ICP-MS 法测定川明参中 6 种重金属元素

岳 媛[1]，杨晓阳[1]，肖佳佳[1]，梁士贤[2*]，林芷珊[2]，李 晶[2]，张兴国[3]，吕光华[1*]

1. 成都中医药大学药学院，中药材标准化教育部重点实验室，中药资源系统研究与开发利用国家重点实验室培育基地，四川 成都 611137
2. 香港浸会大学 化学系，香港 九龙塘
3. 西南交通大学中药研究所，四川 成都 610031

摘 要：目的 测定川明参 *Chuanmingshen violaceum* 中重金属元素，并评价其安全性。**方法** 从 8 个川明参主要种植县区采集了 33 份川明参根，经加工后，采用微波消解-电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）法测定样品中铅（Pb）、镉（Cd）、汞（Hg）、铜（Cu）、砷（As）、铬（Cr）6 种重金属元素的量；并根据地理位置和生态环境，将这 8 个川明参种植县区分为 4 个产区，经统计分析比较各产区样品中重金属元素的差异。**结果** 每份川明参样品中重金属元素的量分别为 Pb≤0.256 μg/g，Cd≤0.235 μg/g，Hg≤0.123 μg/g，Cu≤3.963 μg/g，Cr≤2.145 μg/g，As 未检出；均低于中国《药用植物及制剂进出口行业绿色标准》药用植物原料和饮片的标准。4 个川明参产区之间比较，除 Pb 的量在 2 个产区之间有显著性差异（$P<0.05$）之外，其余各产区及各重金属元素的量之间均无显著性差异。**结论** 建立的 ICP-MS 方法可准确测定川明参中重金属元素的量；以重金属为指标，四川产川明参是安全的，主产区适宜川明参的种植。

关键词： 川明参；根；重金属；安全性；微波消解；ICP-MS

中图分类号： R286.014 **文献标志码：** A **文章编号：** 0253 - 2670(2016)09 - 1595 - 06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2016.09.024

Determination of heavy metal elements in *Chuanmingshen violaceum* by ICP-MS

YUE Yuan[1], YANG Xiao-yang[1], XIAO Jia-jia[1], LEUNG Kelvin S Y[2], LUM Tsz Shan[2], LI Jing[1], ZHANG Xing-guo[3], LU Guang-hua[1]

1. Breeding Base of State Key Laboratory for Systematic Research and Development of Chinese Medicine Resources, Key Laboratory of Education Ministry in China for Standardization of Chinese Materia Medica, School of Pharmacy, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China
2. Department of Chemistry, Hong Kong Baptist University, Kowloon Tong, China
3. Institute of Chinese Materia Medica, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China

Abstract: Objective To quantify the contents of heavy metal elements in the roots of *Chuanmingshen violaceum* (*Chuanmingshinis Violacei Radix*, and *Chuanmingshen*) and to evaluate its safety. **Methods** An inductively coupled plasma mass spectrometric (ICP-MS) method was developed to quantify six heavy metal elements, i.e. lead (Pb), cadmium (Cd), mercury (Hg), copper (Cu), arsenic (As), and chromium (Cr) in *Chuanmingshinis Violacei Radix*. A total of 33 *Chuanmingshinis Violacei Radix* samples were collected from eight counties/districts in Sichuan province of China, processed and then quantified for the contents of these elements. Moreover, the eight counties/districts were divided into four cultivation areas of *Chuanmingshinis Violacei Radix* based on the geographical location and ecological environment. The differences of heavy metals were compared by statistical analysis. **Results** The total content of each element in the 33 samples of *Chuanmingshinis Violacei Radix* were Pb ≤ 0.256 μg/g, Cd ≤ 0.235 μg/g, Hg ≤ 0.123 μg/g, Cu ≤ 3.963 μg/g, and Cr ≤ 2.145 μg/g; As below the detection limit, the findings were in line with the "*Green Trade Standards of Importing and Exporting Medicinal Plants and Preparations*" in China. Comparing the amount of heavy metal elements in the samples of *Chuanmingshinis Violacei Radix*, it was found that the contents of the six heavy metal elements were varied among the four cultivation areas. Except for the difference of Pb content which was significant

