

# 化橘红药材商品规格等级标准分析

陈小红, 陈康\*, 潘超美, 汪金玉, 赵敬林, 张秋霞  
(广州中医药大学 中药学院, 广州 510006)

**[摘要]** **目的:**制定化橘红药材商品规格等级的标准,引导化橘红市场流通走向规范化、科学化,为其质量控制及标准提高提供参考。**方法:**对35批收集的化橘红样品的外观性状特征进行量化测量,测定柚皮苷、野漆树苷、总黄酮等指标性成分含量,将测定结果进行相关性分析、主成分分析及聚类分析,制定化橘红药材规格等级标准。**结果:**选定果实直径、质量和绒毛疏密程度作为3个外观性状指标,柚皮苷、野漆树苷和总黄酮质量分数作为内在指标,将化橘红分为一等、二等、三等、四等4个等级,一等:柚皮苷、总黄酮及野漆树苷质量分数分别为 $\geq 17.1\%$ 、 $\geq 21.0\%$ 和 $\geq 0.10\%$ ,果实直径 $\leq 3$  cm,质量 $\leq 8.1$  g;二等:柚皮苷、总黄酮及野漆树苷质量分数分别为 $8.1\% \sim 17.0\%$ 、 $12.2\% \sim 20.9\%$ 和 $\geq 0.10\%$ ,果实直径 $3 \sim 4$  cm,质量 $8.2 \sim 21.5$  g;三等:柚皮苷、总黄酮及野漆树苷质量分数分别为 $5.6\% \sim 8.0\%$ 、 $9.3\% \sim 12.1\%$ 和 $\geq 0.10\%$ ,果实直径 $4 \sim 5$  cm,质量 $21.6 \sim 30.5$  g;四等:柚皮苷、总黄酮及野漆树苷质量分数分别为 $3.5\% \sim 5.5\%$ 、 $5.5\% \sim 9.2\%$ 和 $\geq 0.10\%$ ,果实直径 $\geq 5$  cm,质量 $\geq 30.6$  g。**结论:**以化橘红果实直径、质量和绒毛疏密程度等外观性状与内在指标综合分析,再结合市场调研结果,制定的化橘红商品规格等级标准与传统的等级划分方法基本保持一致,可作为化橘红等级标准的参考。

**[关键词]** 化橘红; 质量标准; 商品规格等级; 外观性状指标; 柚皮苷; 野漆树苷; 总黄酮

**[中图分类号]** R282.4;R282.5;R284;R943.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2017)11-0023-06

**[doi]** 10.13422/j.cnki.syfjx.2017110023

**[网络出版地址]** <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20170309.1014.062.html>

**[网络出版时间]** 2017-03-09 10:14

## Analysis on Commodity Specification and Grade Standard of Citri Grandis Exocarpium

CHEN Xiao-hong, CHEN Kang\*, PAN Chao-mei, WANG Jin-yu, ZHAO Jing-lin, ZHANG Qiu-xia  
(School of Chinese Materia Medica, Guangzhou University of Chinese Medicine, Guangzhou 510006, China)

**[Abstract]** **Objective:** To establish the commodity specification and grade standard of Citri Grandis Exocarpium for guiding the market liquidity of this herb to standardize and scientize, and offering the reference for its quality control and identification. **Method:** The 35 batches of Citri Grandis Exocarpium samples were measured in quantitative characteristics of appearance and the content of index components, such as naringin, rhoifolin and total flavonoids. The data were evaluated by correlation analysis, principal component analysis and cluster analysis. So that the commodity specification and grade standard of Citri Grandis Exocarpium was formulated. **Result:** Diameter, weight and the density of villi were chosen as three indexes of appearance characteristics, and the content of naringin, rhoifolin and total flavonoids as the internal indexes. The grade of Citri Grandis Exocarpium was divided into four ranks, such as the first-grade, second-grade, third-grade and four-grade. **Conclusion:** According to comprehensive analysis with the appearance characteristics, such as diameter, weight and the density of villi, and internal indexes of Citri Grandis Exocarpium, combining with results of market survey, these established standards are basically the same as the traditional classification.

