

국내산 藿香의 품질관리 연구

한민우^{1#*}, 박채규¹, 박철수¹, 안희준¹, 서정범², 이영종²

1 : 한국인삼공사 R&D본부, 2 : 가천대학교 한의과대학

Studies on Quality Control of Domestic Agastachis Herba

Min Woo Han^{1#*}, Chae Kyu Park¹, Chul Su Park¹, Hee Jun Ahn¹,
Jeong Bum Seo², Young Jong Lee²

1 : Korea Ginseng Corp., R&D headquarters, 302 Youseong-gu, Daejeon-si, Korea
2 : Collage of Korean Medicine, Gachon University, 342 Sujeong-si, Gyeonggi-do, Korea

ABSTRACT

Objectives : Agastachis herba is a aerial part of *Agastache rugosa* (Fischer et Meyer) O. Kuntze which has been used as traditional medicines.

Methods : The samples were collected using a domestic cultivation of Agastachis Herba. We experiment on essential oil content, the content of ethanol soluble extracts and HPLC profiling.

Results : Loss on drying of Agastachis Herba contents of harvest in June ~ July was 4.93~8.26% and contents of harvest in August ~ September was 3.88~5.38%. Ash of Agastachis Herba contents of harvest in June ~ July was 5.07~7.97% and contents of harvest in August ~ September was 4.55~7.61%. Acid-insoluble ash of Agastachis Herba contents of harvest in June ~ July was 0.43~1.62% and contents of harvest in August ~ September was 0.46~1.44%. Essential oil contents of Agastachis Herba contents of harvest in June ~ July was 0.2~0.4 ml and contents of harvest in August ~ September was 0.2~0.6 ml. Ethanol soluble extracts of Agastachis Herba contents of harvest in June ~ July was 9.72~20.44% and contents of harvest in August ~ September was 11.00~18.70%. HPLC profiling was detected of tilianin(12.93 min), acacetin(15.84 min) and agastachoside(17.95 min).

Conclusion : Agastachis Herba should be harvested from August ~ September, the time of flowering. This is because of the high content of active compounds.

Key words : Agastachis herba, TLC, Quality Control, Acacetin, Tilianin, Agastachoside

I. 서 론

藿香은 우리나라 공정서 『대한민국약전외한약(생약)규격집』¹⁾에는 藿香으로 수록 되어있다. 藿香의 기원은 “배초향 *Agastache rugosa* (Fischer et Meyer) O. Kuntze”이고, 廣藿香의 기원은 “廣藿香, *Pogostemon cablin* (Blanco) Bentham”이다. 이에 비하여 『중화인민공화국약전』²⁾과 『일본약국방』³⁾에서는 廣藿香, *Pogostemonum cablin* Bentham 만을 수재하고 있다. 『북한약전』⁴⁾에서는 “향방아풀, *Agastache*

formosanum Hayata, 방아풀, *Agastache rugosa* O. Kuntze의 전초”라고 하였는데, 우리가 배초향 이라고 부르는 것을 방아풀이라 하고 있다. 배초향은 우리나라 전역에 나며 일본, 대만, 중국, 만주, 아무르, 우수리에 분포 한다. 廣藿香의 원산지는 필리핀 등 열대 아시아이며, 중국에서는 복건, 대만, 광둥, 광서에서 재배한다. 채취 시기는 북한약전에 “꽃 피는 시기에 베여 그늘에서 말린다.”고 하였다. 중화본초에는 “6~7월, 꽃대가 올라와서 아직 개화되지 않았을 때에 맑은 날을 선택하여 전초를 채취한다. 2차 채취는 10월에 수확하

*Corresponding author : Min Woo Han, Korea Ginseng Corp., R&D headquarters, 302 Youseong-gu, Daejeon, Korea
· Tel : +82-42-870-3047. · Fax : +82-42-870-3047. · E-mail: greenman@kgc.co.kr

First author : Min Woo Han, Korea Ginseng Corp., R&D headquarters, 302 Youseong-gu, Daejeon, Korea
· Tel : +82-42-870-3047. · Fax : +82-42-870-3047. · E-mail: greenman@kgc.co.kr

· Received : 06 November 2017 · Revised : 20 February 2019 · Accepted : 25 March 2019

며 신속히 햇볕에 말리거나 화건을 한다.”고 하여 두 차례 수확할 수 있다고 하였다⁵⁾. 농가에서 藿香은 수확시기가 꽃이 피기 전 시기인 6월 중순 부터 7월 중순 경과 꽃이 피는 8월 말 부터 9월경 말경 2차례 수확하고 있어 수확기간에 따라서 정유성분 혹은 엑스함량의 품질의 차이가 있을 것으로 사료되어 수확시기에 따른 품질관리가 요구된다고 하겠다⁶⁾.

藿香에는 methylchavicol, anethole, α , β -pinene 등의 정유성분이 함유되어 있으며⁷⁾, 노화방지효과가 있는 rosmarinic acid를 함유하고 있다. 그리고 flavonoid 화합물은 acacetin과 tilianin, agastachoside와 linarin 등이 함유되어 있다고 한다^{8~11)}. 그러나 지표성분에 대한 많은 연구가 되어 있지 않은 실정이다. 따라서 藿香의 품질관리를 위하여 국내 생산되는 藿香의 품질에 대한 연구가 시급하게 필요 하다고 하겠다. 품질관리 지표로 현재 설정되어 있는 건조감량, 회분, 산불용성회분, 정유함량 및 엑스함량을 조사 하였으며, 또한, 국내 재배 藿香의 중금속 함량을 조사 하였다. 나아가 미설정 된 확인시험법의 TLC 패턴과 HPLC 성분프로파일 등을 조사하여 藿香의 품질관리할 수 있는 기본 자료를 확보 하였기에 보고하는 바이다.

