

UPLC 一测多评法测定生姜总酚软胶囊中 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚

李丽芳, 谭小婷, 张意彬, 周艳林, 邹 洵*

桂林三金药业股份有限公司, 广西 桂林 541104

摘要: 目的 采用超高效液相色谱-一测多评 (UPLC-QAMS) 法测定生姜总酚软胶囊中 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚。方法 采用 Acquity UPLC HSS T3 C₁₈ 色谱柱 (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm); 流动相为乙腈-水, 梯度洗脱; 检测波长: 220 nm; 体积流量为 0.3 mL/min; 柱温为 30 °C; 进样量 1 μL。以 6-姜辣素为内参物, 计算 8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚的相对校正因子。结果 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚的平均回收率分别为 101.10%、100.98%、100.39%、101.32%, RSD 值分别为 2.12%、2.00%、2.40%、2.03%。采用外标法与 QAMS 法计算生姜总酚软胶囊中 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚的检测结果无显著差异。结论 方法准确性高、重复性好, 可为生姜总酚软胶囊的质量控制提供参考。

关键词: 生姜总酚软胶囊; 6-姜辣素; 8-姜酚; 6-姜烯酚; 10-姜酚; 超高效液相色谱; 一测多评

中图分类号: R286.02 文献标志码: A 文章编号: 1674-5515(2026)07-1979-05

DOI: 10.7501/j.issn.1674-5515.2026.07.014

Determination of 6-gingerol, 8-gingerol, 6-shogaol and 10-gingerol in Ginger Total Phenol Soft Capsules by UPLC-QAMS method

LI Lifang, TAN Xiaoting, ZHANG Yibin, ZHOU Yanlin, ZOU Xun

Guilin Sanjin Pharmaceutical Co., Ltd., Guilin 541104, China

Abstract: Objective To establish an analysis method of 6-gingerol, 8-gingerol, 6-shogaol and 10-gingerol in Ginger Total Phenol Soft Capsules by UPLC-QAMS method. **Methods** The separation was performed on Acquity UPLC HSS T3 C₁₈ chromatographic column (100 mm × 2.1 mm, 1.8 μm) with gradient elution using acetonitrile - water as the mobile phase. The detection wavelength was set at 220 nm, the flow rate was 0.3 mL/min, the column temperature was 30 °C, and the injection volume was 1 μL. Using 6-gingerol as the internal reference substance, the relative correction factors of 8-gingerol, 6-shogaol and 10-gingerol were calculated. **Results** The average recoveries of 6-gingerol, 8-gingerol, 6-shogaol and 10-gingerol were 101.10%, 100.98%, 100.39%, and 101.32%, respectively, with RSD values of 2.12%, 2.00%, 2.40%, and 2.03%. There were no significant differences in the detection results of 6-gingerol, 8-gingerol, 6-shogaol and 10-gingerol in Ginger Total Phenol Soft Capsules when calculated using the external standard method and the QAMS method. **Conclusion** The method exhibits high accuracy and good repeatability, providing a reference for the quality control of Ginger Total Phenol Soft Capsules.

Key words: Ginger Total Phenol Soft Capsules; 6-gingerol; 8-gingerol; 6-shogaol; 10-gingerol; UPLC; QAMS

生姜总酚软胶囊由生姜提取物加植物油制成, 具有胃止呕的功效, 临床用于晕动症所致胃部不适、恶心呕吐, 亦可改善胃肠功能紊乱、缓解化疗相关呕吐^[1]。其活性成分姜酚类化合物 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚是发挥抗炎、抗氧化、调节胃肠平滑肌、止呕等药理作用的物质基础^[2-3]。

现行质量标准仅以单一的 6-姜辣素为定量指标, 而《中国药典》2025 年版一部已要求生姜药材同步测定 6-姜辣素、8-姜辣素、10-姜辣素^[4]。生姜药材的质量受产地、采收期、加工工艺影响显著, 不同来源姜酚类成分配比差异大, 单一成分控制难以全面反映多成分协同作用的内在质量, 也无法有效区分

收稿日期: 2026-01-28

基金项目: 国家药监局中药材质量监测与评价重点实验室开放课题 (KFKT2022-8); 广西科技重大专项 (桂科 AA23023035-4)

