

**中华人民共和国农业行业标准**

NY/T 2643—2014

---

**大蒜及制品中蒜素的测定  
高效液相色谱法**

**Determination of allicin in garlic and its products—  
High performance liquid chromatography**

2014-10-17 发布

2015-01-01 实施

---

**中华人民共和国农业部 发布**

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：河南省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、农业部农产品质量监督检验测试中心(郑州)。

本标准主要起草人：王建、钟红舰、刘进玺、董小海、魏红、尚兵、张军锋、蔡敏。

## 大蒜及制品中蒜素的测定 高效液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了大蒜及制品(蒜粉、蒜片)中蒜素(二烯丙基硫代亚磺酸酯)含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于大蒜及制品(蒜粉、蒜片)中二烯丙基硫代亚磺酸酯含量的测定。

本标准方法的检出限:最低检出量为 50 ng,用于色谱分析的试样质量为 3 g 时,最低检出浓度为 16.7 mg/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

### 3 原理

试样经破碎、用水提取后,用带有紫外检测器的液相色谱仪测定,外标法定量。

### 4 试剂

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。水为 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 甲醇(CH<sub>3</sub>OH),色谱纯。

4.2 甲酸(CHOOH),色谱纯。

4.3 乙腈(CH<sub>3</sub>CN),色谱纯。

4.4 甲酸溶液:准确吸取 1 mL 甲酸于 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,经 0.45 μm 滤膜过滤。

4.5 甲醇溶液:取 50 mL 甲醇,加入 50 mL 水,混匀。

4.6 二烯丙基硫代亚磺酸酯标准品(C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>OS<sub>2</sub>, CAS 539 - 86 - 6)。

4.7 二烯丙基硫代亚磺酸酯标准储备溶液:准确称取一定量的二烯丙基硫代亚磺酸酯标准品,用甲醇溶液(4.5)将其配制成质量浓度约为 500 mg/L 的标准储备溶液,该溶液于 -20℃ 以下冷冻保存,有效期为 6 个月。

### 5 仪器

5.1 液相色谱仪,配有紫外或二极管阵列检测器。

5.2 分析天平,感量±0.1 mg 和感量±1 mg。

5.3 食品捣碎机。

5.4 高速均质仪,转速大于 6 000 r/min。

5.5 离心机,转速大于 8 000 r/min。

5.6 实验磨。

5.7 试验筛,筛孔尺寸 710 μm。

6 试样的制备

- 6.1 鲜蒜:取有代表性的大蒜样品可食部分,混匀缩分后,按质量比 1:1 加水,用食品捣碎机粉碎制成蒜泥,作为试样,立即按 7.1 处理并测定。
- 6.2 蒜粉:通过 710 μm 试验筛,混匀,作为试样,于室温下保存。
- 6.3 蒜片:用实验磨粉碎,通过 710 μm 试验筛,混匀,作为试样,于室温下保存。

7 分析步骤

7.1 试样处理

称取鲜蒜试样 3 g(精确到 1 mg)或蒜粉(片)试样 0.5 g(精确到 0.1 mg)于 100 mL 具塞锥形瓶中,用量筒准确加入 50 mL 水,用高速均质仪高速匀浆 2 min,全部转移至 50 mL 离心管中,8 000 r/min 离心 5 min,取上清液过 0.45 μm 滤膜,得到待测液,供高效液相色谱测定。

7.2 色谱参考条件

- 色谱柱:C18,250 mm×4.6 mm,5 μm,或相当规格色谱柱;
- 流动相:乙腈(4.3)和甲酸溶液(4.4),梯度洗脱程序见表 1;
- 流速:1.0 mL/min;
- 进样量:10 μL;
- 柱温:40℃;
- 检测波长:245 nm。

表 1 梯度洗脱程序

时间, min	甲酸溶液, %	乙腈, %
0	95	5
3	95	5
7	65	35
20	65	35
20.1	95	5
30	95	5

7.3 标准工作曲线的制作

准确吸取一定量的二烯丙基硫代亚磺酸酯标准储备液(4.7),用水配制成质量浓度约为 10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L 和 200 mg/L 的系列标准工作溶液,按照色谱参考条件测定,以二烯丙基硫代亚磺酸酯质量浓度为横坐标,相应的积分峰面积为纵坐标,计算标准工作曲线或求线性回归方程。该标准工作溶液应现用现配。

