

GC-MS/MS 法测定绿色植物中 3 种酸性植物激素含量

GCMSMS-051

摘要: 利用气相色谱串联二级质谱(GC-MS/MS)建立了快速分析青瓜中3种植物激素(IAA、ABA、SA)的检测方法。在10~500 µg/L 浓度范围内,3种植物激素相关系数均在0.999以上。在青瓜样品中加入植物激素混合标液,进行加标试验,3种植物激素的加标回收率在72~107%之间,完全满足青瓜中酸性植物激素检测的要求。

关键词: GC-MS/MS 青瓜 植物激素 衍生化

植物激素(Plant hormone),又称植物荷尔蒙,是一些在植物体内合成,可以从产生部位输送至作用部位,微量浓度即可对植物体产生某种生理作用的活性有机物。亦可以人工合成结构作用相似的化学物质。它们在细胞分裂与伸长、组织与器官分化、开花与结实、成熟与衰老、休眠与萌发以及离体组织培养等方面,分别或相互协调地调控植物的生长、发育与分化。

植物激素的化学结构已为人所知,植物体内产生的植物激素有脱落酸等。人工合成的相似物质称为生长调节剂,如吲哚乙酸。最近新确认的植物激素有水杨酸,

茉莉酸(酯)等。

本文采用硅烷化衍生前处理方法,结合岛津三重四极杆气相色谱质谱仪建立了同时分析青瓜中3种植物激素的检测方法。该方法通过乙酸乙酯/正己烷(1:1)混合溶剂提取,BSTFA 衍生化,提高了目标物的挥发性和热稳定性。同时三重四极杆串联质谱具有抗干扰能力强、灵敏度高等特点,这使其在复杂基质背景下仍能完成目标化合物的准确鉴定。该方法具有简单、快速、灵敏、可靠等特点,完全满足对青瓜中植物激素检测的要求。

实验部分

1.1 仪器

岛津三重四极杆气质联用仪:GCMS-TQ8030

1.2 分析条件

色谱柱:Rxi-5sil MS, 30m×0.25mm×0.25µm

进样口温度:290℃

柱温程序:50℃(2 min)_(25℃/min)

_300℃(3 min)

恒压方式:53.5 kPa

柱流量:1.03 mL/min

进样方式:不分流(1min)

进样量:1 µL

离子源:230℃

色谱质谱接口温度:250℃

采集方式:MRM,采集条件见表1。

检测器电压:调谐值+0.6 kV

样品制备

2.1 标准谱图

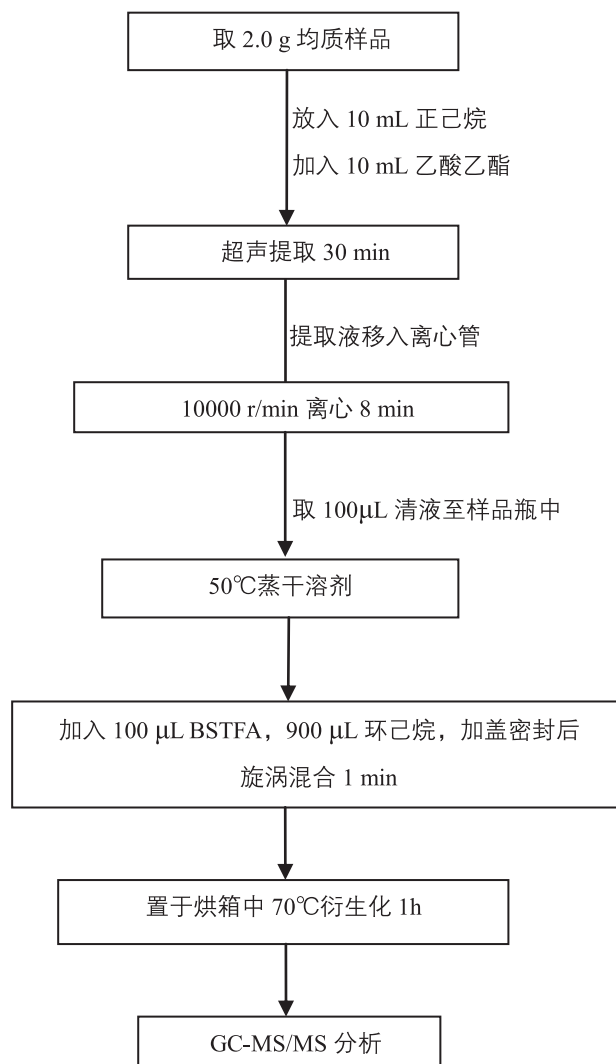


图 1 样品前处理流程图

表 1 植物激素名称、对应衍生物保留时间及 MRM 参数

| No. | 中文名称 | CAS号 | 英文名称 | 保留时间(min) | 定量离子对 | CE | 定性离子对 | CE |
|-----|------|------------|----------------------------|-----------|---------|----|---------|----|
| 1 | 水杨酸 | 69-72-7 | Salicylicacid (SA) | 8.269 | 267>73 | 15 | 267>209 | 10 |
| 2 | 吲哚乙酸 | 87-51-4 | Indole-3-acetic acid (IAA) | 10.481 | 202>73 | 15 | 202>91 | 10 |
| 3 | 脱落酸 | 14375-45-2 | Abscisic acid (ABA) | 11.434 | 190>134 | 10 | 190>162 | 5 |

