

可见“神农”号中草药饲料添加剂的添加量为1%时较2%效果明显。

表2 各组猪增重情况

组别	头数	平均始重 /kg·头 <sup>-1</sup>	平均末重 /kg·头 <sup>-1</sup>	平均日增重 /g·头 <sup>-1</sup>
试验组	32	25.25 ±1.75	108.6 ±4.42	695 ±16
试验组	32	24.4 ±1.56	100.5 ±4.03	634 ±15
对照组	32	26.4 ±1.86	93.3 ±4.54	558 ±15

### 2.2 “神农”号中草药饲料添加剂对饲料转化率的影响

“神农”号中草药饲料添加剂对饲料转化率的影响见表3。从表3可知,试验组和试验组每增重1kg分别消耗饲料3.18kg、3.44kg,对照组消耗饲料3.85kg。试验组和试验组每增重1kg比对照组分别少消耗0.67kg和0.41kg饲料,饲料报酬与对照组相比分别提高了17.40%和10.65%。

表3 各组猪饲料转化率

组别	头数	头均耗料量/kg	料重比
试验组	32	264.92	3.18
试验组	32	261.79	3.44
对照组	32	257.42	3.85

### 2.3 经济效益

从表2、3可知,试验组、试验组每头猪比对照组分别多增重16.45kg和9.2kg,按生猪价14元/kg计算,试验组、试验组增收230.3元和128.8元,减去多耗饲料量试验组7.5kg的16.5元、试验组4.37kg的9.614元及“神农”号中草药饲料添加剂(按照5元/kg计算)费用13元、22元后,试验组、试验组分别比对照组多获利200.8元和97.2元。试验组比试验组多获利103.6元。

### 3 讨论

3.1 在肉猪的基础日粮中添加“神农”号中草药饲料添加剂后,试验组和试验组的平均日增重比对照组分别增加137g、76g,分别提高了24.55%、13.62%,差异极显著( $P < 0.01$ );试验组和试验组的饲料转化率分别比对照组低0.669、0.4078,平均每千克增重分别比对照组减少饲料消耗17.39%、10.59%。由此表明,“神农”号中草药饲料添加剂对促进肉猪生长、提高饲料利用率、降低饲料成本效果显著。

3.2 试验组的平均日增重比试验组提高了9.62%,差异显著( $P < 0.05$ )。试验组的料重比比试验组降低了0.26,饲料报酬提高了7.56%。由此可见,“神农”号中草药饲料添加剂在肉猪饲料中的添加量1%较2%效果明显。

3.3 本研究只做了“神农”号中草药饲料添加剂在肉猪饲料中添加1%和2%效果观察,而该添加剂在肉猪饲料中的最适添加量还有待作进一步研究。

实验技术

## HPLC法测定菟丝子炮制前后化学成分含量

李继红<sup>1</sup>,李秋红<sup>2</sup>,郭倩倩<sup>2</sup>

(1. 辽宁农业职业技术学院, 辽宁营口 115009; 2. 黑龙江中医药大学药学院)

中图分类号: S859.7

文献标识码: A

文章编号: 1000-6354(2009)05-0037-03

菟丝子为中药常用补肾药,味甘、辛,性平,具补肝肾、明目、益精、安胎等功效,用于目昏、耳鸣、腰膝酸软等治疗。总黄酮为菟丝子的主要活性成分,含量约为3.0%,其中以槲皮素和金丝桃苷为代表,含氨基酸、多糖以及多种微量元素钙、镁、铁、锰、铜、锌等。金丝桃苷、槲皮素及山柰酚是其有效成分,尚未见同时测定其不同炮制品含量的报道。笔者等采用高效液相色谱法,测定了菟丝子不同炮制品中金丝桃苷、槲皮素及山柰酚的含量,方法稳定、快速、重复性好。

### 1 仪器与试剂

#### 1.1 仪器

高效液相色谱仪(Waters-1515型高效液相色谱仪,

2487型紫外检测器,Breez32数据处理系统);AG135型分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司);H66MC型超声波发生器(无锡超声电子仪器厂)。

#### 1.2 试剂

菟丝子药材购自哈尔滨市三棵树药材站,产地为黑龙江省虎林市,经黑龙江中医药大学中药资源教研室王振月教授鉴定为旋花科菟丝子属植物南方菟丝子(*Cuscuta australis* R.Br.)的干燥成熟种子。金丝桃苷、槲皮素及山柰酚对照品(中国药品生物制品检定所),甲醇为色谱醇,其它试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

