

T/JSIE

团 体 标 准

T/JSIE 0011—2025

小麦中三甲胺的测定 顶空气相色谱-质谱法

Determination of trimethylamine in wheat
Headspace gas chromatograph-mass spectrometry

（征求意见稿）

2025 – XX – XX 发布

2025 – XX – XX 实施

江苏省工程师学会 发 布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 原理 1

3 试剂和材料 1

 3.1 试剂 1

 3.2 试剂配制 1

 3.3 标准品 1

 3.4 标准溶液配制 1

4 仪器设备 1

 4.1 顶空气相色谱-质谱联用仪 1

 4.2 电子天平 1

 4.3 恒温水浴锅 2

 4.4 低温离心机。 2

5 分析步骤 2

 5.1 试样制备 2

 5.2 仪器参考条件 2

 5.3 测定 2

6 分析结果的表述 3

7 精密度 3

8 其他 3

附 录 A （资料性） 三甲胺标准溶液的色谱图和质谱图 4

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。

本文件由江苏省工程师学会提出并归口。

本文件起草单位：南京市产品质量监督检验院(南京市质量发展与先进技术研发院)、江南大学、南京农业大学、江苏省粮油质量监测中心、张家港市西张粮油购销有限责任公司、江苏省工程师学会。

本文件主要起草人：梅秀明，李雨枫，张驰，吴肖肖，梁琨，纪晗旭，杨淼，莫晓嵩，张祎，徐婧婧，蒋迪尧，强雨薇，王灿，冯倩，武世鑫，叶永丽，费杏兴，朱晓蓉、叶春兰。

本文件为首次发布。

小麦中三甲胺的测定

顶空气相色谱-质谱法

1 范围

本标准适用于收获后小麦中三甲胺的测定。

2 原理

试样经 5%三氯乙酸溶液提取，提取液置于密封的顶空瓶中，在碱液作用下并在加热条件下，三甲胺盐酸盐转化为三甲胺，在 40℃经过 40 min 的平衡，三甲胺在气液两相中达到动态的平衡，吸取顶空瓶内气体注入气相色谱-质谱/质谱联用仪进行检测，以保留时间(RT)、辅助定性离子(m/z 59 和 m/z 42)和定量离子(m/z 58)进行定性，以外标法进行定量。

基于顶空固相微萃取-气质联用设备(HS SPME-GC-MS)的腥黑穗病小麦中异味物质的筛查结果显示，三甲胺是腥黑穗病小麦中存在的一种挥发性物质，且含量较高，三甲胺的散发的异臭气味与腥黑穗病小麦散发的味道很类似，因此将三甲胺作为腥黑穗病小麦的特征挥发性检测标志物。

3 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

3.1 试剂

3.1.1 氢氧化钠(NaOH)

3.1.2 三氯乙酸($C_2HCl_3O_2$)

3.2 试剂配制

3.2.1 称取 100 g 氢氧化钠溶于纯水中，并定容至 100 mL，制成 50%氢氧化钠溶液。

3.2.2 称取 25 g 三氯乙酸溶于纯水中，并定容至 500 mL，制成 5%三氯乙酸溶液。

3.3 标准品

三甲胺盐酸盐(CAS: 593-81-7),分子式 $(CH_3)_3NHCl$ ，纯度 $\geq 98\%$ ，在 4℃条件下密封保存。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 三甲胺标准储备溶液

称取三甲胺盐酸盐标准品 0.0162 g，用 5%三氯乙酸溶液溶解，并定容至 100 mL，等同于浓度为 100 $\mu g/mL$ 的三甲胺标准储备液，在 4℃条件下密封保存。

3.4.2 三甲胺标准使用溶液

用 5%三氯乙酸溶液逐级稀释三甲胺标准储备液，稀释成浓度分别为 0.01 $\mu g/mL$ 、0.02 $\mu g/mL$ 、0.05 $\mu g/mL$ 、0.1 $\mu g/mL$ 、0.2 $\mu g/mL$ 、0.4 $\mu g/mL$ 的三甲胺标准使用液。

