

气相色谱法测定肥料中植物生长调节剂胺鲜酯、多效唑的含量

GC-216

摘要： 本文使用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了肥料中植物生长调节剂胺鲜酯和多效唑含量的检测方法。在 5-200 mg/L 浓度范围内，组分相关系数均在 0.999 以上，线性关系良好。取浓度为 5 mg/L 标准溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD% 均小于 2%。低、中、高加标回收率测试中，胺鲜酯、多效唑平均回收率在 80%~110% 之间。本方法参考 GB/T 40460-2021《肥料中植物生长调节剂的测定 气相色谱法》，检出限、线性、重复性等均满足标准相关要求，可用于肥料中植物生长调节剂胺鲜酯和多效唑的测定。

关键词： 气相色谱法 肥料 植物生长调节剂 胺鲜酯 多效唑

在农业生产中，植物生长调节剂是肥料中常见的添加剂，对提高种植效益、增加作物产量、增强作物抗性及改善产品品质有显著效果。胺鲜酯、多效唑是常见的植物生长调节剂。

胺鲜酯（DA-6）是一种新型细胞分裂素类植物生长调节剂，对多种农作物具有显著的增产、抗逆、抗病，改善品质、早熟等功效，但使用浓度过高，会对一些农作物生长产生抑制现象。多效唑是一种高效低毒的植物生长延缓剂，具有延缓植物纵向生长、促进横向生长、抑制菌体生长、延缓衰老等作用，虽然生理效应显著，但其残留时间较长，在土壤中降解缓慢，长

期使用或过量使用会对食品、水造成污染，从而危害人体和生态环境健康。若在肥料产品中随意添加植物生长调节剂，极易造成与植物生长调节剂制剂产品重复使用的现象，对农作物及环境造成潜在危害。因此，建立同时检测肥料产品中胺鲜酯、多效唑的方法非常必要。

本文参考了国家标准 GB/T 40460-2021《肥料中植物生长调节剂的测定 气相色谱法》，采用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，建立了肥料中植物生长调节剂胺鲜酯和多效唑含量的检测方法。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi -5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：60°C (1 min)_20°C /min_300°C (3 min)