作者简介: 李丽芳 (1986—), 女, 中级工程师, 硕士, 从事中药 (民族药) 新药研发。E-mail: 393375677@qq.com

*通信作者: 邹 洵 (1976—), 男, 中级工程师, 双硕士, 从事中药新药研发与中药现代化研究。E-mail: xunzou@hotmail.com

药材品质差异^[5-6]。同时 6-姜烯酚等对照品价格昂贵、制备复杂,给多成分同步定量检测带来技术和成本双重挑战^[7]。UPLC 具有高效、快速、高灵敏度优势,可实现中药复杂体系中多成分的快速分离和检测^[8-9]。一测多评(QAMS)通过建立核心成分与其他成分的相对校正因子,利用单一对照品完成多成分定量,显著降低检测成本、提升效率,在多种中药及其制剂的质量控制中得到应用^[10-13]。基于此,本研究建立 UPLC 一测多评法测定生姜总酚软胶囊中 4 种姜酚类成分 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚,方法准确性、重复性、耐用性较好,为生姜总酚软胶囊的质量评价、质量标准提升提供依据。

1 仪器与试剂

Acquity 超高效液相色谱仪(Waters), Vanquish 超高效液相色谱仪(Thermo Scientific), 数显控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司), 电子天平(Mettler Toledo)。

8-姜酚(批号 111993-202403, 质量分数 98.6%)、10-姜酚(批号 111994-202303, 质量分数 98.9%)、姜辣素(批号 111833-202408, 质量分数 99.3%)对照品均购自中国食品药品检定研究院, 6-姜烯酚对照品(批号 20AN0714-SL-01, 质量分数 96.6%)购自 Standardpharm Co., Ltd.。所用乙腈试剂均为色谱纯级别, 实验用水采用超纯化水, 其余试剂均为分析纯。

生姜总酚软胶囊, 规格 0.3 g/粒, 编号 S1~S15, 批号 250907、250101、250401、250502、250601、250701、250803、231001、240502、240502、240802、240901、241001、241101、241201, 三金集团湖南三金制药有限责任公司提供; 阴性样品为缺生姜提取物的胶囊内容物, 即玉米油(批号 20250501, 江西益普生药业有限公司)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

Acquity UPLC HSS T3 C₁₈ 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 1.8 μm); 流动相为乙腈(A)-水(B), 梯度洗脱(0~25 min, 30%→58% A; 25~32 min, 58%→62% A; 32~33 min, 62%→85% A; 33~38 min, 85%→87% A; 38~39 min, 87%→95% A; 39~50 min, 95% A); 检测波长: 220 nm; 体积流量为 0.3 mL/min; 柱温为 30 ℃; 进样量 1 μL。

2.2 溶液的制备

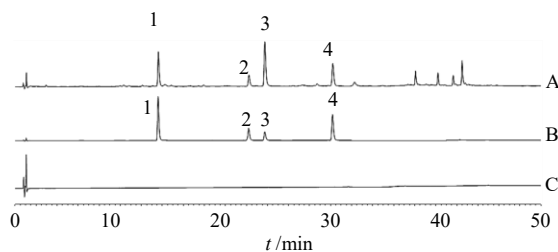
2.2.1 对照品溶液的制备 取 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚对照品适量, 精密称定, 加甲醇制含 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚 0.8、0.2、0.5、0.6 mg/mL 的混合溶液, 即得。

2.2.2 供试品溶液的制备 取生姜总酚软胶囊约 0.5 g, 置于锥形瓶中, 精密加入 25 mL 甲醇, 称定总质量, 超声处理(功率 800 W、频率 40 kHz) 15 min, 放冷, 再称定总质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3 阴性样品溶液的制备 按生姜总酚软胶囊处方取缺生姜提取物的其他内容物, 按照供试品溶液的制备项下方法制备阴性样品溶液。

2.3 专属性试验

分别精密吸取对照品溶液、生姜总酚软胶囊供试品溶液、阴性样品溶液注入液相色谱仪, 测定, 见图 1。结果阴性样品溶液在与对照品峰相应处未出现色谱峰, 表明阴性没有干扰。



1-6-姜辣素, 2-8-姜酚, 3-6-姜烯酚, 4-10-姜酚。
1-6-gingerol, 2-8-gingerol, 3-6-shogaol, 4-10-gingerol.

