第 19 卷　第 31 期　2019 年 11 月
1671—1815(2019)031-0078-09

科　学　技　术　与　工　程
Science Technology and Engineering

Vol. 19　No. 31　Nov. 2019
© 2019　Sci. Tech. Engrg.

引用格式:连薇薇, 王建科, 李　玮, 等. 醋润蜜麸炒三棱质量标准[J]. 科学技术与工程, 2019, 19(31): 78-86
Ze Weiwei, Wang Jianke, Li Wei, et al. Quality standard of *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried[J]. Science Technology and Engineering, 2019, 19(31): 78-86

医药、卫生

醋润蜜麸炒三棱质量标准

连薇薇　王建科*　李　玮　李　妍
(贵州中医药大学产地加工与炮制实验室,贵阳 550025)

摘　要　以醋润蜜麸炒三棱性状、薄层鉴别、水分、灰分、醇浸出物及总黄酮、总皂苷的含量为指标制定其质量标准。结果显示水分含量限度为 12.0%,灰分含量限度为 4.0%, 酸不溶性灰分含量限度为 0.15%,醇浸出物含量在 6.3%,总黄酮含量限度为 0.35%,总皂苷含量限度为 0.62%。初步拟定醋润蜜麸炒三棱的质量标准,为三棱贵州传统炮制品的继续研究提供参考依据。

关键词　三棱　　总黄酮　　总皂苷　　紫外吸光光度法　　质量标准
中图法分类号　R283;　　**文献标志码**　B

三棱来源于黑三棱科植物黑三棱(*Sparganium stoloniferum*)的干燥块茎。冬季至次年春采挖,洗净,削去外皮,晒干[1]。三棱常用于治疗“癥瘕”“积聚”等证[2]。目前关于三棱的化学成分研究有一些报道,除对三棱挥发油进行分析测定外[3,4],还从三棱中分离出多种成分,鉴定出 21 种脂肪酸[5]。现已有研究证明从三棱中分离出的黄酮芒柄花素及皂甙类成分为其活血化瘀的主要成分[6—8]。研究表明,三棱的药效主要有活血化瘀、止痛、抗肿瘤等作用,被广泛应用于心脑血管疾病,抗肿瘤及妇科各类疾病的治疗。文献记载其成分有黄酮类、挥发油及甾醇类等[9],陆兔林等[10]研究三棱总黄酮具较强的抗血小板聚集及抗血栓作用,提示三棱总黄酮为其活血化瘀的有效活性部位。现代研究表明,三棱化学成分复杂且研究不够深入,经过炮制后,一方面可以降低三棱的峻猛药性,另一方面经许多研究证实三棱经过醋制后可以加强其破血祛瘀止痛的作用。炮制方法以醋制为最佳。而贵州的传统炮制方法,采用的是具有地方特色的醋润蜜麸炒法,传统认为蜜麸炮制药物能够发挥缓和药性、给药物赋色、矫味、消除副作用以及改变药性等作用。目前尚未见对于研究贵州法炮制三棱的报道,现以三棱中总黄酮及总皂苷含量为质量评价指标,为保证饮片质量,保证临床疗效提供理论依据。

2019 年 4 月 2 日收到　　贵州省大学生创新基金(贵中医大创合字(2016)29 号)和贵州省国内一流建设学科项目(中药学)(GNYL[2017]008 号-7)资助

第一作者简介:连薇薇(1990—),女,汉族,江苏苏州人,硕士研究生。E-mail:zvivilyc@163.com。
*通信作者简介:王建科(1966—),男,汉族,贵州黄平人,高级实验师。E-mail:wjk-66@163.com。

1　实验仪器与药材

1.1　仪器

紫外可见分光光度计(型号:TU—1810,北京普析通用仪器有限责任公司);千分之一电子分析天平(型号:金诺 JT—5003,余姚市金诺天平仪器有限公司);万分之一电子天平[型号:ME204E,梅特勒-托利多(上海)有限公司];十万分之一电子天平(型号:AUW220D);高速多功能粉碎机(型号:LDP—150,浙江永康市红太阳机电有限公司);超声波清洗仪(型号:HS10260D,天津恒奥科技公司);箱式电阻炉(型号:SX-5—12)。

1.2　材料

芦丁标准品(中国食品药品检定研究所提供,纯度≥92.5%);无水乙醇(批号:20160715,天津市富宇精细化工有限公司);硝酸铝(批号:20160416,天津市科密欧化学试剂有限公司);氢氧化钠(批号:20160108,天津市永大化学试剂有限公司);亚硝酸铝(批号:20160108,天津市永大化学试剂有限公司);硫酸(重庆川东化工有限公司,批号:20160601);香草醛(天津市科密欧化学试剂有限公司,批号:20150710);醋(市售晋中市健酿坊醋业有限公司醋业,乙酸含量≥4.5 g/100 mL)。10 批三

