不同醋制工艺对三棱有效成分群溶出的影响

孙 1 , 吴艺 2 , 王 3 , 王 1 , 马 博 1 , 孙晓波 1*

- 1. 中国医学科学院北京协和医学院 药用植物研究所, 北京 100193
- 2. 南京医科大学基础医学院, 江苏 南京 210029
- 3. 西安市食品药品检验所,陕西 西安 710000

摘 要:目的 研究不同醋制工艺对三棱中的总黄酮、总生物碱、有效 Al^{3+} 3 类药效物质基础提取率及提取比率的影响。方法 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验设计,从醋酸质量浓度、醋制比例、醋浸时间、炒制温度 4 个因素方面,比较不同醋制工艺条件下,醋三棱的 80%甲醇浸膏提取率,总黄酮、总生物碱、有效 Al^{3+} 提取率与提取比率的差异。结果 与三棱生药相比,使用少量乙酸的醋制工艺提高了醋三棱 80%甲醇浸膏提取率,醋炒可以有效提高醋三棱的总黄酮、总生物碱与有效 Al^{3+} 的提取率与提取比率,总黄酮的提取率与提取比率受炒制温度影响显著,而总生物碱的提取率与提取比率则受醋酸质量浓度的影响显著。含大量乙酸的醋制工艺可明显降低醋三棱 80%甲醇浸膏提取率,但可提高 80%甲醇浸膏中总生物碱与有效 Al^{3+} 的提取比率。结论 醋制工艺对醋三棱中不同药效物质群的提取率与提取比率有显著影响,将三棱应用于不同适应症时,适宜对症适当改变醋制工艺。

关键词: 三棱; 醋制工艺; 总黄酮; 总生物碱; 有效 Al3+

中图分类号: R283.1 文献标志码: A 文章编号: 0253 - 2670(2013)12 - 1593 - 06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2013.12.014

Effect of different vinegar processing technologies on dissolution of effective composition groups in *Sparganii Rhizoma*

SUN Jie¹, WU Yi-zhou², WANG Shao³, WANG Jing¹, MA Bo¹, SUN Xiao-bo¹

- 1. Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Sciences & Peking Union Medical College, Beijing 100193, China
- 2. School of Basic Medical Sciences, Nanjing Medical University, Nanjing 210029, China
- 3. Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710000, China

Abstract: Objective To study the dissolving yield and ratio fluctuation of *Sparganii Rhizoma* effective composition groups, including total flavonoids, total alkaloid, and active Al^{3+} , when processed with different vinegar processing technologies. **Methods** $L_9(3^4)$ orthogonal test design was used with acetic acid content (A), vinegar ratio (B), soaking time (C), and frying temperature (D) as influencing factors. The differences of dissolving yield and ratio of 80% methanol extract, total flavonoids, total alkaloid, and active Al^{3+} of processed *Sparganii Rhizoma* under different vinegar processing technologies were compared. **Results** Compared with crude *Sparganii Rhizoma*, the processed products with a little acetic acid had enhanced the dissolving yield of 80% methanol extract. Moreover, the processed *Sparganii Rhizoma* with vinegar had effectively enhanced the dissolving yield and ratio of total flavonoids, total alkaloid, and active Al^{3+} . The dissolving yield and ratio of total flavonoids were greatly impacted by frying temperature. Meanwhile, the alkaloid dissolving yield and ratio were most influenced by acetic acid content. The products processed with abundant acetic acid had obviously reduced the dissolving yield of 80% methanol extract, but had increased the alkaloid and active Al^{3+} dissolving ratio in the extract. **Conclusion** The processed *Sparganii Rhizoma* with vinegar could obviously affect the dissolving yield and ratio of different pharmacodynamic compositions in *Sparganii Rhizoma*. Suitable processed products should be

基金项目: 国家科技支撑计划项目(2008BAI51B02); 国家科技部重大新药创制专项(2012ZX09501001-004, 2012ZX09301002-001); 中国博士后科学基金面上项目资助(2012M510360)

作者简介: 孙 杰 (1981—), 女,博士,研究方向为药学。Tel: (010)62892079 E-mail: yssjmm@126.com

*通信作者 孙晓波(1958—), 男, 教授, 研究方向为中药药理。E-mail: sunxiaobo@163.com

网络出版时间: 2013-03-28 网络出版地址: http://www.cnki.net/kcms/detail/12.1108.R.20130328.2017.020.html

收稿日期: 2013-01-27

adopted when Sparganii Rhizoma is used in the different treatments.

