

ICS 65.020

CCS B 30

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 1232—2026

冬瓜中瓜氨酸的测定 高效液相色谱法

Determination of citrulline in wax gourd—High performance liquid chromatography

2026-01-23 发布

2026-01-29 实施

广西标准化协会 发布

前 言

本文件参照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。

本文件由广西壮族自治区农业科学院提出并宣贯。

本文件由广西标准化协会归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区农业科学院、广西壮族自治区产品质量检验研究院、南宁海关技术中心、广西标准化协会、广西农业职业技术大学。

本文件主要起草人：覃国新、周其峰、陈泳歙、陆玮璠、李慧玲、何善廉、王海军、何洁、韦宇宁、司露露、劳水兵、罗丽红、梁志俭、梁静、王彦力、闫飞燕、吉日文、黄芳、王天顺、唐莉、黄林华、李焘、梁雪莲、蒋翠文、牙禹、黄晓川、石敏、宁德娇、谢丽萍、蒋才斌、陈建华、刘祁云、陆妃妃。

冬瓜中瓜氨酸的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件描述了冬瓜中瓜氨酸含量的高效液相色谱测定方法。
本文件适用于冬瓜中瓜氨酸含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
NY/T 3304 农产品检测样品管理技术规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的瓜氨酸经酸化甲醇溶液超声提取，高效液相色谱-紫外检测器（或二极管矩阵检测器）测定，外标法定量。

5 试剂和材料

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 中一级水的要求。

5.1 试剂

- 5.1.1 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。
- 5.1.2 甲醇（ CH_3OH ）。
- 5.1.3 盐酸（ HCl ）：优级纯。
- 5.1.4 磷酸（ H_3PO_4 ）：色谱纯。

5.2 溶液配制

- 5.2.1 盐酸溶液（0.05 mol/L）：移取 2.25 mL 盐酸（5.1.3），用水稀释至 500 mL，混匀。
- 5.2.2 甲醇-盐酸（9:1）溶液：准确量取 900 mL 甲醇（5.1.2）和 100 mL 盐酸溶液（5.1.3），混匀。
- 5.2.3 甲醇溶液（50%）：准确量取 250 mL 甲醇（5.1.1）和 250 mL 水，混匀。
- 5.2.4 磷酸溶液（0.1%）：移取 0.5 mL 磷酸（5.1.4），用水稀释至 500 mL，混匀。

5.3 标准品

瓜氨酸标准品（ $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3$ ，CAS号：372-75-8）：纯度 $\geq 98.0\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

5.4 标准溶液配制

- 5.4.1 瓜氨酸标准储备溶液（5 000 mg/L）：准确称取 0.05 g（精确至 0.1 mg）瓜氨酸标准品，置于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶液（5.2.3）溶解并稀释至刻度，摇匀，于 2℃~8℃ 保存，有效期为 6 个月。

5.4.2 瓜氨酸标准系列工作溶液：分别移取 0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.8 mL、1.6 mL 和 2.0 mL 标准储备液（5.4.1），于 10 mL 容量瓶中，用 50% 甲醇溶液（5.2.3）定容至刻度，混匀，配得瓜氨酸的质量浓度为 25.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L、200.0 mg/L、400.0 mg/L、800.0 mg/L 和 1 000 mg/L 的标准系列工作液，在线性范围内，可根据实际样品溶液的浓度适当调整标准系列工作液浓度。临用现配。

5.5 材料

有机相微孔滤膜：0.22 μm 。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配紫外可调波长检测器（或二极管矩阵检测器）。

6.2 天平：感量分别为 0.1 mg 和 1 mg。

6.3 超声波提取仪：功率不小于 500 W，超声波输出功率可调节。

6.4 匀浆机。

6.5 移液器：20 μL 、200 μL 、500 μL 、1 000 μL 。

7 试验步骤

7.1 试样制备

按 NY/T 3304 的要求制备试样。按冬瓜生长轴十字纵剖成 4 份，取对角线 2 份切碎充分混匀，四分法缩分至不少于 1 kg，用匀浆机匀浆混匀后，存储于样品瓶中，于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下冷冻保存，备用。

7.2 试样提取

称取试样 2.5 g（精确至 1 mg），置于 50 mL 棕色容量瓶中，加入 30 mL 甲醇-盐酸溶液（5.2.2），超声提取 40 min，用甲醇-盐酸溶液（5.2.2）定容至刻度，混匀。静置 10 min，取上清液过 0.22 μm 有机相微孔滤膜至棕色进样瓶中，供高效液相色谱测定。

