



中华人民共和国国家标准

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

Determination of plant growth regulators in fertilizers—
Gas chromatography-mass spectrometry

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本文件起草单位：山东省产品质量检验研究院、上海化工院检测有限公司、四川国光农化股份有限公司、山东农大肥业科技有限公司、山东合泰检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人：张娟、黄河清、孙胜敏、刘爽、卢栋冬、杨旭、吴攀道、朱海荣、何颀、张晶、孟庆羽、田烨玮、陈攀新、丁怡曼、杨一。

肥料中植物生长调节剂的测定

气相色谱-质谱联用法

1 范围

本文件描述了采用气相色谱-质谱联用仪测定肥料中胺鲜酯、氯苯胺灵、噻节因、仲丁灵、氟节胺、多效唑、烯效唑七种植物生长调节剂的方法。

本文件适用于肥料中胺鲜酯、氯苯胺灵、噻节因、仲丁灵、氟节胺、多效唑、烯效唑的测定。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中胺鲜酯、氯苯胺灵、噻节因、仲丁灵、氟节胺、多效唑、烯效唑用丙酮提取，对提取液定容、涡旋、超声、离心、过滤，经气相色谱分离、质谱检测。通过与标准物质质谱图、保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比较进行定性，外标法定量。

5 试剂或材料

- 5.1 氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 5.2 丙酮，色谱纯。
- 5.3 胺鲜酯标准物质(CAS号:10369-83-2)，1 000 mg/L(丙酮为溶剂)。
- 5.4 氯苯胺灵标准物质(CAS号:101-21-3)，1 000 mg/L。
- 5.5 噻节因标准物质(CAS号:55290-64-7)，1 000 mg/L。
- 5.6 仲丁灵标准物质(CAS号:33629-47-9)，1 000 mg/L。
- 5.7 氟节胺标准物质(CAS号:62924-70-3)，1 000 mg/L。
- 5.8 多效唑标准物质(CAS号:76738-62-0)，1 000 mg/L。
- 5.9 烯效唑标准物质(CAS号:83657-22-1)，1 000 mg/L。
- 5.10 标准储备液：分别移取胺鲜酯、氯苯胺灵、噻节因、仲丁灵、氟节胺、多效唑、烯效唑标准品各1.0 mL，用丙酮定容于10 mL容量瓶中，分别配制成质量浓度为100 mg/L的标准溶液。密封保存于一20℃冰箱中，待用，有效期为1个月。
- 5.11 中间混合标准溶液：分别移取100 mg/L的标准储备液(5.10)各1.0 mL于10 mL容量瓶中，用丙酮定容，配制成质量浓度为10 mg/L的标准溶液，现用现配。

6 仪器设备

- 6.1 气相色谱-质谱联用仪,配电子轰击离子源。
- 6.2 高速离心机,转速不低于 5 000 r/min。
- 6.3 氮吹仪或具有氮吹功能的设备。
- 6.4 超声波清洗机,频率不低于 20 kHz。
- 6.5 涡旋混合器。
- 6.6 分析天平,分度值为 0.1 mg。
- 6.7 试验筛,孔径为 0.50 mm、1.00 mm,带底盘和筛盖。
- 6.8 有机相微孔滤膜,孔径为 0.22 μm 。
- 6.9 离心管,具塞,可密封。

7 试验步骤

7.1 样品制备

液体样品混匀后直接称取。

固体样品:研磨至全部过孔径 0.50 mm 的试验筛,对于潮湿或不易粉碎的样品,可研磨至全部通过孔径 1.00 mm 的试验筛,备用。

7.2 样品提取

7.2.1 液体样品:称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)样品于离心管中,氮吹至干,加入 10.00 mL 丙酮,涡旋 1 min,室温下超声 10 min,5 000 r/min 条件下高速离心 5 min 除去不溶物,取上清液 1 mL 过孔径 0.22 μm 的有机相微孔滤膜,待测。

7.2.2 固体样品:称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)样品于离心管中,加入 10.00 mL 丙酮,后续步骤同 7.2.1。