Key words: Sparganii Rhizoma; vinegar processing technology; total flavonoids; total alkaloid; effective Al³⁺

三棱 Sparganii Rhizoma 是我国两河流域挺水植 物黑三棱科黑三棱 Sparganium stoloniferum Buch. -Ham. 的干燥块茎,作为我国传统妇科要药,治疗 食积、腹胀、经闭、腹腔包块、早期肿瘤以及积聚 疼痛疗效明确[1]。现代研究证实,三棱甲醇浸提物 可以有效抑制血管内皮细胞生长因子、纤维母细胞 生长因子、雌激素受体 α 的表达[2], 对缓解实验性 大鼠肝肺纤维化[3-4],降低雌激素分泌水平,治疗大 鼠子宫内膜异位症均具有很好的疗效[5-6]。三棱总黄 酮提取物可以有效阻滞 HeLa、MCF-7、A549 细胞 系的细胞周期,抑制人源恶性肿瘤细胞系的增殖活 性[7-8], 体外动物实验表明其也具有良好的镇痛和抗 凝血功效[9]。此外,三棱富含铝络合生物碱苷类成 分, 其特殊的生物碱结构导致铝元素在植物体内超 积累[10]。作为天然的中性铝盐类抗胃酸过多药物, 三棱的铝络合总生物碱可有效中和胃酸并形成氯化 铝凝胶覆盖胃溃疡表面,减弱胃酸对胃部溃疡的刺 激、加速溃疡愈合、抑制幽门螺杆菌生长,也具有 良好的消炎作用[11]。

药物化学研究证实,三棱富含黄酮苷类与生物 碱苷类成分[10,12-15], 其中, 铝络合生物碱苷类成分 的量最高, 是三棱中和胃酸、治疗食积腹胀的主要 药效物质基础[10]。三棱中的铝络合生物碱苷极不稳 定,在加热的条件下可以与乙酸反应生成氧化铝沉 淀及多糖。因此,三棱的醋炒炮制,理论上既会增 加药材中生物碱类物质的溶出率,提高药材的生物 利用度,也会破坏三棱中的一部分铝络合生物碱苷 类成分,对黄酮类物质的溶出率也存在着一定的影 响。鉴于目前尚无醋制工艺对三棱不同药效物质溶 出影响的研究报道,本研究尝试使用 L₉(3⁴) 正交试 验,比较不同醋酸质量浓度、醋制比例、醋浸时间 与炒制温度条件下,三棱80%甲醇浸出物、总黄酮、 总生物碱、有效 Al3+ 药效物质基础的溶出率与溶 出比率差异, 为三棱的炮制优化提供可供参考的基 础研究数据。

1 仪器与材料

AL104—IC 天平 (Mettler Toledo 公司); 多用 电热锅 CFK—120AG (格兰仕集团); Scientz—IID 超声波细胞粉碎机 (宁波新芝生物科技有限公司); JP—250A—8 高速多功能粉碎机 (上海久品工贸有 限公司);BioTek[®]μQuant KCjunior 酶标仪(美国伯腾仪器有限公司);Milli—Q Advantage A10 纯水机(Milipore 公司);RE—52A 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂),LGJ—10 冻干机(北京松源华兴科技发展有限公司)。

三棱生药饮片(产地为东北)购自安国市御颜 坊中药材有限公司, 经中国医学科学院药用植物研 究所肖培根院士鉴定为黑三棱科黑三棱属植物黑三 棱 Sparganium stoloniferum Buch. -Ham. 的干燥块 茎; 酿造白醋(产品标准号: GB18187, 液态发酵) 购自江苏恒丰酱醋有限公司,总酸(以乙酸计)≥5 g/100 mL; 总酸(以乙酸计)≥4 g/100 mL 与总酸 (以乙酸计)≥3 g/100 mL 的酿造白醋,分别由同批 次的总酸≥5 g/100 mL 酿造白醋稀释制备; 醋三棱 饮片为实验室按照 $L_9(3^4)$ 正交试验设计自制。山柰 酚(批号 SZ20120921, 西安玉泉生物科技有限公 司),质量分数≥98% (HPLC);三氯化铝(上海国 药集团化学试剂有限公司)、铝试剂(天津科密欧化 学试剂开发中心)、乙酸(北京化工厂)、乙酸铵(广 东省精细化学品工程技术研究开发中心)、甲醇(北 京化工厂)均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 三棱醋制的 $L_9(3^4)$ 正交试验设计

