

干姜经不同炮制法对 6-姜酚含量的影响

王航宇^{1,2}, 李国玉^{1,2}, 张珂¹, 赵文彬^{1,2*}, 王金辉^{1,3}

(1. 石河子大学药学院, 石河子 832002; 2. 教育部新疆特种植物药资源重点实验室, 石河子 832002;
3. 沈阳药科大学中药学院, 沈阳 110016)

[摘要] 目的: 研究干姜经不同的炮制方法对其主要化学成分 6-姜酚含量的影响。方法: 采用 HPLC 测定炒黄、炒炭(清炒、闷煨)、麸炒、砂炒等不同炮制工艺后干姜中 6-姜酚含量的变化。结果: 传统炮制中 6-姜酚的含量从大到小依次为: 炒黄 > 麸炒 > 干姜 > 砂炒 > 炒炭 > 闷煨。结论: 炮制火候和条件是影响干姜中 6-姜酚含量的主要因素, 炒黄的温度条件相对最低, 其 6-姜酚含量最高为 $8.57 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, 麸炒温度条件比炒黄稍高一些, 其 6-姜酚含量为 $8.14 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$, 说明一定受热程度有利于提高干姜中 6-姜酚含量。

[关键词] 干姜; 传统炮制; 6-姜酚; 高效液相色谱

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)01-0077-04

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20121029.1622.003.html>

[网络出版时间] 2012-10-29 16:22

The Preliminary Study of Different Processing Methods on Ginger

WANG Hang-yu^{1,2}, LI Guo-yu^{1,2}, ZHANG Ke¹, ZHAO Wen-bin^{1,2*}, WANG Jin-hui^{1,3}

(1. School of Pharmacy, Shihezi University, Shihezi 832002, China;

2. Key Laboratory of Phytomedicine Resources & Modernization of Traditional Chinese Medicine, Shihezi 832002, China; 3. College of Traditional Chinese Materia Medica, Shenyang Pharmaceutical University, Shenyang 110016, China)

[Abstract] **Objective:** To study the influence of different processed methods on the content of 6-gingerol in ginger. **Method:** HPLC was used to determine 6-gingerol in ginger processed by fried yellow, fried carbon

[收稿日期] 20120407(009)

[基金项目] 国家科技支撑计划 2012(BA3B0B02); 石河子大学科学技术研究发展计划(ZRXX2009ZD05)

[第一作者] 王航宇, 在读硕士, 副教授, 从事天然产物化学研究, Tel:18909932852, E-mail:18909932852@189.cn

[通讯作者] * 赵文彬, 高级实验师, 硕士研究生同等学力, 从事天然产物化学的研究, E-mail: zhaowenbin926@sina.com

[11] 徐皓, 咎丽霞, 赵桦. 微量元素对延胡索有效成分含量的影响[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(5):90.
[12] 佟苗苗, 翟延君, 王添敏, 等. 不同产地急性子中人体必需微量元素含量测定与分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(14):95.
[13] 何晋浙, 赵培成, 张安强, 等. 灵芝及其类似品中的 20 种微量元素的分析研究[J]. 药物分析杂志, 2010, 30(5):847.
[14] 张廷红, 周智勇. ICP-AES 法测定胰酶中重金属元素[J]. 药物分析杂志, 2007, 27(10):1607.

[15] 黄勇, 郭东锋, 骆翔, 等. 寄生植物肉苁蓉及寄主微量元素的含量研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2011, 31(4):1030.
[16] 苏琨, 马强, 盛振华, 等. ICP-AES 法测定蒙药蓝盆花中的微量元素[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(8):96.
[17] Charles B Boss, Kenneth J Fredeen. Concepts instrumentation and techniques in inductively coupled plasma optical emission spectrometry[M]. Norwalk: The Perkin-Elmer Corporation, 1999:36.

