

# 植物样品采集·制备·储存及消解过程中存在问题分析

韩张雄, 李慧慧, 宋琼, 雷腾, 刘杰

(陕西省矿产资源勘查与综合利用重点实验室, 国土资源部西安矿产资源监督检测中心, 陕西西安 710054)

**摘要** 结合目前单位所承接的植物样品检测任务的实际情况, 分析了植物样品的野外采集、加工制备及消解过程中会遇到的几个问题, 为准确测定植物样品中重金属元素以及客观评价植物重金属污染提供了保障。

**关键词** 植物样品; 采集; 制备; 消解

中图分类号 S325 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2016)25-001-02

## Several Problems in the Process of Plant Samples Collection, Preparation and Digestion

HAN Zhang-xiong, LI Hui-hui, SONG Qiong et al (Provincial Key Laboratory of Mineral Exploration and Utilization of Shaanxi, Xi'an Testing and Quality Supervision Center for Geological and Mineral Products, The Ministry of Land and Resource, Xi'an, Shaanxi 710054)

**Abstract** Combining with the current actual situation of plant sample detection task in our institute, we analyzed the plant field acquisition, processing and preparation of samples and some of the problems encountered in the process of digestion. This research provided accurate determination of heavy metal elements and objective evaluation of the heavy metal pollution in plant samples.

**Key words** Plant samples; Collection; Preparation; Digestion

样品的采集是分析测试最重要的环节, 样品采集的合理性直接影响到被检测样品数据的可靠性, 样品的采集必须有合理科学的依据, 所采集样品必须具有代表性。一般情况下, 被检测样品均需通过采集、制备、处理、消解、检测等步骤才能获得准确的数据。植物样品作为重要的农业和环境样品, 其中有益和有害元素的检测在农业生产、环境监测和植物污染预警方面具有重要意义。植物组织样品多用于植物营养诊断和环境污染预警分析, 它们在采样方法、样品制备和分析检测方面有各自的特点和不同的要求<sup>[1]</sup>。近年来, 随着设施农业的发展、环境污染的研究, 植物样品中元素含量的检测越来越多, 然而目前植物样品的采集制备及检测并没有完全统一的方法, 导致检测中的混乱和检测结果可比性较差。笔者针对所在单位近年来所承接的植物样品分析任务, 分析了目前植物样品的采集、加工、消解过程中存在的问题, 旨在为植物样品分析提供参考。

### 1 植物样品的采样要求

植物样品根据检测目的和检测项目不同, 采集植物体不同部位的样品作为分析测试的对象。由于植物样品机体结构相对复杂, 样品的采集部位与采集量对检测结果影响很大。因此, 在植物样品采集时, 必须在典型部位采集, 采集量应足够大, 新鲜样品一般应多于 1 kg, 同时因为植物样品检测目的不同, 需要在植物样品不同的生长阶段、不同的季节定期进行采样, 小麦、玉米、水稻等粮食作物采样需要在作物成熟后进行, 应采集籽实和秸秆部分。近年来, 污染事件频频发生, 对偶然污染的植物进行采样, 需采集其整株进行分析。

### 2 植物样品采集

植物样品的采集与土壤样品的采集既有相同之处又有

不同之处。相同之处在于植物样品采集过程中也需要按照随机抽样和代表性取样 2 种方法。不同的是, 植物样品容易变质, 所以采样过程中需要时刻注意植物样品水分损失及腐烂霉变的问题, 此时最好将所采集的样品放入液氮罐, 以利于运输和保存。同时结合植物样品本身的性质和采集对象, 经常需要多种方法相结合采样, 具体的采样方法因分析对象的性质而异。

**2.1 粮食作物采集** 对于粮食作物, 田间施肥、浇水以及土壤本身等因素使得粮食作物生长均一性差, 所以需要在同一地块多点采样, 同时避开田间效应和陇间效应的影响, 尽量采集地块中间的样品。当采样单元面积较小时, 按照梅花形采样法采集样品; 当采样单元面积较大时, 可采用“S”形(或蛇形)采样法采样。采集时尽可能多采集样点, 然后混合为 1 个样品。采样量根据检测项目而定, 一般植株样品采集量要大于籽实, 用塑料袋、纸袋或布袋包装<sup>[2]</sup>。

**2.2 水果样品采集** 在果园采集样品, 一般根据采样果园的类型进行分类采集。如果果园地势平坦, 则可以沿对角线等距采样, 根据果园大小、采样区域面积、地形、检测目的确定采样点的多少。如果果园地形复杂, 也可以进行交叉对角线采样。如果果园沿着山坡等高线, 则采样点的设置也需要沿等高线均匀布点, 采样点在 10 个以上。如果所采果树较高大, 采样时需根据着果部位在果树的上、中、下, 以及内部、外部分别采样, 然后混匀, 按四分法缩分, 根据检验项目要求分取所需份数, 每份样品不少于 1 kg, 分别装入袋中, 贴好标签, 封口保存。同时记录树龄、长势和载果量等数据<sup>[3]</sup>。