根据市售酿造白醋常见总酸量的规格(3~5 g/100 mL,以乙酸计),选择每 100 mL 酿造白醋分别含乙酸为 3 g(1)、4 g(2)、5 g(3)的醋酸质量浓度梯度为因素 A;根据《中国药典》2010 年版醋制规范(药材-醋 100:20)以及现行三棱醋制规范(三棱-醋 100:15),设三棱-醋 100:10(1)、100:15(2)、100:20(3)3 个醋制比例作为因素 B;以醋与三棱拌匀后,0 min 闷润(不闷润,1)、15 min闷润(2)、30 min 闷润(闷透,3)3 个醋浸时间为因素 C;根据中药炮制的炒制规范,设置恒温 80 ℃炒干为度(1)、恒温 160 ℃炒黄为度(2)、恒温 230 ℃炒焦为度(3)3 个炒制温度为因素 D,进行正交试验设计(表 1),分别按表 1 设计炮制 9 组醋三棱样品,每组 250 g。

2.2 三棱有效成分群的检测

2.2.1 检测样品的制备 取不同炮制组别的三棱样品各 100 g, 打粉过筛, 精确称量 10 g 醋三棱粉末

表 1 醋三棱炮制的 L₉(3⁴) 正交试验设计
Table 1 L₉(3⁴) orthogonal design of vinegar-processed

Sparganii Rhizoma

试验号	A / %	В	C / min	D / °C
1	3 (1)	100:10(1)	0(1)	80 (1)
2	3 (1)	100:15(2)	15 (2)	160 (2)
3	3 (1)	100:20(3)	30 (3)	230 (3)
4	4 (2)	100:10(1)	15 (2)	230 (3)
5	4 (2)	100:15(2)	30 (3)	80 (1)
6	4(2)	100:20(3)	0(1)	160 (2)
7	5 (3)	100:10(1)	30 (3)	160 (2)
8	5 (3)	100:15(2)	0(1)	230 (3)
9	5 (3)	100:20(3)	15 (2)	80 (1)

于 100 mL 试剂瓶中,添加 80%甲醇溶液 50 mL,室 温密闭冷浸 16 h,浸提期间每隔 2 h 超声 30 min; 收集样品的 80%甲醇浸出液,并分别以 20 mL 80% 甲醇溶液超声浸提样品残渣 2 次,合并 3 次的 80% 甲醇浸出液,以 80%甲醇定容至 100 mL,待检。取 同批次未炮制的三棱生药样品打粉,参照醋三棱样 品制备方法,制备对照检测溶液。

2.2.2 三棱浸膏的制备 取三棱样品各 150 g, 打粉 过筛。精确称量 50 g 三棱粉末样品于 500 mL 量瓶中,添加 500 mL 80%甲醇溶液,室温密闭冷浸 16 h。以 80%甲醇洗涤残渣至无色,合并 80%甲醇浸提液,旋转蒸发仪 60 ℃、0.7 Pa 浓缩获得棕红色流浸膏,冷冻干燥后精确称定质量。80%甲醇浸膏提取率=80%甲醇浸膏干质量/浸提药材干质量。

2.2.3 总黄酮的测定 参考文献方法^[16]采用 AICl₃ 化学发光法测定三棱中总黄酮量(以山柰酚计)^[14]。精密称定 10.3 mg 干燥至恒定质量的山柰酚粉末于 10 mL 量瓶中,使用 80%甲醇溶液定容至刻度;分别取 30、40、50、60、70、80、90、100 μL 山柰酚溶液,加入 100 μL 含 1% AICl₃ 的 80%甲醇溶液,加 80%甲醇补足 1.6 mL,混匀,于 230 nm 测定吸光度(A)值。以 A 值为纵坐标,山柰酚质量浓度为横坐标进行线性回归,得到回归方程 Y=0.017 2 X+3.661 4, X0.25~ 0.083 mg/mL 呈良好线性关系。

