

# 不同产地干姜质量评价研究

温锦青<sup>1</sup> 周劲松<sup>1\*</sup> 于天颖<sup>1</sup> 马恩耀<sup>1</sup> 孔箭<sup>2</sup> 方达锋<sup>2</sup> 罗文英<sup>2</sup> 赖桂芳<sup>1</sup>

(1. 广东汉潮中药科技有限公司 广东 广州 510360; 2. 广州采芝林药业有限公司 广东 广州 510360)

**摘要:** 目的 对 10 批不同产地的干姜进行质量研究, 探讨各产地干姜之间的质量差异, 同时对质量评价的方法进行补充和完善。方法 依据《中国药典》2020 年版(一部)“干姜”项下对干姜进行多种检测, 包括规定下的性状、显微鉴别、薄层鉴别、水分、总灰分、浸出物、挥发油和 6-姜辣素含量以及二氧化硫残留量。结果 10 批干姜药材的性状鉴别与药典吻合, 粉末显微特征明显, 薄层显色相应位置上显相同颜色斑点, 水分测定的结果为 10.90%~12.31%, 平均值为 11.30%; 总灰分的测定结果为 2.95%~5.27%, 平均值为 4.18%; 二氧化硫残留量均未检出; 水溶性浸出物的测定结果为 24.23%~35.13%, 平均值为 31.66%; 挥发油的测定结果为 0.42%~0.62%, 平均值为 0.51%; 6-姜辣素的测定结果为 0.43%~0.48%, 平均值为 0.45%。通过主成分分析可得产自四川省宜宾市市辖区的干姜得分最高, 产自山东省潍坊市安丘市石埠子镇的干姜得分最低。结论 初步研究了干姜药材的质量标准, 四川省宜宾市市辖区的干姜质量最高, 产自山东省潍坊市安丘市石埠子镇的干姜质量最差。同时, 补充和完善的质量评价方法可靠, 可作为对未来的干姜质量评价标准。

**关键词:** 干姜; 6-姜辣素; 质量评价

干姜为姜科植物姜 *Zingiber officinale* Rose. 的干燥根茎<sup>[1]</sup>, 全国范围内均种植有干姜, 主要产地是四川、云南、贵州、山东等<sup>[2]</sup>。《神农本草经》是最早记载有干姜的书籍<sup>[3]</sup>。干姜性状较特别且典型, 其气香, 特异, 味辛辣。因为干姜可以温中散寒、回阳通脉、温肺化饮, 所以广泛用于脘腹冷痛, 呕吐泄泻, 肢冷脉微, 寒饮喘咳等临床疾病<sup>[1]</sup>。

干姜的产地历史沿革悠长, 品种分化复杂, 因为气候地理等因素可能导致全国各地种植的干姜存在质量差异。因此, 对不同产地的干姜进行质量评价研究为广大老百姓在生活中选取干姜提供质量参考就显得颇为重要和有必要。

本研究依据《中国药典》2020 年版对干姜进行性状、显微鉴别、薄层鉴别、水分、总灰分、浸出物、挥发油、6-姜辣素含量和二氧化硫残留量进行测定。归纳总结后, 对不同产地的干姜质量进行评价, 从而使得人们在以后的干姜生产和销售中, 能够多注意初产地的管理和工艺技术研究, 以提高药材质量。

## 1 仪器与试剂

### 1.1 仪器

UltiMate3000 高效液相色谱仪(美国戴安公司), HH-4 型数显恒温水浴锅(常州澳华仪器有限公司), KQ-300DA 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司), GZX-9070 型数显鼓风恒温干燥箱(上海博讯实业有限公司医疗设备厂), BSA224S-CW 型万分之一电子天平(赛多利斯科学仪器(北京)有限公司), SX2-102 型箱式电阻炉(上海博讯实业有限公司医疗设备厂), CX51RF 型生物数码摄影显微镜(日本奥林巴斯公司), TC-15 型套式恒温器(海宁市新华医疗器械厂)。

