

基于 UPLC 指纹图谱和化学模式识别结合多成分定量的雾水葛姜制前后化学成分差异研究

严静怡^{1,2}, 杨诗慧², 马恩耀^{2,4}, 周劲松², 刘劲涛³, 何新^{1*}

1. 广东药科大学, 广东 广州 510006
2. 广东汉潮中药科技有限公司, 广东 广州 510360
3. 广药采芝林(梅州)药业有限公司, 广东 梅州 514000
4. 广州采芝林药业有限公司, 广东 广州 510360

摘要: 目的 建立雾水葛 *Pouzolzia zeylanica* 生品与姜制品 UPLC 指纹图谱及多成分含量测定方法, 结合化学模式识别探究炮制前后化学成分差异, 为姜制雾水葛质量标准建立及质量评价提供实验依据。方法 采用 ACQUITY UPLC HSS T3 (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 色谱柱, 以甲醇-0.1%磷酸水溶液为流动相进行梯度洗脱, 柱温 30 °C, 体积流量 0.3 mL·min⁻¹, 检测波长 300 nm, 构建生、姜制雾水葛指纹图谱; 运用相似度评价、主成分分析(PCA)、正交偏最小二乘判别分析(OPLS-DA) 筛选差异性标志物, 并进行多成分定量检测。结果 成功建立雾水葛炮制前后 UPLC 指纹图谱, 标定 13 个共有特征峰, 通过与对照品对比, 指认了 4 种成分, 分别为原儿茶酸(1 号峰)、绿原酸(2 号峰)、牡荆素(9 号峰)、芦丁(12 号峰); PCA 与 OPLS-DA 模型可有效区分生品与姜制品, 综合筛选了原儿茶酸、绿原酸、芦丁、6-姜辣素 4 种特征指标成分。炮制后绿原酸、芦丁含量显著下降 ($P < 0.05, 0.01, 0.001$), 原儿茶酸含量呈上升趋势, 6-姜辣素仅存在于姜制品中。结论 原儿茶酸、绿原酸、芦丁及 6-姜辣素可作为雾水葛姜制前后质量差异的潜在标志性成分, 建立的指纹图谱联合多成分定量分析方法, 可清晰阐释炮制过程中物质基础变化规律, 为雾水葛饮片质量控制提供参考。

关键词: 雾水葛; 姜制; UPLC 指纹图谱; 化学模式识别; 原儿茶酸; 绿原酸; 芦丁; 6-姜辣素

中图分类号: R283.6 文献标志码: A 文章编号: 1674-6376(2026)06-2022-10

DOI:10.7501/j.issn.1674-6376.2026.06.014

Study on chemical component differences of *Pouzolzia zeylanica* before and after processing of steamed by ginger juice based on UPLC fingerprint and chemical pattern recognition and multi-component quantification

YAN Jingyi^{1,2}, YANG Shihui², MA Enyao^{2,4}, ZHOU Jinsong², LIU Jintao³, HE Xin¹

1. Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China
2. Guangdong Hanchao Traditional Chinese Medicine Technology Co., Guangzhou 510360, China
3. Guangzhou Pharmaceutical Holdings Cai Zhi Lin (Meizhou) Pharmaceutical Co., Meizhou 514000, China
4. Guangzhou Caizhilin Pharmaceutical Co., Guangzhou 510360, China

Abstract: Objective To establish UPLC fingerprint chromatograms and multi-component content determination methods for raw and steamed by ginger juice *Pouzolzia zeylanica*, and to explore the differences in chemical components before and after processing by combining chemical pattern recognition technology, providing experimental basis for the construction of quality standards and quality evaluation of ginger-processed *P. zeylanica*. **Methods** An ACQUITY UPLC HSS T3 column (100 mm × 2.1 mm, 1.8 μm) was used with a gradient elution of methanol and 0.1% phosphoric acid water solution as the mobile phase. The column temperature was 30 °C, the flow rate was 0.3 mL·min⁻¹, and the detection wavelength was 300 nm. Fingerprint chromatograms of raw and ginger-

收稿日期: 2026-03-14

基金项目: 国家重点研发计划项目“中药饮片炒炙智能识别与生产控制技术研究”(2023YFC3504200); 广州市科技局-广州市科技计划项目“中药材毒素检测及质量控制关键技术研究”(2023B03J1340); 广州市科技计划项目“基于人工智能辨识高分辨活性轮廓分析的岭南常用中药质量控制关键技术研究与应用”(SL2024B03J00626)

作者简介: 严静怡(2000—), 女, 硕士研究生, 从事中药材质量评价与药效物质基础研究。E-mail: 1224812702@qq.com

*通信作者: 何新, 女, 博士生导师, 教授, 从事中药药理与中药动力学研究。E-mail: hexintn@163.com

processed *P. zeylanica* were constructed. Similarity evaluation, principal component analysis (PCA), and orthogonal partial least squares discriminant analysis (OPLS-DA) were used to screen for differential markers, and multi-component quantitative detection was completed. **Results** UPLC fingerprint chromatograms of *P. zeylanica* before and after processing were successfully established, and 13 common characteristic peaks were identified. By comparing with reference substances, four components were identified, namely protocatechuic acid (peak 1), chlorogenic acid (peak 2), vitexin (peak 9), and rutin (peak 12). PCA and OPLS-DA models could effectively distinguish raw and ginger-processed products, and four characteristic index components, namely protocatechuic acid, chlorogenic acid, rutin, and 6-gingerol, were comprehensively screened. After processing, the contents of chlorogenic acid and rutin significantly decreased ($P < 0.05, 0.01, 0.001$), the content of protocatechuic acid showed an upward trend, and 6-gingerol was only present in ginger-processed products. **Conclusion** Protocatechuic acid, chlorogenic acid, rutin, and 6-gingerol can be used as potential marker components for the quality difference of *P. zeylanica* before and after ginger processing. The established fingerprint chromatogram combined with multi-component quantitative analysis method can clearly explain the changes in the material basis during the processing, providing a reference for the quality control of *P. zeylanica* slices.

