

颠茄浸膏

Dianqie Jingao

本品为颠茄草经加工制成的浸膏。

【制法】 取颠茄草粗粉 1000g，用 85%乙醇作溶剂，浸渍 48 小时后，以每分钟 1~3ml 的速度缓缓渗漉，收集初漉液约 3000ml，另器保存，继续渗漉，待生物碱完全漉出，续漉液作下次渗漉的溶剂用。将初漉液在 60℃减压回收乙醇，放冷，分离除去叶绿素，滤过，滤液在 60~70℃蒸至稠膏状，加 10 倍量的乙醇，搅拌均匀，静置，待沉淀完全，吸取上清液，在 60℃减压回收乙醇后，浓缩至稠膏状，取出约 3g，照【含量测定】项下的方法，测定生物碱的含量，加稀释剂适量，使生物碱的含量符合规定，低温干燥，研细，过四号筛，即得。

【性状】 本品为灰绿色或浅棕色至棕色的粉末。

【鉴别】 取本品 0.2g，加浓氨试液 1ml 和乙醚 30ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取硫酸天仙子胺对照品、硫酸阿托品对照品，分别加甲醇制成每 1ml 各含 3mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录 0502）试验，吸取上述三种溶液各 10~20μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以丙酮-水-浓氨试液（90:7:3）为展开剂，展开，取出，晾干，置 100~105℃干燥 5 分钟，放冷，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与硫酸天仙子胺对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。再喷以 10%亚硝酸钠溶液，放置 5~15 分钟，供试品色谱中在与硫酸天仙子胺对照品相应的位置上应由橘黄色或棕色变为红棕色。~~（1）取本品 1g，置离心管中，加水 5ml，浓氨试液 5ml，摇匀，加乙醚 10ml，剧烈振摇，离心，取上清液，反复操作 3 次，合并乙醚液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取硫酸阿托品对照品，加甲醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录 0502）试验，吸取供试品溶液 1μl、对照品溶液 3μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液（17:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。~~

~~（2）取【含量测定】项下的备用续滤液作为供试品溶液。另取氢溴酸东莨菪碱对照品、左旋山莨菪碱对照品和硫酸阿托品对照品适量，加【含量测定】项下的流动相分别制成每 1ml 各含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照【含量测定】项下的方法测定，供试品色谱中应呈现与氢溴酸东莨菪碱对照品、左旋山莨菪碱对照品和硫酸阿托品对照品色谱保留时间相~~

~~同的色谱峰。上述 3 个色谱峰与其他峰的分~~
~~离度均不得小于 1.5，除硫酸阿托品色~~
~~谱峰之外的其余两个色谱峰的峰面积之~~
~~和不得小于上述 3 个色谱峰总峰面积~~
~~的 0.64%。~~

【检查】 水分 不得过 5.0%（附录 0832 第一法）。

~~干燥失重~~ 取本品，~~在 105℃干燥至恒重，~~
~~减失重量不得过 3.7%（附录 0831）。~~

阿托品 在喷以 10%亚硝酸钠溶液的【鉴别】色谱图中，供试品色谱中的主斑点不得出现与硫酸阿托品对照品一致的灰蓝色斑点。

其他 应符合流浸膏剂与浸膏剂项下有关的各项规定（附录 0108）。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相 A，0.05%磷酸溶液为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；检测波长为 344nm。理论板数按东莨菪内酯峰计算应不低于 5000。