### 1.2 试剂与试剂

水合氯醛、甘油(分析纯, 均购自天津市致远化学试剂有限公司), 三氯甲烷、石油醚(60~90℃)、乙酸乙酯、香草醛、硫酸、甲醇(分析纯, 均购自广州化学试剂厂), 乙腈、甲醇(色谱纯, 美国 Fisher 公司), 纯水(实验室自制), 6-姜辣素对照品(批号: 111833-201705, 含量以 96.8%计, 中国食品药品检定研究院), 干姜对照药材(批号: 120942-201309, 中国食品药品检定研究院)。

### 1.3 样品

10 批干姜药材经高明教授鉴别确认为姜科植物姜 *Zingiber officinale* Rose. 的干燥根茎。10 批样品具体信息详见表 1。

表 1 干姜样品信息

Table 1 *Zingiberis Rhizoma* sample information

编号	批号	产地
1	YCB0K0001	云南省曲靖市罗平县
2	YCB0K0002	云南省曲靖市罗平县

3	YCB0K0003	四川省乐山市犍为县
4	YCB0K0004	四川省宜宾市市辖区
5	YCB0K0005	四川省乐山市沐川县
6	YCB0K0006	山东省潍坊市昌乐县
7	YCB0K0007	山东省潍坊市安丘市石埠子镇
8	YCB0K0008	山东省日照市莒县
9	YCB0K0009	湖北省黄梅县
10	YCB0K0010	湖北省来凤县

## 2 方法

### 2.1 显微鉴别

依照《中国药典》2020 年版四部 通则 2001 显微鉴别法进行测定。

### 2.2 薄层鉴别

分别取 10 批干姜粉末 1 g, 加乙酸乙酯 20 mL, 超声处理 10 分钟, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液。另取干姜对照药材 1 g, 同法制成对照药材溶液。再取 6-姜辣素对照品, 加乙酸乙酯制成每 1 mL 含 0.5 mg 的溶液, 作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2020 年版四部 通则 0502) 试验, 吸取上述三种溶液各 6  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90℃)-三氯甲烷-乙酸乙酯(2: 1: 1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以香草醛硫酸试液, 在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点。

### 2.3 水分

依照《中国药典》2020 年版四部 通则 0832 水分测定法项下的第四法甲苯法进行测定。

### 2.4 总灰分

依照《中国药典》2020 年版四部 通则 2302 灰分测定法进行测定。

### 2.5 二氧化硫测定

依照《中国药典》2020 年版四部 通则 2331 二氧化硫残留量测定法项下的第一法(酸碱滴定法)进行测定。

### 2.6 浸出物

依照《中国药典》2020 年版四部 通则 2201 水溶性浸出物测定项下的热浸法进行测定。

### 2.7 挥发油测定

依照《中国药典》2020 年版四部 通则 2204 挥发油测定项下的甲法进行测定。

### 2.8 6-姜辣素的测定

#### 2.8.1 色谱条件

色谱柱: Agilent TC-C<sub>18</sub> (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-甲醇-水 (40: 5:55); 流速: 1 mL·min<sup>-1</sup>; 柱温: 30℃; 检测波长: 280 nm; 进样量: 10 μL。

2.8.2 对照品溶液的制备

取 6-姜辣素对照品适量,精密称定,加甲醛制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液,即得。

2.8.3 供试品溶液的制备

取干姜样品粉末(过3号筛)约0.25 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入75%甲醇20 mL,称重量,超声处理(功率100W,频率40kHz)40分钟,放冷,再称定重量,用75%甲醇补足缺失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.9 数据分析方法

本实验运用IBM SPSS Statistics 23软件对水分、总灰分、水溶性浸出物、挥发油含量以及6-姜辣素含量结果进行主成分分析。

3 结果与分析

3.1 显微鉴别

显微镜下观察,干姜粉末有众多淀粉粒,呈脐点点状的长卵圆形、椭圆形、类圆形或不规则形;同时螺纹导管、梯纹导管及网纹导管多见,环纹导管少见;纤维成束或散离,先端钝尖,少数分叉,有的一边呈波状或锯齿状。如图1所示。