7.3 测定

7.3.1 色谱参考条件

色谱参考条件如下：

——色谱柱： C_{18} 柱（柱长 250 mm，内径 4.6 mm，填料粒径 5 μm ）或性能相当的色谱柱；

——柱温： $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

——流动相： $V[\text{磷酸溶液（5.2.4）}] : V[\text{甲醇（5.1.1）}] = 80 : 20$ （体积比）；

——流速：1.0 mL/min；

——检测波长：202 nm；

——进样量：10 μL 。

7.3.2 标准曲线制作

将标准系列工作液分别注入高效液相色谱仪中，得到相应的色谱峰面积，以标准系列工作液中瓜氨酸的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数应不低于 0.99。瓜氨酸标准溶液的液相色谱图参见附录 A。

7.3.3 定性

以保留时间定性，试样溶液中瓜氨酸保留时间应与标准系列工作溶液（质量浓度相当）中瓜氨酸的保留时间一致，其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。

7.3.4 定量

将试样溶液注入高效液相色谱仪中，得到瓜氨酸的峰面积，根据标准曲线得到待测液中瓜氨酸的质量浓度。待测液中瓜氨酸的质量浓度应在标准曲线的线性范围内。如超出范围，应将待测液用甲醇-盐酸溶液（5.2.2）稀释后重新测定。

7.3.5 空白试验

除不加试样外，按7.2~7.3步骤操作。

8 结果结算

试样中瓜氨酸的含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{\rho \times V}{m} \times \frac{1}{10} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中瓜氨酸的含量，单位为毫克每百克（mg/100 g）；

ρ —— 由标准曲线得到的试样溶液中瓜氨酸的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —— 试样溶液的最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样质量，单位为克（g）；

10 —— 换算系数。

注：计算结果保留 3 位有效数字。

9 精密度

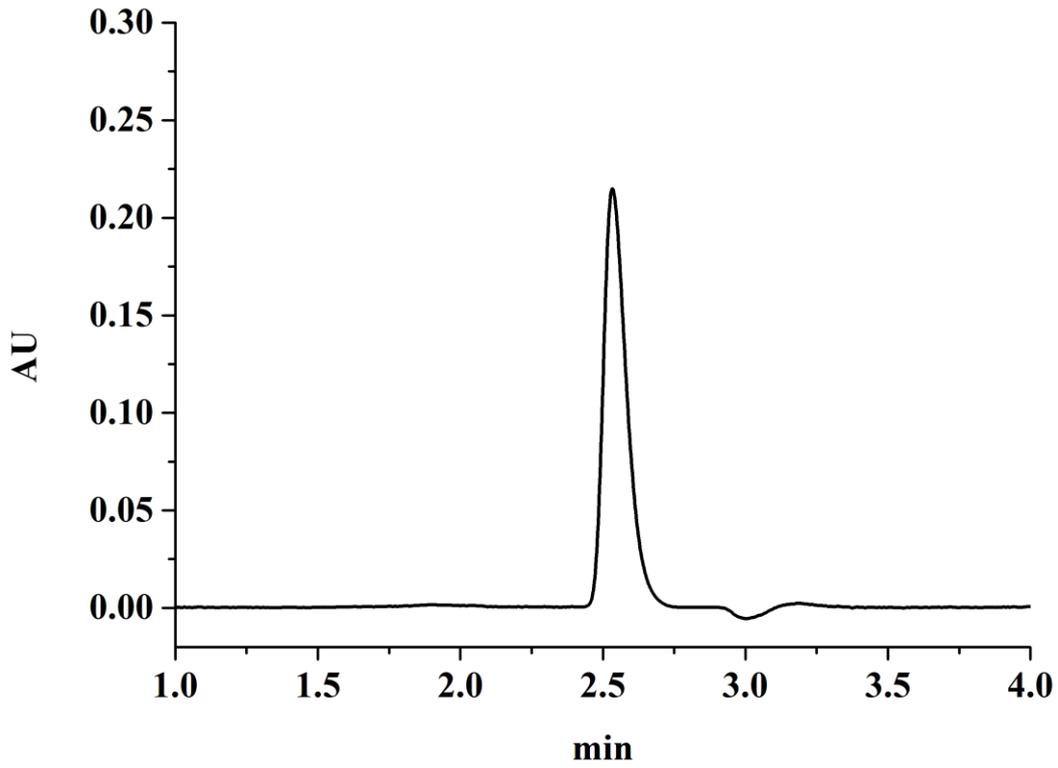
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

10 检出限与定量限

称样量为2.5 g时，检出限为8 mg/100 g，定量限为25 mg/100 g。

附录 A
(资料性)
瓜氨酸标准溶液液相色谱图

瓜氨酸标准溶液液相色谱图见图A.1。



图A.1 瓜氨酸标准溶液（400 mg/L）的液相色谱图

参 考 文 献

- [1] GB/T 30987-2020 植物中游离氨基酸的测定
- [2] GB/T 46451-2025 手性氨基酸的测定 柱前衍生高效液相色谱串联质谱法



中华人民共和国团体标准

冬瓜中瓜氨酸的测定 高效液相色谱法

T/GXAS 1232—2026

广西标准化协会统一印制

版权专有 侵权必究