Key words: *Pouzolzia zeylanica* (L.) Benn.; steamed by ginger juice; UPLC fingerprint; chemical pattern recognition method; protocatechuic acid; chlorogenic acid; rutin; 6-gingerol

雾水葛 *Pouzolzia zeylanica* (L.) Benn. 为荨麻科雾水葛属植物, 以带根全草入药, 是我国目前可药用的 4 种雾水葛属植物之一^[1]。其性寒、味甘淡, 具有清热解毒、消肿排脓、利水通淋的功效。《中华本草》《生草药性备要》及《中药大辞典》均明确记载雾水葛药性为寒; 查阅古籍文献发现, 《素问》中提及“感于寒则受病, 微则为咳, 甚则为泄为痛”“寒气客于小肠, 小肠不得成聚, 故后泄腹痛矣”, 由此可见, 寒性药物易引发呕逆等不良反应, 对胃肠道存在一定刺激性, 因此脾胃虚弱及便溏者忌服^[2]。

参考历代炮制文献, 同类寒性药物多以生姜为辅料进行炮制后入药, 以减轻其药性所致的不良反应, 如姜黄连^[3]、姜蒲公英根^[4]、姜西洋参^[5]等均采用该炮制思路。生姜常以姜汁形式作为炮制辅料应用于药材加工, 与药材结合后可有效抑制其寒凉之性^[6], 增强和胃止痛、缓解药物刺激性的作用, 这与中药炮制“寒者热制”的核心理论相契合^[7]。岭南地区居民注重养生, 蒸制作为该地区特色炮制方法, 可增强药物补益功效或缓和其药性, 契合当地饮食文化及居民体质特点^[8-10]。雾水葛作为我国南方常用中药材, 结合其寒性特质及岭南地域特色, 选用“蒸法”作为炮制方式, 同时加入姜汁作为辅料, 依据“相反为制”的炮制原则, 可有效缓和其寒性, 既符合临床用药习惯, 又凸显地方炮制特色。

目前, 本研究前期已参照《中国药典》2020 年版炮制通则 0213^[11], 对炮制辅料生姜的应用形式、用量, 以及蒸制时间、温度控制等关键工艺参数开展了系统研究, 确立了姜制雾水葛的规范化炮制方

法^[12], 为保障炮制品质量稳定性及临床疗效奠定了坚实基础。但截至目前, 笔者尚未见国内关于雾水葛经姜汁润蒸炮制前后化学成分变化规律的相关研究报道。

为明确雾水葛炮制前后的化学成分变化情况, 本研究采用 UPLC 指纹图谱结合相似度分析、聚类分析 (CA)、主成分分析 (PCA)、正交偏最小二乘判别分析 (OPLS-DA) 等方法, 对比雾水葛炮制前后的化学成分差异, 旨在筛选出其质量差异标志物, 同时阐明雾水葛寒性缓解的科学内涵, 为雾水葛的炮制工艺优化及质量控制提供科学依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器

ACQUITY UPLC H-Class 超高效液相色谱仪 (美国 Waters 公司); LC-40D 高效液相色谱仪 (岛津企业管理中国有限公司); XSR205DU 型百万分之一天平、XS204 型十万分之一天平 (瑞士 Mettler Toledo 公司); PL-S80T 型超声波清洗器 (东莞康士洁超声波科技有限公司); HH-21-8 型电热恒温水浴锅 (上海博迅医疗生物仪器股份有限公司); RHP-100 型高速多功能粉碎机 (浙江永康荣浩工贸有限公司)。

1.2 试药与试剂

原儿茶酸 (批号 110809-202207、质量分数 97.5%)、绿原酸 (批号 11075-202119、质量分数 96.3%)、牡荆素 (批号 111687-202306、质量分数 99.5%)、芦丁 (批号 19329-S250502、质量分数 89.9%)、6-姜辣素 (批号 111833-202408、质量分数 99.3%) 均购自中国食品药品检定研究院; 甲醇

(色谱纯)、乙腈(色谱纯), 上海安谱实验科技股份有限公司, 甲醇(分析纯, 天津市大茂化学试剂厂)、磷酸(HPLC级)、甲酸(HPLC级), 天津市科密欧化学试剂有限公司, 姜汁(实验室自制), 水为超纯水。

1.3 药材

15批雾水葛药材分别来源于广西玉林、广西柳州、广东云浮、广东博罗、湖北黄冈、福建福州。以上样本经广东药科大学纪瑞锋讲师鉴定为荨麻科植物雾水葛 *Pouzolzia zeylanica* (L.) Benn. 的带根全草, 见表 1。

表 1 样品信息

Table 1 Information of samples

雾水葛编号	姜制雾水葛编号	产地
W1	J1	广东云浮
W2	J2	广东云浮
W3	J3	广东云浮
W4	J4	广西玉林
W5	J5	广西玉林
W6	J6	广西玉林
W7	J7	广西玉林
W8	J8	广西玉林
W9	J9	广西玉林
W10	J10	广西柳州
W11	J11	广西柳州
W12	J12	广西柳州
W13	J13	广东博罗
W14	J14	福建福州
W15	J15	湖北黄冈

1.4 样品的炮制

姜制雾水葛饮片炮制工艺步骤如下^[12]: (1) 姜汁制备: 将生姜洗净, 捣烂, 加纯水, 压榨取汁, 得到姜渣再加纯水重复压榨 1 次, 过筛隔去生姜渣, 合并汁液, 即得姜汁; (2) 净选: 取雾水葛, 除去杂质, 选取合格雾水葛药材; (3) 闷润: 取净选后的雾水葛药材, 用姜汁闷润至润透原药材; (4) 蒸制: 将闷润后的雾水葛平铺, 进行蒸制; (5) 干燥: 将蒸制后的雾水葛烘干, 得到干燥雾水葛; (6) 筛选: 将干燥的雾水葛过筛, 将碎末剔除, 合格产品为雾水葛炮制品, 即姜制雾水葛饮片。

2 方法与结果

2.1 UPLC 指纹图谱的建立

2.1.1 色谱条件 采用 ACQUITY UPLC HSS T3 (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm) 色谱柱; 流动相为甲

醇-0.1%磷酸水溶液, 梯度洗脱 0~4 min, 13%→17%甲醇; 4~11 min, 17%→18%甲醇; 11~39 min, 18%→32%甲醇; 39~49 min, 32%甲醇; 49~50 min, 32%→40%甲醇; 50~55 min, 40%甲醇; 体积流量 0.3 mL·min⁻¹; 柱温 30 °C; 检测波长 300 nm; 进样量 2 μL。

2.1.2 供试品溶液的制备 分别取雾水葛、姜制雾水葛样品粉末(过三号筛)约 2.0 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 80%甲醇 50 mL, 称定质量, 加热回流 1.5 h, 放冷, 再称定质量, 用 80%甲醇补足缺失的质量, 摇匀, 经 0.22 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液即得。

2.1.3 对照品溶液的制备 分别称取原儿茶酸、绿原酸、牡荆素、芦丁适量, 精密称定, 加 80%甲醇配制成质量浓度分别为 0.050、0.100、0.100、0.050 mg·mL⁻¹ 的混合对照品溶液。

