



邓青芳,马风伟,费强,等.不同采收期贵州乌天麻中三种成分动态分析[J].黑龙江农业科学,2019(6):113-118.

不同采收期贵州乌天麻中三种成分动态分析

邓青芳¹,马风伟²,费强²,肖娟³,曹森²,杨碧仙²,王瑞²

(1. 贵州师范大学 贵州省山地环境信息系统与生态环境保护重点实验室,贵州 贵阳 550001;
2. 贵阳学院 食品与制药工程学院,贵州 贵阳 550005;3. 贵州医科大学 神奇民族医药学院,贵州 贵阳 550005)

摘要:为促进天麻的驯化栽培及合理采收,以贵州乌天麻为试验材料,采用高效液相色谱-紫外检测(HPLC-UV)方法,研究了乌天麻中天麻素(Gastrodin)、对羟基苯甲醇(P-Hydroxybenzylalcohol)、对羟基苯甲醛(P-Hydroxybenzaldehyde)的含量,并对不同采收期贵州乌天麻中3种成分的动态变化规律进行分析。结果表明:天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛的线性范围分别为0.010 16~1.016 00,0.105 2~2.104 0,0.010 21~0.204 20 μg ($r \geq 0.999\ 7$),检测限分别为0.67,0.35,0.34 ng。定量限分别为2.03,1.05,1.02 ng。精密密度、稳定性(24 h)、重复性试验的RSD%均小于2%($n=6$);加标回收率为99.94%~100.54%,RSD为0.98%~1.64%($n=9$)。在不同的采收期,贵州乌天麻中3种成分含量有差异,其中天麻素在1月采收时含量较高,对羟基苯甲醇在11月采收含量较高,而对羟基苯甲醛在不同采收期含量变化不大;但不同采收期乌天麻中天麻素与对羟基苯甲醇含量之和均大于0.25%,符合药典规定。所建立的HPLC-UV方法,操作简单,准确度高,可用于贵州乌天麻的质量控制。

关键词:天麻;HPLC法;含量测定;采收期

天麻为兰科植物天麻(*Gastrodia elata* Blume)的干燥块茎,是一味传统的名贵中药^[1-2]。天麻具有息风止痉、平抑肝阳、祛风通络的功效^[3-4]。天麻素(Gastrodin)是天麻的主要活性成分之一,现代药理学研究表明,天麻素具有镇静、抗惊厥、延缓衰老及保护神经等药理作用^[5-9]。有研究发现天麻素虽能入血及透过血脑屏障,但其在体内迅速分解为其苷元成分(对羟基苯甲醇,P-Hydroxybenzylalcohol),并推测是对羟基苯甲醇在脑内发挥中枢镇静作用^[10]。同时对羟基苯甲醇具有抗血小板聚集、抗炎等作用^[11-12]。许多研究报告指出^[13-15],天麻素及其苷元成分在天麻中的含量不稳定,且不同来源的品种含量差异显著。目前,尚无对不同采收期乌天麻中3种成分的报道。因此,分析不同采收期乌天麻中有效成分的

含量,阐明天麻有效成分在天麻中形成与积累规律,对天麻的驯化栽培及合理采收具有重要意义。中国药典^[2]仅采用等度洗脱方式对天麻中天麻素和对羟基苯甲醇的含量进行了质量控制,但等度洗脱方式对天麻中其他有效成分的分析带来困难;有文献报道^[13-14]对天麻中的多种成分进行分析,但单次进样分析时间均较长,有待改进完善。本试验以天麻素、对羟基苯甲醇和对羟基苯甲醛为指标成分,建立一种简单、方便、快速的HPLC法对乌天麻中3种成分的含量进行测定,并对不同采收期乌天麻中3种成分的含量进行动态分析,为贵州乌天麻的采收、开发和利用提供数据支持。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 天麻 天麻药材的采收时间及地点见表1,并经贵州师范大学陈华国教授鉴定为兰科植物天麻的块茎,样本干燥后保存在贵阳学院食品与制药工程学院,贮存编号分S1-1、S1-2、S1-3、S2-1、S2-2、S2-3、S3-1、S3-2和S3-3。

