

面积小的特征峰,本实验采用 254 nm 检测兼顾峰数、分离度。有时,有的品种某一种成分含量很高,在色谱图中占绝对优势,其他特征很弱,虽然这本身就是特征,但有时为了区别用药材作起始原料和单一成分直接投料,可使用不同的检测波长,突出其他特征,相互参照辨认。并且避免图谱中仅有一种成分偏高的现象^[8]。本研究为避免芍药苷成分偏高,并且为图谱中除突出芍药苷色谱峰特征外,也同时突出其他特征,故选 254 nm 检测。

3.4 色谱指纹图谱是通过对各样本色谱图进行比较,来反映产品化学成分的差异。在指纹图谱相似度计算中,一般将所选取的色谱峰同时作比较计算,反映了指纹图谱的整体相似性,可对中药产品质量作出较全面、准确地评价。

3.5 目前,中药材的鉴别和分类很大程度上还依赖于经验和表观分析,也缺乏从分析数据中获取评价依据的统一、使用的方法。相似度计算方法数学概念简单,数据处理过程简便、快速,在定量计算色谱指纹谱相似度方面有其优势。聚类分析在数据分类等方面有效。本实验将两者结合起来发挥各自优势,使

中药指纹图谱质量控制更全面。

References

- [1] Jingsu New Medical College. *Dictionary of Chinese Materia Medica* (中药大辞典) [M]. Shanghai: Shanghai People's Publishing House, 1977.
- [2] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol I.
- [3] Pharmacopoeia of People's Republic of China. *Commentary Selected Works of 1990 ed.* (1990年版一部注释选编) [M]. Vol I. Guangzhou: Guangdong Science and Technology Publishing House, 1993.
- [4] TU P F. Approach characteristic fingerprints of Chinese medicinal materials and Chinese herbal injections by HPLC [J]. *Chin Tradit Pat Med* (中成药), 2000, 22(7): 516.
- [5] Ren D Q. Significance and effect of quality control technology of TCM fingerprints [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 2001, 24(4): 235-239.
- [6] Bi K S, Li Y T. *Study on the Quality Control Method of Chinese Crude Drugs by Fingerprints* (中药材指纹图谱质量控制方法研究) [C]. Guangzhou, 2001.
- [7] Luo X, Bi K S, Wang X, et al. Quality assessment of traditional Chinese medicine by chemical pattern recognition [J]. *Acta Pharm Sin* (药学学报), 1993, 28(12): 936-940.
- [8] *Technical Requirements of the Fingerprint in Injection of Chinese Materia Medica (Tentative Standard)* (中药注射剂色谱指纹图谱实验研究操作规程指南(试行)) [S]. 2001.

三七及其栽培土壤中几种重金属元素含量的测定

冯光泉,张文斌,陈中坚,王 勇,崔秀明*

(云南省文山州三七科学技术研究所,云南 文山 663000)

摘要:目的 通过对 3年生三七块根及其根际栽培土壤样品中 3种主要的重金属元素含量进行检测,了解三七和土壤中重金属元素残留量的存在情况,为三七 GAP栽培提供依据。方法 在三七的主产区选择了 48个点,每点分别采集 3年生三七块根及其根际栽培土壤样品,进行砷、铅、汞 3种主要的重金属元素残留量的检测分析。结果 三七及其栽培土壤中 3种重金属元素残留量大多符合标准规定,只有少数高于规定标准。结论 三七主产区的土壤环境质量均符合 GAP对栽培土壤的要求。

关键词:三七;土壤;重金属元素

中图分类号: R282.6 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2003)11-1051-04

Determination on residues of several heavy metal elements in *Panax notoginseng* and its cultivating soil

FENG Guang-quan, ZHANG Wen-bin, CHEN Zhong-jian, WANG Yong, CUI Xiu-ming
(Wenshan Prefecture Institute of Sanqi in Yunnan Province, Wenshan 663000, China)

Key words *Panax notoginseng* (Burkill) F. H. Chen; soil; heavy metal elements; determination

收稿日期: 2003-02-21

基金项目: 云南省中药现代化资助项目(2000ZY001); 云南省自然科学基金资助项目(2001C0083M)

