

GCMS 法测定肥料中 7 种植物生长调节剂含量

GCMS-554

摘要： 本文使用岛津气质联用仪 GCMS-QP2050 建立了肥料中 7 种植物生长调节剂含量的检测方法。样品经丙酮萃取后上机测试。分析结果表明：7 种植物生长调节剂组分在 0.01-2 mg/L 范围内标准曲线均线性良好，线性相关系数大于 0.999，各组分的仪器检出限为 0.0002-0.0071 mg/L。取浓度为 0.01 mg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，各化合物重复性结果均小于 3%。加标样品平均回收率在 86.7~117 % 之间。该方法灵敏度高，重复性好，适用于农作物肥料中 7 种植物生长调节剂含量的同时检测。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 植物生长调节剂 胺鲜酯 噻节因 烯效唑

技术特点：

- ❖ 采用超声萃取，前处理过程简单易操作。
- ❖ 采用 SIM 方法，有效降低基质干扰，灵敏度高。

植物生长调节剂，是一类从微生物中提取或人工合成的、对植物的生长发育具有调节作用的化学物质，它具有与植物激素相似的化学性质以及生理和生物学效应。由于植物生长调节剂可以有效调控植物从细胞产生、分裂，到生根、发芽、开花、结果等生长和发育全过程，故被应用在农业生产中，以达到改善品质、增产增收的目的。在复合肥中添加植物生长调节剂可以增加营养的吸收利用效率，强化肥料的作用效果，进一步提高作物的产量和品质。

植物生长调节剂的功效受很多因素影响，如作物品种、施药部位、调节剂品种、施用浓度及外部自然条件等等。若使用方法不当，反而会影响植物的生长。故需要测定农作物肥料中各种植物生长调

节剂含量，以控制其最佳用量范围。

2023 年 8 月，我国国家市场监督管理总局、标准化管理委员会联合发布《GB/T 42954-2023 肥料中植物生长调节剂的测定 气相色谱 - 质谱联用法》，针对肥料中胺鲜酯、氯苯胺灵等 7 种植物生长调节剂含量的测定给出了明确的测试方法。

本文参考上述标准，利用岛津气质联用仪 GCMS-QP2050 建立了肥料中 7 种植物生长调节剂含量同时测定的方法。样品经丙酮萃取后上机，前处理过程简单，方法灵敏度、精密度可达标准要求，重复性好，定量准确，适合于农作物肥料中 7 种植物生长调节剂含量的检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪

1.2 分析条件

色 谱 柱：SH-Rxi-5 Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱 温 程 序：60°C_20°C/min_280°C (5 min)

