

## 【一】品种说明

【来源】本品为鼠李科植物酸枣 *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H.F.Chou 的干燥成熟种子经炮制制成的配方颗粒。

【制法】取炒酸枣仁饮片 4000 g, 破碎, 加水煎煮, 滤过, 滤液浓缩至清膏 (干浸膏出膏率为 14%~23%), 加入辅料适量, 干燥 (或干燥, 粉碎), 再加入辅料适量, 混匀, 制粒, 制成 1000 g, 即得。

【性状】本品为浅棕黄色至黄棕色的颗粒; 气微香, 味微苦、微酸。

## 【二】特征图谱

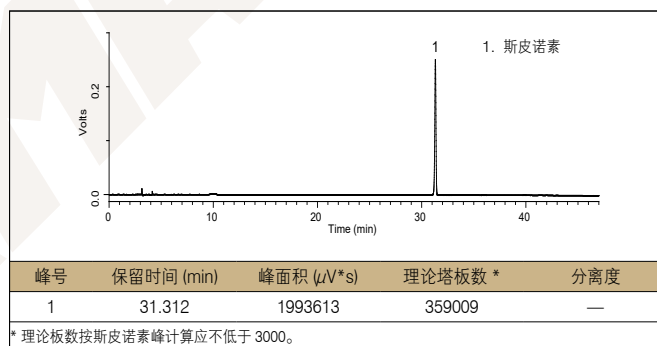
## 1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取酸枣仁对照药材 1.5 g, 加水 50 mL, 加热回流 45 分钟, 滤过, 滤液蒸干, 放冷, 残渣加 50% 甲醇 25 mL, 超声处理 30 分钟, 放冷, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取斯皮诺素对照品, 加 50% 甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液, 作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量, 研细, 取约 0.2 g, 加 50% 甲醇 25 mL, 超声处理 30 分钟, 放冷, 滤过, 取续滤液, 即得。

## 2、分析条件

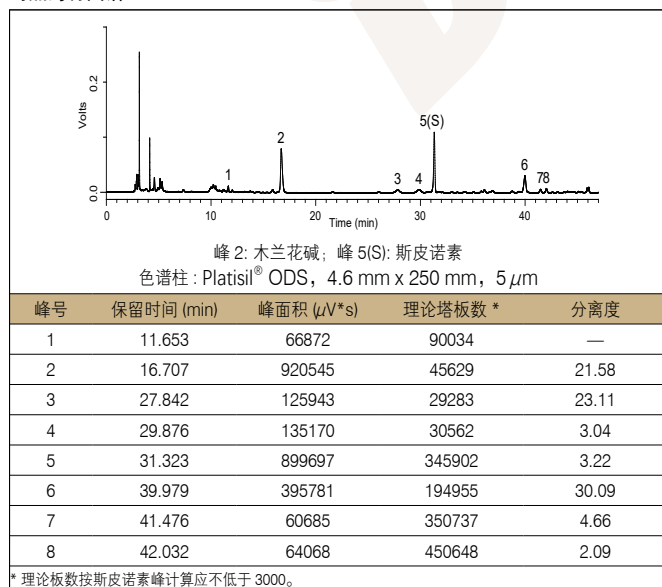
色谱柱	Platisil® ODS, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99503)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~5	5	95
	5~6	5 → 15	95 → 85
	6~26	15 → 15.6	85 → 84.4
	26~27	15.6 → 20	84.4 → 80
27~37	20 → 23	80 → 77	
37~47	23 → 35	77 → 65	
流速	1.0 mL/min		
进样量	10 μL		
柱温	35 °C		
检测波长	270 nm		
仪器	岛津 LC-2040C		

## 对照品图谱

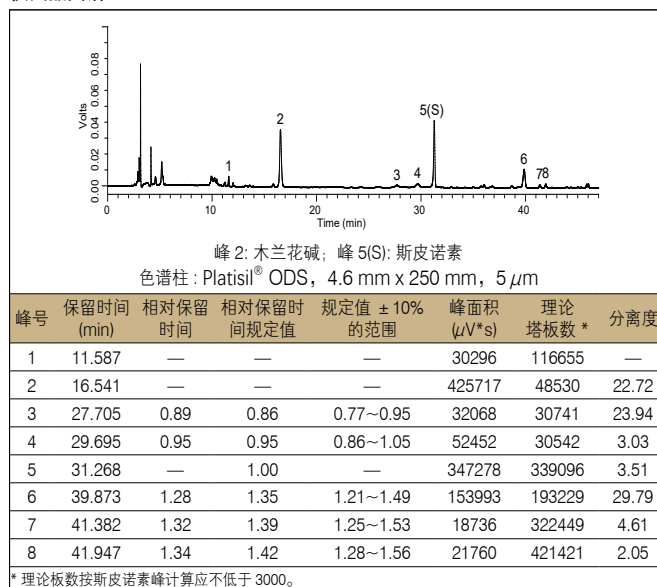


## 3、实验图谱

## 对照药材图谱



## 供试品图谱



## 4、实验结果

使用色谱柱 Platisil® ODS, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99503) 检测炒酸枣仁配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 8 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰保留时间相对应; 计算峰 3~4、峰 6~8 与 S 峰 (斯皮诺素) 的相对保留时间分别为 0.89 (峰 3)、0.95 (峰 4)、1.28 (峰 6)、1.32 (峰 7)、1.34 (峰 8), 均在规定值的 ±10% 范围之内, 符合方法要求。

