

## 冀南辖域藿香野生资源调查与品质分析

赵连兴<sup>1</sup>, 吴海霞<sup>1\*</sup>, 贺伟丽<sup>2</sup>, 王亮<sup>2</sup>, 谭亚威<sup>2</sup> (1. 河北省邯郸市食品药品检验中心, 邯郸 056003; 2. 河北省邯郸市中医院, 邯郸 056001)

**摘要 目的:** 为了解藿香在冀南辖域的野生分布资源及其品质状况, 对该地区藿香野生资源进行调查与品质分析。**方法:** 按照国家中药资源普查设定的普查方案和样地, 开展野生药用植物资源普查, 采集标本、鉴定品种, 统计记录, 用显微鉴别法、薄层色谱鉴别法、高效液相色谱法分别对藿香进行了品质分析。**结果与结论:** 冀南辖域涉县、武安市蕴藏丰富的藿香野生资源; 野生藿香中所含化学成分齐墩果酸、胡薄荷酮的含量较高, 品质较好。

**关键词:** 中药材; 藿香; 冀南; 资源调查; 质量检测

中图分类号: R282.5; R927.2 文献标识码: A 文章编号: 1002-7777(2017)04-0412-06

doi:10.16153/j.1002-7777.2017.04.011

### Survey and Quality Analysis of Wild Resources of *Agastache Rugosa* in South Hebei Province

Zhao Lianxing<sup>1</sup>, Wu Haixia<sup>1\*</sup>, He Weili<sup>2</sup>, Wang Liang<sup>2</sup>, Tan Yawei<sup>2</sup> (1. Handan Institute for Food and Drug Control, Handan 056003, China; 2. Handan Hospital of Traditional Chinese Medicine, Handan 056001, China)

**Abstract Objective:** To be informed of the distribution of wild resources and quality of *agastache rugosa* in south Hebei Province and to investigate and analyze the quality of wild resources of *agastache rugosa* in this area. **Methods:** According to the survey plan and sample area set by national Chinese medicine resources survey, wild medicinal plant resources survey was carried out, specimens were collected, varieties were identified and registered. Microscopic identification method, TLC, HPLC were adopted to analyze the quality of *agastache rugosa*. **Results and Conclusion:** She County and Wuan City which belong to South Hebei Province are rich in wild resources of *agastache rugosa*. The contents of oleanolic acid and pulegone in wild *agastache rugosa* are high and the quality is good. An easy, fast and accurate method is established.

**Keywords:** traditional Chinese medicine; *agastache rugosa*; south Hebei Province; resources survey; quality analysis

藿香为唇形科植物藿香 [*Agastache rugosus* (Fisch. et Mey.) O. Ktze.] 的干燥地上部分<sup>[1]</sup>, 是我国民间常用的一种中药, 具有祛暑解表、化湿

和胃的功效。主要用于治疗夏令感冒, 寒热头痛, 胸脘痞闷, 呕吐泄泻, 鼻渊, 手、足癣<sup>[3]</sup>。通过网络查询和翻阅资料, 未发现藿香的其他文献报道,

基金项目: 中央财政公共卫生专项“国家基本药物所需中药原料资源调查和监测项目”(财社[2011]76号); 国家中医药管理局“我国代表性区域特色中药资源保护利用”中医药行业科研专项(编号201207002)

通信作者: 吴海霞, 主管药师; 研究方向: 中药检验及质量标准研究; E-mail:287679076@qq.com

为了填补这方面的空白,笔者对藿香在冀南辖域的野生分布资源及其品质状况,进行了资源调查与品质分析。

## 1 野生资源调查方法与结果

### 1.1 调查方法

按照国家中药资源普查设定的普查方案和采

样区域,在测定采样区域的基础上,与春、夏、秋季中药资源踏查相结合,在邯郸市西部山区涉县10、14、18、40、41、42号样地,武安市36、47、49、52号样地58680公顷范围内,开展野生药用植物资源普查,采集标本,鉴定品种,统计记录,结果见表1。

表1 样品来源与编号

样品编号	1	2	3	4	5	6
样品来源	涉县(自采)	涉县(自采)	涉县(自采)	永年(自采)	永年(自采)	永年(自采)
样品编号	7	8	9	10	11	12
样品来源	武安(自采)	武安(自采)	武安(自采)	安国药材(购买)	安国饮片(购买)	安国饮片(购买)

