

蒙药砂蓝刺头定性与定量质量控制方法研究

曹岚岚¹, 程雪梅¹, 杨立国², 王秀兰², 奥·乌力吉², 王长虹^{1*}

1. 上海中医药大学中药研究所, 中药标准化教育部重点实验室, 上海市复方中药重点实验室, 上海中药标准化研究中心, 上海 201203
2. 内蒙古民族大学蒙医药学院, 蒙药研发国家地方联合工程研究中心, 内蒙古 通辽 028000

摘要: 目的 建立砂蓝刺头 *Echinops gmelini* 的质量控制方法。方法 采用薄层色谱法, 以三氯甲烷-醋酸乙酯-甲醇-甲酸 (6:1:1:0.8) 为展开剂对砂蓝刺头花中 1-甲基-4-甲氧基-8-(β -D-葡萄糖吡喃型糖苷)-2(1H)-喹啉酮 (MMQ) 进行定性鉴别; 建立砂蓝刺头 HPLC 指纹图谱, 并对 MMQ 的含量测定方法进行研究。结果 建立的 TLC 方法对照品斑点清晰, 分离度好; 建立的指纹图谱分析方法能够区分砂蓝刺头与近源植物, 标定了 8 个特征峰, 并指出其中 4 个成分。定量方法测定结果显示 MMQ 在 2.024~151.800 $\mu\text{g/mL}$ 呈良好线性关系, 平均加样回收率为 101.54%, RSD 为 1.46%。7 批样品中 MMQ 的质量分数为 0.13%~0.53%。结论 建立的质量控制方法科学、可靠, 可为砂蓝刺头质量标准的建立提供实验依据。

关键词: 砂蓝刺头花; 质量控制; 薄层色谱法; 高效液相色谱法; 1-甲基-4-甲氧基-8-(β -D-葡萄糖吡喃型糖苷)-2(1H)-喹啉酮

中图分类号: R286.6 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2021)06-1759-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2021.06.026

Study on qualitative and quantitative control method for *Echinops gmelini*

CAO Lan-lan¹, CHENG Xue-mei¹, YANG Li-guo², WANG Xiu-lan², AO Wu-liji², WANG Chang-hong¹

1. Institute of traditional Chinese Medicine, Shanghai University of traditional Chinese Medicine, key Laboratory of Chinese Medicine Standardization Ministry of Education, Shanghai compound Chinese Medicine key Laboratory, Shanghai Research Center for Standardization of traditional Chinese Medicine, Shanghai 201203, China
2. School of Mongol Medicine, Inner Mongolia University for Nationalities, National and Local Joint Engineering Research Center for Mongolian Medicine Research and Development, Tongliao 028000, China

Abstract: **Objective** To establish the quality control method for of *Echinops gmelini*. **Methods** Thin layer chromatography (TLC) method was used for qualitative analysis of the 1-methyl-4-methoxy-8-(β -D-glucopyranoside)-2(1H)-quinolinone (MMQ) with a mixture of trichloromethane-ethyl acetate-methanol-formic acid (6:1:1:0.8) as the developing solvent. The HPLC fingerprint of the capitulum of *E. gmelini* and the determination of MMQ were conducted by HPLC. **Results** The spots on TLC plate were clear, well-separated and specific without any interference. The linear range of calibration curve was 2.024—151.800 $\mu\text{g/mL}$, and the average recovery was 101.5% with RSD of 1.46%, which can be used for the quality control of *E. gmelini*. The contents of MMQ in seven batches of *E. gmelini* were 0.13%—0.53%. **Conclusion** The qualitative and quantitative determination method is scientific and reliable, which can provide an experimental basis for the establishment of the quality standard of *E. gmelini*.

Key words: *Echinops gmelini* Turcz.; quality control; TLC; HPLC; 1-methyl-4-methoxy-8-(β -D-glucopyranoside)-2(1H)-quinolinone.