**2.3 蔬菜样品采集** 蔬菜样品采集需根据样品的种类确定采样方案, 叶菜类样品采集一般在菜地按对角线“S”形(或蛇形)布点, 采样点在 10 个以上, 采样量一般不少于 1 kg。将采集的多个样品按照四分法进行缩分, 对于体积较大的样品, 可将其切成大约均等的 4 或 8 份, 取 2 份进行缩分。最后装入塑料袋, 贴上标签, 封口保存。采集需要检测新鲜植株的样品时, 需要将植株连带土取出, 用湿布或塑料袋包

**基金项目** 陕西省自然科学基金研究计划项目(2014JM5217)。

**作者简介** 韩张雄(1982-), 男, 陕西佳县人, 工程师, 硕士, 从事土壤及植物化学检测与植物逆境培育风险研究。

**收稿日期** 2016-07-06

好,防止萎蔫。而根菜类采集时应注意根部的损失问题,在去掉泥块、清洗的过程中尽量保证根系的完整性。瓜果类样品采集根据地块面积大小进行对角线法或“S”形(或蛇形)法采样,混匀后用四分法进行缩分,保证采样量在1 kg以上,然后将样品装入布袋或塑料袋中,贴好标签,封口保存<sup>[4]</sup>。

**2.4 黏稠的半固体物料(如果酱等)采集** 黏稠的半固体物料样品需要根据该类样品的性质进行采集,这类样品相对黏稠,不容易混匀,所以需要先按总件数1/2的平方根确定取样的数量,取样时根据包装的大小用采样器从各容器中分上、中、下或上、下取样,然后混匀分取缩减至检测所需要的份数和样品量。重新包装,贴好标签,封口待测<sup>[5]</sup>。

**2.5 液体物料(如植物油等)采集** 液体物料样品采集前需要对样品进行充分混匀,然后进行分层取样混合。易氧化食品搅拌时要避免与空气混合;挥发性液体食品,用虹吸法从上、中、下3层采样。取好样品后需对样品进行分装,贴好标签,保存备检<sup>[6]</sup>。

**2.6 市场样品采集** 市场样品采集时需要生产批号连包装一同采样,采取按照样品批次大小随机抽取法采样,尽量保证其代表性,然后编好采样标签。

### 3 植物样品采集标签

样品采集标签在植物样品的采集过程中特别重要,但通常易被忽视或丢失。样品采集完成后,编号标签的过程要尽量记录详细,以便后续采样时进行对照或进行准确检测,样品标签根据样品采集的地方不同,标签内容也不同<sup>[7]</sup>。

**3.1 野外采样点采样标签记录** 记录内容包括采样编号、采样点名称、经纬度、样品名称、作物品种、生长地土壤名称(或当地俗称)、成土母质、地形地势、耕作制度、前茬作物及产量、化肥农药施用情况、灌溉水源、采样点地理位置简图、树龄、长势、载果量等。

**3.2 样品加工或出售点采样标签记录** 记录内容包括采样序号、采样地点、供货地点、生产批号、样品名称、样品状态、原材料名称及品种、加工方式。

### 4 植物样品的制备与保存

**4.1 植物样品的前期制备** 植物样品在采集回实验室时一般是整株或为加工成品,不能直接进行检测,为了确保分析结果的正确性,必须对样品进行粉碎、混匀、缩分等相应的前期制备。样品前期制备的主要目的是为了使样品足够均匀,满足分析检测的要求,在检测过程中分取任何部分去检测都具有代表性。前期制备方法因植物样品的类型不同而异<sup>[8]</sup>。

所采集的粮食作物主要包括根、茎、叶及籽实样品,根据不同的分析要求对样品进行制备加工,一般需要通过去杂质(泥块等),用去离子水快速清洗,并及时晾干,然后按照分析要求进行粉碎、缩分、过筛、分装、编号、保存待测,同时要注意样品被虫咬或霉变,带壳类的粮食籽实需要去掉外壳再进行粉碎加工。同时在样品加工过程中要避免引入对检测项目有影响的污染物。

对于需要整株检测的植物,将植株洗干净,按检测要求,

分不同部位或整株剪碎,充分混匀,然后用四分法缩分至检测所需的量,制成鲜样备用,或在60℃烘干粉碎装瓶并贴好标签备用<sup>[9]</sup>。

**4.2 植物样品的保存** 所采集植物样品均应在短时间内进行分析检测,在最短的时间内检测完毕,减少水分损失及待测成分在植物体内的变化(如光解、高温分解、发酵等),如果样品不能及时分析检测的则需要对样品的保存,植物样品保存时所需要遵循的原则是:环境干燥、温度较低、避免光照、密封保存。

