中图分类号：R932；R284.1；R286.0　　文献标志码：A　　文章编号：1006－4931(2025)09－0066－05
doi:10.3969/j.issn.1006－4931.2025.09.014

蒙药材扁蕾质量标准研究*

朝鲁门，娜仁图雅，李　妍，白　妍，韩塔娜△

（内蒙古自治区药品检验研究院，内蒙古　呼和浩特　010010）

摘要：目的　提升扁蕾药材的质量标准。**方法**　从扁蕾的产地及使用地区收集6批药材样品，采用性状鉴别法、显微鉴别法、薄层色谱法进行定性鉴别；根据2020年版《中国药典（四部）》对水分、总灰分、酸不溶性灰分、重金属及有害元素、浸出物含量进行检查；采用高效液相色谱法测定药材样品中齐墩果酸的含量，色谱柱为Agilent Eclipse C_{18}柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），流动相为甲醇－水－冰乙酸－三乙胺（87∶13∶0.04∶0.02，*V*/*V*/*V*/*V*），流速为1.0 mL/min，检测波长为210 nm，柱温为30 ℃，进样量为10 μL。**结果**　扁蕾药材的根呈圆柱形，茎呈四棱形，叶对生，花萼呈管状钟形，花冠呈管状皱缩形，蒴果呈狭矩圆形。显微特征明显，含叶表皮细胞、木纤维、花粉粒、纤维管胞。薄层色谱图中斑点显色清晰，分离度好。6批药材样品的水分均不超过5.60%；总灰分均不超过5.59%，酸不溶性灰分均不超过2.72%；铅、镉、砷、汞、铜含量均分别不超过0.70×10^{-6}，0.20×10^{-6}，0.20×10^{-6}，0.05×10^{-6}，8×10^{-6}；乙醇热浸出物含量均不低于21.45%。齐墩果酸的进样量在0.979 0～5.874 0 μg范围内与峰面积线性关系良好（$r=0.999\ 9$，$n=6$）；精密度、稳定性、重复性试验结果的*RSD*均小于2.0%；平均回收率为100.44%，*RSD*为1.45%（$n=6$）。6批样品中齐墩果酸的含量分别为16.29，16.82，16.52，12.44，12.06，13.27 mg/g。**结论**　该方法操作简便、专属性强、重复性好、结果准确，可用于扁蕾药材的质量控制。暂订扁蕾药材中水分、总灰分、酸不溶性灰分分别不得过7.0%，6.5%，3.0%，乙醇热浸出物、按干燥品计齐墩果酸含量分别不得少于17.0%，1.1%。

关键词：扁蕾；性状鉴别法；显微鉴别法；薄层色谱法；高效液相色谱法；质量控制

Quality Standard of Mongolian Medicina Herb of *Gentianopsis Barbata*

CHAO Lumen, NAREN Tuya, LI Yan, BAI Yan, HAN Tana

(Inner Mongolian Institute for Drug Control, Hohhot, Inner Mongolia, China 010010)