[责任编辑 顾雪竹]

(clean fry, stewed calcined), wheat bran fry, and sand fry respectively. **Result:** The content of 6-gingerol from high to low was fried yellow, wheat bran fry, crude ginger, sand fry, fried carbon (clean fry), stewed calcined. **Conclusion:** The amount and timing of heat in processing procedure were the main factors affecting the content of 6-gingerol in ginger. The temperature of fried yellow was lower than wheat bran fry, however the content of 6-gingerol in fried yellow ginger was higher than that in wheat bran fry Ginger with $8.57 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ and $8.14 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ respectively. A certain degree of heat can improve the content of 6-gingerol in ginger.

[**Key words**] Rhizoma Zingiber; processing Rhizoma Zingiber; 6-gingerol; HPLC

干姜为姜科姜属植物姜的干燥根茎^[1], 冬季采挖, 除去须根及泥沙, 晒干或低温干燥。自古就被医学家视为药食同源的保健品。

炮姜^[2]则是将干姜炮制成表面棕黑色或棕褐色, 内部棕黄色, 质轻泡, 性味由干姜的辛热改变为苦涩辛温, 其作用主要化瘀止血, 用于治疗虚寒性的吐血、便血、崩漏及产后血虚里寒、腹痛瘀滞等证^[3]。姜中的活性成分有抗肿瘤、抗病毒、抗菌和止吐等活性^[4-7], 有明显的抗氧化及清除自由基 (HO·和 O₂·) 作用^[8-9]。其主要功效成分以 6-姜酚含量最高。本实验用高效液相色谱法测定干姜中 6-姜酚含量, 研究干姜经不同炮制方法: 炒黄、炒炭 (清炒、闷煨)、麸炒、砂炒后对其中 6-姜酚含量的影响, 定量分析了 4 种炮制方法中干姜药材的主要成分含量的变化, 为干姜炮制工艺及炮制品的利用和提供依据。

1 材料

1.1 仪器与药材 Waters 高效液相色谱仪 (2695), DF-15 台式连续投料粉碎机 (温岭市林大机械有限公司), 电子分析天平 Sartorius (北京赛多利斯仪器系统有限公司), KD21C-BI 型微波炉 (广东美的微波炉制造有限公司)。干姜药材产自河北 (购于兵团药店), 批号 090901, 经生药学鉴定为姜 *Zingiber officinale* Rost. 的根茎, 筛选备用。

1.2 试剂 6-姜酚对照品 (本实验室自制, 纯度 > 98.5%)。乙腈, 甲醇为色谱纯购自 J. T. Baker Co. Ltd (USA), 其他甲醇、石油醚、乙醚试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 干姜炮制品的制备^[1]

2.1.1 炒黄 取净干姜片约 100 g, 大小均匀, 按《中国药典》(2010 年版) 附录 II D 方法, 将干姜片置热锅内, 用文火加热 (160 ~ 170 °C), 不断翻炒至干姜片颜色加深, 并逸出香气, 取出平铺在搪瓷盘上放凉, 备用。

2.1.2 炒炭^[2] (炒炭存性)

2.1.2.1 清炒 取净干姜片约 100 g, 按《中国药

典》(2010 年版) 附录 II D 方法, 置热锅内, 用武火或中火加热 (220 ~ 300 °C), 不断翻炒至干姜表面焦黑色, 内部棕褐色, 喷淋少许清水, 灭尽火星, 略炒, 取出平铺在搪瓷盘上晾干, 备用。

2.1.2.2 闷煨 取净干姜片约 100 g, 按《中国药典》(2010 年版) 附录 II D 方法, 置锅内, 上盖一个口径较小的瓷碗, 两器皿接合处用筛好的砂子封闭, 碗上压重物, 扣碗底部贴一白纸条或放几粒大米, 用文武火加热, 煨至白纸条或大米呈来黄色为度, 离火, 待凉后取出平铺在搪瓷盘上, 筛去碎屑备用。