2.1.4 精密度考察 取 J1 样品粉末(过三号筛)约 2.0 g, 精密称定, 按照“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1.1”项下色谱条件连续进样 6 次。以 2 号峰(绿原酸)为参照峰, 计算峰 1、峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 的相对保留时间和相对峰面积; 以 12 号峰(芦丁)为参照峰, 计算峰 7、峰 8、峰 9、峰 10、峰 11、峰 13 的相对保留时间和相对峰面积, 结果显示, 13 个共有特征峰的相对保留时间 RSD 值为 0.30%~1.3%, 相对峰面积 RSD 值为 0.05%~0.96%, 表明仪器精密度良好。

2.1.5 重复性考察 取 J1 样品粉末(过三号筛)约 2.0 g, 平行 6 份, 精密称定, 按照“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1.1”项下色谱条件进样分析, 以 2 号峰(绿原酸)为参照峰, 计算峰 1、峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 的相对保留时间和相对峰面积; 以 12 号峰(芦丁)为参照峰, 计算峰 7、峰 8、峰 9、峰 10、峰 11、峰 13 的相对保留时间和相对峰面积, 结果显示, 13 个共有特征峰的相对保留时间 RSD 值为 0.81%~1.97%, 相对峰面积 RSD 值为 0.14%~1.17%, 表明该方法重复性良好。

2.1.6 稳定性考察 取 J1 样品粉末(过三号筛)约 2.0 g, 精密称定, 按照“2.1.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1.1”项下色谱条件分别于室温下放置 0、2、4、8、12、24 h 进样分析, 以 2 号峰(绿原酸)为参照峰, 计算峰 1、峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 的相对保留时间和相对峰面积; 以 12 号峰(芦丁)为参照峰, 计算峰 7、峰 8、峰 9、峰 10、峰

11、峰 13 的相对保留时间和相对峰面积,结果显示,13 个共有特征峰的相对保留时间 RSD 值为 0.20%~1.65%,相对峰面积 RSD 值为 0.10%~0.58%,表明供试品溶液于室温下放置 24 h 内稳定性良好。

2.1.7 指纹图谱的建立与相似度评价 精密称取 30 批样品,按“2.1.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1.1”项下色谱条件进样测定,将所得数据导入《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012 版),分别以 W1、J1 样品图谱为参照,采用中位数法,经多点校正、Mark 峰匹配后生成叠加指纹图谱,共标定 13 个共有峰,结果见图 1、2。通过与混合对照品(图 3)比对,指认出峰 1、2、9、12 分别为原儿茶酸、绿原酸、牡荆素、芦丁。采用平均数法计算 15 批雾水葛、15 批姜制雾水葛与各自对照图谱的相似度,各批次样品相似度均>0.90,表明 13 个特征峰良好传递,不同产地雾水葛样品质量一致性良好且炮制工艺稳定,对照特征图谱及共有模

式图谱见图 1、2。雾水葛、姜制雾水葛指纹图谱相似度评价结果见表 2。以 2 号峰(绿原酸)为参照峰,计算峰 1、峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 的相对保留时间;以 12 号峰(芦丁)为参照峰,计算峰 7、峰 8、峰 9、峰 10、峰 11、峰 13 的相对保留时间,结果显示,其相对保留时间均在规定值的±10%范围之内,规定值为:0.42(峰 1)、1.72(峰 3)、1.92(峰 4)、2.25(峰 5)、2.46(峰 6)、0.68(峰 7)、0.78(峰 8)、0.81(峰 9)、0.89(峰 10)、0.93(峰 11)、1.05(峰 13)。

2.1.8 图谱差异分析 UPLC 指纹图谱可以通过色谱峰高或峰面积的对比,判断药材内部的化学成分的增加,同时可以根据色谱峰的数量判断药材化学成分数量的变化。由图 1、2 可知,不同批次雾水葛及姜制雾水葛的色谱峰个数相等,主要表现在峰高及峰面积大小的区别。

2.2 化学识别模式

2.2.1 CA 将 6 个产地雾水葛及姜制雾水葛共 30

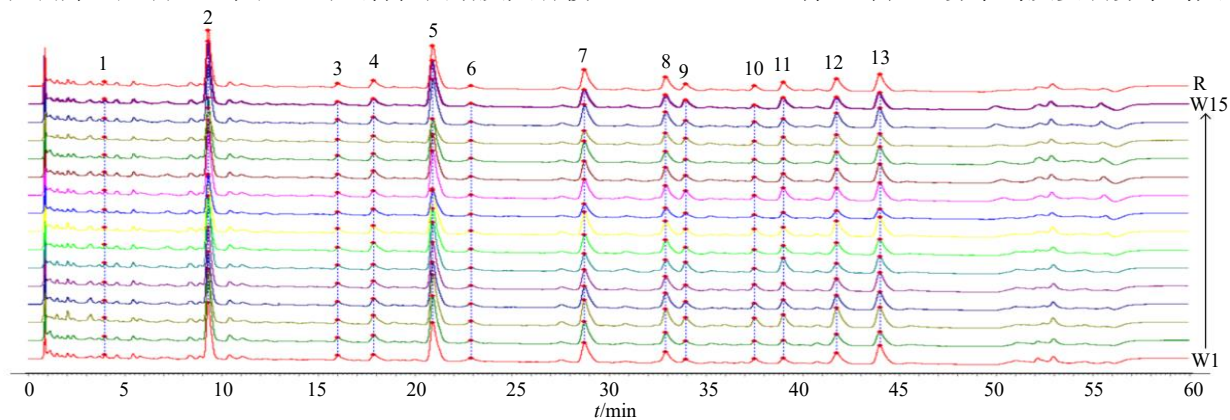


图 1 15 批雾水葛样品的 UPLC 指纹图谱及其对照指纹图谱 (R)

Fig. 1 UPLC fingerprints of 15 batches of *P. zeylanica* samples and reference fingerprint chromatogram (R)

