

# 《葡萄植株中 7 种植物激素含量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》（征求意见稿）编制说明

## 一、项目来源

本标准由广西大学提出，广西大学、广西西大检测有限公司、广西亚热带作物研究所、广西壮族自治区产品质量检验研究院、广西思浦林科技有限公司共同起草的团体标准《葡萄植株中 7 种植物激素含量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》。

## 二、项目背景及目的意义

为贯彻落实国家“十四五”规划纲要和《“十四五”全国农业绿色发展规划》推进农业绿色发展决策部署，加快推动实施《广西乡村振兴战略规划（2018-2022年）》“实施特色农业强优工程，推动乡村产业振兴”任务要求，广西壮族自治区人民政府办公厅印发《广西推进水果产业高质量发展实施方案》，提出“建设优势产区，推进标准化建设，强化科技攻关与推广”等措施，加快形成主业突出、链条完整、应市均衡、效益显著的水果高质量发展新格局，为乡村全面振兴奠定坚实的产业基础。

广西温光热资源丰富，葡萄成熟期的自然条件好，两造葡萄都能在高价期上市，果农收益好。据统计，广西葡萄栽培面积在全国排名前十，已成为南方重要的葡萄种植基地。2020年广西葡萄栽培面积48.48万亩，产值75.09亿元；2021年栽培面积47.01万亩，产值达84.72亿元，扣除酿酒葡萄，鲜食葡萄平均亩产值1.9万元。无论总产值还是单位面积产值都位于广西水果产业前茅，是广西单位面积种植效益最好的果树。但由于目前广西葡萄主栽品种较单一，且以少数几个国外选育品种为主，拥有自主知识产权的优良葡萄品种缺乏，需进一步筛选研发优质葡萄品种。

研究发现，激素对葡萄营养生长的影响包括顶端优势、芽的休眠和萌发、新梢的生长等，生殖生长包括开花结果、种子萌发、插条生根等，强化葡萄抗逆性，增强葡萄对环境适应性等多方面的调控<sup>[1]</sup>。植物激素是植物

体产生的、极其微量的、并对植物的生长发育起至关重要作用的信号分子，几乎调控着植物生长发育及环境适应的方方面面，从胚胎发生、种子萌发、植物器官的分化与发育、营养器官到生殖器官的转化、开花、结果、种子的生长发育，一直到植物的成熟与衰老；从植物根在土壤中获取营养、光合作用、呼吸作用到植物的各种代谢活动；从植物适应各种环境的变化、到与微生物的共生与抗争等，都有植物激素的参与。可见，植物学研究无法避开植物激素<sup>[2]</sup>。根据大量的生理学和遗传学研究，每一类植物激素在不同的发育和生长过程中发挥作用，植物激素对植物的调控作用是多种植物激素通过信号网络发挥作用，通过协同或拮抗作用影响植物生长发育的每一过程<sup>[3]</sup>。目前已知的植物体内产生的激素主要分类六大类，即生长素（IAA）、赤霉素（GA）、细胞分裂素（CTK）、脱落酸（ABA）、乙烯（ETH）和油菜素甾醇（BR），最近新确认的植物激素有：多胺，水杨酸类，茉莉酸（酯）等等。

生长素主要集中在幼嫩、正生长的部位，如禾谷类的胚芽鞘，双子叶植物的茎顶端、幼叶、花粉和子房以及正在生长的果实、种子等；衰老器官中含量极少；它的产生具有“自促作用”。生长素具有两重性，不仅能促进植物生长，也能抑制植物生长，如低浓度的生长素促进植物生长，过高浓度的生长素抑制植物生长。

高等植物中的赤霉素主要存在于幼根、幼叶、幼嫩种子和果实等部位。赤霉素还可促进果实发育和单性结实，打破块茎和种子的休眠，促进发芽。干种子吸水后，胚中产生的赤霉素能诱导糊粉层内 $\alpha$ -淀粉酶的合成和其他水解酶活性的增加，促使淀粉水解，加速种子发芽。目前报道的赤霉素成员已超过136种，其中GA<sub>1</sub>、GA<sub>3</sub>、GA<sub>4</sub>和GA<sub>7</sub>有着较高的生物活性<sup>[4]</sup>。

细胞分裂素是一类具有广泛生物学效应的植物激素。研究发现，植物细胞分裂素能够调节植物细胞分裂，组织、器官及个体的生长发育，营养吸收、生物及非生物胁迫等诸多过程。在高等植物中，玉米素是细胞分裂素的主要天然活性成分<sup>[5]</sup>。

脱落酸是一种具有倍半萜结构的植物激素，在植物生长发育过程（特

别是种子休眠、萌发以及萌发后生长等) 中具有重要作用, 并调控植物对环境胁迫的响应<sup>[5]</sup>。

水杨酸是一种酚类植物激素, 可调节植物的生长发育, 对植物的光合作用、蒸腾作用和离子的吸收与运输有调节作用, 还可以诱导植物细胞的分化与叶绿体的生成。另外, 水杨酸可以作为内生信号参与植物对病原体的抵御, 诱导组织产生病程相关蛋白。当植物的一部分受到病原体感染时, 它可以促进该植物其他部分产生抗体, 并通过形成挥发性的水杨酸甲酯在不同植物间传递, 共同抵御感染。

茉莉酸是存在于高等植物体内的内源生长调节物质, 具有抑制植物生长、花粉粒萌发、促进叶片衰老、促进气孔关闭、提高抗性等生理作用, 是调节生物和非生物胁迫反应的重要信号因子, 例如, 植物受到植食性昆虫侵害或机械损伤时, 茉莉酸含量显著升高, 调控抗逆基因的表达<sup>[4]</sup>。

因此, 通过测定葡萄中7种代表性植物激素(玉米素、玉米素核苷、生长素、赤霉素、脱落酸、水杨酸、茉莉酸) 的含量, 为优质葡萄品种选育提供科学依据。为满足市场需求, 进一步制定葡萄植株中7种植物激素含量测定的标准, 推动农业可持续发展。

### 三、项目编制过程

#### (一) 成立标准编制工作组

本标准由广西大学提出, 《葡萄植株中7种植物激素含量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》项目任务下达后, 由广西大学组织成立标准编制工作组, 标准编制工作组制定了起草编写方案与进度安排, 明确任务职责, 确定工作技术路线, 开展标准研制工作。具体编制工作由广西大学为起草单位组成的标准编制工作组负责, 编制工作组成员如下: 梁琼月, 范晓苏, 王博, 路丹, 沈方科。

#### (二) 收集整理文献资料

标准编制工作组经查阅, 收集了国内有关测定植物激素相关文献资料。

主要有：

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

GB/T 27417-2017 合格评定化学分析方法确认和验证指南

GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测

NY/T 2781-2015 水稻中43种植物激素的测定 液相色谱-串联质谱法

GB/T 40179-2021 植物中有机酸的测定 液相色谱-质谱/串联质谱法

NY/T 3949-2021 植物源性食品中酚酸类化合物的测定 高效液相色谱-串联质谱法

DB12/T 986-2020 豆芽中6-苄基腺嘌呤、4-氯苯氧乙酸钠、2,4-滴和赤霉素的测定液相色谱-串联质谱法

DB51/T 2383-2017 植物及种子（果实）中脱落酸（ABA）含量的测定 高效液相色谱法

DB51/T 2382-2017 植物及种子（果实）中赤霉素（GA）含量的测定 高效液相色谱法

DB64/T 1493-2017 豆芽中赤霉素、6-苄基腺嘌呤、4-氯苯氧乙酸、2,4-滴的测定 液相色谱-串联质谱法

DB51/T 2384-2017 植物及种子（果实）中吲哚乙酸（IAA）含量的测定 高效液相色谱法

DB22/T 2598-2016 人参中吲哚乙酸和吲哚丁酸的测定 液相色谱-质谱/质谱法

### （三）研讨确定标准主体内容

2023年3月至5月，标准编制工作组对收集到的资料进行整理研究后，组织召开了标准编制工作会议，对标准的整体框架结构进行研究分析，并对标准的关键性内容进行了初步探讨。经工作组研究确定，标准主体内容主要包括：葡萄植株中7种植物激素含量的测定前处理方法、仪器检测方法、线性范围、精密度、正确度、检出限及测定下限，并邀请检验单位对

其进行验证。

#### （四）编写形成征求意见稿

2023年9月底，标准工作组对试验及验证结果进行多次讨论、研究，反复修改完善标准文本，最终形成了团体标准《葡萄植株中7种植物激素含量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》（讨论稿）和（讨论稿）编制说明。

### 四、标准制定原则

#### （一）实用性原则

本标准是在充分收集相关资料和文献，分析前人关于葡萄植株中7种植物激素含量测定的研究成果，坚持与现行有关国家标准、行业标准、地方标准、团体标准协调一致，开展标准起草工作。标准内容符合当前葡萄植株中7种植物激素含量测定技术发展方向和市场需求，标准条款切实可行，具有较强的实用性和可操作性。

#### （二）协调性原则

本标准编写过程中充分尊重知识产权，同时注重本标准与相关法律法规的衔接，在内容上与现行法律法规、强制性标准协调一致。

#### （三）规范性原则

本标准严格按照 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，标准涉及的专业术语、基本要求、设备要求表达准确，引用数据来源真实可靠，指标科学、论证充分，标准质量有保证。

#### （四）前瞻性原则

本标准在充分考虑当前葡萄发展现状、农业种植产业发展水平和经济发展状况的基础上，标准条款规定的主要技术内容尽可能与我国现有水平相一致，避免起点、要求过低，为葡萄植株中7种植物激素含量测定技术

的推广和应用提供技术指导。

## 五、标准主要内容及依据来源

团体标准《葡萄植株中7种植物激素含量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》主要章节内容包括：仪器参数、前处理方法、检出限及测定下限、精密度、正确度。标准主要内容及依据来源说明如下：

### 1 仪器参数

通过对比离子对、流动相、碰撞能量等3种因素对目标物的影响，进一步优化以确保得到最适最优的仪器参数条件。

#### 1.1 仪器条件优化——离子对的选择

由化合物性质选择合适的母离子扫描范围，确定化合物母离子。再通过子离子扫描模式确定子离子，以响应较高的子离子作为定量离子。由于仪器存在一定误差，故母离子、子离子保留小数点后一位。

##### (1) 玉米素

由图可知，玉米素的母离子为220.21，其子离子136.02、220.15响应较强，故选取220.2/136作为玉米素的定量离子，220.2/220.2作为玉米素的定性离子。

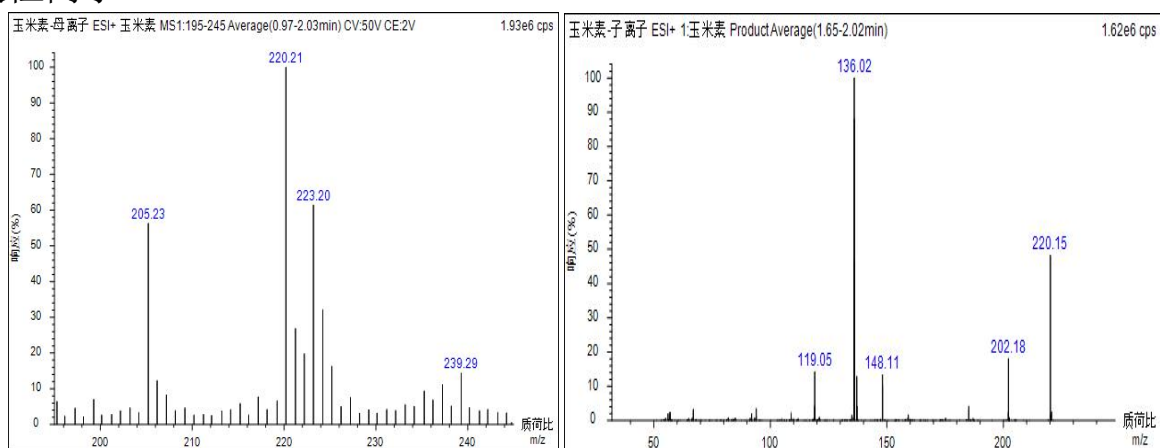


图1 玉米素离子对信息图

##### (2) 玉米素核苷

由图可知，玉米素核苷的母离子为352.22，其子离子136.08、220.22响应较强，故选取352.2/136.1作为玉米素核苷的定量离子，352.2/220.2作为玉米素核苷的定性离子。

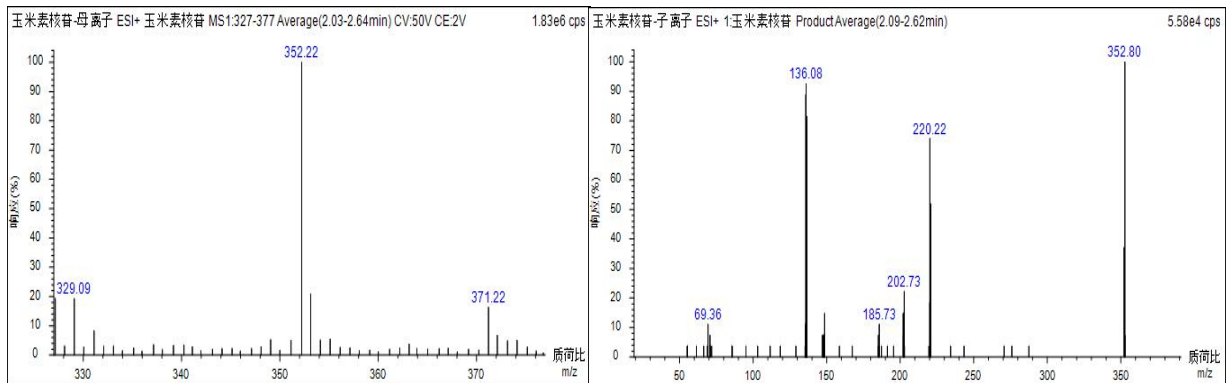


图2 玉米素核苷离子对信息图

### (3) 生长素

由图可知，生长素的母离子为176.15，其子离子129.98、102.86响应较强，故选取176.1/130作为生长素的定量离子，176.1/102.9作为生长素的定性离子。