2.1.3 麸炒 取净干姜片约 100 g, 按《中国药典》(2010 年版) 附录 II D 方法, 取适量麦麸 (能掩盖药材的量), 先将麦麸撒入热锅内, 麦麸立即冒烟, 用中火加热, 倒入干姜片, 反炒至表面深黄色, 取出, 筛去麦麸, 平铺在搪瓷盘上, 放凉备用。

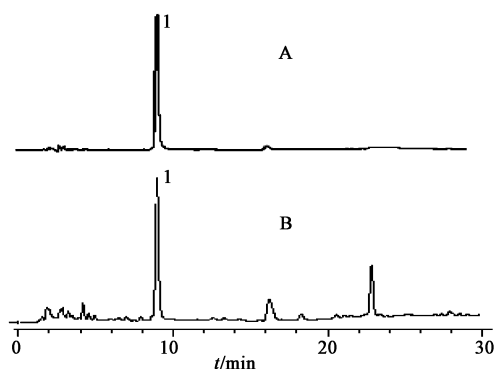
2.1.4 砂炒 取净干姜片约 100 g, 按《中国药典》(2010 年版) 附录 II D 方法, 先将净砂置热锅内 (砂的用量以能掩盖所加药物为度), 用武火加热, 炒至滑利容易翻动时, 将干姜片倒入不断翻炒至鼓起, 表面棕褐色或焦黑色, 内部焦黄或焦褐色, 取出, 筛去砂, 平铺在搪瓷盘上, 晾干备用。

2.2 6-姜酚含量的测定^[10]

2.2.1 色谱条件 色谱柱为 Sciencome Kromasil C₁₈ (4.6 mm × 200 mm, 5 μm) 及预柱, 流动相为乙腈 (A)-水 (B), 梯度洗脱过程 (A 梯度) 0 ~ 6 min 45% ~ 50%, 6 ~ 13 min 50% ~ 55%, 13 ~ 28 min 55% ~ 90%。检测波长 280 nm, 柱温 30 °C, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 理论板数以 6-姜酚计不低于 3 000。精密吸取 **2.2.2** 项下对照品溶液 10 μL, 供试品溶液各 20 μL 进行色谱分析, 记录色谱图。结果见图 1。

2.2.2 对照品溶液的制备 精密称取 6-姜酚对照品 10.65 mg, 置 500 mL 量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得对照品储备液 (每 1 mL 含 6-姜酚 0.234 3 mg)。

2.2.3 供试品溶液的制备 取干姜片用粉碎机粉碎, 精密称定约 0.5 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲



1. 6-姜酚; A. 对照品; B. 供试品

图1 干姜 HPLC

醇 25 mL, 密塞, 摇匀, 称定质量, 超声处理 60 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 用微孔滤膜 (0.45 μm) 滤过, 备用。

2.2.4 线性关系考察 精密吸取对照品储备溶液配置一系列浓度分别为 0.021 3, 0.063 9, 0.106 5, 0.149 1, 0.191 7, 0.234 3 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, 依次进样, 进样量 10 μL , 测定峰面积, 以峰面积 (Y) 为纵坐标, 6-姜酚量 (X) 为横坐标, 绘制标准曲线, 计算得回归方程为 $Y = 502\ 929X - 16\ 177$ ($r = 1$), 结果表明 6-姜酚在 0.213 ~ 2.343 μg 呈良好的线性关系。

2.2.5 精密实验 分别精密吸取对照品溶液各 10 μL , 重复进样 6 次, 按 3.1 项下色谱条件, 测定色谱峰面积, 6-姜酚的平均峰面积为 516 147, RSD 0.3%, 表明使用该仪器精密良好。

2.2.6 重复性试验 对同一批干姜药材按供试品溶液的制备方法平行制备 6 份, 各精密吸取 10 μL , 分别进样分析, 测定色谱峰面积, 并计算, 结果 RSD 1.9%。