### 1.2 调查结果

在涉县辽城乡、偏城乡和武安市管陶乡、活水乡、贺进乡等地总面积58680公顷范围内,海拔700~1000 m的山区阴坡林下、路边、河畔、村落周围均有藿香野生,连片或散生,常集生成小群落。原植物为一年生或多年生草本,茎直立,有分枝,四棱形,高0.5~1.5 m,粗达0.7~1 cm,幼茎略带红色,稀被微柔毛及点状腺体;叶对生;叶柄长1~4 cm;叶片椭圆状卵形或卵形,长2~8 cm,宽1~5 cm,先端锐尖或短渐尖,基部圆形或略带心形,边缘具不整齐的钝锯齿;上面无毛或近无毛,散生透明腺点,下面被短柔毛。花序聚成顶生的总状花序;苞片大,条形或披针形,被微柔毛;鄂5裂,裂片三角形,具纵脉及腺点;花冠唇形,紫色或白色,长约8 mm,上唇四方形或卵形,先端微凹下唇3裂,两侧裂片短,中间裂片扇形,边缘有波状细齿,花冠外被细柔毛;雄蕊4,二强,伸出花冠管外;子房4深裂,花柱着生于子房底部中央,伸出花外,柱头2裂。小坚果倒卵状三棱形。花期5~7月,果期10~11月<sup>[2]</sup>。

## 2 品质分析

### 2.1 药材性状<sup>[3]</sup>

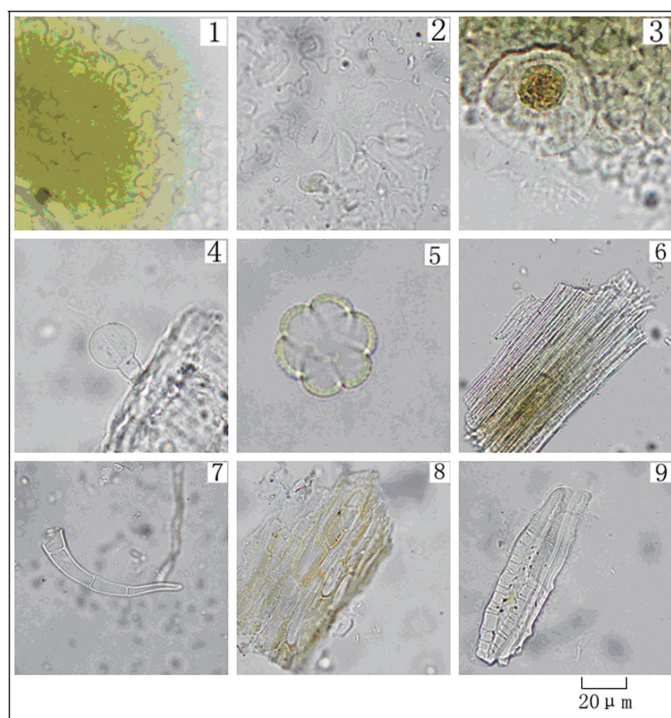
经对所收集的12批样品(见表1)进行性

状分析,结果一致。茎呈方柱形,多分枝,长30~90 cm,直径0.3~1.0 cm,四角有棱脊,四面平坦或凹入成宽沟状;表面暗绿色,有纵皱纹,稀有毛茸;节明显,常有叶柄脱落的疤痕,节间长3~12 cm;老茎坚硬、质脆,易折断,断面白色,髓部中空。叶对生;叶片深绿色,多皱缩或破碎,完整者展平后呈椭圆状卵形或卵形,长2~8 cm,宽1~5 cm,先端尖或短渐尖,基部圆形或心形,边缘有钝锯齿,两面微具毛茸。茎顶端有穗状轮伞花序,呈淡紫色。气芳香,味淡、微凉。

### 2.2 鉴别

#### 2.2.1 显微鉴别<sup>[4]</sup>

经对所收集的12批样品(见表1)进行性状分析,结果一致。粉末暗绿色或黄棕色。显微镜(奥林巴斯BX53)下观察:叶表皮细胞及气孔呈不规则形,垂周壁波状弯曲,气孔直轴式。非腺毛多为1~4个细胞,平直或先端弯曲,长约70~480 μm。小腺毛头部1~2个细胞,以单细胞较多见,柄单细胞,甚短。腺鳞扁圆球形,头部多为8个细胞,直径50~80 μm。木栓细胞含黄棕色分泌物。纤维成束,两端较平截。石细胞梭形,壁厚约10 μm,孔沟明显。花粉粒偶见,类圆形,直径约50 μm,具6个孔沟,表面有颗粒网状。见图1。



