



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116699005 A

(43) 申请公布日 2023.09.05

(21) 申请号 202310260612.3

(22) 申请日 2023.03.17

(71) 申请人 中国科学院沈阳应用生态研究所
地址 110016 辽宁省沈阳市沈河区文化路
72号

(72) 发明人 李杰 石元亮 王伟 王文宇
李雅群 刘凯

(74) 专利代理机构 重庆拓寻知识产权代理事务
所(普通合伙) 50313
专利代理师 雷钞

(51) Int. Cl.

G01N 30/02 (2006.01)

G01N 30/06 (2006.01)

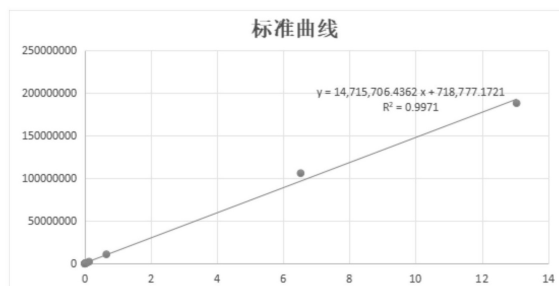
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法

(57) 摘要

本发明公开了一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析检测方法,属于肥料分析技术领域,包括以下步骤:S1、采集土壤样品;S2、配制空白溶液:向流动相瓶中加入尿素、氯化钾、过磷酸钙、水,超声得空白溶液;S3、配制对照品溶液:向容量瓶中加入环戊酮,添加步骤S2制备的空白溶液,混匀得对照品溶液;S4、称取步骤S1的土壤于空进样瓶内,并移取对照品溶液,混匀得供试品土壤;S5、将供试品土壤进行GC检测。通过测定环戊酮在土壤中的含量来体现环戊酮的降解速度,快速准确的反映肥料中环戊酮在施入土壤后的含量以此来推测其降解速率,对肥料质量检测和肥料评价至关重要,本发明检测方法前处理简单、回收率高、分析周期短且数据准备可靠。



1. 一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法,其特征在于:包括以下步骤,
 - S1、采集土壤样品;
 - S2、配制空白溶液:向流动相瓶中加入肥料,超声得空白溶液;
 - S3、配制对照品溶液:向容量瓶中加入环戊酮,添加步骤S2制备的空白溶液,混匀得对照品溶液;
 - S4、称取步骤S1的土壤于空进样瓶内,并移取步骤S3的对照品溶液,混匀得供试品土壤;
 - S5、将步骤S4的供试品土壤进行GC检测。
2. 根据权利要求1所述的一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法,其特征在于:所述步骤S2中,空白溶液中尿素和氯化钾的浓度为10.5-11.5mg/ml。
3. 根据权利要求2所述的一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法,其特征在于:所述步骤S2中,超声时间为15-25分钟。
4. 根据权利要求3所述的一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法,其特征在于:所述空白溶液与对照品溶液均在常温下配制。
5. 根据权利要求4所述的一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法,其特征在于:步骤S2中的水选用超纯水。

一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法

技术领域

[0001] 本发明属于肥料分析技术领域,具体涉及一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法。

背景技术

[0002] 肥料作为最大的外源投入品和生产资料,对农产品数量、质量和农业生态环境作用巨大,影响深远,在农业绿色发展中具有举足轻重的地位。但是目前的肥料投入土壤后使用损失率高达70%以上,利用率低下的同时肥料的过量使用也引起了水体富营养化以及温室气体的排放。

[0003] 欧美发达国家对绿色肥料经过了几十年的研究,在其原料、生产、产品、流通、施用上实现了绿色环保,我国相关研究亟待完善,也是未来肥料领域新的发展方向。结合当前绿色农业发展的重大需求,采用生化抑制剂调控肥料氮素的转化过程是最为经济有效的手段。