收稿日期： 2016-01-06

基金项目： 四川省科技支撑计划项目（2015SZ0040）

作者简介： 岳 媛（1991—），女，硕士研究生，研究方向为中药鉴定。E-mail: yueyuan522@foxmail.com

***通信作者** 吕光华，教授，博士生导师，主要从事中药鉴定及资源研究。Tel: (028)61800232 E-mail: lughcd@aliyun.com

梁士贤，副教授，博士生导师，主要从事分析化学研究。Tel: (00852)34115297 E-mail: s9362284@hkbu.edu.hk

between the two cultivation areas ($P < 0.05$), other heavy metal elements in these samples among the four cultivation areas were not significantly different. **Conclusion** The developed ICP-MS method is suitable to accurately quantify the content of heavy metal elements in the samplesof *Chuanmingshinis Violacei Radix*. On the basis of the level of heavy metal elements, *Chuanmingshinis Violacei Radix* is considered safe and the current cultivation areas are suitable for the cultivation of *C. violaceum*.

Key words: *Chuanmingshen violaceum* Sheh et Shan; root; heavy metal; safety; microwave digestion; ICP-MS

川明参 *Chuanmingshinis Violacei Radix* 来源于伞形科（Umbelliferae）川明参属 *Chuanmingshen* Sheh et Shan 植物川明参 *Chuanmingshen violaceum* Sheh et Shan 的根，主产于四川（青白江、金堂、巴中）、湖北等地，为四川省的道地药材之一，具有润肺化痰、和胃、生津、解毒等功效[1-3]。由于川明参含大量的多糖、糖蛋白、氨基酸、香豆素等化学成分以及对人体有益微量元素[4]，川明参也是人们常用的滋补品、营养食品和膳食配料，食用量大；目前，国内年需求量达 2×10^4 t 以上。生长在土壤中的植物类药材均含不同种类的重金属元素；重金属在人体内代谢缓慢，容易积累，对人体产生危害[5]。2001 年我国对外贸易经济合作部颁布的《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》对药用植物原料、饮片中的铅（Pb）、镉（Cd）、汞（Hg）、铜（Cu）、砷（As）进行了限量[6]；美国 NSF/ANSI 173-2010 标准也规定了“膳食补充剂（dietary supplements）”的原材料中 Pb、Cd、Hg、As 和 Cr^{6+}的限量及其成品的日摄入量[7]。然而，对用量很大的川明参，却未见重金属量的检测报道。目前，重金属测定的标准方法多采用原子吸收法和原子荧光法等[8-9]。而电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）法是一种新的重金属检测方法，具有灵敏度高、准确性好、精密度高、检出限低，线性范围宽，并可同时测定多种元素等优点[10-11]。为此，本研究从 8 个川明参主产县/区采集了 33 份样品，先用微波消解法处理样品，再用 ICP-MS 法测定 Pb、Cd、Hg、As 和 Cr^{6+}的量，评价川明参的安全性；并根据地理分布和生态环境，将这些川明参样品的产地分为 4 个产区，对川明参样品中这 6 种重金属元素进行统计分析及差异显著性检验，以期为川明参适宜种植区的选择提供科学依据。

1 仪器与材料

1.1 仪器

电感耦合等离子体质谱仪（ELAN DRC-II，美国 Perkin Elmer 公司），微波消解仪（ETHOS 1，意大利 Milestone 公司）。

1.2 试药

Pb（批号 GSB04-1742-2004）、Cd（批号 GSB04-1721-2004）、Hg（批号 GSB04-1729-2004）、Cu（批号 GSB04-1525-2004）、As（批号 GSB04-1714-2004）、Cr（批号 GSB04-1723-2004）、Ge（批号 GSB04-1728-2004）、In（批号 GSB04-1731-2004）、Bi（批号 GSB04-1719-2004）、Au（批号 GSB04-1715-2004）标准液均由国家有色金属及电子材料分析测试中心生产。65%硝酸（分析纯，英国 BDH 公司），30%过氧化氢（分析纯，德国默克公司）。超纯水（电阻率≥18.2 MΩ/cm）由 Milli-Q 系统制备（美国密理博公司）。灌木枝叶组合样 [批号 GBW07602（GSV-1），地球物理地球化学勘查研究所]。

