

主成分分析确定头花蓼最佳采收时间及初加工方法

余欣洋¹, 张丽艳^{1*}, 谢宇², 魏升华¹, 李孟林², 陈华²

(1. 贵阳中医学院, 贵阳 550002; 2. 贵州威门药业股份有限公司, 贵阳 550016)

[摘要] 目的: 确定头花蓼 GAP 种植基地药材的最佳采收时间及初加工方法, 以指导头花蓼药材的采收加工。方法: 采用高效液相色谱法、水溶性浸出物测定法对不同采收期、不同初加工方法 GAP 种植基地的头花蓼药材中槲皮素、槲皮苷、没食子酸、水溶性浸出物含量进行测定, 并运用主成分分析对测定结果进行综合质量评价对比研究。结果: 8 月下旬采集的药材综合评分值为 2.093 0, 阴干的药材综合评分值为 1.723 1, 包含了头花蓼药材中槲皮素、槲皮苷等 4 种指标成分的最佳综合信息, 可确定头花蓼 GAP 种植基地药材最佳采收时间应在 8 月下旬, 最佳初加工方法应为阴干。结论: 不同生长发育期采集的头花蓼中指标成分积累具有一定的规律, 初加工方法对头花蓼药材质量影响较大。

[关键词] 头花蓼; 主成分分析; 采收时间; 初加工方法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)21-0090-03

[doi] 10.11653/syfy2013210090

Principal Component Analysis to Determine Optimal Harvesting Time of *Polygonum capitatum* and Initial Processing Method

YU Xin-yang¹, ZHANG Li-yan^{*}, XIE Yu², WEI Sheng-hua¹, LI Meng-lin¹, CHEN Hua²

(1. Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550002, China;
2. Guizhou Warmen Pharmaceutical Company Limited, Guiyang 550016, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the optimal harvesting time and initial processing method for *Polygonum capitatum* herbs from GAP cultivation base, in order to guide the harvesting and processing of *P. capitatum*. **Method:** The content of quercetin, quercitrin, gallic acid and water-soluble extracts from *P. capitatum* herbs with different harvesting time, different initial processing for GAP cultivation base and water-soluble extract was determined by HPLC, and the determination results were assessed by principal component analysis. **Result:** The synthetic graded value of *P. capitatum* herbs in later August was 2.093 0, dry in the shade was 1.723 1. They include the best comprehensive information for the four kinds of index components, and it can be determined that the optimal harvesting time of *P. capitatum* was in later August and the best initial processing method of *P. capitatum* is dry in the shade. **Conclusion:** The accumulation of the index component from *P. capitatum* in different periods of growth is regularly, the processing method has a great influence on *P. capitatum*.

[Key words] *Polygonum capitatum*; principal component analysis; harvesting time; initial processing method

[收稿日期] 20130413(003)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81260640); 国家十一五科技支撑项目(2009BAI74B01-4)

[第一作者] 余欣洋, 在读硕士, 从事中药质量控制与新药研究, Tel: 13668500601, E-mail: xinyang_y@163.com

[通讯作者] * 张丽艳, 教授, 硕士生导师, 从事中药质量控制与新药研究, Tel: 13984870641, E-mail: zly1964@163.com

头花蓼为蓼科植物头花的干燥地上部分。现收载于《贵州省中药材、民族药材质量标准》2003 年版, 为贵州省中药现代化重点发展的“十大苗药”和重点培育发展的“十大中药产业链”的品种之一。具清热利湿、利尿通淋等功效, 主要用于肾盂肾炎、膀胱炎、盆腔炎、前列腺炎等症^[1]。

头花蓼所含化学成分复杂, 为多种有效成分共

同发挥药效,已有的研究报道仅以单一成分为指标进行头花蓼的最佳采收期研究^[2-3],不能真实、全面反映药材内在品质。为了确定头花蓼药材的最佳采收时间及初加工方法,本试验采用主成分分析法,以槲皮素、槲皮苷、没食子酸、水溶性浸出物为综合评价指标,确定头花蓼药材最佳采收时间及初加工方法。

1 材料

Agilent 1260 型高效液相色谱仪(包括真空脱气机,自动进样器,四元泵,DAD 检测器),AG135 型电子天平(梅特勒-托利多公司),HH-S 型恒温水浴锅(江苏国胜实验仪器厂)。

槲皮素对照品(批号 100081-200406,供含量测定用)、没食子酸对照品(批号 110831-200302,供含量测定用)、槲皮苷对照品(批号 111538-200403,供含量测定用)均由中国药品生物制品检定所提供。甲醇、四氢呋喃为色谱纯,水为纯净水,其他试剂均为分析纯。头花蓼药材均采自贵州省贵阳市乌当区头花蓼 GAP 种植基地,经贵阳中医学院魏升华副教授鉴定为蓼科植物头花蓼 *Polygonum capitatum* Buch.-Ham. ex D. Don 的干燥地上部分。

