

姜黄炮制前后姜黄素、挥发油含量比较研究

杨海玲¹, 宋永龙², 覃葆^{1*}, 黄华艳¹, 吴尤娇¹, 徐信¹

(1. 广西中医学院药学院, 南宁 530001; 2. 江苏康缘药业股份有限公司, 江苏 连云港 222002)

[摘要] 目的:比较姜黄炮制前后各样品中姜黄素及挥发油含量。方法:采用 SHIMADZU, VP-ODS C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 色谱柱, 流动相乙腈-0.1% 冰醋酸溶液(48:52), 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 430 nm, 柱温 35 °C。挥发油采用水蒸气蒸馏法。结果:姜黄不同炮制品姜黄素的含量为原药材(10.77 mg·g⁻¹) > 微炒品(10.04 mg·g⁻¹) > 生品(10.02 mg·g⁻¹) > 酒制品(9.44 mg·g⁻¹) > 醋制品(9.28 mg·g⁻¹)。挥发油含量为:原药材(8.05%) > 生品(8.00%) > 酒制品(7.99%) > 微炒品(7.81%) > 醋制品(7.60%)。结论:不同炮制方法对姜黄中姜黄素及挥发油含量均有一定的影响。

[关键词] 姜黄; 炮制; 挥发油; 姜黄素; 高效液相色谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)17-0108-04

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20120704.1735.009.html>

[网络出版时间] 2012-07-04 17:35

Comparison of Curcumin and Volatile Oil Content in *Curcuma longa* before and after Processed

YANG Hai-ling¹, SONG Yong-long², QIN Bao^{1*}, HUANG Hua-yan¹, WU You-jiao¹, XU Xin¹

(1. Department of Pharmacy, Guangxi Traditional Chinese Medical University, Nanning 530001, China;

2. Kanion Pharmaceutical Co., Ltd, Lianyungang 222002, China)

[收稿日期] 20111213(004)

[基金项目] 广西中医学院普通课题(P2009055)

[第一作者] 杨海玲, 讲师, 硕士, 从事中药炮制教学与质量控制研究, Tel:15977184822, E-mail: gxyangh2005@126.com

[通讯作者] *覃葆, 副教授, 学士, 从事中药炮制与新药研究, Tel:13481151916, E-mail: bbythemoon@yahoo.com.cn

的可能性增大, 在测定样品时样品的浓度不宜过低。

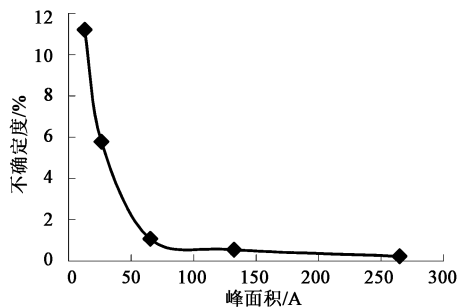


图2 连翘苷的峰面积与所引不确定度关系

[参考文献]

[1] 中国药典. 一部[S]. 2010:611.
 [2] 梅爱华, 蓝学威. 气相色谱法检测空气中有机物挥发总量的不确定度评定[J]. 分析测试学报, 2010, 29(1):88.

[3] 王宜生. 果蔬食品中有机磷类农药不确定度的测定[J]. 食品研究与开发, 2010, 31(8):125.
 [4] 饶毅, 夏川川, 周海滨, 等. 高效液相色谱法测定白芍总苷的不确定度分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(19):89.
 [5] 吕尚, 魏惠珍, 饶毅. 原子吸收火焰法测定药用辅料山梨醇中的镍元素及其不确定度评价[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(20):52.
 [6] 付朝晖, 王全凯, 王健, 等. 大鼠吸入毒性实验空气样品浓度不确定度评定[J]. 毒理学杂志, 2012, 26(1):37.
 [7] 国家质量技术监督局. JJF1059-1999. 测定不确定度评定与表示[S]. 北京:中国计量出版社, 1999.
 [8] 魏惠珍, 饶毅, 李新南, 等. 气相色谱内标法测定牡荆油胶丸中β-丁香烯含量的不确定度评定[J]. 药物分析杂志, 2009, 29(11):1881.