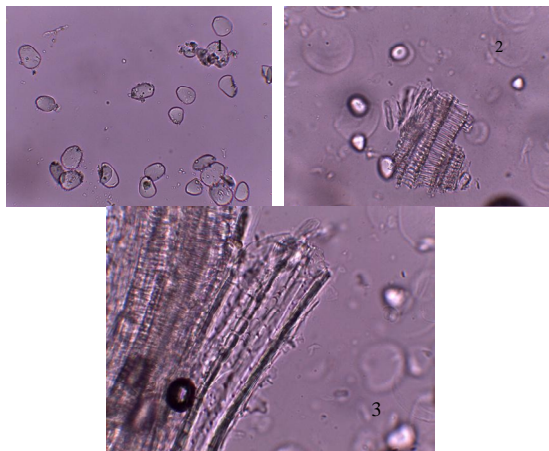


图1 干姜显微图

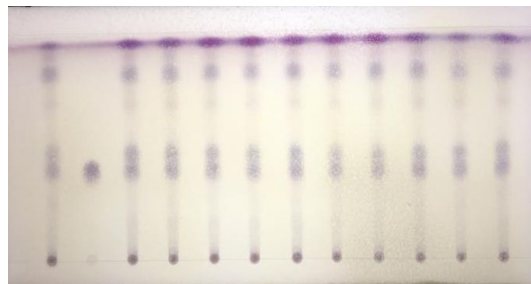
(1 淀粉粒; 2 导管; 3 纤维)

Fig.1 Powder Micrograph of Zingiber Rhizoma

(1. Starch granule ; 2. Catheterl ; 3. Fiber )

3.2 薄层鉴别

供试品色谱中, 10批干姜供试品与对照药材和6-姜辣素对照品色谱相应位置上显示出同种颜色的斑点。薄层鉴别结果如图2所示。



R1 R2 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10

图2 干姜薄层色谱图

(R1: 干姜对照药材; R2: 6-姜辣素对照品; 1~10号为干姜供试品)

Fig.2 Thin layer chromatogram of Zingiber Rhizoma

(R1: Zingiber Rhizoma control herbs; R2: 6-gingerol reference substance; 1~10: Testing sample of Zingiber Rhizoma )

3.3 水分、浸出物、总灰分及含量测定

对10批不同产地干姜进行水分、总灰分、二氧化硫残留量、浸出物、挥发油含量、6-姜辣素含量进行测定,其水分含量在10.90%~12.31%之间,其总灰分含量在2.95%~5.27%之间,其二氧化硫残留量均为零,其浸出物含量在24.23%~35.13%之间,其挥发油含量在0.42%~0.62%之间,其6-姜辣素含量在0.43%~0.48%之间,结果如表2所示。10批干姜供试品及其对照品高效液相色谱图如图3, 4所示。

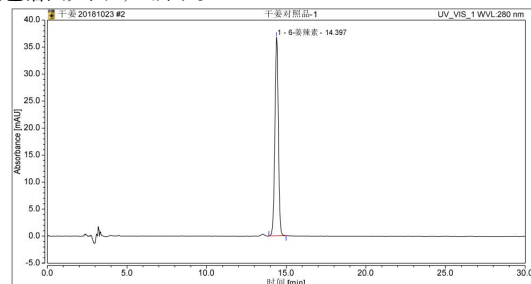


图3 6-姜辣素对照品高效液相色谱图

Fig.3 High Performance Liquid Chromatography of 6-gingerol reference substance

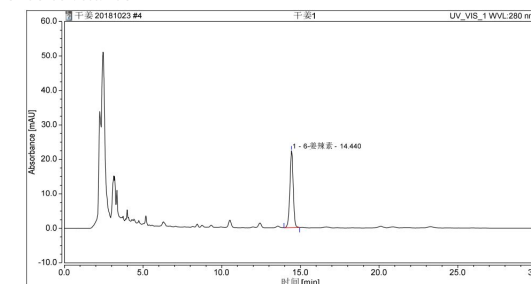


图4 干姜药材高效液相色谱图

Fig.4 High Performance Liquid Chromatography of Zingiber Rhizoma

表2 干姜各指标测定结果 (  $\bar{x} \pm s, n = 3$  )

