荊芥穗

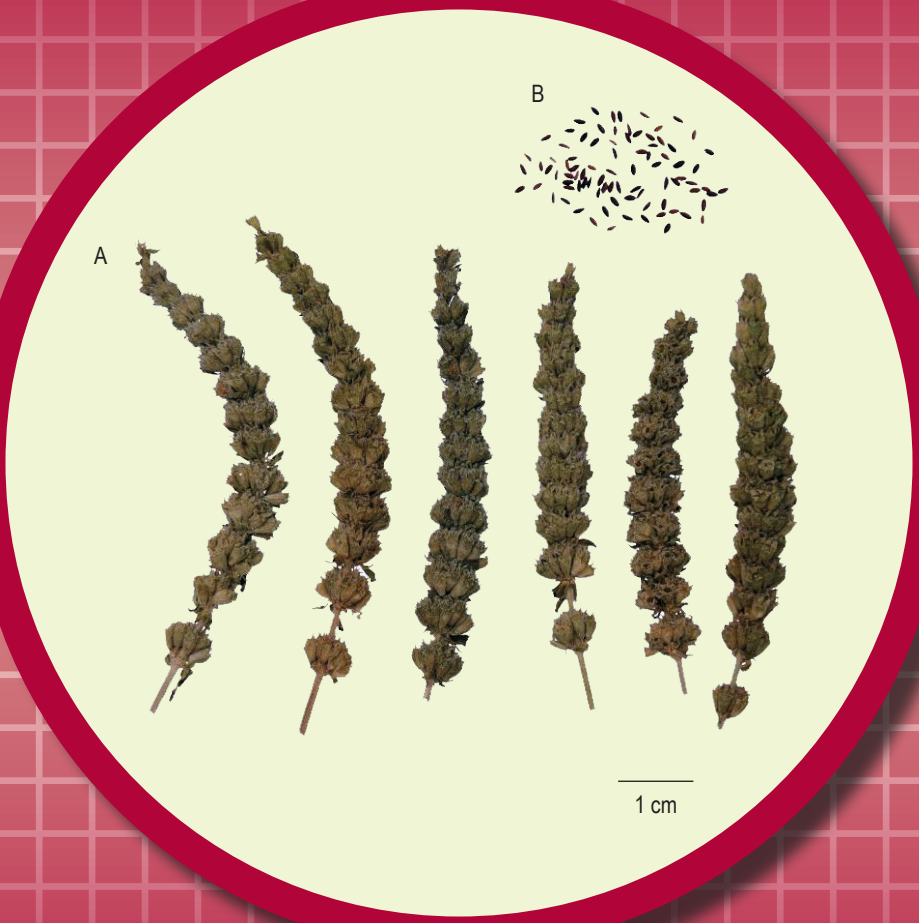


圖 1　荊芥穗外觀圖　（A）花穗（B）小堅果

1. 名稱

藥材正名：Schizonepetae Spica

中文名：荊芥穗

漢語拼音名：Jingjiesui

2. 來源

本品為唇形科植物荊芥 *Schizonepeta tenuifolia* Briq. 的乾燥花穗。夏、秋二季花開到頂、穗綠時採摘，除去雜質，曬乾。

3. 性狀

穗狀輪傘花序呈圓柱形，長2-24 cm，直徑2-9 mm。花冠常脱落，宿萼黃綠色至綠色，鐘形，易碎。小堅果棕黑色。氣芳香，味辛涼而微澀（圖1）。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 *（附錄 III）*