载气：N₂

流速：1.5 mL/min

进样方式：分流进样

分流比：2:1

进样量：1 μL

进样口温度：250°C

载气控制模式：恒流速方式

检测器：FID 检测器

检测器温度：300°C

氢气流量：32 mL/min

空气流量：200 mL/min

尾吹气流量：24 mL/min

■ 样品前处理

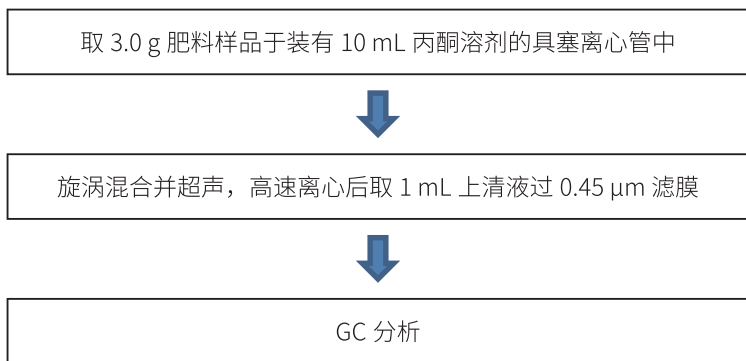


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

胺鲜酯和多效唑的标准溶液色谱图见图 2，相关化合物信息见表 1。

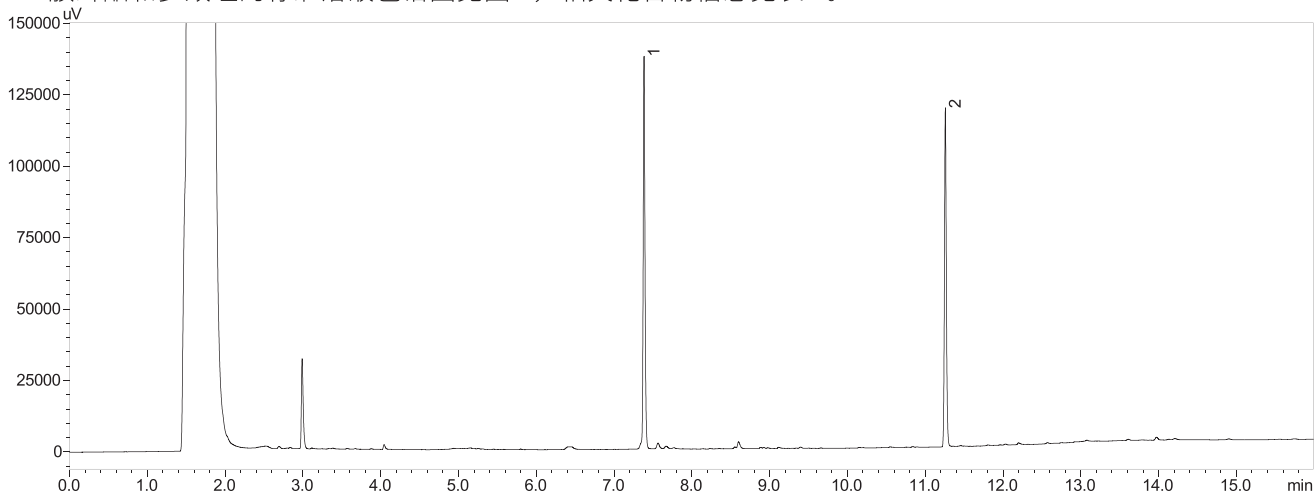


图 2 胺鲜酯、多效唑标准溶液色谱图（浓度 50 mg/L）

表 1 化合物信息

| No. | 化合物名称 | 英文名称 | CAS 号 | 保留时间 (min) |
|-----|-------|-------------------------------|------------|------------|
| 1 | 胺鲜酯 | 2-Diethylaminoethyl hexanoate | 10369-83-2 | 7.390 |
| 2 | 多效唑 | Paclobutrazol | 76738-62-0 | 11.264 |

3.2 标准曲线、检出限及定量限

用丙酮作为溶剂，配制系列浓度为 5、10、25、50、75、100、200 mg/L 的混合标准工作溶液。采用外标法制作标准曲线，标准曲线如下图 3。以 5 mg/L 浓度点的色谱峰 3 倍信噪比计算仪器检出限，标准曲线信息及检出限结果见表 2。

结果显示，胺鲜酯和多效唑在 5-200 mg/L 浓度范围内，线性相关系数 R 大于 0.999，线性良好，仪器检出限为 0.018 mg/L。

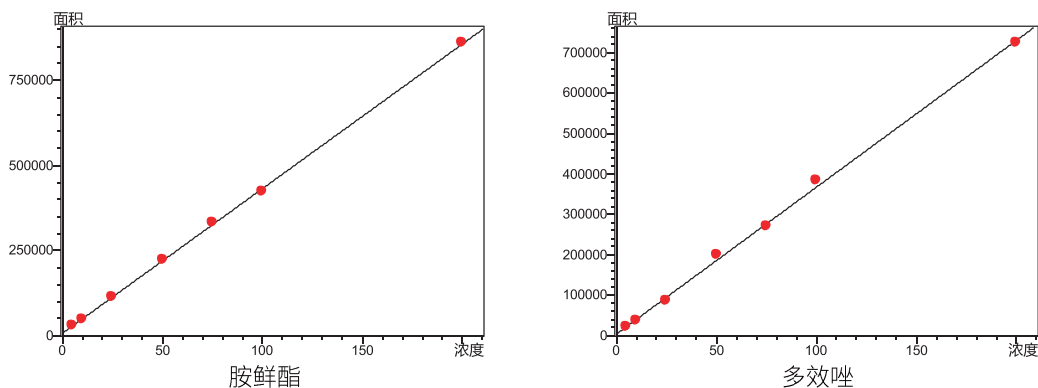


图 3 化合物标准曲线

表 2 标准曲线信息及仪器检出限

| No. | 化合物 | 线性方程 | 相关系数 R | 准确度 % | 检出限 (mg/L) |
|-----|-----|----------------------|--------|------------|------------|
| 1 | 胺鲜酯 | $y=4243.84x+7764.05$ | 0.9998 | 95.5-107.2 | 0.018 |
| 2 | 多效唑 | $y=3628.72x+4627.22$ | 0.9991 | 84.5-107.5 | 0.018 |

3.3 重复性测试

取浓度为 5 mg/L 标准溶液连续 6 次进样，考察重复性。结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

| No. | 化合物 | 峰面积 | | | | | | RSD(%) |
|-----|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| 1 | 胺鲜酯 | 28338 | 28206 | 28018 | 27933 | 27741 | 27393 | 1.21 |
| 2 | 多效唑 | 20273 | 20154 | 20160 | 20230 | 20193 | 20190 | 0.22 |