棱 *Sparganium stoloniferum* 采自江苏、安徽、山东、河南等地，由贵州中医药大学生药教研室魏升华教授鉴定为黑三棱科植物黑三棱药材。药材的信息表见表 1。

表 1　药材信息

Table 1　Information of the medicinal materials

序号	批号	产地
1	2017715	浙江
2	2017720	西藏
3	2017713	东北
4	2017712	江苏
5	2017525	山东
6	2017710	广西
7	2017720	四川
8	2017719	河南
9	2017718	湖北
10	2017721	安徽

2　方法与结果

2.1　饮片制备

每 100 g 三棱饮片，用 15 g 的醋将其闷润，待醋被吸尽后，用 10 g 的蜜麸于（130 ± 10）℃下炒制 2 min，即得。

2.2　性状鉴定

醋润蜜麸炒三棱为类圆形薄片状，表面深黄色，偶见焦斑，有焦香气。见图 1。



图 1　醋润蜜麸炒三棱图片

Fig. 1　Photo of *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried

2.3　显微鉴定

2.3.1　横切面

醋润蜜麸炒三棱的横切面有残存的皮层为它的通气组织，细胞中偶见草酸钙簇晶。维管束周木型或外韧型散在，它的横切面外面有维管束鞘纤维，为非木化导管。薄壁细胞含淀粉粒，且有分泌细胞。

2.3.2　粉末鉴定

醋润蜜麸炒三棱粉末为黄白色，能看见许多淀粉粒，分泌细胞内含红棕色分泌物，纤维多成束状。

2.4　薄层鉴别色谱鉴别

2.4.1　供试品溶液的制备

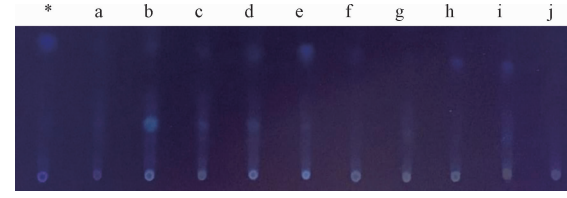
精密称定不同产地的醋润蜜麸炒三棱粉末 0.5 g，加 10 mL 95% 乙醇，加热回流 1 h，过滤，置于蒸发皿中蒸干，残渣加 1 mL 95% 乙醇使溶解，作为供试品溶液。

2.4.2　对照品溶液的制备

另取三棱对照药材 0.5 g，加 10 mL 95% 乙醇，加热回流 1 h，过滤，将其放入蒸发皿中蒸干，加 1 mL 95% 乙醇使溶解，即可。

2.4.3　展开剂的制备

吸取上述溶液，点于同一硅胶 G 薄层板上，石油醚（60 ~ 90 ℃）-乙酸乙酯-冰乙酸（4∶1∶0.125）为展开剂，分别展开，取出晾干，置于 365 nm 紫外光灯下检视。三棱对照药材与不同产地的三棱样品在相应位置显相同颜色的荧光斑点。薄层色谱图结果见图 2。



* 为对照药材；a 为山东；b 为浙江；c 为安徽；d 为广西；e 为湖北；f 为河南；g 为四川；h 为西藏；i 为东北；j 为江苏

图 2　各产地三棱薄层色谱图

Fig. 2　Thin-layer chromatograms for *Sparganium stoloniferum* from all-origin

2.5　检查

2.5.1　水分的测定

按照 2015 版《中国药典》四部（通则 0832）烘干法，精密称取供试品 2 g，平铺于恒重的扁形称量瓶中，厚度不超过 5 mm，在 100 ~ 105 ℃干燥 5 h 后，移干燥器中放冷 30 min，称重，再在上述温度干燥 1 h，放冷，称重，至连续两次称得质量的差异不超过 5 mg 为止，测定十批不同产地炮制品水分含量，见表 2。

结果表明：十批不同产地的醋润蜜麸炒三棱饮片水分含量平均值为 9.60%，其中水分含量最大值为 10.76%，最小值为 8.69%。以水分含量平均值上浮 20% 为标准，暂定水分限度为不得高于 12.0%。

2.5.2　醇浸出物的测定

依照 2015 版中国药典四部（通则 2201）热浸法，取供试品约 2 g，置 100 mL 的锥形瓶中，加稀乙

醇 50 mL,称定质量,静置 1 h 后,连接回流装置,回流 1 h。取下锥形瓶放冷并,再称定质量,用稀乙醇补足减失质量,滤过,量取滤液 25 mL,置已干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴上蒸干后,于 105 ℃干燥 3 h,置干燥器中冷却 30 min,称定质量。测定十批不同产地炮制品中醇浸出物含量,见表 3。