菊科蓝刺头属 *Echinops* L. 植物在全世界有 120 余种^[1], 分布于南欧、北非和中亚。我国有 19 种, 主要分布于我国东北、华北及西北地区^[2-3]。蓝刺头

属植物中含有有机酸类^[4]、噻吩类^[5]、黄酮类^[6]和生物碱类^[7]等化学成分。该属植物多数有药用价值, 在我国中医药或者少数民族医药中均有所

收稿日期: 2020-08-06

基金项目: 蒙药研发国家地方联合工程研究中心开放基金项目 (MDK2019043); 内蒙古自治区食品药品监督管理局内蒙古蒙药材标准研究课题采购项目 (JYCZ18-026); 中央引导地方科技发展专项资金计划项目: 蒙医药现代化关键技术研究及蒙药产业化

作者简介: 曹岚岚, 硕士研究生, 研究方向为中药新制剂与体内过程研究。Tel: (021)51322511 E-mail: c18516607305@126.com

*通信作者: 王长虹, 博士, 研究员, 研究方向为中药新制剂与体内过程研究。Tel: (021)51322511 E-mail: wchcxm@163.com

应用^[1],具有抗肿瘤^[8]、降血糖^[9]、抗炎、抗氧化^[10]等多种药理活性。

砂蓝刺头 *E. gmelini* Turcz.为民间常用药材,在辽宁、吉林、内蒙古、宁夏、陕西、甘肃、青海、新疆等省区沙漠地区均有分布^[11]。其药用部位包括干燥根、头状花序以及全草。根为常用中药,具有清热解毒、通乳、排脓的功效^[12],多入汤剂^[13]。在蒙医中,全草具有止血、安胎、舒筋通脉的功效^[14];头状花序有固骨质、接骨愈伤、清热止痛之效,可治疗骨折、骨热、刺痛以及疮疡等疾病^[13]。相关研究主要集中在砂蓝刺头植物的化学成分提取分离^[15-17]以及生态资源^[18-19]等方面。未见关于砂蓝刺头花的有效成分和质量评价的研究报道。本课题组前期从砂蓝刺头花(简称 EGT)中分离得到了 1-甲基-4-甲氧基-8-(β -D-葡萄糖吡喃型糖苷)-2(1H)-喹啉酮 (1-methyl-4-methoxy-8-(β -D-glucopyranoside)-2(1H)-quinolinone, 以下简称 MMQ)。以其为指标,建立 EGT 的薄层鉴别和含量测定方法,并结合指纹图谱进行多成分定性评价,从而达到对 EGT 的定性和定量控制的目的。

1 材料

1.1 仪器

Linomat-VI型薄层色谱自动点样器(瑞士 CAMAG 公司)、Reprostar 3 型薄层色谱摄影仪(瑞士 CAMAG 公司)、Mettler AE200 型电子分析天平、KQ-250DB 数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)、Waters e2695 HPLC 色谱仪、SX2-4-10 型系列箱式电阻炉(上海阳光实验仪器)。

1.2 试药

EGT 样品 S1(批号 20180823)、S2(批号 20180830)、S6(批号 20180901)、S7(20180905),均采集于内蒙古通辽;S3(批号 20180811)采集于内蒙锡林郭勒;S4(批号 20180811)采集于内蒙锡林浩特;S5(批号 20180905)采集于内蒙科左中旗;S8(批号 20120814)和 S9(批号 20120815),采集于甘肃张掖;大蓝刺头花样品 S10(批号 20110730),采集于新疆阿勒泰;硬叶蓝刺头花样品 S11(批号 20120801),采集于新疆阿勒泰;S12(批号 20110725)和 S13(批号 20120728)采集于新疆乌鲁木齐;全缘蓝刺头花样品 S14(批号 20120801)和 S15(批号 20110731)采集于新疆阿勒泰;蓝刺头花样品 S16(批号

20101110)采集于内蒙古。以上药材经上海中药标准化研究中心吴立宏研究员分别鉴定为砂蓝刺头 *E. gmelini* Turcz.、大蓝刺头 *E. talassicus* Golosk.、硬叶蓝刺头 *E. ritro* L.、全缘蓝刺头 *E. integrifolius* Karet Kir. 和 蓝刺头 *E. latifolius* Tausch. 的干燥头状花序。MMQ 对照品由实验室自制,HPLC 面积归一化法,质量分数大于 98%。乙腈(色谱纯,美国 Fisher 公司),水为超纯水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 MMQ 的分离与制备

