

· 资源与质量评价 ·

干姜标准汤剂的质量评价

高亮亮^{1,2}, 张妍林^{1,3}, 张鹏¹, 李西文¹, 陈士林¹, 李琦⁴, 范自全⁵, 王丹丹⁵, 孙奕^{1*}

(1. 中国中医科学院 中药研究所, 北京 100700;

2. 安徽科技学院 生命与健康科学学院, 安徽 凤阳 233100;

3. 天津科技大学 生物工程学院, 天津 300457;

4. 上海市药材有限公司, 上海 200002; 5. 沃特世科技(上海)有限公司, 上海 201206)

[摘要] **目的:**建立干姜饮片标准汤剂的质量控制方法。**方法:**对不同产地药材进行 DNA 条形码基原鉴定;根据中药饮片标准汤剂制备原则,将鉴定为干姜的饮片制备成标准汤剂并进行分析,同时对提取方法、分析方法进行方法学验证,计算出膏率和 6-姜辣素的转移率等参数。建立干姜饮片标准汤剂的质量标准;采用 UPLC-Q-TOF-MS 对主要色谱峰进行结构确认,明确干姜标准汤剂中的主要化学成分。**结果:**所有药材经鉴定均为干姜(*Zingiber officinale*),在该文所建立的制备条件下,6-姜辣素的标准曲线为 $Y = 661.56X + 2.4933 (r = 0.9993)$,精密密度试验测得 RSD 为 0.5%,表明仪器精密密度良好。重复性试验测得 RSD 为 0.3%,结果表明该方法重复性良好。稳定性试验测得 RSD 为 0.4%,结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。加样回收率为 97.2%,RSD 为 0.6%,表明该方法准确可靠。转移率范围为 31.8% ~ 57.4%,出膏率范围为 9.6% ~ 23.1%,12 批干姜饮片标准汤剂指纹图谱相似度 >90.0%。**结论:**建立的系统评价干姜标准汤剂的质量评价方法稳定可行,同时建立了规范的干姜标准汤剂制备方法及其质量评价体系。

[关键词] 干姜; 饮片标准汤剂; 指纹图谱; 出膏率; 转移率; 6-姜辣素

[中图分类号] R284.1;R289;R22;R2-031 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2019)05-0161-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20190317

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20181115.0953.021.html>

[网络出版时间] 2018-11-16 12:42

Quality Evaluation of Standard Decoction of *Zingiberis Rhizoma*

GAO Liang-liang^{1,2}, ZHANG Yan-lin^{1,3}, ZHANG Peng¹, LI Xi-wen¹, CHEN Shi-lin¹,
LI Qi⁴, FAN Zi-quan⁵, WANG Dan-dan⁵, SUN Yi^{1*}

(1. *Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China;*

2. *School of Life and Health Sciences, Anhui Science and Technology University, Fengyang 233100, China;*

3. *College of Biotechnology, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China;*

4. *Shanghai Traditional Chinese Medicine Co. Ltd., Shanghai 200002, China;*

5. *Waters Technologies (Shanghai) Co. Ltd., Shanghai 201206, China)*

[Abstract] **Objective:** To establish the quality control methods for the standard decoction of *Zingiberis Rhizoma*. **Method:** DNA barcode primitives were identified for the medicinal materials from different origins; according to the standard of Chinese herbal medicine decoction preparation principle, the identified *Zingiberis Rhizoma* was prepared into standard decoction for analysis. Meanwhile, the extraction method and analysis method were validated from methodologies, and the transfer rate of 6-gingerol as well as the extraction rate of standard decoction of *Zingiberis Rhizoma* were calculated. In addition, the quality standard of standard decoction of

[收稿日期] 20180518(019)

[基金项目] 国家自然科学基金青年基金项目(81502968)