Table 2 Results of each index of Zingiber Rhizoma (  $\bar{x} \pm s, n = 3$  )

样品	水分 (%)	RSD (%)	总灰分 (%)	RSD (%)	二氧化硫残留量 (mg/kg)	RSD (%)	浸出物 (%)	RSD (%)	挥发油 (%)	RSD (%)	6-姜辣素含量 (%)	RSD (%)
YCB0K0001	10.90 ± 0.03	0.28	5.27 ± 0.03	0.57	-	-	24.23 ± 0.02	0.08	0.47 ± 0.08	0.17	0.47 ± 0.01	2.1
YCB0K0002	11.04 ± 0.04	0.36	4.95 ± 0.04	0.81	-	-	33.03 ± 0.01	0.03	0.48 ± 0.09	0.19	0.44 ± 0.01	2.3

YCB0K0003	11.09 ± 0.02	0.18	3.49 ± 0.01	0.29	-	-	35.13 ± 0.03	0.09	0.45 ± 0.10	0.22	0.48 ± 0.00	0.00
YCB0K0004	12.31 ± 0.01	0.08	3.84 ± 0.02	0.52	-	-	33.76 ± 0.02	0.06	0.53 ± 0.02	3.8	0.47 ± 0.01	2.1
YCB0K0005	11.70 ± 0.03	0.26	3.76 ± 0.01	0.27	-	-	32.59 ± 0.04	0.12	0.62 ± 0.01	1.6	0.44 ± 0.00	0.00
YCB0K0006	10.95 ± 0.07	0.64	4.88 ± 0.03	0.61	-	-	34.13 ± 0.05	0.15	0.53 ± 0.06	0.11	0.43 ± 0.00	0.00
YCB0K0007	11.73 ± 0.05	0.43	2.95 ± 0.01	0.34	-	-	25.74 ± 0.03	0.12	0.55 ± 0.01	1.8	0.44 ± 0.01	2.3
YCB0K0008	11.34 ± 0.02	0.18	4.94 ± 0.02	0.40	-	-	33.70 ± 0.04	0.12	0.42 ± 0.00	0.00	0.45 ± 0.01	2.2
YCB0K0009	10.98 ± 0.04	0.36	3.39 ± 0.03	0.88	-	-	34.35 ± 0.05	0.15	0.60 ± 0.10	0.17	0.46 ± 0.01	2.2
YCB0K0010	10.98 ± 0.03	0.27	4.35 ± 0.04	0.92	-	-	29.93 ± 0.03	0.10	0.45 ± 0.12	0.27	0.45 ± 0.00	0.00

注：“-”表示未检出。

### 3.4 方法学考察

#### 3.4.1 线性和范围

取“2.8.2”项下的对照品溶液，加甲醇制备成不同浓度的标准溶液，使之成为浓度为 40、80、120、160、200、400  $\mu\text{g/mL}$  的系列标准工作溶液，按“2.8.1”项下色谱条件进样，峰面积为 3.956、7.582、12.148、14.844、18.935、37.289。以峰面积 (Y) 为纵坐标，浓度 (X) 为横坐标绘制标准曲线图并进行线性拟合，所得回归方程为  $Y=92.3098X+0.4074$  ( $R^2=0.9991$ ,  $n=6$ )，结果表明 6-姜辣素在 0.040~0.40  $\text{mg/mL}$  范围内浓度与峰面积线性关系良好。结果如图 5 所示。