[0004] 环戊酮是一种天然的有机化合物,不仅能够有效抑制土壤脲酶活性,同时也能够起到抑制硝化过程的功能,进而延缓肥料的释放周期,提高肥料利用率,是一种重要的新型双功能植物源抑制剂类型,将环戊酮应用到肥料生产中,对开发绿色肥料、减肥增效和提高地力具有重要的推动作用。作为一种新兴材料,亟需通过研究该材料在土壤中的残留量,明确其有效作用时长,以及在土壤中的降解速度,从生态和效果方面对其进行系统评价,但目前尚缺乏精确快速简单的检测方法。

发明内容

[0005] 鉴于此,本发明的目的在于提供一种肥料增效剂环戊酮在土壤中的分析测定方法,用于肥料氮素转化的研究,进行定量和定性的检测,以解决目前缺乏高效、简便、准确的检测方法的问题。

[0006] 为达到上述目的,本发明提供如下技术方案:一种土壤中环戊酮分析方法开发和含量测定,包括以下步骤,

[0007] S1、采集土壤样品;

[0008] S2、配制空白溶液:向流动相瓶中加入肥料,超声得空白溶液;

[0009] S3、配制对照品溶液:向容量瓶中加入环戊酮,添加步骤S2制备的空白溶液,混匀得对照品溶液;

[0010] S4、称取步骤S1的土壤于空进样瓶内,并移取步骤S3的对照品溶液,混匀得供试品土壤;

[0011] S5、将步骤S4的供试品土壤进行GC检测

[0012] 进一步地,所述步骤S2中,空白溶液中尿素和氯化钾的浓度为10.5-11.5mg/ml。

[0013] 进一步地,所述步骤S2中,超声时间为15-25分钟。

[0014] 进一步地,所述空白溶液与对照品溶液均在常温下配制。

[0015] 进一步地,步骤S2中的水选用超纯水。

[0016] 本发明的有益效果在于:

[0017] 环戊酮的降解速率、稳定性与肥料的肥效密切相关,也是肥料产品质量评价的重要指标,环戊酮在土壤中降解的速度越慢,对肥料氮素的控制作用时效性就越长,肥料利用率越高、损失越少;而环戊酮的降解速度可通过检测其在土壤中的含量来体现,环戊酮在土壤中的含量越高就说明环戊酮的降解速度越慢。

[0018] 本申请通过测定环戊酮在土壤中的含量来体现环戊酮的降解速度,快速准确的反映肥料中环戊酮在施入土壤后的残留量以此来推测其在土壤中的降解速度,对肥料质量检测 and 肥料评价至关重要,本发明检测方法前处理简单、回收率高、分析周期短且数据准备可靠。

[0019] 本申请的研究对象是组分复杂的土壤样品,相对于药物、肥料等其它样品基质,物质含量的检测难度较大。环戊酮作为肥料增效剂施入土壤后,由于环戊酮的沸点较低、且易挥发,采用液相色谱HPLC法测定无法满足检测限要求,而液相色谱法前处理过程复杂,成本较高,时效性差。本申请采用气相GC法检测适用于挥发性、低分子量化合物,降低了土壤中非挥发性物质对检测的影响,且GC的灵敏度远高于HPLC,顶空进样的方法不稀释待测样品,可进一步提高了样品检测浓度。

[0020] 本发明的其他优点、目标和特征将在随后的说明书中进行阐述,并且在某种程度上对本领域技术人员而言是显而易见的,或者本领域技术人员可以从本发明的实践中得到教导。本发明的目标和其他优点可以通过下面的说明书来实现和获得。

附图说明

[0021] 为了使发明的目的、技术方案和有益效果更加清楚,本发明提供如下附图进行说明:

[0022] 图1为本发明实施例1土壤中环戊烯酮回归方程的标准曲线和结果示意图。

具体实施方式

[0023] 实施例1

[0024] S1、采集土壤样品;