[第一作者] 高亮亮,博士,从事中药化学研究,E-mail:723971773@qq.com

[通信作者] * 孙奕,博士,从事中药化学研究,E-mail:ysun@icmm.ac.cn

Zingiberis Rhizoma was also established based. The structures of main chromatographic peaks were identified by ultra-performance liquid chromatography coupled with quadrupole time-of-flight mass spectrometry (UPLC-Q-TOF-MS) to clarify the main chemical constituents in the standard decoction of Zingiberis Rhizoma. **Result:** All the samples were identified as Zingiberis Rhizoma. Under the conditions established in this paper, the standard curve of 6-gingerol was $Y = 661.56X + 2.4933$ ($r = 0.9993$), and the RSD was 0.5% in precision test, indicating that the instrument precision was good. The repeatability test showed that the RSD was 0.3%, indicating that the method had good repeatability. The stability test showed that the RSD was 0.4%, indicating that the test solution had good stability within 24 h. The recovery rate was 97.2% and the RSD was 0.6%, indicating that the method was accurate and reliable. 6-gingerol's transfer rate ranged from 31.8% to 57.4% and the extraction rate was within the range of 9.6% - 23.1%. The fingerprint similarity of 12 batches of Zingiberis Rhizoma standard decoction was > 90%. **Conclusion:** The established quality control method for Zingiberis Rhizoma was stable and feasible; meanwhile, the standard preparation method for Zingiberis Rhizoma and its quality evaluation system were also established in this study.

[**Key words**] Zingiberis Rhizoma; standard decoction; fingerprint; extraction rate; transfer rate; 6-gingerol

干姜又名干生姜、白姜、均姜,主产于四川、贵州等地,冬季采挖,除去茎叶及须根,洗净晒干或低温干燥后,即成干姜^[1]。其始载于《神农本草经》,味辛,性热,归脾、胃、肾、心、肺经,具有温中散寒,回阳通脉等功效。干姜的化学成分包括挥发油、姜辣素、二苯基庚烷、黄酮等类型,以挥发油为主要成分^[2-3]。其中,二苯基庚烷类是姜科植物的一类比较特殊的化学成分^[4],具有抗肝毒性、抗氧化、抗肿瘤、抗炎等多种的药理活性。根据现代药理学的研究表明,干姜还具有降血脂等其他的临床药理作用^[5-6]。

中药不同制剂类型的生产环节复杂多样,若操作不当或缺乏统一操作规范流程都有可能造成成品质量差异。为了确保生产质量稳定,本研究以干姜为例,对前期的每一步环节进行了规范化研究。除了对提取、分离等生产环节进行质量把控以外,还应该对其原药材饮片的质量进行监管^[7],这样才能最大限度的将标准汤剂与饮片的原药材基本属性相一致^[8]。本研究以陈士林等人研究的《中药饮片标准汤剂研究策略》为指导,以干姜为例制订了标准的制备方法和质量标准^[9],对 12 批不同产地的干姜制备标准汤剂并结合高效液相色谱法将选取的指标成分 6-姜辣素进行了含量测定和指纹图谱的评价研究,除此之外,同时还考察了干姜标准汤剂的出膏率和有效成分 6-姜辣素的转移率等指标。

1 材料

1260 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司), ACQUITY UPLC H-Class 型超高效液相系统和 Xevo

G2-XS 型 Q-TOF 高分辨质谱仪(美国 Waters 公司)。BS224S-型电子分析天平,BSA124 S 型电子天平(德国 Sartorius 公司);KQ-5200B 型超声波清洗器(昆山超声仪器有限公司);实验所用的 12 批干姜饮片经中国中医科学院中药研究所李西文研究员检测鉴定均为姜科植物姜 *Zinger officinale* 的干燥根茎;6-姜辣素对照品(Solarbio 公司,批号 SG8180,纯度 $\geq 98\%$),甲醇、乙腈均为色谱纯(美国 Fisher 公司),其他分析试剂均为分析纯,实验用水均为娃哈哈纯净水。

2 方法与结果

2.1 基原鉴定 各实验样本按照中药材 DNA 条形码分子鉴定指导原则进行鉴定^[10]。每批干姜基原鉴定的检测均按照药材和饮片取样法进行取样(2015 年版《中国药典》附录 II A),实验中采用的是天根植物基因组试剂盒进行提取 DNA,具体操作如下,内部转录间隔区(ITS)2 序列扩增正向引物 ITS2 上游引物 5'-ATGCGATACTTGGTGTGAAT-3';反向引物 ITS2 下游引物 5'-GACGCTTCTCCAGACTACAAT-3'。PCR 扩增条件:94 °C 5 min,94 °C 30 s,56 °C 30 s,72 °C 45 s,35 ~ 40 个循环;72 °C 10 min。使用 DNA 测序仪(ABI,3730)对目的条带进行双向测序,PCR 扩增引物作为测序引物。