1.3 材料

33 份川明参药材样品于 2015 年 4～5 月采于四川中江、金堂等地，由成都中医药大学药学院中药鉴定教研室吕光华教授鉴定为伞形科植物川明参 *Chuanmingshen violaceum* Sheh et Shan 的根。所有样品经过洗净、去皮、蒸至无白心、晒干，备用。样品信息见表 1。

2 方法

2.1 混合内标溶液的制备

分别吸取 Ge、In、Bi 标准溶液 0.1 mL 于 100 mL 量瓶中，加入 Au 元素标准溶液 0.1 mL，再加超纯水定容至刻度，即为质量浓度 1 μg/mL 混合内标溶液。以 Ge 为内标物测定 Cu、As、Cr 元素，以 In 为内标物测定 Cd 元素，以 Bi 为内标物测定 Pb、Hg 元素的量。

2.2 ICP-MS 测定条件

功率：1 200.00 W；冷却气体积流量（氩气）：15.00 L/min；辅助气体积流量（氩气）：1.00 L/min；雾化气体积流量（氩气）：0.99 L/min；采样锥和截取锥：镍；采样深度：8.0 mm；测量方式：跳峰模式；扫描次数：20；重复次数：3；采用碰撞反应池模式；蠕动泵转速：24 r/min。

表 1 川明参样品的来源及重金属元素的量

Table 1 Sources and contents of heavy metal elements in samples of *Chuanmingshinis Violacei Radix*

编号	产区	产地	质量分数/(μg·g^{-1})					
			Pb	Cd	Hg	Cu	As	Cr
1	A	四川省中江县	未检出	未检出	0.033	0.850	未检出	0.102
2	A	四川省中江县	未检出	0.010	0.029	3.963	未检出	0.161
3	A	四川省中江县	未检出	0.014	未检出	3.344	未检出	0.186
4	A	四川省中江县	未检出	0.066	未检出	3.539	未检出	0.120
5	A	四川省金堂县	0.087	0.025	未检出	2.606	未检出	0.353
6	A	四川省金堂县	0.099	0.075	未检出	1.656	未检出	1.805
7	A	四川省青白江区	未检出	0.017	未检出	1.751	未检出	0.171
8	B	四川省盐亭县	未检出	0.026	未检出	2.264	未检出	0.623
9	B	四川省盐亭县	未检出	0.025	未检出	0.621	未检出	0.353
10	B	四川省盐亭县	未检出	0.023	未检出	2.860	未检出	0.499
11	C	四川省阆中市	未检出	0.039	未检出	未检出	未检出	0.419
12	C	四川省阆中市	未检出	0.028	未检出	1.685	未检出	0.151
13	C	四川省阆中市	未检出	0.090	未检出	1.655	未检出	0.407
14	C	四川省巴州区	未检出	0.008	未检出	2.578	未检出	0.384
15	C	四川省巴州区	0.256	0.066	未检出	1.954	未检出	0.338
16	C	四川省巴州区	未检出	0.037	未检出	2.395	未检出	0.615
17	C	四川省巴州区	0.248	0.157	未检出	3.337	未检出	0.373
18	C	四川省巴州区	未检出	0.009	0.026	2.033	未检出	0.907
19	C	四川省巴州区	未检出	0.030	未检出	3.059	未检出	0.999
20	C	四川省苍溪县	未检出	0.068	0.031	2.064	未检出	0.117
21	C	四川省苍溪县	未检出	0.005	0.024	1.854	未检出	0.152
22	C	四川省苍溪县	0.207	0.063	0.123	2.333	未检出	0.357
23	C	四川省苍溪县	未检出	0.020	未检出	2.260	未检出	0.172
24	C	四川省苍溪县	未检出	0.019	未检出	2.509	未检出	0.162
25	C	四川省苍溪县	未检出	0.024	未检出	1.947	未检出	0.253
26	C	四川省苍溪县	未检出	0.029	未检出	3.238	未检出	1.585
27	D	四川省万源市	0.060	0.030	未检出	2.038	未检出	2.145
28	D	四川省万源市	未检出	0.019	未检出	1.724	未检出	0.779
29	D	四川省万源市	0.047	0.235	未检出	3.186	未检出	0.293
30	D	四川省万源市	未检出	0.020	未检出	2.879	未检出	0.510
31	D	四川省万源市	未检出	0.114	0.088	1.872	未检出	0.942
32	D	四川省万源市	未检出	0.117	未检出	1.854	未检出	0.770
33	D	四川省万源市	未检出	0.117	未检出	3.876	未检出	1.262