II. 재료 및 방법

1. 재료

실험에 사용한 藿香은 국내에서 재배되고 있는 것으로 6월 중순부터 7월 중순 꽃이 피기 전에 수확한 것과 꽃이 피는 시기인 8월 중순부터 9월 말까지 수확한 것으로 6~7월경 채취한 藿香 20개, 8~9월경 채취한 藿香 15개의 시료를 <table 1>에서와 같이 수집하였으며, 수집된 藿香을 원광대학교에 보내어 한약재표준제조공정서 방법에 따라 가공 하였다. 가공 방법은 세척 한 후 1차 건조 하여 절단 하였다. 절단된 藿香을 2차 건조 한 후 선별을 통하여 유통품과 같이 규격포장 하였다. 가공된 곱향을 가천대학교 본초학교실에서 관능위원이 기원을 감별한 것을 제공받아 연구에 사용하였다.

Table 1. Sample collection of *Agastache rugosa*

Harvest Time	Area	Sample No.
Jun ~ July (20 ea)	Yeong-cheon	1 ~ 5
	Gyeong-san	6 ~ 10
	Cheong-song	10 ~ 15
	Jeju	16 ~ 20
August ~ October (15 ea)	Yeong-cheon	21 ~ 25
	Gyeong-san	26 ~ 30
	Cheong-song	31 ~ 35

시험에 사용된 TLC plate는 Silica Gel 60 F₂₅₄(0.25 mm, Merck, Darmstadt, Germany)를 사용하였으며, 기기분석에 사용된 용매는 HPLC급(Merck, Darmstadt, Germany)을 사용하였다. 시약은 모두 특급 시약을 사용하였다. 표준생약(Reference of Medicinal Plant Materials, LOT번호 :

藿香-AGRU2012 Cheongju, Korea)은 식약처에서 분양 받아 사용 하였다. 그리고 표준프로파일링에 사용되는 acacetin, agastachoside 및 tilianin(Sigma-Aldrich, Saint Louis, Missouri, USA) 표준시약은 CRM 혹은 RM이 확보된 표준품을 사용하였다. 분석용 가스는 고순도용 (99.999% 이상) 사용하였다. 중금속 시험에 표준용액은 한국표준과학연구원(KRISS) 표준물질인 비소 (105-02-1003), 납 (105-02-015), 카드뮴 (105-02-006)을 사용하였고, 수은은 BELAC(유럽의회 인증서치센터) 생산표준물질 (BCR-277R)로 사용하였다.

2. 방법 및 사용기기

1) 중금속

중금속 시험은 『대한민국약전』 일반시험법 28. 생약시험법에 따라 시험하였다. 시료추출에 사용된 기기는 초단파 분해장치 (Milestone, Sorisole, BG, Italy)를 사용하였으며, 납, 비소, 카드뮴 측정은 ICP-MS(PerkinElmer, Waltham, MA, USA)로, 수은은 수은분석기 DMA-80(Milestone, Sorisole, BG, Italy)로 분석에 사용하였다.

2) 확인시험 : TLC 패턴확인

TLC 패턴확인을 위한 박층크로마토그래피법은 『대한민국약전』 일반시험법 14. 박층크로마토그래피법에 따라 시험 하였다. 검액 제조는 藿香의 가루 1 g을 정확히 달아 methanol (7→10)을 10 ml 넣고 60분 간 초음파 추출한 다음 여과하여 검액으로 하였다. 같은 방법으로 분양 받은 표준생약을 제조하여 표준액으로 하였다. 이 액 10 μ l을 박층크로마토그래피용 실리카겔(형광제 첨가)을 써서 만든 박층판에 점적 하였다. 전개용매는 dichloromethane · methanol · water(7:3:0.5) 혼합액으로 10 cm 전개한 다음 묶은 황산 시약을 고르게 뿌리고 105℃에서 5분간 말린 후 표준생약의 여러 반점과 색상 및 R_f 값을 관찰하였다.

3) 건조감량

건조감량 시험은 『대한민국약전』 일반시험법 28. 생약시험법에 따라 시험 하였다. 시험에 사용 장비는 Mechanical Convection VS-1202DS3(Vision Scientific Co., Daejeon, Korea)을 사용하여 실험 하였다. 藿香의 가루를 2~6 g을 정확히 칭량하여 100℃에서 5시간 동안 건조하여 데시케이터에서 식힌 다음 함량이 될 때까지 건조시킨 후 그 감량을 측정하여 수분 함량을 계산 하였다.

4) 회분 및 산불용성회분

회분 및 산불용성회분 시험은 『대한민국약전』 일반시험법 28. 생약시험법에 따라 시험 하였다. 시험에 사용한 장비는 WiseTherm digital muffle furnace F-05(Daehan Scientific Co., Wonju, Korea)와 Mechanical Convection VS-1202DS3 (Vision Scientific Co., Daejeon, Korea)을 사용하여 실험 하였다.

5) 정유함량

정유함량 시험은 『대한민국약전』 일반시험법 28. 생약시험법에 따라 시험 하였다. 시험에 사용한 기기는 자체 제작한 정유함량 시험기를 사용 하였다.

