



六味润肤油摩方的质量标准研究

胡越, 王怡, 马明华, 李福伦, 年华, 朱建勇

Study on quality standards of Liuwei Runfu oil recipe

HU Yue, WANG Yi, MA Minghua, LI Fulun, NIAN Hua, ZHU Jianyong

在线阅读 View online: <http://yxsj.smmu.edu.cn/cn/article/doi/10.12206/j.issn.2097-2024.202406033>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

白及复方补脾中药的质量标准研究

Establishment of quality standard of *Bletilla* compound spleen-tonifying Traditional Chinese Medicine

药学实践与服务. 2025, 43(11): 564-566, 576 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202303040

基于UPLC特征图谱和一测多评法的穿心莲标准汤剂质量标准研究

Study on quality standard of *Andrographis paniculata* standard decoction based on UPLC characteristic chromatogram and quantitative analysis of multi-components by single marker

药学实践与服务. 2026, 44(1): 46-52 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202310021

基于超高效液相质谱联用技术分析不同产地桔梗皂苷类成分的差异

Differential analysis of saponins in *Platycodon grandiflorus* from different origins based on ultra-high performance liquid chromatography-mass spectrometry

药学实践与服务. 2026, 44(4): 189-199, 208 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202506026

中药香囊标准的研究及制定

Research and establishment of standards for traditional Chinese medicine sachet

药学实践与服务. 2025, 43(12): 603-606, 613 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202402004

基于超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱的麻杏石甘汤化学成分分析

Analysis of the chemical constituents of Mxing Shigan decoction by UPLC-Q-TOF/MS

药学实践与服务. 2025, 43(11): 548-554, 571 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202306028

中心切割二维液相色谱法测定人血浆中拉莫三嗪血药浓度的研究

Determination of lamotrigine in human plasma by central cutting two-dimensional liquid chromatography

药学实践与服务. 2026, 44(1): 53-58 DOI: 10.12206/j.issn.2097-2024.202306020



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

· 论著 ·

六味润肤油摩方的质量标准研究

胡越^{1a,1b}, 王怡^{1c}, 马明华², 李福伦^{1c}, 年华^{1b}, 朱建勇^{1a} (1. 上海中医药大学附属岳阳中西医结合医院: a. 药学研究室, b. 药剂科, c. 皮肤科, 上海 200437; 2. 同济大学附属杨浦医院, 上海 200090)

[摘要] 目的 建立六味润肤油摩方的质量标准。方法 采用薄层色谱(TLC)法对该复方中五味中药进行定性鉴别, 同时采用 HPLC 法测定洋川芎内酯 A、藁本内酯、亚油酸的含量。结果 TLC 鉴别分离度良好, 专属性强, 阴性样品无干扰; 洋川芎内酯 A 在 25 ~ 300 μg ($r=0.9999$) 范围内线性关系良好, 加样回收率均值为 102.3%, RSD 为 2.3%; 藁本内酯在 0.69 ~ 8.25 μg ($r=0.9993$) 范围内线性关系良好, 加样回收率均值为 100.1%, RSD 为 2.8%; 亚油酸在 2.81 ~ 33.75 μg ($r=0.9990$) 范围内线性关系良好, 加样回收率均值为 102.7%, RSD 为 1.7%。结论 该方法操作简便易行, 专属性强, 准确可靠, 可用于六味润肤油摩方的质量控制。

[关键词] 六味润肤油摩方; 质量标准; 高效液相色谱; 薄层色谱

[文章编号] 2097-2024(2026)00-0001-05 **[DOI]** 10.12206/j.issn.2097-2024.202406033

Study on quality standards of Liuwei Runfu oil recipe

HU Yue^{1a,1b}, WANG Yi^{1c}, MA Minghua², LI Fulun^{1c}, NIAN Hua^{1b}, ZHU Jianyong^{1a} (1a. Department of Pharmacy Research, 1b. Department of Pharmacy, 1c. Department of Dermatology, Yueyang Hospital of Integrated Traditional Chinese and Western Medicine, Shanghai University of Traditional Chinese Medicine, Shanghai 200437, China; 2. Yangpu Hospital of Tongji University, Shanghai 200090, China)