进 样 口 温 度：280°C

载 气 控 制 模 式：恒线速度

色 谱 柱 流 量：1.0 mL/min

进 样 方 式：不分流进样

进 样 量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：250°C

接 口 温 度：280°C

检测器电压：调谐电压 +0.1 kV

采 集 方 式：SIM，化合物信息见表 1

1.3 样品前处理

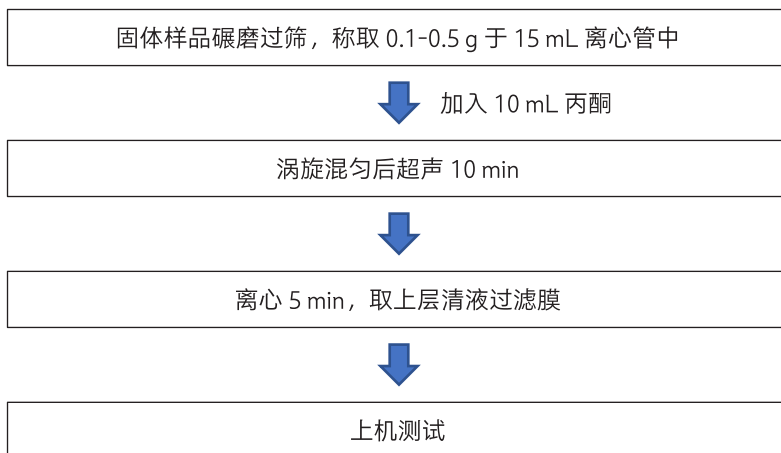


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 标准品溶液色谱图

7 种植物生长调节剂标准溶液色谱图如图 2 所示，化合物相关信息见表 1，化合物质量色谱图见图 3。

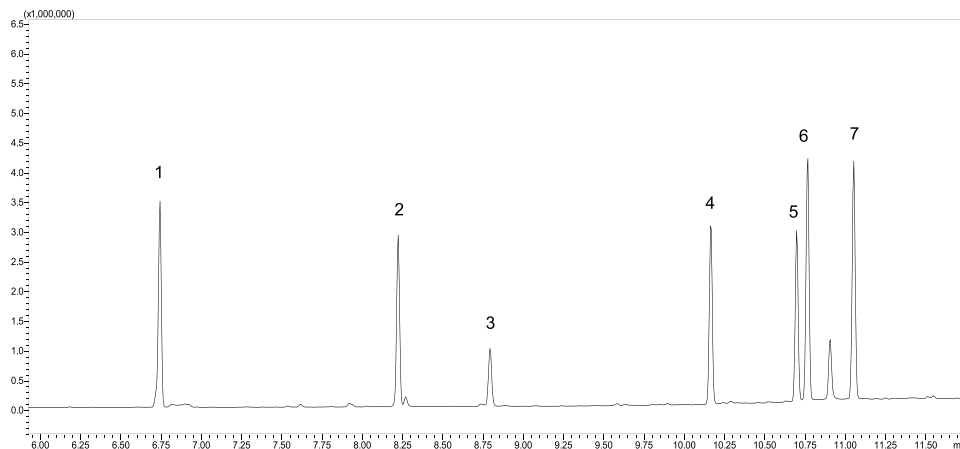


图 2 7 种植物生长调节剂标准溶液色谱图（浓度 2.0 mg/L）

表 1 7 种植物生长调节剂信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	胺鲜酯	2-Diethylaminoethyl hexanoate	10369-83-2	6.753	86	100,143
2	氯苯胺灵	Chlorpropham	101-21-3	8.226	127	213,171
3	噻节因	Dimethipin	55290-64-7	8.794	54	43,76
4	仲丁灵	Butralin	33629-47-9	10.166	266	224,267
5	氟节胺	Flumetralin	62924-70-3	10.700	143	145,404
6	多效唑	Paclobutrazol	76738-62-0	10.766	236	125,82
7	烯效唑	Uniconazole	83657-22-1	11.052	234	70,236