取 EGT 药材 1.2 kg,95%乙醇回流提取 3 次、60%乙醇回流提取 1 次,提取 1~2 h,回收乙醇。将浓缩液依次用石油醚、二氯甲烷、醋酸乙酯、正丁醇萃取,合并并回收各有机溶剂。取正丁醇部位过 MCI 小孔树脂,依次用不同浓度甲醇水体系洗脱,取 30%甲醇段减压浓缩后得浸膏 5 g,通过硅胶和 MCI 等手段,分离得到目标化合物。经 ¹H-NMR、¹³C-NMR 鉴定,确定该成分为生物碱类化合物 MMQ,经 HPLC 面积归一法测定其质量分数大于 98%。

2.2 薄层色谱鉴别

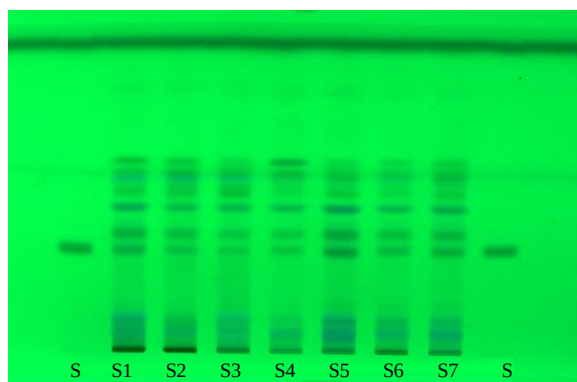
2.2.1 供试品溶液的制备 取 EGT 粉末(过 3 号筛) 0.25 g,加 70%甲醇 25 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加 70%甲醇 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.2.2 对照品溶液的制备 取 MMQ 适量,加甲醇制成质量浓度为 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液。

2.2.3 薄层色谱 分别吸取供试品溶液和对照品溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 HSGF₂₅₄ 薄层板上,以三氯甲烷-醋酸乙酯-甲醇-甲酸(6:1:1:0.8)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254 nm)下检视。供试品在与对照品相应的位置上,显相同颜色的斑点。采用上述色谱方法对 7 批不同产地的 EGT 药材(S1~S7)进行薄层色谱鉴别(S8、S9 因采集时间较久,未采用),结果样品中 MMQ 分离度较良好,斑点清晰,比移值(*R_f*)合适,并且 7 批药材具有良好的一致性,见图 1。

2.3 指纹图谱的建立

2.3.1 供试品溶液的制备 取 EGT 样品(S5,过 3 号筛) 0.25 g,精密称定,置 100 mL 具塞锥形瓶中,精密加入 70%甲醇 25 mL,称定质量,超声(功率



S-MMQ S1~7-EGT 样品
S-MMQ S1~7-samples of EGT

图 1 砂蓝刺头花的 TLC 图

Fig.1 TLC diagram of flower of *E. gmelini*

250 W, 频率 40 kHz) 处理 30 min, 放冷, 用 70% 甲醇补充减失质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。

2.3.2 色谱条件 以 Diamonsil Plus C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 为色谱柱; 乙腈 (A) -0.1% 甲酸 (B) 为流动相梯度洗脱 (0~7 min, 5% A; 7~35 min, 5%~28% A; 35~53 min, 28%~90% A; 53~65 min, 90% A); 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 °C; 检测波长为 275 nm; 进样量为 10 μL。