结果表明:十批不同产地中药醋润米麸炒三棱饮片醇浸出物平均值为 7.86%。其中醇浸出物含量最大值为 12.54%,最小值为 5.12%。以醇浸出物含量平均值下浮 20% 为标准,暂定醇溶性浸出物含量限度为不得低于 6.3%。

2.5.3 总灰分含量测定

按照 2015 版《中国药典》四部(通则 2302)灰分测定法使药材粉碎过二号筛,取供试品 4 g,置恒重的坩埚中,精密称定质量,缓缓炽热,至完全炭化时,逐渐升高温度至 500 ~ 600 °C,使完全灰化并至恒重。根据残渣质量,计算供试品中总灰分的含量。测定十批不产地炮制品中总灰分的含量,见表 4。

表 2 各产地醋润蜜麸炒三棱水分的含量测定结果(n =3)

Table 2 Water content determination results for *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried from all-origin(n =3)

产地序号	药品质量/g	药品 + 蒸发皿质量/g		水分含量/%	水分含量均值/%	相对标准偏差 RSD/%
		干燥前	干燥后			
1	2.000 3	24.539 1	24.359 2	8.99	9.03	0.45
	2.000 2	24.452 6	24.271 1	9.07		
	2.000 2	24.535 4	24.354 7	9.03		
2	2.000 2	24.510 5	24.327	9.17	9.16	0.13
	2.000 0	23.190 5	23.007 3	9.16		
	2.000 0	23.470 5	23.287 5	9.15		
3	2.000 4	20.614 7	20.428 6	9.30	9.33	0.96
	2.000 1	22.580 1	22.395 1	9.25		
	2.000 2	25.237 8	25.049 3	9.42		
4	2.000 0	22.367 7	22.174 8	9.65	9.61	0.49
	2.000 1	25.035 8	24.844 7	9.56		
	2.000 1	24.309 9	24.117 4	9.62		
5	2.000 4	24.768 3	24.578 1	9.51	9.53	0.40
	2.000 0	23.523 1	23.331 6	9.58		
	2.000 1	25.473 4	25.283 2	9.51		
6	2.000 0	22.373 8	22.158 6	10.76	10.72	0.37
	2.000 0	25.040 8	24.826 5	10.72		
	1.999 9	24.318 3	24.104 7	10.68		
7	2.000 0	22.373 8	22.158 6	10.76	10.72	0.37
	1.999 9	25.040 8	24.826 5	10.72		
	2.000 0	24.318 3	24.104 7	10.68		
8	2.000 1	23.839 1	23.662 9	8.81	8.75	0.66
	2.000 1	24.055 7	23.881 8	8.69		
	2.000 0	25.072 8	24.897 9	8.75		
9	2.000 3	24.537 6	24.341 2	9.82	9.86	0.39
	2.000 0	24.450 6	24.252 7	9.90		
	2.000 1	24.533 3	24.336 2	9.85		
10	2.000 1	24.511 1	24.32	9.55	9.26	2.88
	2.000 4	23.192 3	23.008 5	9.19		
	2.000 0	23.471 7	23.291	9.04		

表 3　各产地中药醋润蜜麸炒三棱醇浸出物的测定结果(n =3)

Table 3　Determination of alcohol extract content for *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried from all-origin(n =3)

产地序号	药品质量/g	药品 + 蒸发皿质量/g		浸出物含量/%	浸出物含量均值/%	相对标准偏差 RSD/%
		干燥前	干燥后			
1	2.000 1	79.456 8	79.375 8	8.10	8.05	0.59
	2.000 3	67.818 0	67.737 7	8.03		
	2.000 0	75.730 0	75.649 9	8.01		
2	2.000 3	70.663 7	70.599 9	6.38	6.42	0.63
	2.000 2	62.150 7	62.086 1	6.46		
	1.999 9	66.693 8	66.629 7	6.41		
3	2.000 3	67.165 5	67.084 7	8.08	8.15	1.01
	2.000 1	62.672 4	62.590 0	8.24		
	2.000 2	76.742 5	76.661 2	8.13		
4	2.000 3	87.491 8	87.440 6	5.12	5.19	1.24
	2.000 3	68.571 7	68.519 5	5.22		
	2.000 3	75.217 1	75.164 7	5.24		
5	2.000 3	75.562 8	75.487 4	7.54	7.55	0.66
	2.000 2	69.186 2	69.110 2	7.60		
	2.000 1	67.165 1	67.090 1	7.50		
6	2.000 1	60.850 1	60.765 8	8.43	8.43	0.77
	2.000 2	66.126 5	66.042 9	8.36		
	2.000 3	70.497 5	70.412 6	8.49		
7	2.000 0	79.472 8	79.386 9	8.59	8.52	1.06
	1.999 9	67.688 3	67.604 1	8.42		
	1.999 9	75.747 9	75.662 3	8.56		
8	1.999 9	73.025 9	72.969 0	5.69	5.60	1.48
	2.000 3	77.928 8	77.873 1	5.57		
	2.000 1	77.922 0	77.866 7	5.53		
9	2.000 3	87.577 1	87.453 5	12.36	12.39	1.07
	1.999 9	68.663 5	68.540 7	12.28		
	2.000 3	75.311 1	75.185 7	12.54		
10	2.000 1	80.052 4	79.969 1	8.33	8.30	0.56
	2.000 3	86.048 9	85.965 4	8.35		
	2.000 0	72.337 2	72.254 6	8.26		