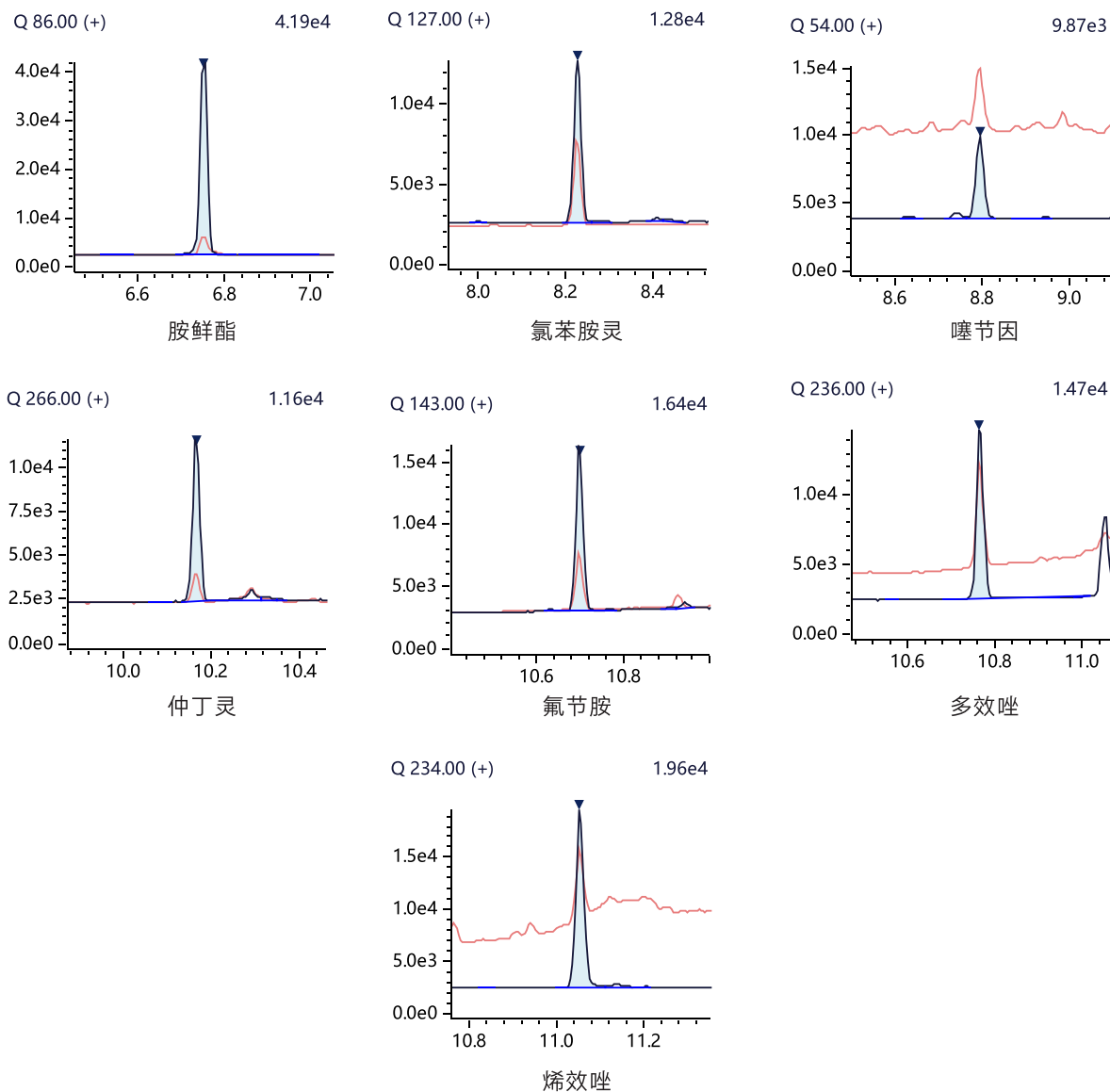


图 3 7 种植物生长调节剂质量色谱图 (0.02 mg/L)

2.2 标准曲线和检出限

使用丙酮配制浓度分别为 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 mg/L 的混合标准工作溶液，按 1.2 中的仪器条件进行分析。以各目标物的质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标绘制外标法标准曲线，各化合物标准曲线如图 4 所示。根据 0.01 mg/L 标样数据，以 3 倍信噪比 (S/N) 计算各化合物的检出限，结果见表 2。