图 1 生姜总酚软胶囊(A)、混合对照品(B)和阴性样品(C)的 UPLC 色谱图

Fig. 1 UPLC Chromatograms of Ginger Total Phenol Soft Capsules (A), mixed reference substances (B), and negative sample (C)

2.4 线性关系考察

取 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成质量浓度 5.046 7、1.647 4、4.206 7、4.458 5 mg/mL 混合对照品溶液。分别精密量取混合对照品溶液 1、5、1、0.5 mL, 置 2、30、20、30 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。分别精密吸取上述溶液各 1 μL, 注入液相色谱仪, 测定。以质量浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 进行回归处理, 结果见表 1, 结果表明各成分在各自范围内线性关系良好。

表 1 各成分线性关系
Table 1 Linear relationships of components

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围/ μg
6-姜辣素	$Y=65.063\ 0\ X-6.754\ 8$	0.999\ 9	0.0841\ 1~5.046\ 7
8-姜酚	$Y=67.339\ 0\ X-2.232\ 3$	0.999\ 9	0.0274\ 6~1.647\ 4
6-姜烯酚	$Y=115.900\ 0\ X-11.079\ 0$	0.999\ 8	0.0701\ 1~4.206\ 7
10-姜酚	$Y=51.456\ 0\ X-4.849\ 7$	0.999\ 9	0.0743\ 1~4.458\ 5

2.5 精密度试验

取生姜总酚软胶囊供试品溶液(编号 S1)1 份,重复进样 6 次,记录 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚峰面积,计算得 4 个成分色谱峰面积的 RSD 值分别为 0.16%、0.93%、0.15%、0.12%。

2.6 稳定性试验

取生姜总酚软胶囊供试品溶液(编号 S1)1 份,分别在 0、2、4、6、8、10、12、24、30 h 进样测定,记录所测 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚峰面积,计算得 4 个成分色谱峰面积的 RSD 值分别为 0.91%、0.82%、1.05%、0.92%,结果表明,供试品溶液在 30 h 内测定稳定性较好。

2.7 重复性试验

取生姜总酚软胶囊样品(编号 S1)6 份,制备供试品溶液,测定 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚峰面积,计算得 4 个成分质量分数的 RSD 值分别为 1.32%、1.47%、1.66%、1.33%。

2.8 回收率试验

取生姜总酚软胶囊样品(编号 S1)6 份,每份 0.25 g,精密称定,分别加入 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚对照品 8.411 2、2.745 7、6.337 1、7.430 9 mg,制备供试品溶液,进样分析,计算回收率,结果 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚的平均回收率分别为 101.10%、100.98%、100.39%、101.32%,RSD 值分别为 2.12%、2.00%、2.40%、2.03%。

2.9 相对校正因子($f_{s/i}$)的建立

结合线性不同浓度对照品溶液测定结果,以 6-姜辣素为内参物,计算其余成分的 $f_{s/i}$ ^[8],生姜总酚软胶囊中各待测组分与内参物 6-姜辣素之间的 $f_{s/i}$ 分别为 0.961、0.571、1.267,结果见表 2。

$$f_{s/i}=f_s/f_i=A_sC_i/(A_iC_s)$$

A_s 为 6-姜辣素对照品的峰面积, C_s 为 6-姜辣素对照品的质量浓度, A_i 为待测成分的峰面积, C_i 为待测成分的质量浓度

表 2 各成分的校正因子
Table 2 Correction factors for each component

成分	$f_{s/i}$						RSD/%
	1	2	3	4	5	均值	
8-姜酚	0.949	0.962	0.966	0.967	0.967	0.961	0.89
6-姜烯酚	0.579	0.573	0.568	0.565	0.564	0.571	1.09
10-姜酚	1.266	1.268	1.268	1.267	1.267	1.267	0.08

2.10 $f_{s/i}$ 耐用性考察

2.10.1 不同色谱仪器和色谱柱对 $f_{s/i}$ 的影响 在 Vanquish 超高效液相色谱仪和 Acquity 超高效液相色谱仪两种色谱仪上,采用 ACQUITY UPLC HSS T3 C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm)、Endeavorsil C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm)、Tiank C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 3 种品牌色谱柱测定各成分的校正因子,结果见表 3。RSD 值均小于 3.0%,表明无显著差异。