2.3 线性关系考察

分别吸取 Pb、Cd、Hg、Cu、As、Cr 标准溶液 1 mL 置于 100 mL 量瓶中，加超纯水定容，即为质量浓度 1 μg/mL 混合标准溶液贮备液。分别吸取本贮备液为 0、5、25、50、150、250、500 μL 置于 50 mL 量瓶中，各加入 65%硝酸溶液 5 mL 和 30%双氧水溶液 2 mL，再加入 1 mL 混合内标溶液，经超纯水定容后，得到质量浓度 0、0.1、0.5、1、3、5、10 μg/L 混合标准品溶液。分别进样测定 Pb、Cd、Hg、Cu、As、Cr 元素。以待测元素与内标元素信号值之比对元素质量浓度进行线性回归，得到回归方程（表 2）。结果表明，6 种重金属元素在 0～10 μg/L 线性关系良好。

2.4 供试品溶液的制备

称取 0.25 g 药材样品粉末（过 50 目筛）于聚四氟乙烯高压微波消解罐中，依次加入 65%硝酸溶液

表 2 重金属元素的回归方程及相关系数

Table 2 Regression equations and correlation coefficients of heavy metal elements

元素	回归方程	r
Pb	$Y=0.039\,5X+0.030\,6$	0.999 6
Cd	$Y=3.69\times10^{-3}X+1.72\times10^{-3}$	0.999 6
Hg	$Y=4.85\times10^{-3}X+1.42\times10^{-3}$	0.999 9
Cu	$Y=0.049\,1X+0.060\,5$	0.999 4
As	$Y=3.73\times10^{-3}X+8.30\times10^{-3}$	0.999 9
Cr	$Y=0.083\,1X+0.066\,8$	0.999 4

5 mL 和 30%双氧水 2 mL，静置过夜。第 2 天置于微波消解仪中，用 2 步梯度升温法消解（12 min 内温度由室温升至 140 ℃，保持 5 min；再于 3 min 内升至 180 ℃，保持 8 min）。然后，逐渐冷却至室温。消解液经 0.22 μm 滤膜滤过，转至 50 mL 量瓶中，加入 1 mL 混合内标溶液，再加超纯水定容到刻度，摇匀，得供试品溶液。

2.5 空白对照溶液的制备

除不加川明参样品粉末外，其余制备方法与供试品溶液的制备方法相同，制成空白对照溶液。

2.6 方法学考察

2.6.1 精密度试验 取混合标准品溶液连续进样 6 次，测定这 6 种元素的量，Pb、Cd、Hg、Cu、As、Cr 的 RSD 分别为 1.04%、1.56%、3.49%、0.27%、1.51%、1.07%。表明仪器的精密度良好。

2.6.2 重复性试验 取同一川明参样品粉末 6 份，制备成供试品溶液，测定这 6 种元素的量。除 As 在这 6 份平行样品中低于检测限未计算 RSD 外，Pb、Cd、Hg、Cu、Cr 的 RSD 值分别为 2.23%、2.02%、3.22%、1.88%、0.77%。表明方法的重复性良好。

