引用：唐雪阳，镇兰萍，刘浩，等 . 马大青叶药材质量标准研究［J］. 湖南中医杂志，2026，42（10）：82-90.

马大青叶药材质量标准研究

唐雪阳[1,2]，镇兰萍[1]，刘　浩[1]，沈冰冰[1]，罗芯竹[1]，张水寒[1]，谢　景[1,2]
（1. 湖南省中医药研究院，湖南　长沙，410013；
2. 道地药材国家重点实验室，北京，100700）

［摘要］ 目的：开展马大青叶药材质量标准的研究。方法：对 11 批马大青叶药材进行性状、显微和薄层色谱鉴别，测定其水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物含量，采用高效液相色谱（high-performance liquid chromatography，HPLC）法建立特征图谱。结果：马大青叶药材性状特征明显，显微特征突出，薄层色谱斑点清晰。药材水分含量 6.98% ~ 10.39%，酸不溶性灰分 0.13% ~ 2.86%，浸出物 18.98% ~ 25.88%，总灰分 9.11% ~ 16.59%；初步拟定水分不得过 13.0%、酸不溶性灰分不得过 4.0%、浸出物不得低于 15.0% 的限量，总灰分限量因药材特性不宜列入标准。建立 HPLC 特征图谱，精密度、重复性和稳定性试验中共有峰相对峰面积和相对保留时间的 *RSD* 均 <5%。结论：所建鉴别与检测方法可为马大青叶药材质量标准研究提供参考。

［关键词］ 马大青叶；显微鉴别；薄层色谱；特征图谱；高效液相；浸出物；水分；酸不溶性灰分
［中图分类号］R284.1　［文献标识码］A　DOI：10.16808/j.cnki.issn1003-7705.2026.10.017

Quality standard for the medicinal material Madaqingye

TANG Xueyang[1,2], ZHEN Lanping[1], LIU Hao[1], SHEN Bingbing[1], LUO Xinzhu[1], ZHANG Shuihan[1], XIE Jing[1,2]
（1. Hunan Academy of Chinese Medicine, Changsha 410013, Hunan, China;
2. State Key Laboratory of Dao-di Herbs, Beijing 100700, China）

［**Abstract**］ Objective: To establish the quality standard for the medicinal material Madaqingye （dried leaves of *Clerodendrum cyrtophyllum* Turczaninow）. Methods: Eleven batches of Madaqingye were analyzed in terms of morphological characteristics, microscopic identification, thin-layer chromatography （TLC）, and water content, total ash, acid-insoluble ash, and extract content were measured. High-performance liquid chromatography（HPLC） was performed to establish a characteristic chromatogram. Results: The medicinal material Madaqingye had obvious morphological characteristics, prominent microscopic features, and clear TLC spots. The water content ranged from 6.98% to 10.39%, acid-insoluble ash ranged from 0.13% to 2.86%, extract content ranged from 18.98% to 25.88%, and total ash ranged from 9.11% to 16.59%. The preliminary quality standard for Madaqingye was formulated: water content ≤13.0%, acid-insoluble ash ≤4.0%, and extract content ≥15.0%, while total ash limit was not included in the standard due to the characteristics of the medicinal material. An HPLC characteristic chromatogram was established, and the relative standard deviations of the relative peak areas and relative retention times of common peaks were all <5% in the precision, repeatability, and stability

基金项目：中央本级重大增减支项目名贵中药资源可持续利用能力建设项目（2060302）；湖南省药品监督管理局《湖南省中药材标准》制修订项目（湘财采计〔2024〕000653）

第一作者：唐雪阳，女，中医学博士，助理研究员，研究方向：中药资源品质形成、标准及高值化利用
通信作者：谢景，男，中药学博士，副研究员，研究方向：中药材规范化生产和质量影响因素研究，E-mail：axxj2057@163.com

tests. Conclusion: The identification and detection methods established in this study can provide a reference for the research on the quality standard of the medicinal material Madaqingye.

[**Keywords**] Madaqingye; microscopic identification; thin-layer chromatography (TLC) ; characteristic chromatogram; high-performance liquid chromatography (HPLC) ; extract; water content; acid-insoluble ash

马大青叶为马鞭草科植物大青 *Clerodendron cyrtophyllum* Turczaninow 的干燥叶，夏、秋两季采收，除去茎枝，干燥。马大青叶始载于《名医别录》，其叶入药见于《新修本草》，味苦、性寒，归胃、心经，具有清热解毒、凉血止血等功效，用于治疗外感热病之热盛烦渴、咽喉肿痛、口疮、黄疸、热毒痢、衄血、血淋、外伤出血等症，主产于湖南、江西、山东等地，多生于海拔 1 700 m 以下平原、丘陵和溪边。

