

有机肥料中13种植物生长调节剂残留的测定

Determination of 13 types of Plant Growth Regulators in Organic Fertilizer by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

张景然, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海
Zhang Jingran, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

Key Words : SCIEX Triple Quad; Plant growth regulators; Organic fertilizer

引言

有机肥料是我国在农业生产中使用的传统肥料,也是我国农业生产中的一类重要肥料,特别是随着近年来绿色农业的快速发展,有机肥料越来越受到青睐。有机肥料的推广和使用不仅是提高农业生产力的重要措施,也是社会主义新农村建设的重要内容。植物生长调节剂是一类可以影响植物生长发育的小分子化合物,在给农业生产带来巨大收益的同时,也对人类的健康和环境安全产生危害,为防止在肥料中乱用滥用植物生长调节剂,有必要对肥料中的植物生长调节剂含量进行监测测定。

《肥料中多种植物生长调节剂的定性筛选 液相色谱串联质谱法》(GB/T 40459-2021)已于2021年8月20日正式发布,并于2022年3月1日开始实施。本方案采用SCIEX Triple Quad™液质联用系统,建立了有机肥料中13种植物生长调节剂的检测方法,该方法具有以下特点:

1. 灵敏度高,低于标准的定量限要求;
2. 分析效率高,一针进样正负同时检测,即可完成13种植物生长调节剂的检测;
3. 方法匹配性高,前处理方法依照新国标方法,无需修改,拿来即用;
4. 抗基质干扰能力强:SCIEX Turbo V™离子源具有强大的抗基质干扰能力,减少仪器的维护频次。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 液质联用系统



样品前处理:

称取1g样品,加入25 mL甲酸-甲醇溶液,超声提取30 min,6000 r/min离心5 min,取上清液过0.22 μm滤膜,待进样检测。

色谱方法:

色谱柱: Luna Omega Polar C18 (1.6 μm, 2.1 × 100 mm);

流动相A: 0.01%甲酸水溶液;

流动相B: 甲醇;

梯度洗脱: 详见表1;

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40°C;

表1 流动相梯度条件

Time (min)	A%	B%
0	90	10
1.5	90	10
3	40	60
7.5	10	90
9	90	10
12	90	10

质谱方法:

扫描方式: 多反应监测 (MRM)

离子源: ESI正、负离子模式同时采集

离子源参数:

IS电压: 5500 V/-4500V

气帘气 CUR: 25 psi

雾化气 GAS1: 50 psi

辅助加热器 GAS2: 50 psi

源温度 TEM: 450°C

碰撞气 CAD: Medium

MRM离子对信息详见附表

实验结果

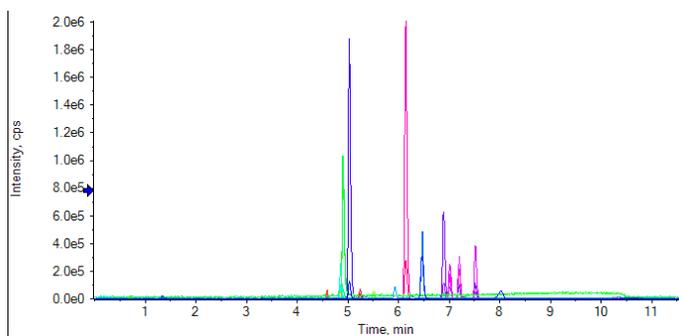


图1 13种植物生长调节剂的提取离子流色谱图 (正、负同时采集)

1. 方法线性范围

使用空白有机肥料基质配置0.5~200 ng/mL基质标准曲线, 相关线性曲线见图2, 如图所示, 所有化合物相关系数 $r^2 > 0.997$, 方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

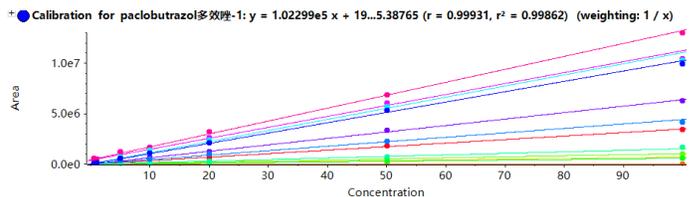


图2 有机肥料中13种植物生长调节剂的校准曲线

2. 回收率与精密度

使用有机肥料空白基质加标实验考察方法回收率与精密度, 实验结果表明, 13种植物生长调节剂的回收率在85%-105%之间, RSD < 7%, 满足检测要求, 具体结果详见表2。

表2 有机肥料0.05 mg/kg加标回收试验结果 (n=6)

编号	化合物名称	平均回收率, %	RSD, %
1	氯吡脞	97.8	5.0
2	烯效唑	93.6	6.6
3	多效唑	96.5	4.4
4	6-苄基腺嘌呤	85.0	6.9
5	2-硝基苯酚钠	97.2	3.6
6	4-硝基苯酚钠	95.9	4.9
7	5-硝基邻甲氧基苯酚钠	97.0	6.5
8	萘乙酸	98.6	3.3
9	脱落酸	101.0	2.2
10	赤霉素	97.4	6.7
11	2, 4-D	98.0	1.2
12	吲哚丁酸	102.6	6.1
13	吲哚-3-乙酸	86.1	1.2

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 液质联用系统上, 建立了有机肥料中13种植物生长调节剂残留的检测方法, 前处理方法依照新国标GB/T 40459-2021, 灵敏度高, 重现性好, 操作简便, 拿来即用, 满足标准种的相关要求, 可用于有机肥料中兽药残留分析检测。

参考文献

[1] 《肥料中多种植物生长调节剂的定性筛选 液相色谱串联质谱法》
(GB/T 40459-2021)

附录

13种植物生长调节剂的MRM质谱离子对参数

化合物名称	加和方式	Q1	Q3	DP	CE
氯吡脞	[M+H] ⁺	248	129	50	23
		248	155	50	18
烯效唑	[M+H] ⁺	292.1	70	30	50
		292.1	125	30	39
多效唑	[M+H] ⁺	294	70	90	40
		294	125	90	45
6-苄基腺嘌呤	[M+H] ⁺	226	91	90	33
		226	148	90	26
2-硝基苯酚钠	[M-H] ⁻	138	108	-60	-22
		138	92	-60	-28
4-硝基苯酚钠	[M-H] ⁻	138	108	-60	-22
		138	92	-60	-28
5-硝基 邻甲氧基苯酚钠	[M-H] ⁻	168	153	-60	-14
		168	123	-60	-27
萘乙酸	[M-H] ⁻	185	141	-40	-15
		185	113	-40	-23
脱落酸	[M-H] ⁻	263.1	153.2	-90	-14
		263.1	219	-90	-18
赤霉酸	[M-H] ⁻	345.1	143.1	-120	-35
		345.1	239.2	-120	-20
2, 4-D	[M-H] ⁻	219	161	-40	-18
		221	163	-40	-18
吲哚丁酸	[M-H] ⁻	202	158	-60	-18
		202	116	-60	-21
吲哚-3-乙酸	[M-H] ⁻	174	130	-60	-15
		174	128	-60	-23

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15160-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390

全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333

官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)