前期制备好的样品应尽量保存于避光通风干燥的环境下,并储存于密封性好且干净的容器内,而对于需要新鲜样品检测或植物体内容易变化的检测项目则应尽快进行,短期内做完储存于0~5℃环境下,短期内不能完成检测的则需要储存于-80℃冰箱中,且保存时注意避光。适当情况下,可加入少量对检测没有影响的防腐剂,样品存放时也要按日期、批号、编号存放,以利于后期查找或检测。

所检测的植物样品一定要留够附样,以备复查,对于容易发生变质的植物样品,则需密闭保存,尽量保持植物样品原状。植物性食品类样品感官不合格产品不必进行理化检验,直接判为不合格。

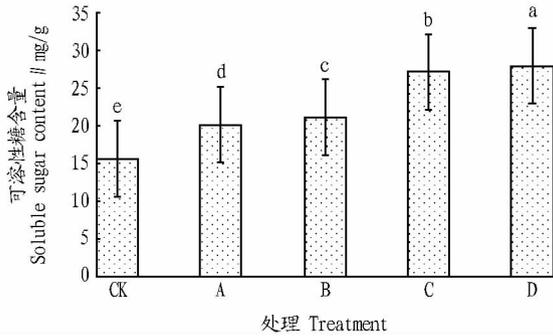
### 5 植物样品含水量测定

植物样品一般由水分和干物质组成。含水量是反映植物体生理状态和成熟度的一个重要指标,也是检定农作物产品的品质和判断其贮藏适合性的重要标准<sup>[10]</sup>。刚采的新鲜植物样品其含水量一般在70%~95%,其中植物叶片含水量较高,幼叶最高;茎秆含水量相对较少,种子含水量最少,通常在5%~15%。将新鲜植物样品中水分去除后剩余部分则为植物体干物质部分,一般包括有机质(占90%~95%)和矿物质(占5%~10%)。植物样品风干后,其含水量通常会受到周围环境的影响。因此,只有用完全干燥样品作计算(干基)植物所测组分含量,其数值才稳定<sup>[11]</sup>。常压恒温干燥法是测定植物样品中水分最常用的方法,其测定结果准确可靠,主要适用于不含易热解和易挥发成分样品。

### 6 植物样品的消解

植物样品由于其组织结构特殊性,消解方式需要根据植物样品的性质以及检测项目的特性来确定。目前,植物样品所使用的前处理方法一般有直接浸提法、敞开式干法消解、敞开式湿法消解、密闭微波消解法<sup>[12]</sup>等。直接浸提法可以浸提水溶或者其他溶剂可以直接浸提的元素或者组分,但由于不能将植物组织彻底消解,容易造成结果偏低。干法消解时,可以消解相对难以从植物中分解的元素或者组分,但一般高温炉材料中均含有被测元素,容易造成样品的污染,且某些元素会在高温时损失。湿法消解虽然适合于大部分元素和组分,但在加热过程中未封闭加压,会造成被测组分的流失使回收率偏低。密闭微波消解增加了压力使得植物样品消解完全,减少与外界环境的接触,降低了污染,避免了由于酸挥发而造成的损失,同时提高了温度,又缩短了消

(下转第6页)



注:不同小写字母表示处理间差异显著( $P < 0.05$ )。

Note: Different lowercases in the same row indicated significant differences between treatments ( $P < 0.05$ ).

图4 浦绿对天堂草 328 可溶性糖含量的影响

Fig. 4 Effects of PRIMO MAXX on soluble sugar content of Tif-green 328

显著提高其绿色指数、草坪盖度、分蘖数、地上与地下生物量,而且还能增强草坪草抗性,但高浓度浦绿则相反,会影响草坪质量。综合评价以  $0.10 \text{ mL/m}^2$  的浦绿处理效果最佳,其既可使天堂草 328 显著矮化,又不影响草坪质量。

适宜浓度的浦绿可提高草坪草的地下生物量,但浓度过高则会降低其地下生物量,而地下生物量的大小与根系生长状态有直接关系。此外,根系发育状况对草坪生长状态影响很大,根系发育好则草坪草吸收能力强,耐瘠薄。目前矮化剂对于根系的影响有 2 种不同的观点:一种认为由于株高和生殖生长受到抑制而使合成物质转向地下部,促进根部的生长;另一种认为由于某些矮化剂存在潜在的植物毒性,因而影响根系下扎。因此,浦绿的施用浓度、施用时期等对不同

