

中药研究

系统聚类分析在红花质量评价中的应用

赵超¹ 刘峰¹ 马存德¹ 马久太¹ 王西芳² 王小平²

(1 陕西步长制药有限公司,陕西省西安市高新路 50 号南洋国际 19 层,710075; 2 陕西中药学院)

关键词 聚类分析; 红花

红花为菊科植物红花 *Carthamus tinctorius* L. 的干燥花。夏季花由黄变红时采摘,阴干或晒干。本品性温,味辛,具有活血通经、散瘀止痛之功效,用于闭经、痛经、跌打损伤、疮疡肿痛等^[1]。目前,对红花的研究资料较多,但缺乏对其质量的综合评价方法。为科学评价红花质量及合理利用红花资源,我们对 12 个产地的红花进行了分析,采用 2005 年版药典红花标准中检查、浸出物、含量测定项下的方法对 12 批样品进行分析,并以它们的含量作为化学特征变量,采用 SPSS17.0 统计软件,在方法上采用欧氏距离测量,每两样本间用 Average linkage 法连结。对 12 批红花样品进行了系统聚类分析,为红花质量综合评价方法的建立和实现中药质量标准化作了有意义的探索。

1 仪器及试剂

1.1 仪器 Agilent 1200LC 型高效液相色谱仪;VWD 检测器;TG328A 型电光分析天平(上海精密仪器厂);USC-302 型超声波清洗器(上海精密仪器厂);UV-2100 紫外-可见分光光度计(成都科析电子商务有限公司);SX2-5-12 马弗炉;CS101-2A 银河电热干燥箱(中国重庆银河试验仪器有限公司)等。

1.2 试剂 甲醇、丙酮、盐酸、磷酸等试剂为分析纯;流动相所用甲醇、乙腈均为色谱纯,水为纯净水;羟基红花黄色素 A(111637-200704)、山柰素对照品(110861-200606)均由中国药品生物制品检定所提供。

1.3 样品 所采集的样品见表 1。

2 方法

2.1 烘干法测水分^[1] 取供试品粉末 3g,平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中,厚度不超过 10mm,精密称定,打开瓶盖在 105℃ 干燥 5h,将瓶盖盖好,移置干燥器中,冷确 30min,精密称定,再在上述温度干燥 1h,移置干燥器中,冷确 30min,精密称定,至恒重,由减失的

重量计算样品中的含水量(%)。

2.2 总灰分测定^[1] 取供试品粉末 4g,精密称定,置炽灼至恒重的坩埚中,称定重量,缓慢炽热,至完全碳化时,逐渐升高温度至 500℃~600℃,使完全灰化并至恒重,根据残渣重量,计算样品中总灰分的含量(%)。

表 1 样品编号

样品编号	名称	产地
1	红花	2008 年托里县叶格孜库勒村
2	红花	2008 年吉木萨尔县红旗农场一场八连-库房
3	红花	2009 年吉木萨尔县红旗农场一场八连-水浇土地
4	红花	2008 年塔城额敏县 166 团-库房
5	红花	2008 年塔城额敏县 167 团 1 连-旱地红花
6	红花	2008 年额敏县郊区解放二队裕民县
7	红花	2009 年塔城额敏县收购点
8	红花	2008 年乌市米东区铁厂钩镇八家户村-农户一号
9	红花	2009 年乌市米东区铁厂钩镇八家户村-农户二号
10	红花	2010 年乌市米东区铁厂钩镇八家户村-库房
11	红花	2008 年伊犁察尔察尔乡海努克村-库房
12	红花	2008 年托里县叶格孜库勒村

2.3 酸不溶性灰分的测定^[1] 取 2.2 项下的灰分,在坩埚中加入稀盐酸 10mL,置水浴上加热 10min,用无灰滤纸滤过,坩埚内的残渣用水洗于滤纸上,并洗涤至滤液不显氯化物反用为止,滤渣连同滤纸置同一坩埚中干燥,炽灼至恒重,根据残渣重量,计算样品中酸不溶性灰分的含量(%)。

2.4 吸光度^[1] 取本品,置硅胶干燥器中干燥 14h,研细成粉,取 0.25g,精密称定,置锥形瓶中,加 80% 丙酮溶液 50mL,连接冷凝管,置 50℃ 水浴上温浸 90min,放冷,用 3 号垂熔融玻璃漏斗滤过,收集滤液于 100mL 量瓶中,用 80% 丙酮溶液 25mL 分次洗涤,洗液并入量瓶中,加 80% 丙酮溶液至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录 V A),在 518nm 的波长处测定吸光度。

2.5 浸出物测定^[1] 水冷浸法:取供试品粉末 4g,精密称定,置 250mL 锥形瓶中,精密加水 100mL,密塞,冷浸,前 6h 时时振摇,再静置 18h,用干燥滤器迅速滤

过,精密量取续滤液 20mL,置干燥至恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,105℃干燥 3h,置干燥器中冷却 30min,迅速精密称重,根据残渣重量,计算样品中浸出物的含量(%)。

