

酸枣仁中斯皮诺素的测定

SGLC-LC-389

摘要： 本文建立了酸枣仁中斯皮诺素的 HPLC 测定方法。参照 2020 版《中国药典》色谱条件，采用色谱柱 ShimNex CS C18 分析酸枣仁中斯皮诺素，结果显示，斯皮诺素峰形对称，理论塔板数大于 2000，斯皮诺素与相邻杂质峰基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为酸枣仁中斯皮诺素的检测提供参考。

关键词： 酸枣仁 斯皮诺素 ShimNex CS 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：ShimNex CS C18（5 μm，4.6×250 mm；P/N：380-01230-01）；

纯水机：PR-FP-0120α-MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）

SHIMSEN Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341）；

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 对照品溶液的制备

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。

1.3 供试品溶液的制备

取本品粉末（过四号筛）约 1 g，精密称定，置索氏提取器中，加石油醚（60~90℃）适量，加热回流 4 小时，弃去石油醚液，药渣挥去溶剂，转移至锥形瓶中，加入 70%乙醇 20 mL，加热回流 2 小时，滤过，滤渣用 70%乙醇 5 mL 洗涤，合并洗液与滤液，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。

1.4 分析条件

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm，4.6×250 mm；P/N：380-01230-01）

柱温：25℃

检测波长：335 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：10 μL

流动相：A：水

B：乙腈

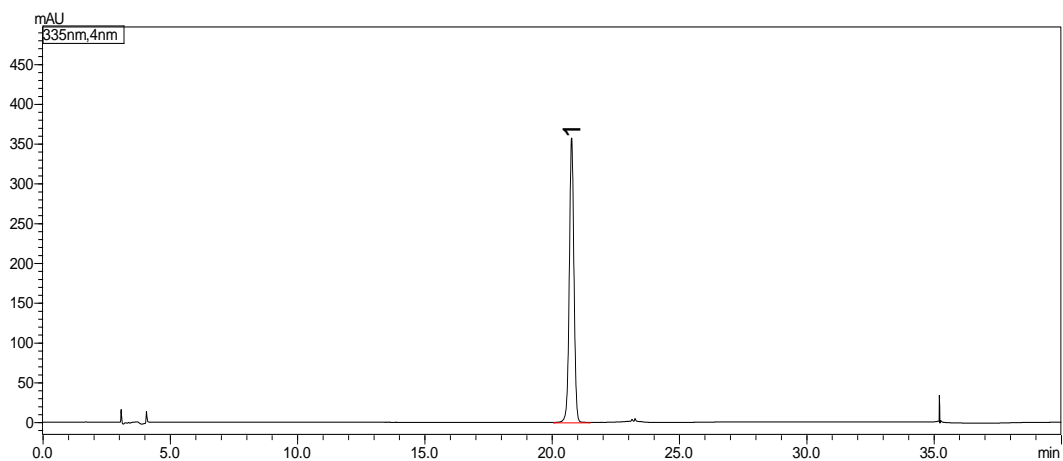
梯度程序如下：

时间 (min)	0	10	16	22	30	30.1	40
A (%)	88	81	80	0	0	88	88
B (%)	12	19	20	100	100	12	12

2. 实验结果

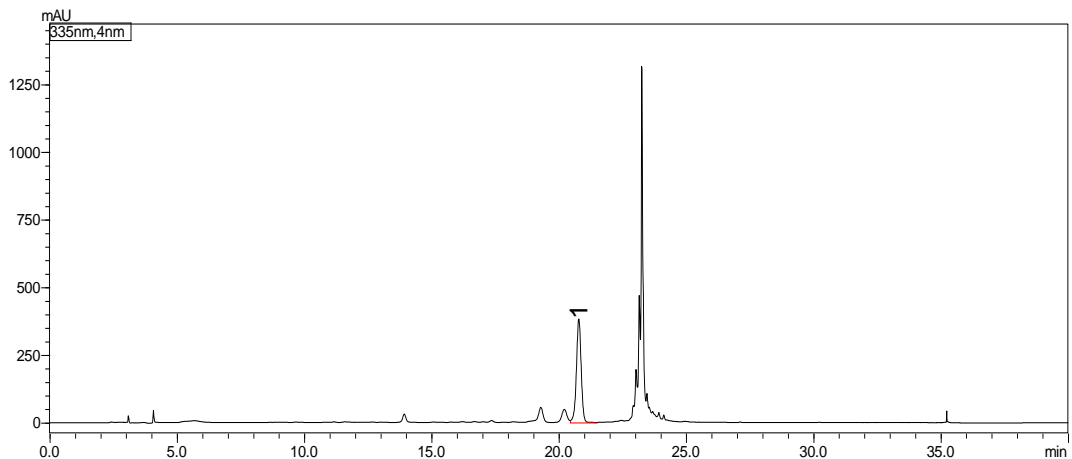
按照上述色谱条件（1.4）进行采集，对照品溶液和供试品色谱图如下：

对照品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	斯皮诺素	20.776	4517907	357466	65047	0.998	--

供试品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	斯皮诺素	20.784	4968982	382438	62538	0.959	--

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 (%)
斯皮诺素	20.776	20.781	20.783	0.02	4517907	4483831	4540930	0.64

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 (%)
斯皮诺素	20.784	20.756	20.767	0.07	4968982	4986207	5031959	0.65

3. 结论

本文建立了酸枣仁中斯皮诺素的 HPLC 测定方法。参照 2020 版《中国药典》色谱条件，采用色谱柱 ShimNex CS C18 分析酸枣仁中斯皮诺素，结果显示，斯皮诺素峰形对称，理论塔板数大于 2000，斯皮诺素与相邻杂质峰基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为酸枣仁中斯皮诺素的检测提供参考。