3.4 实际样品测试及加标回收率结果

按照 2 中所描述的前处理方法，处理某品牌直接施用于草莓种植的固体有机肥料样品后进样分析，得到色谱图如图 4 所示，其中胺鲜酯和多效唑的含量分别为 5.03 mg/kg 和 34.37 mg/kg。

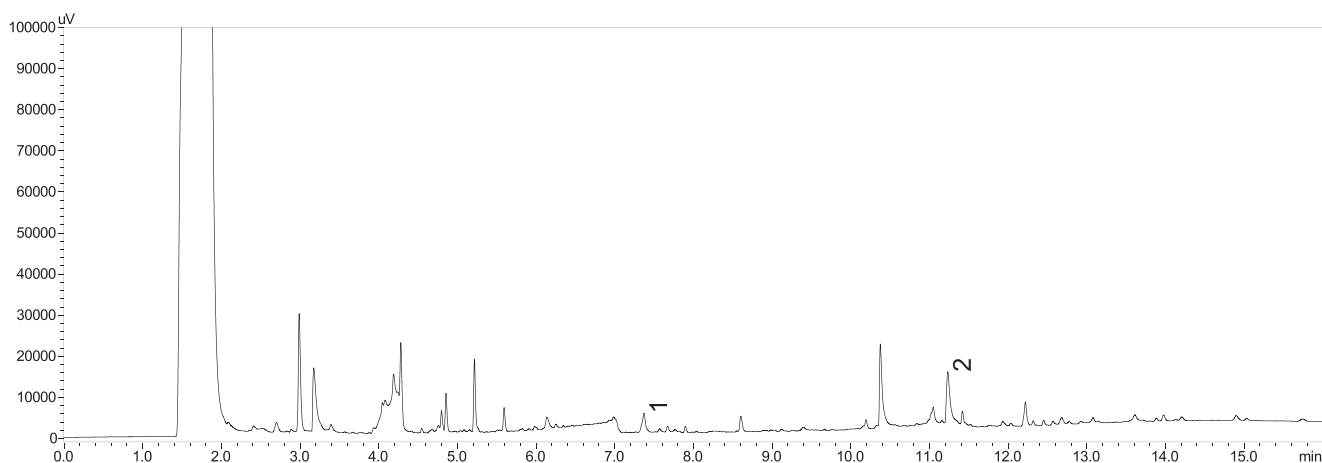


图 4 直接施用于草莓种植的固体有机肥料样品色谱图

对实际样品进行低中高浓度加标实验，加标浓度分别为 16.67、83.33 和 250 mg/kg。上机测定胺鲜酯和多效唑的浓度，取三次平行测定结果的平均值评估回收率。实际样品中胺鲜酯和多效唑的浓度及低中高加标回收率见表 4。

表 4 三次平行测定低中高加标回收率结果

| No. | 化合物 | 含量 (mg/kg) | 加标量 (mg/kg) | 测定含量 (mg/kg) | | | RSD (%) | 平均回收率 (%) |
|-----|-----|---------------|----------------|--------------|--------|--------|------------|--------------|
| | | | | 1 | 2 | 3 | | |
| 1 | 胺鲜酯 | 5.03 | 16.67 | 20.93 | 20.17 | 19.50 | 3.52 | 91.0 |
| | | | 83.33 | 84.90 | 84.13 | 84.10 | 0.53 | 95.2 |
| | | | 250.00 | 240.17 | 239.77 | 238.70 | 0.32 | 93.8 |
| 2 | 多效唑 | 34.37 | 16.67 | 49.10 | 46.23 | 48.70 | 3.23 | 81.8 |
| | | | 83.33 | 123.40 | 125.97 | 119.67 | 2.58 | 106.4 |
| | | | 250.00 | 296.03 | 302.07 | 299.57 | 1.01 | 105.9 |

■ 结论

采用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 建立了肥料中植物生长调节剂胺鲜酯和多效唑含量的检测方法。在 5-200 mg/L 浓度范围内，胺鲜酯和多效唑标准曲线的线性相关系数均在 0.999 以上。取浓度 5 mg/L 标准溶液 6 次平行测定，峰面积 RSD% 均小于 2%，重复性良好。低、中、高加标试验中，胺鲜酯和多效唑的平均加标回收率范围在 80% 至 110% 之间，回收率良好。该方法可为肥料中植物生长调节剂胺鲜酯和多效唑含量的测定提供参考。

岛津应用云

