

· 中药制剂与分析 ·

本文引用:邱伊星,肖瑞飞,龚力民,邓莹,王智,朱久宜,王炜.湖南麻阳甜橙幼果枳实的质量评价分析[J].湖南中医药大学学报,2019,39(7):851-855.

## 湖南麻阳甜橙幼果枳实的质量评价分析

邱伊星<sup>1</sup>,肖瑞飞<sup>2,3</sup>,龚力民<sup>1</sup>,邓莹<sup>1</sup>,王智<sup>1</sup>,朱久宜<sup>2</sup>,王炜<sup>1\*</sup>

(1.湖南中医药大学药学院,湖南长沙 410208;2.湖南中医药大学扶贫工作队,湖南长沙 410208;  
3.湖南中医药大学附属第一医院,湖南长沙 410007)

**〔摘要〕**目的 评价湖南麻阳产甜橙幼果枳实的质量,并与市面上不同产地的枳实进行含量比较。方法 参考2015版《中华人民共和国药典》枳实项下的性状、鉴别、水分检查、浸出物、含量测定等多种方法对湖南麻阳产枳实进行全面的全面的质量研究,对其他产地枳实进行辛弗林含量的测定并与麻阳产枳实进行比较。结果 麻阳产枳实的性状与药典描述相符;显微粉末鉴别也与药典的显微特征相符;水分含量为11.18%,低于药典规定的15%;总灰分为5.14%,低于药典规定的7.0%;浸出物测定结果为26.08%,高于药典规定的12.0%;辛弗林含量为1.08%,远高于药典0.30%的限度,也高于收集的其他几个产地枳实中辛弗林含量。结论 湖南麻阳产枳实按中国药典枳实项下性状鉴别、水分检查、浸出物、含量测定方法检测均符合标准规定,且辛弗林含量结果远高于药典限度并优于一些市售产品。本研究首次对麻阳产枳实的质量进行评价,对发掘麻阳枳实的质量优势、指导麻阳县甜橙的综合利用、助力精准扶贫有相当积极的作用。

**〔关键词〕** 甜橙;麻阳;枳实;质量评价;综合利用

**〔中图分类号〕** R284

**〔文献标志码〕** A

**〔文章编号〕** doi:10.3969/j.issn.1674-070X.2019.07.013

## Quality Evaluation of Fructus Aurantii Immaturus Produced in Mayang, Hunan Province

QIU Yixing<sup>1</sup>, XIAO Ruifei<sup>2,3</sup>, GONG Limin<sup>1</sup>, DENG Ying<sup>1</sup>, WANG Zhi<sup>1</sup>, ZHU Jiuyi<sup>2</sup>, WANG Wei<sup>1\*</sup>

(1. School of Pharmacy, Hunan University of Chinese Medicine, Changsha, Hunan 410208, China; 2. Poverty Alleviation Team, Hunan University of Chinese Medicine, Changsha, Hunan 410208, China; 3. The First Affiliated Hospital of Hunan University of Chinese Medicine, Changsha, Hunan 410007, China)

**〔Abstract〕 Objective** To evaluate the quality of Fructus Aurantii Immaturus produced in Mayang, Hunan Province and compare it with other products from different producing areas. **Methods** A comprehensive quality study was conducted on Fructus Aurantii Immaturus from Mayang, Hunan province by referring to the methods of character identification, water content test, extract determination and other methods under the Chinese pharmacopoeia, 2015. The content of synephrine in Fructus Aurantii Immaturus produced in other places was determined and compared with it produced in Mayang. **Results** The characters of immature bitter orange produced in Mayang were consistent with those described in pharmacopoeia. The microscopic powder identification was also consistent with the microscopic characteristics of the pharmacopoeia. The moisture content was 11.18%, which was lower than the 16% specified in the pharmacopoeia. The total ash was 5.14%, which was lower than the 7.0% specified in pharmacopoeia. The extract was 26.08%, which was higher than the 12.0% specified in pharmacopoeia. The content of synephrine was 1.08%, which was much higher than the limit of 0.30% in pharmacopoeia, and also higher than the content of synephrine in other products. **Conclusion** The characteristics identification, moisture test, extract and content determination of

**〔收稿日期〕** 2019-04-10

**〔基金项目〕** 国家重点研发计划“中医药现代化研究”专项“中药国际标准示范研究”(2018YFC1707902);湖南中医药大学精准扶贫资助科研项目(2018KJFP01)。

**〔作者简介〕** 邱伊星,女,在读博士研究生,研究方向:中药民族药质量标准研究。

**〔通讯作者〕** \*王炜,男,教授,博士研究生导师,E-mail:wangwei402@hotmail.com。

Fructus Aurantii Immaturus produced in Mayang were all in accordance with the standards of Chinese pharmacopoeia. This study is the first to evaluate the quality of the Fructus Aurantii Immaturus in Mayang, and has a positive effect on the exploration of the quality advantage and comprehensive utilization of the Fructus Aurantii Immaturus in Mayang.