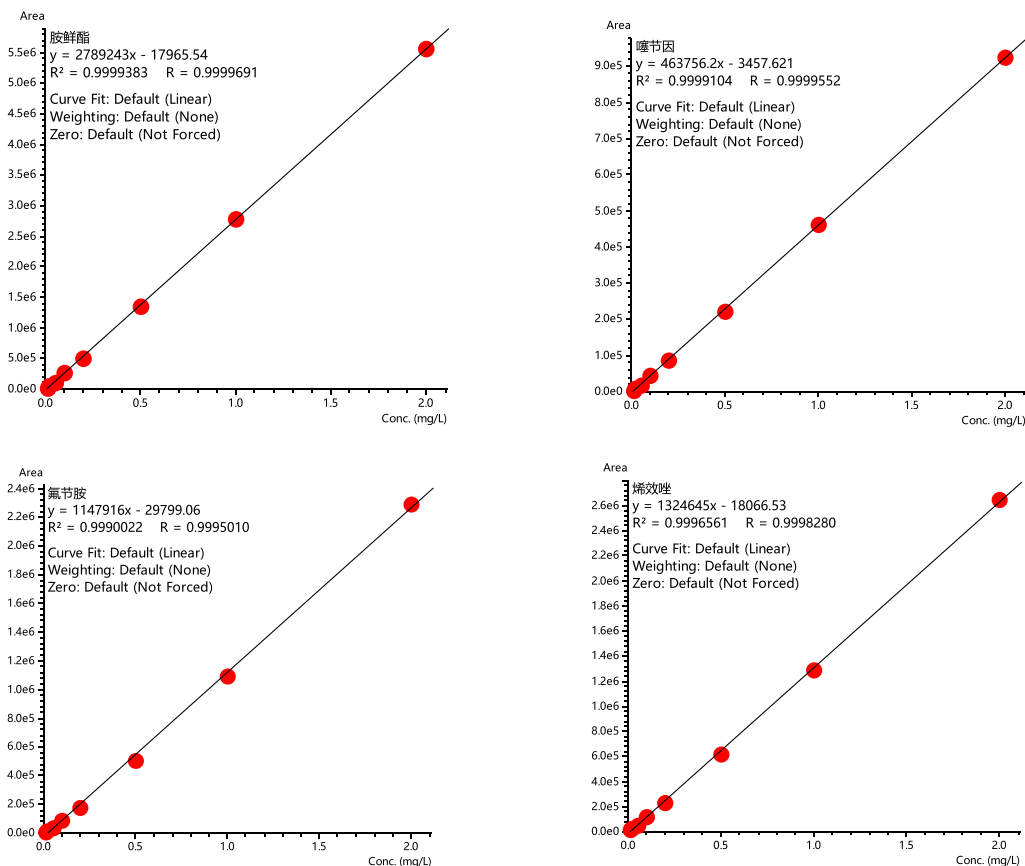


图 4 部分化合物标准曲线

表 2 7 种植物生长调节剂标准曲线相关系数和检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	仪器检出限 (mg/L)
1	胺鲜酯	0.9999	0.0003
2	氯苯胺灵	0.9999	0.0012
3	噻节因	0.9999	0.0013
4	仲丁灵	0.9994	0.0071
5	氟节胺	0.9995	0.0051
6	多效唑	0.9999	0.0005
7	烯效唑	0.9998	0.0002

2.3 重复性测试

取浓度为 0.01 mg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，各化合物重复性结果见表 3。

表 3 重复性测试结果

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	胺鲜酯	24939	25017	24452	25195	24618	24361	1.35
2	氯苯胺灵	6048	5972	6015	5996	6049	6003	0.50

3	噻节因	3769	3850	3807	3947	3968	4214	4.10
4	仲丁灵	5253	5181	5148	5182	5240	5224	0.78
5	氟节胺	7623	7522	7472	7425	7316	7438	1.38
6	多效唑	7782	7382	7497	7546	7242	7385	2.47
7	烯效唑	11011	10895	10698	10693	10590	10526	1.72

2.4 加标回收率测试

按 1.3 所述前处理方式，在空白样品中进行 0.2 mg/kg 和 2 mg/kg 两个浓度的加标回收率测试，每个浓度平行测试 2 份，加标回收率结果如表 4 所示。

