

## 三白草中三白草酮提取工艺优选

薛平, 徐春蕾, 李祥\*, 陈建伟, 陈勇, 陈瀚  
(南京中医药大学, 南京 210046)

**[摘要]** 目的: 优选三白草中三白草酮的提取工艺参数。方法: 采用 HPLC 测定三白草酮提出量, 并以此为指标, 正交试验法对粉碎度、乙醇体积分数、料液比、提取时间、浸泡时间 5 个因素进行考察, 优选最佳提取工艺。结果: 最佳提取条件为药材过 10 目筛, 95% 乙醇提取 2 次, 第 1 次加 14 倍量乙醇浸泡 2 h, 提取 2 h; 第 2 次加 10 倍量乙醇提取 1 h。在此条件下, 三白草酮平均提取得率 0.21%, 提取转移率为 96%。结论: 优选的提取工艺稳定、合理, 可用于三白草中三白草酮的提取。

**[关键词]** 三白草; 三白草酮; 正交试验; 提取工艺

**[中图分类号]** R283.6 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)09-0043-03

## Optimization of Extraction Technology for Sauchinone from *Saururus chinensis*

XUE Ping, XU Chun-lei, LI Xiang\*, CHEN Jian-wei, CHEN Yong, CHEN Han  
(Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210046, China)

**[Abstract]** **Objective:** To optimize extraction technology parameters of sauchinone from *Saururus chinensis*. **Method:** With the content of sauchinone as index, it was determined by HPLC. Optimum extraction technology was optimized by orthogonal test with grinding degree, the concentration of ethanol, ratio of solid-liquid, extraction time and soaking times as factors. **Result:** Optimum extraction conditions were: drugs passed 10 mesh sieve, extracted 2 times with 95% ethanol, 14 times the amount of 95% ethanol was added for extracting 2 hours firstly, extracted 1 h with 10 times the amount of 95% ethanol in second time. In this conditions, average extraction yield of sauchinone was 0.21%, extraction transfer ratio was 96%. **Conclusion:** Optimized extraction technology was stable, reasonable and could be used for extraction of sauchinone from *S. chinensis*.

**[Key words]** *Saururus chinensis*; sauchinone; orthogonal test; extraction process

三白草具有清热解毒、利尿消肿的功效<sup>[1]</sup>, 其主要化学成分有挥发油、黄酮类、鞣质与木质素类, 其中以三白草酮为代表的木质素类成分具有显著保肝抗炎作用<sup>[2-4]</sup>。三白草酮结构为特殊的断联木质素<sup>[5-6]</sup>, 其骨架与一般木质素相比, C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub> 结构可经过开环, 断裂后重新连接起来, 且含量较高, 具有广阔开发利用价值。目前对三白草酮提取工艺未见报

道, 本试验采用正交试验筛选三白草酮最佳提取工艺, 为其进一步研究与开发奠定基础。

### 1 材料

AY220 型电子天平(日本岛津), 中华 PTHW 型电热套(巩义市予华仪器有限责任公司), 1200 型高效液相色谱仪(美国安捷伦)。

三白草饮片(安徽丰原铜陵饮片厂, 批号 110210)购自于安徽亳州药材市场, 经南京中医药大学鉴定教研室陈建伟教授鉴定为三白草科植物三白草 *Saururus chinensis* (Lour.) Baill. 的干燥地上部分。三白草酮对照品(实验室自制, 纯度 > 98%), 甲醇为色谱纯, 水为娃哈哈纯净水, 其余试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 三白草酮含量测定<sup>[7]</sup>

##### 2.1.1 色谱条件 Agilent Eclipse XDB-C<sub>18</sub> 色谱柱

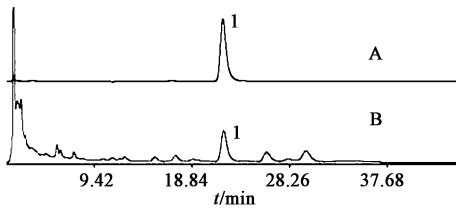
**[收稿日期]** 20111221(008)

