北京市药品监督管理局
北京市中药配方颗粒标准

BJ-PFKL-2022035

荜茇配方颗粒

Bibo Peifangkeli

【来源】 本品为胡椒科植物荜茇 *Piper longum* L.的干燥近成熟或成熟果穗经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】 取荜茇饮片 5000g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为10%~15%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；有特异香气，味辛辣。

【鉴别】 取本品 0.2g，研细，加无水乙醇 5ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取荜茇对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取胡椒碱对照品，置棕色量瓶中，加无水乙醇制成每 1ml 含 4mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2020 年版通则 0502）试验，吸取供试品溶液和对照品溶液各 2μl、对照药材溶液 1μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-丙酮（7:2:1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【特征图谱】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 检测波长为 254nm，其余同〔含量测定〕项。

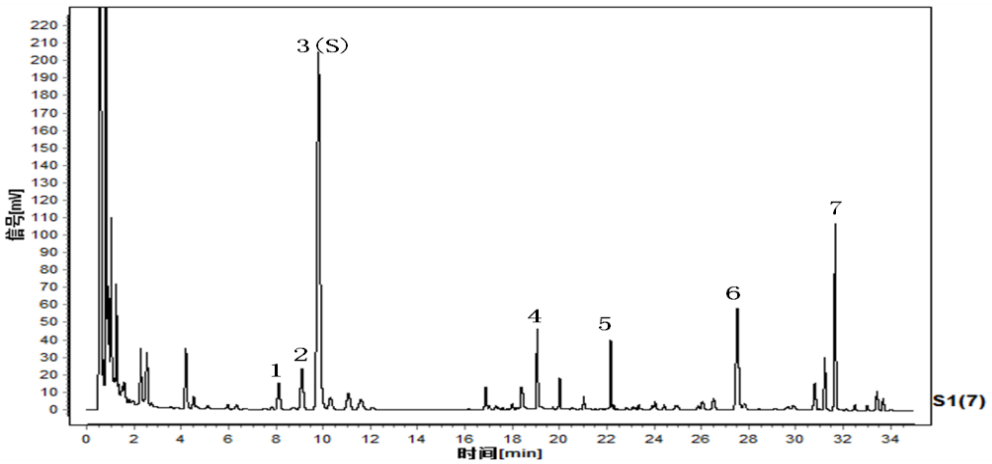
参照物溶液的制备 取荜茇对照药材 1g，置锥形瓶中，加水 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取〔含量测定〕项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备 同〔含量测定〕项。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 3μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 7 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 7 个特征峰保留时间相对应。与胡椒碱参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 1、峰 2 与 S 峰的相对保留时间，其

相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.83（峰 1）、0.92（峰 2）。



对照特征图谱

峰 3（S）：胡椒碱

色谱柱：ACQUITY UPLC HSS T3，2.1mm×100mm，1.8μm

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典 2020 年版通则 0104）。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法（中国药典 2020 年版通则 2201）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于 11.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（中国药典 2020 年版通则 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（柱长为 100mm，内径为 2.1mm，粒径为 1.8μm），以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 0.35ml；柱温为 35℃；检测波长为 343nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～2	35	65
2～4	35→40	65→60
4～11	40	60
11～22	40→80	60→20
22～28	80	20
28~30	80→95	20→5
30~34	95	5
34~35	95→35	5→65

对照品溶液的制备 取胡椒碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（频率 250W，功率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 3μl，注入超高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含胡椒碱（$C_{17}H_{19}NO_3$）应为 3.7mg~15.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.0g

【贮藏】 密封。