

性($n=20$)左侧平均值为 47.75° 、右侧平均值为 25.21° 。不同性别之间差异无显著性($P>0.05$),但左侧夹角较右侧大($P<0.001$),说明左侧锁骨下静脉的路径较右侧弯曲。

讨 论

自1952年Aubanica首创锁骨下静脉穿刺术以来,锁骨下静脉以其位置固定、距心脏近和管径粗等优势,为拯救休克病人、静脉供应高营养、介入治疗和急性过渡性血液净化,开辟了一条简便快速安全的静脉通道。但锁骨下静脉与颈部大静脉、胸膜顶、颈总动脉等结构位置关系密切,故此术所致的各类并发症时有报道。为此,本文对锁骨下静脉及其毗邻结构进行了解剖学观测,为临床提高穿刺率,减少和避免并发症提供形态学依据^[1,2]。

临床选择锁骨下静脉穿刺、放置穿刺置管的位置,要求具备位置恒定、口径大、变异小、行径规律、可反复多次进行等条件^[3]。根据解剖观测锁骨下静脉两侧口径无显著差别,两侧锁骨下静脉长度左侧明显较右侧长。两侧锁骨下静脉的深度男性左侧平均值为 2.12cm ,右侧为 1.95cm ;女性左侧平均值为 2.03cm ,右侧为 1.92cm ,说明右侧比较浅;头臂静脉与上腔静脉纵轴的夹角左侧夹角较右侧大($P<0.001$),说明左侧锁骨下静脉的路径较右侧弯曲。另外穿刺左侧可能伤及胸导管,故锁骨下静脉穿刺插管首先选择右锁骨下静脉,既能检测中心静脉压

(CVP),又能快速输液、大量输血,为抢救休克和急性循环衰竭病人争取更多的时间。以解剖实践来看,锁骨下静脉外膜与臂丛、胸膜顶都不直接相连,且位置表浅,前面仅覆以皮肤,皮下组织和锁骨下肌。因此只要掌握好要点,完全可以避免并发症的发生。建议右锁骨下静脉穿刺点应选在锁骨下缘中内 $1/3$ 交界处。针头与锁骨下缘呈 35° 夹角,进针深度不宜超过 $3.85\pm0.44\text{cm}$ 。随着医学科学技术的飞速发展,锁骨下静脉穿刺置管术被越来越广泛地应用于对急、危、重症患者的抢救治疗过程中,它在抢救休克患者、胃肠外供给高营养、介入治疗、长期输液和应用抗癌药物等方面开辟了一条安全、简便的途径,患者因其可减轻每天穿刺的痛苦而乐于接受^[4]。锁骨下静脉是颈根部最大的静脉,于该部位置管也是进行血流动力学监测、心肺复苏和安置心脏起搏导管理想通道。

参考文献

- 1 庞永慧. 颈内静脉置管与颈外静脉留置针的比较研究. 中国实用护理杂志, 2004, 1(20): 4-6
- 2 孟凡丽. 中心静脉置管术的临床应用及护理体会[J]. 中国现代医生, 2009, 47(23): 85-89
- 3 姬保芹, 张荣香, 卢尚亭. 锁骨下静脉穿刺置管在手术室的应用[J]. 全科护理, 2009, 7(04): 322
- 4 陈玉莲, 戴睿武, 汪涛, 等. 超声定位中心静脉置管在危重病人的临床应用[J]. 西南军医, 2009, 11(06): 1097

(收稿: 2010-07-19)

(修回: 2010-12-09)

太白橐木药材质量标准研究

李 瑾 李 扬 郭东艳 崔春利

摘 要 **目的** 建立太白橐木药材中齐墩果酸的薄层色谱鉴别与含量测定方法。**方法** 采用TLC法对太白橐木进行薄层鉴别;采用HPLC对太白橐木中齐墩果酸进行含量测定。**结果** 该鉴别方法专属性强、重复性好,可作为该药材的薄层鉴别方法;含量测定的色谱条件为:色谱柱Kromasil ODS C_{18} ($5\mu\text{m}$, $4.6\text{mm}\times 250\text{mm}$),甲醇-水(90:10)为流动相,检测波长 210nm ,流速 1.0ml/min ,柱温为室温。齐墩果酸在 $44.8\sim 224.0\mu\text{g}$ 的范围内线性关系良好($r=0.9998$),平均回收率为 97.69% ,RSD为 1.23% 。**结论** 所建方法简便快捷,结果可靠,能够为控制太白橐木药材的质量提供参考。