结果讨论

3.1 植物激素混合标准溶液色谱图

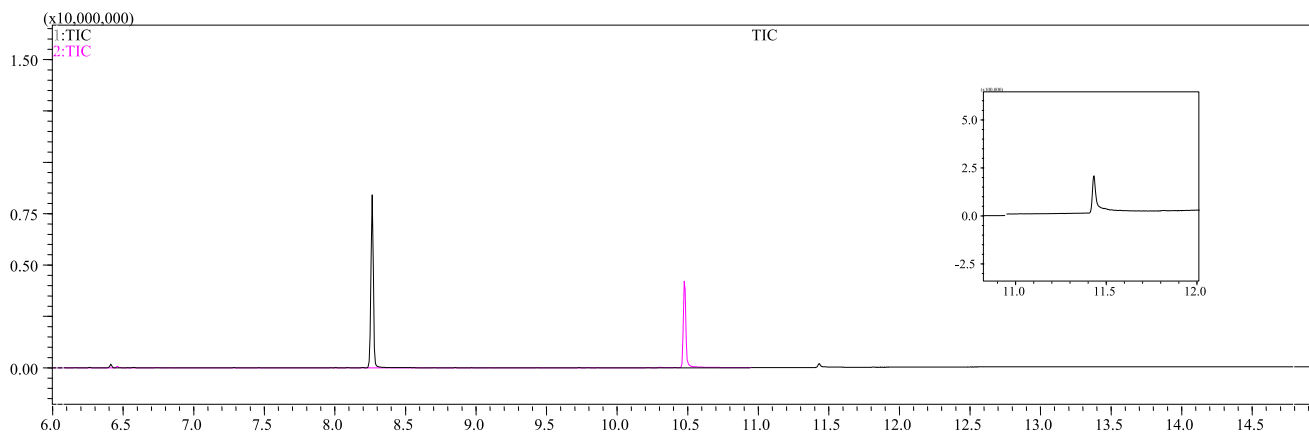


图 2 植物激素混合标样衍生物的 MRM 图 (50 $\mu\text{g/L}$)

3.2 标准曲线

用环己烷分别配制浓度为 10、20、50、100、200、500 $\mu\text{g/L}$ 的植物激素衍生生物混合标准溶液。以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线，各组分标准曲线和 MRM 质量色谱图如图 3 所示。检出限按照 3 倍的峰峰比计算。标准曲线的相关系数、最低检出限 (LOD) 见表 2。

