

气相色谱法检测肥料中植物生长调节剂

GC-233

摘要：本文使用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了肥料中植物生长调节剂胺鲜酯、多效唑含量的检测方法。在 5~100 mg/L 浓度范围内，胺鲜酯、多效唑标准曲线线性良好，相关系数 R 均大于 0.999。取浓度为 25 mg/L 的胺鲜酯、多效唑标准溶液，连续 6 次进样，胺鲜酯、多效唑峰面积 RSD 值均小于 2%。加标回收率实验，加标浓度分别为 250、1250 和 5000 mg/kg，回收率在 89.6-102.3% 之间，完全满足检测的要求。

关键词：气相色谱法 肥料 植物生长调节剂 胺鲜酯 多效唑

胺鲜酯 (DA-6) 是一种新型细胞分裂素类的植物生长调节剂，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。但是，胺鲜酯在不同农作物的使用浓度是不同的，若在肥料中隐形添加胺鲜酯，可能会对农作物造成潜在的危害。多效唑是三唑类植物生长调节剂，是内源赤霉素的合成抑制剂。它的农业应用价值在于对农作物生长的控制效应。多效唑的药效时间长，如使用不当，极易造成农药残留或对后续的农作物产生药害。

我国对植物生长调节剂按照农药登记的要求进

行管理，但是农药登记时间长、费用高，一些不法厂商在肥料中违禁添加植物生长调节剂的现象屡见不鲜，影响了肥料行业的健康发展。因此，对胺鲜酯、多效唑的检测十分重要。

本文参考《GB/T 40460-2021 肥料中植物生长调节剂的检测 气相色谱法》，采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了肥料中胺鲜酯、多效唑含量的检测方法，该方法线性、重复性、检出限等均满足日常检测的要求，可为肥料中胺鲜酯、多效唑的测定提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

载气：氮气

载气控制模式：恒流

线速度：26.5 cm/sec

色谱柱流量：1.0 mL/min

进样方式：分流进样

分流比：20:1

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

进样量：1 μL

检测器：FID检测器

检测器温度：300°C

氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

■ 样品前处理

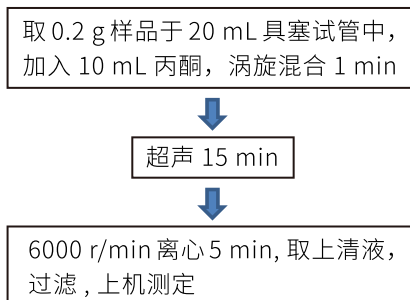


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

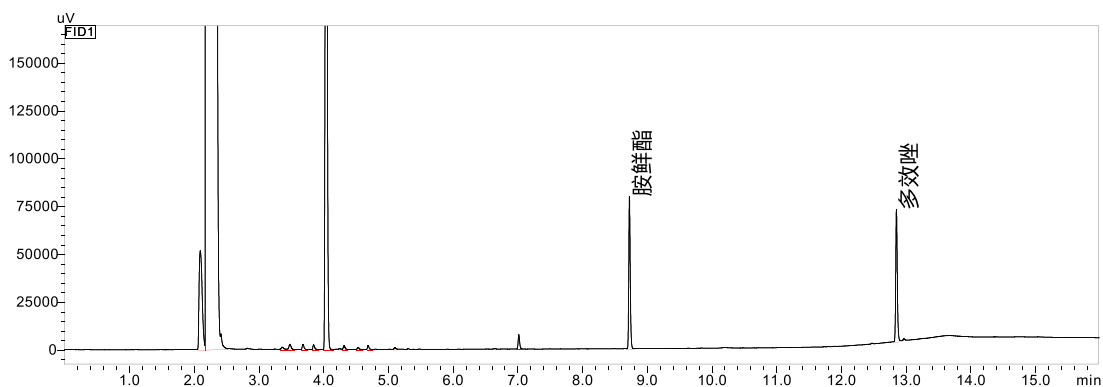


图2 标准溶液色谱图 (浓度 50 mg/L)

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	Diethyl aminoethyl hexanoate (DA-6)	10369-83-2	8.739
2	多效唑	Paclobutrazol	76738-62-0	12.866

3.2 标准曲线及检出限

取浓度为 1000 mg/L 胺鲜酯和多效唑标准储备液，用丙酮配制系列浓度为 5、25、50、75、100 mg/L 的标准溶液。经测定得到胺鲜酯和多效唑标准曲线如下图所示。以浓度为 5 mg/L 的标准溶液，3倍信噪比计算检出限，标准曲线信息及仪器检出限结果见表 2。

