

installed and used to optimize the SCFE conditions for the effective extraction of active components from leaves of *Ginkgo biloba* L.. Effects of six variables (pressure, temperature, extracting time, fluids ratio, CO₂ ratio, and size of powdered leaves) on the yield and quality of product were studied. As a result, a light-yellow product containing 28% flavonol glycosides and 7.2% terpene lactones were obtained.

Key words *Ginkgo biloba* L. supercritical fluid extraction (SCFE) effective components

干姜、姜皮、炮姜中辣味成分的 HPLC 测定[△]

山东农业大学食品科学系(泰安 271018) 黄雪松* 汪建民
山东林业学校 王兆升

摘要 采用 HPLC 法测定了干姜、姜皮、炮姜中的姜酚含量分别为 1.022、0.28 和 0.25 g/100 g; 姜酮含量分别为 0.90、0.18 和 4.8 g/kg; 炮姜中的姜脑含量为 0.4 g/kg, 姜粉、姜皮中含微量姜脑。该测定方法快速、准确、简便。

关键词 生姜 辣味成分 姜皮 炮姜 HPLC 法

姜 *Zingiber officinale* Roscoe 的辣味成分包括姜酚、姜脑和姜酮^[1,2], 其中的姜酚又包括 6-姜酚[1-(3'-甲氧基-羟基苯)-3-酮-5-羟基癸烷], 8-姜酚[1-(3'-甲氧基-4' 羟基苯)-3-酮-5-羟基十二烷], 10-姜酚[1-(3'-甲氧基-4' 羟基苯)-3-酮-5-羟基十四烷]等。它们是姜中重要的药效成分, 具有抗氧化^[1]、抑制胃粘膜损伤^[2]、保肝利胆^[3]、镇痛解热^[4,5] 等重要作用。近年研究发现辣味物质有抗衰老、抗肿瘤等作用^[6], 因此辣味物质含量高低对姜的药用功效有重要影响。但因其分离困难, 测定时干扰成分较多及无标样等问题而难以定量测定。笔者报道用 HPLC 法测定干姜、姜皮与炮姜中的辣味成分。

1 材料方法

1.1 材料: ①干姜: 生姜原料购自山东农业大学标本园种植“莱芜生姜”品种。将新鲜生姜洗净泥砂, 控干明水, 在高效多切机上切成 2~3 mm 厚薄片, 铺在竹匾上, 自然干燥至含水量 10% (以二甲苯为溶剂, 蒸馏法测定^[7]), 得干燥姜片, 干燥率为 8.3:1。干姜

磨碎, 过 200 目筛, 得姜粉。

②炮姜: 请本校药剂师侯昕代为加工制作, 即取干姜片置铁锅中炒至发炮鼓起, 表面呈焦黄色时, 取出喷少许清水, 晾干, 同姜粉磨碎、过筛。

③姜皮: 洗净新鲜生姜泥砂, 浸于清水中过夜, 剥取外皮晒干, 同干姜测定含水量, 磨碎、过筛。

1.2 主要试剂: 乙腈, 甲醇, AR; 其它为实验常规试剂。

1.3 测定方法

1.3.1 标样的获得: ①姜酚: 用干姜粉提取姜油树脂, 并经硅胶干柱层析、硅胶薄板层析、葡聚糖凝胶层析等分离纯化方法获得 6, 8, 10-姜酚同系数物 1.142 g, 并经紫外可见光谱、红外光谱、质谱分析证实^[1]。以香草醛为内标, 在 752-C 紫外分光光度计上于 280 nm 测定其含量为 98.5%。

②姜酮、姜脑的制备及含量: 见文献^[1,8]。

1.3.2 姜酚、姜酮、姜脑标准曲线的测定:

①仪器: Waters 高效液相色谱仪, M-490 紫

* Address: Huang Xuesong, Department of Food Sciences and Technology, Shandong Agricultural University, Taian
黄雪松 男, 42 岁, 博士, 教授, 主要从事食品科学、加工工艺和功能食品领域的研究, 共发表论文 60 余篇, 获省、校级科研成果奖励 7 项。

[△] 山东省教委资助课题

外检测器, U6K 进样系统, M730 微处理机; 色谱条件: 检测波长 270 nm; 流动相: 甲醇; 流速: 1 mL/min, 色谱柱: μ -Bondpak C₁₈ 柱, 4 mm×25 cm; 内标: 香草醛。

