

正交试验优选干姜的制备工艺

吕沐, 钟凌云*

(江西中医药大学药学院, 南昌 330004)

[摘要] 目的: 优选干姜的制备工艺, 为后续干姜煮汁的制备提供参考。方法: 以 6-姜辣素和挥发油含量的综合评分为评价指标, 通过 $L_9(3^4)$ 正交试验考察切片规格、干燥温度和干燥时间对干姜制备工艺的影响。采用 HPLC 测定 6-姜辣素的含量, 流动相乙腈-甲醇-水(40:5:55) 检测波长 280 nm。结果: 最佳制备工艺为切片规格 0.3 cm, 置烘箱中 55 °C 烘干, 干燥时间 18 h。6-姜辣素和挥发油质量分数分别为 0.914%、1.273%。结论: 优选的制备工艺切实可行, 可作为干姜煮汁的原料药制备工艺。

[关键词] 干姜; 6-姜辣素; 挥发油; 切片规格

[中图分类号] R283.6; R284.1; R283.3; R943.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2015)15-0023-03

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2015150023

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20150610.0949.007.html>

[网络出版时间] 2015-06-10 9:49

Optimization of Preparation Technology of Zingiberis Rhizoma with Orthogonal Test LYU Mu, ZHONG Ling-yun* (School of Pharmacy, Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine, Nanchang 330004, China)

[Abstract] **Objective:** To optimize preparation technology of Zingiberis Rhizoma, in order to provide a reference for preparing Zingiberis Rhizoma liquor. **Method:** With composite score of contents of 6-gingerol and volatile oil as evaluation index, effects of slice specifications, drying temperature and drying time on preparation technology of Zingiberis Rhizoma was studied by orthogonal test. **Result:** Optimal preparation technology was to slice for 0.3 cm, set oven temperature at 55 °C and dry for 18 h. Mass fractions of 6-gingerol and volatile oil were 0.914% and 1.273%, respectively. **Conclusion:** This optimized preparation process is feasible and so can be used as process of pharmaceutical product for Zingiberis Rhizoma liquor.

[Key words] Zingiberis Rhizoma; 6-gingerols; volatile oil; slice specifications

干姜为姜科植物姜的干燥根茎^[1], 主要含有挥发油、姜辣素、二苯基庚烷类化合物、氨基酸和糖类等。姜辣素为辣味物质, 是干姜中的主要有效成分, 具有抗炎、强心、保肝利胆、抗肿瘤、抗胃溃疡等作用^[2]。干姜作为炮制辅料, 多以煮汁形式对药物进行炮制, 有关姜汁制备的已有较多文献报道。张林新等^[3]阐述了干姜和干生姜并非一种药物, 生姜的干燥品是干生姜, 而不是干姜。刘明岭等^[4]调查发现目前市场上常见有形质迥异的 2 种干姜饮片, 两者之间的优劣十分明显, 但临床均作为干姜配方, 优

质干姜为四川药姜炕干而得, 劣质干姜主要由菜姜切片晒干制得。王美芝等^[5]通过对不同干姜药源进行考证, 认为道地干姜是四川、贵州等地药姜之母姜的加工品, 其中四川犍为和沐川是干姜的主产地, 所产干姜品质最佳, 为道地药材, 犍为县被四川省科技厅列为干姜生产质量管理规范(good agricultural practice, GAP)生产基地。

目前一些地区将变味的菜姜切片晒干作为干姜, 还有不少文献记载冬季采收的生姜为干姜, 更有认为食用生姜晒干就是干姜, 这直接导致市场上所

[收稿日期] 20150414(012)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81460605); 江西中医药大学校级专项(2013ZR040)

[第一作者] 吕沐, 硕士, 从事中药饮片质量标准及炮制机制研究, Tel: 18608651947, E-mail: 1198517376@qq.com

[通讯作者] * 钟凌云, 教授, 博士生导师, 从事中药饮片质量标准及炮制机制研究, Tel: 0791-87118939, E-mail: ly1638163@163.com