Abstract: Objective　To provide a reference for improving the quality standard of *Gentianopsis barbata*. **Methods**　Six batches of *Gentianopsis barbata* samples were collected from the origin and usage areas, and qualitative identification was performed by morphological identification, microscopic identification, and thin－layer chromatography (TLC) methods. According to the *Chinese Pharmacopoeia* (2020 Edition, Volume Ⅳ), the moisture content, total ash content, acid insoluble ash content, heavy metals and harmful elements, and extract content of *Gentianopsis barbata* were checked. The content of oleanolic acid in samples was determined by the high－performance liquid chromatography (HPLC) method, the chromatographic column was Agilent Eclipse C_{18} column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was methanol－water－glacial acetic acid－triethylamine (87∶13∶0.04∶0.02, *V*/*V*/*V*/*V*), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 210 nm, the column temperature was 30 ℃, and the injection volume was 10 μL. **Results**　The roots of *Gentianopsis barbata* were cylindrical, the stems were quadrilateral, the leaves were opposite, the sepals were tubular and bell－shaped, the corollas were tubular and wrinkled, and the capsules were narrow and rectangular in shape. Microscopic features were obvious, including leaf epidermal cells, wood fibers, pollen grains, and fibrous lumens. The TLC spots showed clear color and good separation. In the six batches of samples, the moisture content did not exceed 5.60%, the total ash content did not exceed 5.59%, and the acid insoluble ash content did not exceed 2.72%; the contents of lead, cadmium, arsenic, mercury, and copper were lower than or equal to 0.70×10^{-6}, 0.20×10^{-6}, 0.20×10^{-6}, 0.05×10^{-6}, and 8×10^{-6}, respectively; the content of ethanol thermal extract did not exceed 21.45%. The linear range of oleanolic acid was 0.979 0－5.874 0 μg ($r=0.999\ 9$, $n=6$). The *RSD*s of precision, stability, and repeatability test results were all lower than 2.0%. The average recovery of oleanolic acid was 100.44% with an *RSD* of 1.45% ($n=6$). The content of oleanolic acid in the six batches of samples was 16.29, 16.82, 16.52, 12.44, 12.06, and 13.27 mg/g, respectively. **Conclusion**　This method is simple, with strong specificity, good reproducibility, and accurate results, which can be used for quality control of *Gentianopsis barbata*. The moisture content, total ash content, and acid－insoluble ash content in *Gentianopsis barbata* should be lower than or equal to 7.0%, 6.5%, and 3.0%, respectively. The ethanol hot extract and dried oleanolic acid content should be higher than or equal to 17.0% and 1.1%, respectively.

Key words: *Gentianopsis barbata*; characteristic identification method; microscopic identification method; TLC; HPLC; quality control

*基金项目：国家药品标准提高研究课题[446]。

第一作者：朝鲁门，女，蒙古族，硕士研究生，副主任蒙药师，研究方向为中蒙药质量标准，（电子信箱）chaolumen2011@163.com。

△通信作者：韩塔娜，女，蒙古族，大学本科，主任蒙药师，研究方向为中蒙药质量标准，（电子信箱）hantana2010@163.com。

扁蕾为龙胆科植物扁蕾 *Gentianopsis barbata*(Froel.)Ma 的全草，蒙药名为哈日－特木日－地格达，又称剪割龙胆、扎格－地格，目前收载于《内蒙古蒙药材标准》[1]。扁蕾具有清热愈伤功效，蒙医多用于治疗“协日”引起的头痛“协日”热、中暑、黄疸、肝热、伤热等症。扁蕾含齐墩果酸、熊果酸、龙胆苦苷等黄酮类化合物及萜类化合物[2]，具有抗肿瘤、抗炎、抗菌等药理学活性[3-6]。为提高扁蕾药材的质量控制标准，本研究中对其进行定性、定量研究。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

BX53 型显微镜(日本 Olympus 公司)；LEICA 薄层色谱(TLC)数码成像系统(德国 Leica 公司)；S6000 型高效液相色谱仪(华谱科仪 < 北京 > 科技有限公司)；XPR6UD 型电子天平(精度为百万分之一)，XSR205 型电子天平(精度为十万分之一)，均购自瑞士 Mettler 公司；KS－500DE 型超声波清洗器(昆山洁力美超声仪器有限公司，功率为 500 W，频率为 40 kHz)。

1.2 试药

齐墩果酸对照品(中国食品药品检定研究院，批号为 110709－202109，纯度为 95.8%)；扁蕾药材样品(采自赤峰市罕山林场、通辽市扎旗罕山、通辽市扎旗罕山沟北、锡林郭勒盟西乌旗、呼伦贝尔市维纳河、呼伦贝尔市阿里河，编号分别为 S1－S6)，经内蒙古自治区药品检验研究院韩塔娜主任蒙药师鉴定为正品；甲醇、乙腈(色谱纯，美国 Fisher 公司)；其余试剂均为分析纯，水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 性状鉴定