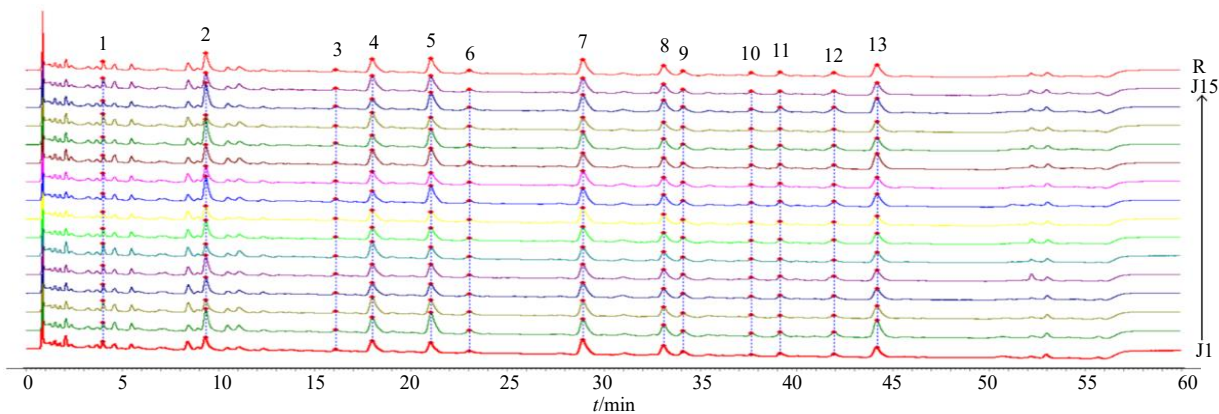
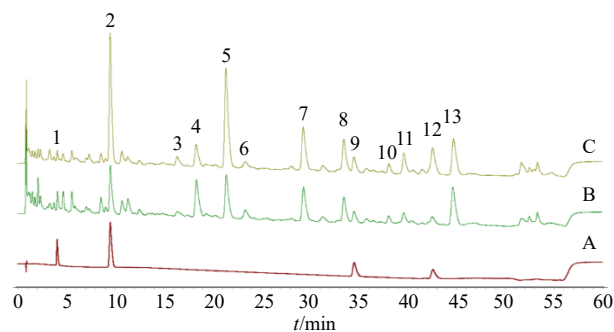


图 2 15 批姜制雾水葛样品的 UPLC 指纹图谱及其对照指纹图谱 (R)

Fig. 2 UPLC fingerprints of 15 batches of samples of *P. zeylanica* steamed by ginger juice and reference fingerprint chromatogram (R)



1-原儿茶酸; 2-绿原酸; 9-牡荆素; 12-芦丁。
1-protocatechuic acid; 2-chlorogenic acid; 9-vitexin; 12-rutin.

图 3 混合对照品 (A)、姜制雾水葛样品 (J1, B)、雾水葛样品 (W1, C) 溶液的 UPLC 图

Fig. 3 HPLC chromatogram of mixed reference substances solution (A), sample solution of *P. zeylanica* steamed by ginger juice (J1, B) and *P. zeylanica* sample solution (W1, C)

表 2 雾水葛生品、姜制品的相似度结果

Table 2 Similarity results of raw *P. zeylanica* and *P. zeylanica* steamed by ginger juice

编号	相似度	编号	相似度
W1	0.996	J1	0.989
W2	0.993	J2	0.993
W3	0.991	J3	0.987
W4	0.997	J4	0.999
W5	0.999	J5	0.996
W6	0.989	J6	0.986
W7	0.999	J7	0.998
W8	0.997	J8	0.993
W9	0.995	J9	0.989
W10	0.997	J10	0.998
W11	0.999	J11	0.992
W12	0.997	J12	0.988
W13	0.985	J13	0.984
W14	0.999	J14	0.988
W15	0.996	J15	0.997

批样品的 13 个共有峰峰面积进行处理, 导入 SPSS 22.0 软件, 采用组间连接法, 以欧氏距离为分类依据, 对样品进行聚类分析, 结果见图 4。当组间距离为 5 时, 可聚为 3 类, 其中, W1~W12 与 W15 聚为一类; W13~W14 聚为一类; J1~J15 共聚为一类。

2.2.2 因子分析 通过 IBM SPSS Statistics 25 软件, 将雾水葛及姜制雾水葛共 30 批样品的 13 个共有峰数据导入软件进行因子分析, 并进行 Bartlett 球形度检验, KMO 为 0.861 > 0.6, 满足因子分析的前

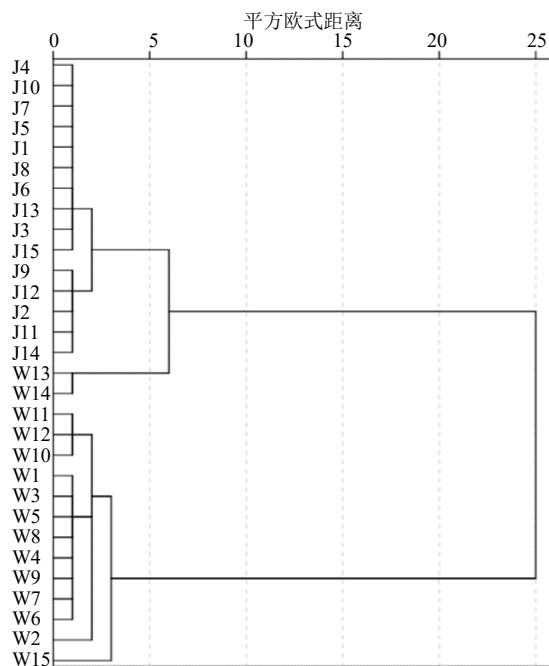


图 4 雾水葛生品、姜制品 CA 图

Fig. 4 CA diagram of raw *P. zeylanica* and *P. zeylanica* steamed by ginger juice

提要求。Bartlett 球形度检验 $P < 0.01$, 说明研究数据适合进行因子分析。以特征值 > 1 为标准, 共提取出 2 个因子, 主成分因子 1, 特征值为 10.140, 方差贡献率为 77.998%, 主成分因子 2, 特征值为 1.066, 方差贡献率为 8.197%, 累积方差解释率为 86.195%, 表明其对原始数据方差解释能力良好。结果见表 3, 表明这些主成分因子能够反映各产地雾水葛炮制品在炮制过程中产生差异的关键因素。

表 3 因子载荷矩阵

Table 3 Component matrix

共有峰峰号	载荷值	
	主成分 1	主成分 2
1	-0.841	0.025
2	0.940	-0.096
3	0.927	0.180
4	-0.780	0.303
5	0.978	-0.018
6	0.832	0.290
7	0.916	0.266
8	0.942	0.179
9	0.642	-0.660
10	0.891	0.167
11	0.853	-0.490
12	0.959	0.060
13	0.922	0.195

2.2.3 PCA 以 13 个共有峰的峰面积为原始数据导入 SIMCA 14.1 软件进行 PCA。结果显示, 数据模型矩阵的解解释率参数 R^2 为 0.985, 表明该模型稳定性良好; 模型预测能力参数 Q^2 为 0.846, 表示预测性良好, 得分图见图 5, 表明该模型有较好的预测能力。其中, 各产地雾水葛及其炮制品分别聚为 2 类, 除 W13 靠近炮制品所在象限及 W10 超出 95% 置信区间外, 雾水葛生品主要位于二、三象限, 炮制品位于一、四象限, 雾水葛生品及其炮制品距离较远, 提示雾水葛鲜药在炮制过程中成分含量变化较大, 导致峰面积变化较大。

