長果蓽茇

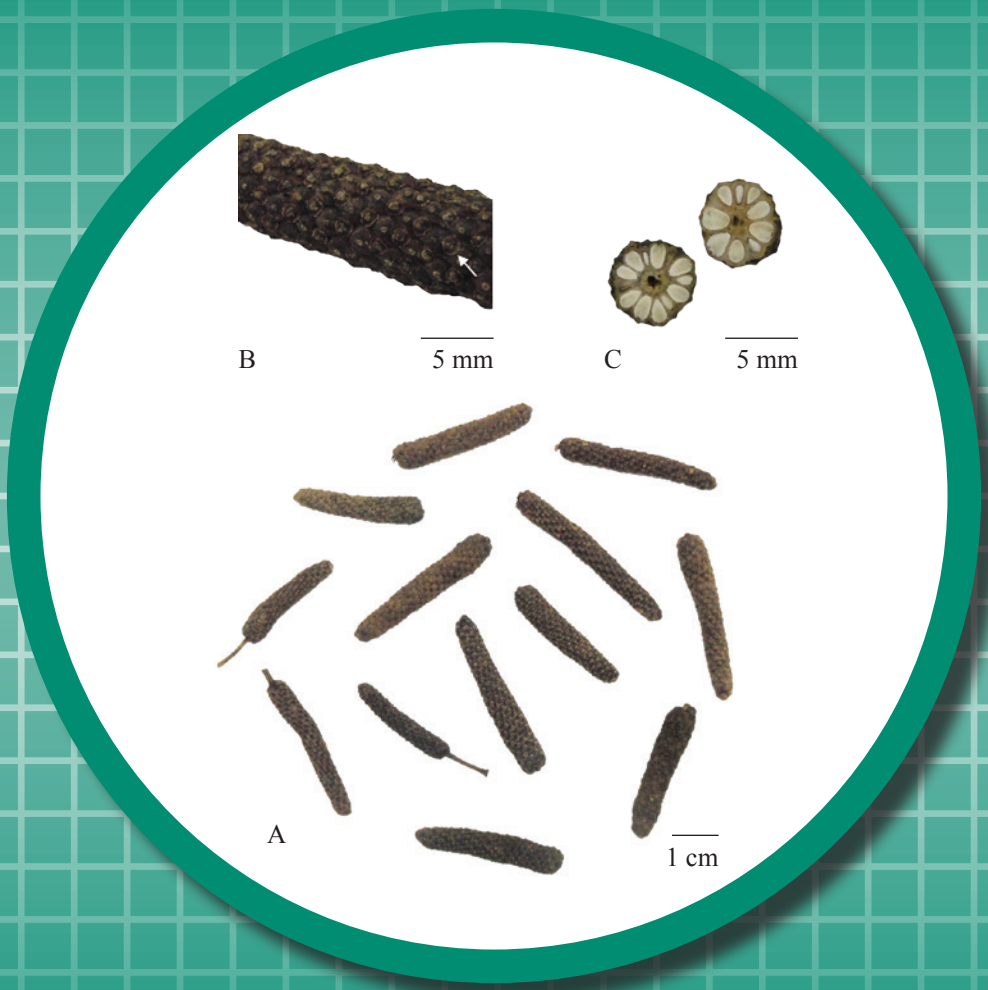

圖 1　長果蓽茇外觀圖

A. 長果蓽茇　B. 外表面放大圖（苞片→）
C. 果穗橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Piperis Retrofracti Fructus

中文名：長果蓽茇

漢語拼音名：Changguobibo

2. 來源

本品為胡椒科植物假蓽茇 *Piper retrofractum* Vahl 的乾燥果穗。果穗成熟時採收，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

本品呈圓柱形，有時略彎曲，長 1.7-4.9 cm，直徑 3-9 mm，有時有果穗梗殘存。表面黑棕色或棕色，由多數小漿果集合而成，形成斜向排列整齊的小突起，漿果之間有時可見圓形苞片。質硬而脆，易折斷，斷面不規則，可見漿果呈放射狀排列。氣特異，味辛辣(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *(附錄 III)*

橫切面

苞片位於漿果之間，由薄壁細胞組成，有油細胞及小維管束散在。外果皮由 1 列細胞組成。中果皮外側為數列厚角細胞及少數石細胞，內側為薄壁細胞，有油細胞及小維管束散在。油細胞層靠近內果皮處。內果皮由 1 列薄壁細胞組成。種皮由 2-3 列細胞組成。外胚乳細胞充滿細小澱粉粒。果穗軸由薄壁細胞組成，中空；外韌型維管束放射狀排列，外有纖維圍繞(圖 2)。