1.1.2 仪器 Essentia LC-20A 高效液相色谱仪,包括LC-20AT 送液泵,DGU-20A 真空脱气装置,SPD-20 检测器,SIL-20A 自动进样器,CTO-20A 柱温箱和系统控制器 CBM-20A,Lab-

收稿日期:2018-11-13

基金项目:贵州省教育厅青年科技人才成长项目(黔教合KY字[2017]123,[2016]249和[2018]291);贵阳学院博士科研启动经费项目(GYU-ZRD[2018]-022);贵阳市科技局贵阳学院专项资金(GYU-KYZ[2018]01-01);贵州省高等学校大学生创新创业训练项目(2018520804,2018520805);贵阳学院教学质量与教学改革项目(2017028);贵阳学院实验室开放经费项目(2018027510706)。

第一作者简介:邓青芳(1988-),女,硕士,实验师,从事中药材质量控制研究。E-mail:820420297@qq.com。

通讯作者:马风伟(1984-),男,博士,副教授,从事资源植物开发与利用研究。E-mail:mfw200422501212@163.com。

Solutions Essentia 工作站(日本岛津制作所);QUINTIX-224 电子天平(十万分之一,德国 Sartorius 公司);FA1004 电子分析天平(上海良平仪器仪表有限公司);SK7200H 高频台式超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司);HH-8 数显恒温循环水浴锅(上海梅香仪器有限公司);上海博迅 GXZ-9146MBE 电热鼓风干燥箱(上海博讯医疗生物仪器股份有限公司);MILLI-Q IQ7000 纯水机(德国默克基团公司);手动移液器(德国 Eppendorf 公司)。

表 1 天麻药材来源信息
Table 1 Source information of *G. elata*

样品 编号 Sample No.	采集地 Resource-gathering location	采收时间 Resource- gathering time
S1-1	贵州省大方县慕俄格街道办凉井村二组	2017 年 11 月
S1-2	贵州省百里杜鹃普底乡红丰村大箐组	2017 年 11 月
S1-3	贵州省大方县果瓦乡茶园村茶园组	2017 年 11 月
S2-1	贵州省大方县慕俄格街道办凉井村二组	2018 年 01 月
S2-2	贵州省百里杜鹃普底乡红丰村大箐组	2018 年 01 月
S2-3	贵州省大方县果瓦乡茶园村茶园组	2018 年 01 月
S3-1	贵州省大方县慕俄格街道办凉井村二组	2018 年 03 月
S3-2	贵州省百里杜鹃普底乡红丰村大箐组	2018 年 03 月
S3-3	贵州省大方县果瓦乡茶园村茶园组	2018 年 03 月

1.1.3 试剂 天麻素(CAS 号:62499-27-8,批号:110807-201608)、对羟基苯甲醇(CAS 号:623-05-2,批号:111970-201702)购于中国食品药品检定研究院;对羟基苯甲醛(CAS 号:123-08-0,批号:H100421)购于上海阿拉丁生化科技股份有限公司;色谱级甲醇、乙腈、甲酸、磷酸(上海阿拉丁生化科技股份有限公司);无水乙醇、95%乙醇均为国产分析纯;水为超纯水。

1.2 方法

1.2.1 溶液的制备 对照品贮备液:分别精密称取天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛对照品 10.16,10.52,10.21 mg,分别置于 10 mL 容量瓶中,加入色谱甲醇溶解,然后定容至刻度,摇匀,制成天麻素($1.016\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)、对羟基苯甲醇($1.052\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)和对羟基苯甲醛($1.021\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)的单一对照品贮备液。

混合对照品溶液:分别吸取上述对照品贮备

液,天麻素 2.0 mL、对羟基苯甲醇和对羟基苯甲醛各 1.0 mL,置于同一 10 mL 棕色容量瓶中,加 50%甲醇定容,摇匀,即制成含天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛质量浓度分别为 0.203 2,0.105 2,0.102 1 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的混合对照品溶液,冷藏于 4℃冰箱中,备用。