本品的根呈圆锥形，具须根，淡黄色，直径约 2 mm；茎类呈四棱形，直径 2～4 mm，节部稍膨大，表面绿色或紫褐色，质脆，易折断，断面中空；叶对生，常脱落或破碎，叶片呈条形或条状倒披针形，长 2～8 mm，宽 2～9 mm，先端渐尖，基部抱茎，全缘，背面主脉明显；花萼呈管状钟形，长 1.2～2.5 cm，萼裂片呈披针形；花冠呈管状皱缩形，管部和檐部均为淡黄色，裂片 4 片；蒴果呈狭矩圆形，棕褐色，密被小疣状突起；气微，味苦。详见图 1。

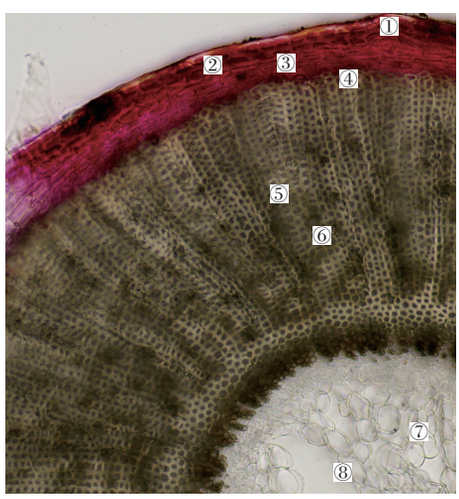


图 1 扁蕾药材图

Fig. 1 Characteristics of *Gentianopsis barbata*

2.2 显微鉴别

茎横切面：表皮细胞 1 列，切线向壁增厚，外被较厚的角质层；皮层薄壁细胞切线向延长，有少数裂隙；维管束双韧型；韧皮部狭窄；形成层和射线不明显；木质部由木纤维和导管组成，髓部宽广，薄壁细胞呈椭圆形，中央多已破裂成腔。详见图 2。



注：①为角质层，②为表皮细胞，③为表皮层，④为韧皮部，⑤为木纤维，⑥为导管，⑦为髓部，⑧为髓腔。

图 2 扁蕾药材茎横切面显微图(×40)

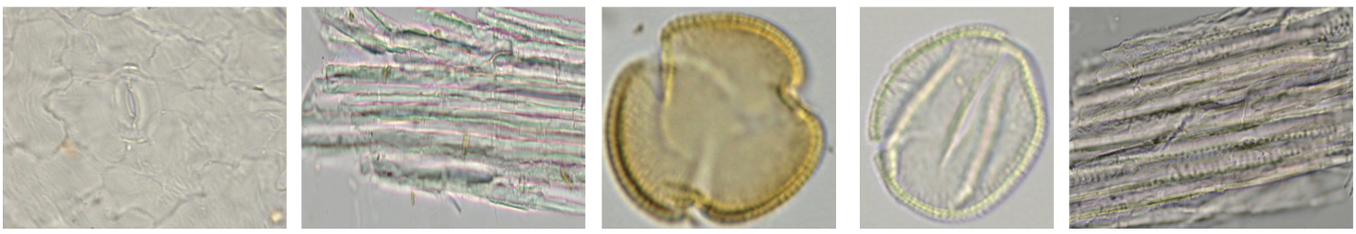
Note: ① refers to the stratum corneum, ② refers to the epidermal cells, ③ refers to the epidermal layer, ④ refers to the phloem, ⑤ refers to the wood fibers, ⑥ refers to the ducts, ⑦ refers to the medulla, and ⑧ refers to the medullary cavity.