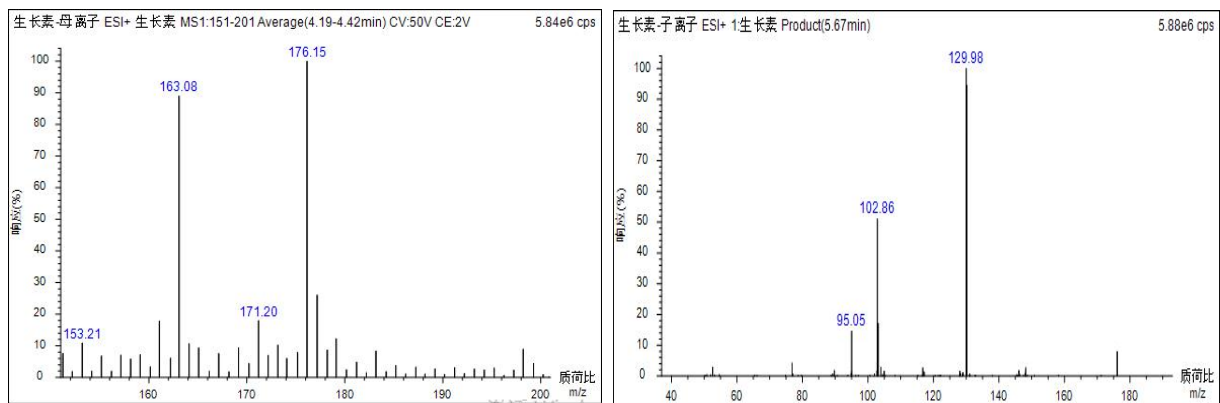


图3 生长素离子对信息图

### (4) 赤霉素

由图可知，赤霉素的母离子为345.08，其子离子142.99、221.06响应较强，故选取345.1/143作为赤霉素的定量离子，345.1/221.1作为赤霉素的定性离子。

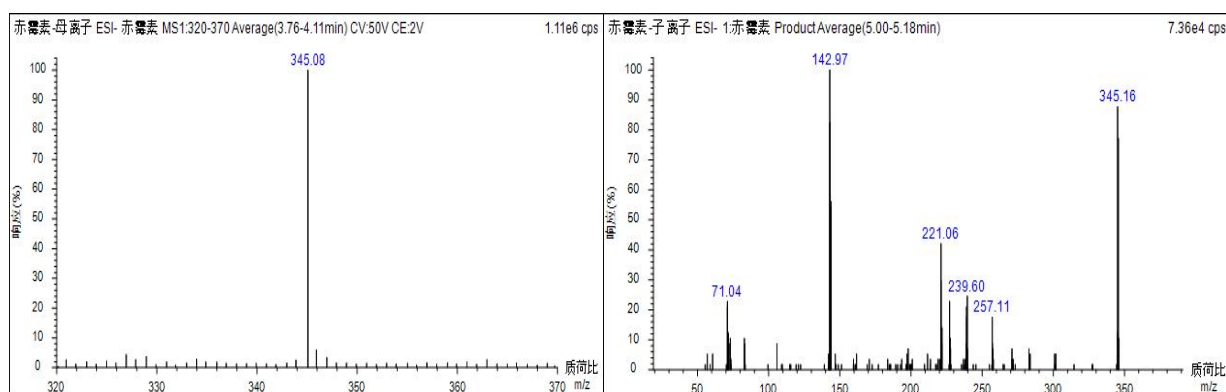


图4 赤霉素离子对信息图

#### (5) 脱落酸

由图可知，脱落酸的母离子为263.08，其子离子152.99、219.08响应较强，故选取263.1/153作为脱落酸的定量离子，263.1/219.1作为脱落酸的定性离子。

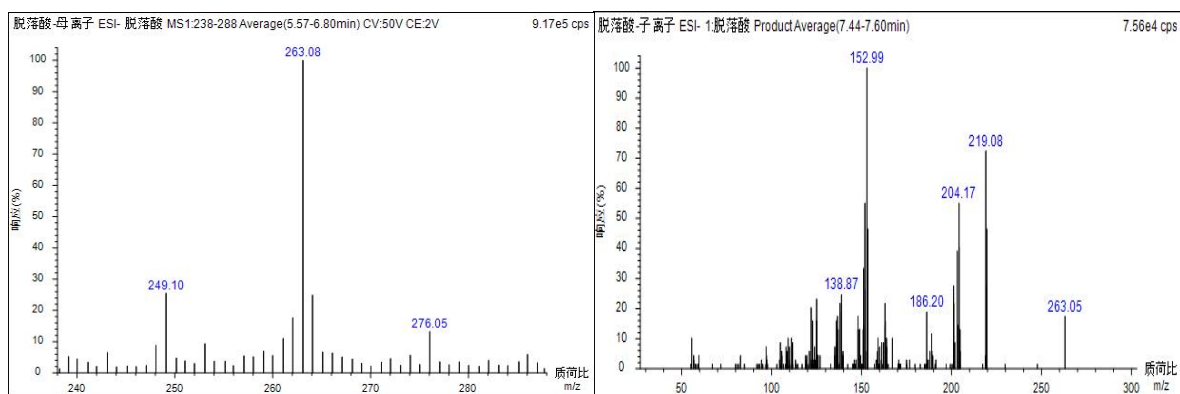


图5 脱落酸离子对信息图

#### (6) 水杨酸



由图可知，水杨酸的母离子为137.11，其子离子93.14、65.11响应较强，故选取137.1/93.1作为水杨酸的定量离子，137.1/65.1作为水杨酸的定性离子。

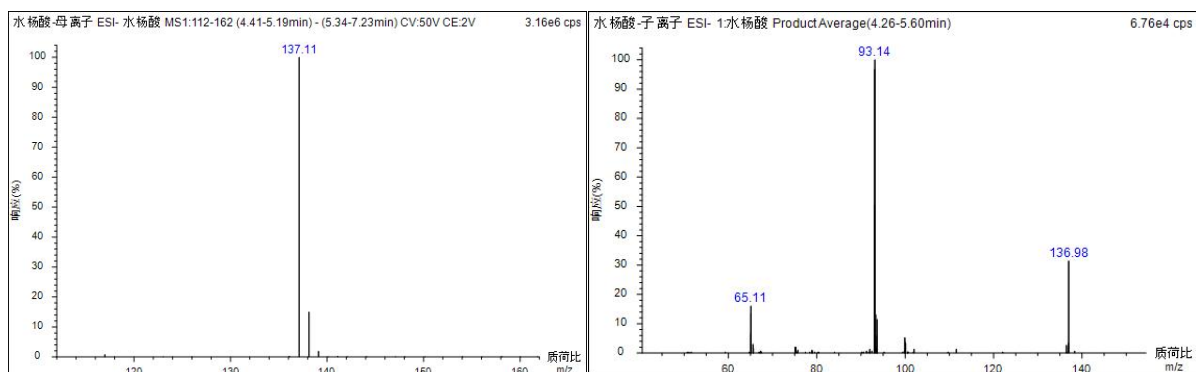


图6 水杨酸离子对信息图

### (7) 茉莉酸

由图可知，茉莉酸的母离子为209.15，其子离子59.19响应较强，故选取209.1/59.2作为茉莉酸的定量离子。

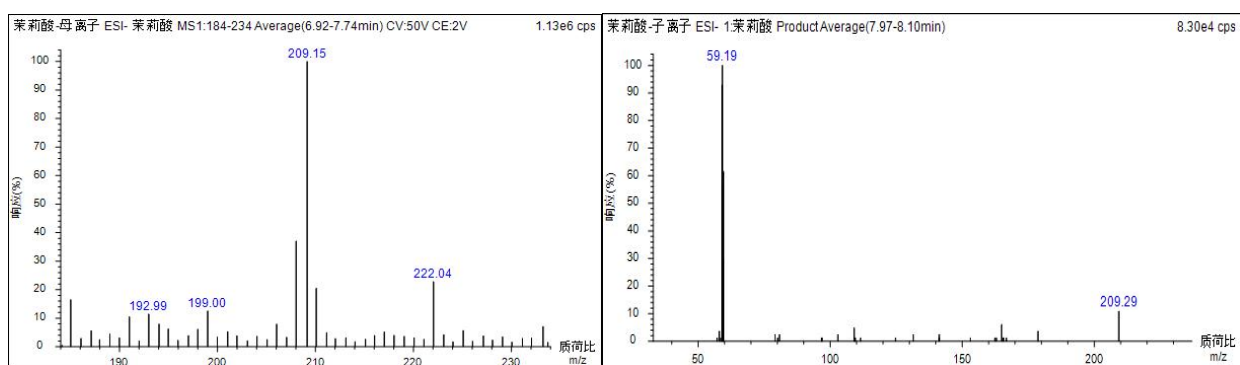


图7 茉莉酸离子对信息图

## 1.2 仪器条件优化——流动相的选择

以B:甲醇-A:甲酸水、B:甲醇-A:水、B:乙腈-A:甲酸水、B:乙腈-A:水T分别作为流动相，参照洗脱程序如表，得到如图7-图10，比较峰型及目标峰的分离程度，实验发现以B:甲醇-A:甲酸水为流动相得到的峰型最佳，分离度最好，故选择B:甲醇-A:甲酸水作为流动相。

表1 洗脱程序

时间/min	流速 mL/min	流动相 A 比例/%	流动相 B 比例/%
0	0.3	80	20
6	0.3	50	50
8	0.3	0	100
10	0.3	0	100
10.1	0.3	80	20
13	0.3	80	20

(1) B: 甲醇-A: 甲酸水

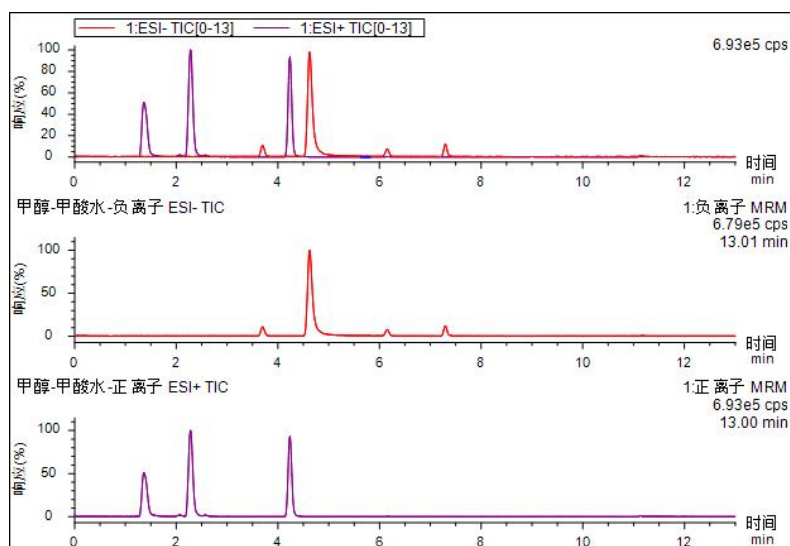


图8 7种激素色谱图 (流动相: 甲醇-甲酸水)

(2) B: 甲醇-A: 水

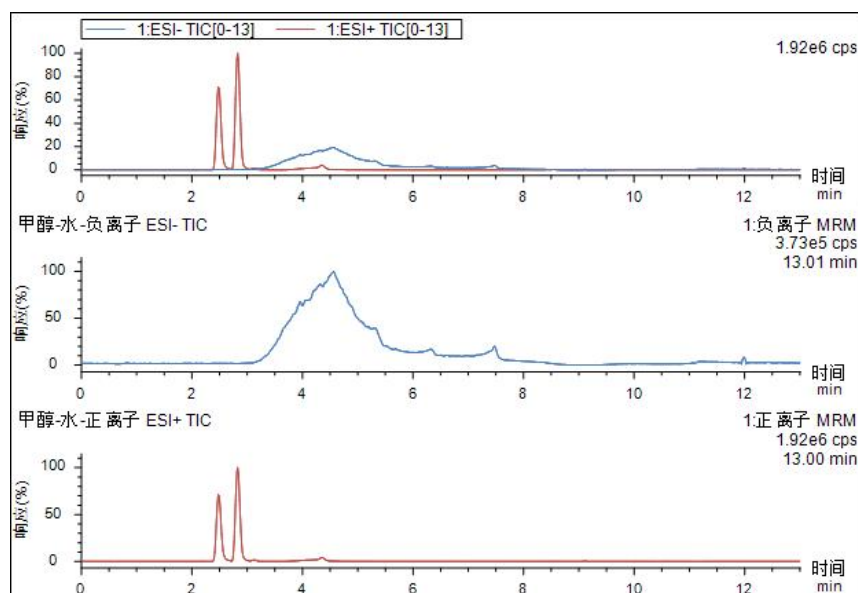


图9 7种激素色谱图 (流动相: 甲醇-水)