供试品溶液:精密称取天麻样品粉末 0.5 g(过 50 目筛),置于 250 mL 具塞锥形瓶中,精密加入 50%甲醇 30 mL,称定质量,超声(功率:350 W,频率:53 kHz)提取 30 min。冷却至室温,再次称定质量并用 50%甲醇补足减失的质量,摇匀,经 0.45 μm 微孔滤膜(有机系)滤过,取续滤液,即得。取 50%甲醇适量作为空白溶液。

1.2.2 色谱条件的建立 色谱柱:ZORBAX Rx-C₁₈(4.6 mm×250 mm,5 μm);流动相:乙腈(A)-0.05%磷酸水溶液(B),梯度洗脱(0~2 min,3% A;2~12 min 3%→5% A;12~14 min,5%→14% A;14~25 min 14% A;25~30 min 14%→20% A);流速:1.0 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$;检测波长:225 nm;柱温:30℃;进样量:10 μL 。

取上述混合对照品溶液、供试品溶液及空白溶液各适量,进行样品测定,记录色谱信息。要求各待测成分之间以及待测成分与杂质峰之间均能达到基线分离,分离度 ≥ 1.5 ,其它成分对待测成分的测定无干扰,理论塔板数以天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛计均大于 5 000。

线性关系考察:精密吸取“1.2.1”项下混合对照品溶液 0.05,0.1,0.2,0.5,1.0,2.0,5.0 mL 对照品贮备液,分别置于 10 mL 棕色容量瓶中,加 50%甲醇稀释定容至刻度,制成系列浓度的混合对照品溶液。取上述系列混合对照品溶液各 10 μL ,按 1.2.2 项下色谱条件进行样品测定,记录待测成分的色谱峰保留时间及峰面积。以待测成分的浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行标准曲线的绘制及线性关系考察。

检出限与定量下限考察:取 1.2.1 项下混合对照品溶液适量,用 50%甲醇倍比稀释,然后上样检测,记录色谱图,当信噪比为 3:1 时,为检出限;当信噪比为 10:1 时,为定量下限。

精密度试验:吸取混合对照品溶液适量,用 50%甲醇稀释,然后上样 10 μL ,连续测定 6 次,记录各待测成分峰面积。计算 6 次进样峰面积的 RSD,考察仪器精密度。

稳定性试验:取天麻样品(批号:S2-2)适量,

精密称定后,按 1.2.1 项下方法制备供试品溶液,分别置于室温下放置 0、3、6、12、24 h,然后按 1.2.2 项下色谱条件进样检测,记录各待测成分峰面积。计算 RSD,考察处理后供试品溶液的稳定性。

重复性试验:取同一批天麻样品(批号:S2-2)适量,精密称定后,按 1.2.1 项下方法平行制备供试品溶液 6 份,按 1.2.2 项下色谱条件进样检测,记录峰面积,计算待测成分含量及 RSD,考察方法的重复性。

加标回收率试验:取已知待测成分含量的天麻样品(批号:S2-2)9 份,每份样品约 0.5 g,精密称定,置于 250 mL 具塞锥形瓶中,分别加入一定体积的混合对照品贮备液,添加量分别为各自含药量的 80%、100%、120%,然后供试品溶液处理方法平行制备供试品溶液,进样检测,记录峰面积,计算待测成分的加标回收率。

1.2.3 样品含量测定 取 3 次采收期乌天麻样品共 9 批天麻样品粉末约 0.5 g,精密称定,分别按 1.2.1 项下方法平行制备供试品溶液,按 1.2.2 项下色谱条件进样检测,记录峰面积,计算待测成分的含量,对不同采收期乌天麻中 3 种成分进行动态分析。