1. 表皮细胞; 2. 气孔; 3. 腺鳞; 4. 小腺毛; 5. 花粉粒;  
6. 纤维; 7. 非腺毛; 8. 木栓细胞; 9. 石细胞。

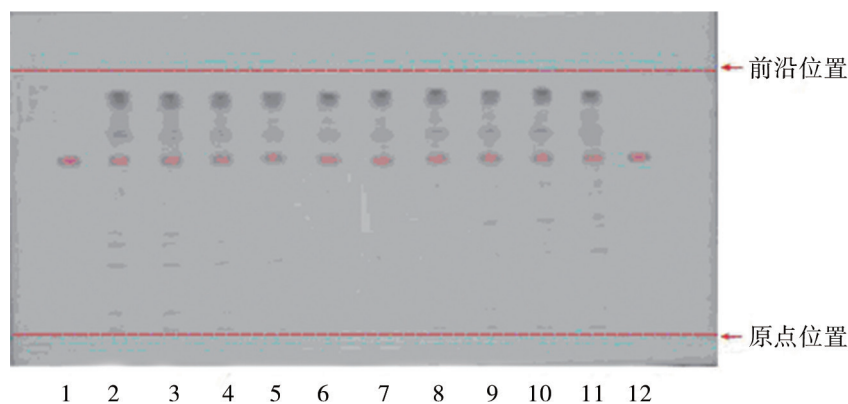
图1 藿香粉末显微特征图

### 2.2.2 薄层色谱

硅胶 H 薄层板 (青岛海洋化工厂, 批号 20150108); 所用试剂均为分析纯; 齐墩果酸对照品 (中国食品药品检定研究院, 批号 110709-201206, 纯度 94.9%)。

分别取所收集的 12 批样品 (编号见表 1) 细粉 1.5 g, 加三氯甲烷 20 mL, 超声处理 (400 W, 40 kHz) 20 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加甲醇 2 mL 使溶解, 作为供试品溶液; 另取齐墩果酸对照

品, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 的溶液, 作为对照品溶液。依照薄层色谱法 (《中国药典》2015 年版四部通则 0502) 试验, 吸取上述 2 种溶液各 5~10  $\mu$ L, 分别点于同一硅胶 H 薄层板上, 以三氯甲烷-甲醇-甲酸 (40:1:1) 为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 在 105  $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应的位置上, 显相同颜色的斑点<sup>[5]</sup>。见图 2。



1、12. 齐墩果酸对照品; 2~11. 藿香样品。

图2 藿香薄层色谱图 (日光)

2.2.3 胡薄荷酮含量测定

采用岛津LC-2010AHT高效液相色谱仪, UV-VIS检测器, LC solution色谱工作站; 所用试剂均为色谱纯。

胡薄荷酮对照品来源于中国食品药品检定研究院(批号111706-201205, 含量99.8%)。

2.2.3.1 色谱条件<sup>[6]</sup>

色谱柱: Thermo BDSHYPERASIL C18 (250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.2%乙酸铵溶液(70:30); 柱温: 25℃; 检测波长: 252 nm; 流速: 1 mL · min<sup>-1</sup>; 进样量: 20 μL; 理论板数: 按胡薄荷酮峰计算不低于3000。

2.2.3.2 对照品溶液的制备

精密称取胡薄荷酮对照品0.10574 g, 置100 mL量瓶中, 加甲醇50 mL使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品储备液; 精密量取上述储备液2 mL, 置50 mL量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用0.45 μm微孔滤膜滤过, 即得(每1 mL对照品溶液含胡薄荷酮0.04221 mg)。

2.2.3.3 供试品溶液的制备

经性状特征、显微鉴别与薄层色谱鉴别分析, 每个采集地的3批样品几乎相同, 所以每个采集地抽取了1个样品做含量分析。

分别取所收集的样品6批(编号: 1、4、7、10、11、12)粉末(过4号筛)约0.2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇20 mL, 称量, 超声处理(400 W, 40 kHz)30 min, 放冷, 再称量, 用甲醇补足减失的量, 摇匀, 用0.45 μm微孔滤膜滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.3.4 线性关系考察