[Abstract] **Objective** To establish a standardized quality criterion for the formula of the Liuwei Runfu oil recipe. **Methods** The qualitative identification of the components, such as *Cannabis sativa*, *Ligusticum chuanxiong*, *Angelica sinensis*, *Coix lacryma-jobi*, and *Glycyrrhiza uralensis*, was conducted by thin layer chromatography (TLC). The concentration of Senkyunolide A, ligustilide, and linoleic acid was determined by high-performance liquid chromatography (HPLC). **Results** The TLC identification results demonstrated excellent differentiation and high selectivity, without any disruption from the negative samples. The reference standard for Senkyunolide A exhibited excellent linearity in the range of 25 to 300 μg ($r=0.9999$), with an average recovery rate of 102.3% and a relative standard deviation (RSD) of 2.3%. The ligustilide reference standard exhibited strong linearity between the concentrations of 0.6875 and 8.25 μg ($r=0.9993$), with an average recovery rate of 100.1% and a relative standard deviation (RSD) of 2.8%. The linoleic acid reference standard demonstrated strong linear correlation within the range of 2.8125 to 33.75 μg ($r=0.9990$), with an average spiking recovery rate of 102.7% and a relative standard deviation (RSD) of 1.7%. **Conclusion** The established method with strong specificity was simple, accurate, reliable, which could provide a reference for the quality control of the Liuwei Runfu oil recipe.

[Key words] Liuwei Runfu oil recipe; quality standard; high-performance liquid chromatography; thin layer chromatography

上海市非物质文化遗产“夏氏外科”第五代传

[基金项目] 上海市科学技术委员会 (23015821100 和 23Y31920300); 上海市卫生健康委员会科研项目 (202340074); 国家中医药管理局高水平中医药重点学科(中西医结合临床 zyyzdx-2023065)

[作者简介] 胡越, 硕士研究生, 研究方向: 中药药效物质基础及机制研究, Email: 1784270797@qq.com

[通信作者] 年华, 博士, 主任药师, 研究方向: 中药药效物质基础, Email: jackynian@126.com; 朱建勇, 博士, 副主任药师, 研究方向: 中药药效物质基础、中药新药和院内制剂开发, Email: jy Zhu@foxmail.com

人李福伦主任医师, 基于中医“血虚风燥”理论和夏氏特色用药经验, 总结凝练出六味润肤油摩方为治疗特应性皮炎的外用经验效方。该方由火麻仁等六味中药组成具有“养血润燥, 祛风止痒”之效^[1], 在临床上运用多年, 疗效确切。本研究拟将经验方——六味润肤油摩方开发成院内制剂, 规范化地应用于临床。为控制六味润肤油摩方质量, 本研究采用薄层色谱(TLC)法对该方中的中药进行定性鉴别, 采用高效液相色谱(HPLC)法测定方中君药火麻仁中的亚油酸及川芎、当归中的藁本内酯、洋

川芎内酯 A 的含量^[2-3],为六味润肤油摩方的质量控制提供客观的评价方法。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Agilent 1260 型高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司);BSA822-CW 型电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司);CQ-250A-DST 型超声波清洗仪(上海跃进医疗器械有限公司);SHZ- D(Ⅲ)型循环水式真空泵(郑州博科设备有限公司);RV-10 型旋转蒸发器(德国 IKA 公司);BD- II 型多功能紫外分析仪(北京启航博达科技有限公司);HWS28 型电热恒温水浴锅(上海一恒科学实验有限公司)。

1.2 试药

六味润肤油摩方(岳阳医院制剂室,批号分别为 20230801, 20230802, 20230803);洋川芎内酯 A 对照品(货号为 ST10580220, 含量 $\geq 95.0\%$),购于上海诗丹德标准技术服务有限公司;藁本内酯对照品(批号为 111737-202311),亚油酸对照品(批号为 111622-202105, 含量 $\geq 98.0\%$),甘油三油酸酯对照品(批号为 121254-202105, 含量 $\geq 99.8\%$),甘草苷对照品(批号为 111610-202209, 含量 $\geq 95.0\%$)均购于中国食品药品检定研究院;硅胶 G 薄层板(山东省烟台江友硅胶开发有限公司);甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 薄层鉴别