Fig. 2 Microscopic picture of the transverse section of the stem of *Gentianopsis barbata* (×40)

粉末：呈浅绿色。叶表皮细胞呈不规则形，表面角质纹理明显，气孔呈不定式。花粉粒多见，呈浅黄色或棕黄色，类圆形，直径 39～58 μm；外壁两层明显，4 个孔沟，表面有明显网状雕纹。纤维有 2 种，1 种为木纤维，先端呈钝圆形或截形，直径 21～30 μm，壁厚，纹孔稀疏；另 1 种为纤维管胞，先端呈钝圆形，纹孔明显。详见图 3。

2.3 TLC 鉴别

取样品(编号为 S1－S6)粉末 0.5 g，精密称定，置锥形瓶中，加 10 mL 甲醇，超声处理 30 min，滤过，取滤液，作为供试品溶液。各取 5 μL 点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上，按 2020 年版《中国药典(四部)》通则 0502 TLC 法[7]59-60试验，在乙酸乙酯－甲醇－水(10∶2∶1，*V*/*V*/*V*)中展开，取出，晾干，置紫外光灯下(254 nm 波长)检视。6 批样品的供试品溶液色谱中均显相同颜色的斑点，且斑点分离清晰，故将上述方法作为扁蕾药材的 TLC 鉴别法。经比较，拟以赤峰市罕山林场的样品作为扁蕾鉴别用对照药材，同时作为新增对照药材报送中国食品



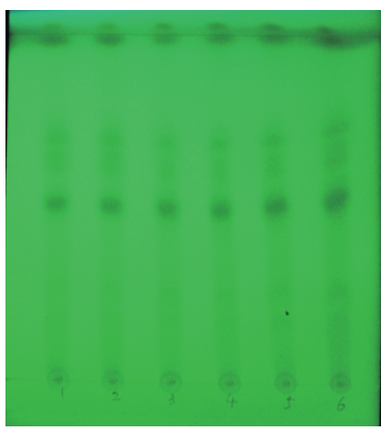
A B C D E

A. 叶表皮细胞 B. 木纤维 C – D. 花粉粒 E. 纤维管胞

图3 扁蕾药材粉末显微图(×400)

A. Leaf epidermal cells B. Wood fibers C – D. Pollen grains E. Fiber tracheids

Fig. 3 Microscopic pictures of the powder of *Gentianopsis barbata* (× 400)



1 2 3 4 5 6

1 – 6. 供试品溶液(编号分别为S1 – S6)

图4 扁蕾药材薄层色谱图

1 – 6. Test solution (numbered S1 – S6)

Fig. 4 TLC chromatogram of *Gentianopsis barbata*

药品检定研究院鉴定。详见图4。

2.4 检查

水分:取6批样品(编号为S1 – S6)粉末3.0 g,精密称定,按2020年版《中国药典(四部)》通则0832 水分测定法[7]114-115检测。结果水分均不超过5.60%,详见表1。为保证药材质量,暂订扁蕾药材中水分不得过7.0%。

总灰分、酸不溶性灰分:取6批样品(编号为S1 – S6)粉末3.0 g,精密称定,按2020年版《中国药典(四部)》通则2302 灰分测定法[7]234检测。结果总灰分均不超过5.59%,酸不溶性灰分均不超过2.72%,详见表1。为保证药材质量,暂订扁蕾药材中总灰分不得过6.5%,酸不溶性灰分不得过3.0%。

重金属及有害元素:取6批样品(编号为S1 – S6)粉末3.0 g,精密称定,按2020年版《中国药典(四部)》通则2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法[7]234-236检测。结果铅含量均不超过0.70 × 10^{-6},镉含量均不超过0.20 × 10^{-6},砷含量均不超过0.20 × 10^{-6},汞含量均不超过0.05 × 10^{-6},铜含量均不超过8 × 10^{-6},详见表1。

浸出物:取6批样品(编号为S1 – S6)粉末3.0 g,精密称定,按2020年版《中国药典(四部)》通则2201 浸出物测定法[7]232,以水为提取溶剂时采用冷浸法检测,以乙醇为提取溶剂时采用热浸法检测。结果3批水冷浸出物含量均低于20%,6批乙醇热浸出物含量均不低于21.45%,详见表1。故选择乙醇为提取溶剂,采用热浸法检测浸出物,暂订扁蕾药材中乙醇热浸出物含量不得少于17.0%。

