

ICS

CCS 点击此处添加 CCS 号



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

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 Regulator in Fertilizer by Gas Chromatography-Mass
Spectrometry

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

(本草案完成时间:)

在提交反馈意见时, 请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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：

本文件主要起草人：

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

本文件规定了肥料中胺鲜酯、氯苯胺灵、噻节因、仲丁灵、氟节胺5种植物生长调节剂的气相色谱-质谱联用测定方法。

本文件适用于肥料中多种植物生长调节剂的测定。

称样量为0.5g时，胺鲜酯方法检出限为0.2mg/kg，定量限为0.8mg/kg；噻节因、氟节胺方法检出限为0.5mg/kg，定量限为1.5mg/kg；氯苯胺灵、仲丁灵方法检出限为0.5mg/kg，定量限为1.5mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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、氟节胺用丙酮进行超声提取，在选定的工作条件下，用气相色谱-质谱联用仪进行测定，外标法定量。

5 试剂和材料

本文件中实验室用水应符合GB/T 6682中一级用水的规格。

5.1 高纯氮：99.999%。

5.2 丙酮：色谱纯。

5.3 胺鲜酯标准品：1000mg/L 标准溶液（丙酮为溶剂）。

5.4 氯苯胺灵标准品：纯度≥99.0%。

5.5 噻节因标准品：纯度≥99.0%。

5.6 仲丁灵标准品：纯度≥99.0%。

5.7 氟节胺标准品：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

5.8 混合标准溶液：称取氯苯胺灵、噻节因、仲丁灵、氟节胺标准品各 0.01g（精确到 0.0001g），用丙酮(5.2)定容至 10mL 容量瓶，配制成浓度为 1000 mg/L 的标准溶液。密封保存于 4°C 冰箱中，待用，保存 1 个月。

5.9 中间混合标准溶液：分别移取胺鲜酯标准品（5.3）及混合标准溶液（5.8）各 1.0mL 至 10mL 容量瓶中，用丙酮(5.2)定容至 10mL 容量瓶，配制成浓度为 100 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。

6.2 高速离心机：转速不低于 8000 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。

6.5 漩涡混合器。

6.6 分析天平：精度 0.1 mg。

6.7 试验筛：0.5mm。

6.8 有机相微孔滤膜：0.22 μm 。

7 试验步骤

7.1 样品处理

7.1.1 液体样品：称取 0.1g 至 0.5g（精确至 0.0001g）样品于离心管中，氮吹至近干，丙酮（5.2）定容至 10mL，涡旋 1min，超声 30min，8000rpm 高速离心 10min 除去不溶物。取上清液 1mL 过 0.22 μm 有机相滤膜，待测。

7.1.2 固体样品：样品粉碎，过 0.5mm 试验筛后，称取 0.1 至 0.5g（精确至 0.0001g）样品于离心管中，丙酮（5.2）定容至 10mL，后续步骤同 7.1.1。

7.2 色谱-质谱参考条件

推荐的色谱-质谱参考条件如下：

7.2.1 色谱柱：HP-5MS（30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm ），内壁涂 5%二苯基+95%二甲基聚硅氧烷。或具有相同分离效果的其它色谱柱均可。

7.2.2 柱温（程序升温）：初始温度 60°C，保持 0min，以 20°C / min 升到 280°C，保持 5min；

7.2.3 载气（He）：1.0mL/min；

7.2.4 进样口温度：280°C，不分流；

7.2.5 电离方式：EI；

7.2.6 电子轰击源：70eV；

7.2.7 离子源温度：230℃；

7.2.8 GC-MS 接口温度：280℃；

7.2.9 四级杆温度：150℃；

7.2.10 进样量：1 μL；

7.2.11 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。每种化合物的保留时间、定量离子、定性离子参见附录 A 的表 A.1。

上述色谱-质谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。各植物生长调节剂的总离子流图参见附录B的图B.1。

7.3 标准曲线的绘制

分别移取中间混合标准溶液（5.9）0.01 mL、0.02 mL、0.05 mL、0.10 mL和0.20 mL至10 mL容量瓶中，丙酮（5.2）定容，配置质量浓度为0.1mg/L、0.2mg/L、0.5mg/L、1mg/L、2mg/L的标准工作溶液，按色谱条件（7.2）进行测定，以色谱峰峰面积为纵坐标，对应的溶液浓度为横坐标作图，绘制标准工作曲线。

7.4 试样测定

取预处理后的待测液（7.1），按照色谱条件（7.2）进行测定，记录色谱峰的保留时间和峰面积，外标法定量，同时进行平行试验。各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。

7.5 空白试验

除不称取试样外，均按7.1及7.4步骤进行。

7.6 实验数据处理

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

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V_i \times D}{10^3 m} \times 100 \text{-----} (1)$$

式中：

c_i ——标准曲线查得植物生长调节剂的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——标准曲线查得空白溶液中植物生长调节剂的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V_i ——样品的定容体积，单位为升（L）；

D ——样品稀释倍数；

m ——样品质量，单位为克（g）。

计算结果保留小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

7.7 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的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%。

附录 A
(资料性附录)

各植物生长调节剂的相对保留时间、定量离子、定性离子见表A.1。

表 A.1 各植物生长调节剂的相对保留时间、定量离子、定性离子

化合物名称	相对保留时间	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

附录 B
(资料性附录)
标准物质气相色谱-质谱联用总离子流图

各植物生长调节剂的总离子流图见图B.1。

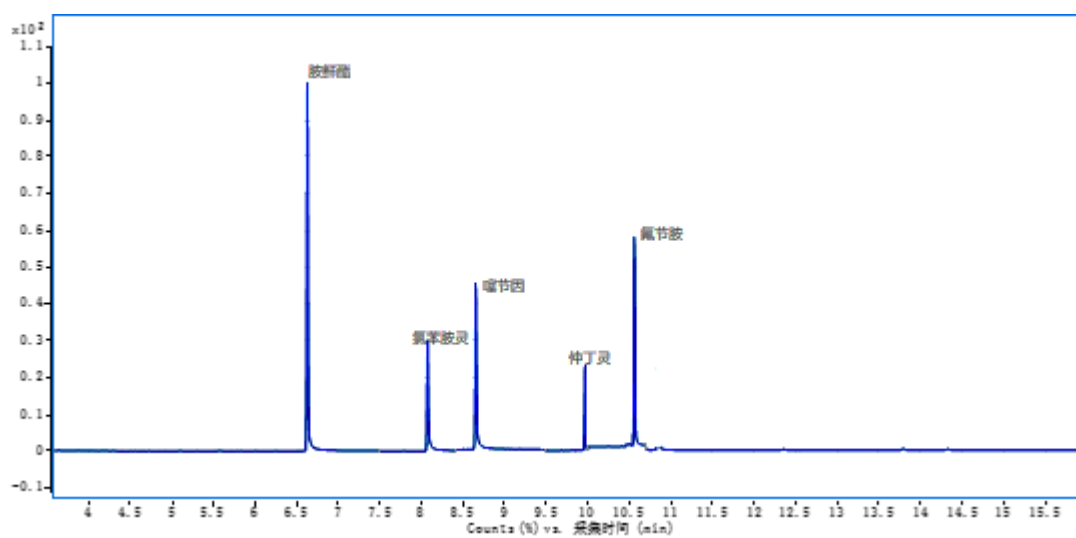


图 B.1 胺鲜酯、氯苯胺灵、噻节因、仲丁灵、氟节胺总离子流图