

海珠喘息定片

Haizhu Chuanxiding Pian

【处方】 珍珠层粉 350g 胡颓子叶 350g
天花粉 75g 蝉蜕 30g
防风 75g 冰片 12.5 g
甘草 50g 盐酸氯丙那林 2.5g
盐酸去氯羟嗪 12.5g

【制法】 以上九味，除珍珠层粉外、天花粉粉碎成细粉，冰片研细；胡颓子叶、蝉蜕、甘草加水煎煮二次，每次3小时，合并煎液，滤过，滤液静置，取上清液浓缩至清膏；防风照流浸膏剂与浸膏剂项下的渗漉法（中国药典2015年版通则0189），用60%乙醇作溶剂，浸渍24小时后进行渗漉，收集渗漉液，回收乙醇并浓缩至清膏，与上述清膏合并，将盐酸氯丙那林、盐酸去氯羟嗪用热水适量溶解，加入上述清膏、珍珠层粉及天花粉细粉制成颗粒，干燥，加入冰片细粉，混匀，压制成1000片，即得。

【性状】 本品为灰黄色至黄棕色的片，气香，味苦，微辛凉。

【鉴别】 (1) 取本品，置显微镜下观察：类椭圆形或不规则碎块无色，有的表面呈波状或平直细纹理（珍珠层粉）。淀粉粒类球形、半圆形或盔帽形，直径27~48 μm ，脐点点状、短缝状、人字状或星状，层纹隐约可见（天花粉）。

(2) 取本品8片，研细，加丙酮20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取升麻素苷和5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合液，作为对照品溶液，照薄层色谱法（中国药典2015年版通则0502）试验，吸取上述两种溶液各10 μl ，分别点于同一硅胶GF₂₅₄薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（4:1）为展开剂，展开，取出晾干，在紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光淬灭斑点。

(3) 取本品10片，研细，加乙醇20ml，加热回流2小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另甘草对照药材1g同法制成对照药材溶液，照薄层色谱法（中国药典2015年版通则0502）试验，吸

取上述两种溶液各 10 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（20:5:0.3）为展开剂，展开，取出晾干，喷以稀硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取本品 8 片，研细，加石油醚（60-90℃）20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取冰片对照药材，加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典 2015 年版通则 0502）试验，吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-丙酮（10:3）为展开剂，展开，取出晾干，喷以 5% 香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品，按【含量测定】盐酸氯丙那林、盐酸去氯羟嗪项下的方法试验，供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

【检查】应符合片剂项下有关的各项规定（中国药典 2015 年版通则 0101）。

【含量测定】盐酸氯丙那林、盐酸去氯羟嗪 照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相 A，以 0.15%三乙胺 0.015mol/L 磷酸二氢钠（用磷酸调 pH 为 3.1）为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 215nm。理论板数按盐酸氯丙那林峰计算应不低于 2000。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	30	70
10~12	30→50	70→50
12~27	50	50
27~29	50→70	50→30
29~33	70	30
33~37	70→30	30→70

对照品溶液的制备 取盐酸氯丙那林对照品和盐酸去氯羟嗪对照品适量，

精密称定，甲流动相制成每 1ml 含盐酸氯丙那林 0.1mg、盐酸去氯羟嗪 0.5mg 的混合溶液。

供试品溶液的制备 取本品 20 片，精密称定，研细，取 1g，精密称定，置 100ml 具塞锥形瓶中，精密加流动相(A:B 为 30:70)50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 28KHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用流动相补足减失的重量，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含盐酸氯丙那林 ($C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$) 应为标示量的 80.0%~120.0%，含盐酸去氯羟嗪 ($C_{21}H_{28}N_2O_2 \cdot 2HCl$) 应为标示量的 80.0%~120.0%。

甘草酸 照高效液相色谱法（中国药典 2015 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-0.2mol/L 醋酸铵-冰醋酸（67:33:1）为流动相；检测波长为 250nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取甘草酸铵对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 60 μ g 的溶液，即得(甘草酸重量=甘草酸铵重量/1.0207)。

供试品溶液的制备 取本品 20 片，精密称定，研细，取 5g，精密称定，置 100ml 具塞锥形瓶中，精密加入流动相 50ml，称定重量，超声处理（功率 300w，频率 28KHz）1 小时，取出，放冷，再称定重量，加流动相补足减失的重量，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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含甘草以甘草酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$) 计，不得少于 0.20mg。

【功能与主治】 平喘，祛痰，镇静，止咳。用于支气管哮喘，慢性气管炎。

【用法与用量】 口服，一次 2~4 片，一日 3 次。

【注意】 忌食生冷、辛辣、油腻、刺激性食物；甲亢、心律不齐或高血压合并症患者慎用。

【贮藏】 密封。

起草单位：厦门市食品药品质量检验研究院

复核单位：湖南省药品检验研究院

国家药品监督管理局