受地域语言和文化习惯的影响，马大青叶在各地本草典籍中所记载的名称不尽相同。这些异名的形成，反映了民间对植物形态、气味或功效的认知，也体现了地方用药的习惯与方言特色。如“路边青”“野地青”常见于《湖南药物志》《湖北中草药志》等华中地区文献[1-2]，可能与其常生于路旁、山野有关；“淡婆婆”之名多见于《岭南采药录》等广东地区文献，其命名缘由尚需文献证据[3]；“臭大青”广泛记载于《四川中药志》等西南地区典籍[4]，可能与叶片揉碎后的特殊气味有关；“鸭公青”收录于《江西省中药材标准》[5]，为地方俗称；“蓝靛叶”“山靛青”等名称则见于《福建民间草药》[6]、《浙江民间常用草药》[7]，可能与民间染料用途有关。尽管《全国中草药汇编》[8]等现代著作仍沿用“大青”或“大青叶”作为通称，但多明确注明其植物基原为马鞭草科大青，以区别于《中华人民共和国药典》收载的十字花科植物菘蓝来源的“大青叶”，避免混淆。此外，马大青叶的混淆品主要为蓼大青叶（蓼科植物蓼蓝 *Polygonum tinctorium* Ait. 的干燥叶），作为河北、北京等地的习用品，使用时应加以区分。

马大青叶含有黄酮类、二萜类、三萜类、甾醇类和糖苷类等多种活性成分，已有研究报道其具有抗氧化等药理活性[9-12]。作为湖南省特色中药材，马大青叶已收录于《湖南省中药材标准》（2009 年版）[13]和《湖南省中药饮片炮制规范》（2021 年版）[14]，但其质量标准体系尚不完善，尤其缺乏系统的理化指标和专属性鉴别研究。为此，本研究以马大青叶为对象，通过对其性状、显微特征、薄层色谱、特征图谱和理化指标进行系统分析，旨在为建立该药材的质量评价标准提供依据。

1 仪器与材料

1.1 仪器 莱卡显微系统（上海）有限公司 DM2500 正置相差显微镜；鹤壁市冶金机械设备有限公司 FW-100 高速多功能粉碎机；Labonce-9240A 电热鼓风干燥箱（北京兰贝石恒温技术有限公司）；SHB-Ⅲ 循环式多用真空泵（巩义市科瑞仪器有限公司）；HH-4 数显恒温水浴锅［邦西仪器科技（上海）有限公司］；25-1 马弗炉（上海东星建材试验设备有限公司）；1260 Infinity Ⅱ-DAD 高效液相色谱仪［安捷伦科技（上海）有限公司］；LabSolutions 6.102 工作站［安捷伦科技（上海）有限公司］；Agilent ZORBAX SB-C_{18} 色谱柱（4.6 mm × 250 mm，5 μm）；Q Exactive 超高效液相色谱-四极杆-静电轨道阱-高分辨质谱仪（美国 Thermo Scientific 公司）；SB25-12DT 超声波清洗机（宁波新芝生物科技股份有限公司）；HHS-21-8 电热恒温水浴锅（上海博迅实业有限公司医疗设备厂）；AUY220 电子分析天平［岛津分析技术研发（上海）有限公司］。

1.2 试剂 甲苯、氯仿、丙酮、甲醇、乙酸乙酯、甲酸（湖南汇虹试剂有限公司，分析纯）；二氯甲烷（国药集团化学试剂有限公司，分析纯）；乙腈、甲醇［美国 TEDIA（天地）试剂公司，色谱纯］；纯净水［华润饮料（控股）有限公司］。

1.3 试药 本研究共收集 11 批马大青叶样品，经湖南省中医药研究院刘浩副研究员鉴定为马鞭草科植物大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.，来自湖南省邵东、双峰、长沙、吉首等地，具体样品信

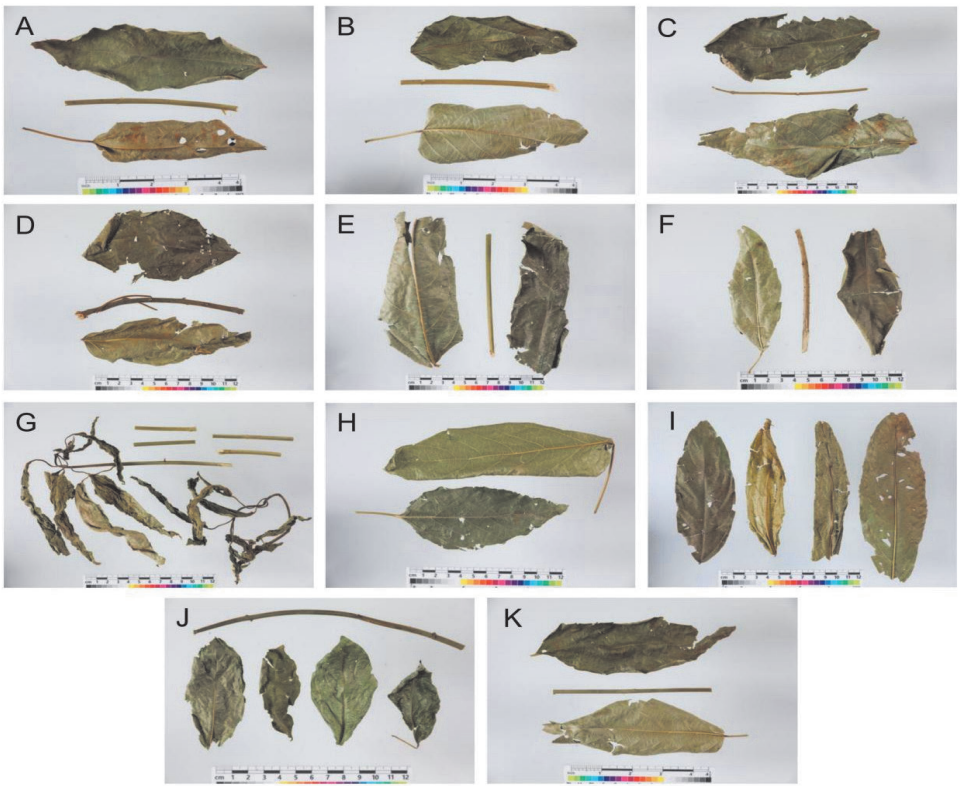
息见表1。因无市售商品，取批号Y134-250430-17的马大青叶为对照药材。混淆品蓼大青叶来源于蓼科植物蓼蓝*Polygonum tinctorium* Ait.的干燥叶，采集自东北地区，批号Y134-240801-01。