2.6.3 稳定性试验 取同一川明参样品供试液，在选定样品测定条件下，分别于制样后 0、5、10、15、20、25、30、35 h 进样，测定这 6 种元素的量。除 As 元素在该样品中低于检测限未检出，Pb、Cd、Hg、Cu、Cr 的 RSD 值分别为 1.22%、1.05%、2.87%、1.18%、0.89%，表明在样品制备 35 h 内各成分量是稳定的。

2.6.4 准确性试验 在“2.2”项条件下，测定国家一级标准物质灌木枝叶组合样品中这 6 种元素的量，将各元素的测定值与标准值比较（表 3）。结果表明，除 Hg 标准液未提供质量浓度标准值之外，其余 5 种元素的测定值与标准值相符，说明本方法的测定结果准确。

表 3 标准溶液中各元素的测定值与标准值比较 ($n = 3$)

Table 3 Comparison on measured value and certified value in each element of reference solution ($n = 3$)

元素	标准值/(μg·g^{-1})	测定值/(μg·g^{-1})
Pb	7.10±1.10	7.720
Cd	0.14±0.06	0.150
Hg	未知	63.59
Cu	5.20±0.50	5.160
As	0.95±0.12	0.780
Cr	2.30±0.30	2.040

2.6.5 检测限 吸取 5 mL HNO_3 和 2 mL H_2O_2 溶液，混合；在“2.2”项条件下，重复 6 次测定本混合溶液。以某元素测定结果标准偏差的 3 倍值（3σ）除以该元素回归方程的斜率（k），即为该元素的检测限。Pb、Cd、Hg、Cu、As、Cr 的检测限分别为 0.134、0.741、0.111、0.020、0.009、0.069 μg/L。

2.7 样品测定

按照“2.4”项制备川明参样品的供试品溶液；在选定的实验条件下，测定供试品溶液中这 6 种元素的量，再扣除空白对照溶液的各元素的量，即为川明参样品中元素的量。33 份川明参样品中 6 种重金属的量见表 1。

3 结果与分析

3.1 川明参重金属元素的安全性评价

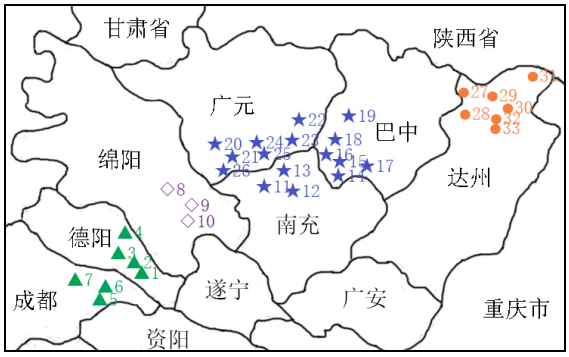
从四川省 8 县/区川明参主产地采集的 33 份川明参药材中 Pb、Cd、Hg、Cu、As 元素的量（表 1）均低于 2001 年我国对外贸易经济合作部颁布的《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》对药用植物原料、饮片等的限量标准[6]，即 Pb≤5.0 μg/g，Cd≤0.3 μg/g，Hg≤0.2 μg/g，Cu≤20.0 μg/g，As≤2.0 μg/g。说明这些川明参中重金属元素的量符合我国安全性的相关规定。

美国 NSF/ANSI 173-2010 标准中规定“膳食补充剂”原材料中重金属的限量指标分别为 Pb≤10.0 μg/g，Cd≤0.3 μg/g，Hg≤0.2 μg/g，As≤5.0 μg/g，Cr^{6+}≤2.0 μg/g[7]。在本研究中测定的 33 份川明参样品中，有 32 份样品符合这个标准。虽然有 1 份川明参样品（27 号样品）中 Cr 元素的总量（2.145 μg/g）大于 2.0 μg/g；但是，Cr 元素在植物中以 Cr^{3+}和 Cr^{6+} 2 种价态存在，只有 Cr^{6+}具有较高的毒性。由此推测，这份川明参样品中 Cr^{6+}的量小于 2.0 μg/g，应该符合美国 NSF/ANSI 173-2010 标准；但需要进一步证实。可见，本研究收集川明参药材的覆盖面广，代表性强；