分别取 100 μ L 不同的醋三棱供试样品及三棱生药的 80%甲醇浸提液,加入 100 μ L 含 1% AlCl₃的 80%甲醇溶液,加 80%甲醇补足 1.6 μ L,混匀,使用 KCjunior 酶标仪于 230 nm 测定 μ L 值,每个样品进行 8 次平行对照,取平均值。三棱 80%甲醇浸

提液中的总黄酮量(总黄酮提取率,总黄酮干质量/生药干质量)=(检测值×稀释倍数×浸提液总体积)/(检测体积×浸提药材干质量),总黄酮比率=总黄酮提取率×100/80%甲醇浸膏提取率。

2.2.4 有效 Al^{3+} 的测定 参照文献方法[17-18]采用改良的铝试剂法测定三棱 80%甲醇浸提物中的 Al^{3+} 量,有效 Al^{3+} 量以铝元素计。精密配置 Al^{3+} 量为 100 $\mu g/mL$ 的 $AlCl_3$ 80%甲醇溶液;分别取 10、20、30、40、50、60、70、80 μL Al^{3+} 溶液,分别加入 pH 6.4 的醋酸-醋酸铵缓冲液 80 μL ,2%的铝试剂水溶液 1.6 mL,加水补足 16 mL,混匀,于 525 nm 测定 A 值。以 A 值为纵坐标(Y), Al^{3+} 量为横坐标(X),得到标准曲线 Y=0.454 0 X+1.233 3, $R^2=0.976$ 3,结果表明 Al^{3+} 量在 $0.063\sim0.438$ $\mu g/mL$ 呈良好线性关系。

分别取 80 μL 不同的醋三棱供试样品的 80%甲醇浸提液,加入 80 μL pH 6.4 的醋酸-醋酸铵缓冲液与 1.6 mL 的 2%的铝试剂,加水补足 16 mL,混匀,使用 KCjunior 酶标仪于 525 nm 测定 A 值,每个样品进行 8 次平行对照,取平均值。三棱 80%甲醇浸提液中的有效 Al³+量(有效 Al³+提取率,铝元素干质量/生药干质量)=(检测值×稀释倍数×浸提液总体积)/(检测体积×浸提药材干质量);有效 Al³+比率=有效 Al³+提取率×100/80%甲醇浸膏提取率。2.2.5 总生物碱的测定 总生物碱量以络合有效 Al³+的黑三棱碱苷计^[10],三棱 80%甲醇浸提液中的总生物碱量(总生物碱提取率,总生物碱干质量/生药干质量)=三棱 80%甲醇浸提液中的有效 Al³+提取率×611.3/26.9;总生物碱比率=总生物碱提取率×100/80%甲醇浸膏提取率。

有效成分群溶出的检测结果见表 2, 方差分析 见表 3。

2.2.6 统计学分析 80%甲醇浸膏、总黄酮、总生物碱、有效 Al^{3+} 量数据均以 $\bar{x} \pm s$ 形式表示,采用组间 t 检验比较,双尾,P < 0.05 为差异显著。

2.3 不同醋制工艺对三棱有效成分群溶出的影响

本次实验中所用三棱生药材(东北产区)未经醋炒炮制时,80%甲醇浸膏提取率为(91.333 ± 0.061)mg/g; 其中总黄酮提取率为(0.444±0.723)mg/g,占80%甲醇浸膏量的0.486%; 总生物碱提取率为(8.340±5.353)mg/g,占80%甲醇浸膏量的9.131%; 有效 AI^{3+} 提取率为(0.369±0.237)mg/g,占80%甲醇浸膏量的0.404%。

表 2 不同醋三棱样品的药效成分群溶出检测结果

Table 2 Dissolving of effective composition group in different vinegar-processed Sparganii Rhizoma samples