2.2.7 稳定性实验 精密吸取同一供试品溶液 6 份, 室温下分别于 0, 2, 4, 6, 8, 12 h 后进样, 进样量 10 μL , 按 2.2.1 项下方法测定峰面积, 计算 RSD 1.2%, 表明样品溶液在 12 h 内稳定。

2.2.8 回收率试验 精密称取已知 6-姜酚含量的干姜粉末约 0.5 g, 平行 6 份, 分别加入为药材含量 80% 的 6-姜酚对照品, 按 2.2.3 项下制备样品溶液。各精密吸取 10 μL , 分别进样分析, 测定色谱峰面积, 并计算, 结果见表 1。

2.2.9 炮制品中 6-姜酚的含量测定 分别对以上 4 种炮制方法的 5 种炮姜饮片进行粉碎, 各取干姜粉末约 0.5 g, 精密称定, 按照 2.2.3 项下方法进行处理, 按 2.2.1 项下方法测得定, 根据峰面积利用标准曲线法计算相应的药材中 6-姜酚含量。结果见表 2, HPLC 综合图谱从下至上依次为: 6-姜酚对照

表1 干姜药材 6-姜酚回收率

取样量 /g	样品 含量 /mg	加入量 /mg	实测量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.502 8	1.198	0.852	2.066	101.9	100.3	1.16
0.502 0	1.205	0.852	2.069	101.4		
0.503 1	1.235	0.852	2.075	98.6		
0.501 7	1.227	0.852	2.085	100.6		
0.503 5	1.235	0.852	2.085	99.7		
0.503 9	1.241	0.852	2.087	99.3		

品、样品干姜、炒黄、麸炒、砂炒、炒炭、闷煨, 见图 2。

表2 炒黄、麸炒、砂炒、炒炭、闷煨炮制品, 干姜的 6-姜酚含量

样品	取样量 /g	峰面积	样品浓度 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	6-姜酚量 /mg	含量 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
炒黄	0.512 5	867 867.9	0.175 8	4.394	8.57
麸炒	0.512 7	823 629.1	0.167 0	4.175	8.14
砂炒	0.509 5	689 367.2	0.140 3	3.507	6.88
清炒	0.505 1	296 720.8	0.062 2	1.555	3.08
闷煨	0.508 0	-	-	-	-
干姜	0.503 6	806 480.3	0.163 6	4.089	8.12

3 讨论

干姜的炮制品在中医临床上都是常用中药, 不同炮制品其功能主治和有效成分含量各异, 因此本文利用 HPLC 建立了以干姜中的 6-姜酚含量为评价指标, 对比考察了干姜生品和不同炮制品中 6-姜酚含量的差别。结果表明, 与生品干姜相比, 不同炮制品中的 6-姜酚含量均有不同程度的变化, 表现为干姜经炒黄后, 6-姜酚含量干有所升高, 原因可能为姜稍微受热后细胞壁被破坏, 而使得成分易溶出, 提取率增大; 有利于有效成分 6-姜酚的挥发, 从而使 6-姜酚含量提高; 而随炒制时间及温度的增加, 干姜中 6-姜酚含量逐渐降低, 这可能是在提取率基本不变的情况下, 热不稳定性作用使得干姜中 6-姜酚受热分解而使其含量逐渐降低。在炮制过程中炒黄的温度条件相对最低, 其 6-姜酚含量最高为 8.57 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, 麸炒温度条件比炒黄稍高一些, 其 6-姜酚含量为 8.14 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, 说明一定受热程度有利于干姜中 6-姜酚含量的挥发提高。结果确定, 干姜经炒黄后, 测得干姜中 6-姜酚含量为最佳炮制工艺, 麸炒对干姜中 6-姜酚的含量无显著影响; 而砂炒、炒炭、闷煨火候温度条件较高, 其中指标成分 6-姜酚含量较生品中均有不同程度的降低。但具体机制有待做进一

