

团 体 标 准

T/GDNB XXXX—2023

大蒜及其制品中蒜氨酸含量测定

Determination of allinic acid in garlic and its products

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省农业标准化协会 发布

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。

本文件由广东省农业标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：****

本文件主要起草人：***

大蒜及其制品中蒜氨酸含量测定

1 范围

本文件规定了大蒜及以蒜氨酸为主要活性成分产品中蒜氨酸含量的测定方法。
本文件适用于以蒜氨酸为主要活性成分的片剂、粉剂及饮料中蒜氨酸含量的测定。

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实验方法术语和定义

3 术语与定义

3.1

蒜氨酸 alliin

蒜氨酸为大蒜中特有的含硫氨基酸，分子式： $C_6H_{11}NO_3S$ ；分子量：177.2214；CAS号：556-27-4；密度：1.205；熔点：164 °C~166 °C。该物质是大蒜素的主要前体物质，稳定性好，具有多种活性功能，是大蒜中主要的活性成分。

4 原理

蒜氨酸在紫外光区214 nm波长处有最大吸收，经磷酸溶液提取、HPLC分离后，紫外检测器测定，外标法定量。

5 试剂或材料

除非另有规定，本文件所用试剂均为分析纯。水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

5.1.2 磷酸（H₃PO₄）：优级纯。

5.2 溶液配置

磷酸溶液（0.01%，体积分数）：准确吸取0.10 mL 磷酸（5.1.2）与预先加入一定量水的1 000 mL 容量瓶，稀释至刻度，经0.22 μm 水相滤膜过滤。

5.3 标准品

蒜氨酸标准品（Alliin, C₆H₁₁NO₃S, CAS号：556-27-4）：含量≥98%。

5.4 标准品溶液配置

蒜氨酸标准储备液（1000 mg/L）：称取蒜氨酸标准品（5.2）10 mg（精确到0.01 mg）于10 mL 容量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，4 °C保存，有效期为1个月。

6 仪器设备

- 6.1 分析天平：感量 0.01 g、0.001 g 和 0.01 mg。
- 6.2 离心机：最高转速 8 000 r/min。
- 6.3 组织捣碎机。
- 6.4 微波炉：功率 900 W。
- 6.5 超声波清洗器。
- 6.6 高效液相色谱仪：配备紫外或二极管阵列检测器。

7 实验步骤

7.1 试样处理

7.1.1 大蒜样品

取有代表性的大蒜样品可食部分，混匀缩分至约 50 g（精确至 0.01 g），置于 250 mL 烧杯中，微波功率 900 W 高火灭酶 1 min，冷却至室温，用水补充微波灭酶过程中损失的质量，再按缩分后样品质量（约 50 g）比 1:1 加水，用组织捣碎机粉碎制成蒜泥，作为试样。试样置于密闭容器内，-20 ℃ 冷冻保存。平行做 3 份试验。称取试样 2 g（精确至 0.001 g）于 100 mL 三角瓶中，加入 60 mL 磷酸溶液（5.4），手动振荡 1 min 后超声提取 15 min，静置至恢复室温，用磷酸溶液（5.4）转移至 50 mL 容量瓶中并定容，取 10 mL 溶液于 15 mL 离心管中，8 000 r/min 离心 15 min，上清液过 0.22 μm 水相滤膜，待测。

7.1.2 片剂

取 10 g~20 g 片剂粉碎、磨细（过 80 目筛）后混匀。准确称取试样 1 g（精确至 0.001 g）于 100 mL 三角瓶中，加入 30 mL 磷酸溶液（5.4），超声提取 15 min 使其充分溶解，放冷至室温后，用磷酸溶液（5.4）转移至 50 mL 容量瓶中定容。取 10 mL 溶液于 15 mL 离心管中，使用超高速离心机 8 000 r/min 离心 15 min，再经微孔滤膜（0.22 μm）过滤，取滤液待测。

7.1.3 粉剂

取 10 g~20 g 粉剂充分混匀。准确称取试样 1 g（精确至 0.001 g）于 100 mL 三角瓶中，加入 30 mL 磷酸溶液（5.4），超声提取 15 min 使其充分溶解，放冷至室温后，用磷酸溶液（5.4）转移至 50 mL 容量瓶中定容。取 10 mL 溶液于 15 mL 离心管中，使用超高速离心机 8 000 r/min 离心 15 min，再经微孔滤膜（0.22 μm）过滤，取滤液待测。