**[Key words]** Citri Grandis Exocarpium; quality standards; commodity specification and grade; quantitative characteristics of appearance; naringin; rhoifolin; total flavonoids

**[收稿日期]** 20161214(006)

**[基金项目]** 国家公共卫生科研专项(财社[2015]78号)

**[第一作者]** 陈小红,在读硕士,从事中药炮制及质量标准研究,Tel:020-39358042,E-mail:649524532@qq.com

**[通讯作者]** \*陈康,教授,从事中药炮制、质量标准及综合开发研究,Tel:020-39358042,E-mail:chenkang@gzhtcm.edu.cn

化橘红为芸香科植物化州柚和柚的未成熟或近成熟的干燥外层果皮,前者习称毛橘红,后者习称光橘红、光七爪、光五爪。具有理气宽中、燥湿化痰等功能,用于治疗咳嗽痰多、食积伤酒、呕恶痞闷等<sup>[1]</sup>。药理研究表明化橘红具有化痰、镇咳、平喘、消炎等作用<sup>[2]</sup>。化橘红(毛橘红)主产于广东省化州市,其种植历史悠久,品质优异,为广东著名道地药材之一,2016年6月入选广东岭南中药材第一批立法保护品种。此外,广西、江西、湖南、浙江及四川等地也都有种植栽培。

化橘红因其良好的医疗保健作用,已被广泛用于中医临床治病防病,需求量逐年增长,其质量优劣将直接影响治疗效果及社会经济利益。然而,流通市场品种等级不明确,长期以来国家未制定规范统一的等级分类标准。目前,我国执行的国家药材商品规格标准是按照《76种药材商品规格标准》。该标准规定了76种药材的商品规格及等级,但化橘红并未被收载于该标准中。此外,市场上所谓的“标准”缺乏科学依据,大部分药材及饮片不分等级和质量好坏,全部混合统装,导致药材市场中部分药材商品品别、规格、等级的混乱,难以体现优质优价。在传统的等级划分中,毛橘红商品均按绒毛疏密程度及只头大小分为正毛橘红一二等,副毛橘红一二等;光橘红则只按照只头大小划分一二等。传统的分级方法仅凭感官进行粗略的划分,而未联系药材的内在品质。因此,本实验借鉴中药材“辨状论质”的思想<sup>[3]</sup>,探索和建立化橘红商品内在质量与外观性状特征的联系,运用SPSS 23.0软件对化橘红进行等级划分及归类<sup>[4]</sup>,为其商品规格等级标准的制定提供参考。

## 1 材料

MP200B型1/1万电子天平(上海精科天平有限公司),BP211D型1/10万电子分析天平(德国Sartorius公司),2695型高效液相色谱仪(美国沃特世公司),UV-5500PC型紫外-可见分光光度计(上海元析仪器有限公司)。在流通市场收集35批化橘红药材样品,经广州中医药大学中药学院林励研究员鉴定为芸香科植物化州柚 *Citrus grandis* 和柚 *C. grandis* 的未成熟或近成熟的干燥果实或外层果皮;柚皮苷、野漆树苷对照品(自制,经面积归一化法测定,纯度均>98.8%),水为超纯水,甲醇、乙酸均为色谱纯,其他试剂均为国产分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 外观性状指标的选择 依照传统等级经验判