1.2.4 数据处理 试验数据采用 Excel 软件进行处理及分析。

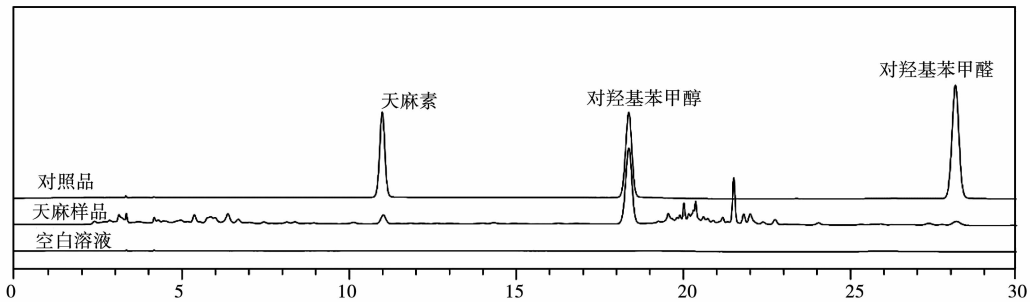
2 结果与分析

2.1 色谱条件与系统适应性

由图 1 可知,天麻样品分离效果好,在该色谱条件下,天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛的保留时间分别为 11.08、18.42、28.20 min,各待测成分之间以及待测成分与杂质峰之间均能达到基线分离,分离度 ≥ 1.5 ,其他成分对待测成分的测定无干扰,理论塔板数以天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛计均 $>5\,000$ 。表明此法在测定上述 3 成分的含量时具有较好的系统适用性。

2.2 线性关系考察

精密吸取上述系列混合对照品溶液各 10 μL ,按 1.2.2 项下色谱条件进行样品测定,记录待测成分的色谱峰保留时间及峰面积。以待测成分的浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,进行标准曲线的绘制,线性关系考察结果见表 2。结果表明,天麻素进样量在 2.032~203.2 ng、对羟基苯甲醇进样量在 5.260~526.0 ng、对羟基苯甲醛进样量在 1.021~102.1 ng 范围内具有良好的线性关系。



1:天麻素;2:对羟基苯甲醇;3:对羟基苯甲醛。
1: Gastrodin; 2:p-Hydroxybenzylalcohol; 3:P-Hydroxybenzaldehyde.

图 1 高效液相色谱图
Fig. 1 HPLC chromatograms

表 2 线性关系考察结果(n=3)

Table 2 Results of linear relationship investigation(n=3)

待测成分 Component	回归方程 Regression equation	r	线性范围 Range of linearity/ μg
天麻素	$Y=14606X-1024$	0.9998	0.01016~1.016
对羟基苯甲醇	$Y=34383X-418.59$	0.9997	0.1052~2.104
对羟基苯甲醛	$Y=51624X-2097.8$	0.9999	0.01021~0.2042

2.3 检出限与定量下限考察

取混合对照品溶液,采用倍比稀释,然后上样

检测记录色谱图,当信噪比为 3:1 时,为检出限;当信噪比为 10:1 时,为定量下限。结果显示,天

麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛的检出限分别为:0.67,0.35,0.34 ng;定量下限分别为 2.03,1.05,1.02 ng。

2.4 精密度试验

取 1.2.1 项下混合对照品溶液适量,用甲醇稀释后上样 10 μL,计算 6 次进样峰面积的平均值及 RSD。结果显示,天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛峰面积的 RSD 分别为 1.18%、1.30%和 1.53%,表明仪器精密度良好。

2.5 稳定性试验

取 1.2.1 项下供试品溶液(批号:S2-2),分别在 0,3,6,12,24 h 进样检测,记录各成分峰面积。结果显示,天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛峰面积的 RSD 分别为 1.49%、1.25%和1.46%,表明供试品溶液在室温条件下放置 24 h 内稳定

性良好。

2.6 重复性试验

取同一批天麻样品(批号:S2-2)适量,精密称定后平行制备供试品溶液 6 份,按 1.2.2 项下色谱条件进样检测,记录峰面积并计算待测成分含量。结果显示,天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛 RSD 分别为 1.33%、1.77%和 1.76%,(n=6),表明本方法重复性良好。

2.7 加标回收率试验

取已知待测成分含量的天麻样品(批号:S2-2) 9 份,每份样品约 0.5 g,精密称定,置于250 mL具塞锥形瓶中,分别加入一定体积的混合对照品贮备液,然后按 1.2.1 项下方法平行制备供试品溶液,按 1.2.2 项下色谱条件进样检测记录峰面积,计算待测成分的加标回收率,结果见表 3。