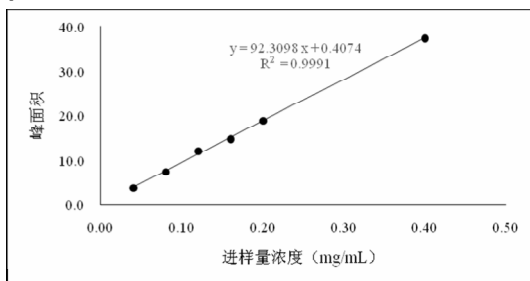


图5 6-姜辣素的标准曲线

Fig.5 Standard curve of 6-gingerol

#### 3.4.2 精密度

取“2.8.2”项下的对照品溶液，按“2.8.1”项下色谱条件进样

表3 加样回收率试验结果

Table 3 Results of Sample Recovery Test

成分	样品取样量 (g)	样品中含量 ( $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	加入量 ( $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	测得量 ( $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
6-姜辣素	0.2502	0.5081	0.1025	0.1483	96.75	97.51	0.84
	0.2507	0.5091	0.1025	0.1498	97.64		
	0.2513	0.4993	0.1025	0.1502	98.56		
	0.2515	0.4886	0.1025	0.1482	97.93		
	0.2505	0.4977	0.1025	0.1490	97.86		
	0.2517	0.5001	0.1025	0.1469	96.34		

6次，测定并计算其峰面积。测定 6-姜辣素峰面积 RSD 为 0.12%。表明含量测定的样品溶液进样的精密度良好。

#### 3.4.3 重复性

取批号为 YCB0K0005 的干姜样品 6 份，准确称量，按“2.8.3”项下办法配制供试品溶液，按“2.8.1”项下色谱条件进样 6 次，测定并计算其含量。得到 6-姜辣素含量 RSD 为 0.72%。表明该方法的重复性良好。

#### 3.4.4 稳定性

取批号为 YCB0K0005 的干姜样品约 0.25 g，准确称量，按“2.8.3”项下方法制备供试品溶液，并于 0、2、4、6、8、12 小时按“2.8.1”项下色谱条件进样，测定并计算其含量。计算得含量为：0.46%、0.46%、0.45%、0.44%、0.45%、0.45%。得到 6-姜辣素含量 RSD 为 1.67%。表明样品在 12 小时内性质保持稳定。

#### 3.4.5 加样回收率

取批号为 YCB0K0005 的干姜样品约 0.25 g，精密称量 6 份，计算样品中 6-姜辣素含量。再分别加入浓度为 0.1025  $\text{mg/mL}$  6-姜辣素对照品溶液 1 mL，并按“2.8.3”项下方法制备成供试品溶液。测定并计算 6-姜辣素含量，计算回收率。结果如表 3。结果表明该方法准确度良好。

### 3.5 主成分分析

运用IBM SPSS Statistics 25软件, 录入10批录入干姜的水分、总灰分、水溶性浸出物、挥发油以及6-姜辣素含量结果随后进行主成分分析。

表4 特征值和贡献率

Table 4 Eigenvalues and contribution rates

主成分	特征值	贡献率%	累积贡献率%
1	1.922	38.448	38.448
2	1.176	23.523	61.971
3	0.984	19.676	81.647
4	0.614	12.282	93.929
5	0.304	6.071	100.000

由表4可得, 主成分1的贡献率最高, 为38.448%, 主成分2的贡献率为23.523%。这两个主成分的特征值均大于1, 累计贡献率超过60%, 表明主成分1和2基本上已经包含了10批不同产地的干姜所检测指标的绝大部分信息, 因此可用这2个主成分代替原来的5个指标, 用以评价10批不同产地干姜药材的质量水平。

表5 两个主成分的评分系数矩阵

Table 5 Scoring coefficient matrix of 2 principal components

主成分	水分	总灰分	浸出物	挥发油	6-姜辣素
1	0.727	-0.843	0.179	0.804	-0.061
2	0.203	-0.242	0.121	-0.392	0.953

由表5可得, 水分、浸出物和挥发油在主成分1为正贡献, 说明主成分1基本反映了这些质量评价信息; 水分、浸出物、6-姜辣素在主成分2为正贡献, 说明主成分2基本反映了这些质量信息。这两个主成分基本上反映了主成分变量, 因此可作为读取两个主成分分析得分信息的参考。

表6 两个主成分的分析得分表

Table 6 Analysis score of 2 principal components

产地	Y1	Y2	综合得分	排序
1	1.24	-1.63	0.30	2
2	-0.18	-0.44	-0.21	7
3	-0.16	0.60	0.06	5
4	0.22	2.00	0.64	1
5	0.06	0.75	0.22	4
6	-0.20	-0.42	-0.22	8
7	-0.60	-0.42	-0.45	10
8	-0.38	0.09	-0.20	6
9	0.30	0.36	0.26	3
10	-0.30	-0.89	-0.40	9