粉末

黃綠色至綠色。腺鱗頭部8細胞，頂面觀類圓形，直徑30-124 μm；柄極短，單細胞，內含黃色至黃棕色分泌物。小腺毛頭部類球形，1-2 細胞，直徑11-29 μm；柄單細胞。非腺毛常破碎，完整者1-6細胞，長45-711 μm，基部直徑8-69 μm，壁具疣狀突起。宿萼表皮細胞長方形或類長方形，垂周壁波狀彎曲。外果皮細胞表面觀多角形，壁粘液化，胞腔小，內含黃棕色物；側面觀類方形或類長方形，常被黃色至棕色色素層，偏光顯微鏡下外果皮細胞呈灰白色，如與色素層相連則呈暗橙黃色。內果皮石細胞無色、黃色至淡棕色，垂周壁深波狀彎曲，密具紋孔，偏光顯微鏡下呈黃白色。花粉粒類球形，具6溝，直徑16-37 μm。纖維細長，直徑3-31 μm，壁稍彎曲或平直。油滴圓形，淡黃色至黃色。主為螺紋導管，直徑2-32 μm（圖 2）。

4.2 薄層色譜鑒別 *[附錄IV(A)]*

對照品溶液

胡薄荷酮對照品溶液

取胡薄荷酮對照品(圖3) 4.0 mg，溶解於1 mL石油醚(60-80ºC)中。

展開劑

製備石油醚(60-80 ºC) – 乙酸乙酯(37:3, v/v)的混合溶液。

顯色劑

取香草醛1 g，溶解於100 mL 5% (w/v)硫酸乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末0.8 g，置50-mL離心管中，加石油醚(60-80ºC) 20 mL，超聲(140 W)處理15分鐘，離心10分鐘(約1800 × *g*)，濾過，即得。

操作程序

照薄層色譜法[附錄IV(A)]進行。分別吸取胡薄荷酮對照品溶液0.1 μL和供試品溶液2 μL，點於同一高效硅膠F_{254}薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約5 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約105ºC加熱，直至斑點或條帶清晰可見(約5-7分鐘)。置可見光下檢視，並計算R_f值。

