

地黄中地黄苷 D 的测定

SGLC-LC-142

摘要：本文建立了地黄中地黄苷 D 的 HPLC 测定方法。结果表明，按照 2020 版《中国药典》中色谱条件，采用色谱柱 SHIMSEN Ankylo C18 分析地黄中地黄苷 D，地黄苷 D 峰形对称，理论塔板数大于 5000，且与相邻杂质峰能达到基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为地黄中地黄苷 D 的检测提供参考。

关键词：地黄 地黄苷 D SHIMSEN Ankylo 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；

色谱柱：SHIMSEN Ankylo C18 (5 μm , 4.6 \times 250 mm; P/N: 380-01200-01; S/N: 6AZ06022);

SHIMSEN Disc 针式过滤器 (P/N: 380-00341)；

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

WondaPipet 移液枪：WondaPipet PMII-100 (P/N: 8510-10004)、

WondaPipet PMII-1000 (P/N: 8510-10006)。

1.2 对照品溶液的制备

取地黄苷 D 对照品适量，精密称定，加 25% 甲醇制成每 1 mL 含 70 μg 的溶液，即得。

1.3 供试品溶液的制备

取本品（生地黄）切成约 5mm 的小块，经 80 $^{\circ}\text{C}$ 减压干燥 24 小时后，研成粗粉，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 25% 甲醇 25 mL，称定重量，超声处理（功率 400 W，频率 50 kHz）1 小时，放冷，再称定重量，用 25% 甲醇补足减失的重量，摇匀，高速离心 10 分钟，取上清液滤过，取续滤液，即得。

1.4 分析条件

色谱柱：SHIMSEN Ankylo C18 (5 μm , 4.6 \times 250 mm; P/N: 380-01200-01; S/N: 6AZ06022);

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$

检测波长：203 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：10 μ L

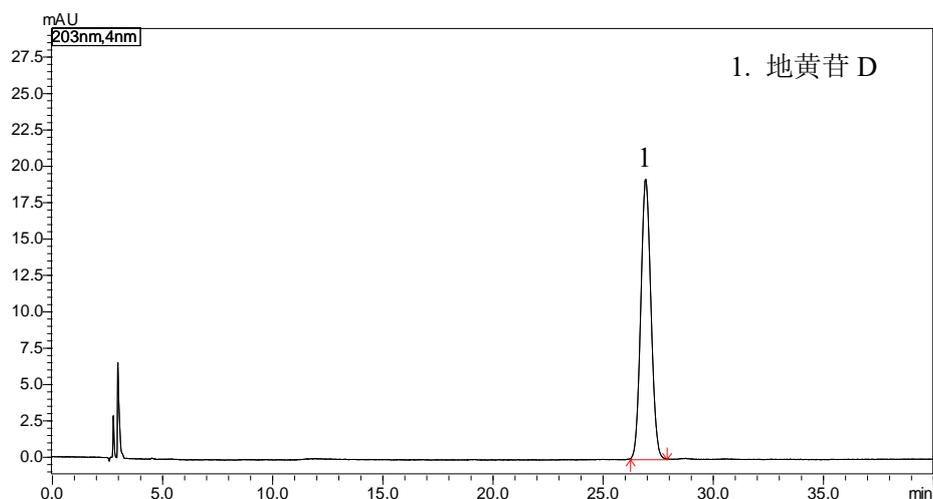
流动相：甲醇-0.1%磷酸溶液（5:95）

2. 结果及讨论

2.1 色谱图

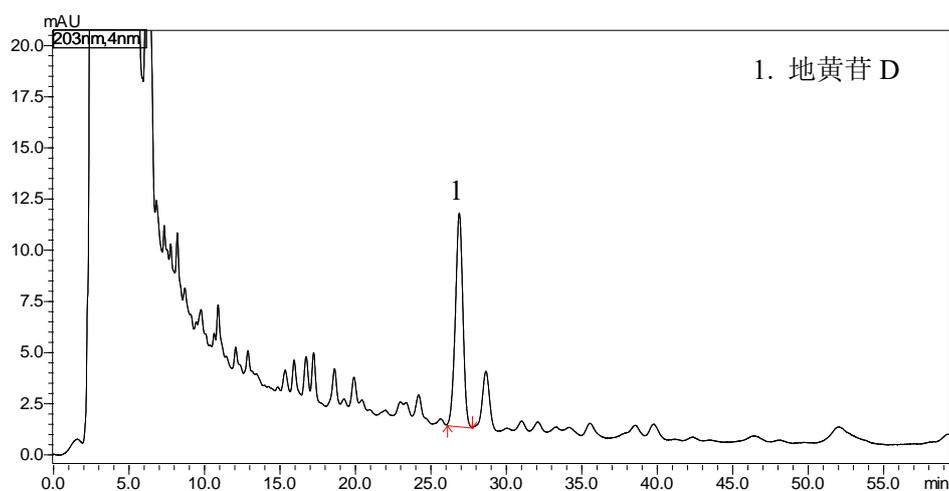
按照上述色谱条件（1.4）进行采集，对照品溶液和供试品色谱图如下：

对照品溶液：



目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
地黄苷 D	26.966	618386	19233	15905	1.065

供试品溶液：



目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
地黄苷 D	26.932	358653	10409	13909	0.953

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 (%)
地黄苷 D	26.966	26.885	26.891	0.17	618386	619415	618961	0.08

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 (%)
地黄苷 D	26.932	26.885	26.975	0.17	358653	358208	359485	0.18

3. 结论

按照 2020 版《中国药典》中色谱条件，建立了地黄中地黄苷 D 的 HPLC 测定方法。结果表明，采用色谱柱 SHIMSEN Ankylo C18 分析地黄苷 D，地黄苷 D 的理论塔板数大于 5000，且与相邻杂质峰能达到基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为地黄中地黄苷 D 的检测提供参考。