**实验七 白芍中芍药苷的提取分离**

I

【目的与要求】

1．了解熟悉芍药苷的提取方法、理化性质和检识方法。

2．掌握大孔吸附树脂分离富集中药有效成分的原理和操作。

3. 掌握制备型高效液相分离中药有效成分的原理和方法。熟悉制备型高效液相进行化学成分分离操作

【基本原理】

白芍为毛茛科植物芍药Paeonia lactif lora Pall的干燥根。具有平肝止痛、养血调经、敛阴止汗、抗菌和抗血小板凝聚等功效[1]。芍药苷为其主要有效成分之一,也是多种药物制剂中的主要成分。

芍药苷（Paeoniflorin），分子式：C23H28O11分子量：480**.**45，熔点：196℃。本品为吸湿性无定形粉末，四醋酸酯为无色针状结晶，属蒎烷单萜苷，极性较大。芍药苷遇香草醛会显现蓝紫色。



芍药苷化学结构式

芍药苷的提取常用水提、醇提等方法。醇提取收率高于水提，所以采用醇提。分离采用大孔吸附树脂进行富集精制，芍药苷在紫外区230nm有特征吸收峰，再用制备液相层析进行色谱分离。

具体操作流程如下：

白芍粉末（500g）

70%乙醇回流3次，1h/次，合并提取液

过滤

药渣 滤液

减压浓缩(T≤60℃)

浓缩液 乙醇水溶液（回收）

AB8大孔吸附树脂

水洗至无色

AB8大孔吸附树脂 水洗脱液

95%乙醇洗 直到TLC鉴定没有芍药苷

大孔吸附树脂（再生） 95%乙醇洗脱液

减压浓缩(T≤60℃)

浓缩液

冷冻干燥

白芍总苷冻干粉

制备液相色谱分离

芍药苷

【试剂与规格】

芍药苷 纯度≧98% 色谱甲醇 99.9%

AB-8型大孔吸附树脂 乙醇（95%）

GF254预制薄层板 纯净水

【操作步骤】

**醇水溶液回流提取**： 白芍干燥根切片500g，用粉碎机粉碎成细粉。取100g加入1000mL圆底烧瓶中，分别以6倍70%乙醇提取3次，每次提取 1h。每提取一次便浓缩一次，回收乙醇便可循环利用，合并3次的浓缩液。其他剩余药材以同样的方式处理，合并所有的浓缩液。

**大孔吸附树脂吸附分离：** 取部分浓缩液稀释，加入已经装好的大孔吸附树脂柱，先用4BV柱体积的水洗脱，水洗脱液和原液进行硅胶薄层点样，喷以显色剂，观察大孔吸附树脂是否能将芍药苷吸附住，再用3BV柱体积的95%乙醇洗脱，95%乙醇洗脱液和原液进行硅胶薄层点样，喷以显色剂，观察乙醇对芍药苷的洗脱效果。收集95%乙醇洗脱液，减压浓缩，浓缩液冷冻干燥，获得白芍总苷冻干粉，需要时制备成适宜浓度的白芍总苷溶液。

TLC鉴别条件如下:

展开剂：氯仿-甲醇 4:1

显色剂：香草醛-甲醇-硫酸 5：80：15

电吹风烤干或加热至105℃

**制备液相分离：**色谱条件 : C18 ,10µm色谱柱；流动相：甲醇—水（25：75）；柱温：室温；流速：1mL/min；检测波长230nm；进样量为20µL。

【注意事项】

1．实验前，必须对液相色谱仪整个仪器系统进行检漏。如有漏液，及时处理。

2．实验结束冲洗色谱柱，关机。

3．由于样品中挥发性成分较多，样品干燥时，要注意方法和温度。

六、思考题

1．根据哪些原理和内容选择中药有效成分分离方法？

2．如何进行有效成分的鉴别追踪？

3．还有哪些方法不同方法可用于芍药苷提取分离？尝试不同的设计方案。