2 方法与结果

2.1 头花蓼中槲皮素的含量测定 参照《贵州省中药材、民族药材质量标准》2003 年版^[1]头花蓼项下进行测定,以甲醇-25% 盐酸溶液(4:1)混合液为提取溶剂加热回流 1 h,采用高效液相色谱法,以甲醇-0.4% 磷酸溶液(50:50)为流动相,在 360 nm 波

长下检测。

2.2 头花蓼中槲皮苷的含量测定 参照文献[4]方法进行测定,以 50% 甲醇为提取溶剂加热回流 30 min,采用高效液相色谱法,以甲醇-1% 冰醋酸-四氢呋喃(20:65:15)为流动相,在 258 nm 波长下检测。

2.3 头花蓼中没食子酸的含量测定 参照文献[5]方法进行测定,以水为提取溶剂加热回流 2 h,采用高效液相色谱法,以甲醇-水-*N,N*-二甲基甲酰胺-冰醋酸(1:95:3:1)为流动相,在 272 nm 波长下检测。

2.4 主成分分析方法^[6] 本试验采用 SPSS 17.0 数据处理软件,对含量测定结果进行主成分分析(表 1~4)。

2.4.1 确定头花蓼最佳采收时间 运用主成分分析对不同采收时间头花蓼中 4 个指标成分的含量测定结果进行分析评价。由表 1 得出,根据特征值可排列主成分名次为 $\lambda_1 = 3.1769 > \lambda_2 = 0.7385 > \lambda_3 = 0.0528 > \lambda_4 = 0.0318$;从贡献率及累计贡献率来看,第一主成分贡献率最大为 79.4219%,第二主成分的贡献率为 18.4627%,前 2 个主要成分累计贡献率达到了 97.8846%,当累计贡献率达到 85% 即认为满意^[6],因此,第一、第二主成分即可基本反映总体情况,达到降维的目的。根据特征向量,可得到主成分线性组合表达式为: $F = AF_1 + BF_2 = 0.8114F_1 + 0.1886F_2$,其中 $A = \lambda_1 / (\lambda_1 + \lambda_2)$, $B = \lambda_2 / (\lambda_1 + \lambda_2)$, $F_1 = 0.5415\bar{x}_1 + 0.4634\bar{x}_2 + 0.5407\bar{x}_3 + 0.4469\bar{x}_4$, $F_2 = 0.2219\bar{x}_1 - 0.6432\bar{x}_2 - 0.2426\bar{x}_3 + 0.6916\bar{x}_4$, $\bar{x}_1, \bar{x}_2, \bar{x}_3, \bar{x}_4$ 为各成分含量标准化后的数据。

表 1 不同采收时间头花蓼主成分分析成分特征值、贡献率、累计贡献率及特征向量

No.	特征值	贡献率/%	累积贡献率/%	槲皮素特征向量 X_1	槲皮苷特征向量 X_2	没食子酸特征向量 X_3	水溶性浸出物特征向量 X_4
1	3.1769	79.4219	79.4219	0.5415	0.4634	0.5407	0.4469
2	0.7385	18.4627	97.8846	0.2219	-0.6432	-0.2426	0.6916
3	0.0528	1.3197	99.2043	-0.7342	-0.1316	0.5849	0.3184
4	0.0318	0.7957	100.0000	-0.3443	0.5954	-0.554	0.4699

按上述主成分表达式,计算出不同采收时间头花蓼样品综合主成分评价并排序^[9-10],见表 2。

根据表 2 综合评分值的排序可以看出排序第一的采收时间在 8 月下旬,说明 8 月下旬药材包含了 4 种指标成分的最佳综合信息,可把 8 月下旬确定为头花蓼药材最佳采收时间,此外,8 月份采收样品综合评价值均高于其他月份。

2.4.2 确定头花蓼最佳初加工方法 运用主成分分析对不同初加工方法头花蓼中 4 个指标成分的含量测定结果进行分析评价。由表 1 得知,根据特征

值可排列主成分名次为 $\lambda_1 = 3.5736 > \lambda_2 = 0.4264 > \lambda_3 = 0 = \lambda_4 = 0$;从贡献率及累计贡献率来看,第一主成分贡献率最大为 89.3412%,高于 85%^[6],因此,第一主成分即可基本反映总体情况,达到降维的目的。根据特征向量,可得到主成分线性组合表达式为 $F = 0.4282\bar{x}_1 + 0.5201\bar{x}_2 + 0.5258\bar{x}_3 + 0.5193\bar{x}_4$, $\bar{x}_1, \bar{x}_2, \bar{x}_3, \bar{x}_4$ 为各成分含量标准化后的数据。按上述主成分表达式,计算出不同初加工方法头花蓼样品综合主成分评价并排序^[7-8],见表 4。