(3) B: 乙腈-A: 甲酸水

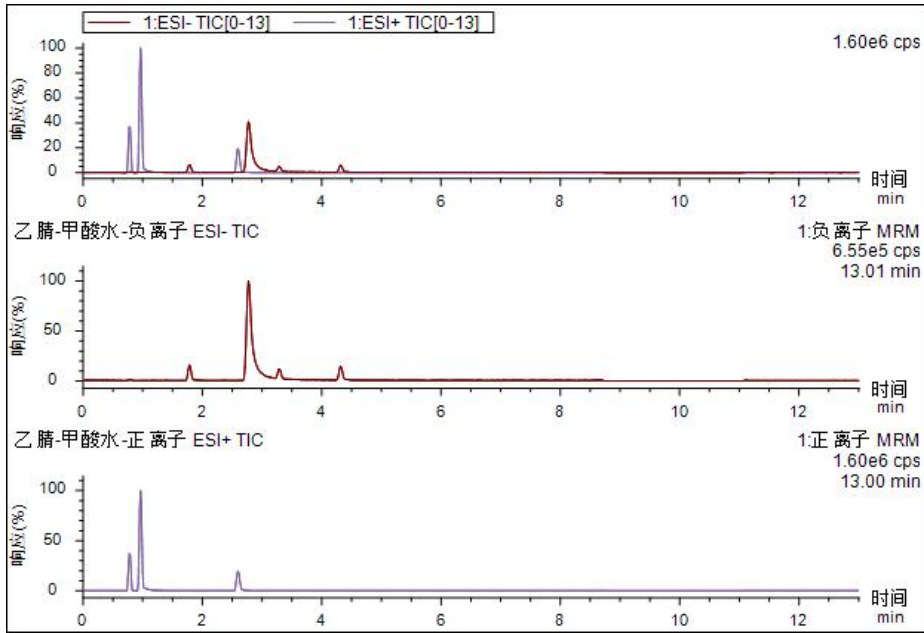


图10 7种激素色谱图（流动相：乙腈-甲酸水）

(4) B:乙腈-A:水

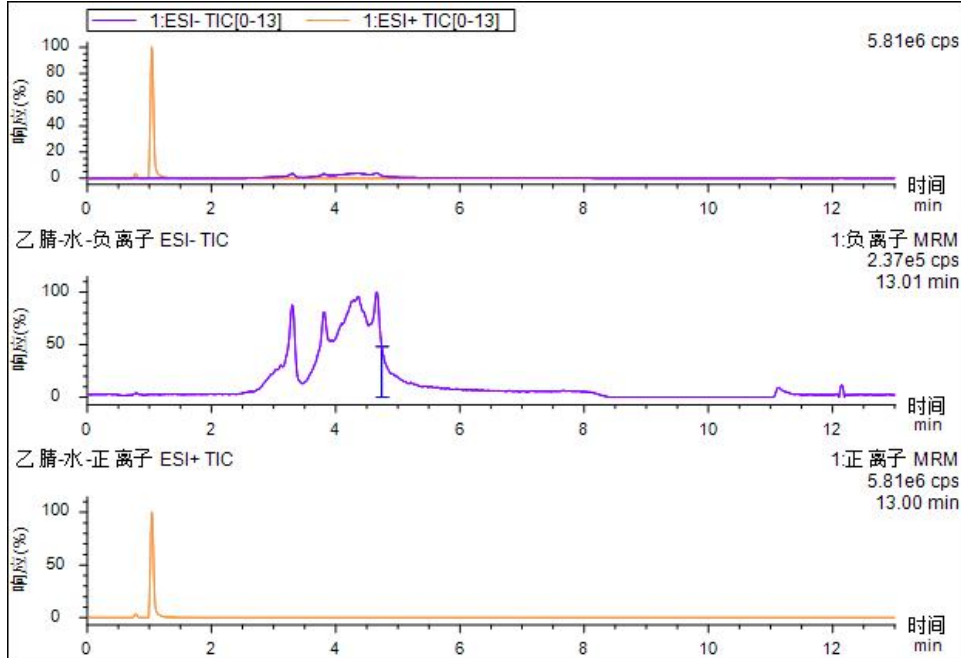


图11 7种激素色谱图（流动相：乙腈-水）

### 1.3 仪器条件优化——碰撞气能量

### (1) 玉米素

由图可知，离子对220.2/136在20V碰撞能量时，响应最强，故选择20V作为离子对220.2/136的碰撞能量；离子对220.2/202.2在14V碰撞能量时，响应最强，故选择14V作为离子对220.2/202.2的碰撞能量。

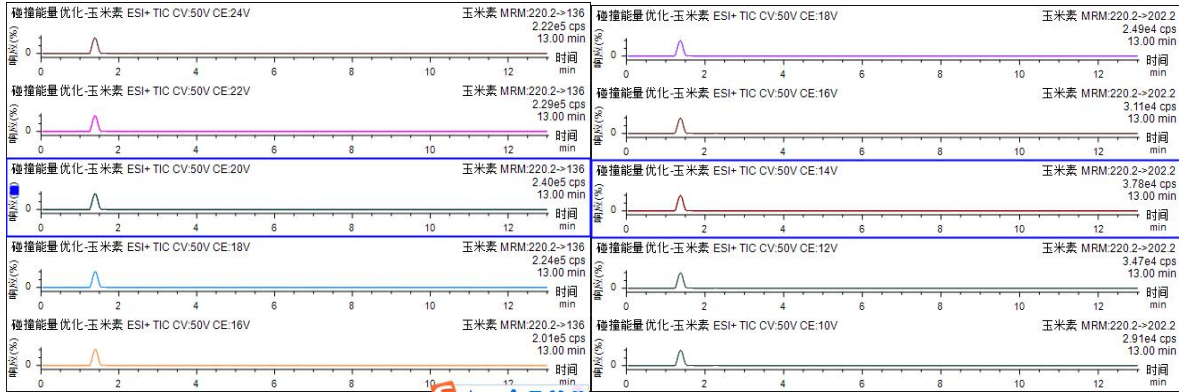


图12 玉米素不同碰撞能响应谱图

### (2) 玉米素核苷

由图可知，离子对352.2/220.2在20V碰撞能量时，响应最强，故选择20V作为离子对352.2/220.2的碰撞能量；离子对352.2/136.1在42V碰撞能量时，响应最强，故选择42V作为离子对352.2/136.1的碰撞能量。

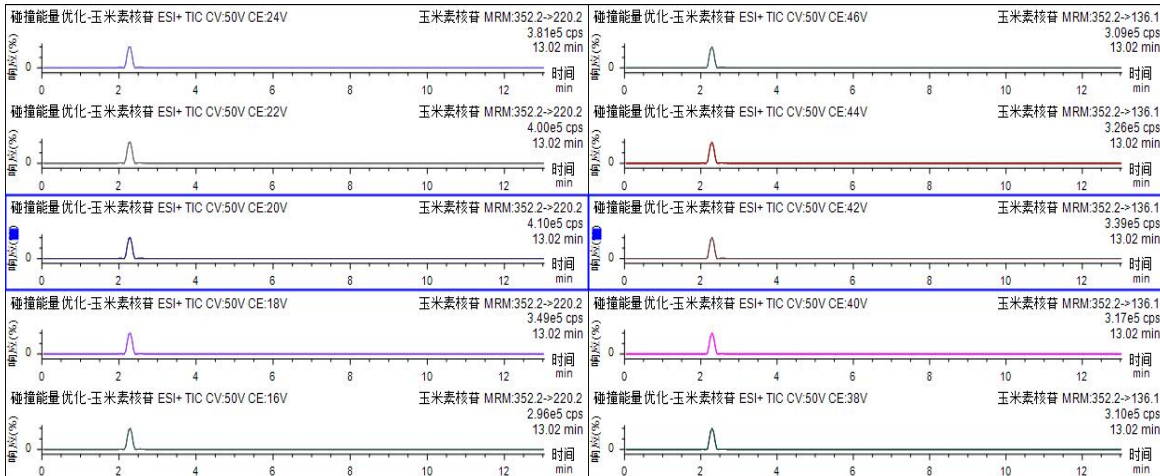


图12 玉米素核苷不同碰撞能响应谱图

### (3) 生长素

由图可知，离子对176.1/102.9在40V碰撞能量时，响应最强，故选择40V作为离子对176.1/102.9的碰撞能量；离子对176.1/130在18V碰撞能量时，响应最强，故选择18V作为离子对176.1/130的碰撞能量。

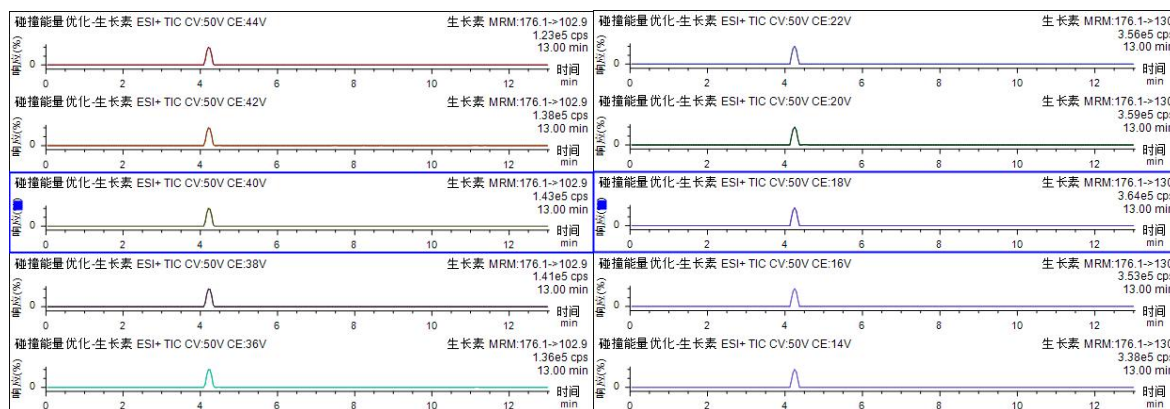


图13 生长素不同碰撞能响应谱图

#### (4) 赤霉素

由图可知，离子对345.1/143在36V碰撞能量时，响应最强，故选择36V作为离子对345.1/143的碰撞能量；离子对345.1/221.1在36V碰撞能量时，响应最强，故选择36V作为离子对345.1/221.1的碰撞能量。

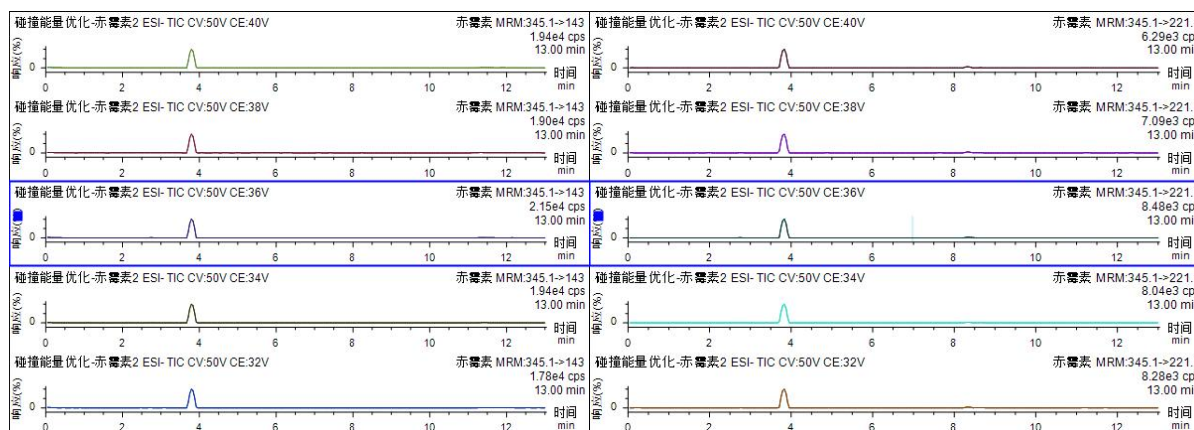


图14 赤霉素不同碰撞能响应谱图

#### (5) 脱落酸

由图可知，离子对263.1/153在12V碰撞能量时，响应最强，故选择12V作为离子对263.1/153的碰撞能量；离子对263.1/219.1在14V碰撞能量时，响应最强，故选择14V作为离子对263.1/219.1的碰撞能量。