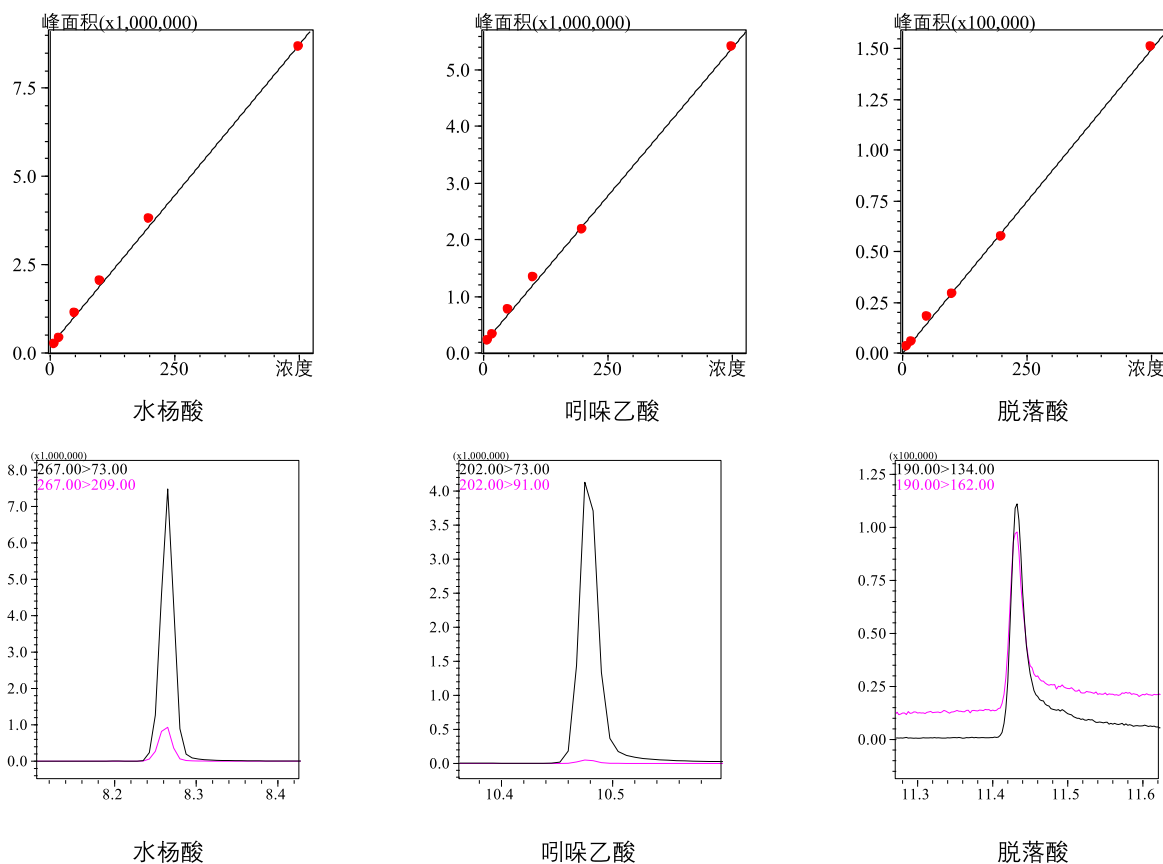


图 3 植物激素组分标准曲线及质量色谱图 (20 $\mu\text{g/L}$)

表 2 各植物激素组分标准曲线相关系数、最低检出限 (LOD) 及加标回收率结果

| No. | 化合物名称 | 相关系数r | LOD ($\mu\text{g/L}$) | 加标浓度 25 mg/kg | |
|-----|-------|--------|----------------------------|---------------|--------|
| | | | | 平均回收率(%) | RSD(%) |
| 1 | 水杨酸 | 0.9990 | 0.20 | 71.6 | 4.1 |
| 2 | 吲哚乙酸 | 0.9991 | 0.28 | 107.4 | 6.6 |
| 3 | 脱落酸 | 0.9994 | 7.80 | 83.5 | 9.5 |

3.3 回收率测试

在青瓜样品基质样品中加入植物激素混合标准溶液,加标浓度为 25 mg/kg,按照上述前处理步骤,平行处理 3 份,样品加标回收率结果见表 2。

3.4 样品测试

对市售的青瓜样品进行检测,其中水杨酸、吲哚乙酸未检出,检测出脱落酸含量为 0.32 mg/kg。该样品色谱图见图 4。

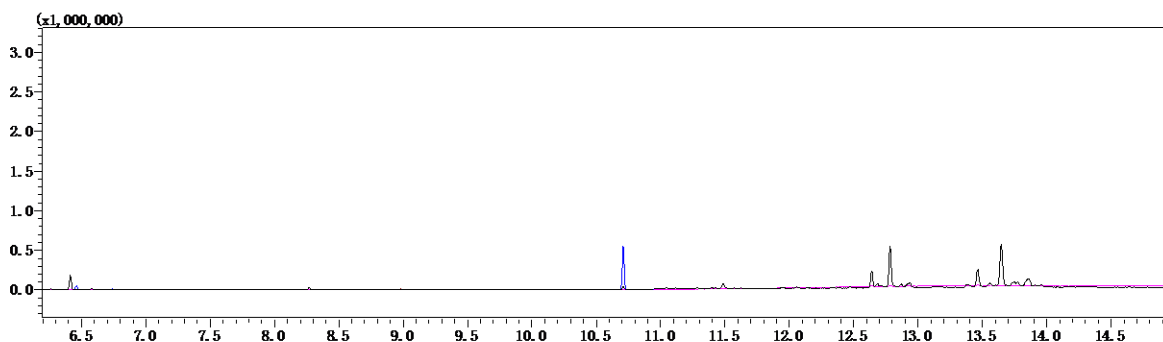


图 4 青瓜样品 MRM 色谱图

结论

通过硅烷化试剂衍生前处理方法,屏蔽有机物中的活泼氢,结合岛津 GCMS-TQ8030 三重四极杆气相色谱质谱仪,对青瓜中 3 种酸性植物激素进行分析。该方法峰形好,灵敏度高,3 种植物激素组分加标回收率在 72~107% 之间,完全满足日常检测的要求。