关键词 太白橐木 薄层色谱鉴别 齐墩果酸 HPLC

Study on Quality Control of Root Bark of *Aralia Taibaiensis*. Li Jin, Li Yang, Guo Dongyan, Cui Chunli. Postgraduate Student of Grade 2009, Shaanxi University of Chinese Medicine, Shanxi 712046, China

基金项目:陕西省教育厅资助项目(09JS015);陕西省中医药管理局资助项目(ZY31);陕西省重点学科专项建设资金资助
作者单位:712046 咸阳,陕西中医学院2009级研究生(李瑾、李扬);712000 咸阳,陕西中医学院药学院(郭东艳、崔春利)
通讯作者:郭东艳,博士,副教授,电子信箱:winter180@163.com

Abstract Objective To establish the TLC identification and quantitative determination methods of *Aralia taibaiensis*. **Methods** TLC and HPLC were adopted to identify and determine *Aralia taibaiensis*. **Results** This method had strong specificity and repeatability, and thus could be used as a TLC identification of this medicine. The chromatographic conditions were the following: Kromosil ODS_{C18} (5 μ m, 4.6 mm $\times$ 250 mm) column as analytic column, methanol - water solution (90:10) as mobile phase, detection wavelength at 210 nm, flow rate at 1.0 ml/min, column temperature at indoor temperature. The liner range of quercetin was 44.8 ~ 224.0 μ g ($r = 0.9998$). The average recovery was 97.69%, with RSD = 1.23%. **Conclusion** The method and results are reliable and convenient for control the quality of *Aralia taibaiensis* for reference.

Key words *Aralia taibaiensis*; TLC; Oleanolic acid; HPLC

太白橐木(*aralia taibaiensis*)又名飞天蜈蚣七,系五加科橐木属多年生植物,分布于我国的西部地区,有着非常丰富的野生资源^[1]。具有祛风除湿、利尿消肿、活血止痛、疏肝解郁、温中和胃之功效,主要用于治疗风湿痹痛、跌打损伤、肝炎、疮痈等,民间还用于小儿豆疹、干咳等^[2]。本实验拟对太白橐木进行质量研究,为控制太白橐木药材的质量提供科学的实验依据,为太白橐木的开发应用提供质量保证。

材料与方法

1. 材料与仪器: Waters 600E 高效液相色谱仪, Waters 600 泵, Waters 2487 紫外检测器, Millennium³² 色谱工作站, GB - 204 型电子天平(瑞士梅特勒), WFH - 201B 紫外投射反射仪(上海精科实业有限公司), 恒温水浴锅(HH - 2 型, 北京科伟永兴仪器有限公司), 电热鼓风干燥箱(101 型, 北京科伟永鑫实验仪器设备厂), 齐墩果酸对照品(由中国药品生物制品检定所提供, 供含量测定用, 批号: 110709 - 200604), 薄层层析硅胶 G(青岛海琅硅胶干燥剂厂制造), 甲醇为色谱纯, 水为双蒸水, 其余试剂均为分析纯。太白橐木药材购于陕西眉县药材公司, 经本院王继涛老师鉴定为五加科植物橐木属(*aralia* L.) 太白橐木(*aralia chinesis* L.) 的根皮。

2. 方法: (1) 薄层色谱鉴别: 1) 对照品溶液的制备: 精密称取齐墩果酸对照品 0.0101 g, 加甲醇溶解, 定容至 10 ml 量瓶中, 制成每毫升含齐墩果酸 1 mg 的溶液, 摇匀, 即得。2) 供试品溶液的制备: 取太白橐木根皮粉末 1.0008 g, 置索氏提取器中, 加乙醚 40 ml, 加热回流提取 4 h, 弃去乙醚液, 药渣挥尽乙醚, 加乙醇 40 ml, 加热回流提取 2 h, 放冷, 滤过, 滤液加盐酸 5 ml, 加热回流 1 h, 浓缩至无醇味, 加水 20 ml, 加三氯甲烷振摇提取 2 次, 每次 25 ml, 合并三氯甲烷液, 蒸干, 残渣加甲醇 1 ml 使溶解, 作为供试品溶液。3) 薄层色谱条件: 吸取上述供试品溶液及对照品溶液各 10 μ l, 分别点于同一用 5% 羧甲基纤维素钠制备的硅胶 G 薄层板上, 以环己烷 - 丙酮 - 乙酸乙酯 (10:4:2) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷 10% 的硫酸乙醇溶液, 在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰, 置紫外光灯 (365 nm) 下检视。(2) 含量测定: 1) 色谱条件与系统适用性: 色谱柱 Kromosil ODS_{C18} (5 μ m, 4.6 mm $\times$ 250 mm), 甲醇 - 水 (90:10) 为流动相, 检测波长 210 nm, 流速 1.0 ml/min, 柱温为室温。在此色谱条件下, 齐墩果酸的峰与其他峰能够达到基线分离。2) 对照