6) 엑스함량

엑스함량 시험은 『대한민국약전』 일반시험법 28. 생약시험법 묶은 에탄올 엑스함량 시험법에 따라 시험 하였다. 藿香의 가루를 약 2~3 g을 칭량하여 플라스크에 넣고 50% ethanol을 70 ml을 넣어 때때로 흔들어 섞어 5시간 침출 하였다. 다시 16~20시간 방치한 다음 여과하여, 플라스크 및 잔류물은 여액이 100 ml로 될 때까지 묶은 에탄올로 씻었다. 여액 50 ml를 water bath에서 증발건고 하고 105℃에서 4시간 건조하여 테시케이티어에서 식힌 다음 그 질량을 정확히 칭량하고 2를 곱하여 묶은 에탄올 엑스함량을 계산 하였다.

7) HPLC 표준크로마토그램

HPLC 표준크로마토그램 작성을 위하여 식약청에서 고시한 『한약(생약)제제의 성분프로파일 설정가이드라인』¹²⁾을 참조하여 시험 하였다. 사용 장비는 HPLC(Agilent 1200 HPLC, DAD, TriQ MS 6410A, hanovo, Santa Clara, CA, USA)을 사용하였으며, 시료추출은 초음파추출장치 Bransonic 8510E-DTH(Bransonic 8510E-DTH/250W, 44kHz, Danbury, Connecticut, USA)을 사용하였다. 분석조건은 <table 1>과 같다.

검액의 제조는 藿香의 가루 0.5 g을 정확히 달아 70% mthanol과 100% methanol을 사용하여 추출 하였으며, 두 추출액을 비교하여 70% methanol을 추출용매로 선정 하였다. 이와 같이 선정된 70% 메탄올 50 ml을 넣고 30분, 60분, 90분을 비교 검토하여 60분으로 설정 하였으며, 1회 초음파 추출하였다. 추출액을 여과지로 1차 여과 한 후 0.45 μm, syringe filter로 여과하여 검액으로 사용 하였다. 최적의 분

리조건을 얻기 위하여 휘발성염인 formic acid을 0.1% 첨가한 물과 acetonitrile을 이용하였으며, 용매 구배를 두어 분리 하였다. 분석에 사용된 UV파장은 210 nm, 254 nm, 270 nm과 365 nm을 비교 검토하여 270 nm로 설정 하였고, 분석용 컬럼은 4.6 × 250 mm(5 μm)와 3.9 × 150 mm (4 μm)를 비교 검토하여 4.6 × 250 mm(5 μm)를 선정 하였다 표준용액으로는 tilianin, agastachoside과 acacetin 각각 1 mg씩을 취하여 methanol(7→10), 10 ml에 녹여 표준용액으로 사용 하였다.

8) 통계처리

모든 실험결과는 3반복하여 평균값과 표준편차차로 나타내었다. Student's *t*-test에 의해 유효성을 검증 하였으며 각 시료와 비교하여 *p* < 0.05 이상인 것을 유의성이 있는 것으로 인정 하였다. 사용된 통계프로그램은 SPSS ver. 12.0(statistical package for social science ver 12, SPSS Inc., Chicago, IL, USA)을 사용하여 계산 하였다.

Ⅲ. 결 과

1. 중금속 시험결과

국내 한약재의 중금속의 허용기준은 납이 5 ppm, 비소는 3 ppm, 카드뮴이 0.3 ppm,로 설정되어 있고 수은은 0.2 ppm으로 되어있다. 藿香의 재배품 중 6~7월경 수확한 20개와 8~9월경 수확한 15개 모든 시료에서 기준을 초과하여 검출된 시료는 없었으나 일정량씩 검출되었다(Table 2).

2. 확인시험법 : TLC 패턴확인

藿香의 확인시험법은 『대한민국약전외한약(생약)규격집』, 『중화인민공화국약전』 및 『일본약국방』에 설정 되어있지 않

Table 2. Condition of HPLC analysis

Instrument	Aglient 1200 HPLC-DAD-TriQ-MS(6410A)	
Column	Capcell Pak C18 5 μm, 4.6 x 150 mm	
Mobile Phase	A: 0.1% formic acid in water	
	B: 0.1% formic acid in Acetonitrile	
	Time (min)	Solution B (%)
	0	10
	2	15
	8	25
	15	45
	21	85
	25	100
Detector	UV 270 nm ESI- mode, fragmentor 150, gas temp. 350℃, nebulizer 40 ml/min	
Column Temperature	40℃	
Injection Volume	10 μl	
Flow rate	1.0 ml/min	

Table 3. Result of Heavy metals Test.

(unit : ppm)

Harvest Time	No.	Pb	As	Hg	Cd
June ~ July	1	1.53	0.08	0.01	0.02
	2	2.97	0.22	0.02	0.04
	3	2.04	0.13	0.01	0.03
	4	2.33	0.18	0.01	0.03
	5	1.56	0.11	0.01	0.02
	6	0.06	0.09	0.01	0.02
	7	0.46	0.08	0.01	0.01
	8	0.62	0.09	0.01	0.02
	9	0.59	0.09	0.01	0.02
	10	0.55	0.07	0.01	0.01
	11	0.47	0.05	0.01	0.03
	12	0.42	0.05	0.01	0.03
	13	0.33	0.06	0.02	0.03
	14	0.22	0.05	0.02	0.02
	15	0.49	0.05	0.03	0.03
	16	0.20	0.07	0.04	0.05
	17	0.21	0.06	0.04	0.05
	18	0.19	0.06	0.02	0.05
	19	0.13	0.05	0.01	0.04
	20	0.18	0.06	0.01	0.05
August ~ September	21	0.21	0.07	0.01	0.03
	22	0.22	0.10	0.01	0.03
	23	0.24	0.09	0.01	0.03
	24	0.20	0.23	0.01	0.04
	25	0.91	1.43	0.01	0.14
	26	0.32	0.13	0.01	0.03
	27	0.17	0.09	0.01	0.03
	28	0.14	0.08	0.01	0.03
	29	0.24	0.10	0.01	0.03
	30	0.15	0.08	0.01	0.03
	31	0.15	0.06	0.01	0.05
	32	0.11	0.04	0.01	0.04
	33	0.12	0.04	0.01	0.04
	34	0.13	0.05	0.01	0.05
	35	0.13	0.05	0.01	0.05

Sample values are means (n=3). Statistical analysis were conducted by Student's *t*-test(n=3).