表 3 不同色谱柱在不同仪器上对 $f_{s/i}$ 的影响
Table 3 Effect of different chromatographic columns on $f_{s/i}$ on different instruments

仪器	色谱柱	$f_{s/i}$		
		8-姜酚	6-姜烯酚	10-姜酚
Vanquish	HSS T3 C ₁₈	0.961	0.571	1.267
	Endeavorsil C ₁₈	0.973	0.589	1.276
	Tiank C ₁₈	0.966	0.568	1.268
	均值	0.962	0.579	1.278
	RSD/%	1.120	1.590	0.920
Acquity	HSS T3 C ₁₈	0.987	0.559	1.336
	Endeavorsil C ₁₈	0.979	0.556	1.282
	Tiank C ₁₈	0.945	0.540	1.279
	平均值	0.970	0.552	1.299
	RSD/%	2.300	1.900	2.470

2.10.2 不同柱温对 $f_{s/i}$ 的影响 在不同柱温 25、30、35 ℃条件下,测定各成分的校正因子,结果见表 4。RSD 值均小于 3.0%,表明无显著差异。

表 4 不同柱温对 $f_{s/i}$ 的影响

Table 4 Effect of different column temperatures on $f_{s/i}$

成分	$f_{s/i}$				RSD/%
	25 ℃	30 ℃	35 ℃	均值	
8-姜酚	0.963	0.961	0.946	0.957	0.95
6-姜烯酚	0.578	0.571	0.582	0.577	0.92
10-姜酚	1.295	1.267	1.288	1.283	1.11

2.10.3 不同体积流量对 $f_{s/i}$ 的影响 在不同体积流量 0.28、0.30、0.32 mL/min 条件下,测定各成分的校正因子,结果见表 5。RSD 值均小于 3.0%,表明无显著差异。

表 5 不同体积流量对 $f_{s/i}$ 的影响

Table 5 Effect of different velocity of flow on $f_{s/i}$

成分	$f_{s/i}$				RSD/%
	0.28mL·min ⁻¹	0.30mL·min ⁻¹	0.32mL·min ⁻¹	均值	
8-姜酚	0.946	0.961	0.953	0.953	0.78
6-姜烯酚	0.576	0.571	0.584	0.577	1.11
10-姜酚	1.295	1.267	1.290	1.284	1.14

2.11 样品测定

取 15 批生姜总酚软胶囊(编号 S1~S15),制备供试品溶液,注入色谱仪,测定,以外标法、QAMS 法分别计算样品中 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚的质量分数,结果见表 6。结果表明,两种测定方法所得结果无明显差异,说明该 QAMS 法可用于生姜总酚软胶囊中 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚的测定。

3 讨论

3.1 色谱条件的选择

采用二极管矩阵检测器在 190~400 nm 波长采集数据并分析各色谱峰光谱特征,结果显示供试品和对照品在对应色谱峰的光谱图一致。在 220 nm 波长下,色谱峰数量最多,且所有待测目标成分均呈现较强吸收,故确定 220 nm 为检测波长。对甲醇-水、乙腈-水两种流动相体系进行考察,发现以乙腈-水为流动相进行梯度洗脱时,各成分分离度良好、峰形更佳,分离效果良好,因此选用该流动相体系。

表 6 生姜总酚软胶囊中 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚测定结果 ($n=3$)

Table 6 Determination of 6-gingerol, 8-gingerol, 6-shogaol and 10-gingerol in Ginger Total Phenol Soft Capsules ($n=3$)

批号	6-姜辣素/%	8-姜酚/%		6-姜烯酚/%		10-姜酚/%	
		外标	QAMS	外标	QAMS	外标	QAMS
S1	2.826	1.119	1.097	2.624	2.595	2.814	2.806
S2	2.058	0.818	0.802	1.906	1.885	2.040	2.034
S3	2.908	1.157	1.135	2.695	2.665	2.895	2.887
S4	2.162	0.362	0.355	0.872	0.862	0.797	0.795
S5	2.370	0.398	0.390	0.963	0.952	0.868	0.865
S6	1.807	0.296	0.290	0.731	0.723	0.662	0.661
S7	2.210	0.892	0.875	3.021	2.987	2.303	2.296
S8	2.324	0.935	0.917	3.170	3.135	2.417	2.410
S9	2.494	1.007	0.987	3.412	3.373	2.599	2.592
S10	1.962	1.232	1.208	7.531	7.446	3.174	3.165
S11	2.127	1.350	1.323	8.187	8.095	3.421	3.411
S12	1.936	1.229	1.205	7.453	7.369	3.116	3.107
S13	2.653	0.654	0.641	1.953	1.931	1.616	1.612
S14	2.993	0.729	0.715	2.173	2.149	1.781	1.776
S15	1.949	0.477	0.468	1.425	1.409	1.167	1.163