表明四川产的川明参药材中重金属的量合格、安全。

3.2 不同产地川明参样品中重金属量比较

从表 1 看出，33 份川明参样品中重金属的量不同。川明参种植于四川省不同市、县，其生态环境不同。为了比较不同产地、不同生态环境中川明参样品中重金属量的差异，根据地理分布和生态环境，将这 8 个县/区川明参样品的产地分为 4 个产区（图 1）：A 区包括四川省德阳市中江县、成都市金堂县和青白江区，有 7 份样品（样品 1～7）；B 区为四川省绵阳市盐亭县，有 3 份样品（样品 8～10）；C 区为四川省南充市阆中市、巴中市巴州区、广元市苍溪县，有 16 份样品（样品 11～26）；D 区为四川省达州市万源市，有 7 份样品（样品 27～33）。表 4 列出各产区川明参样品中这 6 种重金属元素的



▲-A 区 ◇-B 区 ★-C 区 ●-D 区
▲-cultivation area A ◇-cultivation area B ★-cultivation area C
●-cultivation area D

图 1 川明参不同产区的地理分布图

Fig. 1 Geographical distribution of different cultivation areas of *C. violaceum*

表 4 川明参不同产区样品中 6 种重金属元素的量比较

Table 4 Comparison on contents of heavy metal elements in *Chuanmingshinis Violacei Radix* samples among different cultivation areas

产区	质量分数/(μg·g^{-1})					
	Pb	Cd	Hg	Cu	As	Cr
A	0.027	0.030	0.009	2.530	未检出	0.414
B	未检出	0.024	未检出	1.915	未检出	0.492
C	0.044	0.043	0.013	2.181	未检出	0.462
D	0.015	0.093	0.013	2.490	未检出	0.957

平均量；并用 SPSS 19.0 软件，以不同产区作为一个独立组，对各组（产区）川明参样品中同一元素之间进行独立样本 *t* 检验，判别差异是否显著。结果表明，这 4 个产区川明参样品中这 6 种元素的量不同。但是，除 C 区与 D 区的川明参样品中 Pb 的量有显著性差异（*P* 为 0.029＜0.05）之外，其余产区及元素的量之间均无显著性差异。

对这 6 种重金属元素在 4 个产区川明参样品之间的比较结果表明，Pb 元素在 C 区样品中的量最高（0.044 μg/g），并且与 D 区样品的量（0.015 μg/g）有显著差异（*P*＜0.05）。Cd 元素在 D 区样品中的量（0.093 μg/g）最高，高于其他产区 2～3 倍；如果对土壤进行改良，可施加磷酸盐类化肥，使 Cd 元素生成磷酸 Cd 沉淀，降低土壤中 Cd 元素的浓度[12-13]。Hg 元素在 C 区和 D 区川明参样品中较高。Cu 元素在这 4 个产区样品中的量相近。As 元素在所有样品中均低于检测限。Cr 元素的总量在 D 区样品的量最高，为其余 3 个产区样品的 2 倍。Cr 元素被认为是人体必需的微量元素；但只有 Cr^{3+}具有参与机体糖、脂肪代谢、增加细胞膜的稳定性等生理作用；而 Cr^{6+}具有较高的毒性，易被人体吸收后在体内蓄积，引起慢性中毒[14-15]。美国 NSF/ANSI 173-2010 标准规定“膳食补充剂”的原材料中 Cr^{6+}量不得超过 2.0 μg/g；产品中 Cr^{6+}摄入量不得超过 0.02 mg/d。我国暂无 Cr 的限量标准。建议对日服用量较大的中药材增加对 Cr 元素的测定。综合分析这 4 个产区川明参样品中这 6 种重金属量，C、D 区样品中重金属的量相对较高，A、B 区样品中重金属的量相对较低。