供試品色譜應顯出與胡薄荷酮色澤相同、R_f值相應的特徵斑點或條帶。

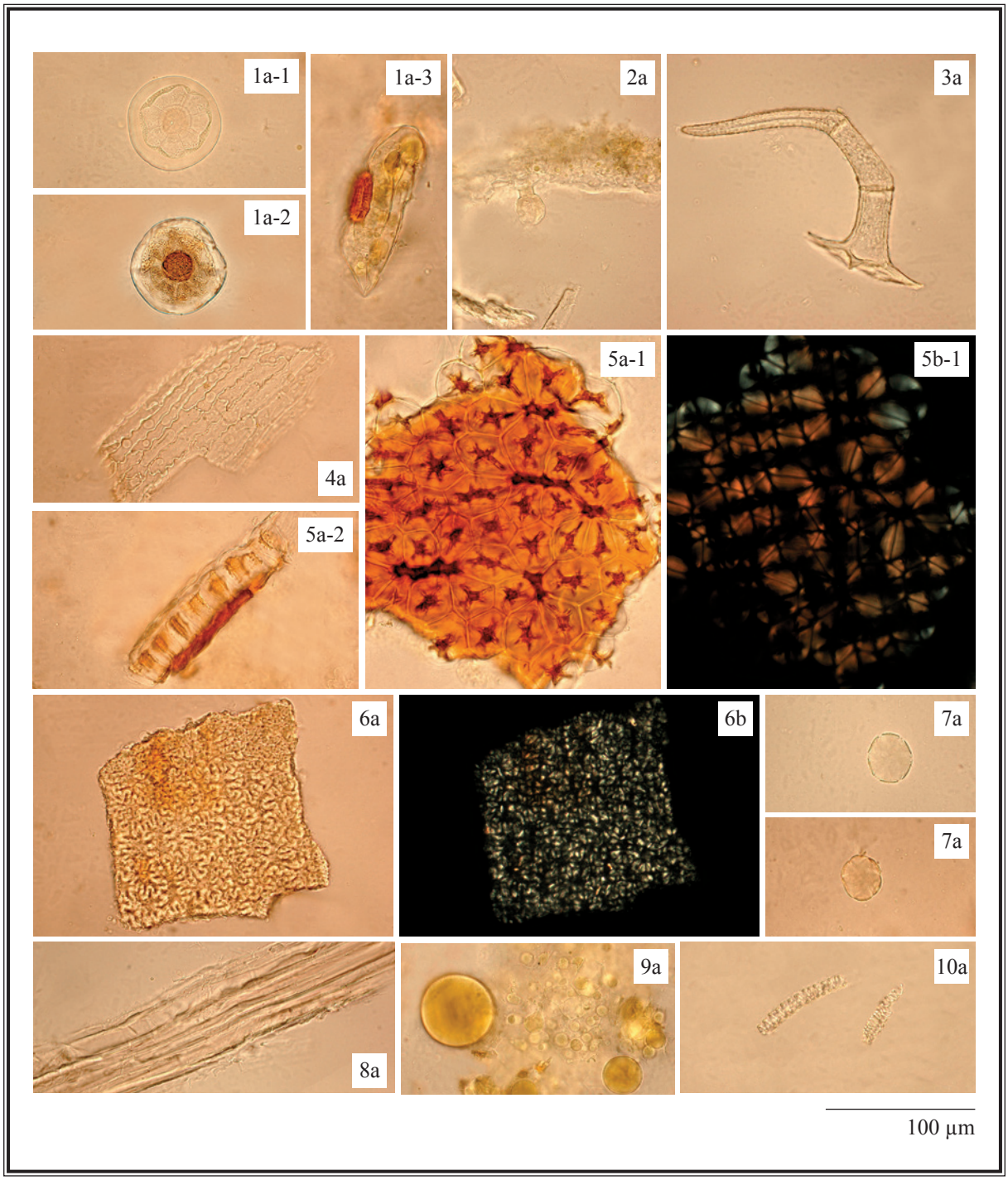


圖 2　荊芥穗粉末顯微特徵圖

1. 腺鱗(1-1 和 1-2 頂面觀，1-3 側面觀)　2. 腺毛　3. 非腺毛　4. 宿萼表皮細胞
5. 外果皮細胞(5-1 表面觀，5-2 側面觀)　6. 內果皮石細胞　7. 花粉粒
8. 纖維　9. 油滴　10. 螺紋導管

a. 光學顯微鏡下特徵　b. 偏光顯微鏡下特徵

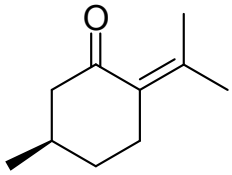


圖3 胡薄荷酮化學結構式

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法*(附錄XII)*

供試品溶液

胡薄荷酮對照品溶液 Std-FP (200 mg/L)

取胡薄荷酮對照品5.0 mg，溶解於25 mL甲醇中。

供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置100-mL離心管中，加甲醇50 mL，超聲(270 W)處理1小時，離心15分鐘(約1800 × g)，用0.45-μm微孔濾膜(nylon)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長280 nm；4.6 × 250 mm十八烷基鍵合硅膠(5 μm)填充柱；流速約1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表1)：

表1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.5%醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 10	84	16	等度
10 – 40	84 → 60	16 → 40	綫性梯度
40 – 50	60 → 48	40 → 52	綫性梯度
50 – 60	48 → 20	52 → 80	綫性梯度

系統適用性要求

吸取胡薄荷酮對照品溶液Std-FP 10 μL，注入液相色譜儀，至少重複5次。系統適用性參數的要求如下：胡薄荷酮的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；胡薄荷酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按胡薄荷酮峰計算應不低於300000。

供試品測試中7號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.0（圖4）。

操作程序

分別吸取胡薄荷酮對照品溶液Std-FP和供試品溶液各10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液Std-FP色譜圖中胡薄荷酮峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中7個特徵峰（圖4）的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相應對照品溶液Std-FP色譜圖中胡薄荷酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中胡薄荷酮峰。二色譜圖中胡薄荷酮峰的保留時間相差應不大於2.0%。按附錄XII公式計算特徵峰的相對保留時間。