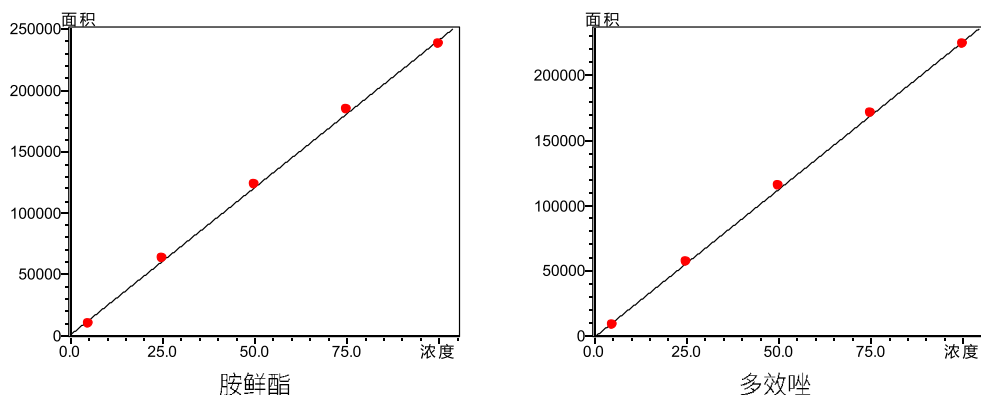


图3 两个组分标准曲线

表2 标准曲线信息及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (mg/L)
1	胺鲜酯	0.9993	0.52
2	多效唑	0.9996	0.71

3.3 重复性测试

取浓度为 25 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.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	胺鲜酯	38214	38226	38130	38217	39167	38990	1.2
2	多效唑	40197	40135	40315	40230	40037	40426	0.3

3.4 回收率测试

取空白样品进行加标实验, 加标浓度分别为 250、1250和 5000 mg/kg, 平行 3份, 按前述前处理后, 上机测定。回收率结果见表 4。

表 4 回收率结果 (n=3)

No.	化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	胺鲜酯	250	98.4	99.4	100.6	99.5	1.1
		1250	89.9	92.8	90.0	90.9	1.8
		5000	101.0	99.7	99.9	100.2	0.7
2	多效唑	250	103.5	103.4	100.2	102.3	1.8
		1250	87.0	91.8	90.1	89.6	2.7
		5000	97.7	98.4	100.1	98.7	1.3

3.5 样品检测

对市售某品牌胺鲜酯肥料样品进行检测, 按前述前处理后上机测定, 该样品色谱图见图 3, 该样品中胺鲜酯含量为 24.66 g/kg, 多效唑未检出。

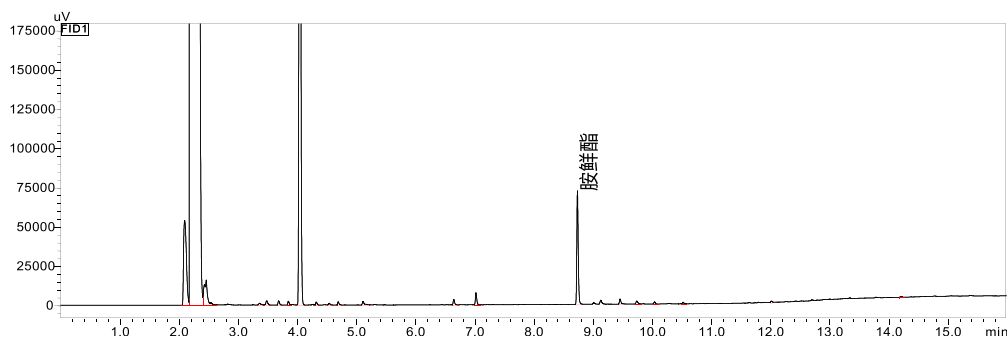


图 4 某肥料样品色谱图

■ 结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2010 Pro建立了肥料中胺鲜酯、多效唑含量的检测方法。在 10~100 mg/L浓度范围内, 胺鲜酯、多效唑标准曲线线性良好, 相关系数 R均大于 0.999。取浓度为 25 mg/L标准溶液, 连续测定 6针, 胺鲜酯、多效唑峰面积 RSD均小于 2%, 重复性良好。加标试验中, 加标浓度分别为 250、1250和 5000 mg/kg, 回收率在 89.6-102.3%之间。该方法可为肥料中胺鲜酯、多效唑含量的测定提供参考。

岛津应用云