火麻仁鉴别:取六味润肤油摩方 40 ml,加甲醇 40 ml,振摇 5 min,静置 30 min,取甲醇层溶液,回流浓缩后定容至 2 ml,作为供试品溶液;按六味润肤油摩方处方及工艺,制备不含火麻仁的阴性样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液;另取亚油酸对照品,加甲醇制成每 1 ml 含 20 μl 的溶液,作为对照品溶液。按照 TLC 法(通则 0502)试验,吸取上述溶液各 3 μl ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚-乙酸乙酯-甲酸(3:0.3:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1% 香草醛硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰。供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰。详见图 1。

川芎、当归鉴别:供试品溶液制备方法同前;按六味润肤油摩方处方及工艺,制备不含川芎、当归的阴性样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液;另取藁本内酯对照品,加甲醇制成每 1 ml

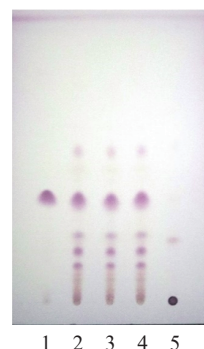


图 1 火麻仁的 TLC 图

1.亚油酸对照品溶液;2~4.供试品溶液(批号:20230801、20230802、20230803);5.阴性对照品溶液

含 50 μl 的溶液,作为对照品溶液。按照 TLC 法(通则 0502)试验,吸取上述溶液各 5 μl ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚-乙酸乙酯(37:3)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外灯(365 nm)下检视。供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色的荧光斑点,斑点清晰,阴性对照无干扰。详见图 2。

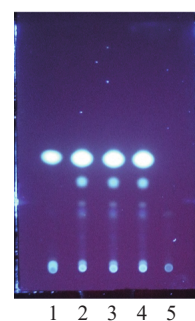


图 2 川芎、当归的 TLC 图

1.藁本内酯对照品溶液;2~4.供试品溶液(批号:20230801、20230802、20230803);5.阴性对照品溶液

薏苡仁鉴别:供试品溶液制备方法同前;按六味润肤油摩方处方及工艺,制备不含薏苡仁的阴性样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液;另取甘油三油酸酯对照品,加甲醇制成每 1 ml 含 50 μl 的溶液,作为对照品溶液。按照 TLC 法(通则 0502)试验,吸取上述溶液各 5 μl ,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚-乙醚-冰醋酸(83:17:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1% 香草醛硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}\text{C}$ 加热至斑点显色清晰。供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点,斑点清晰,阴性对照无干扰。详见图 3。

甘草鉴别:供试品溶液制备方法同前;按六味润肤油摩方处方及工艺,制备不含甘草的阴性样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液;

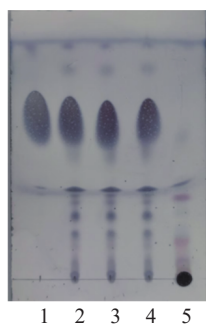


图3 薏苡仁的 TLC 图

1. 甘油三油酸酯对照品溶液; 2~4. 供试品溶液(批号: 20230801、20230802、20230803); 5. 阴性对照品溶液

另取甘草苷对照品,加甲醇制成每 1 ml 含 20 μ l 的溶液,作为对照品溶液。按照 TLC 法(通则 0502)试验,吸取上述溶液各 5 μ l,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15:1:1:2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1% 香草醛硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色的斑点,斑点清晰,阴性对照无干扰。详见图 4。



图4 甘草的 TLC 图

1. 甘草苷对照品溶液; 2~4. 供试品溶液(批号: 20230801、20230802、20230803); 5. 阴性对照品溶液

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件

色谱柱: Agilent Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ 柱(250 mm \times 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 0.1% 磷酸水溶液(A)-甲醇(B), 洗脱程序见表 1; 流速: 1.0 ml/min; 柱温: 30 $^{\circ}$ C; 检测波长: 210 nm; 进样量: 10 μ l。