## 【三】含量测定

## 酸枣仁皂苷 A

## 1、样品制备

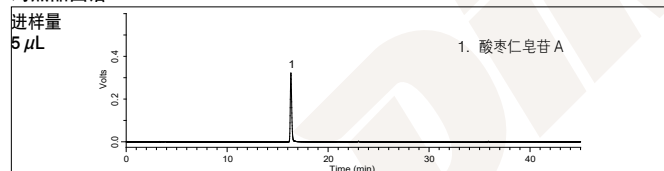
制备方法	<b>对照品溶液</b> 取酸枣仁皂苷 A 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液, 即得。
	<b>供试品溶液</b> 取本品适量, 研细, 取约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加入 50% 甲醇 20 mL, 超声处理 30 分钟, 取出, 放冷, 摇匀, 滤过, 用 50% 甲醇 5 mL 清洗残渣一次, 洗液与滤液合并, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇溶解, 转移至 5 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

## 2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® C18(2), 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99603)		
流动相	A: 乙腈	B: 水	
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~15	20 → 40	80 → 60
	15~28	40	60
	28~30	40 → 70	60 → 30
	30~32	70 → 100	30 → 0
	32~33	100 → 20	0 → 80
	33~45	20	80
流速	1.0 mL/min		
进样量	对照品溶液 5 μL、20 μL; 供试品溶液 10 μL		
柱温	25 °C		
检测波长	SEDEX 85 LT-ELSD( 漂移管温度 40 °C, 氮气压力 3.8 bar)		
仪器	岛津 LC-20A		

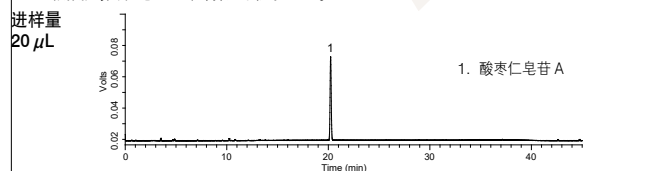
## 3、实验图谱

## 对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	19.885	36913	130749	—

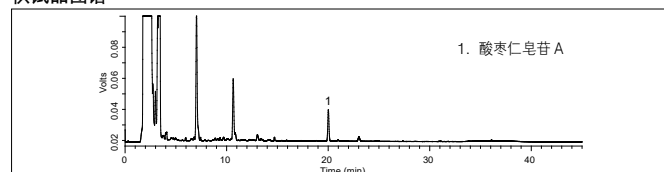
\* 理论板数按酸枣仁皂苷 A 峰计算应不低于 2000。



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	20.222	421148	136213	—

\* 理论板数按酸枣仁皂苷 A 峰计算应不低于 2000。

## 供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	20.010	164244	126010	—

\* 理论板数按酸枣仁皂苷 A 峰计算应不低于 2000。

## 4、实验结果

经测定本品每 1 g 含酸枣仁皂苷 A (C<sub>58</sub>H<sub>94</sub>O<sub>26</sub>) 为 1.2 mg, 在方法规定的范围内 (1.0 mg~3.2 mg)。

## 斯皮诺素

## 1、样品制备

制备方法	<b>对照品溶液</b> 取斯皮诺素对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液, 即得。
	<b>供试品溶液</b> 取本品适量, 研细, 取约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加入 50% 甲醇 20 mL, 超声处理 30 分钟, 取出, 放冷, 摇匀, 滤过, 用 50% 甲醇 5 mL 清洗残渣一次, 洗液与滤液合并, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇溶解, 转移至 5 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

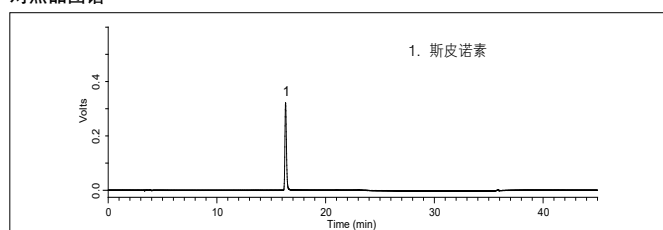
## 2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® Plus C18-A, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99406)		
流动相	A: 乙腈	B: 水	
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~10	12 → 19	88 → 81
	10~16	19 → 20	81 → 80
	16~22	20 → 100	80 → 0
	22~30	100	0
	30~31	100 → 12	0 → 88
	31~45	12	88
流速	1.0 mL/min		
进样量	10 μL		
柱温	25 °C		
检测波长	335 nm		
仪器	岛津 LC-20A		

注: 色谱柱前连接溶剂效应消除管路 (内径 0.5 mm x 长 1000 mm)

## 3、实验图谱

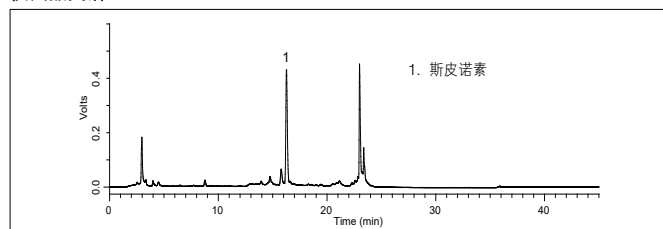
## 对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	16.307	3165565	59940	—

\* 理论板数按斯皮诺素峰计算应不低于 2000。

## 供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μV*s)	理论塔板数 *	分离度
1	16.261	3923945	61134	—

\* 理论板数按斯皮诺素峰计算应不低于 2000。

## 4、实验结果

经测定本品每 1 g 含斯皮诺素 (C<sub>28</sub>H<sub>32</sub>O<sub>15</sub>) 为 2.5 mg, 在方法规定的范围内 (2.0 mg~5.5 mg)。