别方法及药用部位进行筛选,提取了质量、果实直径、果皮(化橘红的药用部位为外层果皮,即外果皮与中果皮)厚度、绒毛的疏密程度作为外观性状指标进行量化测定。按照四分法取样,随机抽取不同批次的样品20个,每份样品测定其单个质量、果实直径、绒毛疏密程度及果皮厚度。其中质量用电子天平测量,按单个或单片化橘红的单位进行测定(因化橘红瓢囊所占比例小,随着原果的干燥逐渐萎缩,质量数值较小可忽略,故可与去除瓢囊后的七爪压片质量作比较),结果取平均值。果实直径和果皮厚度都使用游标卡尺测量,因化橘红的加工方法有差异,导致形状不同,故统一采用横向直径与纵向直径的平均值来代表果实的直径;从基柱顶端测到最底部,即得纵向直径;测量果实的宽度,即得横向直径;对于压片状果,此形态是化橘红(大多数为光橘红,原果形态为类圆球形)去瓢后将果皮切成爪状,将其对折压制,但果的周长可测,从而计算直径。果皮厚度测量是从瓢顶部到最外层果皮,直径取值精确到0.01 mm。绒毛疏密程度可采用肉眼或借助放大镜观测得到。

**2.2 指标成分的选择** 现代研究表明总黄酮是化橘红的主要活性成分<sup>[5]</sup>,故选其为指标性成分之一,测定照文献<sup>[6]</sup>中方法。柚皮苷为2015年版《中国药典》(一部)规定的化橘红重要质量控制指标,也是化橘红中含量最高的单体成分<sup>[5]</sup>;野漆树苷在化橘红中含量仅次于柚皮苷<sup>[7]</sup>,故选择柚皮苷与野漆树苷作为指标性成分,测定参照文献<sup>[8]</sup>中方法。化橘红主要有效部位为总黄酮类,具有良好的抗氧化活性,是其主要药理活性之一<sup>[9]</sup>。抗氧化能力测定参照文献<sup>[10]</sup>中方法。

**2.3 数据分析** 利用SPSS 23.0软件处理数据。对选取的8项指标进行描述性统计分析和线性相关性分析,确定指标成分与外观性状的相关性程度;选择相关性程度较高的指标成分和外观性状进行主成分分析和聚类分析,筛选化橘红药材等级划分指标及限量范围。

**2.3.1 指标性成分的测定** 原果均属未剥皮直接干燥的化橘红果实。七爪压片指只除去瓢囊后将其剖成七瓣再进行压制干燥的化橘红,大多数是光橘红。S1~S9样品购自广东化州市药材市场,S10~S14样品购自广东岭南药业有限公司,S15~S30样品购自广东化州市正源堂化橘红实业有限公司,S31~S34样品购自广州市清平药材市场,S35样品购自广东珠海市李氏百草药材公司。

以上所有化橘红样品的商品规格,除 S10, S13, S14 测 35 批化橘红药材的外观性状和指标成分,结果为七爪压片外,其余均为原果。依据上述方法检测见表 1。

表 1 35 批化橘红样品的收集情况及检测指标测定

Table 1 Collection and measurement informations of 35 batches of Citri Grandis Exocarpium samples