作者简介: 冯光泉,女,云南文山人,高级农艺师,1986年毕业于云南农业大学植保系,主要从事三七 GAP栽培研究工作,主持和承担多项云南省自然科学基金项目、国家中药现代化项目及云南省中药现代化项目,发表学术论文 10余篇。

* 通讯作者 Tel (0876)2122577 E-mail sanqiflx163@.com

三七 *Panax notoginseng* (Burkill) F. H. Chen 是我国名贵中药材,被誉为“金不换”、“南国神草”,在海内外都享有极高的声誉,是我国出口的大宗药材之一。随着我国 2002年 6月 1日《中药材质量管理规范》(试行)的实施,GAP栽培被纳入了我国中药材生产标准管理的轨道。为了加快三七 GAP基地建设,在对三七的重点区域进行了环境质量评价的基础上^[1],我们开展了对三七主产区系统、全面的

土壤及其三七样品中的砷、铅、汞残留量分析。

1 材料与amp;方法

1.1 样品、仪器与试剂: 3年生三七样品及其栽培土壤样品分别采自云南省文山州三七主产区的 45个点及广西省靖西县的 3个点(表 1)。三七样品先用清水洗去表面土壤,晾干,然后置于烘箱中 40℃ 温度下干燥 72 h,粉碎过 40目筛后备用。土壤样品在自然条件下晾干,粉碎后过 100目筛后备用。

表 1 不同产地三七样品中砷、铅、汞的残留量

Table 1 Amounts of residues of As, Pbs and Hg in *P. notoginseng* samples from different regions

编号	采样地点	三七			编号	采样地点	三七		
		砷 / (mg·kg ⁻¹)	铅 / (mg·kg ⁻¹)	汞 / (mg·kg ⁻¹)			砷 / (mg·kg ⁻¹)	铅 / (mg·kg ⁻¹)	汞 / (mg·kg ⁻¹)
1	广西靖西县荣劳 1	0.28	5.05	0.08	25	马关县新上寨	1.76	3.81	0.01
2	广西靖西县荣劳 2	0.32	3.86	-	26	马关县新上寨	0.82	4.88	0.01
3	广西靖西县三荷	0.44	3.66	-	27	砚山县黑标	1.47	3.89	0.02
4	文山县松树坪	0.56	3.39	0.03	28	砚山县黑善	0.46	4.90	0.09
5	西畴县革岔	0.54	3.91	-	29	砚山县锐卡农场	0.31	3.98	-
6	西畴县界碑	2.64	3.98	0.03	30	砚山县布标	2.53	3.98	-
7	文山县以坞(一)	1.07	2.69	0.02	31	砚山县大外革	1.15	3.49	0.12
8	文山县以坞(二)	1.71	3.92	0.03	32	砚山县白泥井	2.65	3.87	0.02
9	文山县老屋基 1	0.96	3.94	0.09	33	砚山县法士龙 1	0.93	4.19	0.04
10	文山县老屋基 2	0.77	3.43	0.07	34	砚山县法士龙 2	0.77	2.49	0.03
11	文山县砟冲	1.26	2.48	0.03	35	广南县大坝子	0.83	2.44	-
12	蒙自县扎门戈祖德	2.46	3.89	0.01	36	广南县马路	1.53	2.42	0.02
13	蒙自县猛拉	3.05	2.45	0.01	37	文山县黑桃寨	1.19	4.39	0.03
14	蒙自县中坝	1.76	2.49	0.01	38	文山县小平坝	2.02	2.96	0.01
15	文山县大平地	0.21	2.45	-	39	文山县小花庄	0.44	3.69	0.02
16	文山县尖山脚	0.61	3.78	0.07	40	文山县莲花塘	0.62	3.72	0.04
17	文山县水淹坝	0.98	2.49	0.03	41	文山县洗古塘	0.91	2.90	0.02
18	文山县法土基	1.47	2.49	0.02	42	文山县大石坎	0.96	2.77	0.04
19	文山县大地	2.33	3.09	0.01	43	文山县城子脚	0.69	2.49	-
20	文山县腰店	1.39	2.49	0.08	44	邱北县新沟农场	1.09	3.98	0.01
21	文山县湾田	0.34	5.91	0.02	45	邱北县大竹箐	1.79	4.32	0.01
22	文山县风塘滩	0.55	4.35	-	46	砚山县效址	0.68	4.73	0.07
23	马关县普明	0.32	3.95	0.04	47	砚山县盘龙	0.57	4.38	0.01
24	马关县乐作	1.61	3.71	0.04	48	砚山县法士龙	0.76	2.73	0.03

