

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1582—2007

油菜籽中硫代葡萄糖苷的测定 高效液相色谱法

Rapeseed—Determination of glucosinolates content
—Method using high-performance liquid chromatography
(ISO 9167-1:1992(E)—Part 1, IDT)

2007-12-18 发布

2008-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前　　言

本标准等同采用 ISO 9167 - 1:1992(E)——Part 1:油菜籽中硫甙含量测定 高效液相色谱法。

为便于使用,本标准作了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言。

本标准的附录 C 为规范性附录,附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位:农业部油料及制品质量监督检验测试中心。

本标准主要起草人:李培武、张文、汪雪芳、丁小霞、李光明、胡乐华。

油菜籽中硫代葡萄糖苷的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了采用高效液相色谱法测定油菜籽中硫代葡萄糖苷含量的方法。

本标准适用于油菜种子及商品菜籽中硫代葡萄糖苷含量的测定,不适用于葡萄糖分子被取代的硫代葡萄糖苷样品分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB 6682 实验室用水规定(GB 6682—1992, eqv ISO 3696—1987)

GB/T 14488.1 油料种子含油量测定法(GB/T 14488.1—1993, eqv ISO 659—1988)

GB/T 14489.1 油料水分及挥发物含量测定法(GB/T 14489.1—1993, eqv ISO 665—1977)

3 原理

用甲醇—水溶液(70+30),提取硫代葡萄糖苷,然后在阴离子交换树脂上纯化并酶解脱去硫酸根,反相 C₁₈ 柱分离,紫外检测器检测硫代葡萄糖苷。

4 试剂

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.1 水:符合 GB/T 6682 标准二级的规定。

4.2 硫酸酯酶:*Helix pomatia* H1 型(EC3. 1. 6. 1),每毫升硫酸酯酶活性单位不低于 0.5,硫酸酯酶溶液应即配即用。

4.3 葡聚糖凝胶悬浮液:称取 10 g DEAE Sephadex A25 葡聚糖凝胶,浸泡在过量的 2 mol/L 醋酸溶液中,静置沉淀,再加入 2 mol/L 醋酸溶液,直到液体体积是沉淀体积的 2 倍,于 4℃ 冰箱中存放,待用。

4.4 甲醇—水溶液(70+30):量取 70 mL 甲醇与 30 mL 水混合。

4.5 0.02 mol/L 醋酸钠溶液:称取 0.272 g 醋酸钠(CH₃COONa · 3H₂O),加入 800 mL 水溶解,用醋酸调节溶液的 pH 至 4.0,加水定容至 1 L。

4.6 6 mol/L 甲酸咪唑溶液:称取 204 g 咪唑,溶解于 113 mL 甲酸中,待溶液冷却后加水定容至 500 mL。

4.7 内标:用丙烯基硫代葡萄糖苷(Mr=415.49)作内标,当样品中含有丙烯基硫代葡萄糖苷时,用苯甲基硫代葡萄糖苷(Mr=447.52)作内标。当样品硫代葡萄糖苷含量低于 20.0 μmol/g 时,可将下述 4.7.1 至 4.7.3 中的内标物质浓度降低为 1 mmol/L 至 3 mmol/L。内标溶液在 4℃ 的冰箱中可存放 3 周,在-18℃ 条件下可保存更长时间,内标溶液的纯度检定参照附录 A 执行。

4.7.1 5 mmol/L 丙烯基硫代葡萄糖苷溶液:称取 207.7 mg 丙烯基硫代葡萄糖苷溶解于 80 mL 水中,