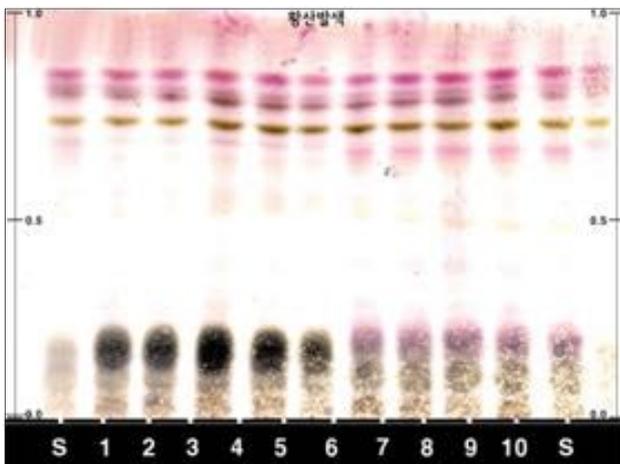


Fig. 1. TLC pattern of standard and methanol(7-10) extracts in Agastachis herba, (by sulfuric acid TS treatment, S : reference of medicinal plant materials, 1~10 : sample)

다. 藿香의 methanol 추출물을 박층크로마토그래피법으로 dichloromethane · methanol · water(7:3:0.5) 혼합액으로 10 cm 전개하한 후 황산발색을 실시하였다. 藿香의 검액에서 얻은 여러 개의 반점은 Rf가 동일한 여러 반점을 확인할 수 있다(Fig. 1).

3. 건조감량 측정

藿香의 건조감량은 『대한민국약전의한약(생약)규격집』에는 6시간 건조 시 13.0% 이하로 설정되어 있으며, 『중화인민공화국약전』과 『일본약국방』에 설정되어있지 않은 항목이다. 藿香의 수확시기에 따른 건조감량을 조사한 결과 6~7월경 수확의 경우 4.93~8.26% (평균 5.87%), 8~9월경 수확의 경우 3.88~5.38% (평균 4.67%)로 측정되었다. 藿香의 국산 재배품 시료에서 『대한민국약전의한약(생약)규격집』 설정규격인 13.0% 이하 보다 낮게 조사되었다(Fig. 2).

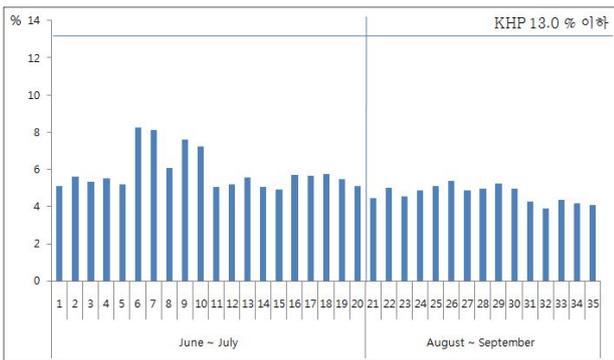


Fig. 2. Evaluation of loss on drying in *Agastachis herba*. Each bar represents the mean (n=3). Statistical analysis were conducted by Student's *t*-test (n=3).

4. 회분 및 산불용성회분 측정

藿香의 회분은 『대한민국약전외한약(생약)규격집』에 13.0% 이하로 설정되어 있으며, 역시 『중화인민공화국약전』과 『일본약국방』에는 설정되어있지 않은 품질관리 항목이다. 6~7월경 수확의 경우 5.07~7.97% (평균 6.31%), 8~9월경 수확의 경우 4.55~7.61% (평균 6.27%)로 측정 되었다. 모든 시료에서 『대한민국약전외한약(생약)규격집』 기준규격 보다 낮게 측정 되었으며 수확시기에 따른 회분함량 차이는 없는 것으로 조사되었다(Fig. 3).

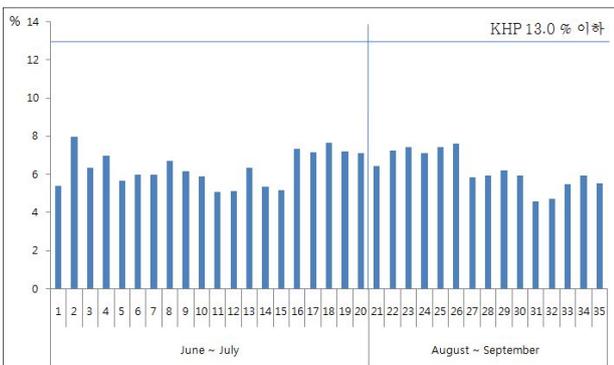


Fig. 3. Evaluation of total ash in *Agastachis herba*. Each bar represents the mean (n=3). Statistical analysis were conducted by Student's *t*-test (n=3).