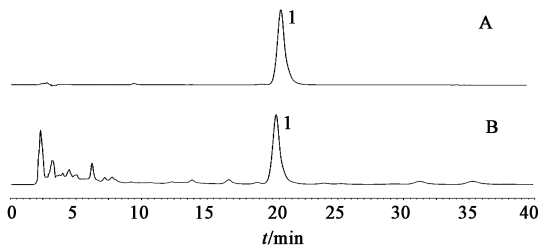
售干姜质量参差不齐。入药干姜必须讲求道地,四川是药姜的正宗产地,故本文以四川药姜的母姜作为干姜的主要来源。依据 2010 年版《中国药典》,取鲜母姜除去杂质,略泡,洗净,润透,切厚片或者块,晒干或低温干燥,即得干姜。制备干姜的关键点是切片规格、干燥时间和干燥温度,例如温度太高会使其挥发油成分损失而影响质量^[6],但具体的制备方法至今尚未见文献报道。本实验采用高效液相色谱法(HPLC)测定干姜中主要成分 6-姜辣素含量,利用水蒸气蒸馏法提取挥发油,以 6-姜辣素和挥发油含量为综合评价指标,通过正交试验优选干姜的制备工艺,为后续干姜煮汁的制备提供理论依据。

1 材料

UltiMate3000 型高效液相色谱仪(美国 Dionex 公司,包括 PDA-3000 型二极管阵列紫外检测器和 Chromeleon 工作站),AE240 型 1/10 万电子分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司),CP214 型 1/1 万电子天平(奥豪斯仪器上海有限公司),YF-11B 型中药粉碎机(长沙旭朗粉碎机械有限公司),101-1A 型电热恒温鼓风干燥箱(上海沪粤明科学仪器有限公司)。生姜购自四川犍为农家,经江西中医药大学葛菲教授鉴定为姜科植物姜 *Zingiber officinale* 的新鲜根茎;6-姜辣素(上海奈启生物科技有限公司,批号 100009-201410,纯度 >98%),乙腈、甲醇为色谱纯,水为高纯水,其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Hypersil ODS2 色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm),柱温 30 °C,流速 1 mL·min⁻¹,检测波长 280 nm,流动相乙腈-甲醇-水(40:5:55)。见图 1。



A. 对照品; B. 供试品; 1. 6-姜辣素

图 1 干姜 HPLC

Fig. 1 HPLC of *Zingiberis Rhizoma*

2.2 对照品溶液的制备 精密称取 6-姜辣素对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取生姜 800 g,除去杂质,

洗净,切片,低温干燥,按一定条件制备干姜。精密称取干姜粉末(过三号筛)约 0.25 g,置具塞锥形瓶中,精密加入 75% 甲醇 20 mL,称定质量,超声处理(100 W, 40 kHz) 40 min,放冷,称定质量,加 75% 甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取上清液,过 0.22 μm 微孔滤膜,即得。

2.4 线性关系考察 精密配制不同质量浓度(9.95, 49.75, 99.5, 149.25, 199.0 mg·L⁻¹)的 6-姜辣素对照品溶液,按 2.1 项下条件测定,进样量 20 μL,以进样量为横坐标,峰面积为纵坐标,得回归方程 $Y = 16\ 234X + 0.513\ 1$ ($R^2 = 0.999\ 9$), 0.199 ~ 3.98 μg。

2.5 精密度试验 精密吸取 6-姜辣素对照品溶液 20 μL,按 2.1 项下条件连续进样 6 次,结果 6-姜辣素峰面积的 RSD 1.7%,表明仪器精密度良好。

2.6 重复性试验 取干姜粉末适量,按 2.3 项下方法制备 6 份供试品溶液,按 2.1 项下色谱条件测定,结果 6-姜辣素的平均质量分数 0.916%,RSD 2.0%,表明该方法重复性良好。

2.7 稳定性试验 取同一份供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12 h 按 2.1 项下色谱条件进样,结果 6-姜辣素峰面积的 RSD 2.2%,表明供试品溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.8 加样回收率试验 精密称取已知含量的干姜样品(6-姜辣素质量分数 0.917%) 6 份,每份约 0.25 g,分别置于 25 mL 量瓶中,各精密加入 6-姜辣素对照品溶液(49.75 mg·L⁻¹) 2 mL,按 2.3 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下色谱条件测定,计算平均加样回收率 100.5%,RSD 2.1%,表明该含量测定方法稳定可靠。

表 1 干姜中 6-姜辣素含量测定的加样回收率试验

Table 1 Recovery test of determination of 6-gingerol in *Zingiberis Rhizoma*

称样量/g	测得量/mg	回收率/%	平均值/%	RSD/%
0.250 6	2.399 9	102.51		
0.251 1	2.398 3	100.90		
0.250 4	2.395 0	97.59	100.52	2.1
0.250 1	2.396 3	98.89		
0.251 3	2.397 4	100.00		
0.250 8	2.400 6	103.22		

注:样品中量和加入量均分别为 2.297 9, 0.099 5 mg。

2.9 干姜挥发油的含量测定 按照《中国药典》2010 年版(一部)附录 X D 项下挥发油测定法测定。

取干姜 50 g 称定质量,置圆底烧瓶中,加 8 倍量水采用水蒸气蒸馏法提取 8 h,至挥发油量不再增加,停止加热,静置 > 1 h,读取挥发油量,计算供试品中挥发油质量分数。

