

T/CCLJS

江苏省冷链学会团体标准

T/CCLJS xxx—2025

西兰花中的莱菔硫烷高效液相色谱检测方法

HPLC Detection Method for Sulforaphane in Broccoli

征求意见稿

2025 - xx - xx 发布

2025 - xx - xx 实施

江苏省冷链学会 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。

本文件由江苏省农业科学院提出。

本文件由江苏省冷链学会归口。

本文件起草单位：响水县农业农村局，江苏省农业科学院，响水县乡村振兴中心。

本文件主要起草人：张红叶、曾爱松、韩旭、徐国彬、陈彦达，王海燕，赵丹，周思言、白红武。

西兰花中的莱菔硫烷高效液相色谱检测方法

1 范围

本文件规定了高效液相色谱法（HPLC）测定西兰花中莱菔硫烷含量的方法。
本文件适用于新鲜西兰花、冷藏运输品及加工制品中莱菔硫烷的定性与定量分析。

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
GB/T 23741.1	食品中异硫氰酸酯类物质的测定 第1部分：高效液相色谱法
GB/T 27404	实验室质量控制规范 食品理化检测
ISO/IEC 17025	检测和校准实验室能力的通用要求
JJG 705	液相色谱仪检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

莱菔硫烷 Sulforaphane

化学名为1-异硫氰酸-4-甲磺酰基丁烷，分子式 $C_6H_{11}NOS_2$ ，CAS号4478-93-7。

4 方法原理

莱菔硫烷以其前体芥子油苷形式存在于西兰花中。样品经粉碎后加水水解，释放内源性黑芥子酶，将芥子油苷转化为莱菔硫烷；经甲醇提取后，采用 HPLC-紫外检测器 或 UPLC-MS/MS 分离检测，外标法定量。

5 试剂与材料

5.1 试剂

甲醇：色谱纯（HPLC级）

乙腈：色谱纯（UPLC-MS/MS级）
甲酸：质谱纯（≥98%）
莱菔硫烷对照品：纯度≥98%（Sigma-Aldrich）
实验用水：符合GB/T 6682一级水标准。

5.2 标准溶液配制

储备液（1000 μg/mL）：精密称取莱菔硫烷对照品10.0 mg，用甲醇溶解并定容至10 mL容量瓶。

工作液：用甲醇稀释储备液，配制5~500 μg/L的梯度溶液（UPLC-MS/MS法）或14.6~292.5 μg/mL溶液（HPLC法）。

5.3 仪器设备

高效液相色谱仪（带紫外检测器）
固相萃取装置（C18 SPE柱，500 mg）
涡旋混合器
离心机（最高转速≥10000 r/min）
液氮罐
分析天平（精度0.01 mg）

6 样品制备

6.1 取样

新鲜西兰花：取可食部分，液氮速冻后粉碎，-80 °C保存；
冻藏或加工样品：直接粉碎，-20 °C避光保存。

6.2 样品前处理

称样：取0.3 g样品粉末（精密至0.1 mg）置于50 mL具塞离心管。

水解：加1 mL蒸馏水，超声30 min，35°C水浴水解4 h。

提取：加入10 mL甲醇，超声30 min，离心（8000 r/min，10 min）。

定容：上清液转移至20 mL容量瓶，残渣用8 mL甲醇分3次洗涤，合并滤液并定容。

过滤：经0.45 μm有机系滤膜过滤，待测。

7 分析步骤

7.1 色谱条件

色谱柱：C18柱（250 mm × 4.6 mm，5 μm）

流动相：乙腈-水（80:20，v/v）

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

检测波长：254 nm

进样量：20 μL

7.2 标准曲线绘制

配制莱菔硫烷标准溶液系列（0.1~10 μg/mL），按上述色谱条件测定峰面积，绘制标准曲线。

7.3 样品测定

将处理后的样品溶液注入HPLC，记录峰面积，根据标准曲线计算含量。

8 结果计算与表示

莱菔硫烷含量按式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V}{m \times 1000}$$

(1)

式中：

X：样品中莱菔硫烷含量（mg/kg）；

C：由标准曲线查得的浓度（μg/mL）；

V：定容体积（mL）；

m：样品质量（g）。

结果保留三位有效数字，报告单位为mg/kg。

9 精密度

9.1 重复性

同一操作者在相同条件下对同一样品进行6次测定，相对标准偏差（RSD）应≤5%。

9.2 再现性

不同实验室对同一样品进行测定，相对标准偏差（RSD）应≤8%。