



中华人民共和国国家标准

GB/T 40460—2021

肥料中植物生长调节剂的测定 气相色谱法

Determination of plant growth regulators in fertilizers—Gas chromatography

2021-08-20 发布

2022-03-01 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：山东省产品质量检验研究院、上海化工院检测有限公司、云南省化工产品质量监督检验站、山东农大肥业科技有限公司、四川国光农化股份有限公司、济南天邦化工有限公司、山东省现代中药研究院有限公司。

本文件主要起草人：张娟、商照聪、苏本玉、刘爽、姚莎、董茜、伍智华、丁绍武、胡博、丁方军、郭新送。



肥料中植物生长调节剂的测定

气相色谱法

1 范围

本文件描述了测定肥料中植物生长调节剂胺鲜酯、多效唑的气相色谱法。

本文件适用于肥料中胺鲜酯、多效唑的检测。

本文件方法测定水溶肥料产品时胺鲜酯、多效唑检出限为 10 mg/kg,定量限为 30 mg/kg;测定有机肥等直接施用肥料产品时,胺鲜酯、多效唑检出限为 2.5 mg/kg,定量限为 7.5 mg/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、多效唑用丙酮进行超声提取,在选定的工作条件下,用气相色谱仪(配有氢火焰离子化检测器)进行测定,外标法定量。

5 试剂或材料

5.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认为色谱纯试剂和 GB/T 6682 中的一级用水。

5.2 工业氮气。

5.3 丙酮。

5.4 胺鲜酯标准物质:1 000 mg/L 标准溶液(丙酮为溶剂)。

5.5 多效唑标准物质:纯度 $\geq 98.0\%$ 。

5.6 多效唑标准储备溶液:准确称取一定量的多效唑标准物质(5.5),用丙酮(5.3)配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准溶液,现用现配。胺鲜酯、多效唑基本信息参见附录 A 的表 A.1。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器(FID),色谱数据处理机或色谱工作站。

6.2 漩涡混合器。

- 6.3 高速离心机:转速不低于 6 000 r/min。
- 6.4 超声波清洗器。
- 6.5 氮吹仪。
- 6.6 分析天平:精度 0.1 mg。
- 6.7 试验筛:孔径 0.5 mm。
- 6.8 滤膜(有机相):孔径 0.45 μm ,尼龙微孔滤膜或相当者。

7 试验步骤

7.1 样品制备

- 7.1.1 固体样品:将样品粉碎,过 0.5 mm 试验筛,待用。
- 7.1.2 液体样品混匀后直接称取。

7.2 提取

7.2.1 固体样品

水溶性肥料产品称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)样品于具塞离心管中;有机肥料等直接施用的肥料产品称取 2.0 g~4.0 g(精确至 0.000 1 g)于具塞离心管中,准确加入提取溶剂丙酮(5.3) 10 mL,涡旋 1 min,超声 15 min,以 6 000 r/min 高速离心 10 min,取 1 mL 上清液过 0.45 μm 有机相滤膜(6.8),待测。

7.2.2 液体样品

称取 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)样品于具塞离心管中,用氮气(5.2)吹干,准确加入提取溶剂丙酮(5.3)10 mL,后续提取步骤同 7.2.1。

7.3 测定

7.3.1 色谱参考条件

推荐的气相色谱条件如下:

- 色谱柱:HP-5(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;
- 柱室温度(程序升温):初始温度 60 $^{\circ}\text{C}$,保持 1 min,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 300 $^{\circ}\text{C}$,保持 3 min;
- 气化室温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- 检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$;
- 分流比:2 : 1;
- 进样量:1 μL ;
- 气体流量:
 - 1) 载气:高纯氮,纯度不低于 99.99%,流量为 1.5 mL/min;
 - 2) 高纯氢:纯度不低于 99.99%,流量为 30 mL/min;
 - 3) 合成空气:流量为 300 mL/min。

上述气相色谱操作条件,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。典型的胺鲜酯、多效唑标准物质气相色谱图参见附录 B 的图 B.1。