表1 扁蕾药材检查项测定结果

Tab. 1 Results of inspection items for *Gentianopsis barbata*

编号	水分	总灰分	酸不溶性	重金属及有害元素(×10^{-6})					浸出物含量(%)	
	(%)	(%)	灰分(%)	铅	镉	砷	汞	铜	水冷浸出物	乙醇热浸出物
S1	5.60	3.88	0.84	0.60	0.10	0.20	0.02	6	20.68	21.45
S2	5.60	5.59	2.72	0.01	0.20	0.01	0.02	7	21.35	21.53
S3	5.51	3.50	0.53	0.70	0.01	0.20	0.01	7	20.54	21.72
S4	4.81	3.28	1.22	0.30	0.04	0.08	0.02	8	19.08	22.03
S5	4.72			0.20	0.02	0.02	0.05	7	19.86	21.63
S6	4.92	2.96	1.15	0.40	0.02	0.02	0.04	5	19.04	21.87

2.5 含量测定

2.5.1 色谱条件与系统适用性试验

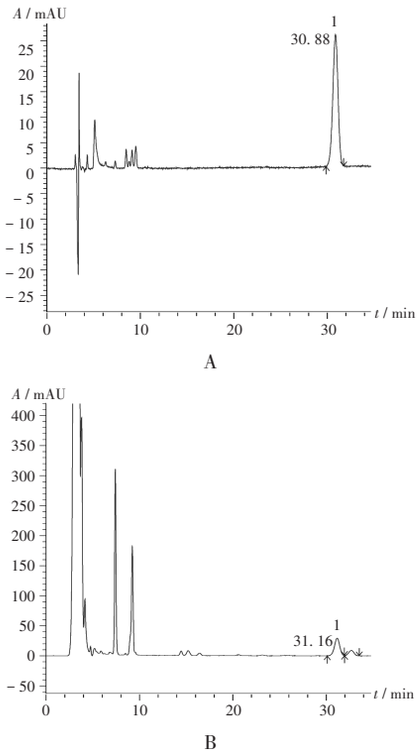
色谱柱:Agilent Eclipse C_{18}柱(250 mm × 4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇 – 水 – 冰乙酸 – 三乙胺(87∶13∶0.04∶0.02,*V*/*V*/*V*/*V*);流速:1.0 mL/min;检测波长:210 nm;柱温:30 ℃;进样量:10 μL。理论板数按齐墩果酸峰计应不低于5 000,分离度应大于1.5。

2.5.2 溶液制备

取齐墩果酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1 mL含100 μg的溶液,即得对照品溶液。取样品粉末0.5 g,精密称定,置25 mL容量瓶中,加甲醇定容,称定质量,超声处理(功率为200 W,频率为40 kHz)30 min,再称定质量,加甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。

2.5.3 方法学考察

专属性试验:精密吸取2.5.2项下对照品溶液和供试品溶液各10 μL,按2.5.1项下色谱条件进样测定。结果供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应位置有齐墩果酸峰出现,表明方法专属性良好。详见图5。



1. 齐墩果酸

A. 对照品溶液 B. 供试品溶液

图5 高效液相色谱图

1. Oleanolic acid

A. Reference solution B. Test solution

Fig. 5 HPLC chromatograms

线性关系考察：取齐墩果酸对照品 2.044 mg，精密称定，置 10 mL 容量瓶中，加甲醇溶解并定容，摇匀，即得质量浓度为 0.195 8 mg / mL 的对照品溶液，分别吸取 5，10，15，20，25，30 μL，按 2.5.1 项下色谱条件进样测定，以进样量（X，μg）为横坐标、峰面积积分值（Y）为纵坐标进行线性回收，得回归方程 Y = 499 622 X − 9 900.76（r = 0.999 9，n = 6）。结果表明，齐墩果酸的进样量在 0.979 0 ~ 5.874 0 μg 范围内与峰面积积分值线性关系良好。

精密度试验：取 2.5.2 项下供试品溶液适量，按 2.5.1 项下色谱条件连续进样测定 6 次，记录峰面积。结果的 *RSD* 为 0.94%（n = 6），表明仪器精密度良好。