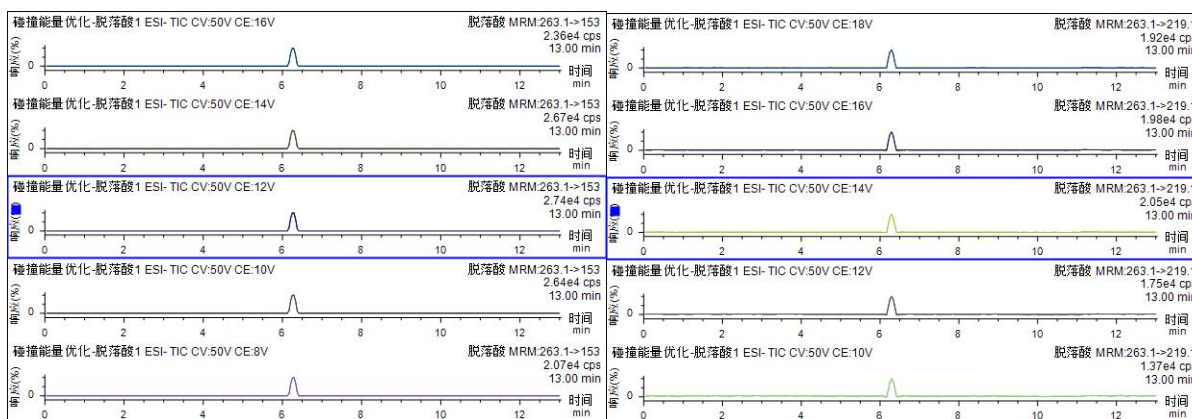


图15 脱落酸不同碰撞能响应谱图

### (6) 水杨酸

由图可知，离子对137.1/93.1在18V碰撞能量时，响应最强，故选择18V作为离子对137.1/93.1的碰撞能量；离子对137.1/93.1在34V碰撞能量时，响应最强，故选择34V作为离子对137.1/93.1的碰撞能量。

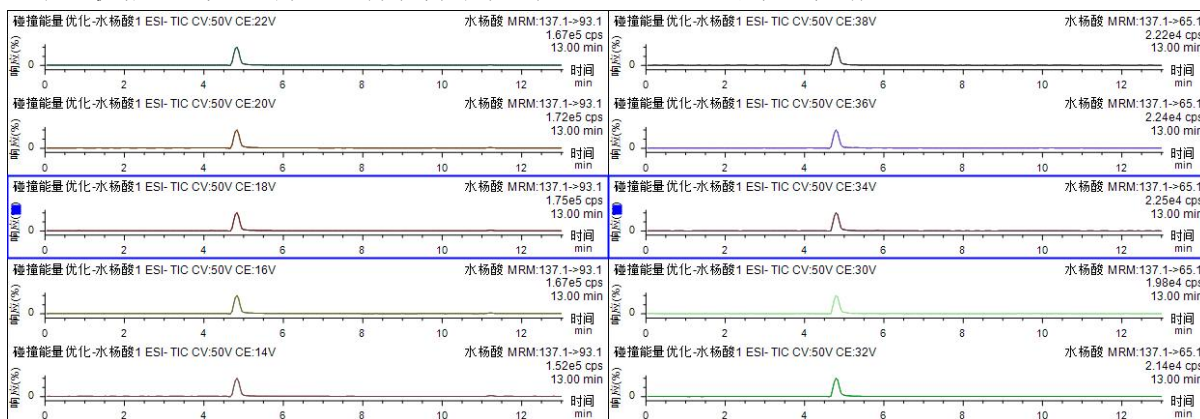


图16 水杨酸不同碰撞能响应谱图

### (7) 茉莉酸

由图可知，离子对209.1/59.2在14V碰撞能量时，响应最强，故选择14V作为离子对209.1/59.2的碰撞能量。

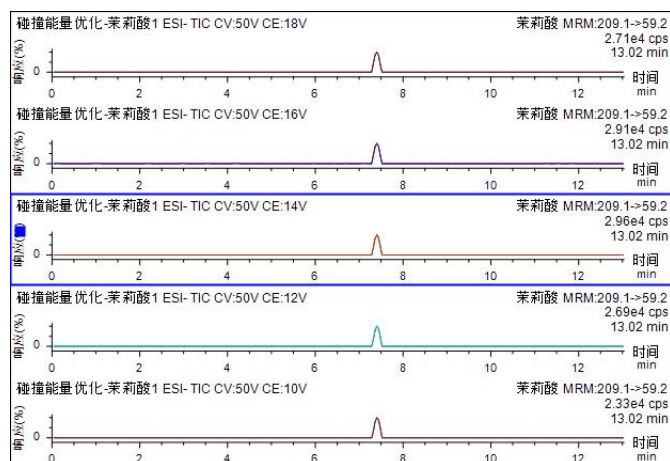


图17 茉莉酸不同碰撞能响应谱图

经过仪器方法开发与优化，本标准提供了仪器参考条件如下：

### A. 高效液相色谱参考条件

a) 色谱柱：Waters ACQUITY UPLC BEH C18 (1.7  $\mu$ m, 2.1 $\times$ 100mm )，或性能相当者。

b) 流动相：A：0.1%甲酸-水溶液，B：甲醇。

c) 流速：0.30 mL/min，梯度洗脱程序见表2。

d) 柱温：40  $^{\circ}$ C。

e) 进样量：2  $\mu$ L。

表2 梯度洗脱程序表

梯度时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	80	20
6	50	50
8	0	100
10	0	100
10.1	80	20
13	80	20

## B. 质谱分析参考条件

- a) 离子源：电喷雾离子源（ESI）；
- b) 扫描模式：正离子扫描模式和负离子扫描模式；
- c) 检测方式：多反应监测（MRM）；
- d) 干燥气、雾化气、碰撞气均为高纯氮气；
- e) 离子源温度：110 °C；
- f) 电喷雾电压：4800 V；
- g) 碰撞气流量：0.75 mL/min；
- h) 去溶剂气流量：6 L/min；
- i) 去溶剂气温度：480 °C；
- j) 监测离子对、锥孔电压、碰撞气能量参数见表3。

表3 7种植物激素的保留时间、监测离子对、锥孔电压和碰撞能量

序号	中文名称	英文名缩写	保留时间 min	定量离子 m/z	定性离子 m/z	锥孔电压 V	碰撞能量 V
正离子扫描模式							
1	玉米素	Z	1.30	220.2/136	220.2/136; 220.2/202.2	50	20; 14
2	玉米素核苷	ZR	2.18	352.2/136.1	352.2/136.1 ; 352.2/220.2	50	42; 20
3	生长素	IAA	4.39	176.1/130	176.1/130; 176.1/102.9	50	18; 40
负离子扫描模式							
4	赤霉素A <sub>3</sub>	GA <sub>3</sub>	3.79	345.1/143	345.1/143; 345.1/221.1	50	36; 36
5	水杨酸	SA	4.98	137.1/93.1	137.1/93.1; 137.1/65.1	50	18; 34
6	脱落酸	ABA	6.27	263.1/219.1	263.1/219.1; 263.1/153	50	14; 12
7	茉莉酸	JA	7.38	209.1/59.2	209.1/59.2	50	14

### (二) 前处理方法

取新鲜的葡萄植株，如叶、芽、果等供试样，迅速用水洗净样品附着的杂物，表面水分用吸水纸擦干，立即保存于液氮中，取出于研钵中加液氮磨细，混匀，立即转移至-80 °C冰箱避光保存。称取0.2 g（精确至0.1 mg）制备好的试样于15 mL塑料离心管中，加入2 mL预冷（4 °C）的提取剂，置于5°C震荡仪中以200 r/min振荡1 h后，加入4 mL预冷（4 °C）的二氯甲烷，



再继续震荡1h后，取二氯甲烷层氮吹干。加入0.5 mL预冷（4 °C）的50%甲醇溶液复溶，涡旋混匀后，经0.22 μm滤膜过滤，滤液供液相色谱-质谱/质谱仪测定。

通过提取溶剂提取效率，优化提取工艺以确保得到最适最优的提取效率。分别以异丙醇+水+盐酸、异丙醇+水+甲酸、甲醇+水+盐酸、甲醇+水+甲酸作为提取溶剂，通过测定含量对不同提取溶剂的提取效率进行评价，不同提取溶剂的提取效率对比数据详见表4。实验表明，作为提取剂时，提取效率较高。综上所述，选择异丙醇+水+盐酸=2+1+0.003作为提取溶剂。

表4 提取溶剂对测定值的影响

提取溶剂 (v/v/v)	含量ng/g						
	玉米素	玉米素 核苷	赤霉素A <sub>3</sub>	生长素	水杨酸	脱落酸	茉莉酸
异丙醇+水+盐酸 =2+1+0.001	0.413	2.21	0.180	1.52	1280	549	25.5
异丙醇+水+盐酸 =2+1+0.002	0.368	1.17	0.250	1.48	1368	498	25.0
异丙醇+水+盐酸 =2+1+0.003	0.485	2.30	0.211	1.53	1143	602	26.4
异丙醇+水+盐酸 =2+1+0.004	0.348	1.85	0.203	1.74	1385	558	22.1
异丙醇+水+甲酸 =2+1+0.001	0.384	2.14	0.142	1.30	1227	504	20.8
异丙醇+水+甲酸 =2+1+0.002	0.373	2.14	0.129	1.34	1301	531	21.9
异丙醇+水+甲酸 =2+1+0.003	0.391	2.34	0.0635	1.46	1523	559	26.0
异丙醇+水+甲酸 =2+1+0.004	0.363	2.07	0.0910	1.60	1263	568	20.4
异丙醇+水+盐酸 =2+1+0.001	0.258	0.441	0.248	1.54	1659	555	25.7
异丙醇+水+盐酸 =2+1+0.002	0.232	0.376	0.224	1.59	1654	530	29.7
异丙醇+水+盐酸	0.226	0.408	0.170	1.23	1525	478	23.4

=2+1+0.003							
异丙醇+水+盐酸 =2+1+0.004	0.267	0.366	0.307	1.62	1653	488	24.4
异丙醇+水+甲酸 =2+1+0.001	0.222	0.409	0.268	1.46	1850	509	26.0
异丙醇+水+甲酸 =2+1+0.002	0.254	0.325	0.206	1.33	2044	538	23.4
异丙醇+水+甲酸 =2+1+0.003	0.252	0.351	0.115	0.655	1809	444	22.5
异丙醇+水+甲酸 =2+1+0.004	0.247	0.325	0.342	0.558	1958	513	26.0

### (三) 检出限及测定下限

参照《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》(GB/T 27417-2017) 5.4.4.2 d 信噪比法评估LOD。利用已知低浓度的分析物样品与空白样品的测量信号进行比较,确定能够可靠检出的最小的浓度。典型的可接受的信噪比是2:1或3:1。以3倍基线噪声作为检出限,3倍检出限作为测定下限。称样量为0.2 g,定容体积为0.5 mL时,检出限见表5。

表5 7种激素检出限

序号	待测组分	检出限/(ng/g)	信噪比S/N
1	玉米素	0.250	4.7
2	玉米素核苷	0.025	3.8
3	生长素	0.125	4.0
4	赤霉素	0.250	3.4
5	水杨酸	0.125	3.7
6	脱落酸	0.250	4.5
7	茉莉酸	0.125	4.1

#### (四) 线性范围

准确移取 10 mg/L 7 种植物激素混合标准溶液，配成质量浓度分别为 0.1 ng/mL~100 ng/mL 的标准工作溶液。由低质量浓度到高质量浓度依次对标准系列溶液进样，以被测物的峰面积为纵坐标，以被测物的浓度为横坐标，根据样品含量建立适当范围的校准曲线，得到待测物的线性方程和相关系数如表 6，详细参数见图 18~图 24。

表 6 7 种激素线性方程及相关系数

序号	待测组分	浓度范围	线性方程	相关系数 R
1	玉米素	0.1ng/mL~5ng/mL	$y = 59562.1891x + 1239.4507$	0.9999
2	玉米素核苷	0.1ng/mL~5ng/mL	$y = 58744.7424x + 2434.6215$	0.9999
3	生长素	0.1ng/mL~5ng/mL	$y = 32095.2029x + 1169.4045$	0.9999
4	赤霉素A <sub>3</sub>	0.1 ng/mL~20 ng/mL	$y = 5807.1252x + 1124.7039$	0.9999
5	水杨酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 41900.3549x + 19245.5649$	0.9999
6	脱落酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 6286.5413x - 811.3620$	0.9999
7	茉莉酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 7039.4284x + 1768.5802$	0.9999