表 1 梯度洗脱程序

时间(t/min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~20	50 \rightarrow 30	50 \rightarrow 70
20~30	30 \rightarrow 15	70 \rightarrow 85
30~35	15 \rightarrow 8	85 \rightarrow 92
35~40	8 \rightarrow 13	92 \rightarrow 87
40~45	13 \rightarrow 30	87 \rightarrow 70
45~50	30 \rightarrow 50	70 \rightarrow 50
50~55	50	50

2.2.2 溶液制备

(1)对照品溶液:取洋川芎内酯 A、藁本内酯、亚油酸对照品适量,精密称定,加甲醇溶解,配制成浓度分别为 2.000、0.220、0.451 mg/ml 的混合对照品溶液。

(2)供试品溶液:取样品(批号 20230801)5 ml,按 1:1 比例加甲醇混合,振摇 5 min 后静置 30 min,取上清甲醇层,即得供试品溶液。

(3)阴性样品溶液:按六味润肤油摩方处方及工艺,制备缺火麻仁、川芎、当归的阴性样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。

2.3 专属性试验

取供试品溶液、对照品溶液与阴性对照品溶液各 10 μ l,按 2.2.1 项下色谱条件进样测定。结果理论板数符合要求,基线分离良好;阴性对照品溶液在与对照品溶液色谱保留时间相同处无干扰峰,表明专属性良好。详见图 5。

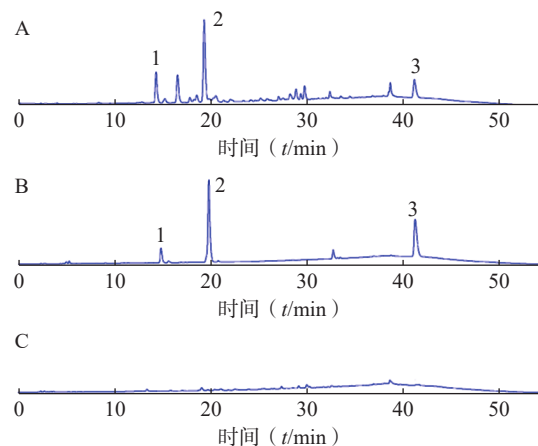


图5 六味润肤油摩方的 HPLC 图

1. 洋川芎内酯 A; 2. 藁本内酯; 3. 亚油酸
A. 供试品溶液; B. 对照品溶液; C. 阴性对照品溶液

2.4 方法学考察

2.4.1 线性关系考察

以 2.2.2 项下对照品溶液为母液,按不同比例进行稀释,制备五份不同浓度的混合对照品溶液。其中,洋川芎内酯 A 的浓度分别为 2.5、5.0、10.0、20.0、30.0 μ g/ml; 藁本内酯的浓度分别为 0.28、0.55、1.10、2.20、3.30 μ g/ml; 亚油酸的浓度分别为 0.56、1.13、2.26、4.51、6.77 μ g/ml。按 2.2.1 项下色谱条件进样测定,并记录峰面积。以对照品浓度为横坐标(X),以峰面积为纵坐标(Y),绘制标准曲线,得各组线性方程、相关系数及线性范围。结果见表 2。实验结果表明,各成分在各自浓度范围内呈良好的线性关系。

表 2 3种主成分的线性关系考察结果

成分	回归方程	r	线性范围(μg/ml)
洋川芎内酯A	Y=14.893X+8.155 2	0.999 9	2.50 ~ 30.00
藁本内酯	Y=3267.4X+637.84	0.999 3	0.28 ~ 3.30
亚油酸	Y=499.37X+584.36	0.999 0	0.56 ~ 6.77

2.4.2 日内精密度试验

精密吸取 2.2.2 项下混合对照品溶液 10 μl, 按 2.2.1 项下色谱条件重复进样 6 次, 记录峰面积, 计算 RSD 值, 实验数据列于表 3。结果表明仪器的精密度良好。