7.4 测定

做两份试料的平行测定。分别取适量待测液和相应质量浓度的标准工作溶液,作单点校准或多点校准,以色谱峰面积定量。待测液和标准工作溶液中的二烯丙基硫代亚磺酸酯的响应值应在仪器检测的线性范围内。在上述色谱条件下,蒜素标准溶液的色谱图和紫外光谱图参见附录 A。

8 结果计算

鲜蒜的测定结果按式(1)计算,蒜粉(片)的测定结果按式(2)计算。

$$w = \frac{\rho \times V \times 2}{m} \dots\dots\dots (1)$$

$$w = \frac{\rho \times V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w$  —— 试料中二烯丙基硫代亚磺酸酯含量的质量分数，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$\rho$  —— 待测液中二烯丙基硫代亚磺酸酯的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$V$  —— 定容体积，单位为毫升(mL)；

$m$  —— 试料质量，单位为克(g)；

2 —— 试样质量换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值算术平均值的 10%。

### 9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值算术平均值的 15%。

附录 A  
(资料性附录)  
二烯丙基硫代亚磺酸酯标准图谱

A.1 二烯丙基硫代亚磺酸酯标准溶液色谱图见图 A.1。

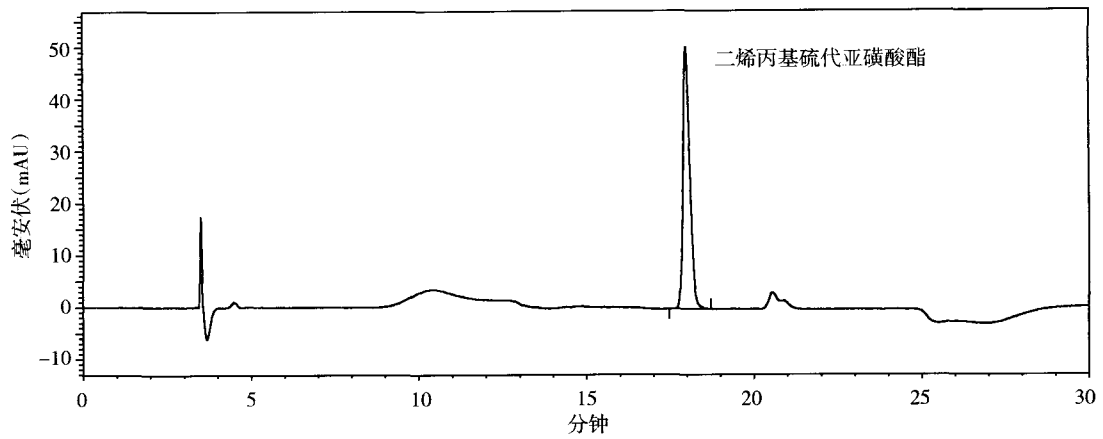


图 A.1 100 mg/L 二烯丙基硫代亚磺酸酯标准溶液色谱图

A.2 二烯丙基硫代亚磺酸酯紫外光谱图见图 A.2。

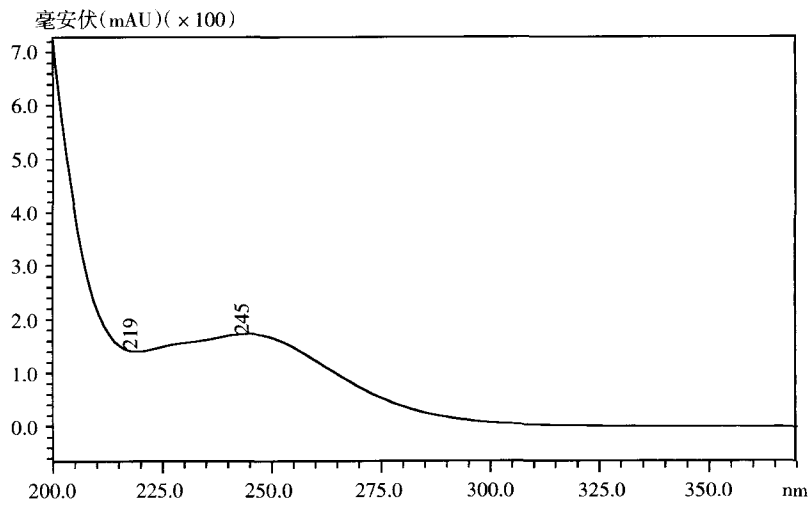


图 A.2 二烯丙基硫代亚磺酸酯紫外光谱图