表1 马大青叶样品信息表

序号	批号	产地	产地习用名	基原
S1	Y134-240801-05	湖南省邵东市	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S2	Y134-240801-06	湖南省邵东市	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S3	Y134-240801-07	湖南省双峰县	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S4	Y134-240801-08	湖南省双峰县	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S5	Y134-240801-09	湖南省邵东市	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S6	Y134-240801-10	湖南省邵东市	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S7	Y134-240801-11	湖南省双峰县	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S8	Y134-240801-12	湖南省双峰县	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S9	Y134-241010-13	湖南省长沙市	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S10	Y134-241011-14	湖南省吉首市	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.
S11	Y134-250430-17	湖南省长沙市	马大青叶	大青 *Clerodendrum cyrtophyllum* Turcz.

2 方法与结果

2.1 性状鉴别 参照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部通则0212相关要求，对马大青叶药材进行性状鉴别。结果显示，本品呈长椭圆形至卵状椭圆形，长5～16 cm，宽2.5～6 cm。上表面棕黄色、棕黄绿色至棕红色，下表面颜色较浅；全缘或呈微波状，顶端渐尖，基部钝圆；叶脉为羽状网脉，中脉在叶两面均隆起，尤以背面更甚；叶柄细圆柱形，长1.5～4.5 cm；叶两面和叶柄均散生白色短毛。质脆易碎。气微，味微涩、稍苦(见图1)。上述性状特征与《湖南省中药材标准》(2009版)[13]要求一致。

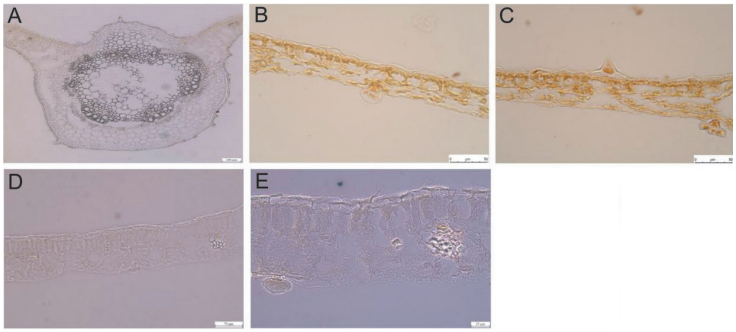


注：A～K—批号Y134-240801-05～批号Y134-250430-17的马大青叶药材外观性状。

图1 马大青叶药材外观性状图

2.2　显微鉴别

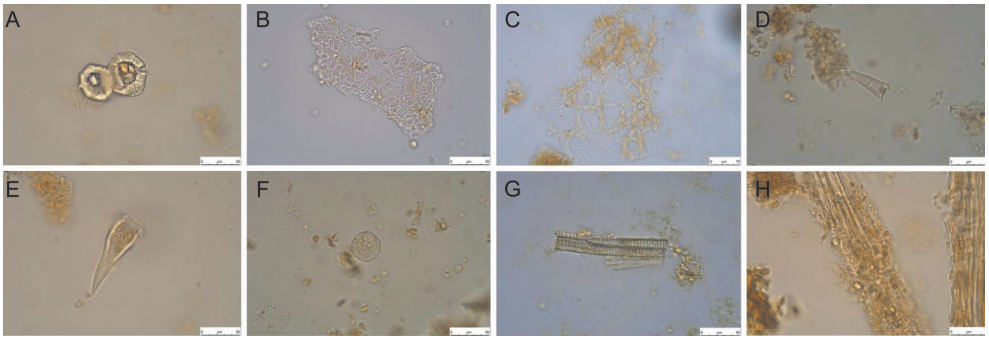
2.2.1　药材横切面　参照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部通则2001要求制备马大青叶药材横切片，并进行显微观察与测量。结果显示，本品叶横切面上、下表皮细胞呈类方形，壁较厚，外被角质层。上表皮有多数非腺毛着生，气孔和腺鳞少见；下表皮亦具非腺毛、气孔和腺鳞。栅栏组织为1列长圆柱状细胞，海绵组织为3～6列不规则的椭圆形细胞，排列疏松，有较大的细胞间隙。主脉上、下方均突出，尤以下方更甚。上表皮下方为5～9列厚角组织，下表皮内方为2～4列厚角组织，维管束外韧型，中柱鞘纤维环发达，有石细胞伴存。韧皮部窄，木质部较宽。主脉中央为薄壁组织，细胞具单纹孔，薄壁组织中有石细胞散在，有的胞腔内含草酸钙方晶(见图2)。上述显微特征与《湖南省中药材标准》(2009年版)[13]要求一致。