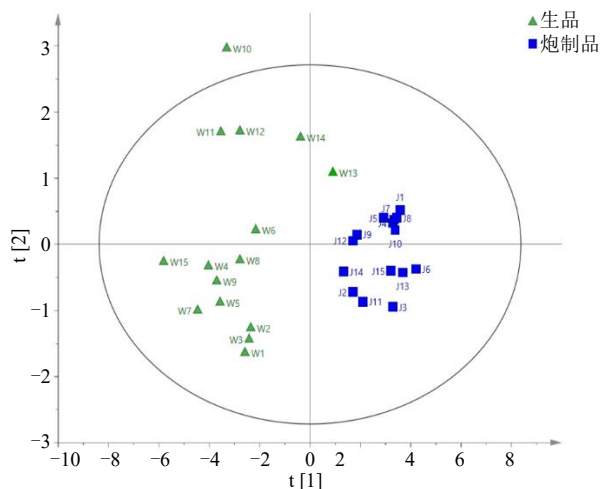


图 5 雾水葛生品、姜制品样品 PCA 得分图

Fig. 5 PCA diagram of raw *P. zeylanica* and *P. zeylanica* steamed by ginger juice

2.2.4 OPLS-DA 为进一步寻找雾水葛炮制前后样品的差异成分, 以 13 个共有峰峰面积为变量, 采用 SIMCA 14.1 软件进行有监督的 OPLS-DA。结果显示, 30 批样品按雾水葛 (W1~W15)、姜制雾水葛 (J1~J15) 分为 2 组, 数据矩阵的相关模型参数 R^2 为 0.849, R^2 为 0.936, 模型预测能力参数 Q^2 为 0.912, 均大于 0.5, 表明模型拟合度较好, 具有良好的预测能力, 结果见图 6。

为确保所建立的 OPLS-DA 模型的准确性, 对建立的 OPLS-DA 模型进行 200 次内部置换检验, 结果见图 7。 Q^2 回归线与纵轴的相交点小于零, 说明模型验证有效, 认为该结果可用于雾水葛炮制前后化学成分变化鉴别分析。右上角的 R^2 和 Q^2 的纵坐标的值高于最左边的 R^2 和 Q^2 , 斜率为正值, Q^2 点的蓝色回归线与纵轴 (左侧) 相交点低于 0 点, 说明所建模型可靠, 未出现过拟合现象, 结果可靠, 可用于雾水葛炮制前后差异标志物的筛选。

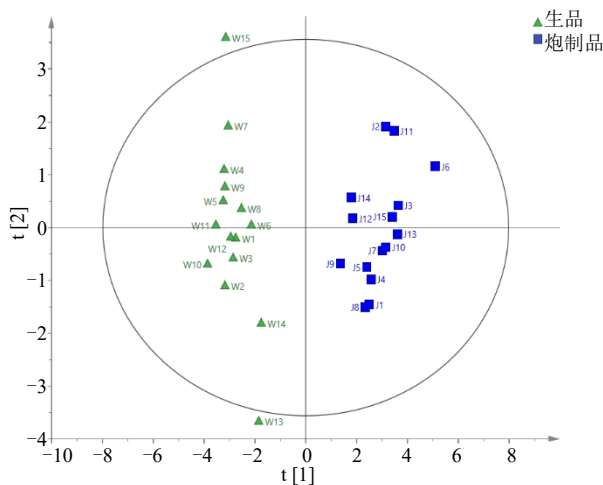


图 6 雾水葛生品、姜制品 OPLS-DA 得分图

Fig. 6 OPLS-DA diagram of raw *P. zeylanica* and *P. zeylanica* steamed by ginger juice

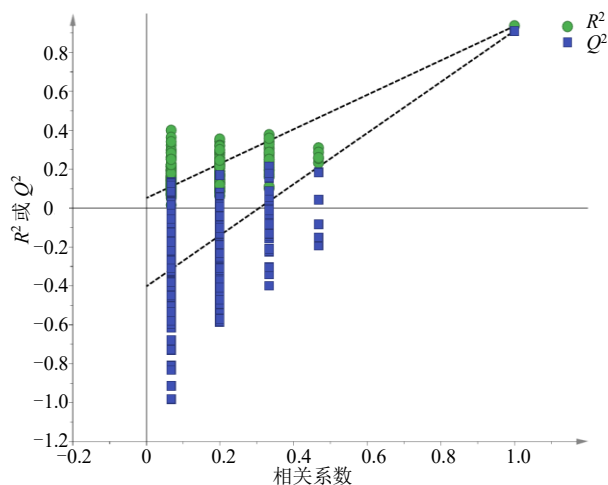


图 7 OPLS-DA 模型 200 次置换检验验证

Fig. 7 Verification of OPLS-DA model by 200 permutation tests

将 6 个产地的 13 个共有峰峰面积分别导入 SIMCA14.1 软件, 对各共有峰的变量投影重要性 (VIP) 值进行分析, 并以 $VIP > 1$ 为标准筛选贡献较大的差异性成分, 结果见图 8, 筛选得到 7 个成分对上述分类结果贡献较大, 按 VIP 值从高到低依次为峰 2、峰 5、峰 4、峰 12、峰 1、峰 3、峰 8。

2.3 多成分定量测定

OPLS-DA 结果显示, 共 7 个成分 $VIP > 1$, 经与对照品比对, 鉴定出峰 1 为原儿茶酸、峰 2 为绿原酸、峰 12 为芦丁。因原儿茶酸、绿原酸、芦丁是影响雾水葛、姜制雾水葛整体质量及差异性特征的重要化学成分, 同时参考金银花经炒制和炭制加热后, 绿原酸会发生异构化引起其含量降低, 从而使金

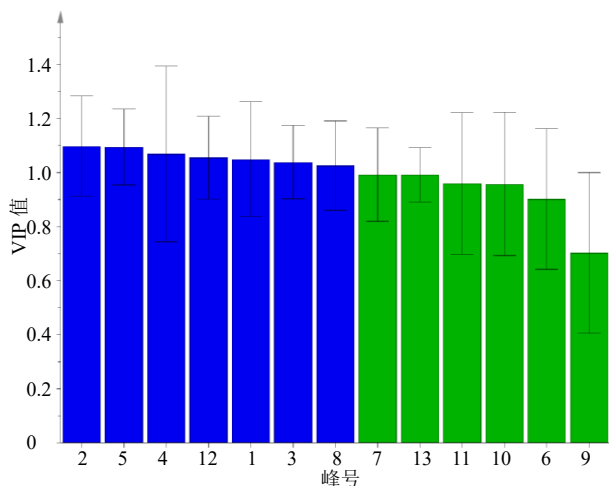


图 8 VIP 得分图

Fig. 8 VIP value diagram

银花寒性降低^[13], 故本研究选取原儿茶酸、绿原酸、芦丁作为指标性成分进行定量测定。因引入祛寒的炮制辅料为姜汁, 故参考《中国药典》2025 年版生姜项下, 选择 6-姜辣素作为另一含量考察指标。