标准等级	批号	产地	品种等级	质量分数/%			果实直径 /mm	果皮厚度 /mm	质量 /g	绒毛程度	IC <sub>50</sub> /g·L <sup>-1</sup>
				柚皮苷	野漆树苷	总黄酮					
一等	S33	广东化州	毛橘红胎	20.04	0.34	24.20	20.51	10.37	4.63	2	0.98
	S35	广东化州	毛橘红胎	18.05	0.63	22.67	22.60	10.15	5.90	2	1.11
	S34	广东化州	毛橘红胎	17.40	0.72	19.71	29.03	10.88	10.05	2	1.63
二等	S11	广东化州	正毛橘红	12.90	0.40	17.40	30.88	12.87	11.65	2	1.59
	S24	广东化州	西洋二级(副)	9.99	0.27	13.37	45.80	11.54	26.75	2	1.69
	S22	广东化州	西洋一级(副)	9.68	0.15	13.66	41.39	13.71	22.54	2	1.89
	S3	广东化州	优等毛橘红	9.63	0.64	13.85	38.12	13.91	19.06	2	1.78
	S26	广东化州	西洋三级(副)	9.02	0.37	12.05	48.55	24.17	31.00	2	1.80
	S32	广西陆川	副毛橘红	8.95	0.33	12.34	38.60	13.44	16.29	1	2.00
	S31	广西陆川	副毛橘红	8.53	0.17	12.20	47.01	21.57	16.92	1	2.26
	S15	广东化州	凤尾一级	8.50	1.30	12.48	41.05	18.19	22.02	2	1.83
	三等	S8	广西陆川	优等毛橘红	8.04	0.65	12.04	41.55	14.73	21.42	2
S12		广东化州	副毛橘红	7.57	0.05	10.31	62.17	16.85	36.09	1	2.35
S4		广东化州	优等毛橘红	7.26	0.46	12.46	40.90	11.58	18.92	2	2.11
S16		广东化州	凤尾二级	7.26	0.81	10.92	46.16	19.23	27.77	2	2.20
S5		广东化州	优等毛橘红	7.25	0.30	11.18	45.35	15.06	23.24	2	2.22
S9		广西陆川	副毛橘红	7.05	0.05	13.24	46.02	12.84	25.00	1	1.68
S1		广东化州	优等毛橘红	6.98	0.99	12.25	50.24	18.11	29.47	2	1.88
S30		广东化州	西洋五级(副)	6.49	0.18	9.41	59.50	21.10	39.25	2	2.12
S7		广西陆川	优等毛橘红	6.37	0.85	11.27	50.32	18.12	27.78	2	2.00
S28		广东化州	西洋四级(副)	6.34	0.19	10.38	49.77	9.13	37.74	2	2.03
S18		广东化州	密叶一级	6.10	0.98	9.58	39.93	19.43	23.25	2	2.18
S2		广东化州	优等毛橘红	5.94	0.50	11.50	54.63	17.88	28.57	2	2.16
四等		S21	广东化州	西洋一级(正)	5.94	0.14	10.15	41.09	12.88	22.70	2
	S23	广东化州	西洋二级(正)	5.51	0.19	8.67	44.87	15.88	29.20	2	2.21
	S27	广东化州	西洋四级(正)	5.11	0.37	5.86	49.07	10.88	34.51	2	1.98
	S17	广东化州	凤尾三级	5.09	0.35	8.49	50.93	18.20	33.55	2	2.41
	S14	广西玉林	光青七爪	5.03	0.08	7.96	55.92	31.65	28.33	0	2.57
	S13	广西玉林	七爪光橘红	4.77	0.11	7.64	57.65	26.09	25.35	0	2.76
	S19	广东化州	密叶二级	4.77	0.95	8.74	46.26	21.52	29.43	2	2.31
	S25	广东化州	西洋三级(正)	4.59	0.13	7.46	47.26	9.28	29.63	2	2.31
	S29	广东化州	西洋五级(正)	4.36	0.20	7.43	57.14	21.74	46.91	2	2.07
	S20	广东化州	密叶三级	3.92	0.52	6.97	48.30	22.24	33.99	2	2.48
	S6	广西玉林	光橘红	3.51	0.13	9.35	71.15	17.03	45.61	0	2.15
S10	广西玉林	光黄七爪	2.85	0.19	5.10	115.45	51.61	71.74	0	3.19	