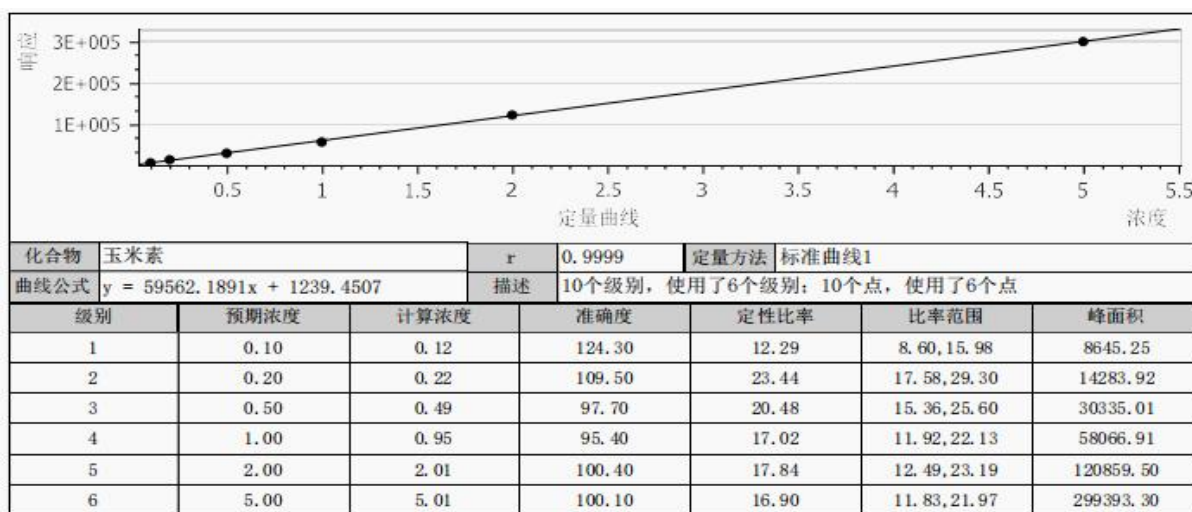


图 18 玉米素线性范围

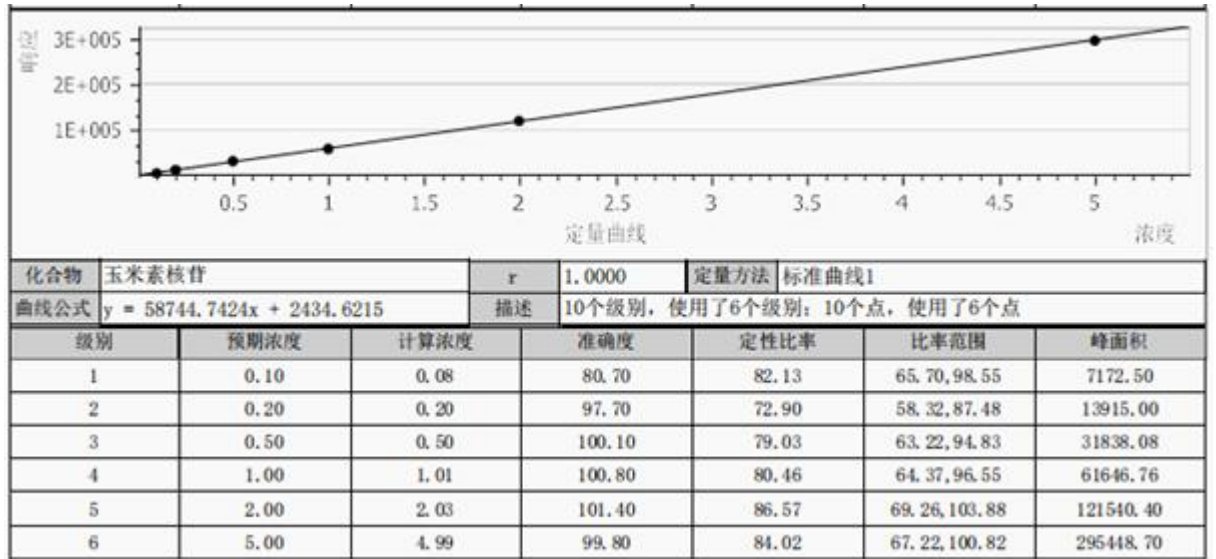


图 19 玉米素核苷线性范围

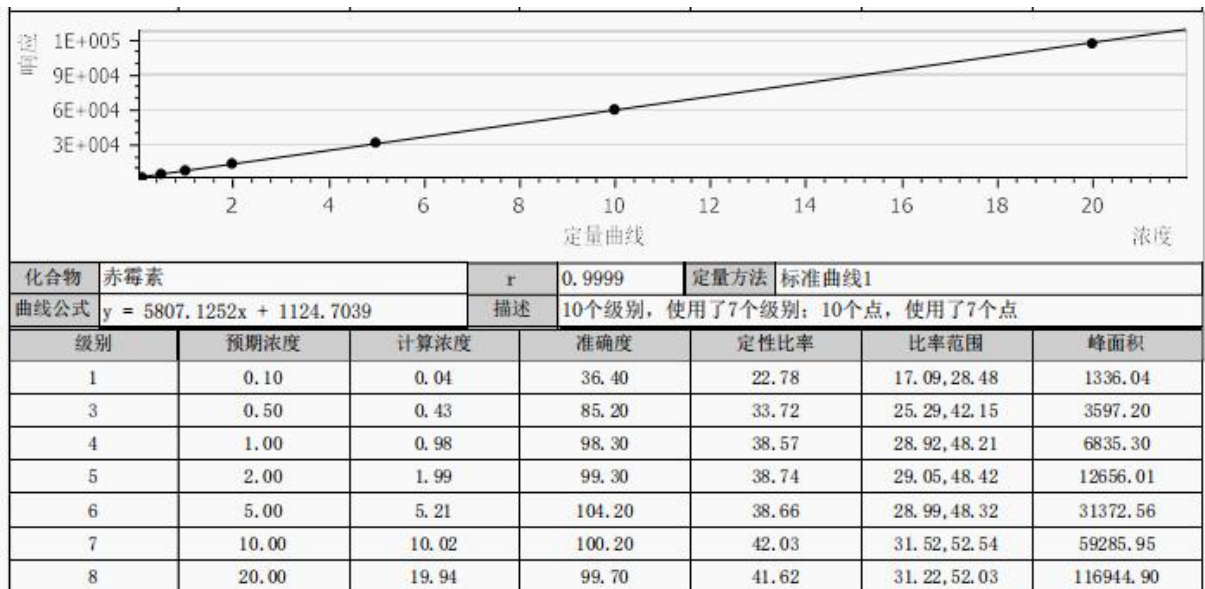


图 20 赤霉素线性范围

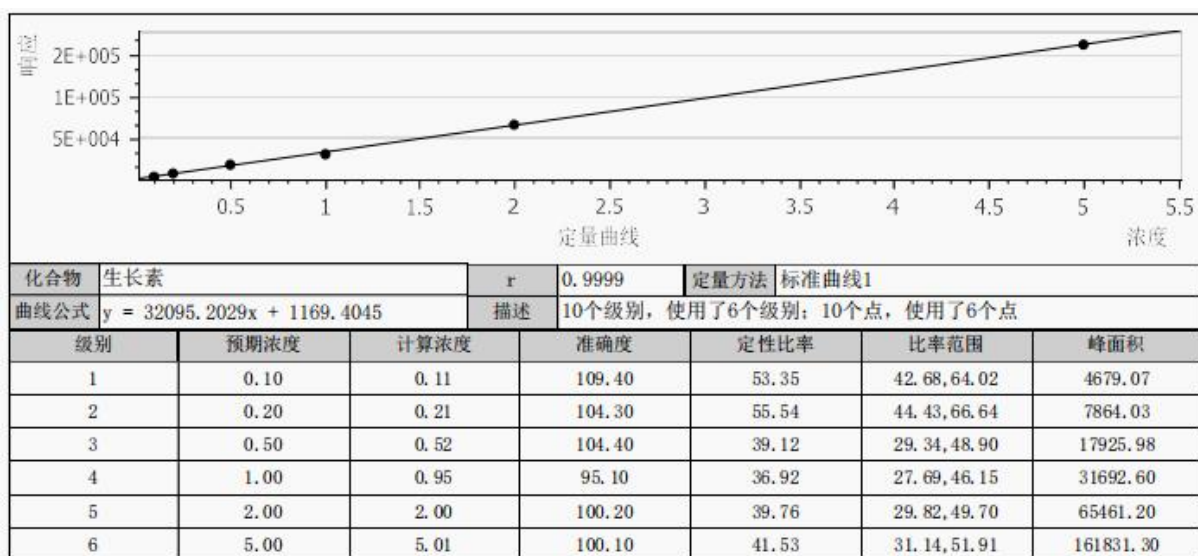


图 21 生长素线性范围

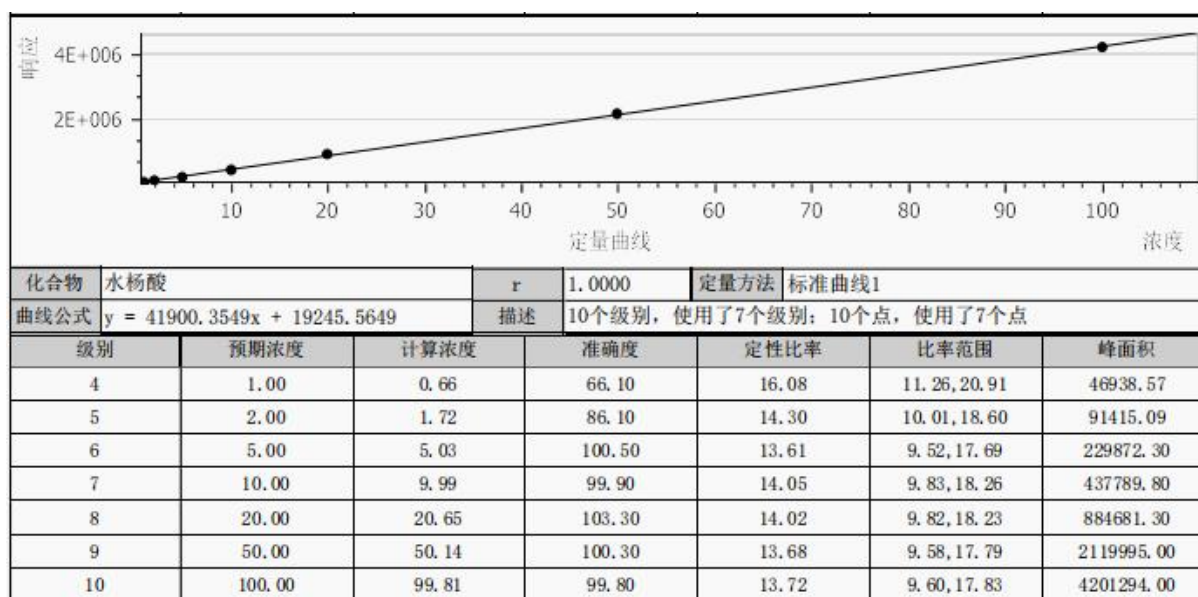


图 22 水杨酸线性范围

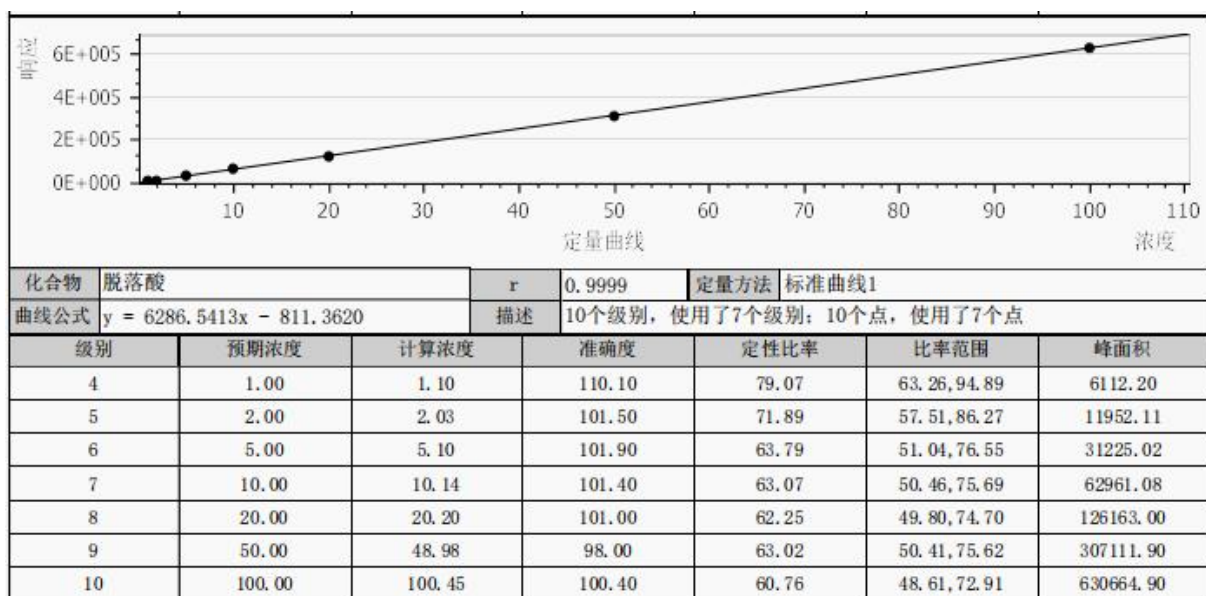


图 23 脱落酸线性范围

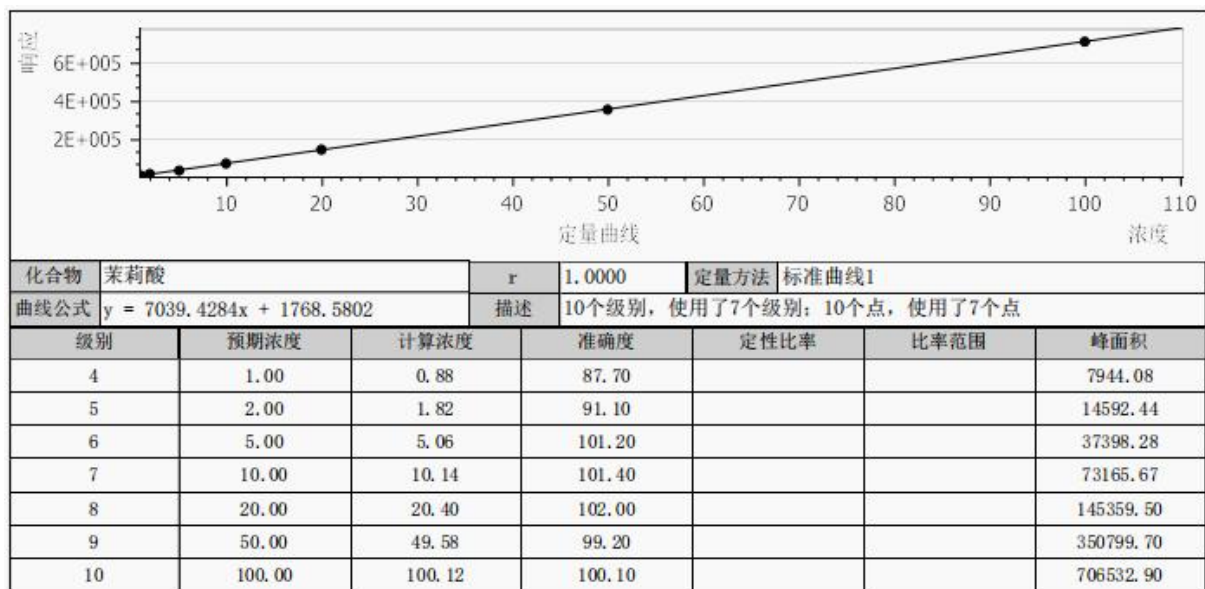


图 24 茉莉酸线性范围

## （五）精密度

本试验分别取葡萄植株叶、芽、果三种样品进行6次重复测定，对精密度进行评价，测定结果详见表。

表7 样品中玉米素测定精密度

样品类型	玉米素含量/ (ng/g)							相对标准 偏差 %
	测定值 1	测定值 2	测定值 3	测定值 4	测定值 5	测定值 6	平均值	
叶	0.742	0.740	0.739	0.739	0.746	0.739	0.741	0.4
芽	0.899	0.842	0.851	0.888	0.844	0.900	0.871	3.2
果	0.498	0.498	0.541	0.499	0.497	0.552	0.514	4.9

表8 样品中玉米素核苷测定精密度

样品类型	玉米素核苷含量/ (ng/g)							相对标准 偏差 %
	测定值 1	测定值 2	测定值 3	测定值 4	测定值 5	测定值 6	平均值	
叶	0.735	0.737	0.727	0.748	0.733	0.768	0.741	2.0
芽	0.920	0.918	0.922	0.910	0.886	0.921	0.913	1.5
果	0.103	0.100	0.113	0.0983	0.0988	0.101	0.102	5.4

表9 样品中赤霉素测定精密度

样品类型	赤霉素含量/ (ng/g)							相对标准 偏差 %
	测定值 1	测定值 2	测定值 3	测定值 4	测定值 5	测定值 6	平均值	
叶	0.449	0.422	0.463	0.516	0.456	0.447	0.459	6.8
芽	0.964	0.914	0.961	0.956	0.959	0.939	0.949	2.0
果	24.5	24.4	24.5	24.4	24.4	24.4	24.4	0.2

表10 样品中生长素测定精密度

样品类型	生长素含量/ (ng/g)							相对标准 偏差 %
	测定值 1	测定值 2	测定值 3	测定值 4	测定值 5	测定值 6	平均值	
叶	3.74	3.65	3.70	3.76	3.68	3.71	3.71	1.0
芽	1.26	1.23	1.20	1.22	1.23	1.17	1.22	2.5
果	1.19	1.18	1.13	1.24	1.24	1.28	1.21	4.5

表11 样品中水杨酸测定精密度

样品类型	水杨酸含量/ (ng/g)							相对标准 偏差 %
	测定值 1	测定值 2	测定值 3	测定值 4	测定值 5	测定值 6	平均值	
叶	57.5	57.0	57.6	58.3	57.5	57.4	57.6	0.7
芽	43.8	43.8	42.6	43.7	43.7	42.7	43.4	0.3
果	3.72	3.70	3.48	3.70	3.80	3.67	3.68	2.9

表12 样品中脱落酸测定精密度

样品类型	脱落酸含量/ (ng/g)							相对标准 偏差 %
	测定值 1	测定值 2	测定值 3	测定值 4	测定值 5	测定值 6	平均值	
叶	23.8	25.1	25.0	26.1	25.0	25.1	25.0	3.0
芽	18.3	20.3	19.9	19.8	20.1	19.8	19.7	3.6
果	24.9	24.8	25.5	24.7	24.4	24.7	24.8	1.4

表13 样品中茉莉酸测定精密度

样品类型	茉莉酸含量/ (ng/g)							相对标准 偏差 %
	测定值 1	测定值 2	测定值 3	测定值 4	测定值 5	测定值 6	平均值	
叶	73.9	74.7	74.2	74.1	76.0	74.4	74.5	1.0
芽	54.8	54.2	54.9	54.9	55.6	54.8	54.9	0.8
果	11.7	11.3	11.7	11.3	12.0	11.7	11.6	2.4



由表可知，葡萄植株中叶、芽、果三种样品 6 次测定结果的相对标准偏差均低于 10%，精密度符合 GB/T 27404-2008 质量要求。

### (六) 正确度

选取不同类型样品分别进行加标实验，对正确度进行评价，测定结果详见表。

表14 葡萄叶样品中玉米素的加标回收率

测定项目		玉米素（葡萄叶）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	1.52	1.52	1.59	1.50	1.59	1.51	0.741	1	/
	加标回收率%	78.2	77.9	84.9	76.2	84.5	76.7			60%~120%
中含量	测定值	5.26	5.49	5.45	5.23	5.43	5.17		5	/
	加标回收率%	90.4	95.0	94.1	89.9	93.7	88.7			60%~120%
高含量	测定值	11.1	10.8	11.0	11.0	10.9	11.0		10	/
	加标回收率%	103.8	100.5	102.9	102.7	102.0	102.4			60%~120%

表15 葡萄叶样品中玉米素核苷的加标回收率

测定项目		玉米素核苷（葡萄叶）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	1.75	1.76	1.75	1.73	1.77	1.77	0.741	1	/
	加标回收率%	100.7	101.8	101.2	99.1	102.6	103.1			60%~120%
中含量	测定值	5.50	5.32	5.49	5.50	5.58	5.49		5	/
	加标回收率%	95.2	91.6	94.9	95.2	96.8	94.9			60%~120%
高含量	测定值	10.5	10.5	10.5	10.5	10.5	10.5		10	/
	加标回收率%	97.7	97.5	97.8	97.5	97.5	98.0			60%~120%

表16 葡萄叶样品中赤霉素的加标回收率

测定项目		赤霉素（葡萄叶）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	1.22	1.21	1.21	1.22	1.15	1.23	0.459	1	/
	加标回收率%	76.0	75.3	75.4	76.0	68.7	77.2			60%~120%
中含量	测定值	4.61	4.64	4.54	4.58	4.62	4.68		5	/
	加标回收率%	83.1	83.7	81.7	82.5	83.2	84.3			60%~120%
高含量	测定值	9.36	9.34	9.34	9.34	9.35	8.98		10	/
	加标回收率%	89.0	88.8	88.8	88.8	88.9	85.2			60%~120%

表17 葡萄叶样品中生长素的加标回收率

测定项目		生长素（葡萄叶）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	4.50	4.52	4.40	4.51	4.50	4.57	3.71	1	/