2.6 含量测定^[1] 1)羟基红花黄色素 A:取供试品粉末(过 3 号筛)约 0.4g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 25% 甲醇 50mL,称定重量,超声处理 40min,放冷,再称定重量,用 25% 甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液照 2005 年版药典附录 VI D 及红花含量测定项下的相关条件进行羟基红花黄色素 A 的含量测定。2)山柰素:取供试品粉末(过 3 号筛)约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25mL,称定重量,回流 30min,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 15mL,置平底烧瓶中,加盐酸溶液(15→37)5mL,摇匀,置水浴中加热水解 30min,冷却后转移至 25mL 的量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液照 2005 年版药典附录 VI D 及红花含量测定项下的相关条件进行山柰素的含量测定。

3 结果与分析

测定结果见表 2。

表 2 测定结果

样品编号	水分	总灰分	酸不溶性灰分	吸光度	水溶性浸出物	羟基红花黄色素 A	山柰素
1	6.9	16.9	8.3	0.358	35.9	1.1	0.092
2	7.9	9.6	2.81	0.513	45.2	1.6	0.105
3	7.9	8.2	1.9	0.485	46.2	1.4	0.094
4	7.8	7.9	1.6	0.498	44.3	1.5	0.103
5	7.5	8.8	2.1	0.499	46.1	1.5	0.073
6	7.4	9.2	2.4	0.479	43.5	1.3	0.086
7	7.7	8	1.6	0.476	45	1.6	0.098
8	7.8	8.2	1.8	0.498	45.6	1.6	0.086
9	8.2	7.9	1.7	0.512	45.2	1.6	0.108
10	8.4	8.1	1.6	0.521	40.7	1.5	0.098
11	8.2	8.3	2	0.573	45	1.4	0.095
12	8.7	7.9	1.6	0.495	45.3	1.5	0.106
药典规定	不得过 13%	不得过 15%	不得过 5%	不得低少于 0.20	不得少于 30.0%	不得少于 1.0%	不得少于 0.050%

总灰分、酸不溶性灰分、吸光度、水溶性浸出物、羟基红花黄色素 A、山柰素含量可以从不同角度反映红花的质量,本文采用 SPSS17.0 统计软件,以上述指标作为一般变量,综合评判红花样品间差异,从而对其进行合理分类。

本实验用 SPSS17.0 统计软件中的系统聚类分析程序对 12 批红花样品进行聚类分组。在方法上采用欧氏距离测量,每两样本间用 Average linkage 法连结。对 12 批红花样品进行聚类分组。结果见图 1。

万方数据

由图 1 可见,12 批红花样品最终可聚成 2 大类:其中样品 1 为一类,该类样品的总灰分、酸不溶性灰分均不符合药典标准,为不合格药材。样品 2-12 聚为一类,该类样品各项指标均符合药典标准,为合格药材。聚类结果与药典方法鉴定结果完全一致。样品 2-12 可被分为 2 类,说明产地对红花质量的综合评价影响不大,而起主要作用的是产地环境、采收时间、储存条件等因素,提示红花的质量除了与其产地有关外,还与产地环境、采收时间、储存条件等因素有关。

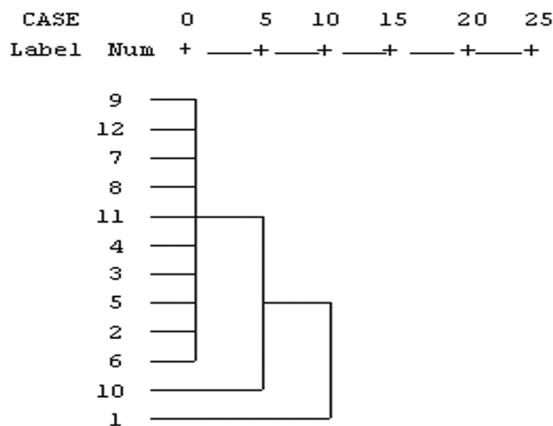


图 1 聚类结果树状图

参考文献

[1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典 2005 年版(一部)[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005, 103, 附录 47-49, 附录 56.

(2010-10-30 收稿)◎

《时珍国医国药》杂志征订启事

《时珍国医国药》是经国家科技部、国家新闻出版署批准国内外公开发行的综合性中医药杂志。《时珍国医国药》杂志以弘扬和发展中国中医药事业为特色,以探讨研究中医药传统学术及中医药在现代医学领域的最新应用成果为重点,坚持“双百”方针,理论与实践并重,普及与提高相结合,讲求科学性与实用性,辟有药理药化、炮制与制剂、国药鉴别、临床报道、中西医结合、食疗与护理、教学实践与改革、英语园地、资源开发等 20 多个栏目。是从事中医药临床、教学、科研和中医药生产专业人员发表学术见解、报道科研成果、交流工作经验的园地,是广大中医药工作者及中医药爱好者的益友。

《时珍国医国药》杂志为月刊,国际大 16 开本,256 个页码,每期容量 70 万字,当月 20 日出版,每册定价 15.00 元,全年订价 180.00 元。国内总发行:湖北省黄石市邮政局;国外总发行:中国国际图书贸易总公司(北京 399 信箱),国外订阅代号 M 4340。

地址:湖北省黄石市黄石大道 874 号,邮编:435000。发行部电话(0714)6232466,6247076。传真(0714)6224836。时珍国医国药杂志网址: <http://www.shizhenchina.com>(在线投稿专用)。