**[基金项目]** 江苏高校优势学科建设工程项目(yssk-2010); 2011 年江苏省普通高校研究生科技创新计划(794); 2011 年度南京中医药大学校青年自然科学基金项目(11XZR11)

**[第一作者]** 薛平, 硕士, Tel: 025-51998182, E-mail: xuepinggo@163.com

**[通讯作者]** \* 李祥, 博士, 教授, 从事中药活性物质基础研究, Tel: 025-51998182, E-mail: lixiang\_8182@163.com

(4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 流动相甲醇-水 (63:37), 检测波长 230 nm, 流速 0.8 mL·min<sup>-1</sup>, 柱温 30 °C, 理论塔板数按三白草酮计算不低于 3 000。样品在此条件下分离效果良好 (图 1)。



A. 对照品; B. 样品; 1. 三白草酮

图 1 三白草 HPLC

**2.1.2 标准曲线绘制** 精密称取三白草酮对照品 5 mg 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并定容至刻度, 摇匀, 即得 0.2 g·L<sup>-1</sup> 的对照品储备液。分别精密吸取三白草酮对照品储备液 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0, 4.0 mL 置于 10 mL 量瓶中, 甲醇定容至刻度, 摇匀。按上述色谱条件测定, 进样量 10 μL, 以对照品含量为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程  $Y = 29\ 705X - 8.277$  ( $r = 1.000$ ), 表明三白草酮在 80.32 ~ 803.2 ng 呈良好线性。

**2.1.3 供试品溶液制备** 精密移取提取液 10 mL 至 25 mL 量瓶中, 用相应提取溶剂定容至刻度, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 即得。

**2.1.4 精密度试验** 取同一份三白草酮对照品, 连续进样 6 次, 按 2.1.1 项下方法测定三白草酮对照品溶液色谱峰面积, 结果 RSD 0.31%, 说明仪器精密度良好。

**2.1.5 重复性试验** 取同一份三白草样品, 按 2.1.3 项下方法制备供试品溶液, 平行操作 6 份, 按 2.1.1 项下色谱条件, 测定含量, 结果 RSD 2.18%, 表明此方法重复性良好。

**2.1.6 稳定性试验** 将同一份供试品溶液, 在 0, 4, 6, 8, 10, 12, 24 h 后分别精密进样 10 μL, 测得峰面积, 结果 RSD 2.34%, 表明样品溶液在 24 h 内稳定。

**2.1.7 加样回收率试验** 取已知含量三白草酮提取液, 精密移取 5 mL, 置 25 mL 量瓶中, 精密加入三白草酮对照品溶液 2 mL (0.260 g·L<sup>-1</sup>), 摇匀, 进样 10 μL, 按 2.1.1 项下色谱分离条件分离。平行操作 6 份, 三白草酮平均加样回收率为 102.93%, RSD 1.33%。

**2.2 正交试验**<sup>[8-10]</sup> 选择粉碎度、乙醇体积分数、料液比、提取时间、浸泡时间为考察因素, 以三白草

酮含量为指标, 采用 L<sub>16</sub>(4<sup>5</sup>) 正交表进行试验, 具体因素水平见表 1。每组试验用三白草粉末 10 g, 精密称定, 回流提取 2 次, 合并滤液, 测定三白草酮含量。结果见表 2, 方差分析见表 3。

表 1 三白草提取工艺正交试验因素水平

水平	A 粉碎度 /目	B 乙醇体积分数 /%	C 溶剂倍数 /倍	D 提取时间 /h	E 浸泡时间 /h
1	饮片	95	12	1	0
2	10	80	16	2	1
3	20	65	20	3	2
4	40	50	24	4	3

注: 溶剂倍数为 2 次提取所用总量, 12 倍时提取 2 次为 8, 4 倍; 16 倍时提取 2 次为 10, 6 倍; 20 倍时提取 2 次为 12, 8 倍; 24 倍时提取 2 次为 14, 10 倍。提取时间为 2 次提取总时间, 1 h 为 0.5, 0.5 h; 2 h 为 1, 1 h; 3 h 为 2, 1 h; 4 h 为 2, 2 h。