	加标回收率%	78.8	81.2	69.2	80.7	79.5	86.5			60%~120%
中含量	测定值	7.51	7.89	7.86	7.90	8.01	7.83		5	/
	加标回收率%	76.2	83.8	83.1	83.9	86.1	82.4			60%~120%
高含量	测定值	11.7	12.2	12.4	12.2	12.3	11.9		10	/
	加标回收率%	79.9	85.0	87.2	85.0	86.0	82.0			60%~120%

表18 葡萄叶样品中水杨酸的加标回收率

测定项目		水杨酸（葡萄叶）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	58.5	58.4	58.4	58.5	58.5	58.5	57.6	1	/
	加标回收率%	90.3	87.7	85.0	88.9	92.8	88.9			60%~120%
中含量	测定值	61.8	61.7	62.5	61.9	61.9	61.8		5	/
	加标回收率%	85.6	82.1	98.5	86.2	87.4	84.1			60%~120%
高含量	测定值	65.8	66.0	66.2	65.8	65.8	65.9		10	/
	加标回收率%	82.5	84.3	85.9	82.2	82.5	83.1			60%~120%

表19 葡萄叶样品中脱落酸的加标回收率

测定项目		脱落酸（葡萄叶）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	25.9	25.8	25.8	25.8	25.9	25.8	25.0	1	/
	加标回收率%	92.2	82.7	84.9	81.3	87.3	84.7			60%~120%
中含量	测定值	29.3	29.8	29.6	29.8	29.7	29.5		5	/
	加标回收率%	86.5	96.8	92.7	96.4	94.3	90.1			60%~120%
高含量	测定值	33.9	33.3	34.3	33.6	33.8	33.5		10	/
	加标回收率%	88.9	83.2	92.8	85.7	88.0	85.3			60%~120%

表20 葡萄叶样品中茉莉酸的加标回收率

测定项目		茉莉酸（葡萄叶）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	75.5	75.5	75.4	75.5	75.5	75.4	74.5	1	/
	加标回收率%	100.0	93.5	89.5	92.5	97.1	88.7			60%~120%
中含量	测定值	78.7	78.7	78.7	78.7	79.2	78.6		5	/
	加标回收率%	83.0	82.5	84.0	82.3	93.4	81.8			60%~120%
高含量	测定值	82.9	83.0	82.8	82.9	83.0	83.0		10	/
	加标回收率%	83.4	84.5	82.6	84.0	84.7	84.5			60%~120%

表21 葡萄芽样品中玉米素的加标回收率

测定项目		玉米素（葡萄芽）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
样品类型		测定结果/（ng/g）								
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	1.82	1.77	1.78	1.76	1.79	1.75	0.871	1	/
	加标回收率%	95.1	89.6	91.3	88.5	91.6	88.4			60%~120%
中含量	测定值	6.11	5.98	6.14	6.06	5.98	6.03		5	/
	加标回收率%	104.8	102.2	105.5	103.8	102.2	103.2			60%~120%
高含量	测定值	10.9	11.0	10.4	11.1	11.3	11.3		10	/
	加标回收率%	100.1	101.5	95.7	102.1	104.3	104.4			60%~120%

表22 葡萄芽样品中玉米素核苷的加标回收率

测定项目		玉米素核苷（葡萄芽）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
样品类型		测定结果/（ng/g）								
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	1.83	1.90	1.85	1.85	1.82	1.83	0.913	1	/
	加标回收率%	91.7	99.2	93.3	93.5	91.2	91.6			60%~120%
中含量	测定值	5.56	5.56	5.51	5.53	5.37	5.55		5	/
	加标回收率%	93.0	92.9	92.0	92.3	89.1	92.8			60%~120%
高含量	测定值	10.2	10.5	10.2	10.3	10.1	10.2		10	/
	加标回收率%	92.7	95.7	93.0	93.5	92.1	92.7			60%~120%

表23 葡萄芽样品中赤霉素的加标回收率

测定项目		赤霉素（葡萄芽）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	1.71	1.71	1.73	1.68	1.73	1.68	0.949	1	/
	加标回收率%	76.4	76.1	77.7	73.5	78.2	73.1			60%~120%
中含量	测定值	5.06	5.10	5.10	5.05	5.20	5.09		5	/
	加标回收率%	82.3	83.1	83.0	82.1	85.0	82.9			60%~120%
高含量	测定值	9.84	9.86	9.83	9.86	9.86	9.83		10	/
	加标回收率%	88.9	89.1	88.8	89.1	89.1	88.9			60%~120%

表24 葡萄芽样品中生长素的加标回收率

测定项目		生长素（葡萄芽）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	2.07	2.07	2.11	2.08	2.10	2.04	1.22	1	/
	加标回收率%	85.4	85.3	89.5	86.0	88.5	82.6			60%~120%
中含量	测定值	5.49	5.38	5.44	5.35	5.44	5.51		5	/
	加标回收率%	85.4	83.2	84.6	82.6	84.5	85.8			60%~120%
高含量	测定值	10.1	10.3	10.0	10.1	9.91	10.2		10	/
	加标回收率%	89.0	90.5	88.3	88.6	87.0	89.9			60%~120%

表25 葡萄芽样品中水杨酸的加标回收率

测定项目		水杨酸（葡萄芽）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	44.4	44.2	44.1	44.2	44.4	44.2	43.4	1	/
	加标回收率%	102.9	82.3	71.0	86.5	100.0	84.0			60%~120%
中含量	测定值	48.2	47.5	47.7	47.7	47.5	47.7		5	/
	加标回收率%	96.3	82.5	87.5	86.2	83.0	86.7			60%~120%
高含量	测定值	51.6	51.5	51.6	50.7	51.7	51.9		10	/
	加标回收率%	82.1	81.6	82.1	73.2	82.8	85.8			60%~120%