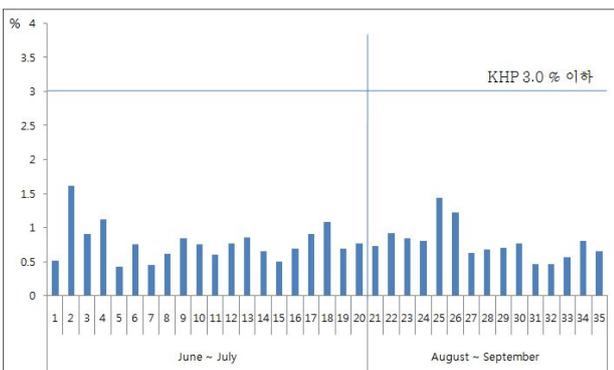


Fig. 4. Evaluation of acid insoluble ash in *Agastachis herba*. Each bar represents the mean (n=3). Statistical analysis were conducted by Student's *t*-test (n=3).

藿香의 산불용성회분은 『대한민국약전외한약(생약)규격집』에 3.0% 이하로 설정되어 있으며, 『중화인민공화국약전』과 『일본약국방』에 역시 설정 되어있지 않은 항목이다. 6~7월경 수확의 경우 0.43~1.62% (평균 0.78%), 8~9월경 수확의 경우 0.46~1.44% (평균 0.78%)로 측정 되었다. 모든 시료에서 『대한민국약전외한약(생약)규격집』의 기준규격 보다 낮게 측정 되었으며 수확시기별 차이는 없는 것으로 조사되었다(Fig. 4).

5. 정유함량 측정

藿香의 정유함량은 『대한민국약전외한약(생약)규격집』에 0.3 mL 이상으로 설정되어 있으며, 『중화인민공화국약전』과 『일본약국방』에는 설정 되어있지 않은 항목이다. 6~7월경 수확품의 경우 1번, 7번, 15번, 17번, 19번과 20번을 제외한 시료에서 0.2 mL로 『대한민국약전외한약(생약)규격집』 기준규격 보다 낮게 측정되었다. 그리고 8~9월경 수확품의 경우 藿香 8~9월경 수확품 중 28번을 제외한 시료 모두에서 0.4 mL 이상으로 『대한민국약전외한약(생약)규격집』을 만족한 것으로 조사되었다. 따라서 藿香의 정유함량은 꽃이 피기 전 시기인 6~7월경에 수확하는 것 보다 꽃이 피는 시기인 8월 중순 부터 9월 말경 수확한 藿香의 정유함량이 높게 측정되었다. 이는 꽃에서 생성되는 정유성분이 증가한 것으로 사료 된다. 따라서 수확시기에 따라 품질의 차이가 발생하는 것으로 조사 되었다(Fig. 5). 『북한약전』에서는 '꽃이 시기'라고 명시하고 있어 대한민국약전외한약(생약)규격집에 수확시기에 대한 명확한 정의가 필요할 것으로 사료된다.

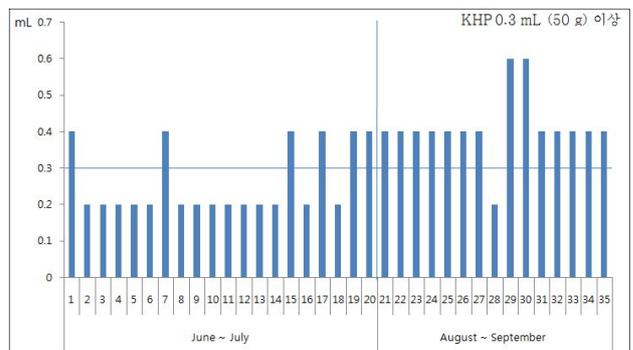


Fig. 5. Evaluation of essential oil content in *Agastachis herba*. Each bar represents the mean (n=3). Statistical analysis were conducted by Student's *t*-test (n=3).

6. 엑스함량 측정

藿香의 묽은 에탄올 엑스함량은 『대한민국약전외한약(생약)규격집』에는 13.0% 이상으로 설정되어 있으며, 『중화인민공화국약전』 및 『일본약국방』에는 설정되어있지 않은 항목이다. 6~7월경 수확품의 경우 9.72~20.44% (평균 15.30%), 8~9월경 수확한 것의 경우 11.00~18.70% (평균 13.27%)로 측정되었다. 꽃이 피기 전 시기인 6월 중순 부터 7월 중순에 수확한 경우 상대적으로 꽃이 피는 시기인 8월 중순 부터 9월 말경 수확한 藿香 보다 엑스함량이 약간 높았다. 그리고 8~9월경 수확의 경우 7개 시료가 『대한민국약전외한약(생

약규격집』의 기준인 13.0%에 미달 되었다(Fig. 6). 정유성분의 결과와 정반대의 결과를 보였다. 이는 꽃을 피우고 번식을 위한 생리대사에 집중된 것으로 사료 된다.

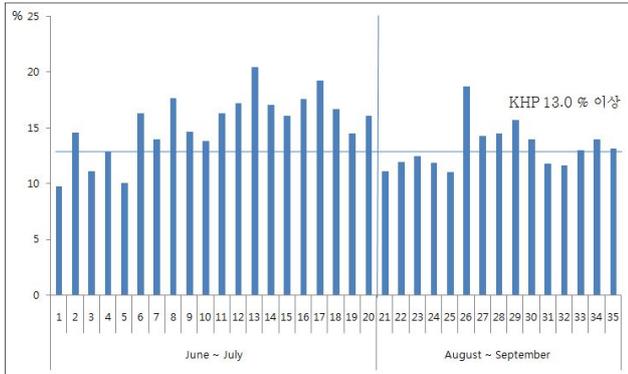


Fig. 6. Evaluation of contents of ethanol-soluble extracts in Agastachis herba. Each bar represents the mean (n=3). Statistical analysis were conducted by Student's *t*-test (n=3).

