

ICS 65.020.20
CCS B 30

T/JAASS
江苏省农学会团体标准

T/JAASS XXXX—2025

**谷物及制品中 γ -氨基丁酸的测定 液相色
谱-串联质谱法**

Determination of gamma-aminobutyric acid in grains and products liquid chromatography-tandem mass spectrometry

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

江苏省农学会 发布

目 次

前言	11
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 原理	3
5 试剂与材料	3
6 仪器与设备	3
7 分析步骤	4
8 分析步骤	5
9 检测方法灵敏度、准确度和精密度	5
附录 A (资料性)	6

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。

本文件由江苏省农学会提出并归口。

本文件起草单位：南京财经大学、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、绿城农科检测技术有限公司、中国农业机械化科学研究院集团有限公司。

本文件主要起草人：李彭、方勇、汤晓艳、章虎、周婷婷、何亚凯、陈爱亮。

谷物及制品中 γ -氨基丁酸的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了谷物及制品中 γ -氨基丁酸含量的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于谷物及制品中 γ -氨基丁酸含量的测定。

本方法检出限为0.3 mg/kg, 定量限为0.9 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 5490 粮油检验 一般规则

GB/T 6682 分析试验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用乙醇水溶液提取试样中的 γ -氨基丁酸,经涡旋或振荡、离心,取上清液过滤后,通过液相色谱-串联质谱测定,外法定量。

5 试剂与材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水应符合GB/T 6682中一级用水要求。

5.1 乙腈(CH3CN): 色谱纯

5.2 乙酸铵(CH3CO2NH4): $\geq 99.99\%$ 。

5.3 乙醇(C2H5OH): 优级纯。

5.4 提取溶液: 80%乙醇溶液。取400 mL无水乙醇和100 mL水混匀。

5.5 标准品: γ -氨基丁酸(γ -aminobutyric acid, GABA): CAS号56-12-2, 纯度 $\geq 99.0\%$ 。

5.6 标准储备溶液: 精确称取 γ -氨基丁酸标准品10.0 mg, 用去离子水定容至10 mL, 即为1000 mg/L的标准储备液,于4℃下,贮存于密闭的棕色玻璃瓶中备用。

5.7 标准中间溶液: 精确量取标准储备溶液1 mL, 用去离子水定容至100 mL, 即为10 mg/L的标准中间溶液,于4℃下,贮存于密闭的棕色玻璃瓶中备用。

5.8 系列标准工作溶液: 将标准中间溶液逐级稀释成50 μ g/L、100 μ g/L、250 μ g/L、500 μ g/L、1000 μ g/L和2000 μ g/L系列标准工作溶液,现配现用。

5.9 滤膜: 0.22 μ m, 水相滤膜。

6 仪器与设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪: 配有电喷雾离子源。

6.2 分析天平: 感量为0.1 mg和0.01 g。

6.3 粉碎机: 电机转速 ≥ 1000 r/min。

6.4 涡旋混合器: 转速 ≥ 100 r/min。

6.5 振荡器: 振荡频率 ≥ 50 次/min。

6.6 离心机: 最大转速 ≥ 10000 r/min。

7 分析步骤

7.1 试样制备

样品经混匀后，缩分至约50 g，经研磨至全部通过孔径0.25 mm（60目）筛的试样，混匀，装入密闭容器中，室温下保存。

7.2 提取

称取1.0 g样品于50 mL离心管中，加入10 mL提取溶剂（4.4），超声提取30 min后，于5000 r/min离心5 min，将上清液转入25 mL容量瓶中，样品残渣再用10 mL提取溶液（4.4）提取1次，合并2次提取液，用提取溶剂（4.4）定容至25 mL，摇匀。取适量样品溶液，用去离子水稀释5倍，混匀后过0.22 μm 滤膜，供液相色谱-串联质谱分析。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件：

- a) 色谱柱：HILIC 色谱柱（2.1 mm \times 100 mm, 1.7 μm ）或相当；
- b) 柱温 40 $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 流动相：A 为 5 mm 乙酸铵溶液，B 为乙腈，梯度洗脱条件见表 1；
- d) 流速：0.3 mL/min；
- e) 进样量：2 μL 。

表1 流动相梯度洗脱条件

时间/min	A/%	B/%
0	15	85
0.5	15	85
3.0	50	50
3.5	50	50
4.0	15	85
6.0	15	85

7.3.2 质谱参考条件

质谱条件：电喷雾离子源：正离子模式；多反应监测模式；母离子：104.0；定量子离子与定性子离子分别为：87.1（碰撞能量：8 V），69.1（碰撞能量：15 V）；锥孔电压：70 V；离子源温度：350.0 $^{\circ}\text{C}$ ；毛细管电压：3.5 kV。

7.3.3 定性测定

通过试样色谱图的保留时间与相应标准品的保留时间、色谱峰的特征离子与相应浓度标准溶液色谱峰的特征离子相对照定性。试样与标准品保留时间的相对偏差不大于5 %；试样特征离子的相对丰度与浓度相当标准溶液的相对丰度一致，相对丰度偏差不超过表2的规定，则可判断试样中存在被测物。

表2 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	20~50	10~20	≤ 10
允许的相对偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

7.3.4 定量测定

根据试样中待测物的含量情况，配制响应值适宜的标准工作液进行色谱分析，标准曲线工作液应有5个浓度水平，应包括零点。标准工作液和待测液中 γ -氨基丁酸的响应值应在仪器线性响应范围内。如果样品中待测物含量超过标准曲线的线性范围，用水稀释至合适浓度后分析。在上述色谱-质谱条件下， γ -氨基丁酸标准溶液特征离子质量色谱图见附录A。

7.4 空白试验

除不加试剂外，采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

8 分析步骤

试样中 γ -氨基丁酸的含量按公式（1）计算：

式中：

X ——试样中 γ -氨基丁酸的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

ρ ——试样溶液中 γ -氨基丁酸质量浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——试样空白液中 γ -氨基丁酸质量浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

V ——试样体积 (mL)；

f ——试样稀释倍数；

m ——试样称取质量, 单位为克 (g);

1000 ——换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

9 检测方法灵敏度、准确度和精密度

9.1 灵敏度

本方法的检测限为0.3 mg/kg, 定量限为0.9 mg/kg。

9.2 准确度

本方法在20 mg/kg~200 mg/kg添加浓度水平上的回收率为80%~120%。

9.3 精密度

本方法的批内相对标准偏差 $< 15\%$ ，批间相对标准偏差 $< 15\%$ 。

附录 A
(资料性)

γ -氨基丁酸标准溶液特征离子质量色谱图

γ -氨基丁酸标准溶液特征离子质量色谱图见表A. 1。

表 A. 1 γ -氨基丁酸标准溶液特征离子质量色谱图