表 3 加标回收率试验结果(n=9)
Table 3 Results of accuracy by recovery tests(n=9)

待测成分 Component	取样量 Sample weight/g	样品含量 Component content/mg	加入量 Added component content/mg	测得量 Obtained component content/mg	加标回收率 Recovery/%	平均加标回收率 Mean recovery/%	RSD/%
天麻素	0.5007	0.2492	0.2004	0.4516	100.97	100.53	1.38
	0.5013	0.2495	0.2004	0.4519	100.97		
	0.5008	0.2493	0.2004	0.4523	101.30		
	0.5025	0.2501	0.2505	0.5065	102.34		
	0.5018	0.2498	0.2505	0.4941	97.53		
	0.5016	0.2497	0.2505	0.5001	99.96		
	0.4998	0.2488	0.3006	0.5544	101.66		
	0.5001	0.2489	0.3006	0.5499	100.12		
	0.5003	0.2490	0.3006	0.5495	99.95		
对羟基苯甲醇	0.5007	1.1272	0.9012	2.0276	99.91	99.94	0.98
	0.5013	1.1285	0.9012	2.0299	99.80		
	0.5008	1.1274	0.9012	2.0266	99.78		
	0.5025	1.1312	1.1265	2.2583	100.05		
	0.5018	1.1297	1.1265	2.2516	99.60		
	0.5016	1.1292	1.1265	2.2582	100.22		
	0.4998	1.1251	1.3518	2.4876	97.83		
	0.5001	1.1258	1.3518	2.4931	101.14		
	0.5003	1.1263	1.3518	2.4936	101.15		
对羟基苯甲醛	0.5007	0.0497	0.0408	0.0916	102.77	100.54	1.64
	0.5013	0.0497	0.0408	0.0916	102.63		
	0.5008	0.0497	0.0408	0.0901	99.07		
	0.5025	0.0498	0.0510	0.1008	99.91		
	0.5018	0.0498	0.0510	0.1016	101.61		
	0.5016	0.0498	0.0510	0.1002	98.90		
	0.4998	0.0498	0.0612	0.1115	101.18		
	0.5001	0.0496	0.0612	0.1112	100.64		
	0.5003	0.0496	0.0612	0.1097	98.15		

2.8 样品含量测定

取3次采收期乌天麻样品共9批天麻样品粉末约0.5 g,精密称定,分别按1.2.1项下方法平行制备供试品溶液,及1.2.2项下色谱条件进样检测,记录峰面积,计算待测成分的含量,结果见表4。

表4 样品含量测定结果(n=3,mg·g⁻¹)

Table 4 Results of content determination of *G. elata* samples(n=3,mg·g⁻¹)

样品编号	天麻素	对羟基苯甲醇	对羟基苯甲醛
Sample	Content of	Content of	Content of
No.	gastrodin	P-Hydroxybenzylalcohol	P-Hydroxybenzaldehyde
S1-1	0.1123	4.712	0.1563
S1-2	0.1133	3.166	0.1018
S1-3	0.2612	3.730	0.0950
S2-1	0.1493*	4.235**	0.1723
S2-2	0.4978**	2.251**	0.0992
S2-3	0.4470**	3.254*	0.0968
S3-1	0.0312##	4.293	0.0845#
S3-2	0.1852	3.642	0.1103
S3-3	0.3311	2.639#	0.0884

与S1各成分的含量相比,S2 *P<0.05,**P<0.01;S3 #P<0.05,##P<0.01。

不同采收期乌天麻中天麻素、对羟基苯甲醇、对羟基苯甲醛的含量分布见图2(百里杜鹃产地),在不同的采收期,3种成分含量有差异,其中天麻素在次年1月采收时含量较高,对羟基苯甲醇在当年11月采收含量较高,而对羟基苯甲醛在不同采收期含量变化不大;但不同采收期乌天麻中天麻素与对羟基苯甲醇含量之和均大于0.25%,符合药典规定。