7. HPLC 표준크로마토그램 작성

藿香의 표준시료를 추출하여 270 nm에서 크로마토그램 측정된 결과 <Fig. 7>과 같았다. 광학에 포함된 성분을 분석

해본 결과 머무름 시간 12.93 분에 tilianin, 15.84 분에 acacetin이 관측 되었으며, 17.95 분에 agastachoside의 피크를 관측하였으며, tilianin, acacetin과 agastachoside을 표준물질로 정하고 분석을 수행 하였다. 각각의 peak에 대한 tilianin의 분자량은 m/z 491,12,[M-H]+COO⁻, acacetin의 분자량은 m/z 283,00[M-H]⁻으로 관측 되었으며 agastachoside는 m/z 533,11 [M-H]⁻+COO⁻으로 로 관측되었다(Fig. 7).

藿香의 표준성분프로파일을 작성을 위하여 tilianin, acacetin와 agastachoside 성분과 peak01, peak02과 peak03을 설정하고 벨리테이션을 실시하였다. 각각의 peak는 다른 성분의 간섭 없이 양호하게 분리되는 것을 확인할 수 있었으며, tilianin, agastachoside와 acacetin의 3개의 피크를 확인할 수 있었다. 이들의 머무름시간 (RT)과 상대머무름시간 (RRT)을 비교한 결과 RSD가 0,1% 이하 인 것으로 나타났다(Table 4).

꽃이 피기 전에 수확한 광학 1번 시료를 표준품으로 표준 성분프로파일을 작성하였으며 작성된 표준성분프로파일은 <table 5>에서 나타낸 바와 같다. 작성된 표준성분프로파일의 평균값과 중간값이 유사한 것을 확인할 수 있었다. 얻어진 표준성분프로파일 이용하여 꽃이 피기 전 시기인 6월 중순부터 7월 중순에 수확한 藿香 20개 시료와 꽃이 피는 시기에 수확한 8월 중순에서 9월 말에 수확한 藿香 15개의 시료에 대하여 동등상관계수를 구하였다.

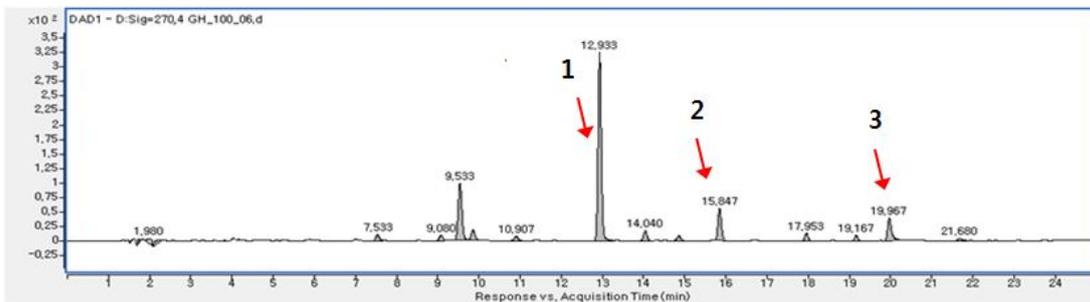


Fig. 7. HPLC Chromatogram of Agastachis herba. UV 270 nm/ peak1 : tilianin, peak2 : acacetin, peak3 : agastachoside

Table 4. Retention time(RT) and relative retention time(RRT) of tilianin, agastachoside and acacetin from Agastachis herba.

Compound	RT(min)						Mean	SD	RSD
	1	2	3	4	5	6			
Peak 01	9.45	9.44	9.45	9.44	9.45	9.44	9.45	0.00	0.05
Tilianin	12.95	12.95	12.95	12.95	12.93	12.93	12.94	0.01	0.07
Peak 02	14.01	14.01	14.03	14.01	14.02	14.01	14.02	0.01	0.05
Acacetin	15.86	15.85	15.85	15.85	15.84	15.85	15.85	0.01	0.04
Peak03	18.02	17.98	18.02	18.02	17.99	18.03	18.01	0.02	0.10
Agastachoside	17.99	17.96	17.96	17.95	17.95	17.95	17.96	0.01	0.08

Compound	RRT						Mean	SD	RSD
	1	2	3	4	5	6			
Peak 01	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.73	0.00	0.09
Tilianin	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	0.00	0.00
Peak 02	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	1.08	0.00	0.09
Acacetin	1.22	1.22	1.22	1.22	1.23	1.23	1.22	0.00	0.06
Peak03	1.39	1.39	1.39	1.39	1.39	1.39	1.39	0.00	0.12
Agastachoside	1.39	1.39	1.39	1.39	1.39	1.39	1.39	0.00	0.08

Table 5. Standard chemical profile of Harvested after flowering period(June~July)

Compound	Average	Median
peak1	127.20	128.11
Tilianin	1897.54	1895.94
peak2	188.23	188.19
Acacetin	318.48	320.07
peak3	1236.58	1238.04
Agastachoside	309.52	309.72