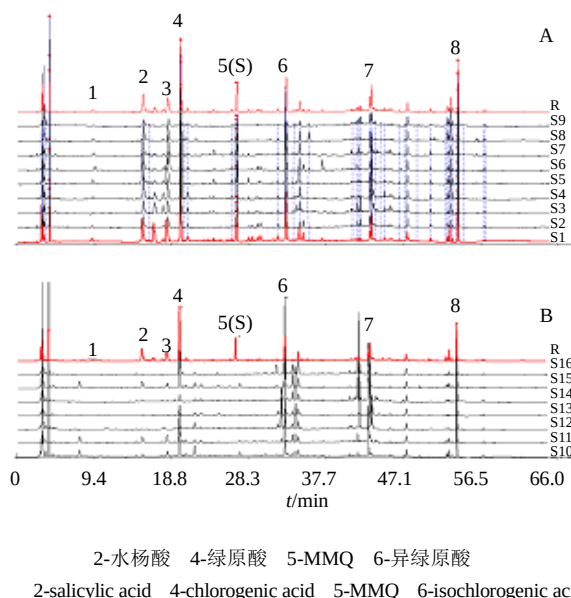
2.3.3 精密度试验 称取样品粉末 0.25 g (S5), 按“2.3.1”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3.2”项下色谱条件连续进样 6 次, 以 MMQ (S) 峰为参照峰, 计算色谱图中特征峰相对保留时间和相对峰面积, 结果显示 RSD 分别为 0.05%~0.49% 和 0.39%~2.15%。

2.3.4 稳定性试验 取同批次砂蓝刺头粉末 (S5) 1 份, 按“2.3.1”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3.2”项下色谱条件分别于 0、1、2、4、6、12、24 h 进样, 以 MMQ 峰为参照峰, 记录和计算各共有峰相对保留时间、相对峰面积。结果显示 RSD 分别为 0.06%~0.54% 和 0.33%~1.89%。

2.3.5 重复性试验 取同一批次砂蓝刺头粉末 (S5) 6 份, 按“2.3.1”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3.2”项下色谱条件进样, 以 MMQ 为参照峰, 记录和计算各共有峰保留时间、相对峰面积, 计算其 RSD 分别为 0.07%~1.11% 和 0.32%~3.19%。

2.3.6 指纹图谱的建立与分析 按“2.3.1”项和“2.3.2”项对样品进行制备和测定, 记录色谱图。运用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统研究版

(2004 版)”, 导入 S1~S9 号样品 HPLC 数据, 以 S1 为参照图谱, 选择平均数法进行自动峰匹配, 生成 EGT 对照指纹图谱 (图 2-A)。以 EGT 对照指纹图谱为参照图谱, 同时导入 7 批 (S10~S16) 蓝刺头属其他种样品 HPLC 图谱数据, 选择平均数法进行自动峰匹配, 得到蓝刺头属其他种图谱 (图 2-B) 并计算相似度。计算得到 S1~S9 号样品相似度分别为 0.970、0.950、0.922、0.989、0.959、0.978、0.980、0.916、0.697, 伪品相似度分别为 0.849、0.452、0.806、0.327、0.499、0.580、0.832。除批号为 20120815 样品外, 其余 EGT 样品相似度均在 0.9 以上, 种内相似度较高, 而蓝刺头属其他种植物样品相似度均低于 0.9。将 S1~S9 号样品与蓝刺头属其他种样品的指纹图谱进行比较, 并结合各色谱峰的峰形、峰高以及分离情况等信息, 标定了 8 个特征峰, 并经对照品指认 4 个峰, 分别为 2 号峰是水杨酸、4 号峰是绿原酸、5 号峰是 MMQ、6 号峰是异绿原酸, 其中 MMQ 是本研究发现的含量较高的专属性成分, 其色谱峰的对称性好、峰较高, 与相邻色谱峰达到基线分离, 故选定 MMQ 为参照峰 (S)。并计算得到各特征峰相对保留时间的 RSD 均小于 3%, 表明特征峰的出峰时间较为稳定, 但其相对峰面积的 RSD 相差较大, 表明不同批次中各成分含量存在一定的差异。将 16 批样品指



2-水杨酸 4-绿原酸 5-MMQ 6-异绿原酸
2-salicylic acid 4-chlorogenic acid 5-MMQ 6-isochlorogenic acid
图 2 砂蓝刺头花 (A) 和蓝刺头属其他种 (B) 的指纹图谱
Fig. 2 Chemical fingerprint of flower of *E. gmelini* (A) and other species of *Echinops* (B)