7.3 色谱-质谱参考条件

色谱-质谱参考条件如下所示。

- a) 色谱柱:石英毛细管柱,长 30 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μm ,固定相为 5%-苯基-甲基聚硅氧烷,或其他等效的毛细管色谱柱。
- b) 柱温(程序升温):初始温度 60 $^{\circ}\text{C}$,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 280 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min。
- c) 载气(氦气):1.0 mL/min。
- d) 进样口温度:280 $^{\circ}\text{C}$ 。
- e) 进样方式:不分流。
- f) 溶剂延迟:4 min。
- g) 电离方式:EI。
- h) 电子轰击源:70 eV。
- i) 扫描模式:SIM 扫(选择离子扫描)。
- j) 质量扫描范围:50 u~550 u。
- k) 离子源温度:280 $^{\circ}\text{C}$ 。
- l) 传输线温度:280 $^{\circ}\text{C}$ 。
- m) 四极杆温度:180 $^{\circ}\text{C}$ 。

- n) 进样量:1 μL。
- o) 选择离子监测:每种化合物分别选择 1 个定量离子、2 个定性离子。每组所有需要检测的离子按照出峰顺序,分时段分别检测。各种植物生长调节剂的保留时间、定量离子、定性离子见附录 A。

上述色谱-质谱参考条件为典型操作参数,可根据不同仪器特点做适当调整,以期获得最佳效果。各种植物生长调节剂的总离子流图见附录 B。

7.4 标准曲线的绘制

分别移取中间混合标准溶液(5.11)0.00 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL 和 2.00 mL 至 10 mL 容量瓶中,丙酮定容,配制质量浓度为 0 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L 的标准工作溶液,在最佳色谱-质谱条件下进行测定,以定量离子峰面积为纵坐标,对应的溶液质量浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线(或使用仪器给出的回归方程)。

7.5 定性分析

在最佳色谱-质谱条件下对标准工作溶液和按 7.2 操作得到的试液进行分析,根据色谱峰的保留时间并参照附录 A 中的植物生长调节剂的特征离子进行定性分析。样品谱图中各离子的相对丰度与质量浓度接近的标准溶液谱图中各离子的相对丰度进行比较,偏差不超过表 1 给定的范围,则判定为样品中存在该种待测物。

表 1 相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度 K	$K > 50$	$20 < K \leq 50$	$10 < K \leq 20$	$K \leq 10$
最大允许偏差/%	±20	±25	±30	±50

7.6 定量分析

平行做两份试验。取按 7.2 操作得到的试液,在 7.3 色谱-质谱条件下进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积,外标法定量。对植物生长调节剂含量高的试样可用丙酮适当稀释后进行测定。

7.7 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行,平行进行两份空白试验。

8 试验数据处理

试样中各植物生长调节剂的含量 X_i ,以质量分数计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V_i \times D}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 ρ_i ——标准曲线查得试样溶液中植物生长调节剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 ρ_0 ——标准曲线查得空白溶液中植物生长调节剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 V_i ——试样的定容体积,单位为升(L);
 D ——试样稀释倍数;
 m ——试样质量,单位为克(g)。
计算结果保留两位有效数字,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

9 精密度

在同一实验室,含量大于或等于 0.1%时,两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%;含量小于 0.1%时,两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 25%。

不同实验室间,含量大于或等于 0.1%时,两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 30%;含量小于 0.1%时,两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 35%。

10 方法检出限与定量限

当称样量为 0.5 g,定容体积为 10 mL 时,本文件的方法检出限为:胺鲜酯 0.2 mg/kg、氯苯胺灵 0.6 mg/kg、噻节因 0.8 mg/kg、仲丁灵 0.6 mg/kg、氟节胺 0.5 mg/kg、多效唑 0.5 mg/kg、烯效唑 0.3 mg/kg;本文件的方法定量限为:胺鲜酯 0.8 mg/kg、氯苯胺灵 1.8 mg/kg、噻节因 2 mg/kg;仲丁灵 1.8 mg/kg、氟节胺 1.5 mg/kg、多效唑 1.5 mg/kg、烯效唑 1.2 mg/kg。

附 录 A
(资料性)