结果表明:十批不同产地醋润蜜麸炒三棱饮片总灰分平均值为 2.57%。最大值为 3.12%,最小值为 2.22%。以总灰分平均值上浮 20% 为标准,结合各产地实际生产状况,暂定总灰分限度为不得高于 4.0%。

2.5.4　酸不溶性灰分含量测定

按 2015 版《中国药典》四部(通则 2302)中酸不溶灰分测定法在所得总灰分及坩埚中加稀盐酸约 10 mL,用表面皿盖,置水浴上加热 10 min,表面皿用热水 5 mL 冲洗,洗液入坩埚中,用无灰滤纸滤过,坩埚内用水洗于滤纸上,洗至洗液不显氯化物反应为止。滤渣连同滤纸移置同一坩埚中干燥,炽灼至恒重,见表 5。

结果表明:十批不同产地中药醋润蜜麸炒三棱饮片酸不溶灰分平均值为 0.07%。其中酸不溶总灰分含量最大值为 0.12%,最小值为 0.05%。以酸不溶灰分平均值上浮 20% 为标准,结合各产地实际生产状况,暂定酸不溶性灰分限度为不得高于 0.15%。

表 4 不同产地中药醋润蜜麸炒三棱总灰分含量的测定结果($n=3$)

Table 4 Determination of total ash content for *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried from all-origin($n=3$)

产地序号	药品质量/g	坩埚恒重质量/g	灰分加坩埚恒重质量/g	总灰分含量/%	总灰分均值/%	RSD/%
1	4.000 1	22.264 2	22.368 4	2.60	2.60	0.44
	4.000 1	22.215 5	22.318 9	2.58		
	4.000 1	22.487 0	22.591 2	2.60		
2	4.000 1	22.776 9	22.901 0	3.10	3.11	0.37
	4.000 1	24.164 4	24.289 4	3.12		
	4.000 1	22.353 4	22.477 8	3.11		
3	4.000 0	23.960 1	24.068 2	2.70	2.69	0.66
	4.000 0	22.410 2	22.517 7	2.69		
	4.000 2	21.801 8	21.908 5	2.67		
4	4.000 1	22.724 9	22.827 2	2.56	2.56	0.24
	4.000 0	22.336 2	22.438 7	2.56		
	4.000 3	22.935 3	23.038 1	2.57		
5	4.000 3	22.799 8	22.903 9	2.60	2.62	1.05
	4.000 3	24.195 0	24.299 6	2.61		
	4.000 3	22.382 2	22.488 4	2.65		
6	4.000 0	22.275 6	22.369 5	2.35	2.34	0.56
	4.000 0	22.495 2	22.588 9	2.34		
	3.999 9	22.224 7	22.317 6	2.32		
7	4.000 1	22.206 6	22.305 7	2.48	2.50	0.91
	4.000 0	22.335 2	22.435 7	2.51		
	4.000 1	23.740 2	23.841 0	2.52		
8	4.000 2	22.250 9	22.340 1	2.23	2.22	0.45
	4.000 2	22.651 1	22.739 6	2.21		
	4.000 0	23.656 9	23.745 4	2.21		
9	4.0002	23.8748	23.9722	2.43	2.43	0.10
	4.0003	22.3236	22.4209	2.43		
	4.0002	21.7134	21.8109	2.44		
10	4.0003	22.1067	22.2114	2.62	2.61	0.40
	4.0002	22.2492	22.3531	2.60		
	4.0003	22.8475	22.9520	2.61		

