

五味子油，超临界提取，北五味子澄清油类

产品名称	五味子油，超临界提取，北五味子澄清油类
公司名称	安徽金寨乔康药业有限公司
价格	.00/个
规格参数	主要成分:五味子乙素 提取来源:五味子果实 外观:黄红色油状
公司地址	安徽金寨现代产业园区
联系电话	15385906608

产品详情

主要成分	五味子乙素	提取来源	五味子果实
外观	黄红色油状	检测方法	HPLC
含量	2% (%)	应用剂型	各种剂型
临床应用	保肝护肝	包装	食用塑料桶
保存期	24 (月)		

一、超临界提取五味子油，经过特殊过滤，澄清的油状液体，五味子乙素含量达到3%。

二、五味子油质量标准：

产品名称:producename	五味子油
生产批号:batchnumber	100310
生产日期:manufacturedate	2010年03月10日
使用部位:usedpart	果实
生产批量:batchquantity	不溶于水
有效成份:activeingredients	五味子素
储存条件:storageconditions	置阴凉干燥密封容器.
有效期限:validity	密封保存两年.
检验日期:analysisdate	2010年03月15日

检测项目	标准	检测结果
有效成份: 五味子乙素	2.0%(hplc)	2.3%
物理性质: 外观: 颜色:	油状液体 黄褐色	符合规定qualified 符合规定qualified

气味:	典型气味	符合规定qualified
水分	5%	0.3%
化学性质:		
农药残留:	无	符合规定qualified
砷:	1.0mg/kg	0.41mg/kg
铅:	1.5mg/kg	0.70mg/kg
汞:	0.5mg/kg	0.08mg/kg
微生物:		
菌落总数:	1,000cfu/gmax	321
霉菌及酵母菌:	100cfu/gmax	30
大肠杆菌:	无	符合规定qualified
沙门氏菌:	无	符合规定qualified
绿脓杆菌:	无	符合规定qualified
结论:	审核:	分析:

四、五味子油生产设备照片

五、五味子油提取工艺：五味子为木兰科植物五味子(*Schisandra chinensis* (Turcz.) Baill.) 的干燥成熟果实，收载于《中国药典》2000年版，俗称北五味子。北五味子是生长于中国东北，遍布小兴安岭、伊春、桃山、延边等地的一种道地药材，对神经系统、心血管系统、消化系统等具有多种药理作用。现代研究证明，五味子生物活性成分主要是木脂素和挥发油、木脂体等[1]

。北五味子活性成分的提取研究主要是采用水提、乙醇回流提取和渗漉提取法等[2, 3]。这些方法提取时间长、活性成分提取率低。超临界流体萃取技术的研究表明，超临界流体萃取应用于天然产物的提取具有选择性高、操作时间短、有效成分得率高、流程简单、能耗低、过程无有机溶剂残留等优点。本文以五味子超临界流体萃取法的总提取物出率及其五味子甲素、乙素、总木质素为指标，与五味子乙醇回流提取法和乙醇渗漉提取法进行了对比研究。1 仪器与试剂：722型光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂)；SCL-10AVP型高效液相色谱仪；SPD-10AVP紫外检测器(日本岛津公司)；TG328B型分析天平(上海上平仪器公司)。TC-SFE-50-5-120S型超临界流体仪(沈阳天诚)

。北五味子药材采收于吉林省汪清县；五味子甲素对照品(批号0764-200107, 中国药品生物制品检定所)、五味子乙素对照品(批号110765-200205, 中国药品生物制品检定所)

；色谱纯甲醇，水为双蒸水，其余均为分析纯试剂。2 方法与结果 2.1 提取液的制备 2.1.1

乙醇回流提取法取五味子300 g加生药量6倍的95%乙醇，加热回流提取2次，3 h

/次，过滤，合并提取液，滤液减压回收乙醇浓缩成浸膏，计算出膏率。结果见表1。2.1.2

乙醇渗漉提取法取五味子300 g加95%乙醇浸泡24 h后进行渗漉提取，以10 ml

/min的流速，共接收生药量10倍体积的渗漉液，渗漉液减压回收乙醇浓缩成浸膏，计算出膏率，结果见表1。2.

1.3 超临界流体萃取法[4] 取五味子300 g，粉碎后过40目筛，均匀添满提取罐，萃取时间为3

h，萃取压力为21 MPa，温度117.6℃。时珍国医国药2007年第18卷第5期 *J. ish izhen med icine and mater ia med ica research* 2007 vol. 18 no. 5 37，CO₂ 流量为5 l/min。出膏率结果见表1。2.2 五味子总木脂素的测定方法[5]

2.2.1 标准曲线的制备精密称取五味子乙素对照品7.5 mg，置于1.0 ml量瓶中，加氯仿溶解定容，分别吸取2, 4,

6, 8, 10, 12, 14, 16 μl注入20 ml试管中，以6 μl氯仿为空白，挥去氯仿，依次加入10%变色酸水溶液0.5

ml，浓硫酸3.0 ml，蒸馏水1.5 ml，摇匀，在沸水中加热30 min，溶液呈紫红色，取出冷却，在570

nm处测定吸收度，回归方程： $a = 1.32 \times 10^{-3}c + 3.52 \times 10^{-3}$ ； $r = 0.999$

2.2.2 五味子乙素在15~120 μg之间有良好的线性关系。2.2.2

样品的总木脂素含量测定分别取乙醇回流提取物、乙醇渗漉提取物以及超临界流体萃取物，精密称取1

g，加氯仿20 ml溶解，定量转移至50 ml量瓶中，加氯仿释至刻度。精密吸取0.