경우 4.55~7.61% (평균 6.27%)로 측정되었다. 또한, 산불용성회분의 경우에도 6~7월경 수확한 경우 0.43~1.62% (평균 0.78%), 8~9월경 수확한 경우 0.46~1.44% (평균 0.78%)로 측정되어 회분 및 산불용성회분은 『대한민국약전외한약(생약)규격집』의 규격을 모두 만족하는 것으로 조사되었다. 藿香의 정유함량은 0.3 ml 이상으로 설정되어 있으며, 꽃이 피기 전인 6월 중순부터 7월 중순경 수확한 시료 1번, 7번, 15번, 17번, 19번과 20번을 제외한 시료에서 0.2 ml로 현재 『대한민국약전외한약(생약)규격집』 기준규격보다 낮게 측정

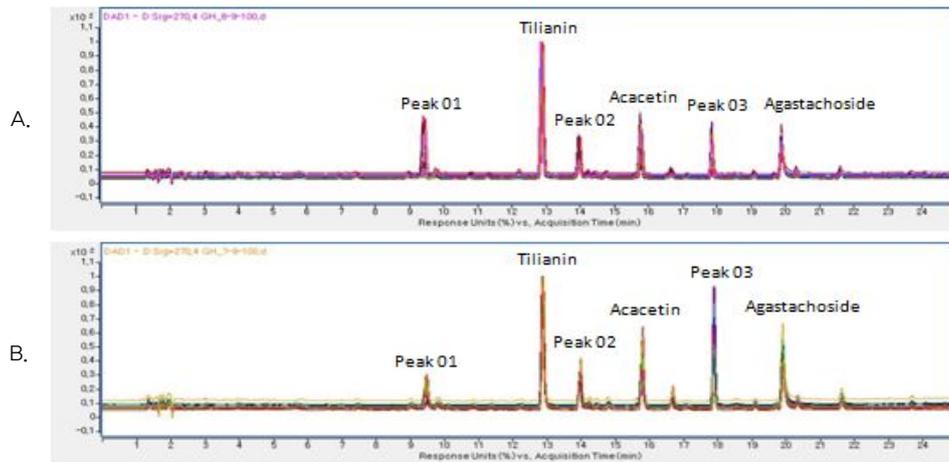


Fig. 8. Overlapped HPLC Chromatogram of Agastachis herba.
A; Harvested before flowering period(June~July),
B; Harvested after flowering period(August~September)

꽃이 피는 시기에 수확한 藿香을 중심으로 동등상관계수를 비교하여 보면 꽃이 피기 전에 수확된 20개 시료는 낮은 동등상관계수를(≥ 0.82) 보였으나 꽃이 피는 시기에 수확한 15개 藿香 시료와 비교하여 보면 높은 동등상관계수를(≤ 0.98) 보이는 것으로 나타났다. <fig. 8>에서 나타난 바와 같이 꽃이 피기 전인 6월 중순부터 7월 중순경 수확한 藿香의 크로마토그램과 꽃이 핀 8월 중순부터 9월 말경 수확한 藿香의 크로마토그램에서 acacetin과 peak03번 peak의 크기가 서로 다른 것을 볼 수 있었다.

IV. 고 찰

藿香의 품질특성을 파악하기 위하여 꽃이 피기 전인 6월 중순부터 7월 중순까지 수확된 藿香과 꽃이 피는 시기인 8월 중순부터 9월 말 까지 수확된 藿香을 수집하여 각 시기별 품질특성을 조사하였다. 먼저 藿香의 함유된 성분과 특성을 파악하기 위하여 확인시험법을 실시하였다. 확인시험법은 현재 『대한민국약전외한약(생약)규격집』에 설정되어 있지 않아 박층크로마토그래피법에 따라 시험을 실시한 결과 표준생약과 검액의 여러 개의 반점에서 R_f 값이 일치하는 것을 확인하였다. 그리고 건조감량은 6~7월경 수확한 경우 4.93~8.26% (평균 5.87%), 8~9월경 수확한 경우 3.88~5.38% (평균 4.67%)로 측정되었다. 『대한민국약전외한약(생약)규격집』의 설정규격에 적합한 것으로 측정되었다. 회분함량은 6~7월경 수확한 경우 5.07~7.97% (평균 6.31%), 8~9월경 수확한

되었다. 그리고 꽃이 피는 시기인 8월 중순부터 9월 말경 수확한 시료의 경우 28번을 제외한 시료 모두에서 0.4 ml 이상으로 『대한민국약전외한약(생약)규격집』 기준규격 보다 높게 측정되었다. 따라서 藿香의 첫 수확기인 6~7월경 수확보다 8~9월경 수확한 藿香의 정유함량이 높게 측정 되었으며 수확 시기에 따라 정유함량이 크게 차이가 발생하여 품질의 차이가 발생 하는 것으로 사료 된다. 정유성분은 꽃이 피었을 경우 꽃이 피지 않았을 때 보다 더 많이 생성된 것을 알 수 있었다. 따라서 藿香은 꽃이 피는 시기인 8월 이후 수확하는 것이 적합할 것으로 사료 된다. 또한, 엑스함량의 경우 『대한민국약전외한약(생약)규격집』에 13.0% 이상으로 설정되어 있다. 6~7월경 수확한 경우 9.72~20.44% (평균 15.30%), 8~9월경 수확한 경우 11.00~18.70% (평균 13.27%)로 측정되었다. 6~7월경 수확한 경우 상대적으로 8~9월경 수확한 것 보다 엑스함량이 높았다. 8~9월경 수확한 경우 7개 시료에서 13.0%에 미달되었다. 이는 꽃을 피우기 위한 생육에 집중된 결과로 사료 된다. 따라서 위 결과를 바탕으로 藿香의 성분연구를 통하여 품질관리를 위한 면밀한 연구가 수행되어야 할 것으로 사료된다.

