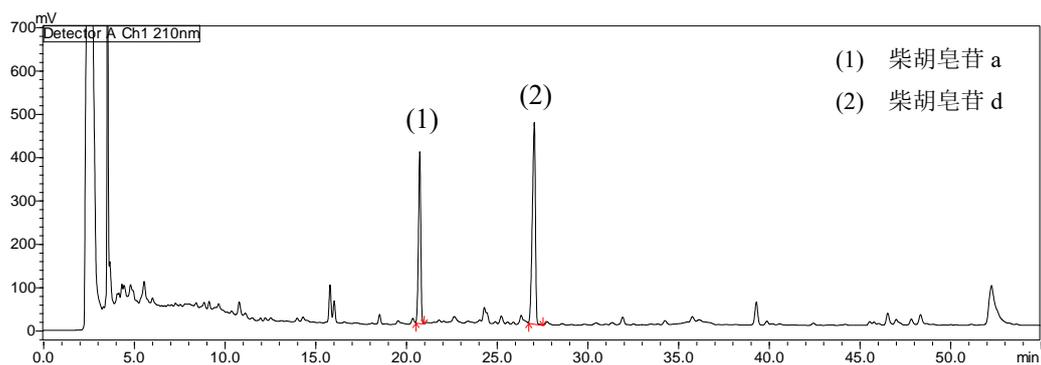
按照上述色谱条件（1.2）进行采集，对照品溶液色谱图和样品色谱图如下：

柴胡皂苷 a、柴胡皂苷 d 对照品溶液：



名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
柴胡皂苷 a	20.792	3154954	361573	119039	0.895
柴胡皂苷 d	27.098	4337488	394970	127076	0.887

供试品溶液:



2.2 重现性

柴胡皂苷 a 的重复性:

序号	对照品 (20 μ L)		样品 (10 μ L)	
	t/min	峰面积	t/min	峰面积
1	20.794	3154926	20.811	3499406
2	20.792	3154954	20.770	3501305
3	20.789	3159772	20.660	3554920
平均值	20.792	3156551	20.747	3518544
RSD/%	0.01	0.09	0.38	0.90

柴胡皂苷 d 的重复性:

序号	对照品 (20 μ L)		样品 (10 μ L)	
	t/min	峰面积	t/min	峰面积
1	27.003	4391430	27.132	5536209
2	27.098	4337488	27.083	5558127
3	27.097	4344119	26.990	5606439
平均值	27.066	4357679	27.068	5566925
RSD/%	0.20	0.68	0.27	0.65

3. 结论

本文建立了柴胡的测定方法。结果表明, 采用色谱柱 Shim-pack VP-ODS (4.6 \times 250 mm, 5 μ m) 分析柴胡, 柴胡皂苷 a 和柴胡皂苷 d 的分离度及其理论塔板数均满足《中国药典》要求, 重复性良好。此方法可为柴胡的检测提供参考。