表 2 不同采收时间头花蓼含量测定结果及主成分排序

采收日期	初加工	\bar{x}_1	\bar{x}_2	\bar{x}_3	\bar{x}_4	综合评价	排序
2012-07-15	阴干	0.196 1	0.371 1	0.267 9	22.484 6	-1.067 6	8
2012-08-05	阴干	0.365 5	0.490 2	0.358 2	25.005 8	1.440 0	3
2012-08-15	阴干	0.433 2	0.513	0.354 7	26.100 7	2.063 6	2
2012-08-25	阴干	0.405 9	0.588 6	0.394 3	24.395 7	2.093 0	1
2012-09-05	阴干	0.284 9	0.605 1	0.379 5	21.596 3	0.787 6	4
2012-09-15	阴干	0.234 8	0.536 5	0.305 6	20.797 6	-0.452 0	5
2012-09-25	阴干	0.230 4	0.443 2	0.299 4	20.868 2	-0.792 7	6
2012-10-10	阴干	0.223 6	0.444 2	0.295 7	20.372	-0.966 44	7
2012-10-20	阴干	0.188 9	0.423 8	0.271 5	19.762 6	-1.535 6	9
2012-11-10	阴干	0.147 7	0.364 8	0.265 6	21.495 1	-1.569 9	10

注: \bar{x}_1 槲皮素含量(%); \bar{x}_2 槲皮苷含量(%); \bar{x}_3 没食子酸含量(%); \bar{x}_4 水溶性浸出物含量(%). 表 4 同。

表 3 不同初加工方法头花蓼主成分分析成分特征值、贡献率、累计贡献率及特征向量

成分	特征值	贡献率%	累积贡献率/%	槲皮素特征 向量 X_1	槲皮苷特征 向量 X_2	没食子酸特征 向量 X_3	水溶性浸出物 特征向量 X_4
1	3.573 6	89.341 2	89.341 2	0.428 2	0.520 1	0.525 8	0.519 3
2	0.426 4	10.658 8	100.000 0	0.899 5	-0.279 7	-0.166 9	-0.292 6
3	0.000 0	0.000 0	100.000 0	0.000 0	0.000 0	0.000 0	0.000 0
4	0.000 0	0.000 0	100.000 0	0.000 0	0.000 0	0.000 0	0.000 0

表 4 不同初加工方法头花蓼含量测定结果及主成分排序

采收日期	初加工	x_1	x_2	x_3	x_4	综合评价	排序
2012-09-01	阴干	0.234 8	0.536 5	0.305 6	22.940 6	1.723 1	1
2012-09-01	晒干	0.248 5	0.523	0.26	21.549 2	0.298 9	2
2012-09-01	烘干	0.193 4	0.511 5	0.209 6	20.399 1	-2.022 1	3

根据表 4 综合评分值的排序可以看出排序第一的初加工方法为阴干,说明阴干药材包含了 4 种指标成分的最佳综合信息,可确定头花蓼药材最佳初加工方法为阴干。

3 讨论

《贵州省中药材、民族药材质量标准》2003 年版中,头花蓼药材为春、夏、秋三季采收,张丽艳等^[2]以总黄酮为指标研究发现头花蓼药材应于 8,9 月份采收,左爱萍等^[3]以槲皮素为指标研究发现头花蓼适宜采收期在 8~9 月。本文以多成分槲皮素、槲皮苷、没食子酸、水溶性浸出物为指标对不同采收时间头花蓼药材进行主成分分析研究,发现采收时间对指标成分含量的影响较明显,以 8 月下旬采收药材综合质量最好,确定 8 月下旬为最佳采收时间。

[参考文献]

[1] 贵州省食品药品监督管理局. 贵州省中药材民族药材质量标准[S]. 贵阳:贵州科技出版社,2003:147.

[2] 张丽艳,杨玉琴,高言明,等. 贵州不同产地、不同物候期头花蓼中总黄酮的动态变化研究[J]. 中国中药杂志,2003,28(9):889.

[3] 左爱萍,龙海霞. 头花蓼花不同部位中槲皮素的含量研究[J]. 内科,2010,5(3):258.

[4] 谢宇,张丽艳,梁斌,等. HPLC 法测定头花蓼及制剂热淋清颗粒中槲皮苷的含量[J]. 中国中药杂志,2009,34(8):984.

[5] 王爽,张丽艳,谢宇,等. HPLC 测定头花蓼及制剂热淋清颗粒中没食子酸的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(9):112.

[6] 于秀林,任雪松. 多元统计分析[M]. 北京:中国统计出版社,1998:154.

[7] 陈随清,魏雅磊,王静,等. 多指标成分分析确定山茱萸最佳采收期[J]. 中国现代中药,2011,13(1):29,43.

[8] 陈文杰,曲振山. 主成分分析确定北细辛的最佳采收期[J]. 黑龙江医药,2006,19(1):38.

[责任编辑 顾雪竹]