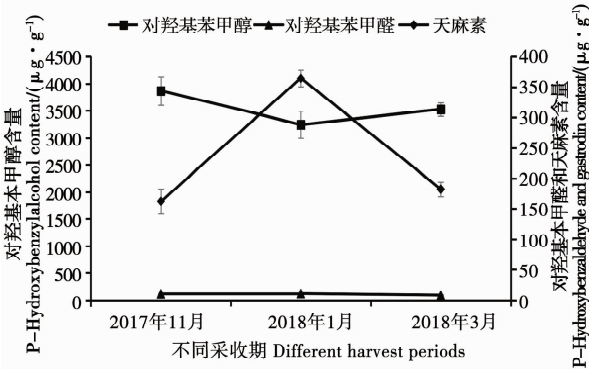


图2 不同采收期乌天麻中3种成分的动态规律
Fig. 2 Dynamic analysis of 3 components in *G. elata* at different harvesting stages

3 结论与讨论

3.1 流动相的选择

本试验中,比较了多个流动相体系(甲醇-水、甲醇-0.1 甲酸水、乙腈-水、乙腈-0.1% 甲酸水、乙腈-0.05% 磷酸水)对色谱分离的影响。结果,天麻中成分复杂,且极性相近,以甲醇-水系统洗脱时,杂质干扰严重,天麻素及对羟基苯甲醇无法较好分离并准确定量分析。以乙腈-0.05% 磷酸水溶液为流动相进行梯度洗脱时,3种成分均能得到较好的分离,且重复性好,柱效高。因此,选择乙腈-0.05% 磷酸水溶液(梯度洗脱)为本试验的流动相。

3.2 检测波长的选择

试验中采用二极管阵列检测器在190~400 nm波长范围内分别对天麻素、对羟基苯甲醇和对羟基苯甲醛进行光谱扫描,结果显示,天麻素与对羟基苯甲醇在225 nm左右有最大吸收,对羟基苯甲醛在此波长下亦有较大吸收。因此,本文选择225 nm为本试验的检测波长。

3.3 样品含量动态分析

本文对贵州省大方县3个地区进行3个采收期采样共9批样品,从9批样品的含量测定结果来看,3种成分含量存在差异;其天麻素在1月采收时含量较高,对羟基苯甲醇在11月采收含量较高,而对羟基苯甲醛在不同采收期含量变化不大;推测为对羟基苯甲醇(天麻素苷元)在糖基转移酶的作用下结合一分子葡萄糖生成了天麻素,致使1月采收时,天麻素含量增高,而对羟基苯甲醇含量降低;而3月采收的乌天麻样品中,天麻素含量下降,而对羟基苯甲醇含量升高,可能是天麻素在乌天麻中发生了分解,失去葡萄糖所致^[16]。

参考文献:

[1] 张国庆,陈青君,郭亚萍,等. 北方温室天麻栽培技术[J]. 北方园艺,2013(15): 160-161.
[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
[3] 程立君,罗家刚,胡志芳,等. 四个天麻品种种植效果的对比分析[J]. 北方园艺,2016(20): 156-158.
[4] 刘威,赵致,王华磊,等. 不同树种菌材对贵州仿野生栽培天麻的影响[J]. 北方园艺,2015(10): 129-132.
[5] 周楠楠,朱燃,赵雪梅,等. 天麻素抑制小鼠大脑内Aβ斑块形成及其作用机制[J]. 药学报,2016,51(4): 588-594.