[**Keywords**] *Citrus sinensis*; Mayang; Fructus Aurantii Immaturus; quality evaluation; comprehensive utilization

枳实为常用中药,应用历史悠久,始载于《神农本草经》,其味苦、辛、酸,性微寒,归脾、胃经。具有破气消积、化痰散痞的功效,主要用于治疗积滞内停、痞满胀痛、泻痢后重、大便不通、痰滞气阻、胸痹、结胸、脏器下垂。2015版《中华人民共和国药典》(以下简称《中国药典》)中收录枳实为芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及其栽培变种或甜橙 *Citrus sinensis* Osbeck 的干燥幼果。5~6月收集自落的果实,除去杂质,自中部横切为两半,晒干或低温干燥,较小者直接晒干或低温干燥<sup>[1]</sup>。现代药理学研究证明枳实主要具有促进胃排空<sup>[2-3]</sup>、升高血压<sup>[3-4]</sup>、加强心肌收缩力<sup>[5]</sup>、促进脂质代谢<sup>[6]</sup>的作用。

甜橙为麻阳苗族自治县最大的支柱产业,种植面积占全国甜橙的1/4,为全国四大柑橘产地之一。甜橙由于产量高,在成熟前,有1/3-1/2的幼果掉落,掉落的幼果未被充分利用,成果个子小,价格低。2015版《中国药典》规定甜橙幼果可以作为枳实来源。随着中医药法的实施,中医药发展进一步完善和扩大,柑橘类中药材市场需求也在逐年扩大,因此提倡疏果行为,发展幼果炮制加工,既可为提高成果的品质与市场竞争力,又可以缓解柑橘类药物资源的紧缺现状。但麻阳产甜橙幼果之前未加工成枳实进行售卖,也未进行过质量评价,其是否符合《中国药典》的标准尚不清楚,也不知其与市面上所售枳实有何区别。本研究旨在通过评价湖南麻阳产甜橙幼果枳实的质量并于市面上不同产地的枳实进行比较而发掘其特色,从而促进与指导麻阳

县甜橙的综合利用,实现多元发展多方共赢,为助力乡村振兴战略提供动力。

## 1 材料与方法

### 1.1 药材

枳实样品1-6采集于湖南省怀化市麻阳苗族自治县舒家村乡张公坡村,样品7-9收集自重庆市江津区,样品10-11收集自江西省鹰潭市,样品12-13收集自浙江省桐乡市,样品14-16收集自陕西省汉中市,样品17收集自湖南省长沙市。以上样品经湖南中医药大学王炜教授鉴定为枳实。样品详细信息见表1。

### 1.2 试剂

辛弗林对照品(上海源叶生物科技有限公司,批号:Y2607Y17088,质量分数 $\geq 98\%$ );枳实对照药材(上海源叶生物科技有限公司,批号Y12M9H61262);聚酰胺(台州市路桥四甲生化塑料厂,批号20170301);磷酸二氢钾(上海沪试实验室器材股份有限公司,批号20171211);十二烷基磺酸钠、茚三酮、正丁醇均购于国药集团化学试剂有限公司;甲醇(色谱纯,德国默克公司);薄层层析硅胶板(烟台江友硅胶开发有限公司)。

### 1.3 仪器

美国 Agilent 1200 LC 型高效液相色谱仪(安捷伦科技有限公司,配备G1311C型四元泵,G1329B型进样器,G1316A型温控箱,G4214型多波长检测器);JY502型分析天平(上海浦春计量仪器有限公司);

表1 样品信息表

编号	产地	来源	收集时间	编号	产地	来源	收集时间
S1	湖南麻阳	甜橙幼果	5月	S10	江西鹰潭	酸橙或其变种幼果	6月
S2	湖南麻阳	甜橙幼果	5月	S11	江西鹰潭	酸橙或其变种幼果	6月
S3	湖南麻阳	甜橙幼果	5月	S12	浙江桐乡	酸橙或其变种幼果	6月
S4	湖南麻阳	甜橙幼果	5月	S13	浙江桐乡	酸橙或其变种幼果	6月
S5	湖南麻阳	甜橙幼果	6月	S14	陕西汉中	酸橙或其变种幼果	6月
S6	湖南麻阳	甜橙幼果	6月	S15	陕西汉中	酸橙或其变种幼果	6月
S7	重庆江津	酸橙或其变种幼果	6月	S16	陕西汉中	酸橙或其变种幼果	6月
S8	重庆江津	酸橙或其变种幼果	6月	S17	湖南长沙	酸橙或其变种幼果	6月
S9	重庆江津	甜橙幼果	5月				