2.6 总黄酮的含量测定

2.6.1 对照品溶液的制备

精密称取芦丁标准品 3 mg,置于 25 mL 容量瓶中,加适量乙醇置水浴上微热使溶解,定容至刻度摇匀即得。

2.6.2 供试品的制备

精密称取三棱粉末 1 g,置于平底烧瓶中加入 50% 乙醇 20 mL,回流 2 h,补足重量,过滤,即得。

2.6.3 检测条件

精密吸取 3 mL 供试品溶液放到 25 mL 容量瓶中加 3 mL 蒸馏水,然后取 6 mL 蒸馏水作为空白溶液,加入 5% 的亚硝酸钠溶液 1 mL,放置 6 min 后加入 10% 的硝酸铝溶液 1 mL,放置 6 min 后,加入氢氧化钠溶液 10 mL,然后加蒸馏水至刻度,15 min 后按紫外分光光度计法(2015 版《中国药典》四部)在 505 nm 波长处测定吸光度。

2.6.4 总黄酮测定方法学考察

(1)总黄酮检测波长的选择

精密量取芦丁标准品溶液 3 mL,随行试剂空白,按紫外分光光度计法(2015 版《中国药典》四部)在 400 ~ 700 nm 范围内扫描,绘制吸收图谱。

表 5　不同产地中药醋润蜜麸炒三棱酸不溶灰分含量测定结果(n =3)

Table 5　Determination of acid insoluble ash content for *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried from all-origin(n =3)

产地序号	药品质量/g	坩埚恒重质量/g	酸不溶灰分加坩埚恒重质量/g	酸不溶灰分含量 /%	酸不溶灰分均值/%	RSD/%
1	4.000 1	22.264 2	22.268 7	0.11	0.11	2.22
	4.000 1	22.215 5	22.219 9	0.11		
	4.000 1	22.48 7	22.491 6	0.11		
2	4.000 1	22.776 9	22.779 4	0.06	0.06	2.37
	4.000 1	24.164 4	24.166 8	0.06		
	4.000 1	22.353 4	22.355 8	0.06		
3	4.000 0	23.960 1	23.962 3	0.05	0.05	2.66
	4.000 0	22.410 2	22.412 3	0.05		
	4.000 2	21.801 8	21.804 0	0.05		
4	4.000 1	22.724 9	22.727 5	0.06	0.07	2.16
	4.000 0	22.336 2	22.338 9	0.07		
	4.000 3	22.935 3	22.938 0	0.07		
5	4.000 3	22.799 8	22.802 9	0.08	0.08	1.84
	4.000 3	24.195	24.198 1	0.08		
	4.000 3	22.382 2	22.385 4	0.08		
6	4.000 0	22.275 6	22.278 8	0.08	0.08	1.78
	4.000 0	22.495 2	22.498 5	0.08		
	3.999 9	22.224 7	22.227 9	0.08		
7	4.000 1	22.206 6	22.209 1	0.06	0.06	2.34
	4.000 0	22.335 2	22.337 7	0.06		
	4.000 1	23.740 2	23.742 6	0.06		
8	4.000 2	22.250 9	22.253 2	0.06	0.06	2.47
	4.000 2	22.651 1	22.653 5	0.06		
	4.000 0	23.656 9	23.659 2	0.06		
9	4.000 2	23.874 8	23.878 4	0.09	0.09	1.59
	4.000 3	22.323 6	22.327 2	0.09		
	4.000 2	21.713 4	21.717 1	0.09		
10	4.000 3	22.106 7	22.109 1	0.06	0.06	2.37
	4.000 2	22.249 2	22.251 6	0.06		
	4.000 3	22.847 5	22.850 0	0.06		

结果表明:标准品在 505 nm 处的吸收峰与样品在 488 nm 处的吸收峰都较为平缓一致,因此以 505 nm 为测定三棱总黄酮的最佳吸收峰。

(2)标准曲线的考察

精密量取芦丁对照品 1、1.5、2、2.5、3、3.5、4 mL分别定容到 10 mL 容量瓶中。分别取各溶液 3 mL于 25 mL 容量瓶中按 2.5.3 项下检测,以吸光度(Y)为纵坐标,芦丁溶液浓度(X)为横坐标绘制标准曲线,得出三棱总黄酮回归方程为:Y = 10.268X + 0.001,r = 0.999 5,即:芦丁浓度在 0.018 ~0.072 mg/mL 内,吸光度与浓度具有良好的线性关系。

(3)精密度试验

精密量取含量为 0.12 mg·mL^{-1}的芦丁对照品溶液 3 mL,按 2.5.3 节方法检测连续测定 6 次吸光度,并计算 RSD,结果显示 RSD 为 0.62%。

