

颠茄浸膏

Dianqie Jingao

BELLADONNA EXTRACT

本品为茄科植物颠茄 *Atropa belladonna* L. 的干燥全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, 俟生物碱完全漉出, 续漉液作下次渗漉的溶剂用。将初漉液在 60℃ 减压回收乙醇, 放冷至室温, 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, 俟沉淀完全, 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, 测定含量, 加稀释剂适量, 使含量符合规定, 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 (通则 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相应的位置上应由桔黄色或棕色变为红棕色。

【检查】 水分 不得过 5.0% (通则 0832 第二法)。

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。

其他 应符合流浸膏剂与浸膏剂项下有关的各项规定 (通则 0189)。

【特征图谱】 照高效液相色谱法 (通则 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。

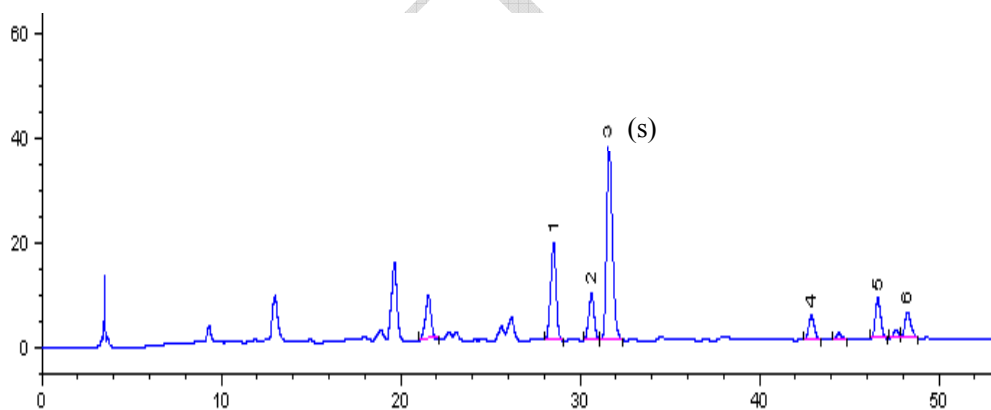
时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~5	3→15	97→85
5~60	15→60	85→40

参照物溶液的制备 取东莨菪内酯对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 中含 6 μ g 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，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 10 μ l，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 \pm 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 \times 4.5mm，5 μ m）

【含量测定】 硫酸天仙子胺 照高效液相色谱法（通则 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 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 10 μ l，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（通则 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 10 μ l，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。

【贮藏】 密封，置阴凉处。

【制剂】 颠茄片