注:凤尾、密叶、西洋为化州柚栽培品种,西洋正、副毛为同一品种的 2 种不同的商品规格;绒毛程度项下 2 表示茂密,1 表示稀疏,0 表示无毛。

**2.3.2 化橘红药材外观性状和指标成分变异性的相关性分析** 市场上常以表皮绒毛疏密程度将化橘红分为正毛橘红、副毛橘红和光橘红,同时结合果实直径(大小)来评价药材质量优劣及等级划分。8 个指标的描述性统计、相关性分析分别见表 2,3。由表 2 可知,半抑制浓度(IC<sub>50</sub>)的变异系数 20.12%,是所有选定指标中最小的,说明离散程度小,差异不明显,提示其不适合作为区分化橘红等级的指标。由表 3 可知,总黄酮和柚皮苷显著相关,二者都可作为化橘红的内在质量评价指标;而柚皮苷与果实直径、质量和果皮厚度均呈显著负相关,又因果实厚度和直径呈显著正相关,再根据实际经验,果实直径越大其果皮也越厚,因此在外观性状指标的选择上,保留其一即可,而且直径与柚皮苷的相关系数相对较大,故选择果皮直径更适合。结合传统经验及现代

相关研究<sup>[5]</sup>,绒毛程度及野漆树苷含量也是作为评价化橘红质量优劣的重要指标。

表 2 化橘红的各评价指标的描述性统计

Table 2 Descriptive statistics of relevant indexes of Citri Grandis Exocarpium

指标	最小值	最大值	平均值	标准差	方差	变异系数/%
柚皮苷	0.025 1	0.200 4	0.076 6	0.040 3	0.002	52.61
野漆树苷	0.000 5	0.013 0	0.004 1	0.003 2	0	77.47
总黄酮	0.051 0	0.242 0	0.114 9	0.042 1	0.002	36.71
果实直径	20.510 0	115.450 0	43.353 1	17.362 2	301.446	32.89
果皮厚度	9.130 0	51.610 0	17.538 9	7.863 7	61.838	44.83
质量	4.630 0	71.740 0	27.321 7	12.396 2	153.667	45.37
绒毛程度	0	1.000 0	0.740 0	0.443 0	0.197	41.25
IC <sub>50</sub>	0.980 0	3.190 0	2.051 7	0.412 9	0.171	20.12

表 3 化橘红的各评价指标相关性分析

Table 3 Correlation analysis of relevant indexes of Citri Grandis Exocarpium

指标	柚皮苷	野漆树苷	总黄酮	果实直径	果皮厚度	质量	绒毛程度
柚皮苷	1.000						
野漆树苷	0.200	1.000					
总黄酮	0.973 <sup>2)</sup>	0.234	1.000				
果实直径	-0.654 <sup>2)</sup>	-0.284	-0.673 <sup>2)</sup>	1.000			
果皮厚度	-0.432 <sup>2)</sup>	-0.062	-0.501 <sup>2)</sup>	0.782 <sup>2)</sup>	1.000		
质量	-0.744 <sup>2)</sup>	-0.282	-0.882 <sup>2)</sup>	0.776 <sup>2)</sup>	0.662 <sup>2)</sup>	1.000	
绒毛程度	0.294	0.449 <sup>2)</sup>	0.303	-0.669 <sup>2)</sup>	-0.377 <sup>1)</sup>	-0.377 <sup>1)</sup>	1.000

注: <sup>1)</sup> P < 0.05; <sup>2)</sup> P < 0.01。

**2.3.3 主成分分析** 将筛选得到的 6 个指标进行主成分分析,见表 4。结果发现第 1 主成分的特征根 3.778,贡献率 62.974% (<83%),还不足以全面反映化橘红的整体信息;第 2 主成分的特征根 1.168,累计贡献率 82.441%,因此说明 2 个主成分的提取可反映所有样品的大部分信息。其中,第 1 主成分中,特征向量较大的为柚皮苷、质量、总黄酮和果实直径,都 > 0.8,代表第 1 主成分有较大的贡献率,从中提取的信息较多,因此,这 4 个指标成为反映化橘红的基本信息的重要因素;对第 2 主成分

贡献较大的为野漆树苷值,辅助以第 2 主成分的信息提取才能更详细地描述化橘红,其中,第 1 主成分和第 2 主成分都包含了部分绒毛程度的信息。而且结合传统经验评判以及市场运作情况,绒毛程度是比较直观且一直沿用的重要指标,所以继续保留。野漆树苷也占有较大的比重,不能忽略。综上分析,最终确定柚皮苷、总黄酮及野漆树苷含量作为评价化橘红质量的内在指标,果实直径、质量及绒毛程度作为外观性状指标。这与目前化橘红市场的分级基本一致。