序列拼接是采用 CodonCode Aligner 进行序列拼接校对,将获得的序列结合应用 BLAST (Basic Local A-alignment Search Tool)方法在中药材 DNA 条形码鉴定系统(<http://www.tcmbarcode.cn>)中进行鉴定和分析,并与《中国药典中药材 DNA 条形码标

准序列》中的干姜 ITS2 标准序列进行比对^[10]。测序后拼接序列经过 2 种方法进行判定,实验结果显示 12 批次样品序列与干姜 ITS2 序列的相似度均大于 98%,表明 12 批样品均为姜科姜属植物姜的干燥根茎。干姜检测序列见图 1。

```
GGATTACAAATCCACTGCCTTGATCCACTTGGCTACATCCGCC  
CCTTTTCTAGCTAAAGGATTTTCTTTTTTCCATTCATCATTAT  
TGATTTTATTCTGACCTCCATACTTAAGTATGATCGAGATATTG  
GACATAGAATGCTAATCTTTAAAAATAAAAAATGTAAAAA  
GGAGTAATACACTGTGACATGACACGTTCACTAAAAA  
CCTTTTGTAGCTAATCATTATTCGGCAAAAAATGAAAACTCA  
ACACGAGGGAAGAGAAAGAAATAATAGTAACTTGGTCTCGGG  
CATCTACTATTATACCCACAATGATTGGCCATACAATCGCTAT  
TCATAATGGAAGGAACATTTACCTATTATATAACGGATCGT  
ATGGTGGGTACAAATTTGGGAGAAATTTGCACCTACTCTGTCTT  
TTACGAGACACGCAAGAAACGATAATAAATCTCGTCGTTAAG  
TTCATTTCTTATACTTTATATACTTATGTATTTGTATTTAATA  
CATATATAACAATCTAAATATCTAAATATGTTATACAATAA  
TAAATATGTATGCTATACGCAAAAAATAAATAAAAAAAGAA  
GTGCTTAACATTTCATTCATCAAAACAAAATAACAATACCCCAT  
ACCCCGCTTAAGCGAGATATGGGTTATTGTTATTCAGGATAT  
TGCTACATTTCTTAACAATTCAGATACACTAAGACAAAAGTC  
TTATCCATTTGTAGATGAAACTTCAACAGC
```

图 1 干姜检测序列

Fig. 1 Test sequence of *Zingiberis Rhizoma*

2.2 溶液的制备

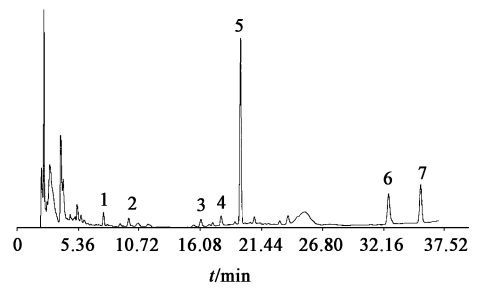
2.2.1 干姜标准汤剂 准确称定每一批次的干姜饮片各 100 g,第 1 次分别加入 7 倍量的纯净水,浸泡 30 min(以水没过饮片 2~3 cm 为准),然后进行加热回流,提取 30 min。回流提取后经 200 目筛网将提取液趁热过滤,过滤分离得到的药渣再加入 6 倍量的纯净水再回流提取 20 min,提取后再次经 200 目筛网过滤,最终将 2 次过滤的煎煮液合并后进行浓缩,浓缩成 500 mL 后即得到干姜饮片标准汤剂溶液(质量浓度 0.2 g·mL⁻¹)。

2.2.2 供试品溶液 取干姜标准汤剂摇匀,精密吸取 1 mL,置 10 mL 量瓶中,加水至刻度,摇匀,过微孔滤膜,取续滤液,即得。

2.2.3 对照品溶液 精密称取 6-姜辣素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液,即得。

2.3 6-姜辣素的含量测定

2.3.1 色谱条件 采用 BDS Hypersil 型 Thermo C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相 0.2% 冰乙酸水溶液(A)-乙腈(B),梯度洗脱(5~10 min,38% B;10~15 min,38%~50% B;15~25 min,50% B;25~55 min,50%~90% B,55~60 min,90% B),流速 0.8 mL·min⁻¹,进样量 10 μL,柱温 30 ℃,检测波长 280 nm。见图 2。