[责任编辑 顾雪竹]

[Abstract] Objective: To compare the diversity of curcumin content in *Curcuma longa* before and after processed. **Method:** The column of HPLC was SHIMADZU VP-ODS C₁₈ (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% acetic acid (48:52), V = 1.0 mL · min⁻¹, λ = 430 nm, t = 30 °C. Volatile oil was extracted with steam distillation. **Result:** The content of curcumin in different processed products of *C. longa* was as follows: raw materials (10.77 mg · g⁻¹) > slightly fried sample (10.04 mg · g⁻¹) > primitive (10.02 mg · g⁻¹) > liquor-fried sample (9.44 mg · g⁻¹) > vinegar-fried sample (9.28 mg · g⁻¹). The content of volatile oil was as follows: raw materials (8.05%) > primitive (8.00%) > liquor-fried sample (7.99%) > slightly fried sample (7.81%) > vinegar-fried sample (7.60%). **Conclusion:** Different processed methods may have some affection to the quality of *C. longa*.

[Key words] *Curcuma longa*; processing; volatile oil; curcumin; HPLC

姜黄为姜科姜黄属多年生草本植物姜黄的干燥根茎,主产于广西南部至东南部,辛、苦而性温,归脾、肝经,具有破血行气、通经止痛作用,可用于胸胁刺痛、闭经、癥瘕、风湿肩臂疼痛、跌扑肿痛^[1]。姜黄始载于唐代《仙授理伤续断秘方》,记载有“湿纸裹煨”^[2],在古代其炮制方法有生用、酒炒^[3]、醋炒^[4]等方法。姜黄中含有挥发油、姜黄素等成分,其中姜黄素的降血脂、抗癌、抗氧化、清除自由基等生理功能和作用机制国内外许多文献相继报道^[5]。有报道用高效液相色谱法测定姜黄药材中姜黄素的含量^[6],而对姜黄炮制前后姜黄素含量的变化未见有报道。本文利用 HPLC 比较不同炮制方法对姜黄中姜黄素成分的影响,同时运用《中国药典》方法测定各炮制品挥发油含量,以期对姜黄规范化炮制及饮片质量标准制定提供参考。

1 材料

1.1 仪器 安捷伦 LC-1100AT 高效液相色谱分析仪,紫外检测器。

1.2 试药 姜黄购于玉林药材市场,经广西中医学院韦松基教授鉴定,为姜科植物姜黄 *Curcuma longa* L. 的干燥根茎。姜黄素对照品(中国药品生物制品检定所,批号 110823-200603)。色谱甲醇、乙腈,纯净水,其他试剂均为分析纯。

原药材:取姜黄干药材(中等大小),放入 35 °C 的烘箱中烘 11 h,取出放凉,即得。收得率为 98%。**生品:**取原药材,洗净(抢水洗),润透(20 h),切厚片(3 mm),35 °C 烘箱干燥,筛去碎屑作为生品(饮片)。收得率为 86.1%。**微炒品:**取生品(饮片)置预热电炒锅中,文火(600 W),加热翻炒(3 min),炒后姜黄饮片呈亮黄色并有姜黄特有的香气,取出,放凉。收得率为 98%。**酒制品:**取生品(饮片),加定量黄酒拌匀,稍闷润,待酒被吸尽后,置预热电炒锅内,用文火(600 w),加热翻炒(5 min),炒至亮黄

色,略带焦斑时,取出,放凉。收得率为 112%。姜黄每 100 kg,用黄酒 10 kg。**醋制品:**取生品(饮片),加定量米醋拌匀,稍闷润,待醋被吸尽后,置预热电炒锅内,用文火(600w),加热翻炒(5 min),炒至亮黄色,略带焦斑时,取出,放凉。收得率为 110%。姜黄每 100 kg,用米醋 20 kg。

2 方法与结果

2.1 姜黄素含量测定

2.1.1 色谱条件 SHIMADZU, VP-ODS C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),流动相乙腈-0.1% 冰醋酸溶液(48:52),流速 1.0 mL · min⁻¹,紫外检测波长为 430 nm,柱温 35 °C,进样量 10 μL。在上述条件下,姜黄素得到了较好的分离,相邻峰间分离度均大于 1.5,计算理论塔板数不低于 10 000。结果见图 1。