4 讨论

在用 ICP-MS 测定 Hg 元素时容易产生记忆效应以及吸附效应，影响测定结果的准确性。研究结果表明，在样品溶液和标准溶液中加入少量的 Au 元素，可抑制 Hg 的吸附、记忆效应，提高结果的准确性。

由于基体效应会对待测元素产生抑制作用，内标法对基体效应具有补偿作用。故本研究以 Ge、In、Bi 元素为内标，测定 Pb、Cd、Hg、Cu、As、Cr 元素。

由于 ICP-MS 测定痕量元素或同位素比值时，多原子质谱干扰影响分析结果的准确性，故采用四极杆池技术（DRC）消除干扰，提高了测定结果的准确性和精密度。

通过对供试品制备方法和测定条件的优化，建立了 ICP-MS 测定川明参中 Pb、Cd、Hg、Cu、As、Cr 元素的方法；本方法的准确性高，灵敏度好，适合于川明参样品中这 6 种重金属元素的测定。四川省 8 县/区川明参主产地样品中这 6 种重金属元素的量既符合我国《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》标准，又符合美国 NSF/ANSI 173-2010 标准，表明川明参中重金属合格、安全。对四川省不同产区川明参样品的比较结果表明，虽然这 6 种元素的量不同，但差异不显著，这些产区适合于川明参的种植。

志谢：四川蜀科药业有限公司，四川省参延生农产品开发有限公司，四川省巴中市恩阳区渝溪中药材种植产业协会，四川省阆中市西山川明参专业合作社，四川省绵阳市盐亭县金孔镇灵岩村等协助采集川明参样品。

参考文献

[1] 万德光, 彭 成, 赵军宁. 四川道地中药材志 [M]. 成都: 四川科学技术出版社, 2005.

[2] 国家中医药管理局《中华本草》编委会. 中华本草 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999.

[3] 四川省中药材标准 [S]. 2005.

[4] 李 宏, 邵承斌. 川明参多糖的遗传毒理学检验-对蚕豆根尖细胞微核的影响 [J]. 渝州大学学报: 自然科学版, 1996, 13(4): 29-32.

[5] Zhu M, Yang J, Cui B, *et al*. Determination of the heavy metal levels in *Panax notoginseng* and the implications for human health risk assessment [J]. *Hum Ecol Risk Assess*, 2015, 21(5): 1218-1229.

[6] 药用植物及制剂进出口绿色行业标准 [S]. 2001.

[7] *NSF International Standard/American National Standard for Dietary Supplements (NSF/ANSI 173-2010)* [S]. 2010.

[8] 张玉芬, 韩娜仁花, 赵玉英, 等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 6 种蒙药中 7 种金属元素 [J]. 中草药, 2013, 44(4): 434-436.

[9] 田 华, 贾继民, 阿布力, 等. 沙棘中重金属的微波消解-原子荧光测定法 [J]. 环境与健康杂志, 2012, 29(8): 725-725.

[10] Jiang J, Feng L, Li J, *et al*. Multielemental composition of suet oil based on quantification by ultrawave/ICP-MS coupled with chemometric analysis [J]. *Molecular*, 2014, 19(4): 4452-4465.

[11] 李金英, 郭冬发, 姚继军, 等. 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 新进展 [J]. 质谱学报, 2002, 23(2): 164-179.

[12] Harris E S J, Cao S, Littlefield B A, *et al*. Heavy metal and pesticide content in commonly prescribed individual raw Chinese herbal medicines [J]. *Sci Total Environ*, 2011, 409(20): 4297-4305.

[13] 刘 毅. 镉的危害及其研究进展 [J]. 中国城乡企业卫生, 2003(4): 12-13.

[14] 李 坤, 胥 艳, 姜童祥. 微波消解-石墨炉原子吸收光谱法快速测定硬质空心胶囊中铬 [J]. 中国卫生检验杂志, 2013(16): 3313-3315.

[15] Zuo H L, Chen S J, Zhang D L, *et al*. Quality evaluation of natural *Cordyceps sinensis* from different collecting places in China by the contents of nucleosides and heavy metals [J]. *Anal Methods*, 2013, 20(5): 5450-5456.