表 4 化橘红 6 个评价指标的主成分分析

Table 4 Principal components analysis of six indexes of Citri Grandis Exocarpium

主成分	柚皮苷	野漆树苷	总黄酮	果实直径	质量	绒毛程度	特征根	累计率/%
1	-0.872	-0.440	0.890	0.923	0.903	0.605	3.778	62.974
2	-0.377	0.689	-0.352	-0.106	0.153	0.626	1.168	82.441

**2.3.4 聚类分析** 根据得出的评价指标数据,将

35 批化橘红样品进行系统聚类分析,结果见图 1。

谱系图中的距离代表相似度,距离越远差异越大,其中 S10 在 25 的标度下才可单独与其他样品归为一类,故不作为均值聚类数值。

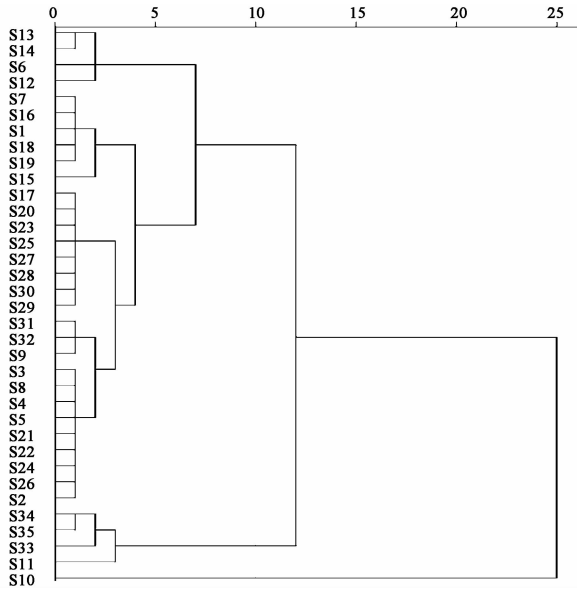


图 1 35 批化橘红样品的聚类谱系

Fig. 1 Hierarchical diagram of 35 batches of Citri Grandis Exocarpium samples

将最终确定的几个指标作 K-均值聚类分析处理,结果见表 5。此聚类方法是把相近的数据进行迭代,根据相似度准则将数据对象分配到最接近的聚类中心,从而形成一类,以每一类的平均向量作为新的聚类中心,重新分配数据对象,反复执行迭代直至满足终止条件,这样就能实现各个指标综合性的归类。把化橘红分为 4 类,结果见表 1。依据 2015 年版《中国药典》(一部)<sup>[1]</sup>,化橘红的水分含量和灰分含量也是衡量化橘红质量的重要指标,于是将二者加入等级标准制定系列中。结合传统的等级划分经验和实际情况,最终确定将化橘红分为一等、二等、三等和四等。按 2015 年版《中国药典》(一部)化橘红项下规定各等级化橘红水分不得 > 11.0%,总灰不得 > 5.0%。

一等:柚皮苷、总黄酮及野漆树苷质量分数分别为  $\geq 17.1\%$ ,  $\geq 21.0\%$  和  $\geq 0.10\%$ ;果实直径  $\leq 3$  cm,质量  $\leq 8.1$  g,表面密被白色绒毛,外表面呈黄棕色或黄绿色,质地坚硬,气味清香浓郁,无虫蛀,无腐烂,无过多杂质,多为毛橘红胎果。二等:柚皮苷、总黄酮及野漆树苷质量分数分别为  $8.1\% \sim 17.0\%$ ,  $12.2\% \sim 20.9\%$  和  $\geq 0.10\%$ ,果实直径  $3 \sim 4$  cm,质量  $8.2 \sim 21.5$  g,表面密被白色绒毛或稀疏绒毛,外表面呈黄绿色或者棕褐色,质地坚硬,气味清香,无虫蛀,无腐烂,无过多杂质,多为正毛橘红以