7.1.4 饮料

摇匀后准确吸取混匀的试样 1 mL 于 50 mL 容量瓶中用磷酸溶液（5.4）定容至刻度，摇匀。经微孔滤膜（0.22 μm）过滤，取滤液待测。

7.2 色谱条件

- 7.2.1 耐水相色谱柱：C18，250mm×4.6m，5 μm，或相当者；
- 7.2.2 流动相：磷酸溶液（5.4）—甲醇（95/5，v/v），使用前经滤膜过滤，超声。
- 7.2.3 流速：0.8 mL/min。
- 7.2.4 进样量：10 μL。
- 7.2.5 柱温：30 ℃。
- 7.2.6 检测波长：214 nm。

7.3 标准曲线绘制

准确吸取一定量的蒜氨酸标准储备液（5.3），梯度稀释成浓度约为 100 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、800 mg/L、1000 mg/L 的系列标准溶液供高效液相色谱仪测定。

7.4 样品测定

取待测液（7.1）或相应浓度的标准溶液（7.3）按照 7.2 色谱参考条件测定，作单点校准或多点校准，以保留时间定性，以色谱峰面积外标法定量。待测液和标准工作溶液中蒜氨酸的响应值应在仪器检测的线性范围内。在上述色谱条件下，蒜氨酸标准溶液的色谱图见附录 A。

8 数据处理

试样中蒜氨酸的含量按如下公式进行计算：

$$\omega = \frac{c_1 \times v_1 \times n}{m_1} \times 10^{-3}$$

ω ——试样中蒜氨酸的含量，单位为克每千克或克每升（g/kg 或 g/L）；

c_1 ——从标准曲线上计算样品测定液中蒜氨酸浓度，单位为（mg/L）；

v_1 ——定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

m_1 ——样品质量，单位为克或毫升（g 或 mL）；

n ——样品储备液稀释倍数；

测定结果用平行测定的算术平均值表述，计算结果保留 3 位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于这 2 个测定值的算术平均值的 10%。

9.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于这 2 个测定值的算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性)
蒜氨酸标准溶液色谱图

蒜氨酸标准溶液色谱图见图A.1。

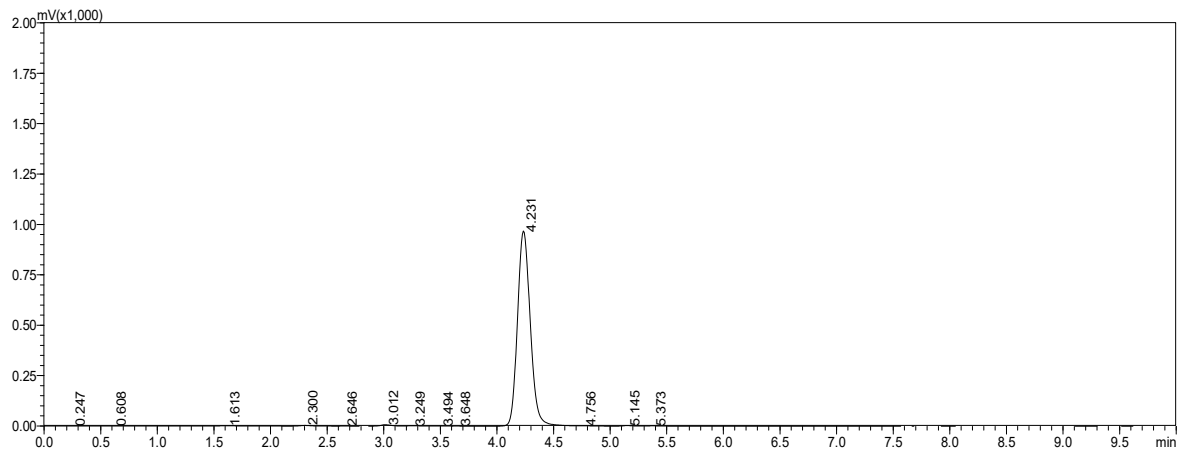


图 A.1 蒜氨酸标准溶液色谱图 (1000 mg/L)。