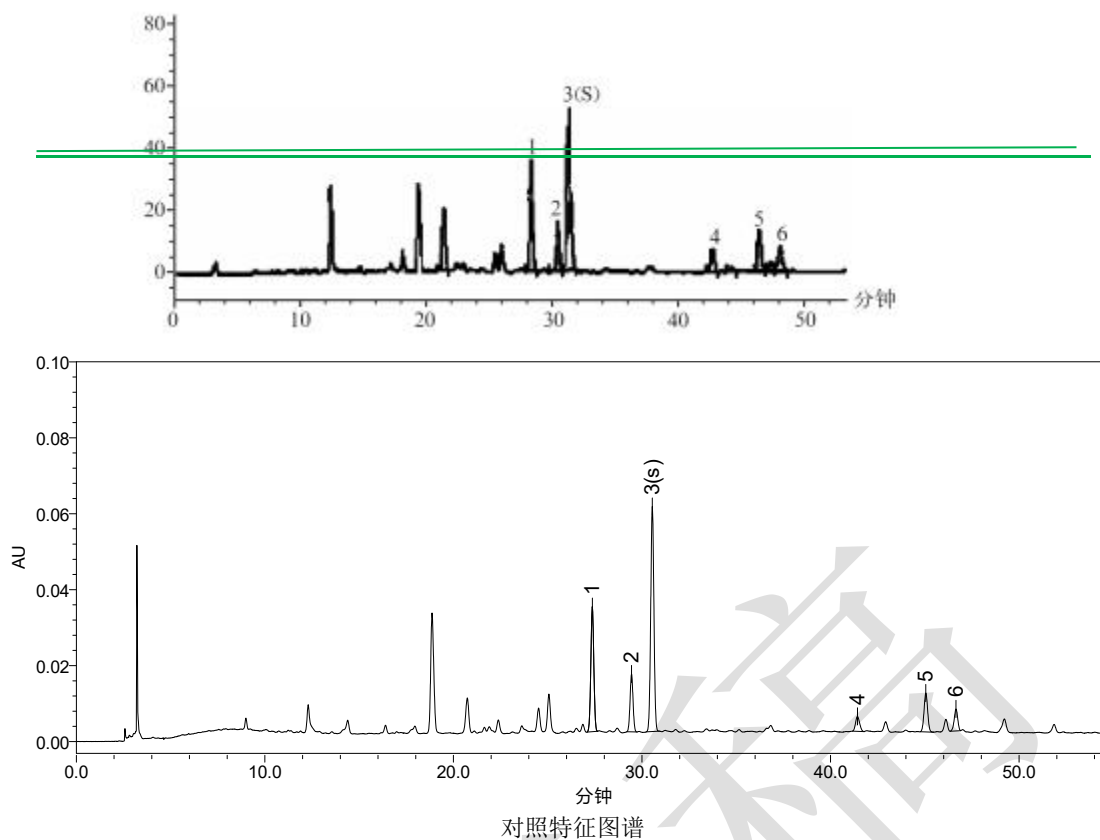
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～5	3→15	97→85
5～60	15→60	85→40

参照物溶液的制备 取东莨菪内酯对照品适量，精密称定，加入 50%甲醇制成每 1ml 含 6μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 0.5g，精密称定，置 100ml 锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 400W，频率 58kHz）15 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图，即得。

供试品特征图谱中应有 6 个特征峰，与参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±5%之内。规定值为 0.897（峰 1）、0.965（峰 2）、1.000 [峰 3（S）]、1.354（峰 4）、1.473（峰 5）、1.528（峰 6）。计算峰 1、峰 5 与 S 峰的相对峰面积，峰 1 的相对峰面积不得小于 0.30，峰 5 的相对峰面积不得小于 0.10。



峰 3 (S): 东莨菪内酯

参考色谱柱: 月旭公司 XB C18 (250mm×4.5mm, 5μm)

【含量测定】 硫酸天仙子胺 照高效液相色谱法（附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.25%十二烷基磺酸钠的 0.004%磷酸溶液（40:60）为流动相；检测波长为 210nm。理论板数按硫酸天仙子胺峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取硫酸天仙子胺对照品适量，精密称定，加入 50%甲醇制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与【特征图谱】项下供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含生物碱以硫酸天仙子胺（ $C_{34}H_{46}N_2O_6 \cdot H_2SO_4$ ）计算，应为 8.3~11.0mg。

东莨菪内酯 照高效液相色谱法（附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 同【特征图谱】项下。

对照品溶液的制备 同【特征图谱】项下参照物溶液的制备。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与【特征图谱】项下的供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含东莨菪内酯（ $C_{10}H_8O_4$ ）不得少于 0.55mg。照高效液相色谱法（附录 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验——以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（月旭公司 XB-C₁₈，4.6mm×250mm，5μm，或效能相当的色谱柱）；以乙腈-磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 6.8g，加水 1000ml 使溶解，加三乙胺 10ml，用磷酸调节 pH 值至 2.8）（7:93）为流动相；检测波长为 210nm。理论板数按硫酸阿托品峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备——取硫酸阿托品对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 0.25mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备——取本品约 2g，精密称定，置离心管中，加氨试液 15ml，摇匀，再加乙酸乙酯 15ml，剧烈振摇，离心（10℃，转速为每分钟 4000 转）5 分钟，取上清液，反复操作 5 次，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加流动相溶解并转移至 10ml 量瓶，加流动相至刻度，摇匀，滤过；精密量取续滤液 1ml，置 10ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，即得。

测定法——分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含生物碱以硫酸阿托品 $[(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 计，不得少于 9.7mg。

【贮藏】 密封，置阴凉处。