表 5 化橘红商品规格等级的 K-均值聚类法的最终聚类中心值

Table 5 Final cluster centers of K-means cluster analysis on commodity specification grade of Citri Grandis Exocarpium

评价指标	聚类分析等级			
	1	2	3	4
柚皮苷	5.58	5.48	17.10	8.08
野漆树苷	0.45	0.14	0.52	0.45
总黄酮	9.30	9.13	20.99	12.21
果实直径	50.00	62.49	25.76	42.23
质量	30.45	41.97	8.06	21.51
绒毛程度	2.00	1.00	2.00	2.00

及个头较小的副毛橘红。三等:柚皮苷、总黄酮及野漆树苷质量分数分别为  $5.6\% \sim 8.0\%$ ,  $9.3\% \sim 12.1\%$  和  $\geq 0.10\%$ ,果实直径  $4 \sim 5$  cm,质量  $21.6 \sim 30.5$  g,表面密被白色绒毛(果实较大)或仅有稀疏绒毛或无毛,外表面呈黄绿色或者棕褐色,质地坚硬或松泡(副毛橘红),气味清香,无虫蛀,无腐烂。四等:柚皮苷、总黄酮及野漆树苷质量分数分别为  $3.5\% \sim 5.5\%$ ,  $5.5\% \sim 9.2\%$  和  $\geq 0.10\%$ ,果实直径  $\geq 5$  cm,质量  $\geq 30.6$  g,表面密被白色绒毛(个头较大)或仅有稀疏绒毛或光滑无毛,大多数为光橘红,压成爪状,外表面呈黄绿色或棕褐色,质地松软,大小不均,香味较淡或无。

2.4 不同等级划分方法的比较 把得出的化橘红商品规格等级分类与现有的传统等级分类方法相比较,结果见表 1。划分为一等品的均为毛橘红的胎果,是目前市场上售价最高、质量最优的化橘红。划分为二等品的多数为原传统定义上等级品种较高的凤尾、西洋等,以及个头较小的副毛橘红。属于三等品的是除了原等级品种较次的化橘红之外(如西洋四级、西洋五级),还有西洋一级及密叶一级等传统上定义的优质品。但经内在成分含量测定,发现各个指标成分含量较低,故归为三等品。收集的所有光橘红样品均属于划分的四等范畴。在表 1 中,柚皮苷与总黄酮的质量分数基本全在范围内,野漆树苷质量分数出现了较大的浮动( $0.05\% \sim 1.30\%$ ),测得多数毛橘红中野漆树苷含量高于光橘红,因此,野漆树苷的含量对于化橘红药材等级分类的作用仍需进一步研究,初步拟定一至四等药材中野漆树苷质量分数均  $\geq 0.10\%$ 。

### 3 讨论

本文通过探究化橘红外观性状特征与内在指标的联系,初步将该药材分为 4 个等级并拟出了相关

标准。研究结果整体表明化橘红的等级越高,其柚皮苷、总黄酮含量就相对越高,果实的直径以及质量就越小,表面绒毛越茂密。得出化橘红商品规格的等级一般为正毛橘红 > 副毛橘红 > 光橘红。此等级分类与传统等级划分方法基本保持一致。本文基于前人对化橘红质量研究的基础上增加了内外指标的联系,通过均值聚类分析划定较为具体且明确的等级范围,提供了较客观的科学数据支撑,可作为化橘红商品药材及其炮制品质量控制的参考,同时为其他中药材的商品规格等级划分提供借鉴<sup>[11-14]</sup>。

