

颠茄流浸膏

Dianqie Liujingao

本品为颠茄草经加工制成的流浸膏。

【制法】 取颠茄草粗粉 1000g，照颠茄浸膏的【制法】项下渗漉液制得稠膏，测定生物碱含量后，加入 85%乙醇适量，并用水稀释，使含生物碱含量和乙醇量均符合规定，静置，待澄清，滤过，即得。

【性状】 本品为棕色的液体；气微臭。

相对密度 应为 0.892~1.090（附录 0601）。

【鉴别】 取本品 0.3ml，加水 20ml、浓氨试液 1ml，摇匀，用乙醚 30ml 振摇提取，乙醚液挥干，残渣加甲醇 1ml 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 10~20 μ l，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 1ml，加水 5ml、浓氨试液 5ml，用乙醚振摇提取 3 次，每次 10ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 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 1 μ l、对照品溶液 5 μ l，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峰保留时间相同的色谱峰。上述 3 个色谱峰与其他峰的分度度均不得小于 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 6.3%。~~

【检查】 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。

乙醇量 应为 52%~66%（附录 0711）。

总固体 精密量取本品 10ml，置已干燥至恒重的蒸发皿中，蒸干，在 105℃干燥 3 小时，移至干燥器中，冷却 30 分钟，迅速称定重量。本品含总固体不得少于 1.7g。

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。

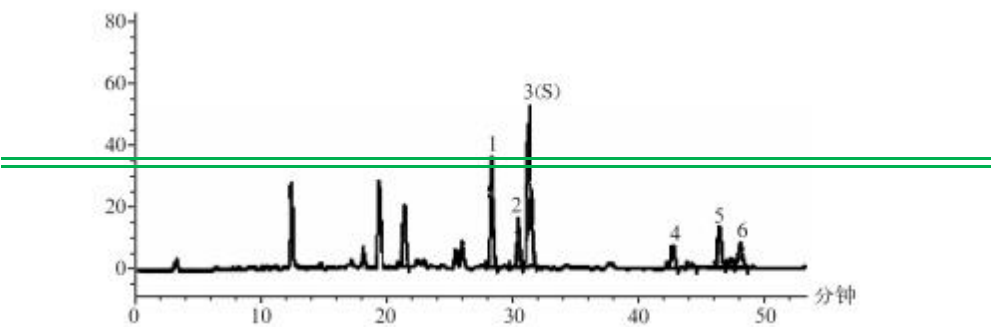
色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相 A，以 0.05%磷酸溶液为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；检测波长为 344nm。理论板数按东莨菪内酯峰计算应不低于 5000。

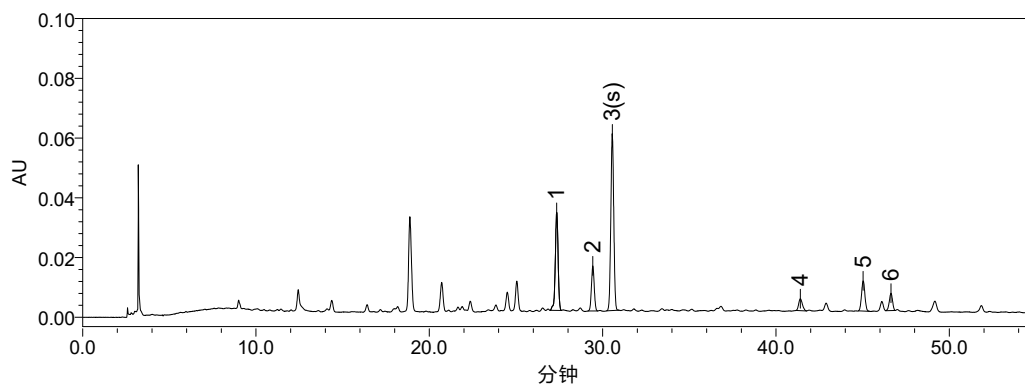
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	3→15	97→85
5~60	15→60	85→40

参照物溶液的制备 取东莨菪内酯对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 10 μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 1ml，置 25ml 量瓶中，加 50%甲醇使溶解并加至刻度，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 10 μl，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。





对照特征图谱

峰 3 (S): 东莨菪内酯

参考色谱柱: 月旭公司 XB-C18 (250×4.6mm, 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 0.25mg 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 1ml 含生物碱以硫酸天仙子胺（ $C_{34}H_{46}N_2O_6 \cdot H_2SO_4$ ）计，应为 6.2~8.2mg。

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 1ml 含东莨菪内酯（ $C_{10}H_8O_4$ ）不得少于 0.41mg。~~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 硅烷键合硅胶，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 0.17mg 的溶液，即得。~~

~~**供试品溶液的制备** 精密量取本品 2ml，置分液漏斗中，加氨试液 15ml，摇匀，用乙酸乙酯振摇提取 5 次，每次 15ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加流动相使溶解并转移~~

~~至 10ml 量瓶中，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。~~

~~本品每 1ml 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 6.6mg。~~

【贮藏】 密封，置阴凉处。