纹数据进行初步数据筛选,筛选出峰面积比>2%的指纹数据,结果导入 SIMCA 13.0 软件,进行最小二乘法判别分析(orthogonal projections to latent structures discriminant analysis, OPLS-DA)与聚类分析(hierarchical cluster analysis, HCA),结果见图 3 和图 4。从 OPLS-DA 和 HCA 结果显示,EGT 与蓝刺头属其他种样品分成 2 大类,说明所建立的

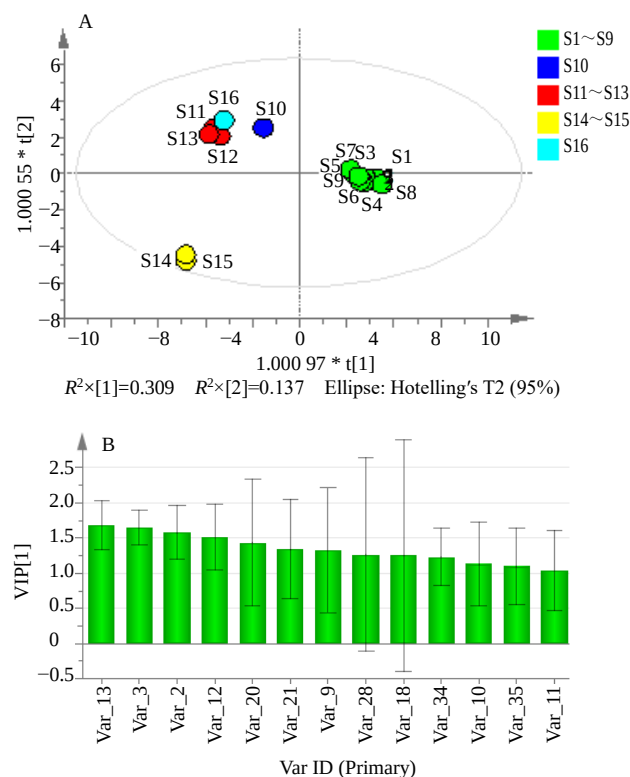


图 3 蓝刺头属 OPLS-DA 图 (A) 及 VIP (VIP>1.0, B) 图
Fig. 3 Principal component diagram (A) and VIP (VIP > 1.0, B) of *Echinops*

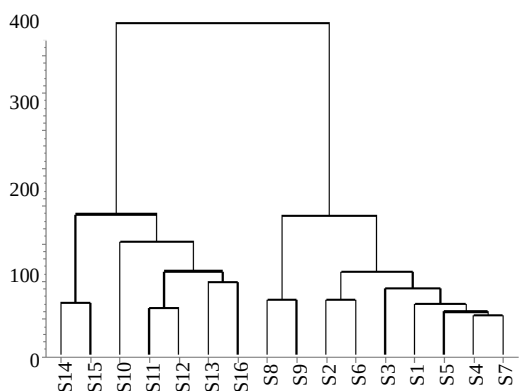


图 4 蓝刺头属聚类分析
Fig. 4 Cluster analysis diagram of *Echinops*

EGT 特征指纹图谱有一定的鉴别作用,可用于 EGT 的质量评价。VIP 结果显示 13 号峰(MMQ)为最主要的贡献成分,该成分为 EGT 的专属性成分,可作为 EGT 含量测定的指标成分。

2.4 MMQ 的定量测定

2.4.1 色谱条件 采用 Diamonsil Plus C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱;乙腈-0.1%甲酸水溶液(14:86)为流动相,体积流量为 1.0 mL/min,柱温 30 ℃,检测波长为 230 nm,进样量为 10 μL。理论板数按 MMQ 峰计不低于 2500。对照品溶液和供试品溶液的 HPLC 见图 5。