试验号	80%甲醇浸膏提	总黄酮提取	总黄酮比	总生物碱提取	总生物碱	有效 Al ³⁺ 提取	有效 Al ³⁺
瓜	取率 / (mg·g ⁻¹)	率 / (mg·g ⁻¹)	率 /%	率 / (mg·g ⁻¹)	比率 /%	率 $/(mg \cdot g^{-1})$	比率 /%
1	$203.533 \pm 0.145^{**}$	1.307 ± 0.837	0.642	8.072 ± 5.037	3.966	0.357 ± 0.223	0.175
2	$145.778 \pm 0.061^{**}$	$4.054 \pm 1.114^{**}$	2.781	5.518 ± 4.888	3.785	0.244 ± 0.216	0.167
3	$124.111 \pm 0.127^{**}$	$3.950 \pm 0.918^{**}$	3.183	6.895 ± 3.915	5.556	0.305 ± 0.173	0.246
4	$131.222 \pm 0.061^{**}$	$4.573 \pm 0.972^{**}$	3.485	$14.316 \pm 3.055^{**}$	10.910	$0.633 \pm 0.135^{**}$	0.482
5	$80.222 \pm 0.061^{\Delta\Delta}$	0.182 ± 0.483	0.227	$17.369 \pm 4.111^{**}$	21.651	$0.768 \pm 0.182^{**}$	0.957
6	$65.089 \pm 0.145^{\Delta\Delta}$	$4.477 \pm 1.564^{**}$	6.878	$15.281 \pm 2.431^{**}$	23.477	$0.675 \pm 0.107^{**}$	1.037
7	$96.978 \pm 0.050^{**}$	$4.826 \pm 0.918^{**}$	4.976	$13.393 \pm 3.792^{**}$	13.810	$0.592 \pm 0.168^{**}$	0.610
8	$65.578 \pm 0.099^{\Delta\Delta}$	$6.993 \pm 1.135^{**}$	10.664	$13.817 \pm 2.594^{**}$	21.070	$0.611 \pm 0.115^{**}$	0.932
9	$79.600 \pm 0.093^{\Delta\Delta}$	0.889 ± 0.807	1.117	9.356 ± 4.387	11.754	0.413 ± 0.194	0.519

与对照三棱生药相比: **代表数值显著高于对照 (P < 0.01); $^{\Delta\Delta}$ 代表数值显著低于对照 (P < 0.01)

Compared with control *Sparganii Rhizoma* crude drug: **stands for numerial values significantly higher than those in control (P < 0.01); $^{\Delta\Delta}$ stands for numerial values significantly lower than those in control (P < 0.01)

表 3 极差分析 Table 3 Analysis of ranges

 指 标	因素	K_1	K_2	$\frac{K_3}{K_3}$		影响因素	最优炮制方案
80%甲醇浸膏提取率	A	157.807	92.178	80.719	77.089	A>B>D>C	$A_1B_1C_2D_1$
	В	143.911	97.193	89.600	54.311		
	C	111.400	118.867	100.437	18.430		
	D	121.119	102.615	106.970	18.504		
总黄酮提取率	A	3.104	3.078	4.236	1.158	D>C>A>B	$A_3B_2C_1D_3$
	В	3.569	3.743	3.105	0.638		
	C	4.259	3.172	2.986	1.273		
	D	0.793	4.453	5.172	4.379		
总黄酮比率	A	2.202	3.530	5.586	3.384	D>C>A>B	$A_3B_2C_1D_3$
	В	3.034	4.557	3.726	1.523		
	C	6.061	2.461	2.795	3.600		
	D	0.662	4.879	5.777	5.115		
总生物碱提取率	A	6.828	15.655	12.189	8.827	A>C>B>D	$A_2B_2C_3D_3$
	В	11.927	12.234	10.511	1.724		
	C	12.390	9.730	12.552	2.822		
	D	11.599	11.397	11.676	0.278		
总生物碱比率	A	4.436	18.679	15.545	14.244	A>C>B>D	$A_2B_2C_1D_2$
	В	9.562	15.502	13.595	5.940		
	C	16.171	8.816	13.672	7.355		
	D	12.457	13.691	12.511	1.234		
有效 Al3+ 提取率	A	0.302	0.692	0.539	0.390	A>C>B>D	$A_2B_2C_3D_3$
	В	0.527	0.541	0.464	0.076		
	C	0.548	0.430	0.555	0.125		
	D	0.513	0.504	0.516	0.012		
有效 Al ³⁺ 比率	A	0.196	0.825	0.687	0.629	A>C>B>D	$A_2B_2C_1D_2$
	В	0.423	0.685	0.601	0.262		
	C	0.715	0.390	0.604	0.325		
	D	0.550	0.605	0.553	0.055		