2.3.1 色谱条件 原儿茶酸、绿原酸、芦丁的检测方法同“2.1.1”项。6-姜辣素的检测方法为采用 Ultimate ODS-3 C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱; 流动相为乙腈-0.1%甲酸水溶液, 梯度洗脱 0~10 min, 45%乙腈; 10~15 min, 45%→48%乙腈; 15~17 min, 48%→60%乙腈; 17~40 min, 60%乙腈; 体积流量 0.5 mL·min⁻¹; 柱温 35 °C; 检测波长 282 nm; 进样量 15 μL。

2.3.2 供试品溶液的制备 原儿茶酸、绿原酸、芦丁含量测定供试品溶液制备方法同“2.1.2”项。6-姜辣素含量测定供试品溶液制备方法为取姜制雾水葛饮片粉末(过三号筛)约 1.0 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 80%甲醇 25 mL, 密塞, 称定质量, 超声(480 W、40 kHz) 30 min, 放冷, 再称定质量, 用 80%甲醇补足缺失的质量, 摇匀, 经 0.22 μm 微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.3.3 对照品溶液的制备 精密称取原儿茶酸、绿原酸、芦丁适量, 精密称定, 加 80%甲醇配制成质

量浓度分别为 5、10、10 μg·mL⁻¹ 的混合对照品溶液; 精密称取 6-姜辣素适量, 精密称定, 加 80%甲醇配制成质量浓度为 20 μg·mL⁻¹ 的对照品溶液。

2.3.4 专属性考察 取“2.3.3”项下配制的 6-姜辣素对照品溶液、“2.3.2”项下制备的 6-姜辣素含量测定供试品溶液。按“2.3.1”项下 6-姜辣素含量测定色谱条件进样分析。空白溶剂在对照品成分的出峰位置上无吸收, 且溶剂对色谱峰无影响, 供试品溶液中对照品成分色谱峰的分离度良好(图 9), 该方法专属性良好。

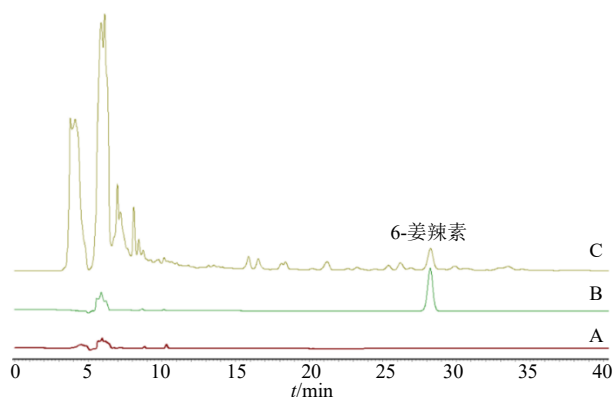


图 9 空白溶剂 (A)、6-姜辣素对照品溶液 (B)、姜制雾水葛样品溶液 (J1, C) 的 HPLC 图

Fig. 9 HPLC chromatograms of blank solvent (A), 6-gingerol reference solution (B) and sample solution of *P. zeylanica* steamed by ginger juice (J1, C)

2.3.5 线性关系考察 分别精密称定原儿茶酸、绿原酸、芦丁、6-姜辣素对照品 2.091、2.215、2.205、1.050 mg, 置 20 mL 量瓶中, 加 80%甲醇至刻度, 即得原儿茶酸、绿原酸、芦丁、6-姜辣素对照品储备液。精密吸取各对照品储备液适量, 分别配制成不同质量浓度的对照品溶液。按“2.3.1”项下色谱条件进样测定, 记录峰面积, 并进行线性回归, 绘制标准曲线。其中各待测成分的质量浓度为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y), 以信噪比 (S/N) = 3 计算检测限 (LOD), S/N = 10 计算定量限 (LOQ)。线性考察结果见表 4。

表 4 线性关系考察结果

Table 4 Linear relationship investigation results

对照品	回归方程	相关系数	线性范围/(μg·mL ⁻¹)	LOD/(μg·mL ⁻¹)	LOQ/(μg·mL ⁻¹)
原儿茶酸	Y=10 511 X+494.57	0.999 9	0.1~10.2	0.02	0.08
绿原酸	Y=15 347 X+9 975	0.999 3	0.5~53.3	0.12	0.48
芦丁	Y=5 970.3 X+1 342.8	0.999 7	0.5~50.2	0.12	0.42
6-姜辣素	Y=20 476 X+5 282.1	0.999 7	0.5~52.1	0.08	0.40

2.3.6 精密度考察 取 J1 样品, 按照“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3.1”项下色谱条件连续进样 6 次。记录各目标成分的峰面积, 计算得原儿茶酸、绿原酸、芦丁、6-姜辣素的峰面积 RSD 值分别为 1.27%、0.63%、0.53%、0.66%, 均小于 2%, 表明仪器精密度良好。

2.3.7 重复性考察 平行精密称定 6 份 J1 样品饮片粉末(过三号筛), 按照“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3.1”项下色谱条件进样分析, 记录各目标成分的峰面积, 计算得原儿茶酸、绿原酸、芦丁、6-姜辣素的质量分数的 RSD 值分别为 1.00%、0.70%、0.38%、0.28%, 均小于 2%, 表明该方法重复性良好。

2.3.8 稳定性考察 精密称定 J1 样品粉末(过三号筛), 按照“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.3.1”项下色谱条件分别于室温下放置 0、2、4、8、12、24 h 进样分析, 记录各目标成分的峰面积, 计算得原儿茶酸、绿原酸、芦丁、6-姜辣素的峰面积 RSD 值分别为 1.44%、1.05%、0.16%、0.62%, 均小于 2%, 表明供试品溶液在于室温下放置 24 h 内稳定性良好。

2.3.9 加样回收考察 精密称取已知各指标成分含量的 J1 样品粉末 24 份, 每份 1.0 g, 每 6 份一组

进行试验, 分别按姜制雾水葛饮片样品中各指标成分质量分数的 100% 加入相应的对照品, 按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 进样测定, 记录各目标成分的峰面积, 计算其加样回收率, 结果表明原儿茶酸、绿原酸、芦丁、6-姜辣素的平均加样回收率分别为 102.4%、103.9%、101.3%、99.28%, RSD 分别为 1.95%、1.51%、1.34%、1.21%, 表明该方法准确性良好。