4 仪器设备

4.1 顶空气相色谱-质谱联用仪

顶空气相色谱-质谱联用仪配有分流/不分流进样口和电子轰击电离源。

4.2 电子天平

电子天平，感量分别为0.1 mg和1 mg。

4.3 恒温水浴锅

恒温水浴锅，控温精度 2℃。

4.4 低温离心机。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 试样预处理及保存

检查所检测的小麦样品中是否存在土块、杂草等杂质，去除这些杂质后再进行后续的处理。

称取小麦样品 100 g，用粉碎机粉碎，混匀。制备好的样品应密封在聚乙烯塑料袋中置于-18℃冷冻保存，测定前室温下放置解冻即可。

5.1.2 试样提取

称取约 5 g（精确至 0.001 g）制备好的样品于 50 mL 的塑料离心管中，加入 20 mL 5%三氯乙酸溶液，涡旋混合仪上涡旋 2 min，超声提取 10 min，超声水浴中加入冰袋，保持低温，以 6000 r/min 离心 5 min，上清液移入 50 mL 容量瓶，残留物再分别用 15 mL 和 10 mL 5%三氯乙酸溶液重复提取两次，合并上清液，用 5%三氯乙酸溶液定容至 50 mL。

5.1.3 样品溶液顶空处理

在顶空瓶中移入 5.0 mL 50%氢氧化钠溶液，准确吸取 2 mL 提取液至顶空瓶中，立即密封顶空瓶，振荡均匀，备用。

5.1.4 标准溶液顶空处理

分别在各项空瓶中移入 5.0 mL 50%氢氧化钠溶液，准确吸取 3.4.2 中各标准使用液 2 mL 至顶空瓶中，立即密封顶空瓶，振荡均匀，备用。

5.2 仪器参考条件

5.2.1 色谱条件

色谱条件如下：

- a) 色谱柱：HP-INNOWAX，30 m×0.32 mm×0.25 μm，固定相为聚乙二醇，或其他等效的色谱柱；
- b) 载气：高纯氮气，纯度不低于99.999%；
- c) 流速：1.5 mL/min；
- d) 进样口温度：220℃；
- e) 分流比：10：1；
- f) 升温程序：40℃保持3 min，以30 °C/min速率升至220℃，保持1 min；
- g) 进样量：1 mL。

5.2.2 质谱条件

质谱条件如下：

- a) 离子源：电子轰击离子源（EI源），温度：230℃；
- b) 离子化能量：70 eV；
- c) 传输线温度：230℃；
- d) 溶剂延迟：1 min；
- e) 扫描方式：选择离子扫描（SIM）。

5.3 测定

5.3.1 顶空进样

将制备好的试样在 40℃平衡 40 min。在 5.2 色谱质谱条件下，用自动顶空进样设备自动进样，使用顶空气相色谱-质谱联用仪进行检测。

5.3.2 定性测定

以 SIM 方式采集数据，以试样溶液中三甲胺的保留时间 (RT)、辅助定性离子 (m/z 59 和 m/z 42)、定量离子 (m/z 58) 以及辅助定性离子与定量离子的峰度比 (Q) 与标准溶液的进行比较定性。试样溶液中三甲胺的辅助定性离子和定量离子峰度比 ($Q_{\text{样品}}$) 与标准溶液中三甲胺的辅助定性离子和定量离子峰度比 ($Q_{\text{标准}}$) 的相对偏差控制在 15% 以内。