- [6] 郑琴,刘丹,胡鹏翼,等. P-糖蛋白及多药耐药相关蛋白 1 抑制剂促进天麻素跨膜转运作用机制研究[J]. 中草药, 2016, 47(21): 3840-3847.
- [7] 彭正午. 天麻素的神经保护作用及其分子机制研究[D]. 西安:第四军医大学, 2016.
- [8] Hsieh M T, Wu C R, Chen C F. Gastrodin and p-hydroxybenzyl alcohol facilitate memory consolidation and retrieval, but not acquisition, on the passive avoidance task in rats[J]. Journal of Ethnopharmacology, 1997, 56 (1): 45-54.
- [9] Sung J A, Seung K P, Koo H I, et al. Gastrodin decreases immunoreactivities of γ -aminobutyric acid shunt enzymes in the hippocampus of seizure-sensitive gerbils[J]. Journal of Neuroscience Research, 2003, 71(4): 534-543.
- [10] 游金辉,谭天秩,匡安仁,等. $\sim 3H$ -天麻甙元和 $\sim 3H$ -天麻素在小鼠体内的分布和代谢[J]. 华西医科大学学报, 1994(3): 325-328.
- [11] 马风伟,杨兴成,王瑞,等. 天麻中巴利森苷类化合物的结构解析研究进展[J]. 贵阳学院学报(自然科学版), 2018, 13(3): 76-83.
- [12] 郭营营,蒋石,林青,等. 天麻中对羟基苯甲醇抗血小板聚集的作用及机制研究[J]. 时珍国医国药, 2014, 25(1): 4-6.
- [13] 肖远灿,董琦,迟晓峰,等. HPLC 同时测定西藏栽培天麻中天麻素和 8 种核苷及碱基类成分[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(19): 3798-3802.
- [14] 闫宝庆,张晖芬,逢楠楠,等. RP-HPLC 同时测定天麻中 4 种成分的含量[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(22): 2903-2906.
- [15] 周波,张强,汪娟. 吉林省长白山山区规模化中药材种植产业调查报告[J]. 黑龙江农业科学, 2017(12): 76-79.
- [16] Tsai C C, Wu K M, Chiang T Y, et al. Comparative transcriptome analysis of *Gastrodia elata* (Orchidaceae) in response to fungus symbiosis to identify gastrodin biosynthesis-related genes[J]. BMC Genomics, 2016, 17(1): 212.

Dynamic Analysis on the Content of Three Components in *Gastrodiae rhizoma* by HPLC from Different Harvest Periods

DENG Qing-fang¹, MA Feng-wei², FEI Qiang², XIAO Juan³, CAO Sen², YANG Bi-xian², WANG Rui²

(1. Key Laboratory for Information System of Mountainous Areas and Protection of Ecological Environment of Guizhou Province, Guizhou Normal University, Guiyang 550001, China; 2. Food and Pharmaceutical Engineering Institute, Guiyang University, Guiyang 550005, China; 3. Shenqi Ethnic Medicine College of Guizhou Medical University, Guiyang 550005, China)

Abstract: In order to promote domestication cultivation and rational harvest of *Gastrodiae rhizoma*, an HPLC-UV method was established for simultaneous determination of gastrodin, p-Hydroxybenzylalcohol and p-Hydroxybenzaldehyde in *Gastrodiae rhizoma* harvested on different periods. The detection wavelength was set at 225 nm and the column was maintained at 30 °C. 10 μ L solution was injected for analysis. The results showed that the linear ranges for gastrodin, P-Hydroxybenzylalcohol and P-Hydroxybenzaldehyde were 0.010 16-1.016 00, 0.105 2-2.104 0 and 0.010 21~0.204 20 μ g. The limits of detection were 0.67, 0.35, 0.34 ng, and the limits of quantification were 2.03, 1.05, 1.02 ng, respectively. The relative standard deviations (RSDs) of precision, stability (24 h), and reproducibility tests for all the three components were lower than 2.0% (n=6). The recovery test for accuracy was conducted and the results were 99.94%-100.54% (RSD=0.98%-1.64%, n=9). The results INDICATED that gastrodin was highest in sample of harvest period in January, while the content of P-Hydroxybenzylalcohol was highest in that of November. The content of P-Hydroxybenzaldehyde was maintained in low level of all harvest periods. However, the sum contents of gastrodin and P-Hydroxybenzylalcohol in all the sample of different harvest periods were higher than 0.25%, which meet the requirement of China Pharmacopoeia. The established HPLC method was simple, reliable and suitable for the quality control of *G. rhizoma*.

Keywords: *Gastrodiae rhizoma*; HPLC method; content determination; harvest period; dynamic analysis