3.2 供试品溶液制备方法的选择

对比甲醇、乙醇两种提取溶剂的提取效果,结果表明甲醇超声提取能更充分地提取各目标成分。进一步考察超声时间(0、15、30 min)对提取效率的影响,结果超声 15 min 即可将 4 种目标成分提取完全,延长提取时间未显著提升提取率,故确定超声提取时间为 15 min。

本研究以 6-姜辣素为内参物,计算得到 8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚的相对校正因子。耐用性试验结果显示,该相对校正因子在 2 种不同型号高效液相色谱仪、3 种不同品牌 C₁₈ 色谱柱,以及不同柱温(25~35 ℃)、不同体积流量(0.28~0.32 mL/min)条件下均保持稳定,方法耐用性良好。

分别采用外标法与 QAMS 法测定 15 批生姜总酚软胶囊样品中 6-姜辣素、8-姜酚、6-姜烯酚、10-姜酚,两种方法的检测结果无显著差异,表明所建立的 QAMS 法准确性高、重复性好,可为生姜总酚软胶囊的质量控制提供参考。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

[1] 胡许欣,刘晓,楚玉,等. 生姜中有效部位及相关活性

- 成分的止呕作用研究 [J]. 中国中药杂志, 2016, 41(5): 909-917.
- [2] 黄雪松, 宴日安, 吴建中. 姜酚的生物活性述评 [J]. 暨南大学学报: 自然科学与医学版, 2005, 26(3): 434-439.
- [3] 李丽芳, 叶羽苗, 朱旭敏, 等. UPLC 指纹图谱结合化学计量学评价生姜总酚软胶囊 [J]. 现代药物与临床, 2026, 41(6): 1631-1635.
- [4] 中国药典 [S]. 一部. 2025: 107-108.
- [5] 林巧, 吴敏, 陈燕. 不同产地生姜中姜酚类含量及最佳配比研究 [J]. 中国现代应用药学, 2023, 40(7): 921-926.
- [6] 郭杰, 蒋姗, 王悦, 等. 经典名方中生姜的本草考证及其质量评价 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2022, 28(2): 27-37.
- [7] 汪杰, 刘宇洁, 张静, 等. 基于化学计量法和指纹图谱对生姜不同处理方法的成分差异研究 [J]. 中草药, 2024, 55(9): 3107-3115.
- [8] 王智民, 高慧敏, 付雪涛, 等. 一测多评法同时测定干姜中 4 种姜酚类成分的含量 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(14): 80-84.
- [9] 左岚, 孟胜男. 一测多评法在中药药物分析中的应用进展 [J]. 中国药房, 2016, 27(18): 2589-2592.
- [10] 陈明, 李丽, 张伟. 一测多评法测定姜汁红糖中的 6 种姜辣素类成分含量 [J]. 食品科学, 2025, 46(8): 231-237.
- [11] 刘主洁, 毕福钧, 林彤. 基于 HPLC 指纹图谱和一测多评法的复方南板蓝根颗粒质量评价 [J]. 分析测试学报, 2024, 43(11): 1835-1842.
- [12] 陈燕军, 吴有根, 魏惠珍, 等. HPLC-一测多评法测定连花清瘟胶囊中绿原酸、甘草苷、木犀草苷、连翘酯苷 A、连翘苷和大黄酸 [J]. 现代药物与临床, 2024, 39(3): 609-614.
- [13] 李娜, 王静, 赵志刚, 等. 基于 UPLC 多成分含量测定的解郁丸质量评价[J]. 现代药物与临床, 2025, 40(3): 456-461.

[责任编辑 解学星]