品溶液的制备: 精密称取齐墩果酸对照品 2.8 mg, 加甲醇溶解定容至 25 ml 量瓶中, 摇匀, 即得。3) 供试品溶液的制备: ① 水解酸度的考察: 取橐木药材粗粉约 0.1 g, 共 6 份, 精密称定, 分别加不同浓度的硫酸溶液 25 ml, 加热保持水解 6 h, 再加氯仿 50 ml, 超声提取 30 min, 转移至分液漏斗中, 静置, 分取氯仿层, 蒸干, 残渣加甲醇溶解定容至 100 ml 量瓶中, 摇匀, 微孔滤膜滤过, 精密吸取续滤液 10 μ l 注入液相色谱仪, 测定含量。结果表明水解酸度为 7% 时, 水解较为完全, 齐墩果酸含量较高。因此选择 7% 的硫酸进行水解; ② 水解时间的考察: 取橐木药材粗粉约 0.1 g, 共 5 份, 精密称定, 分别加 7% 的硫酸溶液 25 ml, 加热水解不同的时间, 再加氯仿 50 ml, 超声提取 30 min, 转移至分液漏斗中, 静置, 分取氯仿层, 蒸干, 残渣加甲醇溶解定容至 100 ml 量瓶中, 摇匀, 微孔滤膜滤过, 精密吸取续滤液 10 μ l 注入液相色谱仪, 测定含量。结果表明随着水解时间的延长, 齐墩果酸含量增加, 当水解时间为 5 h 以上时, 齐墩果酸含量变化不大, 因此确定水解时间为 5 h; ③ 供试品溶液的制备: 取橐木药材粗粉约 0.1 g, 精密称定, 加 7% 的硫酸溶液 25 ml, 加热保持水解 5 h, 再加氯仿 50 ml, 超声提取 30 min, 转移至分液漏斗中, 静置, 分取氯仿层, 蒸干, 残渣加甲醇溶解定容至 100 ml 量瓶中, 摇匀, 即得。4) 线性关系考察: 精密量取齐墩果酸对照品溶液 (0.112 mg/ml) 1 ml 于 5 ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别精密吸取上述溶液 (22.4 μ g/ml) 2、4、6、8、10 μ l, 按上述色谱条件, 注入液相色谱仪, 记录峰面积。以峰面积 A 为纵坐标, 进样量 C (μ g) 为横坐标, 绘制标准曲线, 计算回归方程: $A = 12079C + 8081.7$, 相关系数: $r = 0.9998$, 结果表明, 齐墩果酸在 44.8 ~ 224.0 μ g 的范围内线性关系良好。5) 精密度试验: 精密吸取供试品溶液 10 μ l, 按上述色谱条件连续进样 5 次, 记录峰面积, 计算 RSD 值, 结果 RSD 为 1.03%, 表明该仪器精密度良好。6) 稳定性试验: 取橐木药材粗粉约 0.1 g, 精密称定, 按照供试品溶液制备方法制备样品, 分别于 0、4、8 h 吸取样品溶液 10 μ l, 注入液相色谱仪, 记录峰面积, 计算 RSD 值, 结果 RSD 为 0.61%, 表明样品溶液在 8 h 内稳定性良好。7) 重现性试验: 取橐木药材粗粉约 0.1 g, 共 5 份, 精密称定, 按照供试品溶液制备方法制备样品, 分别精密吸取样品溶液 10 μ l, 注入液相色谱仪, 测定含量, 结果平均含量为 1.95%, RSD 为 1.52%。表明本方法重现性良好。8) 回收率试验: 取已知含量的橐木药材粗粉 (1.95%) 约 0.1 g, 共 6 份, 精密称定, 各加入齐墩果酸对照品适量, 按照供

试品溶液制备方法制备样品,测定含量,计算回收率,结果平均回收率为 97.69%,RSD 为 1.23%。

结 果

1. 薄层色谱鉴别:照薄层色谱法(《中国药典》2005 年版一部附录 VIB)试验,吸取上述供试品溶液及对照品溶液各 10 μ l,分别点于同一用 5% 羧甲基纤维素钠制备的硅胶 G 薄层板上,以环己烷-丙酮-乙酸乙酯(10:4:2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷 10% 的硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 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。经过多次重复试验,表明该方法专属性强,重现性好,可用于太白橐木药材的薄层鉴别,结果见图 1。