粉末

棕色。石細胞單個散在，成群，或存於薄壁組織中，淡黃色，呈類圓形、類多角形或長卵形，長 25-168 μm，直徑 18-86 μm，紋孔、孔溝及層紋明顯；偏光顯微鏡下呈黃白色或橙白色。內果皮細胞表面觀呈長多角形或類多角形，垂周壁不規則連珠狀增厚，下層常與棕色種皮細胞相連。種皮細胞黃棕色或紅棕色，表面觀多角形或長多角形。油細胞多存在於薄壁組織中，類圓形，直徑 27-71 μm，有的含黃棕色分泌物。外胚乳細胞呈長方形或多邊形，充滿細小澱粉粒；偏光顯微鏡下呈淡白色。導管主要為梯紋，亦有螺紋及網紋導管，直徑 4-25 μm（圖 3）。

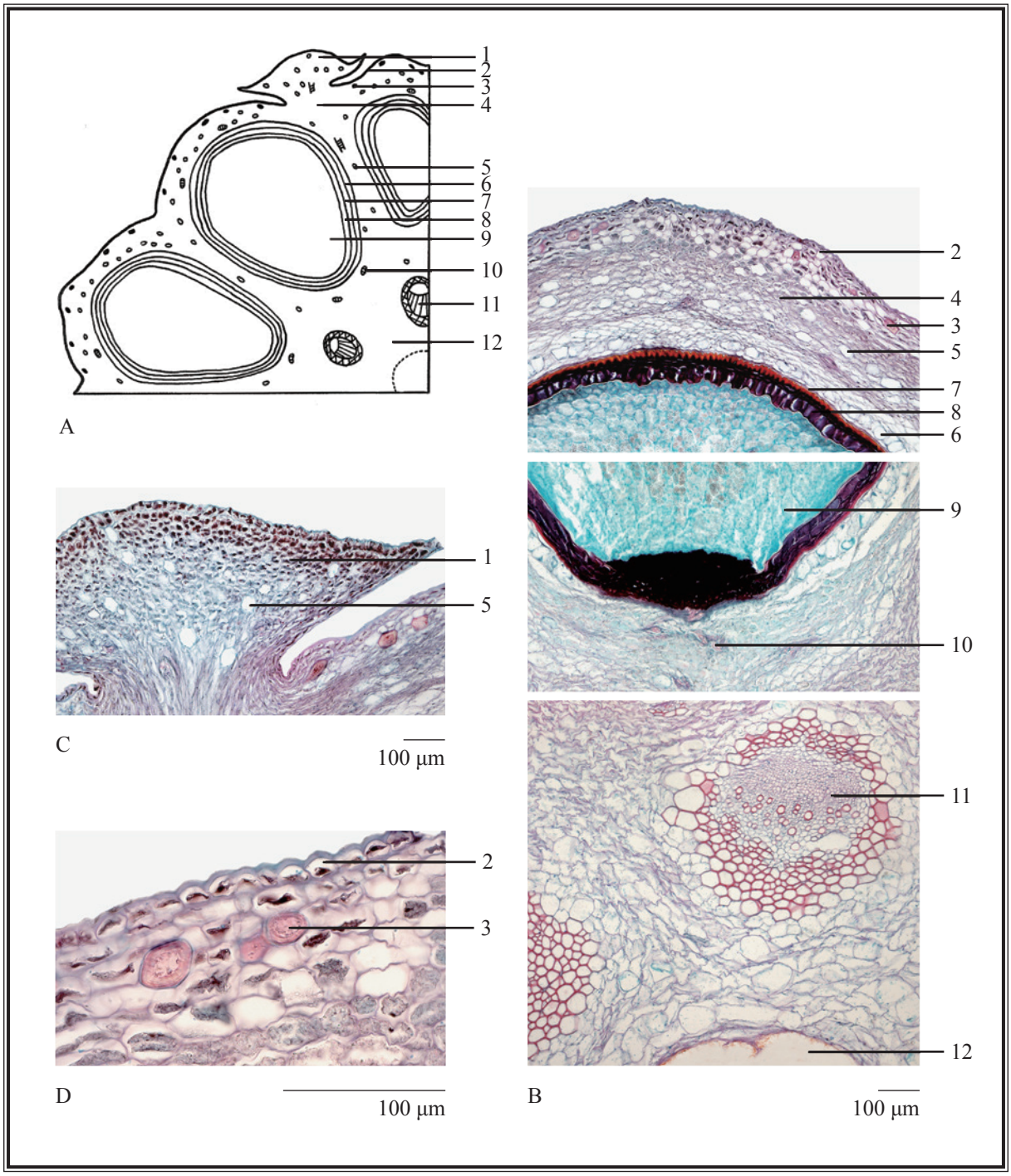

圖 2　長果蓽茇橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖　B. 橫切面圖　C. 苞片　D. 石細胞