#### 2.1 炮制方法

2.1.1 生菟丝子 取原药材,除去杂质,备用。

2.1.2 清炒品 取洁净菟丝子50g,锅底温度320℃,炒制2min,有连续的爆鸣声时取出。

收稿日期:2009-04-24

作者简介:李继红(1970-),女,副教授,硕士,主要从事动物药品制剂与检验。

**2.1.3 盐炙品** 取洁净菟丝子 50 g,置预热适度的容器内,锅底温度 320 ℃,加热炒 2 min,有连续的爆鸣声时,喷淋盐水,炒干,取出(每 100 g菟丝子用食盐 2 g)。

**2.2 不同炮制品有效成分 HPLC测定**

**2.2.1 色谱条件** 色谱柱 Grace Smart - ODS(150 mm × 4.6 mm,粒径 5 μm);流动相:甲醇 - 0.4%磷酸溶液(50:50);流速:1.0 mL/min;检测波长:360 nm;进样量:10 μL。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取干燥至恒重金丝桃苷对照品适量,以甲醇溶解,配制成 1 mL含 0.364 mg的金丝桃苷对照品溶液,备用。精密称取干燥至恒重槲皮素对照品适量,以甲醇溶解,配制成 1 mL含 0.144 mg的槲皮素对照品溶液,备用。精密称取干燥至恒重山柰酚对照品适量,以甲醇溶解,配制成 1 mL含 0.28 mg的山柰酚对照品溶液,备用。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 精密称取菟丝子饮片粉末(40目)1.0 g,加甲醇 20 mL,置具塞三角瓶中,超声(40 Hz)15 min,过滤,置 25 mL容量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,滤液过 0.45 μm微孔滤膜作为生菟丝子供试品溶液;另外,取炒菟丝子和盐菟丝子样品溶液 1 mL,加甲醇稀释至 5 mL,再以 0.45 μm的微孔滤膜滤过,即为供试品溶液。

**2.2.4 方法学考察**

**2.2.4.1 线性关系考察** 吸取金丝桃苷对照品储备液,稀释成 1.456、7.28、14.56、21.84、29.12 μg/mL溶液,分别进样 10 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积积分值(y)为纵坐标,以浓度(x)为横坐标,绘制标准曲线,计算回归方程  $y = 1.846 \times 10^7 x - 5865.4$ ,  $r = 0.9998$ ,金丝桃苷对照品浓度为 1.456 - 29.12 μg/mL 时与峰面积呈良好的线性关系。吸取槲皮素对照品储备液,稀释成 1.152、2.88、5.76、8.64、11.52 μg/mL 溶液,分别进样 10 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积积分值(y)为纵坐标,以浓度(x)为横坐标,绘制标准曲线,计算回归方程,即  $y = 1.912 \times 10^7 x - 7617.8$ ,  $r = 0.9997$ ,槲皮素对照品浓度为 1.052 - 11.52 μg/mL 时与峰面积呈良好的线性关系。吸取山柰酚对照品储备液,稀释成 2.8、14.28、42.56 μg/mL,分别进样 10 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积积分值(y)为纵坐标,以浓度(x)为横坐标,绘制标准曲线,计算回归方程,即  $y = 5 \times 10^7 x + 9655.7$ ,  $r = 0.9985$ ,山柰酚对照品浓度为 2.8 - 56 μg/mL 时与峰面积呈良好的线性关系。色谱图见图 1。

**2.2.4.2 精密度试验** 精密称取菟丝子生品适量,按 2.2.3 项下方法制得供试品溶液 1 份,连续进样 5 次,每次进样量 10 μL,测定其峰面积积分值,结果金丝桃苷 RSD 为 1.39%,槲皮素 RSD 为 1.2%,山柰酚 RSD 为 1.8%,表明精密度良好。

**2.2.4.3 稳定性试验** 取上述精密度试验的供试品溶液,分别在 0、2、4、6、10 h 精密吸取 10 μL 进样,分别测定其峰面积,结果金丝桃苷 RSD 为 1.6%,槲皮素 RSD 为 2.8%,山柰酚 RSD 为 1.9%,表明 10 h 内供试品溶液稳定性良好。