精密量取“2.2.3.2”节下的对照品储备液0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL, 分别置50 mL量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得系列对照品溶液。分别吸取20 μL, 注入液相色谱仪, 测定各峰面积。以胡薄荷酮峰面积(Y)对其质量浓度(X)进行线性回归, 得回归方程:

$$Y=6.1085 \times 10^4 + 2.3477 \times 10^6 X, r=0.9999$$

结果表明胡薄荷酮质量浓度在0.2111 ~ 2.1106 μg · mL<sup>-1</sup>范围内呈良好的线性关系。

2.2.3.5 精密度试验

精密吸取同一对照品溶液(质量浓度为0.04221 mg · mL<sup>-1</sup>)20 μL, 连续进样5次, 计算胡薄荷酮色谱峰面积的RSD为0.4%(n=5)。结果表明精密度良好。

2.2.3.6 重复性试验

取同一样品6份, 按“2.2.3.3”节下方法制备供试品溶液, 进样测定, 结果胡薄荷酮的平均含量为0.40%, RSD为0.68%(n=6), 表明重复性良好。

2.2.3.7 稳定性试验

取同一供试品溶液, 分别于配置后0、1、2、4、6、8、12、16、20、24 h依法进样测定, 结果胡薄荷酮峰面积值的RSD为0.9%, 表明供试品溶液在24 h内稳定。

2.2.3.8 加样回收率试验

取已知含量的同一藿香样品约0.1 g, 共9份, 各精密称定, 分别精密加入胡薄荷酮对照品溶液(每1 mL含胡薄荷酮0.04221 mg)8、10、12 mL(各3份), 按“2.2.3.3”节下制得供试溶液, 在上述条件下测定, 平均回收率为99.8%, RSD为1.2%。结果见表2。

表2 加样回收率试验结果

取样重/g	样品含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
0.1061	0.5305	0.3377	0.8645	99.21		
0.1066	0.5330	0.3377	0.8671	99.15		
0.1084	0.5420	0.3377	0.8778	99.75		
0.1072	0.5360	0.4221	0.9608	100.90		
0.1088	0.5440	0.4221	0.9647	99.92	99.8	1.2
0.1070	0.5350	0.4221	0.9611	101.19		
0.1093	0.5465	0.5065	1.0575	101.10		
0.1099	0.5495	0.5065	1.0537	99.75		
0.1078	0.5390	0.5065	1.0315	97.45		