[0025] S2、配制空白溶液:用万分之一天平精密称取由9.7801g尿素、9.7801g氯化钾和9.7801g过磷酸钙后,以及900ml超纯水组成的肥料加入到流动相瓶中,超声20分钟,配制成尿素和氯化钾浓度为10.87mg/ml的空白溶液;

[0026] S3、配制对照品溶液:用万分之一天平精密称取0.3260g环戊酮后,将其加入至100ml容量瓶中,再加入空白溶液于刻度线定容,空白溶液与环戊酮混匀得对照品溶液;

[0027] S4、用万分之一天平精密称取1.0000g土壤于空进样瓶内,用手动移液枪移取200ul对照品溶液,混匀得供试品土壤;

[0028] S5、将供试品土壤进行GC检测。

[0029] GC检测条件如下:

[0030]	仪器	SHIMADZU-GC2030 & HS-20		
	色谱柱	安捷伦 J&W DB-624 30 m×0.25 mm ID×1.4 μm		
	分流比	10		
	控制方式	线性速度		
	流速	1.2 mL/min		
	载气	N ₂		
	探测器	火焰离子化检测器 (FID)		
	检测器温度	360°C		
	氮气流速	30 mL/min		
	氢气流速	40 mL/min		
	空气流速	400 mL/min		
	列温度	速率	温度	存留时间
			60°C	2 min
		15°C/min	100°C	5 min
运行时间	20.33 min			
顶空法	烤箱温度	样品线温度	TR.Line Temp	
	100-120°C	100-130°C	100-130°C	
	平衡时间: 10-20 min			
样品浓度	/			
稀释剂	水			

[0031] 按照实施例1中步骤S1-S5的方法配制供试品土壤6份,进行GC分析检测供试品土壤中环戊酮的含量(现配现测),记录峰面积,结果如下:

[0032]	供试品土壤	1	2	3	4	5	6	RSD (相对标准偏差)
	峰面积	10442114	10600931	10359917	10559443	10241681	10702186	1.60%

[0033] 结果显示6份供试品土壤峰面积的RSD值<4%,表明此方法的系统适用性良好。

[0034] 此外,以对照品溶液测定系统适用性:用手动移液器分别移取6份200μl的对照品溶液进行GC检测:

[0035]	对照品溶液	1	2	3	4	5	6	平均值
	峰面积	16305136	14385913	15391827	17042507	16640770	14653443	15736599

[0036] 根据检测结果,计算得到对照品溶液中环戊酮的峰面积是供试品土壤中环戊酮峰面积的1.5倍(平均峰面积的比值),该结果表明对照品溶液的系统适用性良好。

[0037] 线性实验

[0038] 配制空白溶液:向流动相瓶中加入由9.7801g尿素、9.7801g氯化钾、9.7801g过磷酸钙、900ml超纯水制备得到的肥料,超声20分钟得空白溶液;

[0039] 配制试验品溶液(A):向10ml容量瓶中加入0.6524g环戊酮后加入空白溶液至刻度线定容,混匀得试验品溶液(A)。

[0040] 配制试验品溶液(B):用移液管精密移取5ml试验品溶液(A)于10ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(B)。

[0041] 配制试验品溶液(C):用移液管精密移取0.5ml试验品溶液(A)于5ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(C)。

[0042] 配制试验品溶液(D):用移液管精密移取1ml试验品溶液(C)于5ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(D)。

[0043] 配制试验品溶液(E):用移液管精密移取1ml试验品溶液(C)于10ml容量瓶中,加入

空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(E)。

[0044] 配制试验品溶液(F):用移液管精密移取1ml试验品溶液(D)于10ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(F)。

[0045] 配制试验品溶液(G):用移液管精密移取1ml试验品溶液(E)于10ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(G)。

[0046] 配制试验品溶液(H):用移液管精密移取1ml试验品溶液(F)于10ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(H)。

[0047] 配制试验品溶液(I):用移液管精密移取1ml试验品溶液(G)于10ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(I)。

