

【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并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】取酸枣仁饮片 4000 g，破碎，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（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

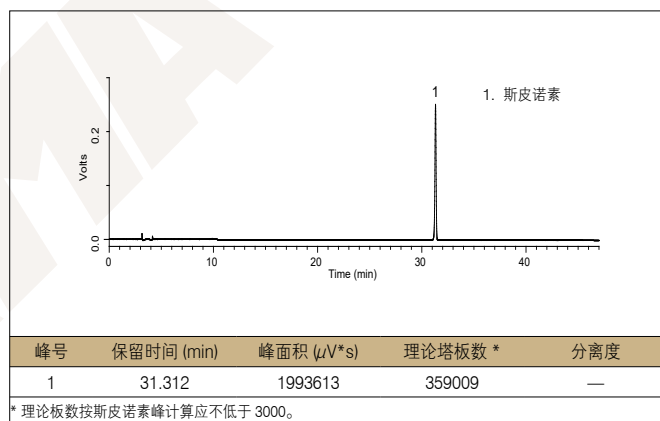
1、样品制备

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

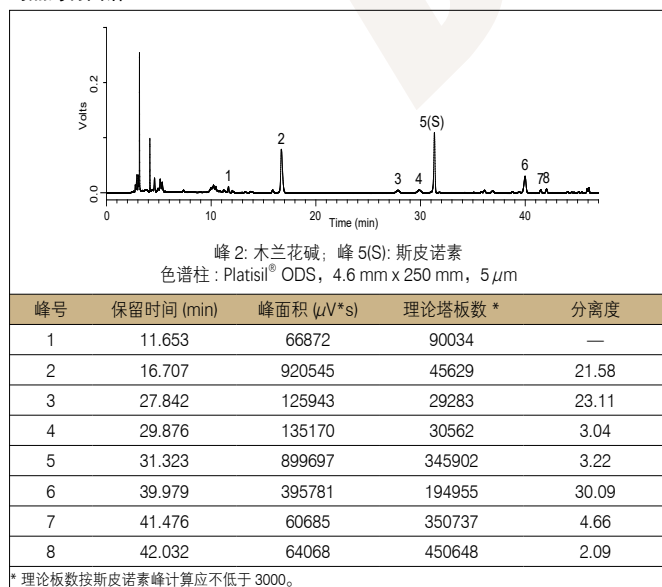
色谱柱	Platisil® ODS, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99503)
流动相	A: 乙腈 B: 0.1% 磷酸溶液
	时间 / 分钟 A/% B/%
	0~5 5 95
	5~6 5→15 95→85
	6~26 15→15.6 85→84.4
	26~27 15.6→20 84.4→80
	27~37 20→23 80→77
37~47 23→35 77→65	
流速	1.0 mL/min
进样量	10 μL
柱温	35 °C
检测波长	270 nm
仪器	岛津 LC-2040C

对照品图谱

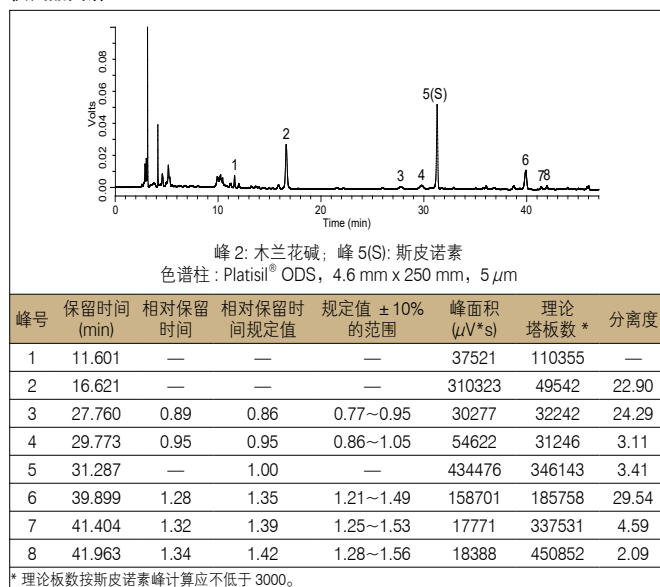


3、实验图谱

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

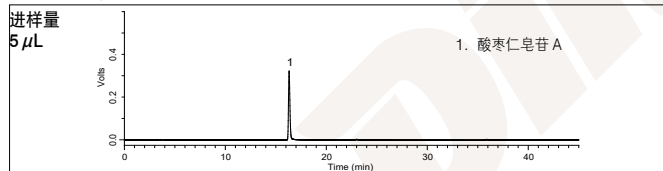
制备方法	对照品溶液 取酸枣仁皂苷 A 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液, 即得。
	供试品溶液 取本品适量, 研细, 取约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加入 50% 甲醇 20 mL, 超声处理 30 分钟, 取出, 放冷, 摇匀, 滤过, 用 50% 甲醇 5 mL 清洗残渣一次, 洗液与滤液合并, 蒸干, 残渣加 50% 甲醇溶解, 转移至 5 mL 量瓶中, 加 50% 甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

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		

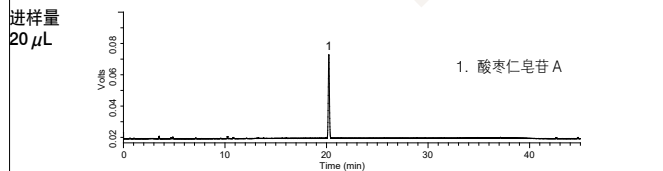
3、实验图谱

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	—

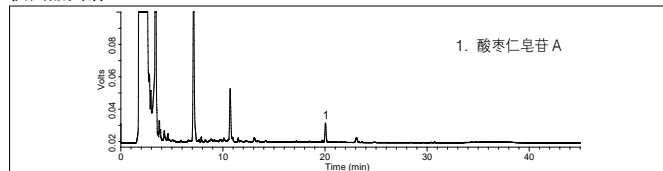
* 理论板数按酸枣仁皂苷 A 峰计算应不低于 2000。



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	20.039	95126	132748	—

* 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 (C₅₈H₉₄O₂₆) 为 0.86 mg, 在方法规定的范围内 (0.70 mg~2.8 mg)。

斯皮诺素

1、样品制备

制备方法	对照品溶液 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。
	供试品溶液 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。

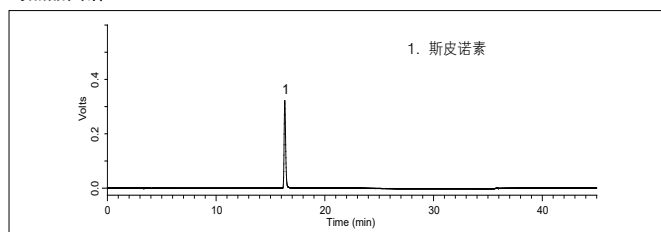
2、分析条件

色谱柱	Diamonsil® C18-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
	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

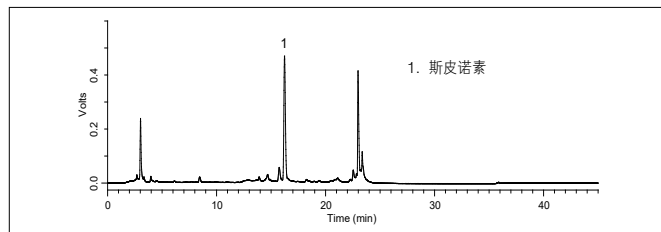
对照品图谱



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	16.225	4384989	59326	—

* 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 (C₂₈H₃₂O₁₅) 为 2.8 mg, 在方法规定的范围内 (1.8 mg~5.0 mg)。