## 2.2.3.9 样品测定结果

精密吸取供试品溶液和对照品溶液各 20  $\mu$ L,

进样测定, 以外标法计算含量, 结果见表 3。色谱图见图 3、图 4。

表 3 样品含量测定结果

样品编号	1	4	7	10	11	12
胡薄荷酮含量 /%	0.520	0.433	0.451	0.185	0.284	0.146

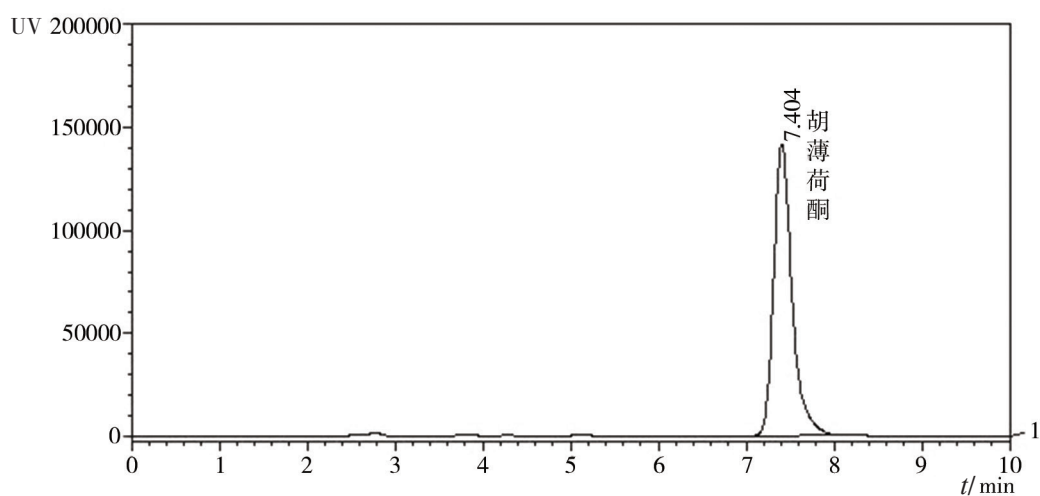


图 3 胡薄荷酮对照品色谱图

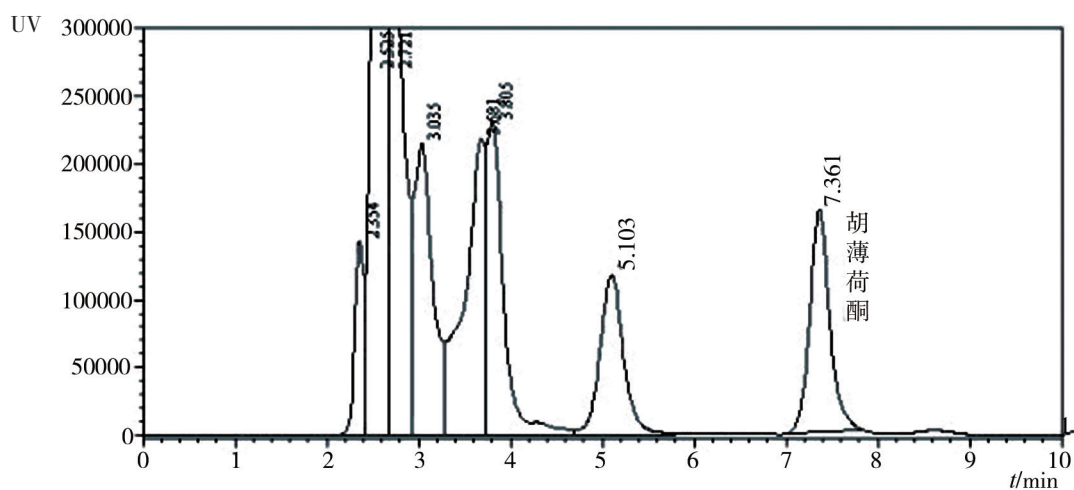


图 4 藿香 (涉县 10 号样地) 色谱图

### 3 讨论

1) 按照国家野生药用植物资源普查的方法调查藿香在冀南辖域的分布状况, 结果证实冀南辖域涉县、武安市蕴藏丰富的藿香野生资源。

2) 应用经典的性状分析和现代理化分析方法, 分析冀南辖域野生藿香的品质数据, 显示样品中薄荷酮含量高市场购买样品 1 倍左右。

3) 藿香在东北、华北分布区域广泛, 资源较丰富, 含百里香醌、挥发油类和  $\alpha$ -石竹烯、山楂酸、齐墩果酸、胡萝卜苷、 $\beta$ -谷甾醇和黄酮类成分<sup>[7]</sup>, 有抗病毒、抗真菌、抗钩端螺旋体和解痉等药理活性<sup>[8]</sup>。此次调查发现野生藿香在药品流通市场货源很少, 但产区因市场不收购也不采收, 造成野生藿香资源的浪费。该现象应引起有关部门的关注。

### 参考文献:

- [1] 中国药典: 一部 [S]. 1977: 666-667.
- [2] 付正良, 孔增科. 涉县中药志 [M]. 北京: 学苑出版社, 2014.
- [3] 南京中医药大学. 中药大辞典: 下册 [M]. 第二版. 上海: 科学技术出版社, 2006: 3827.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典中药材显微鉴别彩色图鉴 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 2009.
- [5] 中国药典: 一部 [S]. 2015: 45-45.
- [6] 中国药典: 一部 [S]. 2010: 216-216.
- [7] 岳金龙, 潘雪峰, 王举才. 东北藿香挥发油化学成分分析 [J]. 东北林业大学学报, 1998, 26 (1): 72-74.
- [8] 孔增科, 傅正良, 熊南燕, 等. 易混淆中药品种辨析与临床应用 [M]. 天津: 天津科技翻译出版公司, 2007: 69-70.

(收稿日期 2016 年 9 月 11 日 编辑 郑丽娥)