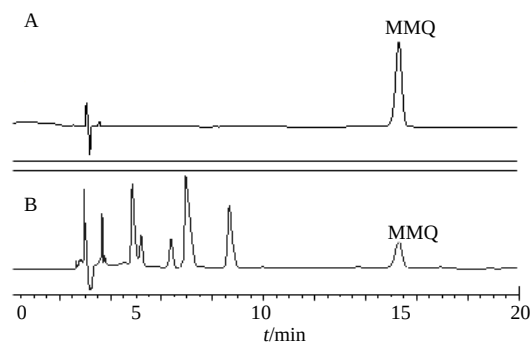


图 5 MMQ 对照品 (A) 和砂蓝刺头花药材 (B) HPLC 图
Fig. 5 High performance liquid chromatography of standard reference of MMQ (A) and flower of *E. gmelinii* (B)

2.4.2 供试品溶液的制备 取 EGT 样品(过 3 号筛) 0.25 g,精密称定,置 100 mL 具塞锥形瓶中,精密加入 70%甲醇 25 mL,称定质量,超声(功率 250 W、频率 40 kHz)处理 30 min,放冷,用 70%甲醇补充减失质量,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。

2.4.3 对照品溶液的制备 精密称取 MMQ 对照品 10.12 mg,置于 10 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成含 1.012 mg/mL MMQ 的溶液,作为对照品贮备溶液。

2.4.4 线性关系考察 用 70%甲醇对贮备液进行逐级稀释,得到 2.024、20.240、50.600、101.200、151.800 μg/mL 的系列对照品溶液,分别精密吸取溶液各 10 μL,注入色谱仪进行测定,以对照品的进样质量浓度为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y),进行线性回归,得标准曲线方程为 $Y = 35.919X - 4.3864$, $r = 1.0000$,结果表明,MMQ 在 2.024~151.800 μg/mL 线性关系良好。

2.4.5 定量限和检测限 取对照品贮备溶液,逐步稀释,按“2.4.1”项下色谱条件进样,进样量为 10

μL, 信噪比 (S/N) 为 10:1, 测得 MMQ 的定量限约为 2.024 μg/mL。信噪比 (S/N) 为 3:1 时, MMQ 的检测限约为 0.607 μg/mL。

2.4.6 精密度试验 选取高、中、低 (101.200、50.600、20.240 μg/mL) 3 个质量浓度的对照品溶液, 按“2.4.1”项下色谱条件下同 1 d 内连续进样 6 次, 测得 MMQ 峰面积的 RSD 分别为 0.73%、0.95%、1.37%。连续测定 3 d, 每天进样 1 次, 记录 MMQ 峰面积, 测得 MMQ 峰面积的 RSD 分别为 2.06%、1.61%、1.88%。结果显示日内、日间精密度均小于 3%。表明日内、日间精密度良好, 仪器稳定。

2.4.7 重复性试验 取样品粉末 0.25 g (S5), 按“2.4.2”项下方法制备供试品溶液, 平行 6 份, 按“2.4.1”项下色谱条件进样, 进样量为 10 μL, 记录 MMQ 的峰面积。采用外标一点法计算 MMQ 的含量, 样品中 MMQ 的质量分数为 5.28 mg/g, RSD 为 1.37%, 表明此方法重复性好。

2.4.8 稳定性试验 取样品粉末 0.25 g (S5), 按“2.4.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.4.1”项下色谱条件分别于 0、1、2、4、8、12、24 h 进样, 进样量为 10 μL, 结果显示 MMQ 峰面积的 RSD 为 1.81%, 表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.4.9 加样回收率试验 精密称取已知含量的 EGT 粉末 0.125 g (S5) 精密称定, 按已测定的 50%、100%、150% 精密加入对照品溶液, 按“2.4.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.4.1”项下色谱条件进样, 记录峰面积, 采用外标一点法计算加样回收率。结果 MMQ 的平均加样回收率为 101.5%, RSD 为 1.46%。

2.4.10 定量测定 取 7 批 EGT 样品, 按“2.4.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.4.1”项下色谱条件进样, 经 HPLC 测定后, 结果显示 7 批 EGT (S8、S9 因采集时间较久, 未测定) 的质量分数范围在 0.13%~0.53%, 见表 1。

