

颠茄酊

Dianqie Ding

本品为颠茄草经加工制成的酊剂。

【制法】 取颠茄草粗粉 1000g，照颠茄浸膏的【制法】项下制得稠膏，测定含量后，加入 85%乙醇适量，并用水稀释，使含量和乙醇量均符合规定，静置，待澄清，滤过，即得。~~照流浸膏剂与浸膏剂项下的渗漉法（附录 0108），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℃蒸发至稠膏状，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，测定生物碱的含量〔取本品约 3g，精密称定，用稀乙醇 12ml，洗入分液漏斗中，时时振摇 30 分钟，加氨试液 2ml，迅速用三氯甲烷振摇提取至少 6 次，每次 25ml，至生物碱提尽为止，合并三氯甲烷液，用 0.1mol/L 硫酸溶液-乙醇（3:1）分次振摇提取，至生物碱提尽为止，合并酸液，照颠茄草【含量测定】项下的方法自“用三氯甲烷分次振摇，每次 10ml”起，依法测定。每 1ml 硫酸滴定液（0.01mol/L）相当于 5.788mg 的莨菪碱（ $C_{17}H_{23}NO_3$ ）〕。本品含生物碱以莨菪碱（ $C_{17}H_{23}NO_3$ ）计，应为 0.95%~1.05%。加 85%乙醇适量，并用水稀释，使含生物碱和乙醇量均符合规定，静置，待澄清，滤过，即得。~~

【性状】 本品为棕红色或棕绿色的液体；气微臭。

【鉴别】 取本品 7ml，加水 10ml，加浓氨试液 1ml，摇匀，用乙醚 30ml 振摇提取，乙醚液挥干，残渣加甲醇 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 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位置上的斑点应由橘黄色或棕色变为红棕色。~~（1）【含量测定】项下滴定后的溶液适量，加氨试液使呈碱性，用三氯甲烷适量振摇提取，取三氯甲烷液，蒸干，残渣显托烷生物碱类的鉴别反应（附录 0301）。—~~

~~（2）取本品 10ml，加水和浓氨试液各 10ml，用乙醚振摇提取 3 次，每次 10ml，合并乙醚液，挥干，残渣加三氯甲烷 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，吸取上述两种溶液各 5μl，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。~~

【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一致的灰蓝色斑点。

乙醇量 应为 60%～70%（附录 0711）。

其他 应符合酞剂项下有关的各项规定（附录 0109）。

【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，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 344nm。理论板数按东莨菪内酯峰计算应不低于 5000。

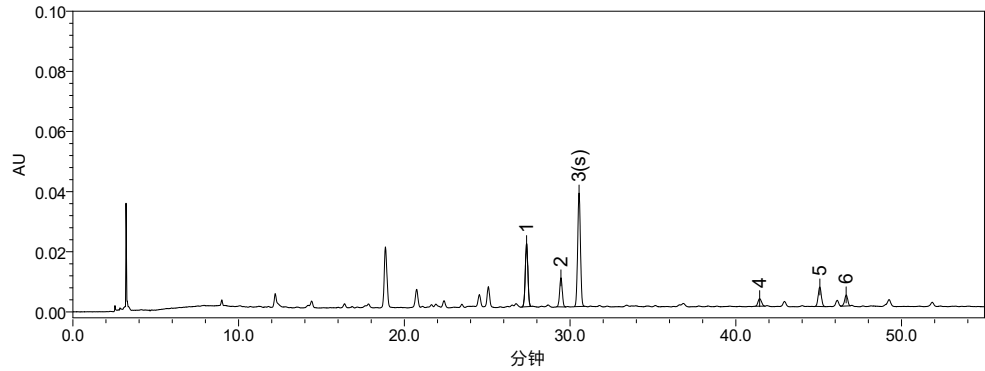
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～5	3→15	97→85
5～60	15→60	85→40

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 10μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品滤过，取续滤液，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，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 (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 0.25mg 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 0.25~0.36mg。

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 8.0μg。

~~精密量取本品 100ml，置蒸发皿中，置水浴上蒸至约 10ml，如有沉淀析出，可加乙醇适量使溶解，移至分液漏斗中，蒸发皿用 0.1mol/L 硫酸溶液 10ml 分次洗涤，洗液并入分液漏斗中，用三氯甲烷分次振摇提取，每次 10ml，至三氯甲烷层无色，合并三氯甲烷液，用 0.1mol/L 硫酸溶液 10ml 振摇洗涤，洗液并入酸液中，照颠茄草【含量测定】项下的方法，自“加过量的浓氨试液使成碱性”起，依法测定。每 1ml 硫酸滴定液（0.01mol/L）相当于 5.788mg 的莨菪碱（ $C_{17}H_{23}NO_3$ ）。~~

~~本品含生物碱以莨菪碱（ $C_{17}H_{23}NO_3$ ）计，应为 0.028%~0.032%。~~

【贮藏】 密封，置阴凉处。