V. 결 론

藿香의 『대한민국약전외한약(생약)규격집』에 미설정된 구체적인 확인시험법 설정과 국내에서 재배되고 있는 藿香의 기준규격을 모니터링하여 품질관리하기 위한 기초자료로 활용하

고자 국내 재배되는 藿香을 꽃이 피기 전인 6월 중순부터 7월 중순 경 수확한 것 20개와 꽃이 피는 시기인 8월 중순 부터 9월 말경 수확한 15개 시료를 대상으로 시험하였으며 결과를 정리하면 다음과 같다.

1. 중금속은 납 0.11~2.97 ppm, 비소 0.04~1.43 ppm, 수은 0.01~0.04 ppm 카드뮴 0.01~0.14 ppm이다.
2. 확인시험은 박층크로마토그래피법을 사용하여 전개하여 황산발색을 실시하였을 때 모든 시료에서 R_f 가 같은 여러 반점들을 확인할 수 있었다.
3. 건조감량은 6~7월경 수확한 경우 4.93~8.26% (평균 5.87%), 8~9월경 수확한 경우 3.88~5.38% (평균 4.67%)로 측정되었다.
4. 회분은 6~7월경 수확한 경우 5.07~7.97% (평균 6.31%), 8~9월경 수확한 경우 4.55~7.61% (평균 6.27%)로 측정되었다. 산불용성회분은 6~7월경 수확한 경우 0.43~1.62% (평균 0.78%), 8~9월경 수확한 경우 0.46~1.44% (평균 0.78%)로 측정되었다.
5. 정유함량은 6~7월경 수확한 경우 0.2~0.4 ml (평균 0.26 ml), 8~9월경 수확한 경우 0.2~0.6 ml (평균 0.33 ml)로 8~9월경 수확한 경이 높게 측정되었다. 꽃의 개화가 정유함량에 영향을 미친 것으로 사료된다.
6. 묽은 에탄올 엑스함량은 6~7월경 수확한 경우 9.72~20.44% (평균 15.30%), 8~9월경 수확한 경우 11.00~18.70% (평균 13.27%)로 8~9월경에 수확한 시료가 낮게 측정되었다. 6~7월경에는 생육이 왕성 하고, 꽃이 핀 이후에서 번식을 위한 생식생장에 집중되는 것으로 사료된다.
7. 藿香의 HPLC 표준크로마토그램은 tilianin, acacetin와 agastachoside을 주요성분으로 작성하였으며 머무름시간은 12.93 분에 tilianin, 15.84 분에 acacetin이 관측되었으며, 17.95 분에 agastachosid로 관측 하였다. 꽃이 피기 전 藿香시료 20개 시료와 꽃이 피는 시기에 수확한 15개 시료의 크로마토그램에서 acacetin의 peak와 peak03 peak크기가 서로 다른 것을 확인 하였다.

위 결과로 미루어 보아 藿香의 고품질 한약재를 수확하기 위해서 정유성분이 많이 함유된 시기인 꽃이 피는 8~9월경 수확하는 것이 최적기로 사료된다. 또한 본 연구결과를 바탕으로 국내 재배품의 품질관리와 미설정된 항목에 대한 품질관리 기준설정에 도움을 줄 수 있을 것으로 사료된다.

Administration, Cheongju, 2014 ; 53.

2. China Food and Drag Administration, The pharmacopoeia of the people's republic of China, China Food and Drag Administration, Beijing : China Medical Science and Technology Press, 2010 ; 340-341.
3. Minister of Health Labour and Welfare, The Japanese pharmacopoeia, Minister of Health Labour and Welfare, Tokyo, 2011 ; 1713.
4. Democratic People's Republic of Korea Pharmacy Committee of Ministry of Health, Democratic People's Republic of Korea Pharmacopoeia, Ministry of Health, 1996 ; 184.
5. Chinese Medicinal Plants Publication Committee, Medicinal Plants of China(part 7), Shanghai Science and Technology Press, Sanfhai, 1999 ; 5-6.
6. Lee XK, Song HJ, Park KH and Shin MK. Anti-carcinogenic effects of water extract of *Agastache rugosa* and *Agastache rugosa* essential oil, Kor J Herbology. 2004 ; 19(2) : 109-121.
7. Kim IR. Bibliographical study on the source of Gwackhyang, Kor J Herbology. 2006 ; 21(4) : 43-49.
8. Mirrington RN, Schmalzl KJ. Studies with bicyclo [2,2,2]-octenes. V., J Org Chem. 1972 ; 37(18) : 2871-2877.
9. Guedon DJ, Pasquier BP. Ananalysis and distribution of flavonoid glycosideand rosmarinic acid in *Mentha piperita* L. clones, J Agric Chem, 1994 ; 42(3) : 679-684.
10. Tuan PA, Park WT, Xui H, Park NI, Park SU. Accumulation of tillanin and rosmarinic acid and expression of phenylpropanoud biosynthetic genes in *Agastache rugasa*, J Agric Food Chem, 2012 ; 60(23) : 5945-5996.
11. Zielińska S, Matkowski A. Pytochemistry and bioactivity of aromatic and meficinal plants from the genus *Agastache*(Lamiaceae). Phytochem Rev, 2014 ; 13(2) : 391-416.
12. Ministry of Food and Durg Safety. The Korean Herbal Standard Chemical Profile Guidline, Ministry of Food and Durg Safety. Cheongju, 2017 ; 7-23.

References

1. Korea Food and Drug Administration, The Korean Herbal Pharmacopoeia, Korea Food and Drug