**2.2.4.4 重复性试验** 取同一批菟丝子生品 6 份,制备供试品溶液,并进样测定,结果金丝桃苷 RSD 为 1.03%,槲皮素

RSD 为 2.5%,山柰酚 RSD 为 2.6%,表明该实验方法重现性较好。

**2.2.4.5 加样回收率试验** 分别精密称取生菟丝子样品(含金丝桃苷 0.0293%)约 0.1 g,各 6 份,分别加入金丝桃苷对照品溶液(1 mg/mL)1 mL,制备供试品溶液,进行测定,求得金丝桃苷平均回收率为 99.52%,RSD 为 1.0%。

分别精密称取炒菟丝子样品(含槲皮素 0.005%)约 10 g,各 6 份,分别加入槲皮素对照品溶液(1.0 mg/mL)1 mL,制备供试品溶液,进行测定,求得槲皮素的平均回收率为 99.72%,RSD 为 1.7%。

分别精密称取生菟丝子样品(含金丝桃苷 0.0226%)约 0.1 g,各 6 份,分别加入山柰酚对照品溶液(1 mg/mL)1 mL,制备供试品溶液,进行测定,求得山柰酚平均回收率为 99.86%,RSD 为 1.4%。

**2.2.5 含量测定** 取 2.1 项下的各炮制品和生品粉末,按上述含量测定项下的供试品溶液的制备方法和色谱条件进行含量测定,每份样品测定 3 次,以外标法计算含量,结果见表 1,色谱图见图 2-4。

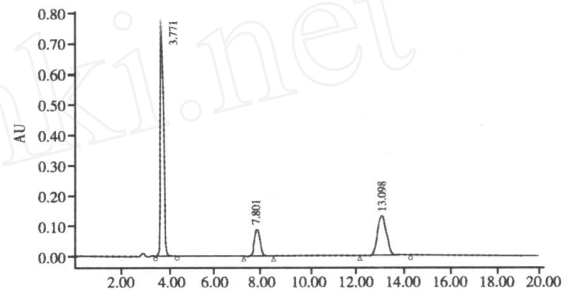


图 1 菟丝子对照品色谱图

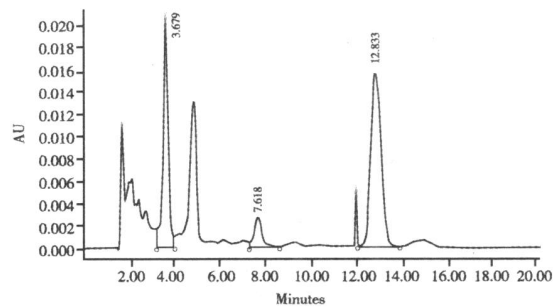


图 2 菟丝子生品色谱图

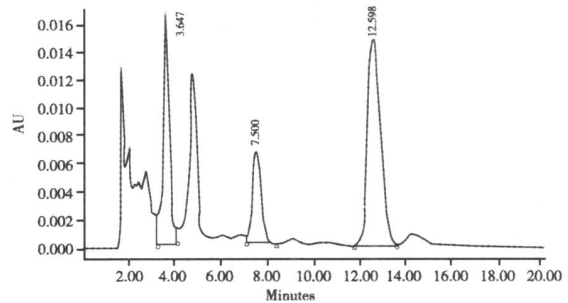


图 3 菟丝子干炒品色谱图

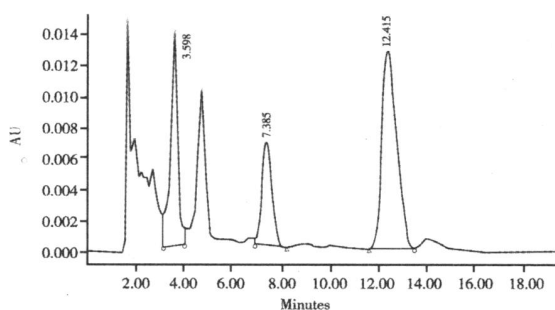


图4 菟丝子盐炙品色谱图

表1 不同菟丝子炮制品中主要化学成分含量

药品	金丝桃苷含量	槲皮素含量	山柰酚含量
	/%	/%	/%
生品	0.029 3	0.005	0.022 6
清炒品	0.030 9	0.018	0.027 1
盐炙品	0.034 4	0.021	0.026 2