表 3 精密度试验结果

测定次数	峰面积值		
	洋川芎内酯A	藁本内酯	亚油酸
1	368.3	1 683.4	869.1
2	366.7	1 651.1	878.9
3	363.5	1 657.3	864.9
4	364.2	1 640.9	869.5
5	367.5	1 634.9	873.9
6	368.1	1 656.8	877.5
RSD(%)	0.51	0.93	0.57

2.4.3 重复性试验

按 2.2.3 项下的方法分别制备 6 份供试品溶液, 分别进样 10 μl, 记录洋川芎内酯 A、藁本内酯、亚油酸的峰面积, 计算 RSD 值。结果见表 4。结果表明方法重复性良好。

2.4.4 稳定性试验

取 2.2.2 项下方法配制供试品溶液, 分别于室温放置 0、4、8、12、16 和 24 h。按 2.2.1 项下色谱条件进样 10 μl, 测定峰面积, 计算 RSD 值。实验数据列于表 5, 结果表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.4.5 加样回收率试验

精密量取已知指标成分含量的样品(批号

表 4 重复性试验结果

测定次数	含量		
	洋川芎内酯A	藁本内酯	亚油酸
1	368.1	1 607.1	873.9
2	367.5	1 624.3	880.5
3	368.8	1 647.3	874.9
4	367.4	1 627.8	878.0
5	364.8	1 598.5	879.5
6	366.6	1 631.1	868.2
RSD(%)	0.30	0.98	0.47

表 5 稳定性试验结果

测定时间(t/h)	峰面积值		
	洋川芎内酯A	藁本内酯	亚油酸
0	367.7	1 680.7	873.4
4	368.1	1 706.1	864.5
8	364.6	1 682.4	873.1
12	363.2	1 670.3	868.3
16	364.1	1 681.5	876.7
24	365.4	1 667.1	880.5
RSD(%)	0.50	0.74	0.60

20230801)1ml。在线性范围内配置洋川芎内酯 A(24.00 μg/ml)、藁本内酯(0.30 μg/ml)和亚油酸(0.58 μg/ml)混合对照品甲醇溶液。上述两者按 1 : 1 比例混合, 0.45 μm 微孔滤膜过滤备用。重复上述操作, 制备其余 5 份样品。按 2.2.1 项下色谱条件测定含量并计算, 数据列于表 6。根据计算结果, 回收率控制在 95% ~ 105% 之间, RSD 值不超过 3%。结果表明本含测方法回收率良好。

2.5 含量测定方法验证

取 3 批六味润肤油摩方样品(批号 20230801、20230802、20230803), 按“2.2.3”项下方法制备供试样品溶液, 分别按“2.2.1”项下色谱条件测定洋川芎内酯 A、藁本内酯、亚油酸的含量, 实验数据列

表 6 加样回收实验结果

成分	序号	样品含量(m/μg)	加入量(m/μg)	实测含量(m/μg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
洋川芎内酯A	1	24.19	24.00	48.71	101.08	100.48	1.27
	2	24.03		48.53	101.04		
	3	24.15		49.25	102.28		
	4	23.97		47.67	99.37		
	5	24.38		47.58	98.35		
	6	23.87		48.24	100.77		
藁本内酯	1	0.31	0.30	0.63	103.28	101.08	2.02
	2	0.30		0.61	101.67		
	3	0.31		0.60	98.36		
	4	0.29		0.58	98.31		
	5	0.33		0.65	103.17		
	6	0.28		0.59	101.72		
亚油酸	1	0.58	0.58	1.17	100.86	100.57	1.60
	2	0.59		1.21	103.42		
	3	0.57		1.14	99.13		
	4	0.60		1.16	98.31		
	5	0.57		1.16	100.87		
	6	0.59		1.18	100.85		