注：A—马大青叶横切面(冷冻切片，100×)；B—叶横切面(示腺鳞，石蜡切片，400×)；C—叶横切面(示非腺毛和腺鳞，石蜡切片，400×)；D—叶横切面(示表皮细胞和海绵组织，徒手切片，200×)；E—叶横切面(示栅栏组织，方晶和腺鳞，徒手切片，400×)。

图2　马大青叶横切面显微特征图

2.2.2　药材粉末　参照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部通则2001要求对马大青叶药材进行粉末制片，并进行观察与特征指标测定。结果显示，本品粉末呈棕黄色。非腺毛由1～2～(3)个细胞构成，圆锥状或长圆锥状，长20～156 μm，基部直径16～80 μm，壁较厚，具波状角质层纹，有时仅见残留的毛基。石细胞类圆形、椭圆形、类方形或不规则形，直径16～96 μm，长至112 μm，胞腔较大，壁孔明显，可见层纹，有的内含草酸钙方晶1～7个。晶纤维壁木化，晶鞘细胞内含有草酸钙方晶。腺鳞由单细胞的柄和多细胞的头构成，头部常有8～10个细胞，呈放射状排列，直径40～56 μm。上表皮细胞垂周壁弯曲，非腺毛多见，气孔、腺鳞少见。下表皮细胞呈垂周壁波状弯曲，气孔、腺鳞多见，亦有非腺毛。气孔大多为不定式，少数为直轴式。草酸钙结晶呈方形、菱形、柱形或不规则形。纤维成束或单个散在，壁较厚，孔沟不明显，多数木化，直径16～32 μm(见图3)。上述粉末显微特征与《湖南省中药材标准》(2009年版)[13]要求一致。

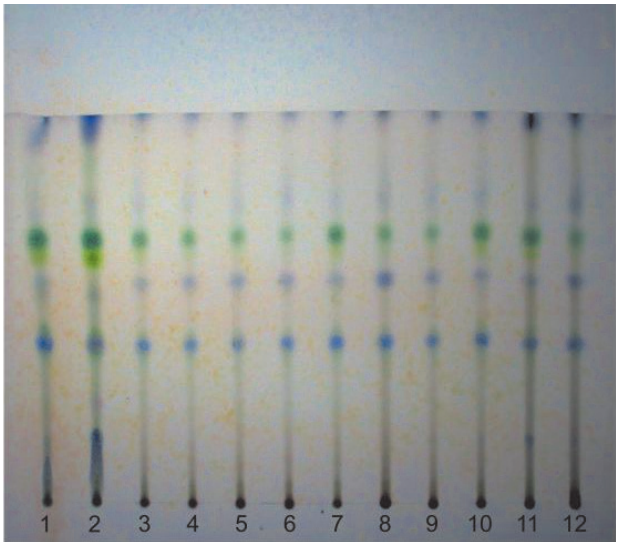


注：A—粉末含晶石细胞(400×)；B—粉末叶上表皮碎片细胞(400×)；C—粉末叶下表皮碎片细胞(200×)；D—粉末单细胞非腺毛(400×)；E—粉末多细胞非腺毛(400×)；F—粉末腺鳞(400×)；G—粉末螺纹导管(400×)；H—粉末晶鞘纤维(400×)。

图3　马大青叶粉末显微特征图

2.3 薄层色谱鉴别 参考文献[15]优化马大青叶药材薄层色谱鉴别方法，操作如下：取本品粉末1 g，加二氯甲烷20 mL，超声处理(40 kHz，600 W)30 min，滤过，滤液蒸干，残渣加二氯甲烷1 mL使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取马大青叶对照药材1 g，同法制成对照药材溶液。参照薄层色谱法(《中华人民共和国药典》2025年版四部通则0502)试验，吸取上述两种溶液各10 μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-二氯甲烷-丙酮(5∶4.5∶0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，105 ℃加热至斑点显色清晰。

按照以上拟定方法进行薄层鉴别，结果显示，11批供试品色谱图中，与参照样品色谱相应的位置均呈相同颜色的斑点，且分离度良好；而混淆品蓼大青叶薄层色谱图的主斑点则呈紫红(蓝)色或淡紫色，与马大青叶色谱图斑点颜色相异(见图4)。结果表明，该方法可有效鉴别马大青叶药材真伪。



注：1—马大青叶对照药材；2—蓼大青叶；3～12—马大青叶药材。

图4 马大青叶薄层色谱图

2.4 水分、总灰分、酸不溶性灰分和浸出物的检测

2.4.1 水分 参照《中华人民共和国药典》2025年版四部通则0832第二法，测定11批马大青叶样品的水分含量，结果显示，样品水分含量为6.98%～10.39%，平均值为9.00%(见表2)。中药材水分限度的设定，旨在防止药材霉变、虫蛀，同时兼顾有效成分保留与物理形态稳定，是对药材稳定性、安全性与有效性的综合平衡。《中华人民共和国药典》2025年四部通则0212药材和饮片检定通则项下明确“除另有规定外，饮片水分通常不得过13%”。结合《湖南省中药材质量标准》(2009年版)[13]不得过15.0%和《湖南省中药饮片炮制规范》(2021年版)[14]不得过13.0%的相关限度要求，同时考虑到药材产地气候温度对水分含量的影响，暂拟定马大青叶水分不得过13.0%。