AE100型电子天平(梅特勒-托利多公司);KQ2200DB型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);CHK2-F-GS型生物显微镜(日本奥林巴斯有限公司);SX2-2.5-12N型马弗炉(上海一恒仪器有限公司)。

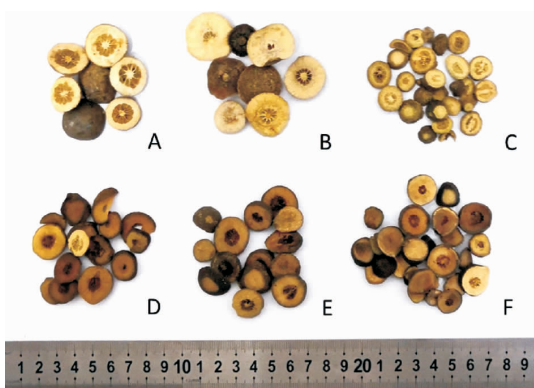
#### 1.4 实验方法

参考2015版《中国药典》枳实项下的性状、鉴别、水分检查、浸出物、含量测定方法对湖南麻阳产枳实进行质量研究,薄层鉴别以辛弗林为对照品,含量测定也以辛弗林计。另将其他产地枳实的性状、薄层色谱和含量测定结果与麻阳产枳实进行比较。

## 2 结果

### 2.1 性状比较

麻阳产枳实呈半球形,直径0.8~2.0 cm。外果皮黑绿色,具颗粒状突起和皱纹,有明显的花柱残迹或果梗痕。切面中果皮略隆起,厚0.3~1.2 cm,黄白色或黄褐色,边缘有1~2列油室,瓢囊棕褐色。质坚硬。气清香,味苦、微酸。麻阳枳实在性状上与《中国药典》要求一致。对不同产地枳实性状进行比较,发现甜橙幼果枳实与酸橙幼果枳实区别较大,酸橙幼果枳实的中果皮较厚而瓢囊较小,甜橙幼果枳实中果皮较薄而瓢囊较大,图1中可见麻阳产甜橙幼果枳实较其他几个道地产区酸橙幼果枳实果皮薄而瓢囊大,与重庆产甜橙幼果枳实的性状较为接近。对各枳实样本的直径、中果皮厚度、瓢囊组织厚度进行测量,并计算中果皮、瓢囊组织厚度占直径的百分比,结果发现麻阳产枳实的中果皮、瓢囊组织占比与重庆产甜橙幼果枳实接近,中果皮占比较其他酸橙幼果枳实小,瓢囊组织占比较酸橙幼果枳实大(见表2)。



注:A.麻阳产枳实样品(S6);B.重庆产枳实样品(S7);C.重庆产枳实样品(S9);D.浙江产枳实样品(S12);E.陕西产枳实样品(S15);F.江西产枳实样品(S10)

图1 不同产地的甜橙幼果枳实与酸橙幼果枳实性状比较

### 2.2 显微鉴定

对麻阳枳实进行显微鉴别,可见本品粉末淡黄色。中果皮细胞类圆形或形状不规则,壁大多呈不均匀增厚。果皮表皮细胞表面观多角形、类方形或长方形,气孔环式。草酸钙方晶存在于果皮和汁囊细胞中,呈斜方形、多面体形或双锥形,直径2~24 μm。橙皮苷结晶存在于薄壁细胞中,黄色或无色,呈圆形或无定形团块,有的显放射状纹理。油室碎片多见,分泌细胞狭长而弯曲。螺纹导管、网纹导管及管胞小,符合药典对枳实的粉末显微特征描述。部分显微特征见图2。

### 2.3 薄层鉴定

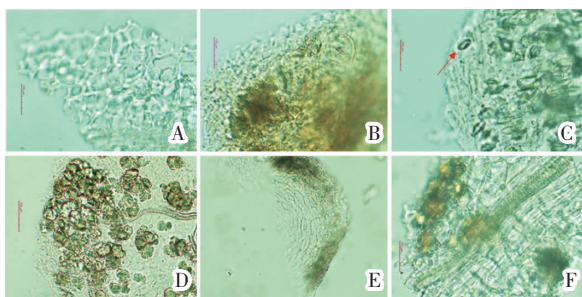
以正丁醇-冰醋酸-水(4:1:5)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以0.5%茚三酮乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。由薄层鉴别结果(图3)可见,麻阳枳实的薄层色谱图与辛弗林对照品相应色谱位置上显相同颜色斑点,说明麻阳枳实样本中含有辛弗林,符合药典规定。