3 讨论

3.1 指标成分的选择

EGT 为蒙古族习用药材, 目前无相关的质控标准以及专属性成分的研究, 本研究通过 MCI 色谱、硅胶色谱、高效液相色谱等分离手段, 得到专属性成分, 经核磁鉴定为一种喹啉酮类生物碱 (MMQ)。本实验将 EGT 与其它 4 种近源样品: 大蓝刺头、硬叶蓝刺头、全缘蓝刺头和蓝刺头, 进行薄层色谱和 HPLC 检测比较, 结果显示大蓝刺头、硬叶蓝刺头、

表 1 7 批 EGT 药材中 MMQ 含量测定结果 (n=3)

Table 1 Analysis result of MMQ in seven batches of samples of *E. gmelini* (n=3)

编号	批号	MMQ/%
S1	20180823	0.31
S2	20180830	0.13
S3	20180811	0.13
S4	20180811	0.27
S5	20180905	0.53
S6	20180901	0.28
S7	20180905	0.34

全缘蓝刺头不含有 MMQ, 在蓝刺头样品中虽含有少量 MMQ, 但远低于其检测线。因此 MMQ 作为砂蓝刺头中含量较高且专属性较强的成分, 建立以其为指标成分定性定量方法, 有一定的科学性与实用性, 可以更好地评价 EGT 药材的质量。

3.2 薄层色谱鉴别

在薄层鉴别展开剂的考察中, 发现酸对于薄层展开体系的影响较大, 非酸体系下, 斑点较少、分离度较差。筛选了多种显色剂, 包括磷钼酸、碘化铋钾、碘、10% 硫酸乙醇等, 显色效果均不佳, 不显色或者显色不灵敏, 最终定为以三氯甲烷-醋酸乙酯-甲醇-甲酸 (6:1:1:0.8) 为展开剂, 254 nm 紫外灯下检视荧光斑点即可。比较了不同厂家的薄层板: 银龙-HSGF254 板、黄海-HSGF254 板、德国 MNSGF 板和德国 MNHSGF 板, 所建立的薄层方法在上述几种板中均能获得很好的展开效果, 其中以德国 MNHSGF 板分离效果最好。

3.3 指纹图谱建立

中药色谱指纹图谱能够较为全面地反映中药的整体质量。本实验建立指纹图谱分析方法能很好地将 EGT 与同属其他植物相区别。相似度分析评价中, S9 (批号 20120815) 相似度仅为 0.679, 其他 EGT 样品相似度均高于 0.9, 这提示 EGT 样品陈置过久可能会影响其药材质量。这一发现为药材市场中 EGT 药材年限控制提供数据参考。不同来源的 9 批样品指纹图谱中的共有峰在数目以及相对保留时间上保持一致, 但各共有峰相对峰面积有一定的差异, 说明各批次药材之间的质量存在差异, 推测可能与药材产地、生长年限、采收期等因素有关。将 EGT 和其他种蓝刺头的指纹数据进行统计分析, 主成分分析和聚类分析结果一致, 均能实现 EGT 与同属其他植物 (蓝刺头、全缘叶蓝刺、硬叶蓝刺头和大蓝刺头) 的区别。在 PCA 中, 16 批样品聚

为2大类, S1~S9号样品为不同批次EGT, S10~16号样品为蓝刺头属其他种样品, 其中S8和S9号样品为2012年收集的样品, 虽经放置多年, 成分有所下降, 但仍归为EGT中。在聚类分析中, S8和S9号样品处于同一组中; S14和S15号样品为全缘蓝刺头也在同一组中, 该结果与OPLS-DA结果一致。