重复性试验：取同一批样品（编号为 S4）0.5 g，精密称定，平行 6 份，按 2.5.2 项下方法制备供试品溶液，按 2.5.1 项下色谱条件连续进样测定 6 次，记录峰面积，并计算含量。结果含量为 11.650 4 mg / g，*RSD* 为 1.10%（n = 6），表明方法重复性良好。

稳定性试验：取 2.5.2 项下供试品溶液（编号为 S4），分别于制备后 0，2，4，8，12 h 时按 2.5.1 项下色谱条件进样测定，记录峰面积。结果的 *RSD* 为 0.26（n = 5），表明供试品溶液放置 12 h 内稳定性良好。

加样回收试验：取同一批样品（编号为 S4，含量为 11.650 4 mg / g）6 份，分别取 0.25 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，分别精密加入 2.5.2 项下对照品溶液 10 mL（质量浓度为 0.283 44 mg / mL），加甲醇定容，按 2.5.1 项下色谱条件进样测定，记录峰面积，并计算回收率。结果见表 2，表明方法准确度良好。

表 2 加样回收试验结果（n = 6）

Tab. 2 Results of the recovery test（n = 6）

取样量(g)	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$(%)	*RSD*(%)
0.250 3	2.916 0	2.834 4	5.757 9	100.26	100.44	1.45
0.254 1	2.960 3	2.834 4	5.778 3	99.42		
0.258 9	3.016 2	2.834 4	5.916 3	102.32		
0.258 2	3.008 1	2.834 4	5.904 1	102.17		
0.255 6	2.977 8	2.834 4	5.792 6	99.31		
0.255 0	2.970 8	2.834 4	5.780 4	99.13		

2.5.4 样品含量测定与限度拟订

取 6 批样品（编号为 S1 − S6）各 2 份，精密称定，按 2.5.2 项下方法制备供试品溶液，按 2.5.1 项下色谱条件进样测定，记录峰面积，按外标法计算含量。结果 6 批样品（编号为 S1 − S6）中齐墩果酸的含量分别为 16.29，16.82，16.52，12.44，12.06，13.27 mg / g，平均为 14.57 mg / g。综合考虑样品的差异、质量等，暂订本品按干燥品计含齐墩果酸（$C_{30}H_{48}O_3$）不得少于 1.1%。

3 讨论

3.1 TLC 鉴别

扁蓄含熊果酸、齐墩果酸等活性成分[2]，分别参考 2020 年版《中国药典（一部）》山茱萸[8]29 − 30 和木通[8]65 项下方法，以熊果酸、齐墩果酸为对照品进行 TLC 研究，结果样品分离效果不好；参考 2020 年版《中国药典（一部）》龙胆[8]99 − 100 项下方法，以扁蓄为对照药材进行 TLC 研究，结果特征斑点显色清晰，分离度良好，专属性强。故扁蓄药材的 TLC 鉴别选择自身对照。

3.2 含量测定指标性成分选择

扁蓄含龙胆苦苷、獐芽菜苷[2]。参考 2020 年版《中国药典（一部）》龙胆[8]99 − 100 项下及文献[9 − 10]含量测定方法，并分别以龙胆苦苷和獐芽菜苷为对照品，采用高效液相色谱法测定含量，结果样品中均未检测到龙胆苦苷和獐芽菜苷成分。齐墩果酸有较强的抑菌、强心、利尿、保肝作用[11 − 16]，扁蓄中也含齐墩果酸，故对此成分进行含量测定，结果分离效果和峰形均良好。故选择测定扁蓄中齐墩果酸的含量。

3.3 方法评价

本研究中建立的方法操作简便、专属性强、重复性好、结果准确，可用于扁蓄药材的质量控制。暂订扁蓄药材中水分、总灰分、酸不溶性灰分分别不得过 7.0%，6.5%，3.0%，乙醇热浸出物、按干燥品计齐墩果酸含量分别不得少于 17.0%，1.1%。