1. 苞片　2. 外果皮　3. 石細胞　4. 中果皮　5. 油細胞　6. 油細胞層
7. 內果皮　8. 種皮　9. 外胚乳　10. 小維管束　11. 果穗軸維管束　12. 果穗軸

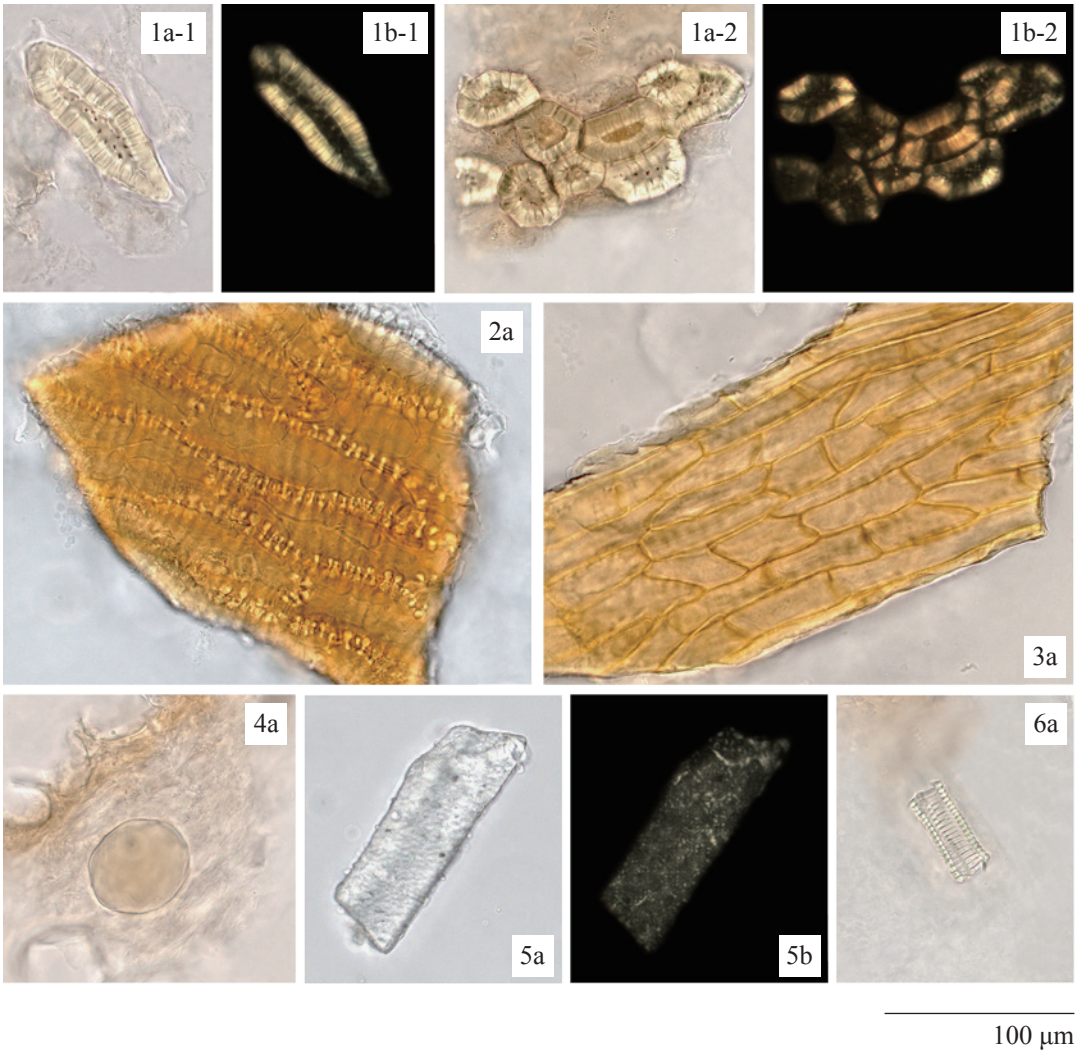

圖 3　長果蓽茇粉末顯微特徵圖

1. 石細胞　2. 內果皮細胞　3. 種皮細胞　4. 油細胞　5. 外胚乳細胞　6. 導管

a. 光學顯微鏡下特徵　b. 偏光顯微鏡下特徵

4.2 薄層色譜鑒別 *[附錄 IV (A)]*

對照品溶液

胡椒鹼對照品溶液

取胡椒鹼對照品（圖 4）2.5 mg，置 5-mL 棕色量瓶中，加甲醇至刻度。臨用製備。

展開劑

製備甲醇 – 水(9:1, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取硫酸 10 mL，緩緩加至 90 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品臨用製備的粉末 0.5 g，置 15-mL 以鋁箔包裹的離心管中，加甲醇 10 mL，超聲(140 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 2800 × *g*)，用 0.45-μm 微孔濾膜(nylon)濾過，即得。臨用製備。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取胡椒鹼對照品溶液 2 μL 和供試品溶液 1.5 μL，點於同一高效 RP-18 F_{254} 薄層板上。將薄層板置雙槽層析缸一槽中，加上述新製備的展開劑於另一槽內，預先飽和 15 分鐘，再將展開劑小心傾入置薄層板的槽中，展開約 6 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約 3-5 分鐘)。置可見光下檢視，並計算 R_f 值。

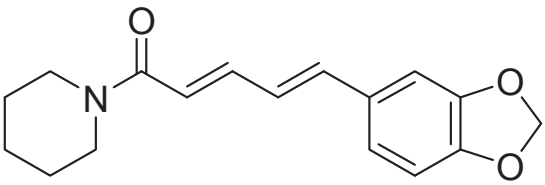

圖 4　胡椒鹼化學結構式

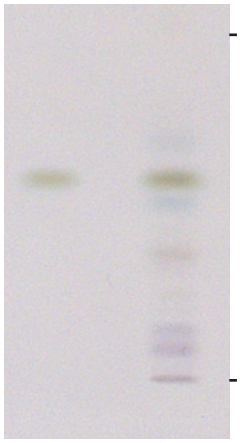

圖 5　長果蓽茇提取液對照高效薄層色譜圖（顯色後在可見光下檢視）

1. 胡椒鹼對照品溶液　2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與胡椒鹼色澤相同、R_f 值相應的特徵斑點或條帶（圖 5）。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法*(附錄 XII)*

對照品溶液

胡椒鹼對照品溶液 Std-FP（12 mg/L）

取胡椒鹼對照品 0.12 mg，置 10-mL 棕色量瓶中，加 70% 甲醇至刻度。臨用製備。

供試品溶液

取本品臨用製備的粉末 0.1 g，置 50-mL 以鋁箔包裹的離心管中，加 70% 甲醇 40 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × *g*)。精密吸取上清液 4 mL 轉移於 10-mL 棕色量瓶中，加 70% 甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。臨用製備。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 254 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下（表 1）：

表 1　色譜洗脱條件

時間（分鐘）	甲醇（%, v/v）	0.1% 甲酸（%, v/v）	洗脱
0 – 20	70 → 80	30 → 20	綫性梯度
20 – 25	80 → 90	20 → 10	綫性梯度
25 – 40	90	10	等度

系統適用性要求

吸取胡椒鹼對照品溶液 Std-FP 10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：胡椒鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；胡椒鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按胡椒鹼峰計算應不低於 15000。

供試品測試中 2 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5（圖 6）。

操作程序

分別吸取胡椒鹼對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中胡椒鹼峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 5 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中胡椒鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中胡椒鹼峰。二色譜圖中胡椒鹼峰的保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

長果蓽茇提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2　長果蓽茇提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.92	±0.03
2 （指標成份峰，胡椒鹼）	1.00	-
3	1.50	±0.03
4	2.21	±0.07
5	2.75	±0.12