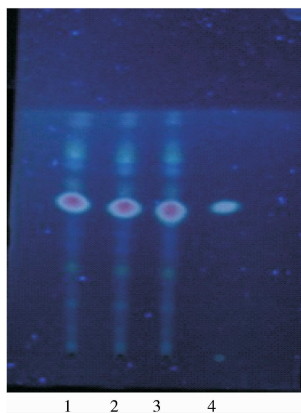


图 1 太白橐木薄层色谱图

1、2、3. 供试品;4. 齐墩果酸对照品

2. 含量测定:(1)方法学考察:经过方法学考察,确定太白橐木中果酸的含量测定色谱条件为:色谱柱 Kromasil ODS C₁₈(5 μ m, 4.6mm $\times$ 250mm),甲醇-水(90:10)为流动相,检测波长 210nm,流速 1.0ml/min,柱温为室温。齐墩果酸在 44.8 ~ 224.0 μ g 的范围内线性关系良好($r = 0.9998$),平均回收率为 97.69%,RSD 为 1.23%。表明所建方法简便,测定结果可靠,可用于太白橐木药材中齐墩果酸的含量测定。(2)样品含量测定:取橐木药材粗粉约 0.1g,精密称定,按照供试品溶液制备方法制备样品,精密吸

取样品溶液 10 μ l,注入液相色谱仪,测定含量,结果见表 1。根据测定结果,暂定橐木药材含齐墩果酸(C₃₀H₄₈O₃)不少于 1.8%。

表 1 药材中齐墩果酸含量测定结果

批号	齐墩果酸含量(%)
20081020	1.95
20091124	2.07
20091218	1.86

讨 论

太白橐木中的齐墩果酸为其主要的活性物质,近年研究发现^[3,4],其中齐墩果酸含量较高,并已作为高含量的资源植物用于提取齐墩果酸。本实验分别采用 TLC 和 HPLC 对齐墩果酸进行了考察。在薄层色谱的考察中,我们对样品选取了不同的制备方法,即取橐木根皮 0.5g,加 25ml 甲醇回流提取 4h,滤过,少量甲醇洗涤,合并滤液,挥干甲醇,加 20ml 10% 硫酸水浴回流提取 4h,滤过,滤液用 60ml 氯仿分 3 次萃取,合并萃取液,再用 10ml 水进行洗涤,再取氯仿层,挥干氯仿,最后用甲醇定容至 10ml;同时也对不同的展开系统进行了考察,如:三氯甲烷-甲醇-冰乙酸(20:1:0.2),三氯甲烷:甲醇(210:11),通过对比研究,最终选取了薄层色谱鉴别中所叙述的制样方法和展开系统为最优,薄层鉴别斑点清晰,分离度较好^[5]。本实验首次测定了太白橐木中齐墩果酸的含量,方法简便、准确、重现性好,可作为太白橐木药材质量控制的参考方法。

参考文献

- 1 孙碌. 橐木的价值及资源保护[J]. 特产研究,1991,2:50
- 2 雷志钧,周日宝,等. 橐木根皮的生药学研究[J]. 湖南中医药导报,2001,7(2):87
- 3 田吉,李翔翔,何兵,等. 高效液相色谱法测定橐木及其提取物中齐墩果酸的含量[J]. 时珍国医国药,2009,20(10):2426-2427
- 4 姚向超,邓杏灵,曾池清. 薄层扫描法测定黄毛木中齐墩果酸的含量[J]. 江西中医学院学报,2005,17(3):45-46
- 5 鲁湘鄂,黄志. 枇杷叶的薄层鉴别及齐墩果酸的含量测定[J]. 华西药学杂志,2009,24(5):561-562 (收稿:2010-07-06)
(修回:2010-09-20)

欢迎订阅 2011 年《中国卫生政策研究》杂志

《中国卫生政策研究》杂志是中华人民共和国卫生部主管,中国医学科学院主办,医学信息研究所和卫生政策与管理研究中心承办的卫生政策与管理专业学术期刊,ISSN 1674-2982,CN 11-5694/R。主要栏目:专题研究、医疗保障、药物政策、社区卫生、农村卫生、医院管理、国际卫生、理论探索、经验借鉴、书评等。杂志为月刊,每月 25 日出版,国内外公开发行,定价 15 元/册,全年 180 元(含邮资)。全国各地邮局均可订阅,邮发代号 80-955;也可向编辑部订阅。联系地址:北京市朝阳区雅宝路 3 号《中国卫生政策研究》编辑部(100020);电话:010-52328667,010-52328669;传真:010-52328670;E-mail: cjhp@imicams.ac.cn、healthpolicyen@gmail.com。