### 2.4 水分测定

2015版《中国药典》规定枳实中所含水分不得

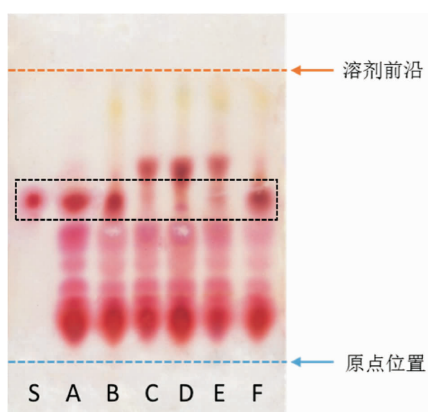
表2 不同枳实样本直径、中果皮厚度、瓢囊组织厚度统计表( $\bar{x} \pm s, n=10$ )

编号	直径/cm	中果皮厚/cm	瓢囊组织/cm	中果皮占/%	瓢囊组织占比/%
S6	1.81±0.20	0.43±0.05	0.96±0.19	23.79±3.20	47.94±6.41
S7	1.96±0.36	0.65±0.13	0.66±0.25	33.35±4.63	33.30±9.25
S9	1.23±0.18	0.33±0.05	0.58±0.09	26.51±1.36	46.99±2.71
S10	1.71±0.22	0.55±0.07	0.62±0.62	32.20±4.06	35.60±8.12
S12	1.52±0.14	0.57±0.08	0.38±0.09	37.39±3.24	25.21±6.47
S15	1.88±0.14	0.58±0.10	0.73±0.14	30.55±4.17	38.90±8.34



注:A.中果皮细胞;B.果皮表皮细胞(示气孔);C.草酸钙方晶;  
D.橙皮苷结晶;E.油室碎片;F.导管

图2 麻阳枳实的主要显微特征图



注:S.辛弗林对照品;A.麻阳产枳实样品(S6);B.重庆产枳实样品(S7);C.江西产枳实样品(S10);D.浙江产枳实样品(S12);E.陕西产枳实样品(S15);F.湖南长沙产枳实样品(S17)

图3 对照品辛弗林、麻阳枳实的薄层色谱对比图

超15%,麻阳枳实样本(S1-S6)测得水分分别为10.11%、10.23%、12.08%、11.54%、13.14%、9.96%,均符合药典规定。

### 2.5 灰分测定

2015版《中国药典》规定枳实总灰分不得超过7.0%,麻阳枳实样本(S1-S6)检测结果为5.06%、

5.14%、5.02%、5.22%、5.25%、5.18%,符合药典规定。

### 2.6 浸出物测定

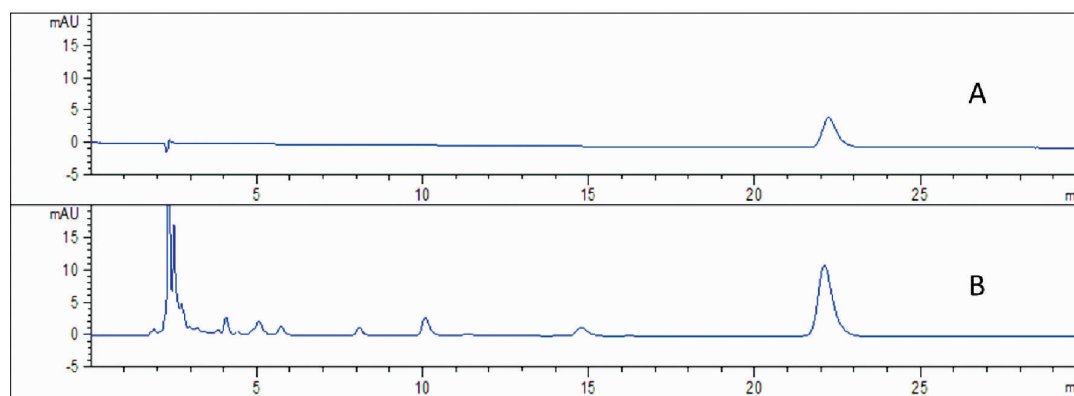
2015版《中国药典》规定枳实浸出物测定用70%乙醇作溶剂,不得少于12.0%,麻阳枳实样本(S1-S6)检测结果为25.63%、26.71%、24.35%、27.2%、25.24%、27.35%,符合药典规定。