正交试验结果显示,不同组别醋三棱的 80%甲醇浸膏提取率、总黄酮提取率、总生物碱提取率、有效 Al^{3+} 提取率,以及三棱 80%甲醇浸膏中的总生物碱与总黄酮比率,依据醋炒工艺的不同存在着明显差异(表 2)。在三棱的醋制过程中,醋酸质量浓度(A)是影响醋三棱总生物碱提取率、有效 Al^{3+} 提取率、80%甲醇浸膏提取率、总生物碱比率、有效 Al^{3+} 比率的首要因素(P<0.01),而醋三棱的总黄酮提取率与总黄酮比率则受闷润时间(C)因素与炒制温度(D)因素影响显著(P<0.01)。

使用乙酸量较高的酿造白醋炮制三棱、降低炮制工艺中"三棱-醋"的比例,均可以显著提高醋三棱中总生物碱的提取率(P<0.01),但却显著降低醋三棱 80%甲醇浸膏提取率(P<0.01),并相对导致三棱 80%甲醇浸膏中的总生物碱比率显著升高(P<0.01)。在醋酸质量浓度(A)因素条件下,较高因素水平的 5、6、8、9 组醋三棱的 80%甲醇浸膏提取率已显著低于生药(P<0.01)。

醋三棱的总黄酮提取率受炒制温度(D)的影响最为显著,与三棱生药相比,9种醋炒工艺均提高了醋三棱总黄酮在 80%甲醇中的提取率(P<0.01),但 80 °C低温炒干的 1、5、9 组总黄酮提取率与生药对照组相比,统计学差异并不显著(P>0.05)。

对 L₉(3⁴) 正交结果进行统计分析 (表 3),结果证实不同的醋制工艺对三棱中的不同药效物质基础群的溶出有着不同的影响。使用每 100 mL 含 3 g 乙酸的酿造白醋,三棱-醋 100:10,闷润 15 min,80 ℃炒干时可获得最大的三棱 80%甲醇浸膏提取率;使用每 100 mL 含 5 g 乙酸的酿造白醋,三棱-醋 100:15,不闷润,230 ℃炒焦时可获得最高的三棱总黄酮提取率与总黄酮比率;使用每 100 mL 含 4 g 乙酸的酿造白醋,三棱-醋 100:15,闷透 30 min,230 ℃炒焦时,三棱 80%甲醇浸膏中可获得最高的总生物碱提取率与有效 Al³+提取率;而使用每 100 mL 含 4 g 乙酸的酿造白醋,三棱-醋 100:15,不闷润,160 ℃炒黄时的三棱 80%甲醇浸膏中的总生物碱比率与有效 Al³+比率最高。

3 讨论

作为传统妇科要药,三棱的临床应用非常广泛。 总黄酮与铝络合生物碱苷均为三棱具有生物活性的 甲醇浸膏中量较高的药效成分,分别构成三棱不同 适应症的药效物质基础群^[10,19-20]。本研究结果证实, 醋制工艺对三棱中包括总黄酮、总生物碱、有效 Al³⁺、80%甲醇浸膏在内的药效物质基础群的溶出率与溶出比率存在显著影响,将三棱应用于不同适应症治疗时,适宜对症适当调整醋制工艺。

作为铝超积累植物,三棱的平均 Al^{3+} 量超过已知高等植物平均 Al^{3+} 量(<10 mg/kg) 1 000 倍以上,有效铝元素是三棱对抗胃酸过多的首要药效物质基础群。因此,当取三棱治疗胃酸过多、食积腹胀功效时,适宜按照 $A_2B_2C_3D_3$ 工艺炮制,所得醋三棱的有效 Al^{3+} 量最高。但是,铝元素并非人体维持生命活动所必须的金属元素之一,中性铝盐虽然可以有效对抗胃酸,但长期过量摄入铝元素会损伤脑神经系统,铝元素导致的神经毒性与老年痴呆症发病率的升高存在一定联系[$^{21-221}$],因此,当取三棱治疗症瘕、痞块、瘀血、经闭功效时,适宜按照 $A_3B_2C_1D_3$ 炮制工艺,所得醋三棱的总黄酮量与总黄酮比率均最高,而 Al^{3+} 量相对较低。