7.3.2 混合标准工作曲线的绘制

分别移取胺鲜酯标准溶液(5.4)、多效唑标准储备溶液(5.6)0.05 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL

和 1.00 mL 至 10 mL 容量瓶中,丙酮(5.3)定容,配制质量浓度分别为 5 mg/L、25 mg/L、50 mg/L、75 mg/L、100 mg/L 的混合标准工作溶液,按色谱条件(7.3.1)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,绘制混合标准工作曲线。

7.3.3 试样测定

取约 1 mL 待测液(7.2),按照色谱条件(7.3.1)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。胺鲜酯、多效唑含量高的试样可适当稀释后进行测定。

7.4 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

7.5 试验数据处理

试样中胺鲜酯、多效唑含量 X_i ,以质量分数计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times D_i}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_i ——由标准曲线查得试样溶液中胺鲜酯、多效唑的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——由标准曲线查得空白溶液中胺鲜酯、多效唑的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——样品的提取溶剂体积,单位为毫升(mL);

D_i ——样品稀释倍数;

m ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

7.6 精密度

目标物含量不大于 1.0 %时,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 %,以大于这两个测定值的算术平均值的 20 %的情况不超过 5 %为前提。

目标物含量大于 1.0%时,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 15 %,以大于这两个测定值的算术平均值的 15 %的情况不超过 5%为前提。

附录 A

(资料性)

胺鲜酯、多效唑基本信息

胺鲜酯、多效唑的基本信息见表 A.1。

表 A.1 胺鲜酯、多效唑的基本信息

| 序号 | 中文名称 | 英文名称 | 分子式 | 相对分子质量 | CAS 号 | 结构式 |
|----|------|------------------------------------|----------------------|--------|------------|---|
| 1 | 胺鲜酯 | Diethyl aminoethyl hexanoate(DA-6) | $C_{12}H_{25}NO_2$ | 215.33 | 10369-83-2 |  |
| 2 | 多效唑 | Paclobutrazol | $C_{15}H_{20}ClN_3O$ | 293.79 | 76738-62-0 |  |

附录 B

(资料性)

胺鲜酯、多效唑典型色谱图

胺鲜酯、多效唑的典型色谱图见图 B.1。

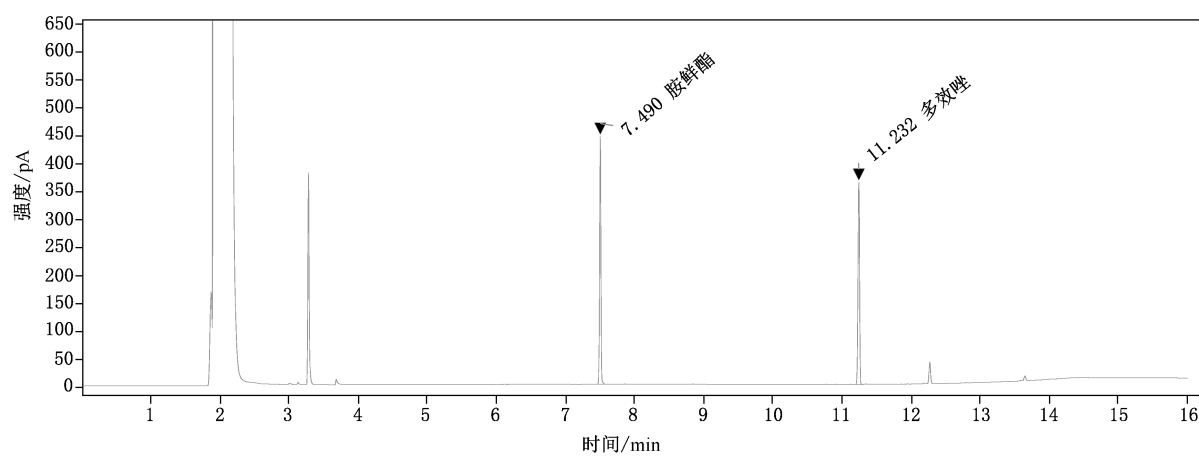


图 B.1 胺鲜酯、多效唑典型色谱图