②姜酚、姜酮、姜脑的标准曲线: 准确称取含姜酚、姜酮、姜脑各 0.100 g 的标样。用甲醇配制成 100 mL 储备液, 再以贮备液分别配制 5.0、10.0、15.0、20.0 μ g/mL 的溶液, 按 HPLC 测定条件分别测定其峰面积响应值。其标准曲线回归方程为:

$$A = 1934X + 3782 \quad (r = 0.9998, n = 4)$$

$$B = 1816X + 4254 \quad (r = 0.9990, n = 4)$$

$$C = 1468X + 5375 \quad (r = 0.9992, n = 4)$$

式中: A、B、C 分别表示姜酚、姜脑、姜酮的含量, X 为峰面积响应值。

1.3.3 样品的测定: 称取干姜粉、姜皮、炮姜各 1 g, 分别加入约 10 mL 甲醇, 静置浸泡 12 h, 其间摇动 3~5 次。取出浸泡液后再同法浸泡, 重复 5 次。收集所有浸泡液, 用甲醇定容至 50 mL。测定姜酚时将样液稀释 1 000 倍, 测定姜酮、姜脑时将样液稀释 100 倍, 其测定条件同 1.3.2②并据前述标准回归曲线测样品中辣味成分的含量。

1.3.4 回收率的测定: 每个样品处理重复 5 次, 以检验其精密度。

分别取 1.3.2②中含姜酚、姜酮、姜脑均为 15.0 mg/mL 的储备液各 5 mL, 混匀成为含姜酚、姜酮、姜脑均为 5.0 μ g/mL 的混合标样; 再取 1.3.3 中定容稀释后的 5 个姜粉样品溶液各 1 mL, 分别加入混合标样 1、2、3、4、5 mL, 混匀后按 1.3.3 方法测定, 计算姜酚、姜酮含量, 并计算回收率。

2 结果与分析

2.1 姜酚、姜酮、姜脑的 HPLC 色谱图: 见图 1。

由图 1 知: 在本实验条件下, 未能将 6-姜酚、8-姜酚、10-姜酚分离开, 但作为总姜酚的定量方法, 分离效果可以达到要求。

由图 1 可看出, 以 C₈ 柱为固定相、以甲醇为流动相时, 姜酮保留时间最短 (1.10

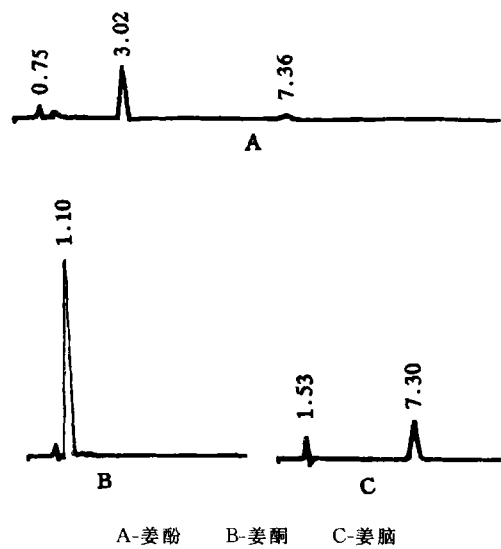


图 1 HPLC 图谱

min), 姜酚次之 (3.02 min), 姜脑最长 (7.30 min), 该结果与 Baranowski (1985) 所获得结果基本一致^[9]。

2.2 姜粉、姜皮和炮姜中辣味成分的含量: 见表 1。

表 1 姜粉、炮姜、姜皮中辣味物质的含量

原料	姜酚(g/100g)	姜脑(g/kg)	姜酮(g/kg)	辣味成分总量(g/100g)
姜粉	1.022±0.011	<0.01	0.90±0.010	1.113
姜皮	0.28±0.003	<0.01	0.18±0.008	0.299
炮姜	0.25±0.004	4.9±0.014	4.8±0.012	0.357

2.3 精密度与收率的测定: 5 个姜粉定容样液的姜酚含量为 (20.44±0.13)% (mg/mL), 姜酮含量为 (4.52±0.076)% (mg/mL), 变异系数较小, 表明该测定方法精密度较高、重现性较好; 姜酚、姜酮测定回收率分别为 (95.4±2.9)%、(98.1±0.91)%, 说明该测定方法可靠性强。姜酚回收率小于 100%, 这可能与易于氧化有关。