2.3.10 样品测定 分别精密称取 15 批雾水葛、15 批姜制雾水葛样品, 按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 再按“2.3.1”项下色谱条件进样分析, 记录峰面积, 并计算样品中各目标成分含量, 结果见表 5。将含量数据导入 IBM SPSS Statistics 25 软件进行单因素方差分析, 结果表明: 姜制后原儿茶酸含量呈上升趋势; 绿原酸、芦丁含量均显著性降低 ($P < 0.05$ 、0.01、0.001); 6-姜辣素成分为生姜代表性成分, 仅在雾水葛炮制品中被检出。

3 讨论

现代药理学研究表明, 药物“寒性”主要通过有机酸^[4]、黄酮类、苷类及生物碱等成分发挥作用。基于“姜制温散”的传统炮制原理, 本研究以姜汁作为炮制辅料, 结合岭南特色炮制工艺“蒸法”, 可有效纠正雾水葛的寒凉之性, 增强其和胃止痛功

表 5 雾水葛生品、姜制品含量测定结果 ($\bar{x} \pm s, n=3$)

Table 5 Content determination results of raw *P. zeylanica* and *P. zeylanica* steamed by ginger juice ($\bar{x} \pm s, n=3$)

批号	原儿茶酸(mg·g ⁻¹)		绿原酸(mg·g ⁻¹)		芦丁(mg·g ⁻¹)		6-姜辣素(mg·g ⁻¹)
	生品	炮制品	生品	炮制品	生品	炮制品	炮制品
1	0.016±0.001	0.033±0.003	0.375±0.017	0.105±0.003**	0.364±0.029	0.088±0.003**	0.301±0.013
2	0.017±0.004	0.032±0.007	0.441±0.022	0.132±0.005**	0.377±0.017	0.145±0.012**	0.312±0.033
3	0.016±0.003	0.028±0.007	0.403±0.009	0.107±0.006***	0.368±0.030	0.084±0.006**	0.306±0.022
4	0.016±0.001	0.030±0.005	0.354±0.033	0.102±0.002*	0.474±0.008	0.102±0.010***	0.322±0.005
5	0.016±0.003	0.033±0.003	0.393±0.004	0.125±0.003***	0.415±0.027	0.159±0.012*	0.318±0.010
6	0.022±0.010	0.048±0.008	0.369±0.024	0.082±0.001**	0.390±0.005	0.080±0.003***	0.306±0.006
7	0.018±0.002	0.039±0.003	0.373±0.006	0.112±0.007***	0.507±0.025	0.133±0.016**	0.300±0.018
8	0.019±0.003	0.032±0.006	0.378±0.022	0.088±0.005**	0.404±0.009	0.103±0.010***	0.298±0.008
9	0.015±0.002	0.028±0.003	0.369±0.016	0.156±0.027*	0.433±0.006	0.157±0.020**	0.311±0.019
10	0.021±0.001	0.038±0.001	0.472±0.016	0.104±0.004***	0.317±0.022	0.103±0.005**	0.320±0.020
11	0.019±0.005	0.034±0.005	0.424±0.008	0.119±0.006***	0.384±0.008	0.140±0.019**	0.323±0.005
12	0.021±0.005	0.034±0.001	0.414±0.027	0.166±0.007*	0.351±0.021	0.177±0.022	0.318±0.012
13	0.014±0.003	0.029±0.004	0.271±0.017	0.074±0.004**	0.259±0.028	0.081±0.004*	0.313±0.009
14	0.015±0.003	0.029±0.008	0.221±0.003	0.096±0.009**	0.331±0.012	0.133±0.019*	0.303±0.008
15	0.018±0.001	0.037±0.005	0.366±0.023	0.105±0.006**	0.431±0.009	0.139±0.015***	0.321±0.010

与生品比较: * $P < 0.05$ ** $P < 0.01$ *** $P < 0.001$ 。

* $P < 0.05$ ** $P < 0.01$ *** $P < 0.001$ vs raw products.

效，并缓解药物对胃肠道的刺激作用。

本研究采用 UPLC 技术，建立了雾水葛炮制前后的指纹图谱，并对该方法进行了系统的方法学验证。结果显示，所建立的 UPLC 指纹图谱方法稳定、可靠、可行，可用于多批次雾水葛生品及姜制雾水葛样品的指纹图谱检测。其中，雾水葛生品及姜制雾水葛的指纹图谱分别标定出 13 个共有峰，所有样品的相似度均大于 0.9，表明各批次药材的主要化学成分组成较为一致，相似性良好，且炮制后药材中化学成分保持稳定。

CA 结果表明，30 批样品因炮制前后共有峰峰面积存在显著差异，可明确分为生品组与炮制组 2 大类。PCA 及 OPLS-DA 结果进一步显示，雾水葛生品与姜制雾水葛样品分别呈聚集分布状态，这与中药炮制的基本原理相符；且姜制雾水葛样品的聚集程度优于生品，推测其原因可能为：炮制前各样品因产地、生长环境等差异，化学成分存在一定波动；而经姜汁闷润后蒸制处理，各样品的化学成分趋于均衡稳定。

以 VIP>1 为筛选标准，本研究共筛选出 7 个影响雾水葛炮制前后差异性的特征成分，并选取其中已成功指认的原儿茶酸、绿原酸、芦丁作为多成分含量测定的指标。含量测定结果显示，上述 3 种成分在炮制前后均存在显著性差异：在炮制加热过程中，绿原酸发生异构化反应，生成新绿原酸等产物；绿原酸作为咖啡酸与奎宁酸形成的酯类化合物^[15-16]，加热条件下可发生水解与裂解反应，其咖啡酸部分可经重排转化为原儿茶酸^[17-18]，因此原儿茶酸含量的升高，可能与绿原酸受热分解后的产物转化密切相关。这一转化过程可有效降低绿原酸的含量，进而减缓其对人体胃肠道的刺激作用^[19]。同时，生姜汁本身具有温中散寒的功效^[20]，经姜汁润制后，雾水葛中引入了 6-姜辣素成分，这一结果进一步佐证了姜汁润蒸法可有效纠正雾水葛寒凉之性的炮制目的。

基于当前定性、定量分析结果，雾水葛经姜汁润蒸炮制后，仅观测到现有化学成分的含量变化，尚未发现新的化学成分生成。后续研究将进一步依托高分辨质谱等更高灵敏度的分析技术开展系统研究，深入挖掘炮制过程中潜在的微量成分变化及结构修饰规律，以期更清晰地阐释雾水葛姜制炮制的化学机制。综上，本研究建立的 UPLC 指纹图谱方法具有良好的专属性、重复性及稳定性，结合化