### 3 讨论

#### 3.1 检测波长的选择

取金丝桃苷和槲皮素、山柰酚对照品溶液,于300-400 nm波长范围内进行扫描,结果分别在360、365 nm波长处有最大吸收,

360 nm处吸收值高,且杂质干扰少,因此选择360 nm为检测波长。

#### 3.2 流动相的选择

对文献报道的几种流动相进行了预试验,结果表明,用甲醇-0.4%磷酸溶液(1:1)作为流动相测定样品中金丝桃苷和槲皮素含量较为适宜,出峰时间短,无其它成分的干扰。在本色谱条件下,金丝桃苷对照品保留时间为3.7 min,槲皮素对照品保留时间为7.8 min,山柰酚对照品保留时间约为13.1 min。在本实验条件下,色谱峰分离度较好,较全面反映了黄酮类成分的变化。

#### 3.3 炮制方法研究

根据测定结果可知,不同菟丝子炮制品中金丝桃苷、槲皮素和山柰酚含量有较大差别,菟丝子经清炒、盐炙后,3种成分含量均比生品菟丝子高,其中清炒品槲皮素含量比生品增加2倍以上,山柰酚含量增加19.9%;盐炙品槲皮素含量比生品增加3倍以上,山柰酚含量增加15.9%。

菟丝子药材生品质地坚实,难于粉碎,外皮骨质化,一般温度炮制对其影响不大,本实验采用高温短时加热方法炮制药物,利于有效成分溶出,同时不破坏其有效成分,清炒法及盐炙法是菟丝子较好的炮制方法,可增加有效成分含量。本研究将为今后菟丝子规范化研究奠定基础。

## 气相色谱 - 质谱法同时测定中药中 24种农药残留

潘娟,华贤辉,商军

(上海市兽药饲料检测所,上海 201103)

中图分类号: S853.74

文献标识码: A

文章编号: 1000-6354(2009)05-0039-04

我国约有80%的中药材来自人工栽培,中药材受到农药污染的可能性较大。所以,加强中药中多农药残留量同时检测方法的研究很有必要。目前,2005年版《中国兽药典》(二部)中规定了有机氯类农药、有机磷类农药及拟除虫酯类农药残留量的测定方法为气相色谱法,主要检测器为电子捕获检测器(ECD)和氮磷检测器(NPD)<sup>[1]</sup>。这些选择性检测器虽然对农药有较好的灵敏度,但由于中药材成分较为复杂,有可能对农药残留检测产生一定影响,且这些选择性检测器不能提供农药的结构信息。采用质谱检测器可以对各类型的农药同时进行定性定量分析,应用选择离子监测技术,可提高分析的选择性。笔者等采用气相色谱-质谱测定法,对连翘、白头翁、黄芩等多种中药中9种有机氯类、8种有机磷类、4种氨基甲酸酯类及3种拟除虫酯类农药残留量进行检测,建立了同时测定中药材中24种农药残留量的方法。

### 1 材料与试剂

#### 1.1 仪器与试剂

Agilent6890N-5973型气相色谱-质谱仪(配有电子轰

击源,美国);电子天平(Mettler AE-240,瑞士);旋转蒸发器(瑞士BÜCHI公司);乙腈(色谱纯,美国MERCK公司);正己烷(色谱纯,美国MERCK公司);丙酮(色谱纯,美国MERCK公司);乙二胺-N-丙基硅烷(PSA试剂,北京振翔公司);无水硫酸镁(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);氯化钠(分析纯,上海凌峰化学试剂有限公司);活性炭;中药材(市场抽检);24种农药标准品,购于德国Dr. Ehrensofer公司。将24种农药标准品分别用正己烷-丙酮(1:1,V/V)混合溶剂溶解并稀释成1.5-10 mg/mL标准储备液,根据实验要求,再稀释成适当含量的标准混合工作液。

#### 1.2 实验方法

1.2.1 试样的提取与净化 称取试样(精确至0.01 g)10 g,置50 mL离心管中,精密加入乙腈20 mL,再加氯化钠1 g,活性炭1 g,无水硫酸镁2 g,混匀,用恒温振荡提取器于40℃下提取30 min,5 000 r/min离心5 min。精密量取上清液10 mL于鸡心瓶中,在40℃水浴中用旋转蒸发器旋转蒸发至干,精密加入2 mL乙腈溶解,移入离心管,加入200 mg PSA试剂与300 mg无水硫酸镁,于旋涡混合器上涡旋30 s,15 000 r/min离心5 min,取上清液,待用。

收稿日期: 2009-04-27

作者简介:潘娟(1981-),女,助理畜牧师,硕士,主要从事兽药饲料检测分析, E-mail: pjuan1999@yahoo.com.cn.