表26 葡萄芽样品中脱落酸的加标回收率

测定项目		脱落酸（葡萄芽）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	20.7	20.6	20.7	20.7	20.7	20.7	19.7	1	/
	加标回收率%	100.7	86.6	100.6	95.3	100.0	98.0			60%~120%
中含量	测定值	23.7	23.7	23.8	23.7	23.3	24.3		5	/
	加标回收率%	79.6	80.6	81.1	79.3	71.6	92.2			60%~120%
高含量	测定值	27.7	28.0	27.6	27.5	28.5	27.7		10	/
	加标回收率%	79.8	82.7	79.3	77.9	87.9	79.9			60%~120%

表27 葡萄芽样品中茉莉酸的加标回收率

测定项目		茉莉酸（葡萄芽）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	55.7	55.7	55.7	55.7	55.7	55.6	54.9	1	/
	加标回收率%	81.1	89.4	83.0	85.9	83.9	73.9			60%~120%
中含量	测定值	58.7	58.9	58.6	58.7	58.8	58.7		5	/
	加标回收率%	76.1	80.9	75.7	76.8	78.6	76.1			60%~120%
高含量	测定值	62.3	62.3	61.1	62.5	62.3	63.7		10	/
	加标回收率%	74.9	74.9	62.9	76.3	74.4	88.3			60%~120%

表28 葡萄果样品中玉米素的加标回收率

测定项目		玉米素（葡萄果）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	1.39	1.31	1.25	1.24	1.23	1.23	0.514	1	/
	加标回收率%	87.2	79.1	73.8	72.1	72.0	72.0			60%~120%
中含量	测定值	5.22	5.27	5.04	4.92	5.03	5.01		5	/
	加标回收率%	94.0	95.1	90.4	88.1	90.4	89.9			60%~120%
高含量	测定值	9.65	9.72	9.88	9.72	9.99	9.26		10	/
	加标回收率%	91.3	92.0	93.6	92.0	94.7	87.5			60%~120%



表29 葡萄果样品中玉米素核苷的加标回收率

测定项目		玉米素核苷（葡萄果）							样品 含量 ng/g	加标 量 ng/g	回收率 要求范围
样品类型		测定结果/（ng/g）									
		1#	2#	3#	4#	5#	6#				
低 含 量	测定值	1.10	1.08	1.09	1.09	1.09	1.10	0.102	1	/	
	加标 回收率%	99.6	98.2	98.4	99.2	98.8	99.7			60%~120%	
中 含 量	测定值	4.59	4.58	4.60	4.60	4.59	4.59		5	/	
	加标 回收率%	89.9	89.6	89.9	90.0	89.8	89.7			60%~120%	
高 含 量	测定值	8.83	8.81	8.84	8.85	8.85	8.82		10	/	
	加标 回收率%	87.3	87.1	87.3	87.4	87.5	87.2			60%~120%	

表30 葡萄果样品中赤霉素的加标回收率

测定项目		赤霉素（葡萄果）							样品 含量 ng/g	加标 量 ng/g	回收率 要求范围
样品类型		测定结果/（ng/g）									
		1#	2#	3#	4#	5#	6#				
低 含 量	测定值	25.3	25.2	25.2	25.1	25.2	25.2	24.4	1	/	
	加标 回收率%	81.9	79.5	81.6	63.0	80.2	80.3			60%~120%	
中 含 量	测定值	28.0	28.1	28.1	28.2	28.2	28.2		5	/	
	加标 回收率%	72.2	73.5	72.8	75.9	74.8	76.3			60%~120%	
高 含 量	测定值	31.9	31.9	32.0	32.5	31.9	31.9		10	/	
	加标 回收率%	75.0	74.3	76.0	81.1	74.2	75.0			60%~120%	

表31 葡萄果样品中生长素的加标回收率

测定项目		生长素（葡萄果）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	1.92	1.97	1.96	1.93	1.94	1.99	1.21	1	/
	加标回收率%	70.6	76.4	74.6	71.7	72.5	77.4			60%~120%
中含量	测定值	4.91	5.07	4.69	4.95	4.99	4.79		5	/
	加标回收率%	74.0	77.2	69.6	74.8	75.6	71.6			60%~120%
高含量	测定值	8.78	8.56	8.66	8.70	8.67	8.70		10	/
	加标回收率%	75.7	73.5	74.4	74.9	74.6	74.9			60%~120%

表32 葡萄果样品中水杨酸的加标回收率

测定项目		水杨酸（葡萄果）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	4.61	4.38	4.40	4.47	4.45	4.47	3.68	1	/
	加标回收率%	92.7	69.8	71.8	79.4	76.8	78.7			60%~120%
中含量	测定值	7.42	7.81	7.41	6.96	7.42	7.07		5	/
	加标回收率%	74.9	82.6	74.7	65.5	74.9	67.8			60%~120%
高含量	测定值	11.2	11.4	11.2	11.2	10.9	11.2		10	/
	加标回收率%	75.2	77.6	75.0	75.5	71.7	75.3			60%~120%

表33 葡萄果样品中脱落酸的加标回收率

测定项目		脱落酸（葡萄果）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	25.6	25.8	25.6	25.7	25.7	25.6	24.8	1	/
	加标回收率%	83.6	95.9	83.6	91.3	89.0	79.1			60%~120%
中含量	测定值	28.7	29.2	28.7	28.6	27.9	28.7		5	/
	加标回收率%	77.9	87.8	78.2	76.4	62.7	78.5			60%~120%
高含量	测定值	32.2	32.8	31.3	32.3	32.4	31.9		10	/
	加标回收率%	74.3	80.3	64.9	75.3	75.5	71.2			60%~120%

表34 葡萄果样品中茉莉酸的加标回收率

测定项目		茉莉酸（葡萄果）								
样品类型		测定结果/（ng/g）						样品含量 ng/g	加标量 ng/g	回收率 要求范围
		1#	2#	3#	4#	5#	6#			
低含量	测定值	12.4	12.4	12.4	12.6	12.3	12.4	11.6	1	/
	加标回收率%	75.6	76.9	74.5	99.8	70.5	76.7			60%~120%
中含量	测定值	16.0	16.2	15.7	15.2	15.9	16.2		5	/
	加标回收率%	87.6	90.5	80.7	71.0	85.3	92.2			60%~120%
高含量	测定值	18.8	19.2	19.1	18.7	18.4	18.6		10	/
	加标回收率%	72.2	75.5	74.5	70.4	67.8	69.3			60%~120%

由表可知，样品的加标回收率均在相关范围内，符合 GB/T 27404-2008 质量要求。

### （七）标准溶液有效期

参考《实验室质量控制规范 食品理化检测》GB/T 27404-2008 中附录 C 及《植物中有机酸的测定 液相色谱-质谱/质谱法》GB/T 40179-2021，1000mg/L 标准储备液于-80℃下有效期为 6 个月，10 mg/L 混合标准溶液于-80℃下有效期为 3 个月。

### （八）验证实验

为进一步确认方法的科学性，考察方法在各环境条件下的实用性和可操作性，通过广西思浦林科技有限公司、广西壮族自治区产品质量检验研究院对方法进行验证，并根据各验证实验室的数据最终确定方法的特性指标和质量保证与质量控制要求。验证数据如下：

表 35 检出限数据汇总表

验证单位	待测组分	玉米素	玉米素核苷	赤霉素	生长素	水杨酸	脱落酸	茉莉酸
广西大学	检出限 ng/g	0.250	0.025	0.125	0.250	0.125	0.250	0.125
广西思浦林科技有限公司		0.250	0.025	0.125	0.125	0.125	0.250	0.125
广西壮族自治区产品质量检验研究院		0.050	0.025	0.125	0.100	0.125	0.250	0.125
广西大学	信噪比 S/N	4.7	3.8	4	3.4	3.7	4.5	4.1
广西思浦林科技有限公司		3.1	3.2	3.5	3.2	3.1	3.6	3.4
广西壮族自治区产品质量检验研究院		3.3	3.5	3.2	3.4	3.3	3.0	3.0

表 36 线性范围数据汇总表

验证单位	待测组分	浓度范围	线性方程	相关系数 R
广西大学	玉米素	0.1ng/mL~5ng/mL	$y = 59562.1891x + 1239.4507$	0.9999
	玉米素核苷	0.1ng/mL~5ng/mL	$y = 58744.7424x + 2434.6215$	0.9999
	生长素	0.1ng/mL~5ng/mL	$y = 32095.2029x + 1169.4045$	0.9999
	赤霉素A <sub>3</sub>	0.1 ng/mL~20 ng/mL	$y = 5807.1252x + 1124.7039$	0.9999
	水杨酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 41900.3549x + 19245.5649$	0.9999
	脱落酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 6286.5413x - 811.3620$	0.9999
	茉莉酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 7039.4284x + 1768.5802$	0.9999
广西思浦林科技有限公司	玉米素	0.1ng/mL~10ng/mL	$y = 30819x + 882.8$	0.9999
	玉米素核苷	0.1ng/mL~20ng/mL	$y = 66856x + 1025.1$	0.9998
	生长素	0.1ng/mL~20ng/mL	$y = 10770.4x + 531.4$	0.9999
	赤霉素A <sub>3</sub>	0.05 ng/mL~20 ng/mL	$y = 3215.3x + 216.3$	0.9992
	水杨酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 22748x + 2016.4$	0.9996
	脱落酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 4335.4x + 288.1$	0.9998
	茉莉酸	1.0 ng/mL~100 ng/mL	$y = 6168.6x + 323.6$	0.9998
广西壮族自治区产品质量检验研究院	玉米素	0.1ng/mL~10ng/mL	$y = 120819x + 6574.8$	0.9999
	玉米素核苷	0.1ng/mL~20ng/mL	$y = 106856x + 6183.8$	0.9997
	生长素	0.1ng/mL~20ng/mL	$y = 9770.4x + 1140.4$	0.9999
	赤霉素A <sub>3</sub>	0.05ng/mL~20ng/mL	$y = 1668.3x + 255.41$	0.9990
	水杨酸	1.0ng/mL~100 ng/mL	$y = 12748x + 9019.7$	0.9997
	脱落酸	1.0ng/mL~100 ng/mL	$y = 2572.7x + 356.7$	0.9998
	茉莉酸	1.0ng/mL~100ng/mL	$y = 872.93x - 341.25$	0.9998

表 37 样品数据汇总表

样品 编号	样品名称	验证单位结果/(mg/kg)			实验室间 相对标准偏 差/(%)
		广西西大检测有限公 司	广西思浦林科 技术有限公司	广西壮族自治区产 品质量检验研究院	
		玉米素			
1	葡萄叶 1	0.740	0.735	0.740	0.39
2	葡萄芽 1	0.864	0.856	0.863	0.51
3	葡萄果 1	0.512	0.504	0.491	2.11
4	葡萄叶 2	0.622	0.638	0.635	1.35
5	葡萄芽 2	0.739	0.749	0.747	0.71
6	葡萄果 2	0.322	0.326	0.323	0.64
7	葡萄叶 3	0.682	0.682	0.678	0.34
8	葡萄芽 3	0.782	0.785	0.790	0.51
9	葡萄果 3	0.521	0.520	0.517	0.40
		玉米素核苷			
10	葡萄叶 1	0.733	0.733	0.731	0.16
11	葡萄芽 1	0.920	0.919	0.910	0.60
12	葡萄果 1	0.105	0.104	0.106	0.95
13	葡萄叶 2	0.650	0.651	0.649	0.15
14	葡萄芽 2	0.867	0.865	0.871	0.35
15	葡萄果 2	0.505	0.505	0.508	0.34
16	葡萄叶 3	0.723	0.720	0.718	0.35
17	葡萄芽 3	0.850	0.853	0.850	0.20
18	葡萄果 3	0.272	0.272	0.270	0.43
		赤霉素			
19	葡萄叶 1	0.445	0.440	0.444	0.60
20	葡萄芽 1	0.946	0.944	0.939	0.38
21	葡萄果 1	24.5	24.3	24.3	0.40
22	葡萄叶 2	0.273	0.270	0.272	0.56
23	葡萄芽 2	1.055	1.090	1.09	1.87
24	葡萄果 2	29.7	29.8	29.7	0.06
25	葡萄叶 3	0.250	0.253	0.247	1.20
26	葡萄芽 3	1.02	1.03	1.04	0.70
27	葡萄果 3	26.2	26.3	26.3	0.22
		生长素			
28	葡萄叶 1	3.70	3.70	3.70	0.05
29	葡萄芽 1	1.23	1.23	1.20	1.42
30	葡萄果 1	1.17	1.17	1.16	0.56
31	葡萄叶 2	2.95	2.92	2.95	0.65
32	葡萄芽 2	0.334	0.334	0.335	0.17