(4)重复性试验

精密称取同一三棱粉末 1 g 共 6 份,按 2.5.2 项

下制备供试品溶液,各取3 mL,按2.5.3节方法检测,测定吸光度并计算RSD,结果显示RSD为1.48%。

(5)稳定性试验

按2.5.2节制备供试品溶液,取同一供试品溶液分别在10、20、30、40、50、60 min按2.5.3节方法检测,测定吸光度并计算RSD,结果显示RSD为2.67%。

(6)加样回收率试验

精密称取已知总黄酮含量的醋润蜜麸炒三棱粉末0.5 g,6份,按2.5.2节制备供试品溶液,按2.5.3节方法检测,测定吸光度并计算加样回收率及算RSD,结果显示加样回收率为97%,RSD为2.69%。

2.6.5 十批不同产地醋润蜜麸炒三棱总黄酮含量测定

按上述测定条件下测得十批不同产地醋润蜜麸炒三棱的吸光度,计算即得,结果见表6。

表6 醋润蜜麸炒三棱中总黄酮含量测定结果(n=3)

Table 6 Determination of total flavonoids content for *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried(n=3)

产地序号	称样量/g	吸光度	吸光度均值	总黄酮含量/%	RSD/%
1	1.000 3	0.199	0.197	0.32	1.06
	1.000 2	0.195			
	1.000 3	0.196			
2	1.000 2	0.274	0.275	0.44	1.31
	1.000 0	0.279			
	1.000 3	0.272			
3	1.000 3	0.306	0.305	0.49	0.76
	1.000 2	0.302			
	1.000 3	0.306			
4	1.000 3	0.234	0.232	0.37	1.14
	1.000 3	0.233			
	1.000 2	0.229			
5	1.000 0	0.340	0.342	0.55	0.61
	1.000 3	0.344			
	1.000 1	0.341			
6	1.000 3	0.188	0.189	0.30	0.53
	1.000 2	0.190			
	1.000 3	0.189			
7	1.000 2	0.316	0.313	0.51	1.66
	1.000 3	0.316			
	1.000 2	0.307			
8	1.000 3	0.267	0.267	0.43	0.94
	1.000 2	0.270			
	1.000 3	0.265			
9	1.000 3	0.313	0.316	0.51	1.46
	1.000 3	0.321			
	1.000 2	0.313			
10	1.000 3	0.276	0.271	0.44	1.69
	1.000 2	0.270			
	1.000 2	0.267			

结果表明:十批不同产地的醋润蜜麸炒三棱总黄酮含量平均值为0.44%,其中最大值为55%,最小值为0.30%。以总黄酮含量平均值下浮20%为标准,暂定总黄酮含量限度为不得低于0.35%。

2.7 总皂苷的含量测定

2.7.1 对照品溶液的制备

精密称取干燥至恒重的胆酸甲酯对照品10 mg,置10 mL容量瓶中,用适量甲醇水浴上溶解,定容至刻度,摇匀即得。

2.7.2 供试品的制备

取醋润蜜麸炒三棱粉末约0.6 g,置于平底烧瓶中加入30 mL 70%的乙醇,水浴回流2 h,取出放冷补足重量,过滤取20 mL置于蒸发皿中蒸干,加甲醇溶解定容至10 mL容量瓶中,摇匀即得。

2.7.3 检测条件

分别精密量取供试品溶液0.2 mL于10 mL的的比色管中,加0.3 mL蒸馏水,然后取蒸馏水0.2 mL作为空白对照,精密加入8%的香草醛乙醇溶液0.5 mL,和77%的硫酸溶液后,摇匀,置60 ℃恒温水浴中恒温10 min后,将其放于冰水中冷却15 min后按紫外分光光度计法(2015版《中国药典》四部)在529 nm波长处测定吸光度。

2.7.4 总黄酮测定方法学考察

(1)检测波长的选择

分别精密量取胆酸钠对照品溶液0.2 mL,按标准曲线制备项下操作,随行试剂空白,按紫外分光光度计法(2015版《中国药典》四部)在400~700 nm范围内扫描,绘制吸收图谱。

结果显示:样品和对照品在529 nm处吸收峰都较为平缓一致,因此以529 nm为测定三棱总皂苷的最佳吸收峰。

(2)总皂苷标准曲线的考察

精密量取胆酸甲酯对照品1、1.5、2、2.5、3、3.5、4 mL分别定容至10 mL容量瓶。取各溶液0.2 mL于10 mL比色管中,再加蒸馏水0.3 mL按2.6.3项下检测,以吸光度(Y)为纵坐标,芦丁对照品溶液浓度(X)为横坐标绘制标准曲线,得出三棱总皂苷回归方程为:Y = 5.592 9X + 0.001 2,r = 0.999 6,即:胆酸甲酯浓度在0.032~0.128 mg/mL内,吸光度与浓度的线性关系良好。

