

## 牛膝中 $\beta$ -蜕皮甾酮的测定

SGLC-LC-038

**摘要：** 本文建立了当牛膝中 $\beta$ -蜕皮甾酮的 HPLC 测定方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5  $\mu$ m) 分析 $\beta$ -蜕皮甾酮， $\beta$ -蜕皮甾酮峰的理论塔板数为 14686， $\beta$ -蜕皮甾酮峰与相邻杂质峰能达到基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为牛膝中 $\beta$ -蜕皮甾酮的检测提供参考。

**关键词：** 牛膝  $\beta$ -蜕皮甾酮 Shim-pack VP-ODS 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 Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5  $\mu$ m; 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  $\mu$ m)

流动相: 乙腈-水-甲酸 (18 : 82 : 0.1)

柱温: 45℃

检测波长: 280nm

流速: 1.0mL/min

进样量: 10 $\mu$ L

#### 1.3 对照品溶液的制备

取 $\beta$ -蜕皮甾酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 0.1mg 的溶液，即得。

#### 1.4 供试品溶液的制备

取本品粉末（过三号筛）约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加水饱和正丁醇 30 mL，密塞，

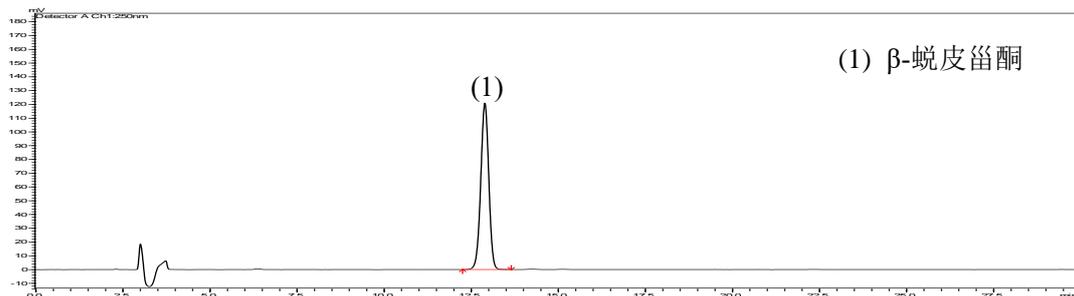
浸泡过夜，超声处理（功率 300 W，频率 40 kHz）30 分钟，滤过，用甲醇 10 mL 分数次洗涤容器及残渣，合并滤液和洗液，蒸干，残渣加甲醇使溶解，转移至 5 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

## 2. 结果及讨论

### 2.1 色谱图

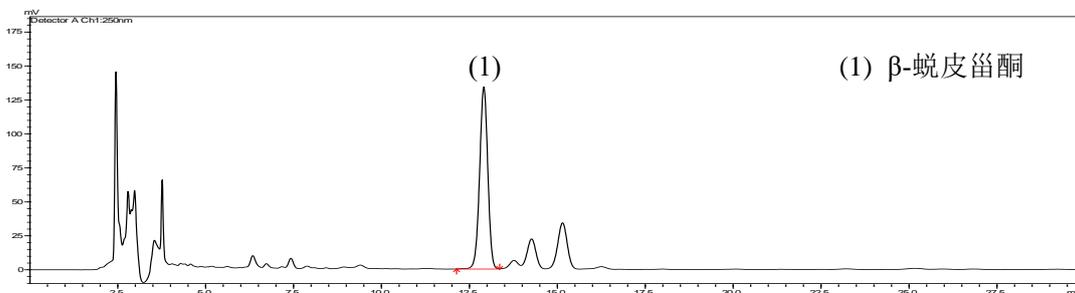
按照上述色谱条件（1.2）进行采集，对照品溶液色谱图和样品色谱图如下：

#### β-蜕皮甾酮对照品溶液：



名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板	拖尾因子
β-蜕皮甾酮	12.886	1936048	120961	14686.222	0.990

#### 供试品溶液：



## 3. 结论

参考《中国药典》中色谱条件，并对其条件进行优化，最终建立了当牛膝中 β-蜕皮甾酮的 HPLC 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 β-蜕皮甾酮，β-蜕皮甾酮峰的理论塔板数为 14686，β-蜕皮甾酮峰与相邻杂质峰能达到基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为牛膝中 β-蜕皮甾酮的检测提供参考。