3 讨论

3.1 姜中辣味成分的测定方法: 姜中姜酚等辣味成分难以分离, 常规分析方法难以获得准确结果^[9~11]。姜酚易受热发生逆羟醛缩合降解 (retro-aldol degradation) 反应, 在气相色谱分析中也难以获得准确结果。HPLC 法分离效果最好, 且在常温下操作, 是测定姜酚等辣味成分的理想方法。

3.2 辣味成分的含量与干姜、姜皮、炮姜的
药效:中医认为,干姜味辛性温,姜皮味辛性
凉,这可能与干姜中辣味物质含量高,姜皮中
辣味物质含量低有关。

参考文献

- 1 黄雪松. 生姜抗氧化成分研究(1)——提取、分离、鉴定
与应用(博士学位论文). 武汉:华中农业大学食科系,
1998
- 2 黄启荣, 国外医学-中医中药分册, 1989, 11(6):32
- 3 李玉平译, 国外医学-中医中药分册, 1986, 8(1):24

- 4 池田正书, 等. 国外医学-中医中药分册, 1983, 总 107
- 5 朱守川, 等. 国外医学-中医中药分册, 1987, 9(3):32
- 6 原次健. 日本公开特许公报, 昭 60-178818, 1985
- 7 无锡轻工学院等编. 食品分析. 北京:轻工业出版社,
1983:81
- 8 Chen Chu-chin, et al. J Agric Food Chem. 1986, (34):
477
- 9 Baranowski JD. J of Chromatogr, 1985, (319):471
- 10 张维勤. 山东农业科学, 1991, (6):11
- 11 黄雪松, 等. 中国调味品, 1996, (8):31

(1998-09-21 收稿)

Determination of the Pungent Principles in Ginger Powder, Ginger Skin and Baked Ginger

Huang Xuesong, Wang Jianhua and Zhang Xiaofan (Department of Food Science and Technology, Shan-
dong Agricultural University, Taian 271018)

Abstract The pungent principles in ginger (*Zingiber officinale* Rosc.) was measured by HPLC. The
contents of gingerol in ginger powder, ginger skin and baked ginger were 1.022, 0.28 and 0.25 g/100 g, re-
spectively. The contents of gingerone were 0.90, 0.18 and 4.8 g/kg, respectively. Baked ginger contained
0.49 g/kg shogaol, but there were only traces of shogaol in ginger skin and powder.

Key words pungent principles ginger (*Zingiber officinale* Rosc.) ginger skin baked ginger
shogaol gingerol gingerone

HPLC 测定银杏愈伤组织内酯 A 的研究[△]

浙江大学西溪校区生命科学学院(杭州 310012) 陈云龙* 徐程 徐礼根 杨志坚

摘要 建立了一种可用于银杏离体细胞培养物中内酯 A 含量分析的 RP-HPLC 方法。样品经低
浓度甲醇提取后,用中性或酸性氧化铝固相萃取柱纯化,用示差检测器检测,银杏内酯 A 的最低检
测限为 0.012 μg ,方法回收率为(96.0 \pm 2)% ,RSD 为 3.1%。

关键词 银杏 愈伤组织 银杏内酯 A HPLC

银杏内酯(包括内酯 A、B、C)作为一类
特异有效的小血小板活化因子(platelet-acti-
vating factor)受体拮抗剂,近年来受到了世界
各国药理学工作者的广泛关注。由于这类化
合物分子立体结构复杂,人工合成的技术难
度大,目前仍以银杏叶作为提取银杏内酯化
合物的主要来源^[1]。关于银杏离体培养产生

内酯化合物的研究,尽管做了大量工作,但由
于分析测试技术上的限制,银杏细胞培养中
内酯含量分析尚有一定困难^[2~4]。笔者通过
采用细直径 HPLC 快速分析柱,检测到了愈
伤组织培养物中银杏内酯 A 化合物。

1 仪器和材料

高效液相色谱仪:日本岛津,包括 LC-

* Address:Chen Yunlong, College of Life Sciences, Zhejiang University, Hangzhou
陈云龙 男,31岁,研究生毕业,获硕士学位、讲师。主要从事天然产物化学方面的应用基础研究,是“银杏叶提取物新
生产工艺研究”成果的主要完成人之一,已发表研究论文 10 多篇,现主持省自然科学基金项目 1 项,主持或参加省教委项目
2 项。

[△] 浙江省自然科学基金资助项目(297066)