5. 6-姜辣素

图 2 干姜标准汤剂 HPLC 色谱

Fig. 2 HPLC chromatogram of standard decoction of *Zingiberis Rhizoma*

2.3.2 方法学考察 分别精密量取 2,4,6,8,10,12 μL 的 6-姜辣素对照品溶液,按照 2.3.1 中的色谱条件进行分析,并记录 6-姜辣素的峰面积。将 6-姜辣素峰面积作为纵坐标,将对照品的进样量作为横坐标,并绘制出标准曲线,计算得到的线性回归方程为 $Y = 661.56X + 2.4933$ ($r = 0.9993$)。实验表明,6-姜辣素的进样量在 0.2~1.2 μg 线性关系良好。精密密度试验,精密吸取同一批干姜标准汤剂供试品溶液适量,连续进样分析 6 次,测得 6-姜辣素平均峰面积为 344.95,其 RSD 为 0.5%,此结果表明仪器的精密密度良好。重复性试验,平行制备同一批次的干姜标准汤剂供试品溶液 6 份,按照 2.3.1 项下的色谱条件进样分析,测定并计算出 6-姜辣素平均峰面积为 640.42,其 RSD 为 0.3%,表明本方法重复性良好。稳定性试验,精密量取同一批干姜标准汤剂供试品溶液适量,分别在 0,2,4,8,12,24 h 依次进样分析,记录 6-姜辣素的色谱峰面积,结果显示 6-姜辣素平均峰面积为 567.3,RSD 为 0.4%,表明在此实验条件下干姜标准汤剂的供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。加样回收率试验,精密吸取同一批次已知含量的干姜标准汤剂供试品溶液适量,按 1:1 的比例添加 6-姜辣素对照品,按照此操作平行制备 6 份样品后,按 2.3.1 项下的色谱方法对进行分析,最终计算出 6-姜辣素的平均加样回收率为 97.2%,RSD 为 0.6%;表明该方法准确可靠。

2.3.3 干姜样品中 6-姜辣素含量测定 按照 2015 年版《中国药典》中干姜饮片的制备方法和分析方法,制备每一批次样品溶液,然后分别精密吸取 10 μL 进样分析,并根据外标法计算 6-姜辣素含量,计算结果见表 1。

2.3.4 干姜饮片标准汤剂中 6-姜辣素含量测定 分别精密吸取 2.2.2 项下的每一批次的供试品溶液

各 10 μL 进样,按照 2.3.1 项下色谱条件测定,并根据外标法计算 6-姜辣素含量,结果见表 1。

表 1 干姜标准汤剂的理化特征参数与 6-姜辣素的含量

Table 1 Physicochemical parameters of standard decoction of Zingiber Rhizoma and 6-gingerol's contents

编号	产地	批号	出膏率/%	6-姜辣素质量分数/%		转移率/%	pH
				饮片	汤剂		
S1	四川-1	MTYG-01	14.00	0.47	0.20	42.55	5.2
S2	山东	MTYG-02	23.05	0.73	0.34	46.58	4.5
S3	云南-4	MTYG-03	12.02	0.54	0.31	57.41	5.4
S4	云南-1	MTYG-04	15.33	0.53	0.21	39.62	4.1
S5	河北	NFYG-21	10.97	0.50	0.28	56.00	3.9
S6	四川-2	BZYG-11	12.00	0.66	0.21	31.82	5.0
S7	四川-3	BZYG-12	11.20	0.54	0.18	33.33	4.7
S8	安徽	G16-048	9.57	0.52	0.28	53.85	4.3
S9	云南-2	TRT-01	20.00	0.49	0.22	44.90	5.1
S10	云南-3	TRT-02	15.28	0.52	0.19	36.54	4.3
S11	广西	BJ-0035	14.00	0.56	0.26	46.43	4.1
S12	贵州	BJ-0036	18.00	0.53	0.23	43.40	4.3

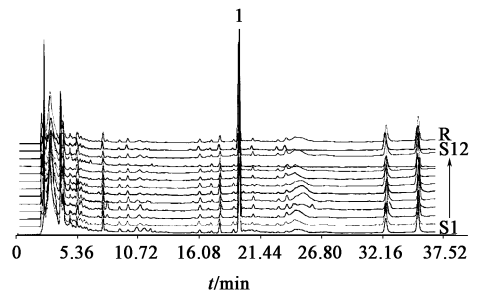
2.4 6-姜辣素转移率计算 根据以上 6-姜辣素含量测定结果,按照转移率的公式计算 6-姜辣素转移率[转移率=(标准汤剂中 6-姜辣素含量/相应饮片 6-姜辣素含量)×100%],每份样品平行 3 份取总平均值为 44.37%±8.38%,结果见表 1。