W FX- 120原子吸收分光光度计,砷、铅、汞空心阴极灯,氢化物发生器;砷、铅、汞标准液均为 1 mg/mL(中国计量科学院计量研究所提供),其余试剂均为优级纯,水为去离子水

1.2 测定方法: 用氢化物发生-原子吸收法测砷、汞,火焰原子吸收法测铅^[2,3]。经过反复试验调试,选择仪器最佳工作参数。测定条件见表 2

1.3 标准曲线的制备: 取砷、铅、汞标准液适量,用

2%硝酸稀释砷浓度为 0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6 μg/mL,铅浓度为 0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6 μg/mL,汞浓度 0, 0.01, 0.02, 0.03, 0.05 μg/mL。按测定条件测试,结果表明: 砷、铅浓度均在 0~ 0.6 μg/mL,汞浓度在 0~ 0.05 μg/mL成线性关系。砷、铅、汞的回归方程分别为: $Y= 0.028\ 643X - 0.001\ 38$, $r= 0.999\ 5$; $Y= 0.011\ 41X + 0.000\ 662$, $r= 0.999\ 8$; $Y= 0.103\ 80X - 0.009\ 438$, $r= 0.997\ 9$

1.4 回收率试验:取已知砷、铅、汞含量的三七样品和土壤样品各 5个,加入相应标准品,按上述测定方法进行测定,测得砷的平均回收率为 96.32%, RSD= 1.39%;铅的平均回收率为 97.24%, RSD= 1.06%;汞的平均回收率为 95.7%, RSD= 1.47%。

表 2 砷、汞、铅的测定条件

Table 2 Condition in determination of As, Hg, and Pb

方法	元素	波长光谱通灯电流			燃烧头高 度/mm	载气流量 (L·min ⁻¹)	燃气流量 (L·min ⁻¹)	空气流量 (L·min ⁻¹)
		/nm	带/nm	/mA				
氢化物发 生原子 吸收法	砷	193.70	0.40	10.00		120.00		
吸收法	汞	253.70	0.40	2.40		80.00		
火焰原子 吸收法	铅	283.30	0.40	2.00	5.00		1.50	6.50

1.5 精密度试验:取砷标准溶液 0.05, 0.2, 0.4 μg/mL 分别进行 6次平行测定,结果 RSD分别为 4.3%, 1.8%和 1.5%,同样对铅标准溶液 0.05, 0.2, 0.4 μg/mL 分别进行 6次平行测定,结果 RSD分别为 3.2%, 1.6%和 1.2%,对汞标准溶液 0.01, 0.02, 0.05 μg/mL 分别进行 6次平行测定,结果 RSD分别为 3.8%, 3.1%和 2.2%。

1.6 稳定性试验:取三七及土壤样品各一份,分别在 0, 1, 2, 8, 12, 24, 36 h 对其砷、铅、汞含量进行测定, RSD分别为 3.6%, 2.1%, 4.1%。

1.7 重现性试验:取砷、铅、汞适当浓度的标准液各一份,分别连续进样 6次进行测定, RSD分别为 1.8%, 1.1%, 2.9%。

1.8 样品测定:分别按前述规定的测定方法和条件测定各供试样品中砷、铅、汞的含量,测定结果见表 1, 3。

2 结果与分析

2.1 三七样品中重金属元素残留量测定结果:三七样品中重金属元素残留量测定结果见表 1 根据《三七》国家标准(报批稿),由表 1可得出以下结果。

2.1.1 三七中砷允许残留量 ≤ 2.0 mg/kg 供试 48个三七样品中砷残留量在 0.214~ 3.051 mg/kg,高于允许残留量的有 7个,占总样品数的 14.5%。有 14.5%的样品砷残留量超标。