(3)精密度试验

精密量取含量为1 mg·mL^{-1}的胆酸甲酯对照品溶液0.2 mL,按2.6.3节方法检测,连续测定6次吸光度,并计算RSD,结果显示RSD为0.95%。

(4)重复性试验

精密称取同一三棱粉末0.6 g共6份,按2.6.2

节制备供试品溶液，各取 0.2 mL，2.6.3 节方法检测，测定吸光度并计算 RSD，结果显示 RSD 为 1.91%。

（5）稳定性试验

取同一供试品溶液分别在 10、20、30、40、50、60 min按 2.6.3 节方法检测，测定吸光度并计算 RSD，结果显示 RSD 为 2.97%。

2.7.5　加样回收率试验

精密称取已知总皂苷含量的醋润蜜麸炒三棱粉末 0.3 g，6 份，置于锥形瓶中，分别加入胆酸甲酯对照品 5.088 0 mg，按 2.6.2 节方法制备供试品，各取 0.2 mL，按 2.6.3 节方法检测，测定吸光度并计算加样回收率及算 RSD，结果显示加样回收率为 98%，RSD 为 2.54%。

2.7.6　十批不同产地醋润蜜麸炒三棱总皂苷含量测定

按上述测定条件下测得十批不同产地醋润蜜麸炒三棱的吸光度，计算即得，结果见表 7。

表 7　醋润蜜麸炒三棱中总皂苷含量测定结果（n =3）

Table 7　Determination of total saponins content for *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried（n =3）

批号	称样量/g	吸光度	吸光度均值	总皂苷含量/%	RSD/%
1	0.600 1	0.222	0.220	0.82	1.46
	0.600 1	0.216			
	0.600 0	0.221			
2	0.600 3	0.220	0.221	0.82	2.28
	0.600 2	0.216			
	0.600 3	0.226			
3	0.600 2	0.220	0.222	0.82	0.90
	0.600 3	0.224			
	0.600 2	0.222			
4	0.600 2	0.209	0.208	0.77	1.55
	0.600 3	0.210			
	0.600 2	0.204			
5	0.600 3	0.230	0.226	0.84	1.55
	0.600 3	0.226			
	0.600 2	0.223			
6	0.600 3	0.221	0.224	0.83	1.12
	0.600 1	0.226			
	0.600 3	0.224			
7	0.600 0	0.230	0.235	0.87	1.92
	0.600 3	0.239			
	0.600 2	0.235			
8	0.600 3	0.204	0.203	0.75	0.49
	0.600 0	0.203			
	0.600 1	0.202			
9	0.600 3	0.333	0.340	1.26	1.79
	0.600 3	0.343			
	0.600 2	0.344			
10	0.600 3	0.233	0.232	0.86	1.32
	0.600 1	0.229			
	0.600 3	0.235			

结果表明：十批不同产地的醋润蜜麸炒三棱总皂苷含量平均值为 0.78%，其中最大值为 1.26%，最小值为 0.75%。以总皂苷含量平均值下浮 20% 为标准，暂定总皂苷含量限度为不得低于 0.62%。

3　结论

研究以醋润蜜麸炒三棱的性状、薄层鉴别、水分、灰分、醇浸出物及总黄酮、总皂苷的含量为指标制定其质量标准，初步拟定水分含量限度为 12.0%，灰分含量限度为 4.0%，酸不溶性灰分含量限度为 0.15%，醇浸出物含量在 6.3%，总黄酮含量限度为 0.35%，总皂苷含量限度为 0.62%。

中药饮片经过炮制的目的主要有毒性减弱、纠正偏性、增强药效、扩大用途等。三棱的化学成分复杂，其中三棱总黄酮在活血化瘀方面有明显作用，三棱总皂苷在减少血小板聚集及延缓血栓形成等方面有明显的作用[11]，因此实验选取总黄酮与总皂苷作为三棱药材含量测定的指标性成分，对三棱药材质量进行研究。

2015 版《中国药典》三棱饮片的收载只有醋三棱，且醋三棱的质量标准中只有水分与总灰分的限度要求。目前，对于贵州特色炮制饮片醋润蜜麸炒三棱的质量标准尚未见报道，因此考察了十个不用产地的三棱，采用醋润蜜麸炒法炮制后考察其鉴别项、检查项以及其中总黄酮、总皂苷含量，制定限度，初步用于醋润蜜麸炒三棱质量控制，为其质量标准研究提供理论依据。

参　考　文　献

1　国家药典委员会. 中国药典[M]. 北京：中国医药科技出版社，2015：13
Chinese Pharmacopoeia Commission. China pharmacopeia[M]. Beijing：China Medical Science Press，2015：13