2.5 出膏率计算 将 2.2.2 项下制得的干姜饮片标准汤剂进行摇匀,然后精密吸取 10 mL,置于已经恒重干燥的蒸发皿中进行水浴蒸干,蒸干后在 105 ℃ 的烘箱中干燥 3 h,取出后放置于干燥器中冷却干燥 30 min,随后称质量并计算出膏率,每份样品均平行 3 份后取平均值,则出膏率为 11.25%±4.11%,结果见表 1。

2.6 指纹图谱的建立 将 12 批干姜饮片标准汤剂生成 HPLC 指纹图谱(图 3),并选取共有模式。根据峰型和峰面积以及保留时间的稳定与否,最终选出了 7 个峰作为共有峰,将 6-姜辣素峰作为参照峰,表 2 是根据 7 个共有峰的相对保留时间和相对峰面积计算结果。通过对比 12 批次干姜的 HPLC 色谱图信息可知,12 批干姜标准汤剂所生成的指纹图谱的相似度均>90%^[11],见表 3。

2.7 UPLC-MS 成分指认

2.7.1 UPLC 色谱条件 采用 CORTECS T3 色谱柱(2.1 mm×100 mm,1.5 μm);流动相 0.1% 甲酸水溶液(A)-0.1% 甲酸乙腈(B),梯度洗脱(0~1 min,0% B;1~4 min,0%~5% B;4~9 min,5%~17.5%



1. 6-姜辣素

图 3 干姜标准汤剂的 HPLC 指纹谱

Fig.3 HPLC fingerprint chromatograms of standard decoction of Zingiberis Rhizoma

表 2 干姜标准汤剂的主要共有指纹峰指标参数

Table 2 Parameters of common peaks of standard decoction of Zingiberis Rhizoma

峰号	t _R /min	相对保留时间	峰面积	相对峰面积
1	7.572	0.39	30.4	0.07
2	9.785	0.50	23.1	0.05
3	16.136	0.82	23.4	0.05
4	17.913	0.91	29.1	0.07
5	19.636	1.00	429.6	1.00
6	32.662	1.66	130.9	0.30
7	35.466	1.81	139.2	0.32

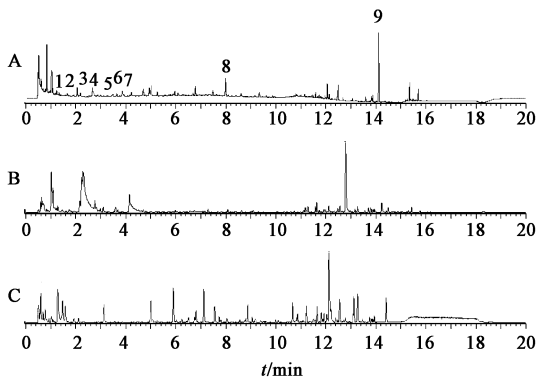
B;9~14 min,17.5%~55% B;14~17 min,55%~90% B,17~20 min,90%~0% B),流速设定为

表 3 12 批干姜标准汤剂的 HPLC 指纹图谱的相似度

Table 3 HPLC chromatograms similarity evaluation of 12 batches of standard decoction of Zingiberis Rhizoma

编号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	对照指纹图谱
S1	1	0.908	0.914	0.912	0.917	0.945	0.904	0.901	0.919	0.991	0.922	0.902	0.934
S2	0.908	1	0.911	0.984	0.907	0.933	0.949	0.901	0.918	0.907	0.921	0.901	0.930
S3	0.914	0.911	1	0.911	0.918	0.924	0.919	0.917	0.955	0.925	0.952	0.917	0.948
S4	0.912	0.984	0.911	1	0.913	0.917	0.947	0.925	0.923	0.905	0.933	0.924	0.919
S5	0.917	0.907	0.918	0.913	1	0.976	0.938	0.909	0.925	0.916	0.926	0.914	0.931
S6	0.945	0.933	0.924	0.917	0.976	1	0.949	0.918	0.908	0.903	0.928	0.921	0.929
S7	0.904	0.949	0.919	0.947	0.938	0.949	1	0.929	0.915	0.901	0.918	0.933	0.925
S8	0.901	0.901	0.917	0.925	0.909	0.918	0.929	1	0.936	0.925	0.934	0.996	0.971
S9	0.919	0.918	0.955	0.923	0.925	0.908	0.915	0.936	1	0.929	0.996	0.939	0.959
S10	0.991	0.907	0.925	0.905	0.916	0.903	0.901	0.925	0.929	1	0.930	0.936	0.943
S11	0.922	0.921	0.952	0.933	0.926	0.928	0.918	0.934	0.996	0.930	1	0.944	0.959
S12	0.902	0.901	0.917	0.924	0.914	0.921	0.933	0.996	0.939	0.936	0.944	1	0.974
对照指纹图谱	0.934	0.930	0.948	0.919	0.931	0.929	0.925	0.971	0.959	0.943	0.959	0.974	1