2.4.2 总灰分 参照《中华人民共和国药典》2025年四部通则2302，测定11批马大青叶样品的总灰分，结果最高值为16.59%，最低值为9.11%，平均值为13.37%。马大青叶中的草酸钙针晶等物质可能使总灰分测定结果较高，《湖南省中药材质量标准》(2009年版)[13]和《湖南省中药饮片炮制规范》(2021年版)[14]未对马大青叶总灰分限量做出要求，综合考虑，暂不规定总灰分限度。

2.4.3 酸不溶性灰分 参照《中华人民共和国药典》2025年四部通则2302，测定11批马大青叶样品的酸不溶性灰分含量，结果显示，样品酸不溶性灰分范围为0.13%～2.86%，平均值为1.37%(见表2)。与总灰分检查相比，酸不溶性灰分的测定能更准确地反映药材中的杂质情况。综合分析实验结果，暂拟定马大青叶酸不溶性灰分不得过4.0%。

2.4.4 浸出物 参照《中华人民共和国药典》2025年版四部通则2201项下热浸法，以纯水为溶剂测定11批马大青叶的浸出物含量，结果显示，样品浸出物含量为18.98%～25.88%，平均值为21.81%，批次间差异较大(见表2)。鉴于上述测定结果，并结合浸出物作为药材质量综合评估指标的实际意义，暂将浸出物限度拟定为“不得少于15.0%”。据此限度，11批样品的浸出物测定结果均符合规定。采用水为溶剂的热浸法进行浸出物测定，不仅能够较为全面地反映马大青叶中可溶性成分的整体水平，亦与其临床以水煎煮为主要用药方式的特点相契合，具有较强的应用相关性与方法适宜性。

表 2 马大青叶水分、总灰分、酸不溶性灰分和浸出物测定结果(n=2, %)

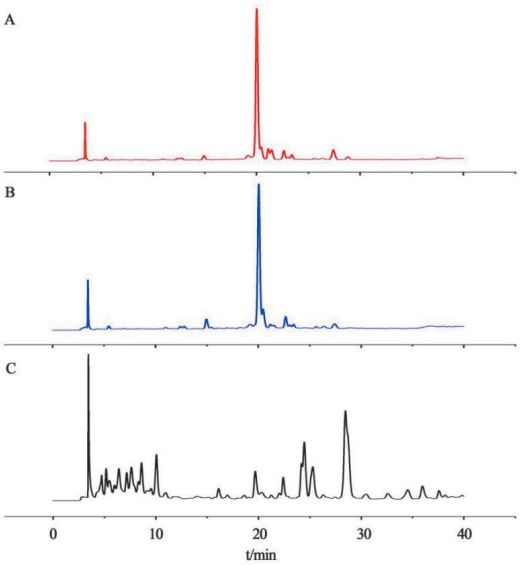
批号	水分	总灰分	酸不溶性灰分	浸出物
Y134-240801-05	6.98	15.53	0.68	18.98
Y134-240801-06	9.07	11.05	0.46	19.62
Y134-240801-07	8.60	16.59	2.86	20.88
Y134-240801-08	8.02	13.18	2.75	25.88
Y134-240801-09	9.92	9.11	0.93	19.64
Y134-240801-10	8.68	11.79	0.35	22.19
Y134-240801-11	10.39	16.35	1.42	19.28
Y134-240801-12	9.86	11.44	2.27	23.40
Y134-241010-13	10.00	13.41	2.84	24.10
Y134-241011-14	8.92	14.08	0.13	22.73
Y134-250430-17	8.54	14.52	0.37	23.15
平均值	9.00	13.37	1.37	21.81

2.5 特征图谱

2.5.1 色谱条件与系统适用性试验 采用1260 Infinity Ⅱ-DAD高效液相色谱仪，ZORBAX SB-C_{18} (4.6 mm × 250 mm，5 μm)色谱柱，流动相为乙腈(A)-0.3%甲酸水溶液(B)，梯度洗脱(见表3)，流速1.0 mL/min，柱温25 ℃，检测波长284 nm，进样量10 μL。结果见图5。

表 3 流动相梯度

时间/min	流动相A/%	流动相B/%
0～18	13→21	87→79
18～30	21→33	79→67
30～40	23→30	67→70



注：A—马大青叶对照药材；B—马大青叶代表批次药材；C—蓼大青叶药材。

图 5 马大青叶和蓼大青叶HPLC图谱对比

2.5.2 质谱条件 采用Q Exactive 超高效液相色谱-四极杆-静电轨道阱-高分辨质谱仪，色谱条件见表3，质谱条件为：加热电喷雾离子化源(HESI)，载气为氮气，鞘气压力 3.5 MPa，辅助气压力 1.0 MPa，喷雾电压 3.80 kV(+)和3.00 kV(-)，毛细管温度为 350 ℃，辅助器加热温度200 ℃，扫描范围m/z 100～1 500；Full MS分辨率70 000，dd-MS^2分辨率17 500，碰撞能为40 eV。