2.1.2 三七中铅允许残留量 ≤ 5.0 mg/kg 供试 48个三七样品中铅残留量在 2.420~ 5.910 mg/kg,高于允许残留量的有 2个,占总样品数的 4.1%。有 4.1%的样品铅残留量超标。

2.1.3 三七中汞允许残留量 ≤ 0.1 mg/kg 供试 48个三七样品汞残留量在痕量~ 0.116 mg/kg,高于

允许残留量的有 1个,占总样品数的 2.1%。有 2.1%的样品汞残留量超标。

2.2 土壤样品中重金属元素残留量分析:土壤样品中重金属元素残留量测定结果见表 3 根据 GAP三七栽培基地土壤环境质量必须达到 GB 15618-1995二级标准的要求,对照表 3可得,48个土壤样品中砷、铅、汞的残留量均低于 GB 15618-1995规定的二级标准,符合三七 GAP基地对土壤环境质量的的要求。

表 3 不同产地土壤样品中砷、铅、汞的残留量

Table 3 Amounts of residues of As, Pb, and Hg in different region soil

土壤				土壤			
编号	砷 / (mg·kg ⁻¹)	铅 / (mg·kg ⁻¹)	汞 / (mg·kg ⁻¹)	编号	砷 / (mg·kg ⁻¹)	铅 / (mg·kg ⁻¹)	汞 / (mg·kg ⁻¹)
1	17.22	27.50	0.01	25	21.25	52.25	-
2	15.40	25.20	0.02	26	24.02	158.55	-
3	17.30	83.80	0.03	27	20.51	38.80	-
4	15.86	41.30	0.02	28	22.85	29.20	-
5	14.87	34.40	0.01	29	20.82	30.75	-
6	17.58	27.25	0.02	30	21.52	48.05	-
7	17.21	32.45	0.01	31	20.01	35.40	-
8	14.84	42.35	0.01	32	22.87	64.10	-
9	17.16	48.10	0.01	33	19.76	44.70	-
10	17.36	50.40	-	34	19.66	45.20	-
11	16.23	73.75	0.01	35	20.57	43.10	-
12	12.99	31.20	0.01	36	9.39	33.90	-
13	16.74	36.30	0.01	37	20.27	24.10	-
14	13.74	43.55	0.01	38	10.16	90.36	-
15	11.71	35.75	0.01	39	19.52	65.50	-
16	15.57	43.80	0.01	40	22.34	59.10	-
17	16.31	41.75	0.01	41	14.71	35.60	-
18	17.00	81.50	0.01	42	14.93	41.60	-
19	13.60	48.95	0.01	43	22.67	35.40	-
20	12.57	40.50	0.01	44	24.97	43.10	-
21	15.40	47.50	0.01	45	20.34	57.00	-
22	14.90	79.20	0.01	46	22.83	71.60	-
23	17.48	39.00	0.01	47	20.01	40.90	-
24	21.45	54.98	-	48	14.71	82.30	-

2.3 三七及其栽培土壤中重金属元素残留量的相关性分析:对 48个点的三七及其栽培土壤样品中重金属元素残留量进行相关性分析,计算得相关系数。再对相关系数进行假设测验得各 t 值分别为: -0.853 0, 0.624 7, -1.268 5,查 t 值表,在 v= 48-2= 46时, t_{0.05,46} = 2.014, t_{0.01,46} = 2.690,对照得各 |t| 值均小于 t_{0.05,46}和 t_{0.01,46},说明三七与其栽培土壤

中砷、铅、汞残留量的形成与其栽培土壤中该 3 种重金属元素残留量之间均不存在明显的相关性

3 讨论

3.1 根据现有样品分析,三七中砷、铅、汞 3 种重金属元素残留量的形成与其栽培土壤中该 3 种重金属元素残留量之间相关性不明显。为此分析,三七中砷、铅、汞残留量的形成应由其他途径所致。