[0048] 配制试验品溶液(J):用移液管精密移取1ml试验品溶液(H)于10ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(J)。

[0049] 配制试验品溶液(K):用移液管精密移取1ml试验品溶液(I)于10ml容量瓶中,加入空白溶液至刻度,混匀得试验品溶液(K)。

[0050] 用1ml手动移液器分别移取200u1对照品溶液“A-K”于顶空进样瓶中,使用与实施例1相同的色谱条件,以峰面积为纵坐标(y),以含量为横坐标(x,g),代入测试实施例1的供试品土壤得到的峰面积比,再计算供试品土壤中环戊酮的回归方程,标准曲线如图1所示,结果如下:

	线性范围 (mg)	回归方程	定量限	相关系数 (R ²)
[0051] 环戊酮	0.00006524~13.048	$y = 14,715,706.4362 x + 718,777.1721$	0.00006524	0.9971

[0052] 定量限定义为最小检测浓度

[0053] 回归方程 $y = 14,715,706.4362 x + 718,777.1721$, $n = 11$ (A-K), $R^2 = 0.9971$, 定量限为 $0.00006524 \text{ mg} \cdot \text{ml}^{-1}$ 测定线性范围,选择线性段作为该测定方法的分析范围。得结果环戊酮含量在 $0.00006524 - 13.048 \text{ mg} \cdot \text{ml}^{-1}$ 能够准确测定,目标化合物与内标化合物的浓度比在0.5-2范围内线性关系良好,可应用于含量测定。

[0054] 最后说明的是,以上优选实施例仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管通过上述优选实施例已经对本发明进行了详细的描述,但本领域技术人员应当理解,可以在形式上和细节上对其作出各种各样的改变,而不偏离本发明权利要求书所限定的范围。

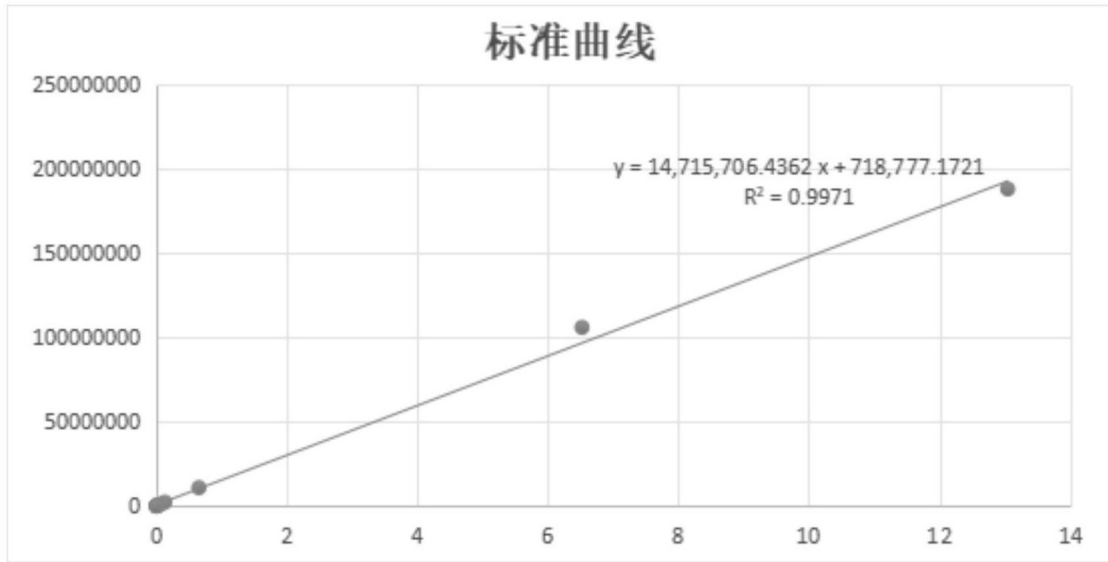


图1