



中华人民共和国国家标准

GB/T 36204—2018

肥料中赤霉酸含量的测定 高效液相色谱-质谱联用仪法

Determination of gibberellic acid in fertilizer—High performance liquid
chromatography-mass spectrometry method

2018-05-14 发布

2018-12-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本标准起草单位:山东省产品质量检验研究院、上海化工研究院有限公司、云南省化工产品质量监督检验站、贵州省产品质量监督检验院、河南省化工研究所有限公司、黑龙江省质量监督检测研究院、临沂市产品质量监督检验所、山东农大肥业科技有限公司。

本标准主要起草人:张娟、段路路、桂素萍、苏本玉、陈蕾、鞠福龙、钟宏波、窦兴霞、朱海荣、丁方军、陈萌、杜秀明、洪丽玲。

肥料中赤霉酸含量的测定

高效液相色谱-质谱联用法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱-三重四级杆串联质谱法测定肥料中赤霉酸的含量。
本标准适用于水溶肥料、复混肥料(复合肥料)、掺混肥料等肥料中赤霉酸含量的测定。
本方法赤霉酸的检出限为 0.1 mg/kg,定量限为 0.5 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 方法提要

样品用甲酸-甲醇溶液和甲酸溶液超声提取,以甲酸-甲醇溶液和甲酸溶液作为流动相,使用 C_{18} 为填料的不锈钢色谱柱,用高效液相色谱-三重四级杆串联质谱仪进行测定,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 一般规定:本标准中所用的试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂。本标准中所使用的水,在未说明规格时,应符合 GB/T 6682 中的一级水规格。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 甲酸:色谱纯。

4.4 甲酸-甲醇溶液:准确移取 1.0 mL 甲酸(4.3),用甲醇(4.2)稀释至 1 L。

4.5 甲酸溶液:准确移取 1.0 mL 甲酸(4.3),用水稀释至 1 L。

4.6 初始流动相:甲酸-甲醇溶液(4.4)和甲酸溶液(4.5)以 1:9 的比例混合均匀,现配现用。

4.7 赤霉酸标准品(Gibberellic acid, CAS 号为 77-06-5):分子式: $C_{19}H_{22}O_6$ 。相对分子质量:346.38。纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.8 赤霉酸标准储备溶液:准确称取赤霉酸标准品(4.7)0.1 g(精确 0.1 mg),置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.2)溶解并稀释至刻度,溶液浓度为 1 mg/mL,避光 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷藏避光保存,有效期 3 个月。

4.9 赤霉酸标准工作溶液:将赤霉酸标准储备溶液(4.8)用甲醇(4.2)稀释成 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的工作溶液,现配现用。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱-三重四级杆串联质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)。

5.2 涡旋混合器。