草种根系的影响还有待于进一步探讨。

矮化剂的生物学功能是一个非常复杂的过程,对其作用机理目前尚缺乏系统的、统一的认识,很多植物激素都是与草坪草相互作用后才有效果的,因此,为提高浦绿在草坪养护与管理上的使用效果,未来还需进一步研究它们的作用机理。

#### 参考文献

- [1] 庞茜,赵秀兰. 生长延缓剂在草坪养护中的应用[J]. 四川草原,2006(2):39-41.
- [2] DEMOEDEN P H. Moving of three rescue species for lowmaintenance turf sites[J]. Crop Sci,1994,34:1645-1649.
- [3] 刘国勇,李会彬,边秀举,等. 植物生长延缓剂在草坪上的应用[J]. 草业科学,2007(2):100-104.
- [4] 张恩和,胡恒觉. 多效唑的作用机理及应用效果[J]. 世界农业,1996(1):20-22.
- [5] 黄晓梅. 多效唑在农业上的应用进展[J]. 北方园艺,2002(6):40.
- [6] 蒋慎法,刘锡奎,唐建军,等. 草坪矮化技术的应用[J]. 江苏绿化,1999(1):32-33.
- [7] 卢少云,陈斯曼,陈斯平,等. ABA、多效唑和烯效唑提高狗牙根抗旱性的效应[J]. 草业学报,2003,12(3):100-104.
- [8] 何霞,杨志民,徐迎春. 生长延缓剂在草坪草上的应用研究进展[J]. 草业科学,2007,24(1):91-97.
- [9] 范海荣,华路,王洪海. 草坪质量评价指标体系与评价方法探讨[J]. 草业科学,2006(10):101-105.
- [10] 郑海金,华路,高占国. 草坪质量的指标体系与评价方法[J]. 首都师范大学学报(自然科学版),2003(1):78-82,97.
- [11] 唐欣. 六种暖季型草坪草生物学特性及坪用性状研究[D]. 长沙:湖南农业大学,2010.
- [12] 韩春梅,张新全,彭燕,等. 高羊茅草坪的坪用价值比较[J]. 安徽农业科学,2007,35(5):1339-1341.
- [13] 刘宁芳. 野生假俭草生物学特性及坪用价值研究[D]. 长沙:湖南农业大学,2008.
- [14] 刘强,姚拓,马晖玲. 菌肥与柠檬酸互作对石灰性土壤生物学特性及草坪质量的影响[J]. 草业学报,2014(5):223-230.
- [15] 路文静. 植物生理学[M]. 北京:中国林业出版社,2011.

(上接第 2 页)

解时间,且大大减少了消解时酸量的消耗,空白值也相对较低,是目前应用相对广泛的消解方法,但其成本相对较高。因此,在植物样品消解过程中既要考虑其本身性质及检测项目的特性,又要考虑成本,选择合适的消解方法。

#### 参考文献

- [1] 鲍士旦. 土壤农化分析[M]. 北京:中国农业出版社,1999.
- [2] 陈桂英. 建阳市水稻测土配方施肥研究与应用[D]. 北京:中国农业科学院,2010.
- [3] 蒋国辉. 蔬菜、水果及粮食农药残留检测方法的建立[D]. 长沙:湖南农业大学,2005.
- [4] 彭玮. 药物残留快速检测的采样方法和注意事项[J]. 养殖技术顾问,2014(9):215.

- [5] 李俊. 贵阳市蔬菜农药残留现状分析[D]. 贵州:贵州大学,2009.
- [6] 四川省质量技术监督局. 粮油作物植物样品田间采集及制备技术规范(第一部分):DB51/T 1047—2010[S]. 四川省质量技术监督局,2010.
- [7] 张洪霞. 矮壮素和助壮素在番茄栽培基质及番茄植株中残留与消解规律研究[D]. 乌鲁木齐:新疆农业大学,2012.
- [8] 郑昱东,张跃春. 干基生物样品的制备及配套分析方法[J]. 吉林地质,2010,29(4):100-102.
- [9] 张莉. 不同类型三叶草部分营养成分含量的测定及比较[J]. 现代农业科技,2014(14):238-239.
- [10] 赵越,吴玉霞,何天明. 铁素缺乏对库尔勒香梨植株含水率、灰分率的影响[J]. 天津农业科学,2015,21(9):6-9.
- [11] 赵宁,杨斌,刘爱平. 两种测定三叶草中水分含量的方法比较[J]. 计量与测试技术,2012,39(4):20-21.
- [12] 黄会秋. 微波消解-氟离子选择电极法测定海产品中氟的研究[J]. 中国卫生检验杂志,2005,15(9):1088-1090.