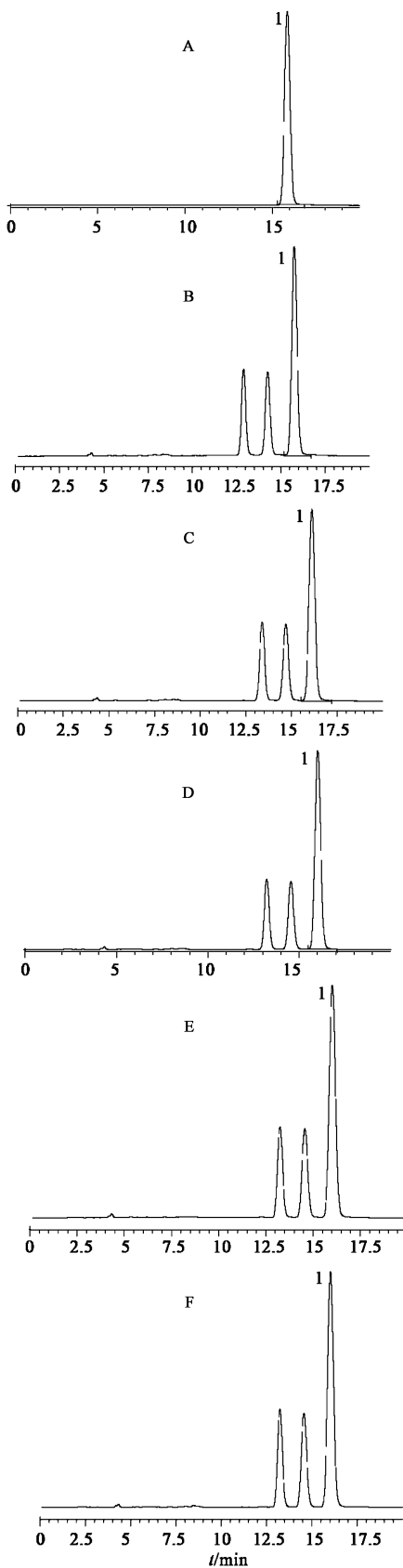
2.1.2 对照品溶液的制备 精密称取姜黄素对照品 0.003 0 g 于 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解并定容至刻度,即得(浓度为 0.12 g · L⁻¹)。

2.1.3 供试品溶液的制备 分别精密称取各样品粉末(40 目)0.2 g,精密加入甲醇 25 mL,称重,回流提取 30 min,放冷,补足质量,过滤,取滤液适量,离心冷藏备用。

2.1.4 线性关系的考察 分别精密吸取姜黄素对照品溶液 2, 4, 6, 8, 10 μL,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积 Y(mAU)对应姜黄素对照品进样量 X(μg)进行线性回归,得回归方程 $Y = 13\ 261.583\ 3X + 62.3$ ($r = 0.999\ 8$),姜黄素在 0.24 ~ 1.20 μg 内线性关系良好。

2.1.5 精密度试验 精密吸取姜黄素对照品溶液 10 μL,在 2.1.1 项色谱条件下,连续进样 6 次,RSD 1.20%,表明该仪器精密度良好。

2.1.6 重复性试验 按上述样品溶液制备方法 & 色谱条件,对同一样品(酒制品)平行测定 5 份,RSD



A. 对照品; B. 原药材; C. 生品; D. 微炒品;
E. 酒制品; F. 醋制品; 1. 姜黄素对照品
图 1 姜黄素对照品及姜黄各样品 HPLC

1.15%, 表明本方法重复性良好。

2.1.7 稳定性试验 精密吸取酒制品溶液 10 μL , 分别在 0, 3, 6, 9, 12, 24 h 进样, 结果 RSD 1.66%, 表明样品溶液在 24 h 内稳定。

2.1.8 加样回收率试验 精密称取已知含量的酒制品粉末 6 份, 每份约 0.1 g, 精密称定。分别加入姜黄素对照品 0.94 mg。依法制备供试品溶液, 按 2.1.1 项下条件测定, 平行 6 份, 计算回收率, 结果见表 1。

表 1 姜黄素的加样回收率试验

称样量 /g	含有量 /mg	测得值 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
0.100 1	0.93	1.88	100.69	100.65	1.79
0.100 0	0.93	1.87	99.83		
0.100 3	0.93	1.88	100.84		
0.100 2	0.93	1.89	102.12		
0.100 5	0.93	1.85	97.66		
0.100 4	0.93	1.90	102.75		

注: 加入姜黄素对照品均为 0.94 mg。

2.1.9 样品含量测定 按 2.1.3 项下制备供试品溶液, 分别吸取各样品 10 μL , 依法进样进行测定, 结果见表 2。

表 2 姜黄不同炮制品姜黄素的含量测定 ($n=3$)

样品名称	姜黄素 / $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$	RSD /%
原药材	10.77	0.44
生品	10.02	1.6
微炒品	10.04	1.07
酒制品	9.44	0.27
醋制品	9.28	1.12