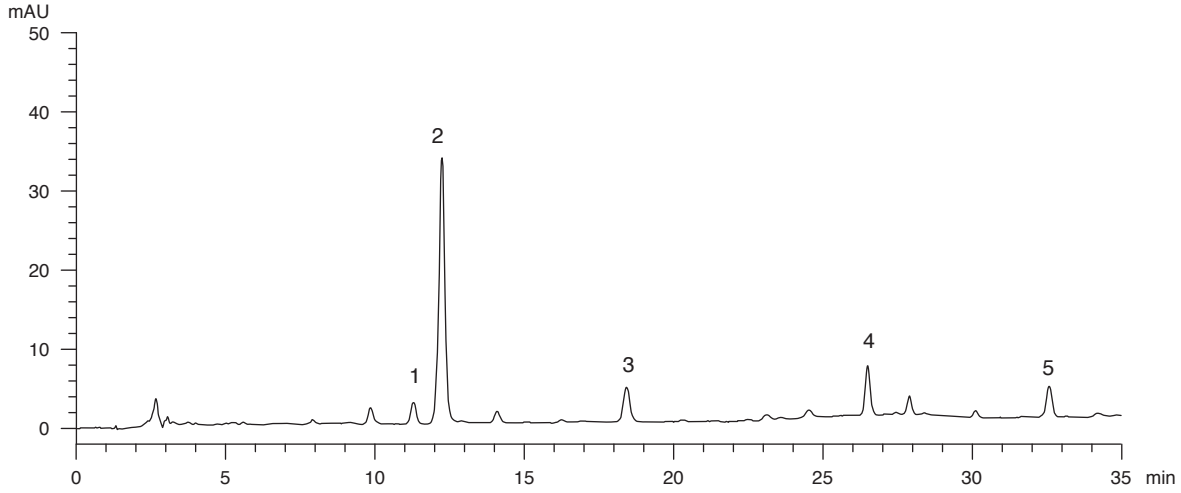

圖 6　長果蓽茇提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 5 個特徵峰(圖 6)。

5. 檢查

5.1 重金屬*(附錄 V)*：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留*(附錄 VI)*：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素－黃曲霉毒素*(附錄 VII)*：應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留*(附錄 XVII)*：應符合有關規定。

5.5 雜質*(附錄 VIII)*：不多於 1.0%。

5.6 灰分*(附錄 IX)*

總灰分：不多於 5.0%。
酸不溶性灰分：不多於 0.5%。

5.7 水分*(附錄 X)*

甲苯法：不多於 13.0%。

6. 浸出物*(附錄 XI)*

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 9.0%。
醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 11.0%。

7. 含量測定

7.1 胡椒鹼含量測定

照附錄 IV (B)進行。

對照品溶液
胡椒鹼對照品儲備液 Std-Stock（600 mg/L）
精密稱取胡椒鹼對照品 6.0 mg，置 10-mL 棕色量瓶中，加 70% 甲醇至刻度。臨用製備。
胡椒鹼對照品溶液 Std-AS
精密吸取胡椒鹼對照品儲備液適量，以 70% 甲醇稀釋製成含胡椒鹼分別為 1.2、3、6、30、60 mg/L 系列的對照品溶液。置於棕色量瓶中保存。

供試品溶液
精密稱取本品臨用製備的粉末 0.1 g，置 50-mL 以鋁箔包裹的離心管中，加 70% 甲醇 40 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 10 分鐘(約 4000 × *g*)。精密吸取上清液 4 mL 轉移於 10-mL 棕色量瓶中，加 70% 甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜(PTFE)濾過，即得。臨用製備。

色譜系統
液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 343 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脱條件

時間（分鐘）	甲醇（%, v/v）	0.1% 甲酸（%, v/v）	洗脱
0 – 20	70 → 80	30 → 20	綫性梯度
20 – 25	80 → 90	20 → 10	綫性梯度
25 – 40	90	10	等度

系統適用性要求

將胡椒鹼對照品溶液 Std-AS（6 mg/L）10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：胡椒鹼的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；胡椒鹼峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按胡椒鹼峰計算應不低於 15000。

供試品測試中胡椒鹼峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將胡椒鹼系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以胡椒鹼的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與胡椒鹼對照品溶液 Std-AS 色譜圖中胡椒鹼峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中胡椒鹼峰。二色譜圖中胡椒鹼相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV（B）公式計算供試品溶液中胡椒鹼的濃度（mg/L），並計算樣品中胡椒鹼的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含胡椒鹼（$C_{17}H_{19}NO_3$）不少於 2.5%。

7.2 揮發油含量測定

精密稱取本品臨用製備的粉末 80 g，置 1000-mL 圓底燒瓶中，加水 500 mL 與玻璃珠數粒，振搖混合。照附錄 XIII（甲法）測定。

限度

本品含揮發油不少於 0.60%（v/w）。