表 2 三白草提取工艺正交试验安排

No.	A	B	C	D	E	三白草酮得率 /%
1	1	1	1	1	1	0.113 5
2	1	2	2	2	2	0.183 4
3	1	3	3	3	3	0.136 6
4	1	4	4	4	4	0.123 7
5	2	1	2	3	4	0.236 5
6	2	2	1	4	3	0.168 1
7	2	3	4	1	2	0.201 4
8	2	4	3	2	1	0.177 1
9	3	1	3	4	2	0.195 2
10	3	2	4	3	1	0.226 6
11	3	3	1	2	4	0.142 8
12	3	4	2	1	3	0.118 8
13	4	1	4	2	3	0.139 7
14	4	2	3	1	4	0.097 5
15	4	3	2	4	1	0.118 0
16	4	4	1	3	2	0.114 6
K <sub>1</sub>	0.139	0.171	0.135	0.133	0.159	
K <sub>2</sub>	0.196	0.169	0.164	0.161	0.174	
K <sub>3</sub>	0.171	0.150	0.152	0.179	0.141	
K <sub>4</sub>	0.117	0.134	0.173	0.151	0.150	
R	0.079	0.037	0.038	0.046	0.033	

结果表明, 各因素最佳组合为 A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>C<sub>4</sub>D<sub>3</sub>E<sub>2</sub>, 即选用过 10 目筛的粉末, 浸泡 2 h, 第 1 次用 14 倍量 95% 乙醇回流提取 2 h, 第 2 次用 10 倍量 95% 乙醇回流提取 1 h。

表3 三白草酮提取正交试验方差分析

方差来源	SS	f	F	P
A	0.014	3	5.600	<0.05
B	0.004	3	1.600	
C	0.003	3	1.200	
D	0.004	3	1.600	
E	0.002	3	0.800	
误差(E+C)	0.01	6		

注:  $F_{0.05}(3,6) = 4.760$ 。

**2.3 验证试验** 按优选的工艺条件重复试验3次,结果三白草酮平均提取得率0.213%,RSD 1.72%。按2010年版《中国药典》三白草含量测定方法,测得试验药材中三白草酮质量分数0.222%,提取转移率96%,证明该工艺合理、稳定。

### 3 讨论

按最佳工艺提取三白草酮,其转移率达96%,几乎未有任何损失,且此工艺操作较为简便,适用于工业化生产。在预试验中,研究人员曾考察不同温度对三白草酮提取的影响,结果发现随着温度的升高,未发现其对三白草酮产生破坏,含量没有降低,故正交试验时未将温度作为考察因素。

### [参考文献]

[1] 中国药典.一部[S]. 2010: 12.

- [2] Wang L S, Zhao D Q, Cheng D Y, et al. ent-saichinone from *Saururus chinensis* [J]. Heterocycles, 2008, 75(5): 1241.
- [3] Seo C S, Lee Y K, Kim Y J, et al. Protective effect of lignans against sepsis from the roots of *Saururus chinensis* [J]. Biol Pharm Bull, 2008, 31(3): 523.
- [4] Sung S H, Kwon S H, Cho N J, et al. Hepatoprotective flavonol glycosides of *Saururus chinensis* herbs [J]. Phytother Res, 1997, 11(7): 500.
- [5] Wang E C, Shih M H, Liu M C, et al. Studies on constituents of *Saururus chinensis* [J]. Heterocycles, 1996, 43(5): 969.
- [6] 文东旭. 三白草中具保肝作用的非对映木脂素[J]. 国外医药:植物药分册, 2001(4): 167.
- [7] 陈宏降,李祥,陈建伟,等. 三白草的质量标准研究[J]. 中草药, 2010(6): 997.
- [8] 冯海燕,刘闪,张云霄,等. 三白草总黄酮的超声波提取工艺研究[J]. 安徽农业科学, 2010(15): 7863.
- [9] 汪怡,李祥,邱蓉丽,等. 三白草中总黄酮醇提工艺的研究[J]. 中华中医药学刊, 2007(4): 812.
- [10] 王盛,李祥,陈建伟. 微波提取法在板蓝根木脂素部位提取中的应用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011(4): 44.

[责任编辑 仝燕]