此外,商业化制备三棱提取物时,适宜按照 $A_1B_1C_2D_1$ 工艺炮制,所得醋三棱 80%甲醇浸膏提取 率最高,而采用 $A_2B_2C_1D_2$ 工艺炮制,则可提高醋 三棱 80%甲醇浸膏中的总生物碱与有效 Al^{3+} 比率,增强醋三棱浸提物治疗食积腹胀的疗效。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2010.
- [2] Sun J, Wang S, Wei Y H. Reproductive toxicity of Rhizoma Sparganii (Sparganium stoloniferum Buch. -Ham.) in mice: Mechanisms of anti-angiogenesis and anti-estrogen pharmacologic activities [J]. J Ethnopharmacol, 2011, 137(3): 1498-1503.
- [3] 王英豪,姚 欣,邱颂平,等.破血化瘀药三棱莪术对大鼠肺纤维化干预作用的实验研究 [J]. 中国中医药科技,2011,18(3):188-189.
- [4] 栾希英, 李珂珂, 韩兆东, 等. 三棱、莪术对肝纤维化 大鼠 IL-1、IL-6、TNF-α 的影响 [J]. 中国免疫学杂志, 2004, 20(12): 834-837.
- [5] 李 傲, 汪 莹, 董 伟, 等. 加味三棱丸对子宫内膜异位症雌激素生成及内膜侵袭能力的影响 [J]. 中国中药杂志, 2010, 35(12): 1607-1611.
- [6] 李 傲, 汪 莹, 徐晓玉. 加味三棱丸抗子宫内膜异位 症雌激素生成作用及对内膜细胞凋亡的影响 [J]. 中药材, 2010, 33(3): 401-406.
- [7] 孙 杰, 王 芍, 郭 斌, 等. 三棱黄酮抗 HeLa 宫颈癌: 降低分裂期细胞比率诱导细胞凋亡 [J]. 食品科学, 2011, 32(1): 210-214.
- [8] 孙 杰, 王 芍, 郭 斌, 等. 三棱黄酮体外诱导 A549及MCF-7细胞S/G₂周期停滞的研究[J]. 天然产

- 物研究与开发, 2011, 23(2): 224-227.
- [9] 胡旭光,邓小慧,李淑贤,等.不同三棱提取物药理活性的比较研究 [J]. 陕西中医, 2009, 30(8): 1091-1093.
- [10] Sun J, Wei Y H. A new alkaloid-aluminum glycoside isolated from *Rhizoma Sparganii* (*Sparganium stoloniferum* Buch. -Ham.) [J]. *J Med Plants Res*, 2011, 5(14): 3128-3131.
- [11] 孙 杰. 黑三棱破血消癥作用的药理机制及活性成分研究 [D]. 西安: 西北大学, 2011.
- [12] 梁侨丽, 孔丽娟, 吴启南, 等. 三棱的化学成分研究 [J]. 中草药, 2012, 43(6): 1061-1064.
- [13] 孔丽娟, 梁侨丽, 吴启南, 等. 黑三棱的化学成分研究 [J]. 中草药, 2011, 42(3): 440-442.
- [14] 张卫东, 王永红, 秦路平. 中药三棱黄酮类成分的研究 [J]. 中国中药杂志, 1996, 21(9): 550-551.
- [15] 孙 杰, 王 芍, 马 丁, 等. 三棱黄酮提取及其抗 HeLa 宫颈癌成分的 HPLC 分析 [J]. 西北植物学报, 2010, 30(12): 2530-2535.

- [16] 方铁铮, 田 珩, 王 宁, 等. 化州柚提取物中总黄酮 含量测定 [J]. 中药材, 2006, 29(10): 1049-1050.
- [17] 马智兰,钱立群,马国荣.铝试剂分光光度法测定血清铝的研究—正交试验法选择实验条件 [J].环境与健康杂志,1999,16(4):229-230.
- [18] 高丽花. 铝试剂比色法测定饮料中微量铝 [J]. 华南热带农业大学学报, 2006, 12(4): 12-14.
- [19] 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.
- [20] 毛春芹, 陆兔林, 邱鲁婴. 三棱不同炮制品总黄酮镇痛作用研究 [J]. 南京中医药大学学报: 自然科学版, 2001, 17(5): 299-300.
- [21] Lione A. Aluminum toxicology and the aluminium-containing medications [J]. *Pharmacol Ther*, 1985, 29(2): 255-285.
- [22] Johnson G V W, Jope R S. Aluminum impairs glucose utilization and cholinergic activity in rat brain *in vitro* [J]. *Toxicology*, 1986, 40(1): 93-102.