各种植物生长调节剂的保留时间、定量离子、定性离子

各种植物生长调节剂的保留时间、定量离子、定性离子参见表 A.1。

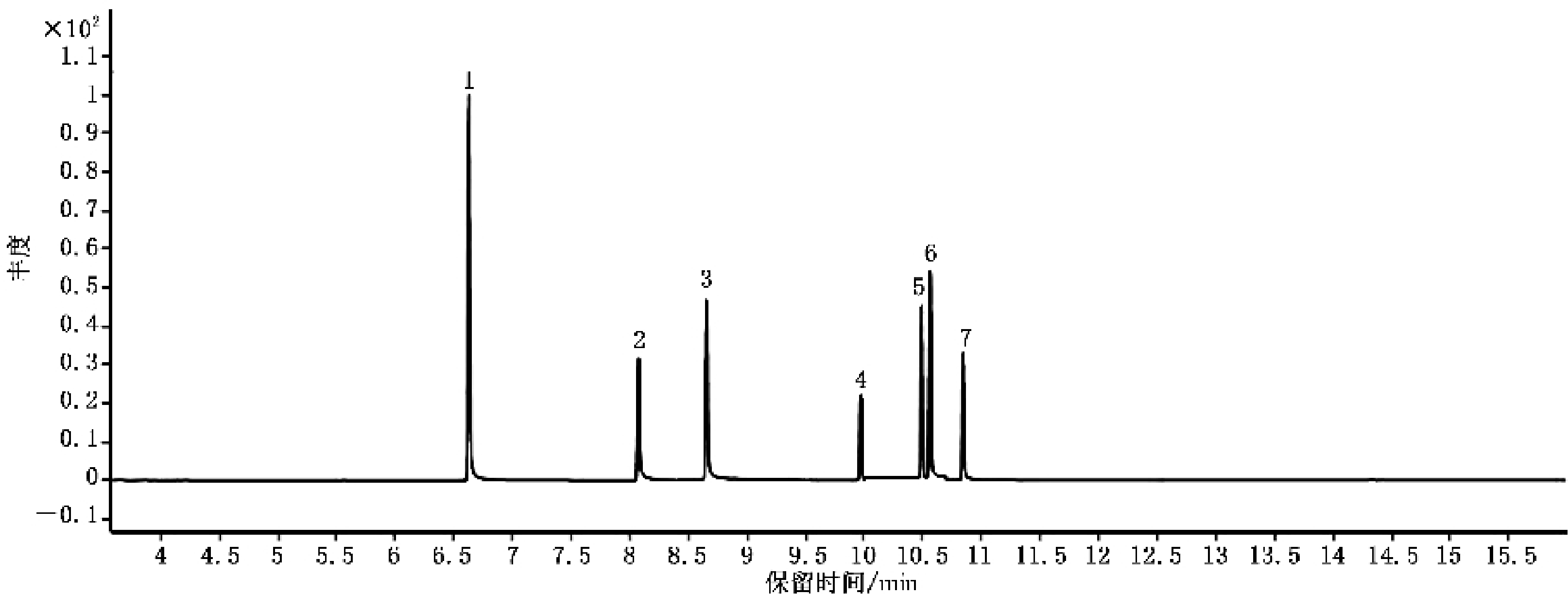
表 A.1 各种植物生长调节剂的保留时间、定量离子、定性离子

名称	保留时间/min	定量离子	定性离子
胺鲜酯	6.62	86	100、143
氯苯胺灵	8.07	127	171、213
噻节因	8.65	54	53、76
仲丁灵	9.97	266	224、267
氟节胺	10.49	143	145、404
多效唑	10.56	236	125、82
烯效唑	10.84	234	70、236

附录 B
(资料性)

各种植物生长调节剂的总离子流图

各种植物生长调节剂的总离子流图见图 B.1。



标引序号说明：

- 1——胺鲜酯；
- 2——氯苯胺灵；
- 3——噻节因；
- 4——仲丁灵；
- 5——氟节胺；
- 6——多效唑；
- 7——烯效唑。

图 B.1 各种植物生长调节剂的总离子流图