3.4 含量测定

在建立MMQ的定量分析方法实验中, 进行了提取方法(超声、加热回流)、提取溶剂(纯甲醇、70%甲醇、50%甲醇)、提取时间和提取次数的考察。最终确定的提取方便操作简单、省时, 对砂蓝刺头中MMQ提取率高。考察了乙腈-水、乙腈-醋酸铵缓冲盐水溶液、甲醇-0.1%甲酸水溶液、乙腈-0.1%甲酸水溶液等流动相体系对液相色谱分离效果的影响。最终确定的含测方法重复性好, MMQ的分离度和含量测定RSD均符合检测要求。另外, 由于S8和S9药材采集时间过久, 为了不影响含量限度制定的准确性, 未对这2批药材进行含量测定。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 帕尔哈提·柔孜, 波拉提·马卡比力, 吾古力汗·努尔哈别克, 等. 蓝刺头属植物在我国传统医药中的应用与研究概况 [J]. 中国中药杂志, 2014, 39(19): 3865-3869.
- [2] 帕尔哈提·柔孜, 哈勒木别克·木哈买提江, 波拉提·马卡比力, 等. 我国蓝刺头属植物分布介绍 [J]. 中国民族医药杂志, 2015, 21(4): 35-37.
- [3] 安争夕, 魏岩, 地立夏提, 等. 新疆植物志 (第5卷) [M]. 乌鲁木齐: 新疆科技卫生出版社, 1999: 237-248.
- [4] 木尼热·艾兰汗, 裴迪, 波拉提·马卡比力, 等. 全缘叶蓝刺头根部化学成分提取及抗氧化活性研究 [J]. 信阳师范学院学报: 自然科学版, 2019, 32(2): 214-220.
- [5] 李媛, 波拉提·马卡比力, 丁刚, 等. 蓝刺头根化学成分研究 [J]. 中国药学杂志, 2014, 49(2): 99-101.
- [6] 薛培凤, 波拉提·马卡比力, 杨雷, 等. 蒙药蓝刺头的化学成分研究 [J]. 中草药, 2017, 48(19): 3921-3926.
- [7] Su Y F, Luo Y, Guo C Y, et al. Two new quinoline glycoalkaloids from *Echinops gmelinii* [J]. *J Asian Nat Prod Res*, 2004, 6(3): 223-227.
- [8] 王岩, 杨茜雯, 杨英. 蓝刺头多糖B对INS-1细胞氧化损伤的保护作用 [J]. 畜牧与饲料科学, 2017, 38(10): 11-14.
- [9] 姜梦如, 刘丹丹, 朱浩, 等. 蓝刺头及蓝刺头复方水提物对实验性II型糖尿病大鼠血糖及血脂的影响 [J]. 中国兽医学报, 2017, 37(5): 923-929.
- [10] 杨斌, 萨茹丽, 张月梅, 等. 蓝刺头多糖体外抗氧化及抗菌活性的研究 [J]. 华北农学报, 2016, 31(4): 233-238.
- [11] 王艳莉, 李新荣, 赵杰才, 等. 不同环境因素对砂蓝刺头种子萌发及出苗的影响 [J]. 兰州大学学报: 自然科学版, 2018, 54(6): 783-789.
- [12] 赵汝能, 张承忠, 曹宗钧, 等. 甘肃中草药资源志 (下册) [M]. 兰州: 甘肃科学技术出版社, 2007: 107.
- [13] 《中国大兴安岭蒙中药植物资源志》编撰委员会. 中国大兴安岭蒙中药植物资源志 [M]. 赤峰: 内蒙古科学技术出版社, 2011: 437.
- [14] 国家中医药管理局. 中华本草 (第7卷) [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 817.
- [15] 苏艳芳, 张贞霞, 时丽敏, 等. 砂蓝刺头地上部分化学成分研究 [J]. 西北药学杂志, 2003, 18(3): 106-108.
- [16] 李华民, 何兰. 砂蓝刺头化学成分研究 [J]. 质谱学报, 2005, 26(1): 64.
- [17] 李华民, 曹勘程, 文永奇, 等. 砂蓝刺头中的三萜类化合物研究 [J]. 中草药, 2002, 33(4): 306.
- [18] Wang Y L, Li X R, Zhao J C, et al. Population dynamics of *Echinops gmelinii* Turcz. at different successional stages of biological soil crusts in a temperate desert in China [J]. *Plant Biol (Stuttgart)*, 2019, 21(6): 1140-1149.
- [19] Wang Y L, Li X R, Liu L C, et al. Dormancy and germination strategies of a desert winter annual *Echinops gmelinii* Turcz. in a temperate desert of China [J]. *Ecol Res*, 2019, 34(1): 74-84.

[责任编辑 时圣明]