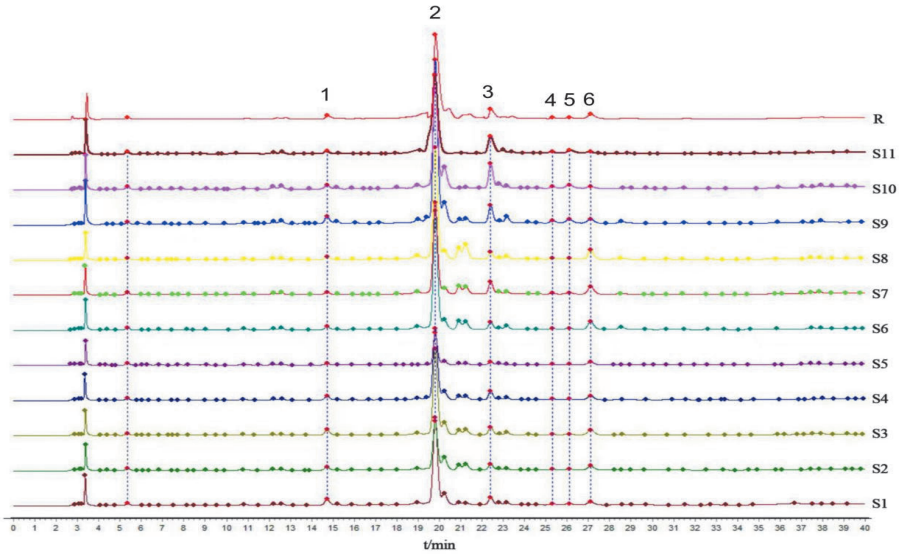
2.5.3 供试品溶液的制备 取马大青叶药材2 g，精密称定，置于具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇20 mL，密塞，称定重量，回流1 h，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，2.5 μm微孔滤膜滤过，取续滤液，即得。对照药材溶液采用同法制备。

2.5.4 方法学考察 1)精密度试验：取同一供试品(批号Y134-240801-08)，按“2.5.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.5.1”项下色谱条件连续测定6次，以6号峰为参照峰，记录各主要色谱峰的相对峰面积和相对保留时间。将所得HPLC图谱导入相似度软件中分析，结果表明，6次进样峰的相似度均大于0.90，且各个色谱峰的相对峰面积的*RSD*值在0.32%～0.52%，相对保留时间的*RSD*值在0.03%～0.27%，说明仪器的精密度良好。2)重复性试验：取同一供试品(批号Y134-240801-08)，按“2.5.3”项下方法制备6份供试品溶液，按“2.5.1”项下色谱条件进行测定，以6号峰为参照峰，记录各样品共有峰峰面积。将所得HPLC图谱导入相似度评价软件中分析，结果表明各个色谱峰的相对峰面积的*RSD*值在0.15%～0.37%，相对保留时间的*RSD*值在0.10%～0.28%，说明该方法的重复性良好。3)稳定性试验：取同一供试品(批号Y134-240801-08)，按“2.5.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.5.1”项下色谱条件，分别在0、3、6、9、12、24 h进样测定，进行测定，以6号峰为参照峰，记录各样品共有峰峰面积。将所得HPLC图谱导入相似度评价软件中分析，结果表明各个色谱峰的相对峰面积的*RSD*值在0.22%～2.37%，相对保留时间的*RSD*值在0.9%～3.28%，说明供试品溶液在24 h内稳定性良好。

2.5.5　耐用性试验　取同一供试品(批号Y134-240801-08)，按“2.5.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.5.1”项下色谱条件，分别在0.9、1.0、1.1 mL/min流速和30、35、40 ℃柱温下进行方法耐用性考察。以6号峰为参照峰，记录各样品共有峰峰面积。将所得HPLC图谱导入相似度评价软件中分析，流速变化时，各个色谱峰的相对峰面积的*RSD*值在0.47%～0.93%，相对保留时间的*RSD*值在0.47%～3.53%，柱温变化时，各色谱峰相对峰面积的*RSD*值在0.56%～0.94%，相对保留时间的*RSD*值在0.12%～3.69%，表明方法耐用性良好。

2.5.6　特征图谱建立　将11批马大青叶样品制备成供试品溶液，按“2.5.1”项下色谱条件进行测定，记录色谱图。将所得HPLC图谱导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2.0版)，采用多点校正的方式进行峰的相似度计算，选用S1作为参照谱图，采用中位数法，时间窗格宽度为0.1 min，全谱峰匹配模式建立马大青叶HPLC的叠加图谱和对照特征图谱。

2.5.7　共有峰的标定和相似度分析　综合分析11批次马大青叶的指纹图谱，选择特征明显、峰形好、吸收强的色谱峰作为共有峰，共标定了6个共有峰(见图6)。以对照图谱(R)为参照图谱，将11批马大青叶样品的特征图谱与对照特征图谱进行比较，从而计算出各批次的马大青叶药材特征图谱的相似度值和与对照特征图谱的相似度(见图7)。结果显示，11批马大青叶HPLC特征图谱相似度为0.985～0.999；各批样品与对照特征图谱的相似度为0.994～1.000。



