

云南省药品监督管理局

中药配方颗粒标准

YNPFKL-2024019

胡椒（黑胡椒）配方颗粒

Hujiao (Heihujiao) Peifangkeli

【来源】 本品为胡椒科植物胡椒 *Piper nigrum* L. 的干燥近成熟或成熟果实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】 取胡椒（黑胡椒）饮片 5800g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 10%~17%），干燥（或干燥，粉碎），加入辅料适量，混匀，制粒，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕色的颗粒；气微香，味辛辣。

【鉴别】 取本品适量，研细，取 0.5g，加无水乙醇 15ml，超声处理 30 分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取胡椒碱对照品，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 5 μ l 和对照品溶液 1 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-丙酮（7：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

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

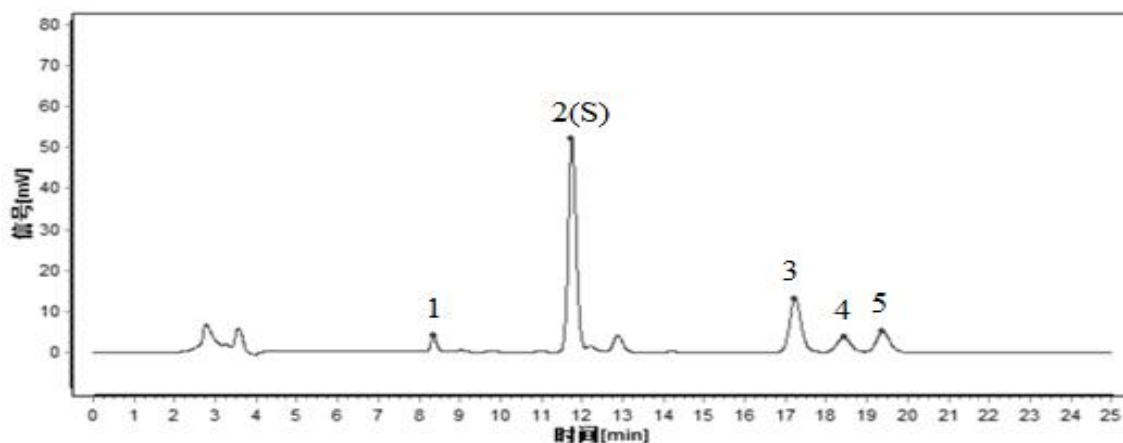
色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 250mm，内径为 4.6mm，粒径为 5 μ m）；以乙腈-水（52：48）为流动相；流速为每分钟 0.8ml；柱温为 30℃；检测波长 374nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于 5000。

参照物溶液的制备 取胡椒（黑胡椒）对照药材 0.6g，加水 50ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加 70% 甲醇 25ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 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 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现 5 个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的 5 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 2 应与胡椒碱对照品参照物峰保留时间相对应。与胡椒碱对照品参照物峰相对应的峰为 S 峰，计算其余各特征峰与 S 峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围内，规定值为：0.71（峰 1）、1.47（峰 3）、1.57（峰 4）、1.65（峰 5）。



对照特征图谱

峰 2（S）：胡椒碱

色谱柱：COSMOSIL-5C18-PAQ，4.6mm $\times$ 250mm，5 μ m

【检查】 溶化性 照颗粒剂溶化性检查方法（中国药典 2020 年版通则 0104）

检查，取本品 1g，加热水 200ml，搅拌 5 分钟（必要时加热煮沸），立即观察，应全部溶化或轻微浑浊，不得有焦屑。

其他 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】 取本品适量，研细，取约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙醇 100ml，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，不得少于 5.5%。

【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；以甲醇-水（77：23）为流动相；检测波长为 343nm。理论板数按胡椒碱峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取胡椒碱对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加无水乙醇制成每 1ml 含 30μg 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 50ml 棕色容量瓶中，精密加入 70%甲醇 45ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，加 70%甲醇至刻度，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 10μl，注入液相色谱仪中，测定，即得。

本品每 1g 含胡椒碱（ $C_{17}H_{19}NO_3$ ）应为 9.0mg~30.0mg。

【规格】 每 1g 配方颗粒相当于饮片 5.8g

【贮藏】 密封。