2 ml，同对照品项下操作。测定吸收度，以五味子乙素的标准曲线计算总木脂素的含量，结果见表1。2.3

五味子甲素、乙素HPLC含量测定[6] 2.3.1 色谱条件及系统适用性实验色谱柱：YMC-Pack ODS柱(250 mm

× 4.6 mm, 5 μm)；柱温：40℃；流动相：甲醇-水(70/30)；体积流量：0.6 ml/min；检测波长：254 nm。在选定条

件下,五味子甲素峰、乙素峰和样品中其他组分色谱峰可达基线分离,且与其他相邻色谱峰分离度大于1.5,分别按五味子甲素和乙素峰计算,理论板数均在5 000以上。色谱图见图1~3。2.3.2

对照品溶液的制备精密称取五味子甲素、五味子乙素对照品各10mg,分别置10

ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,微孔滤膜($0.45\ \mu\text{m}$)过滤,即得。2.3.3

供试品溶液的制备精密称取3种不同方法提取的浸膏各1g,置50ml量瓶中,加甲醇适量,超声处理30 min,加甲醇稀释至刻度,摇匀。微孔滤膜($0.45\ \mu\text{m}$)过滤,即得。2.3.4

五味子甲素、乙素线性关系的考察精密吸取五味子甲素、乙素对照品溶液(1 mg/ml) 2.5, 5.0, 7.5, 10, 12.5, 15 μl ,依次注入高效液相色谱仪,按上述色谱条件测定峰面积。分别以峰面积积分为纵坐标,五味子甲素、乙素进样量为横坐标,绘制标准曲线,并计算回归方程,结果显示五味子甲素进样量在2.

5~15 μg 范围内,有较好的线性, $y = 1.42695 \times 10^5 x + 1.39313 \times 10^5$, $r = 0.99985$ 。五味子乙素进样量在2.5~15 μg 范围内,有较好的线性, $y = 5.46067 \times 10^5 x - 1.2610 \times 10^4$, $r = 0.9999$ 。2.3.5

精密度实验精密吸取同1份供试品溶液10 μl ,重复进样5次,测定五味子甲素峰面积积分值,得 $\text{rsd} = 1.05\%$;测定五味子乙素峰面积积分值,得 $\text{rsd} = 1.18\%$ 。2.3.6

重现性实验对同一样品,制备供试品溶液,平行制备5份,进样,测定五味子甲素峰面积积分值, $\text{rsd} = 1.63\%$;测定五味子乙素峰面积积分值, $\text{rsd} = 1.49\%$ 。2.3.7

稳定性实验精密吸取同1份供试品溶液10 μl ,于0, 2, 4, 6, 8, 10, 12 h进样,测定五味子甲素、乙素峰面积积分值, rsd 分别为1.57%, 1.31% ($n = 7$)

。结果表明:供试品溶液在12 h内基本稳定。2.3.8 加样回收率实验各取已知含量的3种样品中加入五味子甲素、乙素对照品一定量,按供试品预处理方法并测定结果,五味子甲素平均回收率95.5%, rsd 为2.10%

,五味子乙素平均回收率97%, rsd 为1.49%。2.3.9

供试品测定取不同提取方法提取的3种样品各精密称定1g,置50

ml量瓶中,加甲醇溶解并定容,吸取5~10 μl ,按2.1项下操作进样测定。结果见表1。表1

不同提取工艺测定结果提取方法浸膏m/g总木脂素(%)五味子甲素(%)五味子乙素(%)回流提取35.77.231.

2961.183渗滤提取37.310.951.7951.269超临界流体萃取38.412.711.9271.311图1 五味子供试品色谱图

图2 五味子甲素色谱图 图3 五味子乙素色谱图3 结果与讨论3.1

超临界流体萃取北五味子活性成分最佳工艺条件为:萃取压力21mpa,温度37 $^{\circ}\text{C}$, CO_2 流量5 $\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$ 。3.2 超

临界流体萃取法与乙醇回流和乙醇渗滤提取法相比,没有有机溶剂残留,大大简化工艺;避免较长时间加热

等因素对有效成分造成的损失;且具有提取设备简单、操作容易、有效成分提取率高、含杂质少等特点。

该工艺为工业生产建立了理论性基础,具有实际的指导意义。3.3 根据实验数据分析,超临界流体萃取浸膏

量与乙醇渗滤法和乙醇回流法无明显差异,但是总木脂素含量与五味子乙素、甲素含量明显高于渗滤和回

流提取法。3.4 参考《中国药典》2005年版五味子及南五味子项下,本实验hplc的测定波长选定为254

nm。对流动相的系统组成和比例进行了研究比较,采用了甲醇-水,乙腈-水-

醋酸等系统,根据分离情况,选择甲醇-水(70/30)较适宜,分离度达到1.

5以上。建立hplc法可以在同一流相同一波长下同时测定五味子甲素、乙素。参考文献:[1]

中国医学科学院药物研究所. 中草药现代研究(第1卷) [M].

北京:北京医科大学中国协和医科大学联合出版社, 1995.[2] 杨放,袁军,付平. 五味子的研究概况[J].

华西药学杂志, 2003, 18(6): 438.[3] 宋小妹,曹林林,董彬. 南五味子有效成分提取工艺研究[J]. 现代中医药,

2003, 1(5): 74.[4] 周庆华. 超临界萃取技术最佳方法的研究[J]. 哈尔滨理工大学报, 2003, 8(3): 125.[5]

河海冰,唐星,于叶淼. 生脉粉针剂中五味子醇甲和总木脂素的含量测定[J]. 沈阳药科大学学报, 2005, 22(4):

282.[6] 杜英峰,袁志芳,张兰桐,等. rp-hplc法测定五味子及维肝福泰片中五味子甲素和五味子乙素的含量[

J]. 中草药, 2004, 35(5): 519. · 1177