荊芥穗提取液7個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表2。

表2 荊芥穗提取液7個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.44	± 0.03
2	0.47	± 0.03
3	0.48	± 0.03
4	0.55	± 0.03
5	0.63	± 0.03
6	0.84	± 0.03
7（指標成份峰，胡薄荷酮）	1.00	-

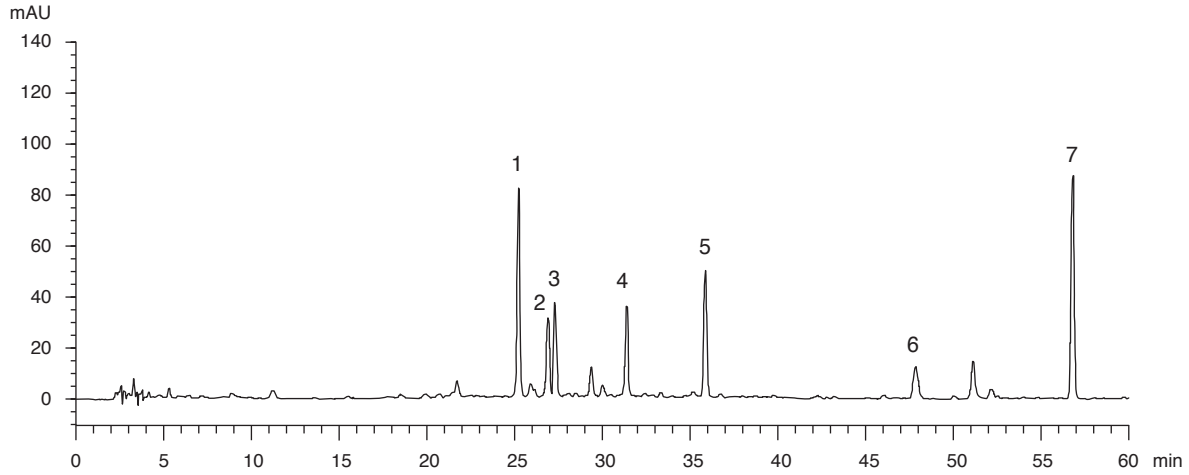


圖4 荊芥穗提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的7個特徵峰(圖4)。

5. 檢查

5.1 重金屬（*附錄V*）：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留（*附錄VI*）：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素－黃曲霉毒素（*附錄VII*）：應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留（*附錄XVIII*）：應符合有關規定。

5.5 雜質（*附錄VIII*）：不多於1.0%。

5.6 灰分（*附錄IX*）

總灰分：不多於9.5%。
酸不溶性灰分：不多於3.0%。

5.7 水分（*附錄X*）

烘乾法：不多於11.0%。

6. 浸出物 *(附錄 XI)*

水溶性浸出物（冷浸法）：不少於 13.0%。
醇溶性浸出物（冷浸法）：不少於 11.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液
胡薄荷酮對照品儲備液 Std-Stock (1000 mg/L)
精密稱取胡薄荷酮對照品 10.0 mg，溶解於 10 mL 甲醇中。
胡薄荷酮對照品溶液 Std-AS
精密吸取胡薄荷酮對照品儲備液適量，以甲醇稀釋製成含胡薄荷酮分別為 10、50、100、150、200 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液
精密稱取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 25 mL，超聲 (270 W) 處理 1 小時，離心 15 分鐘 (約 1800 × *g*)。取上清液轉移於 100-mL 量瓶中，重複提取 1 次，殘渣用適量甲醇洗滌，離心 15 分鐘 (約 1800 × *g*)，合併上清液，加甲醇至刻度，用 0.45-μm 微孔濾膜 (nylon) 濾過，即得。

色譜系統
液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 254 nm；4.6 × 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5 μm) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下 (表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	水 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 12	70 → 60	30 → 40	綫性梯度
12 – 30	60 → 5	40 → 95	綫性梯度