3.2 分析三七中砷、铅、汞残留量形成的原因,应与空气、水源及化肥、农药的使用有关。但据对文山三七主产区的空气、水源环境质量进行检测,结果均符合 GAP 对空气及水源环境质量的要求^[4]。因此认为,三七中砷、铅、汞残留量的形成应主要由农药、化肥的不规范使用所致。

3.3 所采三七样品中文山三七产区的样品砷残留量超标的较多^[5],超标样品均为采自非三七 GAP 种植示范基地的样品,分析其中砷超标的原因,可能与

退菌特等有机砷杀菌剂的大量使用有关。因此,严格按照三七栽培标准操作规程(SOP)进行规范化栽培,是三七质量稳定可靠的重要技术保障。

References

- [1] Wang B Q. *Studies on Quality Standard of Chinese Traditional Patent Medicine and Standard Substance* (中成药质量标准与标准物质研究) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 1994.
- [2] Liang Z M. *The Heavy Metal of Chinese Medicine* (中药重金属) [M]. Beijing: China Medico-Pharmaceutical Science and Technology Publishing House, 1994.
- [3] Sanitation Institute of Chinese Academy of Medical Sciences. *Measure Method in Sanitation of Soil*. (土壤卫生监测检验方法) [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 1985.
- [4] Wang C L, Cui X M, Chen Z J, et al. Study on growth technique of Yunnan *Panax notoginseng* of SOP [J]. *GAP Study Practice* (GAP 研究与实践), 2001 (1): 19-24.
- [5] Wang C L, Cui X M, Li Z Y, et al. Analysis on residues of pesticide in *Panax notoginseng* [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 1993, 22(4): 167-169.

He-Ne 激光预处理对大青叶品质和产量的影响

陈怡平¹, 王勋陵^{1,2*}, 韩静^{3*}

(1. 西北大学生命科学学院, 陕西 西安 710069; 2. 兰州大学生命科学学院, 甘肃 兰州 730070; 3. 陕西省中医医院, 陕西 西安 710003)

摘要: 目的 研究 He-Ne 激光辐照菘蓝 *Isatis indigotica* 种子对大青叶中靛蓝、靛玉红含量以及产量的影响。方法 用 He-Ne 激光辐照浸泡 3 h 的菘蓝种子。结果 3 种不同剂量和同一剂量的不同时间长度的处理均能不同程度提高大青叶中靛蓝、靛玉红含量和大青叶产量。结论 He-Ne 激光辐照能提高大青叶靛蓝和靛玉红含量及产量。
关键词: 菘蓝; He-Ne 激光; 靛蓝; 靛玉红

中图分类号: R282.6 文献标识码: A 文章编号: 0253-2670(2003)11-1054-03

Effects of He-Ne laser pretreatment of *Isatis indigotica* seed on yield and quality of *Isatis indigotica* leaves

CHEN Yi-ping¹, WANG Xun-ling^{1,2}, HAN Jing³

(1. College of Life Science, Northwest University, Xi'an 710069, China; 2. College of Life Science, Lanzhou University, Lanzhou 730070, China; 3. Shaanxi Hospital of TCM, Xi'an 710003, China)

Key words *Isatis indigotica* Fortune; He-Ne laser; indigo; indirubin

有关激光在植物上的应用已有许多报道^[1], 适量剂量的激光辐射可以提高种子的萌发率^[2], 提高酶的活性, 叶绿素的含量以及植物的抗逆性^[3]。而菘蓝 *Isatis indigotica* Fortune 是我国常用传统中药板

蓝根、大青叶的主要来源。板蓝根和大青叶含有靛蓝及靛玉红等多种生理活性成分, 具有清热、凉血消斑之功效^[4]。有关激光对菘蓝幼苗生长的影响未见报

* 收稿日期: 2003-03-12

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (39970126)

作者简介: 陈怡平 (1968-), 男, 陕西洛南县人, 西北大学博士研究生, 先后在国内外发表研究论文 15 篇, 其中 EI 收录 2 篇, SCI 收录 2 篇, 现主要从事激光生物学和环境生物学的研究。

* 通讯作者