于表7。结果显示,该工艺准确可靠,可行性好,可用于工业化生产。

表7 六味润肤油摩方中洋川芎内酯A、藁本内酯、亚油酸的含量测定结果

批号	浓度(μg/ml)		
	洋川芎内酯A	藁本内酯	亚油酸
20230801	24.74	0.32	0.59
20230802	23.86	0.31	0.56
20230803	24.01	0.28	0.57

3 讨论

六味润肤油摩方是一种基于中医“血虚风燥”理论的外用方剂,主要用于治疗特应性皮炎。本实验针对六味润肤油摩方中五种药材进行薄层鉴别,主要参考2020年版《中华人民共和国药典》(一部)的方法^[4]。针对方中的君药火麻仁、当归,臣药川芎,佐药薏苡仁,使药甘草,选取药典上的有效成分进行鉴别,包括亚油酸、藁本内酯^[5]、甘油三油酸酯和甘草苷。以上鉴别,可操作性强,重复性好,斑点清晰易于识别,阴性对照无干扰。

六味润肤油摩方以大豆油浸渍制备,且方中有种仁类药物,所以该制剂中以油脂类成分为主。对于油脂类药效成分的含量测定,《中国药典》(2020年版)^[4]标明的测定方法中,主要采用气相色谱法。为了测定方中主要成分含量,本实验采用高效液相色谱法^[6-8]。采用DAD检测器进行含量测定,结果发现主要成分的分度均大于1.5,理论塔板数超过5000,且相似度大于0.9,相较药典方法更加简便易行,更适合该方中主要成分的分度鉴定。经实验,分别采用DAD检测器254、230和210 nm进行检测,发现3种主要标准物质成分能够在210 nm下被测定,故本实验采用单波长同时

检测3种主要物质,从而简便了含量测定方法。

本实验建立了六味润肤油摩方5种中药TLC鉴别及3种有效成分的含量测定方法,实验方法简便可行,灵敏度高,重现性好,可用于六味润肤油摩方的质量控制。从而为六味油摩方在临床上规范化使用,提供质量标准检测方法。现有研究已发现油脂类成分有治疗特应性皮炎的作用^[9-10],后续我们将进一步探索该制剂中主要活性成分。

【参考文献】

- [1] 崔晗,迟慧彦,余远遥,等. 中药养血润燥法治疗特应性皮炎的Meta分析[J]. 世界中西医结合杂志, 2023, 18(2): 249-255.
- [2] 张明惠,朱田田,晋玲,等. 基于HPLC多指标成分测定及指纹图谱多模式识别的不同产地不同品种当归质量差异分析[J]. 中草药, 2022, 53(19): 6187-6199.
- [3] 柴梦宇,徐剑,缪艳燕,等. 不同配伍比例对当归-川芎药对中5个有效成分含量的影响[J]. 广东化工, 2022, 49(15): 181-184.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典—一部: 2020年版[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [5] 李晓雨,李双凤,刘晓美,等. 当归-川芎药对的化学成分、药理作用及临床应用研究进展[J]. 中草药, 2024, 55(4): 1415-1426.
- [6] 郭敏,王婷婷,安培坤,等. 当归配方颗粒及饮片的HPLC特征图谱研究及多成分含量分析[J]. 西部中医药: 1-6.
- [7] 李秀娟,薛雅琳,朱琳,等. 火麻仁油甘油三酯高效液相色谱-质谱分析研究[J]. 中国油脂, 2017, 42(8): 145-148.
- [8] 杨红美,徐嘉琪,龚盛昭,等. 高效液相色谱法同时测定化妆品原料甘草提取液中甘草苷和甘草酸[J]. 日用化学工业, 2021, 51(3): 250-255.
- [9] GARDNER K G, GEBRETSADIK T, HARTMAN T J, et al. Prenatal omega-3 and omega-6 polyunsaturated fatty acids and childhood atopic dermatitis[J]. J Allergy Clin Immunol Pract, 2020, 8(3): 937-944.
- [10] 夏欣,姚志荣. 脂质链长度与特应性皮炎相关性研究进展[J]. 临床儿科杂志, 2024, 42(1): 80-84.

[收稿日期] 2024-06-19 [修回日期] 2025-07-18

[本文编辑] 李春德