学模式识别技术可明确雾水葛姜汁润蒸前后的化学成分变化特征，且多成分定量分析验证了该炮制方法可有效纠正雾水葛的寒性，可为姜制雾水葛的质量控制及后续相关研究提供科学的数据支撑。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 陈先枚. 多枝雾水葛化学成分研究及化合物抑菌、抗炎活性初步考察 [D]. 广州: 广东药科大学, 2018.
Chen X M. Study on the chemical constituents and preliminary investigation on the antibacterial and anti-inflammatory activities of the compounds [D]. Guangzhou: Guangdong Pharmaceutical University, 2018.
- [2] 张桥, 赵重博, 宋艺君, 等. 大黄酒蒸前后对正常小鼠血清炎症因子及肠道菌群的影响 [J]. 陕西中医药大学学报, 2023, 46(2): 43-52.
Zhang Q, Zhao C B, Song Y J, et al. Effects of rhubarb before and after wine steaming on serum inflammatory factors and intestinal flora in normal mice [J]. J Shaanxi Coll Tradit Chin Med, 2023, 46(2): 43-52.
- [3] 李颖, 王云, 贾哲, 等. 姜黄连的炮制历史沿革及现代研究进展 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2025, 31(6): 275-282.
Li Y, Wang Y, Jia Z, et al. Processing history and modern research of Jianghuanglian: A review [J]. Chin J Exp Tradit Med Form, 2025, 31(6): 275-282.
- [4] 姜蓉. 姜炙蒲公英根的炮制工艺研究及其对小鼠酒精性胃溃疡的保护作用 [D]. 长春: 长春中医药大学, 2024.
Jiang R. Study on the processing technology of ginger-processed dandelion root and its protective effect on alcoholic gastric ulcer in mice [D]. Changchun: Changchun University of Traditional Chinese Medicine, 2024.
- [5] 睢诚, 马颖琳, 付雯雯, 等. 姜西洋参与西洋参对大鼠虚寒证模型的影响 [J]. 人参研究, 2024, 36(2): 6-10.
Sui C, Ma Y L, Fu W W, et al. Effects of ginger-processed and raw *American ginseng* on rat model of cold syndrome [J]. Ginseng Res, 2024, 36(2): 6-10.
- [6] 杨春雨. 中药炮制用辅料(姜汁)规范化的探索性研究 [D]. 北京: 中国中医科学院, 2018.
Yang C Y. Exploratory study on the standardization of excipients (ginger juice) for Chinese medicine processing [D]. Beijing: China Academy of Chinese Medical Sciences, 2018.
- [7] 贾天柱. 中药炮制药性变化论 [J]. 中成药, 2019, 41(2): 470-471.

- Jia T Z. On the change of medicinal properties of traditional Chinese medicine [J]. Chin Tradit Pat Med, 2019, 41(2): 470-471.
- [8] 姚寅芬. 浅谈岭南中药特色炮制工艺 [J]. 临床医学研究与实践, 2025, 10(21): 9-12, 17.
- Yao Y F. A brief discussion on the processing technology of Lingnan traditional Chinese medicine [J]. Clin Res Pract, 2025, 10(21): 9-12, 17.
- [9] 孟江, 张英, 曹晖, 等. 岭南中药炮制特色探析 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2020, 26(6): 193-200.
- Meng J, Zhang Y, Cao H, et al. Analysis on Lingnan characteristic processing of traditional Chinese medicine [J]. Chin J Exp Tradit Med Form 2020, 26(6): 193-200.
- [10] 曹晖, 孟江, 张英. 粤帮中药炮制技艺与现代研究 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2024: 202406: 292.
- Cao H, Meng J, Zhang Y. *Yuebang Chinese Medicine Processing Technology and Modern Research* [M]. Beijing: People's Health Publishing House: 202406: 292.
- [11] 中国药典 [S]. 四部. 2020.
- Pharmacopoeia of the People's Republic of China [S]. Volume IV. 2020.
- [12] 甘肃广药白云山中药科技有限公司, 广东汉潮中药科技有限公司, 深圳市盛世大银科技有限公司. 一种姜蒸雾水葛的炮制加工方法: 中国, CN202511438394.3 [P]. 2025-12-05.
- Gansu Guangyao Baiyunshan Traditional Chinese Medicine Technology Co., Ltd., Guangdong Hanchao Traditional Chinese Medicine Technology Co., Ltd., Shenzhen Shengshi Dayin Technology Co., Ltd. A processing method of *Pouzolzia zeylanica* (L.) Benn. steamed by ginger juice: China, CN202511438394.3 [P]. 2025-12-05.
- [13] 石迎梅, 周亚楠, 侯晓梦, 等. 基于多指标成分含量结合多元统计分析的金银花炭炮制规律评价 [J]. 中国现代中药, 2025, 27(12): 2332-2342.
- Shi Y M, Zhou Y N, Hou X M, et al. Evaluations on the processing rules of *Lonicerae japonicae* Flos charcoal based on multi-index component content and multivariate statistics [J]. Mod Chin Med, 2025, 27(12): 2332-2342.
- [14] Miao M S, Xiang L L. Pharmacological action and potential targets of chlorogenic acid [J]. Adv Pharmacol, 2020, 87: 71-78
- [15] Huang K, Zhang D S, Wang R T, et al. Advances in pharmacological properties, molecular mechanisms, and bioavailability strategies of chlorogenic acid in cardiovascular diseases therapy [J]. Pharmaceuticals, 2025, 18(9): 1357.
- [16] Liu W W, Li J D, Zhang X M, et al. Current advances in naturally occurring caffeoylquinic acids: Structure, bioactivity, and synthesis [J]. J Agric Food Chem, 2020, 68(39): 10489-10516.
- [17] Khuwijitjaru P, Plernjit J, Suaylam B, et al. Degradation kinetics of some phenolic compounds in subcritical water and radical scavenging activity of their degradation products [J]. Can J Chem Eng, 2014, 92(5): 810-815.
- [18] Szwajgier D, Halinowski T, Helman E, et al. Influence of different heat treatments on the content of phenolic acids and their derivatives in selected fruits [J]. Fruits, 2014, 69(2): 167-178.
- [19] 刘宝婷, 丁昱文, 刘慧, 等. 基于“谱-效”关系筛选蓝莓发酵酒中诱导腹泻的关键多酚类化合物 [J/OL]. 现代食品科技, 1-17 [2026-03-14]. <https://doi.org/10.13982/j.mfst.1673-9078.2026.5.0297>.
- Liu B T, Ding Y W, Liu H, et al. Screening key polyphenolic compounds for inducing diarrhea in fermented blueberry wine based on the spectrum-effect relationship [J/OL]. Mod Food Sci Technol, 1-17 [2026-03-14]. <https://doi.org/10.13982/j.mfst.1673-9078.2026.5.0297>.
- [20] Song Y L, Tong Z, Wen X R, et al. Study on the effects of peppermint and dry ginger odor environments on human thermal sensation [J]. Build Environ, 2025, 286: 113731.

[责任编辑 孙英杰]