本文研究结果显示毛橘红中总黄酮、柚皮苷及野漆树苷质量分数普遍高于光橘红,这与行业内公认的毛橘红质量远优于光橘红的观点一致<sup>[15]</sup>。化橘红胎(未成熟干燥果实)的指标性成分含量相对而言是最高的,这为传统经验上认为化橘红胎质量最佳的说法提供了一些数据支撑。收集的 4 批光橘红药材按本分级标准归属为四等,其市场价格远低于毛橘红。目前流通市场上,毛橘红药材商品规格主要为未成熟或近成熟干燥果实,传统的“七爪”、“六爪”毛橘红极少在流通市场出现,已是非主流商品,实验只收集到毛橘红干燥原果样品。因毛橘红的产地变迁、来源广泛、品种繁多,同一品种又有不同商品规格,本实验采集的样品品种、规格等有限,区域亦有一定的局限性,有待针对品种种类扩大采集范围。

本研究运用现代分析技术方法初步探讨了化橘红药材商品主要性状特征与内在质量的关系,对其等级划分及质量标准化发展具有积极意义。但化橘红成分复杂,2015 年版《中国药典》仅以柚皮苷为质控指标难以全面准确评价其内在质量,实验新增总黄酮与野漆树苷 2 个指标成分进行评价是对标准的补充、完善和提高,另外,在后续研究还将增加评价指标如挥发油、香豆素等,同时结合药效进行质效或谱效关联评价,制定更客观、科学的等级划分质量标准。

#### [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: 75.
- [2] 陈昌亮, 黄文青, 周路山, 等. 中药材商品规格质量鉴别[M]. 广州: 暨南大学出版社, 1995: 307-308.
- [3] 秦雪梅, 孔增科, 张丽增, 等. 中药材“辨状论质”解读及商品规格标准研究思路[J]. 中草药, 2012, 43(11): 2093-2098.
- [4] 欧小群, 杨秀梅, 王瑾, 等. “两步法”探索黄连饮片等级的划分标准[J]. 中国实验方剂学杂志, 2014, 20(20): 62-66.
- [5] 林励, 李向明, 万建义, 等. 化橘红药材质量评价、监测与应用研究[J]. 中国现代中药, 2010, 12(8): 21-26.
- [6] 徐小飞. 化橘红饮片炮制工艺及质量标准研究[D]. 广州: 广州中医药大学, 2012.
- [7] 林励, 陈志霞, 袁旭江, 等. 两种化橘红的质量鉴别[J]. 广州中医药大学学报, 2004, 21(4): 308-312.
- [8] 刘晓涵, 陈永刚, 林励, 等. 化橘红中柚皮苷和野漆树苷含量同时测定方法的建立[J]. 中药新药与临床药理, 2010, 21(6): 640-643.
- [9] 马艳艳. 化橘红有效部位组合规律的药效研究[D]. 广州: 广州中医药大学, 2008.
- [10] 陈玉霞, 刘建华, 林峰, 等. DPPH 和 FRAP 法测定 41 种中草药抗氧化活性[J]. 实验室研究与探索, 2011, 30(6): 11-14.
- [11] 陈志霞, 林励, 孙冬梅, 等. 化橘红黄酮类成分的 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中草药, 2003, 34(7): 657-661.
- [12] 韩寒冰, 李海航, 曾祥有, 等. 化橘红果实生长发育过程中类黄酮的动态变化[J]. 植物学报, 2014, 49(4): 424-431.
- [13] 黄兰珍. 道地化橘红有效成分动态变化的研究[D]. 广州: 广州中医药大学, 2005.
- [14] 王荣梅, 李启艳, 谢强胜, 等. 市售化橘红质量评价[J]. 药物分析杂志, 2014, 34(4): 669-672.
- [15] 王铁杰, 宋茜, 江坤, 等. 毛橘红与光橘红的 HPLC 药效指纹图谱比较研究[J]. 药物分析杂志, 2014, 34(5): 896-902.

[责任编辑 刘德文]