注：1～6为马大青叶特征图谱共有峰。

图6　11批马大青叶药材的HPLC特征图谱

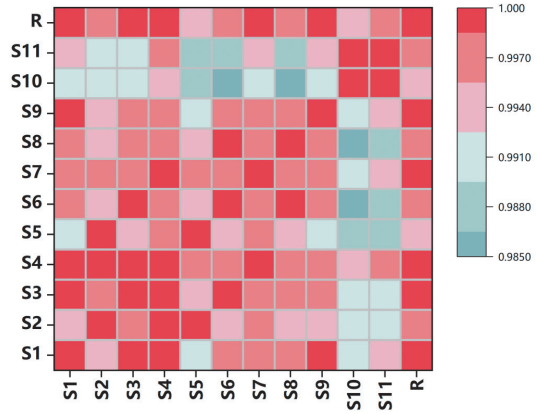


图7　11批马大青叶药材的特征图谱相似度热图

2.5.8　共有峰的定性分析　通过液质联用技术获取样品在正、负模式下的质谱图，结果如图8所示。依据分子离子峰和质量偏差等信息，检索Compound Discover、ChemSpider等数据库并参考文献[9]与文献[16]，分析马大青叶的成分，特征图谱中标定的共有峰成分初步推定为金丝桃苷、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷、异牡荆素、异金雀花素和Leucosceptoside A(见表4)。

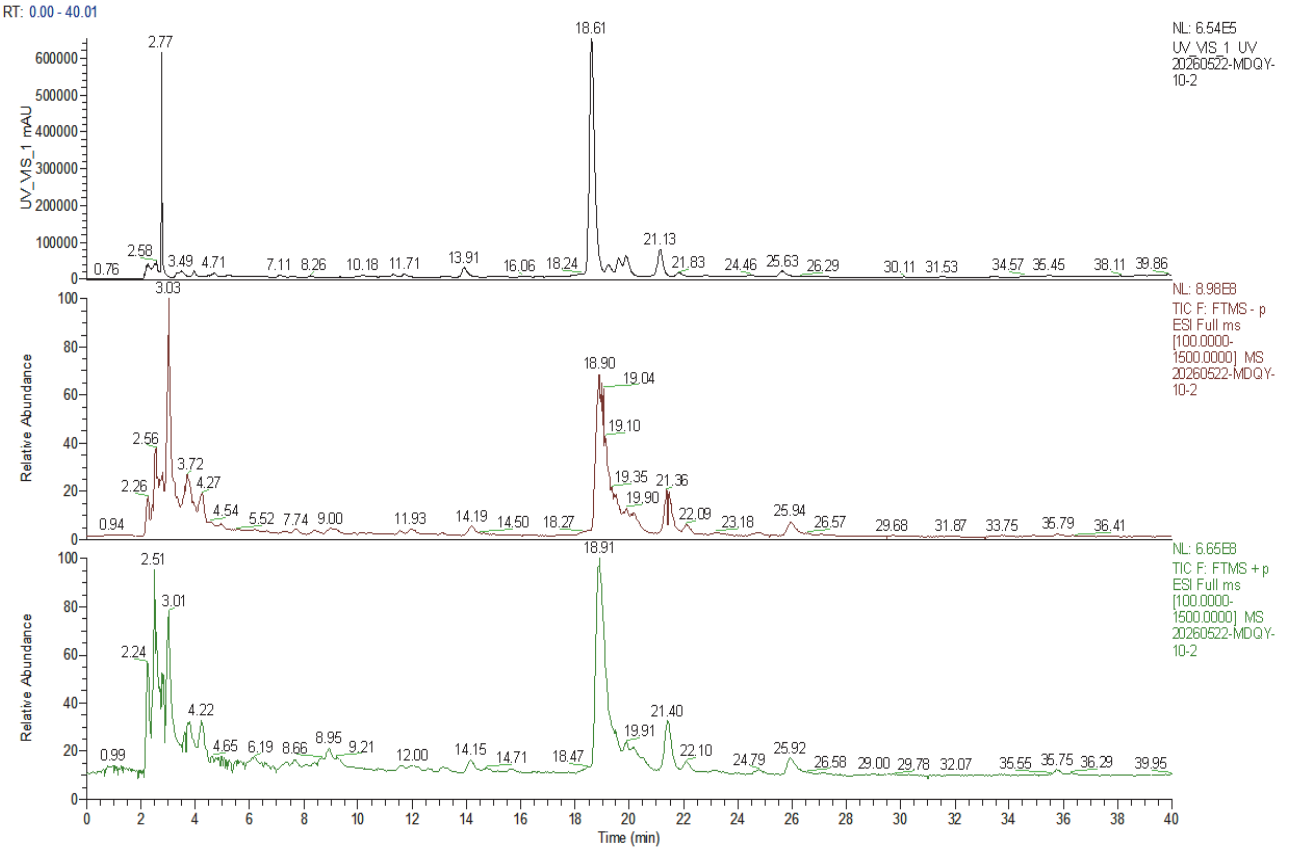


图8　马大青叶正、负离子模式下的质谱图

表4　化合物的质谱信息表

序号	保留时间/min	分子离子峰	模式	分子式	质量误差/PPM	化合物
1	14.16	463.08679	M－H	C21H20O12	-0.65	金丝桃苷
2	18.87	623.19537	M－H	C29H36O15	-2.69	毛蕊花糖苷
3	21.36	623.19550	M－H	C29H36O15	-2.48	异毛蕊花糖苷
4	24.72	431.09677	M－H	C21H20O10	-1.16	异牡荆素
5	25.94	461.10748	M－H	C22H22O11	-0.78	异金雀花素
6	27.11	637.21143	M－H	C30H38O15	-1.98	Leucosceptoside A