33	葡萄果 2	0.356	0.360	0.362	0.85
34	葡萄叶 3	3.230	3.227	3.227	0.05
35	葡萄芽 3	0.829	0.824	0.817	0.73
36	葡萄果 3	0.627	0.632	0.626	0.51
	水杨酸				
31	葡萄叶 1	57.4	57.3	57.2	0.12
32	葡萄芽 1	43.4	43.4	42.9	0.69
33	葡萄果 1	3.63	3.63	3.63	0.10
34	葡萄叶 2	62.7	62.8	62.7	0.06
35	葡萄芽 2	51.0	51.0	51.0	0.04
36	葡萄果 2	3.12	3.08	3.14	1.08
37	葡萄叶 3	60.2	60.3	60.1	0.14
38	葡萄芽 3	46.2	46.3	46.2	0.16
39	葡萄果 3	3.64	3.64	3.63	0.25
	脱落酸				
40	葡萄叶 1	24.6	24.5	24.6	0.28
41	葡萄芽 1	19.5	19.4	19.7	0.78
42	葡萄果 1	25.1	24.7	24.5	1.21
43	葡萄叶 2	26.7	26.7	26.7	0.00
44	葡萄芽 2	22.2	22.0	22.0	0.61
45	葡萄果 2	28.6	28.5	28.6	0.12
46	葡萄叶 3	25.3	25.3	25.3	0.15
47	葡萄芽 3	22.0	22.1	22.0	0.30
48	葡萄果 3	26.7	26.8	26.6	0.38
	茉莉酸				
49	葡萄叶 1	74.3	74.2	74.1	0.14
50	葡萄芽 1	54.6	54.5	54.4	0.24
51	葡萄果 1	11.6	11.5	11.7	0.73
52	葡萄叶 2	74.6	75.1	74.6	0.39
53	葡萄芽 2	57.3	57.7	57.7	0.37
54	葡萄果 2	12.7	12.8	12.8	0.26
55	葡萄叶 3	74.7	74.5	74.4	0.18
56	葡萄芽 3	70.0	70.0	70.0	0.03
57	葡萄果 3	22.3	22.6	22.5	0.60

表 38 精密度数据汇总表

验证单位	葡萄叶		葡萄芽		葡萄果	
	6次重复 平均值 ng/g	相对标准 偏差%	6次重复 平均值 ng/g	相对标准 偏差%	6次重复 平均值 ng/g	相对标准 偏差%
	玉米素					
广西大学	0.741	0.4	0.871	3.2	0.514	4.9
广西思浦林科技有限公司	0.682	0.8	0.775	2.7	0.524	2.3
广西壮族自治区产品质量检验研究院	0.620	4.0	0.721	4.5	0.314	5.7
<b>验证单位</b>	<b>玉米素核苷</b>					
广西大学	0.741	2.0	0.913	1.5	0.102	5.4
广西思浦林科技有限公司	0.713	2.9	0.859	2.7	0.260	6.7
广西壮族自治区产品质量检验研究院	0.643	3.8	0.832	6.1	0.504	3.7
<b>验证单位</b>	<b>赤霉素</b>					
广西大学	0.459	6.8	0.949	2.0	24.4	0.2
广西思浦林科技有限公司	0.257	3.4	1.02	1.5	25.9	1.8
广西壮族自治区产品质量检验研究院	0.270	7.7	1.04	7.7	29.4	3.7
<b>验证单位</b>	<b>生长素</b>					
广西大学	3.71	1.0	1.22	2.5	1.21	4.5
广西思浦林科技有限公司	3.21	3.3	0.825	4.0	0.628	2.9
广西壮族自治区产品质量检验研究院	2.86	7.1	0.327	4.9	0.353	3.8
<b>验证单位</b>	<b>水杨酸</b>					
广西大学	57.6	0.7	43.4	0.3	3.68	2.9
广西思浦林科技有限公司	60.3	0.3	46.3	0.6	3.63	2.8
广西壮族自治区产品质量检验研究院	63.3	1.8	52.0	6.3	3.07	6.9
<b>验证单位</b>	<b>脱落酸</b>					
广西大学	25.0	3.0	25.0	3.0	24.8	1.4
广西思浦林科技有限公司	25.0	1.5	22.0	0.9	26.6	1.0
广西壮族自治区产品质量检验研究院	26.4	3.3	21.8	4.1	27.9	3.3
<b>验证单位</b>	<b>茉莉酸</b>					
广西大学	74.5	1.0	54.9	0.8	11.6	2.4
广西思浦林科技有限公司	74.6	0.5	70.0	0.3	22.6	1.0
广西壮族自治区产品质量检验研究院	74.6	2.5	57.9	1.9	12.6	3.7



表 39 葡萄叶正确度数据汇总表

验证单位	葡萄叶回收率范围 (%)		
	低含量加标	中含量加标	高含量加标
	玉米素		
广西大学	76.2~84.9	88.7~95.0	100.5~103.8
广西思浦林科技有限公司	84.8~90.0	83.9~89.1	88.3~93.2
广西壮族自治区产品质量检验研究院	90.8~101.8	89.5~97.6	90.6~95.4
验证单位	玉米素核苷		
广西大学	99.1~103.1	91.6~96.8	97.5~98.0
广西思浦林科技有限公司	79.5~88.0	85.2~89.0	93.3~95.7
广西壮族自治区产品质量检验研究院	103.5~113.4	103.1~107.6	101.4~107.1
验证单位	赤霉素		
广西大学	68.7~77.2	81.7~84.3	85.2~89.0
广西思浦林科技有限公司	75.5~81.8	86.7~90.0	87.5~90.8
广西壮族自治区产品质量检验研究院	102.8~112.8	102.0~112.7	99.9~107.6
验证单位	生长素		
广西大学	69.2~86.5	76.2~86.1	79.9~87.2
广西思浦林科技有限公司	75.7~84.9	80.9~91.3	85.1~88.4
广西壮族自治区产品质量检验研究院	74.1~97.7	85.3~96.6	86.0~99.4
验证单位	水杨酸		
广西大学	85.0~92.8	82.1~98.5	82.2~85.9
广西思浦林科技有限公司	68.0~80.8	77.2~83.2	92.3~100.0
广西壮族自治区产品质量检验研究院	70.4~90.6	72.0~106.5	74.2~99.0
验证单位	脱落酸		
广西大学	81.3~92.2	86.5~96.8	83.2~92.8
广西思浦林科技有限公司	71.6~81.1	82.1~91.9	87.2~92.4
广西壮族自治区产品质量检验研究院	67.3~102.5	62.8~102.5	97.0~114.8
验证单位	茉莉酸		
广西大学	88.7~100.0	81.8~93.4	82.6~84.7
广西思浦林科技有限公司	70.9~84.2	83.3~91.5	92.1~94.6
广西壮族自治区产品质量检验研究院	88.6~99.9	91.8~109.9	84.7~112.3

表 40 葡萄芽正确度数据汇总表

验证单位	葡萄芽回收率范围 (%)		
	低含量加标	中含量加标	高含量加标
	玉米素		
广西大学	88.4~95.1	102.2~105.5	95.7~104.4
广西思浦林科技有限公司	73.3~80.3	78.7~89.6	86.3~92.9
广西壮族自治区产品质量检验研究院	80.3~101.2	85.3~92.1	83.2~85.3
验证单位	玉米素核苷		
广西大学	91.2~99.2	89.1~93.0	92.1~95.7
广西思浦林科技有限公司	84.6~89.3	75.1~83.3	91.6~94.2
广西壮族自治区产品质量检验研究院	92.0~115.1	103.4~106.3	100.9~106.6
验证单位	赤霉素		
广西大学	73.1~78.2	82.1~85.0	88.8~89.1
广西思浦林科技有限公司	70.8~76.3	79.8~84.8	87.5~90.2
广西壮族自治区产品质量检验研究院	88.9~104.9	86.5~112.1	106.8~109.5
验证单位	生长素		
广西大学	82.6~89.5	82.6~85.8	87.0~90.5
广西思浦林科技有限公司	79.5~84.8	68.9~79.9	73.3~81.0
广西壮族自治区产品质量检验研究院	86.5~108.6	78.9~89.9	78.2~86.0
验证单位	水杨酸		
广西大学	71.0~102.9	82.5~96.3	73.2~85.8
广西思浦林科技有限公司	79.0~89.3	84.4~96.9	90.1~99.3
广西壮族自治区产品质量检验研究院	91.9~111.9	76.7~109.9	84.6~114.8
验证单位	脱落酸		
广西大学	86.6~100.7	71.6~92.2	77.9~87.9
广西思浦林科技有限公司	76.0~83.8	77.8~79.6	82.2~96.8
广西壮族自治区产品质量检验研究院	68.3~92.8	71.0~109.4	81.4~95.6
验证单位	茉莉酸		
广西大学	73.9~89.4	75.7~80.9	62.9~88.3
广西思浦林科技有限公司	77.3~83.8	78.7~93.7	81.6~90.0
广西壮族自治区产品质量检验研究院	62.8~82.8	77.9~104.4	71.9~112.7

表 41 葡萄果正确度数据汇总表

验证单位	葡萄果回收率范围 (%)		
	低含量加标	中含量加标	高含量加标
	玉米素		
广西大学	72.0~87.2	88.1~95.1	87.5~94.7
广西思浦林科技有限公司	69.9~75.1	84.9~89.6	84.5~87.7
广西壮族自治区产品质量检验研究院	75.8~83.7	79.6~93.0	79.1~84.0
验证单位	玉米素核苷		
广西大学	98.2~99.7	89.6~90.0	87.1~87.5
广西思浦林科技有限公司	75.0~78.8	83.1~84.9	93.5~95.1
广西壮族自治区产品质量检验研究院	67.3~74.6	86.2~99.4	93.2~96.9
验证单位	赤霉素		
广西大学	63.0~81.9	72.2~76.3	74.2~81.1
广西思浦林科技有限公司	68.8~78.8	68.7~81.9	85.5~94.4
广西壮族自治区产品质量检验研究院	88.6~107.5	72.6~115.2	92.0~116.1
验证单位	生长素		
广西大学	70.6~77.4	69.6~74.8	73.5~75.7
广西思浦林科技有限公司	76.2~89.2	75.2~76.6	73.9~79.7
广西壮族自治区产品质量检验研究院	74.9~93.2	70.2~81.2	78.5~84.2
验证单位	水杨酸		
广西大学	69.8~92.7	65.5~82.6	75.0~77.6
广西思浦林科技有限公司	67.2~83.2	75.5~80.5	86.2~91.3
广西壮族自治区产品质量检验研究院	80.0~100.5	89.0~105.6	82.1~103.0
验证单位	脱落酸		
广西大学	79.1~95.9	62.7~87.8	64.9~80.3
广西思浦林科技有限公司	76.0~84.2	79.0~91.9	86.7~93.5
广西壮族自治区产品质量检验研究院	62.6~96.9	70.6~98.8	88.4~105.5
验证单位	茉莉酸		
广西大学	70.5~99.8	71.0~92.2	67.8~75.5
广西思浦林科技有限公司	71.2~83.7	89.7~93.0	87.4~96.7
广西壮族自治区产品质量检验研究院	69.7~83.6	68.1~95.0	87.6~105.0

由上述数据可知，验证单位的检出限、测定下限、精密度及加标回收

率均达到团体标准方法要求。综上所述，本团体标准采用的方法稳定可靠，具有科学性、合理性、普适性。

## 八、国内同类标准制修订情况及与法律法规、强制性标准关系

经查阅，与植物激素测定相关的国家标准、行业标准、地方标准共9项，其中国家标准2项、行业标准5项、地方标准1项、团体标准1项，主要包括：NY/T 2781-2015 水稻中43种植物激素的测定 液相色谱-串联质谱法、GB/T 40179-2021 植物中有机酸的测定 液相色谱-质谱/串联质谱法、NY/T 3949-2021 植物源性食品中酚酸类化合物的测定 高效液相色谱-串联质谱法、DB12/T 986-2020 豆芽中6-苄基腺嘌呤、4-氯苯氧乙酸钠、2,4-滴和赤霉素的测定液相色谱-串联质谱法、DB51/T 2383-2017 植物及种子(果实)中脱落酸(ABA)含量的测定 高效液相色谱法、DB51/T 2382-2017 植物及种子(果实)中赤霉素(GA)含量的测定 高效液相色谱法、DB64/T 1493-2017 豆芽中赤霉素、6-苄基腺嘌呤、4-氯苯氧乙酸、2,4-滴的测定液相色谱-串联质谱法、DB51/T 2384-2017 植物及种子(果实)中吲哚乙酸(IAA)含量的测定 高效液相色谱法、DB22/T 2598-2016 人参中吲哚乙酸和吲哚丁酸的测定 液相色谱-质谱/质谱法，以上关于植物激素的测定标准并未涉及葡萄植株中7种植物激素，目前国内没有标准测定葡萄植株中植物激素含量测定。

本标准的内容与现行的法律、法规及强制性标准无冲突，标准的编写符合GB/T 1.1-2020的要求。

## 九、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准研制过程中无重大分歧意见。

## 十、自我承诺

本标准内容与各项指标不低于国家强制性标准、推荐性国家标准和行业标准要求。

团体标准《葡萄植株中 7 种植物激素含量的测定 液相色谱-质谱/  
质谱法》

标准编制工作组

2023 年 9 月 28 日

---

[1] 马彦飞. 葡萄嫩枝扦插生根与内源激素含量关系研究[D].西北农林科技大学,2015.

[2] 黎家.植物激素——植物学研究永恒的话题[J].生物技术通报,2018,34(07):5-6.

[3] Jon ChoISan (田哲山) . 同时提取多种植物激素及其在植物分析中应用的研究[D].延边大学,2021.DOI:10.27439/d.cnki.gybdu.2021.000016.

[4] 蔡文静. 植物激素定量分析及定性筛查方法研究[D].武汉大学,2019.DOI:10.27379/d.cnki.gwhdu.2019.002522.

[5] [1]黎家,李传友.新中国成立 70 年来植物激素研究进展[J].中国科学:生命科学,2019,49(10):1227-1281.