2　余成浩，彭　腾，杜　洁，等. “三棱－莪术”组分配伍对大鼠子宫肌瘤的影响[J]. 中药药理与临床，2014(3)：104-107
Yu Chenghao，Peng Teng，Du Jie，et al. Study on mechanism of Sanleng-Ezhu component compatibility on uterine leiomyoma rat[J]. Pharmacology and Clinics of Chinese Materia Medica，2014(3)：104-107

3　朱凤妹，杜　彬，李　军，等. 利用 GC-MS 技术分析三棱挥发油化学成分[J]. 天然产物研究与开发，2010(2)：253-256
Zhu Fengmei，Du Bin，Li Jun，et al. Analysis of the chemical composition of essential oil from rhizoma sparganii by GC-MS method[J]. Natural Product Research and Development，2010(2)：253-256

4　袁久荣，姜店春. 黑三棱挥发油化学成分的研究[J]. 山东中医杂志，1989(6)：28-29
Yuan Jiurong，Jiang Dianchun. Study on the chemical constituents of volatile oil from *Sparganium stoloniferum*[J]. Shandong Journal Traditional Chinese Medicine，1989(6)：28-29

5 张淑运. 三棱化学成分的研究[J]. 中国中药杂志,1995,20(8):486-487
Zhang Shuyun. Study on the chemical constituents of Sparganium stoloniferum[J]. China Journal of Chinese Materia Medica,1995,20(8):486-487

6 张铁军,王丽莉. 荆三棱化学成分研究(Ⅰ)[J]. 现代药物与临床,2009,24(1):36-38
Zhang Tiejun,Wang Lili. Study on the chemical constituents of *Scirpus yagara*(Ⅰ)[J]. Modern Pharmacy and Clinic,2009,24(1):36-38

7 董 学, 姚庆强. 中药三棱的化学成分及药理研究进展[J]. 齐鲁药事,2005,10(24):612-614
Dong Xue, Yao Qingqiang. Study progress of chemical composition and pharmacological action of Common Burreed Rhizome[J]. Qilu Pharmaceutical Af fairs,2005,10(24):612-614

8 张卫东,王永红,秦路平,等. 中药三棱中新的甾体皂甙[J]. 第二军医大学学报,1996,17(2): 174-176
Zhang Weidong,Wang Yonghong,Qin Luping,et al. Study on the new steroid glycosidesid from Sparganium stoloniferum Buch-Ham[J]. Academic Journal of Second Military Medical Univesity,1996,17(2): 174-176

9 黄新炜,段玉峰,韩果萍,等. 中药三棱的研究进展[J]. 中成药,2003,7(25):576-578
Huang Xinwei,Duan Yufeng,Han Guoping,et al. Research progress of Sparganium stoloniferum[J]. Chinese Traditional Patent Medicine,2003,7(25):576-578

10 陆兔林,叶定江,毛春芹,等. 三棱总黄酮抗血小板聚集及抗血栓作用研究[J]. 中草药,1999,30(6):439-440
Lu Tulin,Ye Dingjiang,Mao Chunqin, et al. Study on the antiplatelet aggregation and antithrombotic effects of total flavonoids for Sparganium stoloniferum[J]. Chinese Traditional And Herbal Drugs,1999,30(6):439-440

11 张卫东,秦路平,王永红. 中药三棱水溶性成分的研究[J]. 中草药,1996,27(11):643-645
Zhang Weidong,Qin Luping,Wang Yonghong. Study on water-soluble components for Sparganium stoloniferum of Traditional Chinese medicine[J]. Chinese Traditional and Herbal Drugs,1996,27(11):643-645

Quality Standard of *Sparganium stoloniferum* by Vinegar Wetting and Honey Bran Fried

ZE Wei-wei, WANG Jian-ke*, LI Wei, LI Yan
(Processing of Origin and Chinese Medicine Processing Laboratory, Guizhou University of Traditional Chese Medicine, Guiyang 550025, China)

[**Abstract**] The quality standard of *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried was established based on the properties of character, thin layer identification, moisture, ash, alcohol extract and the content of total flavonoids and total saponins . The results show that: the water content limit is 12.0% ,the ash content limit is 4.0% ,the acid insoluble ash content limit is 0.15% ; the alcohol extract content is 6.3% ,the total flavonoid content limit is 0.35% ; the limit of total saponins content is 0.62% . It is concluded that draft quality standard of *Sparganium stoloniferum* by vinegar wetting and honey bran fried, reference was provided for the continuous research of traditional gunpowder products of S*parganium stolonierum* in Guizhou Province.

[**Key words**] S*parganium stolonierum* flavonoids saponins UV spectrophotometry quality standards