表 4 样品加标回收率结果

No.	化合物名称	0.2 mg/kg 加标测试结果 (μg/kg)			2 mg/kg 加标测试结果 (μg/kg)		
		平行 1	平行 2	平均回收率 (%)	平行 1	平行 2	平均回收率 (%)
1	胺鲜酯	0.0096	0.0097	96.5	0.105	0.1024	103.7
2	氯苯胺灵	0.0117	0.0117	117.0	0.1093	0.1077	108.5
3	噻节因	0.0109	0.0105	107.0	0.0919	0.0815	86.7
4	仲丁灵	0.0112	0.0111	111.5	0.1156	0.1123	114.0
5	氟节胺	0.0108	0.0108	108.0	0.1134	0.1094	111.4
6	多效唑	0.0092	0.0095	93.5	0.1157	0.1132	114.5
7	烯效唑	0.0091	0.0091	91.0	0.1164	0.1138	115.1

2.5 实际样品测试

取市售固体肥料样品进行实验，样品谱图见图 5 所示，该样品未检出以上 7 种植物生长调节剂。

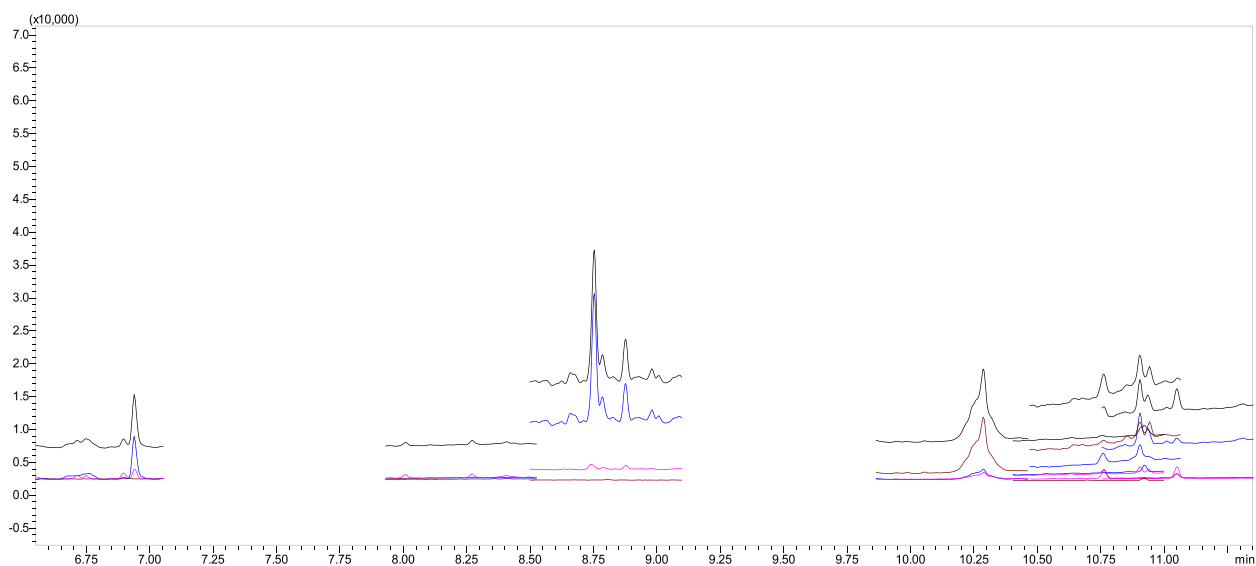


图 5 固体肥料样品谱图

■ 结论

本文使用岛津气质联用仪 GCMS-QP2050，建立了肥料中 7 种植物生长调节剂含量的检测方法。样品经丙酮萃取后上机测试。分析结果表明：在 0.01~2 mg/L 范围内，7 种植物生长调节剂化合物标准曲线均线性良好，线性相关系数大于 0.999。取浓度为 0.01 mg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，各化合物重复性结果均小于 3%。各化合物的仪器检出限为 0.0002-0.0071 mg/L。加标样品平均回收率在 86.7~117 % 之间。该方法灵敏度高，重复性好，可适用于农作物肥料中 7 种植物生长调节剂含量的同时检测。

岛津应用云