5.3.3 定量测定

采用外标法定量。以标准溶液中三甲胺的峰面积为横坐标，以标准溶液中三甲胺的浓度为纵坐标，绘制标准曲线，用校准曲线计算试样溶液中三甲胺的浓度。

6 分析结果的表述

试样中的三甲胺的含量按下式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 ——试样中三甲胺含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

c ——从校准曲线得到的三甲胺浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

V ——试样溶液定容体积，单位为毫升 (mL)；

m ——试样质量，单位为克 (g)。

7 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

8 其他

当称样量为 5 g，定容体积为 50 mL，顶空进样体积为 1 mL，方法的检出限为 0.3 μg/kg，定量限为 1 μg/kg。

附 录 A
(资料性)
三甲胺标准溶液的色谱图和质谱图

A. 1 三甲胺标准溶液的总离子流图

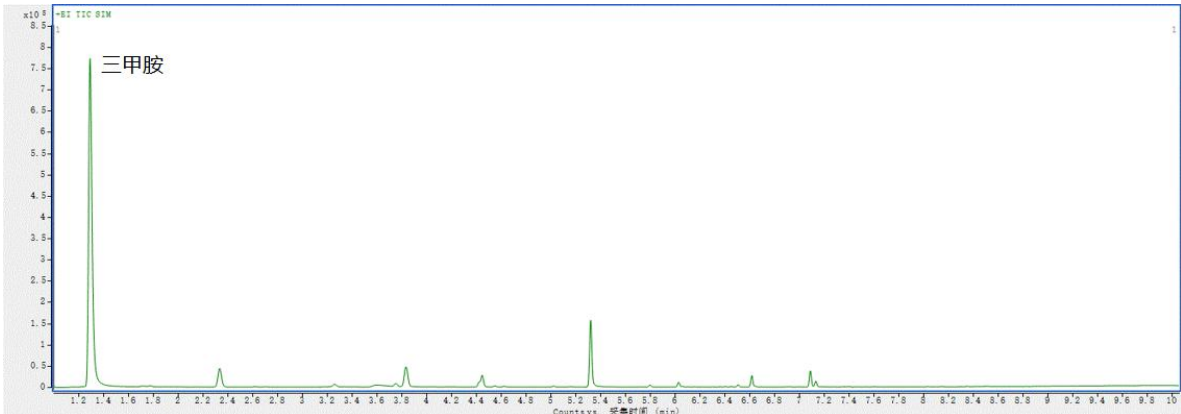
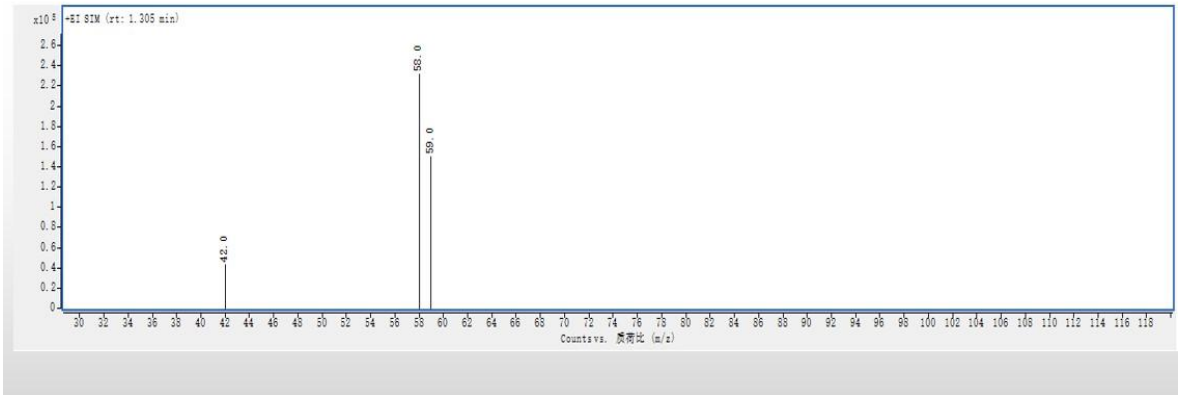


图 A.1 三甲胺标准溶液的顶空气相色谱-质谱总离子流图

A. 2 三甲胺标准溶液的质谱图



图A. 2 三甲胺标准溶液的质谱图（定性离子（ m/z 59， m/z 42）和定量离子（ m/z 58））