0.4 mL·min⁻¹, 进样量 2 μL, 柱温 30 ℃, 检测波长 280 nm。见图 4。



A. UPLC(280 nm); B. 正离子模式; C. 负离子模式

图 4 干姜标准汤剂的 UPLC 及质谱总离子流

Fig. 4 UPLC and TIC of standard decoction of Zingiberis Rhizoma by UPLC-Q-TOF-MS

2.7.2 质谱条件 电喷雾离子源为 ESI, 离子化模式为正、负离子模式, 离子源温度为 150 ℃, 脱溶剂气体为高纯度氮, 去溶剂化温度为 550 ℃, 流速 800 L·h⁻¹, 毛细管电压为 1.5 kV, 锥孔电压为 30 V, 扫描范围为 *m/z* 50 ~ 1 200, 将亮氨酸-脑啡肽 (*m/z* 554.2615) 作为外标, 进行质量实时校正。

2.7.3 色谱峰指认 精密吸取干姜标准汤剂供试品溶液 1 μL 注入到 UPLC-Q-TOF-MS 系统中进行测定, 并利用 Masslynx4.1 软件对正、负离子模式下的 TIC 图进行分析处理(图 3), 采用 UNIFI1.8 数据处

理系统对比分析相对分子质量、特征离子碎片信息, 并结合 MassFragment™ 软件来确定出各个化合物的相对分子质量和分子式。最终根据对照品和质谱分析共鉴定了 9 个色谱峰分别为尿苷, fructose-leucine, 3-甲氧基酪氨酸, 6-姜辣素, 柠檬酸, *N*-乙酰基-谷氨酸, 肌苷, 尿苷, 腺苷。相关离子推断见表 4。

3 讨论

由于原药材的产地不同, 其所含的有效成分的含量可能也会有差异, 故本研究将收集来的 6 个不同产地的 12 批次药材均进行了基源鉴定, 实验结果显示 12 批干姜药材样品均为主产区和道地产区中具有较好代表性药材饮片, 12 批干姜饮片均符合 2015 年版《中国药典》各项规定。

干姜标准汤剂质量标准的制定是利用生成的指纹图谱结合指标成分含量测定结果联合评价研究的结果, 研究过程中共鉴定出了 9 个化学成分, 从整体定性和 6-姜辣素定量两个方面说明干姜标准汤剂的化学成分特征及其含量情况。通过对 12 批干姜饮片标准汤剂的指纹图谱进行研究, 发现指纹图谱的色谱峰个数及相对保留时间没有明显差异, 峰面积较大的色谱峰相对峰面积比较稳定, 峰面积较小的色谱峰则差异较大, 总体相似度可达到 90% 以上。

本研究所建立的干姜标准汤剂质量标准对临床

表 4 正、负离子模式下干姜标准汤剂共有指纹峰的鉴定

Table 4 Identification of common peaks in fingerprint of standard decoction of Zingiberis Rhizoma