2.2 姜黄各样品挥发油含量测定方法及结果 分别称取姜黄各样品粉末 20 g 至 2 000 mL 的圆底烧瓶中, 加入 800 mL 的蒸馏水和数粒沸石, 按《中国药典》2010 年版附录 XD 挥发油测定法进行测定, 结果见表 3。

3 讨论与小结

由表 1 结果可知, 姜黄炮制前后姜黄素含量有变化, 其含量高低如下: 原药材 ($10.77 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) > 微炒品 ($10.04 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) > 生品 ($10.02 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) > 酒制品 ($9.44 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$) > 醋制品 ($9.28 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)。此结果说明姜黄经炮制后姜黄素含量, 但均达到《中国药典》规定的不得少于 0.90% 的标准, 但经酒制、醋制后其含量较生品含量低, 说明炮制对姜黄素

表3 姜黄不同炮制品挥发油的含量($n=3$) %

样品名称	挥发油百分含量	RSD
原药材	8.05	2.30
生品	8.00	1.13
微炒品	7.81	1.85
醋制品	7.60	1.07
酒制品	7.99	1.46

含量有一定的影响。原药材含量较生品、微炒品高,说明切制、炮制均可能对姜黄素含量产生影响;生品与微炒品含量相差不大,均较药典高,可能由于本实验中生品炮制是采用抢水洗后闷润,与药典“略泡,闷润”法比较,减少了姜黄药材与水接触的时间,同时切片后采用低温(35℃)干燥,从而减少了姜黄素的损失;而酒制品较生品低,醋制品最低,但两者含量相差不大,可能是由于酒制品、醋制品经过加入辅料酒、醋炮制后,虽经炒制,但其实际含水量较生品高,从而减少称样量中姜黄素的含量,或者由于文火炒干时,其温度较高(约120℃)使得部分姜黄素挥发或发生分解,最终使其含量降低。由此可见,古人要求姜黄炮制“不宜见火盖辛胜是其功用,见火则辛去矣”^[7],有一定的科学道理。

由表2结果可知,姜黄炮制前后其挥发油含量均符合《中国药典》姜黄项下原药材不得少于7.0% ($\text{mL}\cdot\text{g}^{-1}$),饮片不得少于5.0% ($\text{mL}\cdot\text{g}^{-1}$)的规定,其含量如下,原药材(8.05%) > 生品(8.00%) > 酒制品(7.99%) > 微炒品(7.81%) > 醋制品(7.60%)。从结果可看出姜黄炮制前后,其挥发油含量以原药材为最高,说明药材质量较好,同时其含量较生品略高可能是由于原药材未经任何水处理过程,避免了挥发油成分的损失;而生品又较酒制品、

微炒品、醋制品含量高,可能是由于生品未经加热处理(文火加热),减少了挥发油类成分的挥发。综上所述,加热、炮制均可能对姜黄中姜黄素、挥发油类等成分产生一定的影响。因此,笔者认为对其炮制工艺及炮制规律性变化还应该结合其他的指标性成分及药效学方面进行进一步研究。

《中国药典》对姜黄中姜黄素含量测定方法中流动相为“乙腈-0.4%冰醋酸溶液”(48:52),本实验对该条件进行了适当调整,改为“乙腈-0.1%冰醋酸溶液”(48:52),柱温35℃。结果显示,该条件下姜黄素与其他成分达到良好的分离效果,同时降低了流动相中冰醋酸的含量,减少其对色谱柱的腐蚀性,达到保护色谱柱,延长其使用寿命的目的。本实验方法,简单、稳定、可靠,可作为姜黄素含量测定方法。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S]. 2010:247.
- [2] 唐.蔺道人.理伤仙授续断秘方[M].北京:人民卫生出版社,1957:16.
- [3] 清.汪昂.医方集解[M].北京:中国中医药出版社,1997:134.
- [4] 明.李挺.医学入门[M].北京:中国中医药出版社,1995:193.
- [5] 韩婷,宓鹤鸣.姜黄的化学成分及药理活性研究进展[J].解放军药学学报,2001,17(2):95.
- [6] 石雪蓉,谭睿.HPLC法测定姜黄药材中姜黄素的含量[J].中药材,2004,27(12):916.
- [7] 清.杨时泰.本草述钩元[M].上海:上海科学技术出版社,1959:186.

[责任编辑 顾雪竹]