2.10 正交试验优选 在前期试验基础上,选取切片规格、干燥温度、干燥时间为考察因素,选用 $L_9(3^4)$ 正交表安排试验,每个因素设 3 个水平,取生姜 800 g,共 9 份,按 2.3 项下制备供试品溶液,按 2.1 项下色谱条件测定 6-姜辣素含量,按 2.9 项下方法测定挥发油含量,利用 SPSS 16.0 处理数据。利用综合加权评分法对制备工艺进行评价,6-姜辣素和挥发油含量的权重系数均为 0.5,试验安排及结果见表 2,方差分析见表 3。

表 2 干姜制备工艺正交试验分析

Table 2 Orthogonal experimental analysis of preparation process of Zingiberis Rhizoma

No.	A 切片规格 /cm	B 干燥温度 /℃	C 干燥时间 /h	6-姜辣素 /%	挥发油 /%	综合评分 /分
1	0.3	50	12	0.903	1.04	88.043
2	0.3	55	18	0.917	1.27	97.388
3	0.3	60	22	0.817	0.70	70.667
4	0.5	50	18	0.841	0.80	75.707
5	0.5	55	22	0.611	0.77	62.047
6	0.5	60	12	0.776	0.58	63.953
7	0.7	50	22	0.633	0.69	60.261
8	0.7	55	12	0.457	1.34	74.918
9	0.7	60	18	0.643	0.62	58.194

表 3 综合评分方差分析

Table 3 ANOVA of composite score

方差来源	SS	MS	F	P
A	773.585	386.792	20.083	<0.05
B	311.744	155.872	8.093	>0.05
C	293.218	146.609	7.612	>0.05
D(误差)	38.519	19.260		

注: $F_{0.05}(2, 2) = 19$ 。

由直观分析可知,各因素对干姜制备工艺的影响顺序为 $A > B > C$ 。方差分析表明因素 A 对制备

工艺具有显著性影响,其他因素则均无显著性影响。确定最佳制备工艺条件定为 $A_1B_2C_2$,即切片规格 0.3 cm,干燥温度 55 ℃,干燥时间 18 h。取生姜 3 份,每份 800 g,采取优选的制备工艺进行切制,按 2.3 项下制备供试品溶液,按 2.1 项和 2.9 项下方法测定,结果 6-姜辣素质量分数分别为 0.911%, 0.901%, 0.929%, 挥发油质量分数依次为 1.25%, 1.30%, 1.27%, 说明优选的制备工艺稳定可行。

3 讨论

干姜为中医临床上常用中药,不同的加工方式其有效成分含量各异,姜辣素是干姜中的辣味物质,也是主要生物活性成分,其种类有很多种,其中含量较高的为 6-姜辣素^[7-8]。姜辣素的化学性质极不稳定,在干燥过程中会损失一部分。市场上的干姜质量参差不齐、来源不明,本文制备干姜,为课题组下一步研究干姜煮汁奠定基础。常用的干姜制备选择晒干或者低温干燥,因晒干时间过长,影响加工效率,因此本文建立了以干姜中的 6-姜辣素和挥发油含量作为评价指标,采用正交试验优选的制备工艺,提高了干姜的加工效率,又保证了其内在质量。

[参考文献]

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 13-14.
- [2] 韩成全, 洪燕, 姜蕾, 等. 姜的炮制、质控和药理研究进展[J]. 中国现代中药杂志, 2011, 13(4): 50-53.
- [3] 张林新, 杨兴文. 干姜历史来源献疑[J]. 中医药通讯, 2005, 4(1): 36-37.
- [4] 刘明岭, 玄振玉. 药用干姜与菜姜的区别[J]. 山东中医杂志, 2001, 20(12): 749.
- [5] 王美芝, 赵佳芝. 干姜非即“干生姜”[J]. 中国中医基础医学杂志, 2011, 17(8): 908-909.
- [6] 王维皓, 王智明. 姜的化学、药理研究进展[J]. 中国中药杂志, 2005, 30(20): 1569-1573.
- [7] 韩成全, 洪燕, 左东, 等. 不同干燥工艺干姜的 UPLC 特征指纹图谱比较研究[J]. 中成药, 2012, 34(6): 987-990.
- [8] 刘金环, 杨玉琴, 丁秦, 等. 干姜中挥发性成分的 GC 指纹图谱研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(1): 153-156.

[责任编辑 刘德文]