No.	t_R /min	相对保留时间	成分	分子式	相对质量 分数/Da	m/z	δ	MS/MS	加合物
1	1.28	1.00	柠檬酸	C ₆ H ₈ O ₇	192.027 0	191.019 7	0	111.008 8, 129.019 3	- H
2	1.58	1.23	N-乙酰基-谷氨酸	C ₇ H ₁₁ NO ₃	189.063 7	188.056 6	0.1	128.035 3, 102.056 1	- H
3	2.11	1.65	尿苷	C ₉ H ₁₂ N ₂ O ₆	244.069 5	243.062 0	-0.2	200.056 4, 110.024 8, 188.092 8	- H, + Cl, + HCOO
4	2.84	2.22	fructose-leucine	C ₁₂ H ₂₃ NO ₇	293.147 5	294.155 0	0.2	276.142 2, 230.138 7, 258.133 6	- H
5	3.3	2.58	腺苷	C ₁₀ H ₁₃ N ₅ O ₅	267.096 8	268.104 7	0.7	136.061 8	+ H
6	3.66	2.86	肌苷	C ₁₀ H ₁₂ N ₄ O ₅	268.080 8	267.073 1	-0.4	135.031 2	- H
7	3.7	2.89	鸟苷	C ₁₀ H ₁₃ N ₅ O ₅	283.091 7	282.084 6	0.2	150.042 1	- H
8	8.09	6.32	3-甲基酪氨酸	C ₁₀ H ₁₃ NO ₄	211.084 5	234.074 2	0.5	166.086 3, 136.075 7	+ Na
9	14.22	11.11	姜辣素(6-姜酚)	C ₁₇ H ₂₆ O ₄	294.183 1	317.172 2	-0.1	177.091 0, 137.059 7	+ Na, + K

用药具有指导性意义,也为干姜的其他剂型提供了参考价值^[12-16]。本研究中将 6-姜辣素选作为质量标准研究的指标成分,对其转移率和回收率进行评价研究,结果表明制定出的干姜标准汤剂质量标准与干姜饮片的基本属性相一致,最大程度地呈现了原药材饮片的特性,为应用于临床起到了指导性意义,也为干姜不同的制剂类型及配伍使用提供了质量评判标准。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[M]. 北京:中国医药科技出版社,2015:14.

[2] 孙凤娇,李振麟,钱士辉,等. 干姜化学成分和药理作用研究进展[J]. 中国野生植物资源,2015,34(3):34-37.

[3] 崔婉华,王彦志,李泽之. 干姜化学成分的分鉴定[J]. 中药材,2018,41(2):334-337.

[4] QIAO X, LIN X H, JI S, et al. Global profiling and novel structure discovery using multiple neutral loss/precursor ion scanning combined with substructure recognition and statistical analysis (MNPSS): characterization of terpene-conjugated curcuminoids in curcuma longa as a case study[J]. Anal Chem, 2016, 88(1):703-710.

[5] 叶刚飒,余书洪,杨卫芳,等. 生姜的有效成分与药理作用研究进展[J]. 浙江树人大学学报:自然科学版, 2011, 11(3):24-27.

[6] 董艳,姚魁武,王阶. 辨姜及其炮制品药理和临床运用特点[J]. 中国中药杂志,2018,43(10):2020-2024.

[7] 吴智高. 浅谈中药制剂的工艺与质量[J]. 海峡药学, 2008, 20(12):87-88.

[8] 国家中医药管理局、卫生部关于印发医疗机构中药煎药室管理规范的通知(国中医药发[2009]3号)[N]. 中华人民共和国卫生部公报,2009-03-07.

[9] 陈士林,刘安,李琦,等. 中药饮片标准汤剂研究策略[J]. 中国中药杂志,2016,41(8):1367-1375.

[10] 陈士林,姚辉,韩建萍,等. 中药材 DNA 条形码分子鉴定指导原则[J]. 中国中药杂志,2013,38(2):141-148.

[11] 祝明,陈碧莲,石上梅. 中药指纹图谱技术在中国药典 2015 年版一部中的应用[J]. 中国现代应用药学, 2016, 33(5):611-614.

[12] 张鹏,邬兰,李西文,等. 人参饮片标准汤剂的评价及应用探讨[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):2-11.

[13] 于小红,赵嵘,代云桃,等. 党参标准汤剂质量评价的建立[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):24-29.

[14] 李琦,章军,崔文金,等. 黄芩饮片标准汤剂的制备和质量标准评价[J]. 中国实验方剂学杂志,2017,23(7):36-40.

[15] 焦梦姣,邓哲,章军,等. 含挥发性成分中药饮片标准汤剂的制备和质量标准研究——以牡丹皮为例[J]. 中国中药杂志,2018,43(5):891-896.

[16] 徐姣,赵嵘,代云桃,等. 中药饮片标准汤剂的质量评价案例——连翘[J]. 中国中药杂志,2018,43(5):868-872.

[责任编辑 顾雪竹]