### 2.7 含量测定

以高效液相色谱法测定枳实样本中的辛弗林含量。填充剂为十八烷基硅烷键合硅胶,流动相为甲醇-磷酸二氢钾(50:50)溶液,检测波长为275 nm。经高效液相色谱检测,5月中旬收集的麻阳枳实样品(S1-S4)辛弗林含量分别为1.10%、1.16%、1.11%及1.02%,6月中旬及下旬收集自麻阳枳实样品(S5-S6)辛弗林含量分别为0.89%及1.20%,远高于药典规定的不得少于0.30%的限度,也高于收集的其他几个产地枳实中辛弗林含量。辛弗林对照品及麻阳枳实的高效液相色谱图见图4,17个不同批次的枳实样品辛弗林含量测定结果见表3。

## 3 讨论

通过对麻阳产6个批次的枳实样本进行各项质量评价,证明麻阳产枳实性状、鉴别、水分检查、浸出物、含量测定均符合《中国药典》规定标准,且含量测定的结果高于药典限度的4倍并远优于一些市售产品。辛弗林为药典中含量测定的指标成分,且薄层鉴别选取的对照品也为辛弗林,说明该成分在枳实中具有代表性且为主要活性成分之一。辛弗林可促进食欲并加速脂肪代谢,与枳实的药理作用相一致,也



A.辛弗林对照品;B.麻阳枳实样品

图4 辛弗林对照品及麻阳枳实的高效液相色谱图

表3 不同产地枳实中辛弗林含量( $\bar{x}\pm s, n=3, \%$ )

编号	产地	辛弗林含量
S1	湖南麻阳	1.10±0.02
S2	湖南麻阳	1.16±0.01
S3	湖南麻阳	1.11±0.02
S4	湖南麻阳	1.02±0.02
S5	湖南麻阳	0.89±0.01
S6	湖南麻阳	1.20±0.01
S7	重庆江津	0.59±0.02
S8	重庆江津	0.25±0.02
S9	重庆江津	0.84±0.01
S10	江西鹰潭	-
S11	江西鹰潭	-
S12	浙江桐乡	-
S13	浙江桐乡	-
S14	陕西汉中	-
S15	陕西汉中	0.05±0.01
S16	陕西汉中	-
S17	湖南长沙	0.12±0.02

广泛用于医药、食品、饮料等保健行业<sup>[7]</sup>。麻阳产枳实中辛弗林的含量较高,说明其应为质优产品,值得向市场积极推广。从实验中也可看出,市售枳实样本很多未检测到辛弗林,且一些产品未达到药典规定标准,可见枳实这一产品存在产品质量良莠不齐,市场混乱的现象。应加强市场监管,推广质优产品,保证并提高这一常用传统中药品种的临床疗效。

麻阳苗族自治县属武陵山片区区域发展与扶贫攻坚试点县,甜橙为该县最大的支柱产业。目前麻阳县甜橙产值主要是农户销售鲜果为主,产品附加

值低。甜橙在成熟前,有1/3到1/2的幼果自然掉落,若主动疏果,可提升成果的品质,提高市场竞争力。因此,若能开发利用甜橙幼果的药用价值,对提高麻阳县甜橙的附加值有重要意义。本研究首次对麻阳加工品枳实进行了质量研究,证明其为符合药典标准的产品,且挖掘了其辛弗林含量高的特点,对指导麻阳县张公坡村甜橙的综合利用、推广麻阳枳实的销售、提高其市场认可度有积极作用,也能为提高农民收入、精准扶贫精准脱贫、助力乡村振兴战略提供直接动力。

### 参考文献

- [1] 国家药典委员会.中华人民共和国药典·二部[S].中国医药科技出版社,2015:247.
- [2] 杨秀丽.枳实改善胃肠动力的研究现状[J].国际中医中药杂志,2010,32(3):277-278.
- [3] 张正选,李鲜.枳实改善功能性消化不良大鼠胃动力障碍的机制研究[J].陕西中医,2018(8):998-1000.
- [4] 尹丽波,林桂梅,侯影,等.枳实及其炮制品升压作用的研究[C].中华中医药学会中药炮制分会2011年学术年会论文集,2011,510-512.
- [5] 张红,孙明江,王凌.枳实的化学成分及药理作用研究进展[J].中药材,2009,32(11):1787-1790.
- [6] 焦士蓉,黄承钰,王波,等.枳实对糖尿病小鼠肾脏抗氧化能力及胰岛影响[J].中国公共卫生,2009,25(6):662-664.
- [7] 张霄潇,李正勇,马玉玲,等.中药枳实的研究进展[J].中国中药杂志,2015,40(2):185-190.

(本文编辑 苏维)