3　讨　论

本研究对11批马大青叶药材进行性状、显微和薄层色谱鉴别，测定其水分、总灰分、酸不溶性灰分、浸出物含量，并采用HPLC法建立特征图谱，对马大青叶质量评价项目进行补充。本研究对特征图谱条件进行了优化，比较了不同流速(0.9、1.0、1.1 mL/min)和不同柱温(30、35、40 ℃)条件下的色谱图，经过考察发现，流速为1.0 mL/min、柱温为25 ℃时，色谱峰数量、分离度和峰形相对较好，据此选为考察条件。所建立的HPLC特征图谱在方法学考察中重复性、精密度、稳定性实验共有峰相对峰面积和相对保留时间*RSD*均小于5%，符合特征图谱测定的技术要求。对特征图谱的共有峰成分进行探索，液质联用技术初步推定出6个共有峰对

应成分包括黄酮类 3 个(金丝桃苷、异牡荆素、异金雀花素)和苯乙醇苷类 3 个(毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷、Leucosceptoside A),其有待通过多谱学方法进一步验证。在药材横切面和粉末显微鉴定中,可清晰观察到石细胞、非腺毛、螺纹导管、晶鞘纤维等显微特征,与《湖南省中药材标准》(2009 版)[13]相关描述一致,可作为马大青叶真伪鉴别的重要依据。本研究新增了薄层色谱法,通过优化供试品溶液制备方法、展开系统和温湿度条件,确定以二氯甲烷超声提取制备供试品溶液,甲苯 - 二氯甲烷 - 丙酮(5∶4.5∶0.5)为展开剂,以对照药材为参考,该方法可初步区分马大青叶与混伪品蓼大青叶,有效提升了药材真伪鉴别的专属性。本研究还测定了水分、酸不溶性灰分和浸出物指标含量,不同批次之间马大青叶检查指标存在差异,这种批次差异的来源尚需进一步研究,结合实际拟定水分不得过 13.0%、酸不溶性灰分不得过 4.0%、浸出物不得低于 15.0% 的限量标准。

马大青叶作为地方特色中药材,其基原植物与《中华人民共和国药典》(2025 版)收载的“大青叶”存在本质区别,目前相关系统研究仍较少。本研究在原有《湖南省中药材标准》(2009 年版)基础上,新增了薄层鉴别、酸不溶性灰分、浸出物、特征图谱四个质控指标,有助于提高马大青叶质量标准的专属性和可控性。此外,水溶性浸出物与特征图谱分析相结合的方式,可从浸出量和化学成分轮廓两个层面提供质量信息,但其与临床效应的相关性仍需验证。特征图谱可有效涵盖药材提取部位的化学成分信息,同时实现与混伪品蓼大青叶的有效区分,本研究虽以液质联用初步推定 6 个共有峰,但尚未通过对照品和充分的二级质谱证据确证,后续仍需完善结构鉴定。综上,本研究从真伪鉴别、纯净度检查和整体评价等方面开展马大青叶质量控制研究,为其药材质量评价和后续质量标准验证提供实验参考。

参考文献

[1] 蔡光先. 湖南药物志[M]. 长沙: 湖南科学技术出版社, 2004: 78.
[2] 湖北省革命委员会卫生局. 湖北中草药志[M]. 武汉: 湖北人民出版社, 1978: 427.
[3] 萧步丹. 岭南采药录[M].影印本. 广州: 广东科技出版社, 2009: 184.
[4] 《四川中药志》协作编写组. 四川中药志[M]. 成都: 四川人民出版社, 1960: 231.
[5] 江西省食品药品监督管理局. 江西省中药材标准:2014年版[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2014.
[6] 福建省中医药研究所. 福建民间草药[M]. 福州: 福建人民出版社, 1960: 35.
[7] 浙江省革命委员会生产指挥组卫生局. 浙江民间常用草药[M]. 杭州: 浙江人民出版社, 1970: 156.
[8] 《全国中草药汇编》编写组. 全国中草药汇编: 上册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1976: 222.
[9] 何雨晴, 陈迪路, 张郑洁, 等. UPLC-Q-TOF-MS联合UNIFI筛查平台快速分析湘产大青叶化学成分[J]. 亚太传统医药, 2021, 17(5): 33-37.
[10] 闫峻, 顾娟, 冯硕, 等. 大青叶化学成分及抗氧化活性研究[J]. 质谱学报, 2019, 40(4): 381-390.
[11] 朱俊杰. 大青叶抵御HepG2细胞氧化应激损伤及其机制研究[D]. 海口: 海南大学, 2018.
[12] 周婧. 大青叶化学成分与抗氧化活性研究[D]. 海口: 海南大学, 2014.
[13] 湖南省食品药品监督管理局. 湖南省中药材标准[M]. 长沙: 湖南科技出版社, 2009.
[14] 湖南省食品药品监督管理局. 湖南省中药饮片炮制规范[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2021.
[15] 潘金火, 李国荣. 四种大青叶药材中靛蓝、靛玉红的含量比较[J]. 中药材, 2000, 23(5): 254-255.
[16] 韩苏日古嘎, 乌日拉嘎, 杨立国. UPLC-Q-TOF-MS法分析大青叶入血成分及其代谢产物[J]. 中成药, 2025, 47(2): 487-496.

(收稿日期: 2026-04-20)
[编辑: 徐琦]