以两个主成分所对应的特征值的大小占所提取主成分总的特征值之和的百分比作为权重, 计算主成分综合模型从而得出综合主成分值。根据表6可得出各主成分的表达式, 按照各变量对主成分的影响再结合实际意义。大多数情况下, 得分越高越好。因此, 产自四川省宜宾市市辖区的干姜得分最高, 产自山东省潍坊市安丘市

石埠子镇的干姜得分最低。

### 4 讨论

干姜是一种常用药材, 本论文研究了干姜相关质量评价的内容, 采用药典方法对10批来自不同的产地的干姜进行了定性定量鉴别。10批干姜药材的性状鉴定吻合, 粉末特征明显, 薄层显色清晰, 各产地干姜样品的水分含量结果的大小顺序为: 样品4>样品7>样品5>样品8>样品3>样品2>样品9>样品10>样品6>样品1。各产地干姜样品的总灰分含量结果的大小顺序为: 样品1>样品2>样品8>样品6>样品10>样品4>样品5>样品3>样品9>样品7。各产地干姜样品的水溶性浸出物含量结果的大小顺序为: 样品1>样品3>样品9>样品6>样品4>样品8>样品2>样品5>样品10>样品7。各产地干姜样品挥发油总含量结果的大小顺序为: 样品1>样品5>样品9>样品7>样品6>样品4>样品2>样品10>样品3>样品8。各产地干姜样品6-姜辣素含量结果的大小顺序为: 样品1>样品3>样品4>样品9>样品8>样品10>样品2>样品7>样品5>样品6。由于此项是依据2015版《中国药典》规定, 但是土壤条件经过5年时间已有巨大变化, 因此干姜挥发油和姜辣素含量达不到规定的结果是在预期之中。结合数据分析, 可得四川省宜宾市市辖区产的干姜的水分和总灰分含量较高, 浸出物含量较高, 挥发油和6-姜辣素含量较高, 质量最佳。

不同产地的干姜质量不同可能在遗传因素、环境因素及人为因素等成因条件相对固定下所产生的, 是各因素共同作用的结果。四川省自古以来是干姜的主要产区也是道地产区, 可能与四川所处的气温、降水量等气候因素有关。再者, 云南、湖北地区气候可能不是干姜生长最适宜的条件, 然而在这些地区种植的干姜甚至比某些四川地区如四川省乐山市犍为县等的干姜质量还要好, 可能是最近这些年来种植干姜的土壤发生很大的变化又或者是工艺改进的结果。因此在以后的干姜的种植和工艺方面要多加注意和改进。根据10批不同产地干姜的各项数据分析, 本次实验中干姜有2批是产于云南省, 有3批产自四川省, 有3批产自山东, 有2批产自湖北。云南省曲靖市罗平县的干姜水分含量最低, 而四川省宜宾市市辖区的干姜水分含量最高。山东省潍坊市安丘市石埠子镇的干姜总灰分含量最低, 而云南省曲靖市罗平县的干姜总灰分含量最高。云南省曲靖市罗平县的干姜浸出物含量最低, 而四川省乐山市犍为县的干姜浸出物含量最高。山东省日照市莒县的干姜挥发油含量最低, 而四川省乐山市沐川县的干姜挥发油含量最高。山东省潍坊市昌乐县的干姜有效成分含量最低, 而四川省乐山市犍为县的干姜有效成分含量最高。

由此可得, 四川省宜宾市市辖区的干姜质量最高, 产自山东省潍坊市安丘市石埠子镇的干姜质量最差。初步研究了干姜药材的质量标准。同时, 补充和完善的质量评价方法可靠, 可作为对未来的干姜质量评价标准。

### 参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2020年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 15.
- [2] 方文韬, 詹志来, 彭华胜, 等. 干姜、生姜、炮姜分化的历史沿革与变迁[J]. 中国中药杂志, 2017, 42(9): 1641-1645.
- [3] 顾观光, 杨鹏举. 神农本草经校注[M]. 北京: 学苑出版社, 2007: 139