系統適用性要求

將胡薄荷酮對照品溶液Std-AS（100 mg/L）10 μL，注入液相色譜儀，至少重複5次。系統適用性參數的要求如下：胡薄荷酮的峰面積相對標準偏差應不大於5.0%；胡薄荷酮峰的保留時間相對標準偏差應不大於2.0%；理論塔板數按胡薄荷酮峰計算應不低於120000。

供試品測試中胡薄荷酮峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5。

標準曲綫

將胡薄荷酮系列對照品溶液Std-AS各10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以胡薄荷酮的峰面積與相應濃度作圖。從相應5點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

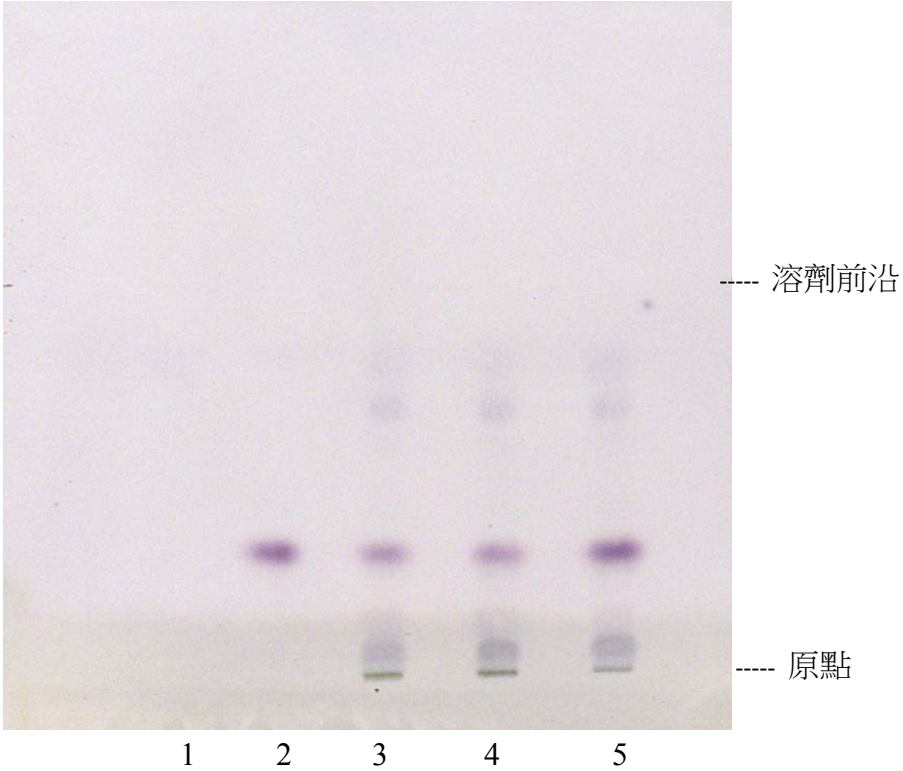
操作程序

將供試品溶液10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與胡薄荷酮對照品溶液Std-AS色譜圖中胡薄荷酮峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中胡薄荷酮峰。二色譜圖中胡薄荷酮相應峰的保留時間相差應不大於2.0%。測定峰面積，按附錄IV（B）公式計算供試品溶液中胡薄荷酮的濃度（mg/L），並計算樣品中胡薄荷酮的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含胡薄荷酮（$C_{10}H_{16}O$）不少於 0.42%。

Schizonepetae Spica　(荊芥穗)



編號	樣品	結果
1	空白對照 [石油醚 (60-80℃)]	陰性
2	對照品 (胡薄荷酮)	胡薄荷酮 陽性
3	樣品 (荊芥穗)	胡薄荷酮 陽性
4	平行樣品 (荊芥穗)	胡薄荷酮 陽性
5	加標樣品 (樣品加胡薄荷酮)	胡薄荷酮 陽性

圖 1　荊芥穗提取液的薄層色譜圖 (顯色後在可見光下檢視)