

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2331—2016
代替 SN/T 2331—2009

进出口棉纤维含糖检验方法 高效液相色谱法

Method for the ditermination of sugar in cotton fiber for import and export —
Hight performance liquid chromatography(HPLC)method

2016-12-12 发布

2017-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 2331—2009《纺织原料 棉花含糖量检测方法 高效液相色谱法》，与 SN/T 2331—2009 相比主要技术变化如下：

- 删除了范围中“快速检测”；
- 在范围中增加了“包括葡萄糖、乳糖、纤维二糖、蜜二糖、松三糖”；
- 增加了 5.9, 关于试验用水的规定；
- 删除了 7.5 中的“按照上述分析条件对标准溶液进行分析”；
- 增加了第 11 章“试验报告”。

本标准还做了下列编辑性修改：

- 修改了标准的中英文名称。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵青、王琨、冯智劼、周磊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 2331—2009。

进出口棉纤维含糖检验方法 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了棉花含糖量的高效液相色谱(HPLC)法。

本标准适用于棉花含糖量的测定,包括葡萄糖、乳糖、纤维二糖、蜜二糖、松三糖。

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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

内糖 internal saccharide

棉纤维中自身生长产生的可溶性糖分,也称植物生理糖,如果糖、葡萄糖、乳糖、蔗糖、纤维二糖等。

3.2

外糖 external saccharide

受到与棉花接触昆虫的污染,或秋季低温、干燥棉叶蜜腺分泌物的影响,棉纤维表面产生的可溶性糖分,也称外源物质糖类或昆虫糖类,如蜜二糖、松三糖等。

3.3

棉纤维中的糖分 sugar content of cotton fiber

含有的可溶性糖的总量,包括内糖和外糖。

4 原理

以水浸提棉纤维,提取液经浓缩、定容后,用串联胺基键合柱进行高效液相色谱法定量分析。

5 试剂

5.1 乙腈:色谱纯。

5.2 葡萄糖:纯度 $\geq 99\%$ 。

5.3 乳糖:纯度 $\geq 99\%$ 。

5.4 麦芽糖:纯度 $\geq 99\%$ 。

5.5 蜜二糖:纯度 $\geq 98\%$ 。

5.6 松三糖:纯度 $\geq 99\%$ 。

5.7 棉纤维可溶性糖分标准储备液:分别准确称取适量的(5.2~5.5)标准品,用高纯水分别配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备液,(4±1)℃冰箱内保存四周。

5.8 标准溶液:移取浓度为 100 mg/L 棉纤维可溶性糖分标准储备液(5.7)适量体积,用一级水稀释,配置成所需浓度的标准溶液,随用随稀释。

5.9 水,GB/T 6682,一级。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪:带示差折光检测器和柱温箱。

6.2 容量瓶:10 mL。

6.3 恒温恒湿箱:根据日常试验样品量,选择适宜的规格。

6.4 电子天平:感量 1 mg。

6.5 水浴振荡器。

6.6 旋转蒸发器。

7 定量分析步骤

7.1 样品制备

取 20 g~30 g 代表性样品,将试验样品中的棉籽、籽屑、叶屑、尘土等杂质去除,混匀,并在(30±2)℃、(55±4)%相对湿度下称重、保存。

7.2 提取与浓缩

称取代表性样品(7.1)10.00 g,精确至 1 mg,置于 1 000 mL 锥形瓶中,用 250 mL 水分 3 次,在 20℃~25℃的水浴振荡器中浸溶 2 h,然后再在 60℃下搅拌 5 min,过滤,重复此步骤,合并 3 次提取液。用旋转蒸发器在 50℃~55℃下减压蒸馏、浓缩至 3 mL~5 mL,转移至 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。(4±1)℃冰箱中保存,供高效液相色谱测定。

7.3 标准溶液的配制

用水分别配制 1.0 g/L 的葡萄糖、乳糖、纤维二糖、蜜二糖、松三糖的储备液,使用时再用水稀释至需要的浓度。

7.4 液相色谱条件

7.4.1 色谱柱:胺基键合柱串联:μBondapak-NH₂ 300 mm×3.9 mm(内径)×10.0 μm 和 NH₂ 250 mm×4.6 mm(内径)×5.0 μm,或相当者。

7.4.2 色谱柱恒温箱:(25±0.5)℃。

7.4.3 流动相:

a) 流动相 A:乙腈;流动相 B:高纯水,等度洗脱;

b) 流动相比比例:A:B=67.5:32.5(体积比)。

7.4.4 检测器:示差折光检测器(RID),(25±0.5)℃。

7.4.5 流速:1.0 mL/min。

7.4.6 进样量:10 μL。

7.5 液相色谱测定

标准溶液和样品液等体积穿插进样,标准溶液和待测样品样液中各糖组分的响应值均应在标准溶液的线性范围内。根据色谱峰面积用外标法定量,所得糖组分的液相色谱图参见附录 A。

7.6 空白试验

除不加试样外,均按照分析步骤(7.2~7.4)进行。

8 计算

按式(1)计算试样中内糖组分的含量:

$$X_1 = \frac{(A_p - A_0) \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

按式(2)计算试样中外糖组分的含量:

$$X_2 = \frac{(A_i - A_0) \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (2)$$

按式(3)计算试样中可溶性糖组分的含量:

$$X = X_1 + X_2 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_1 ——试样中内糖组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

X_2 ——试样中外糖组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

X ——试样中可溶性糖组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_p ——试样液中内糖组分色谱峰面积;

A_i ——试样液中外糖组分色谱峰面积;

A_0 ——空白样品的色谱峰面积;

A_s ——标准工作液中内糖组分峰面积;

c_s ——标准工作液中内糖组分的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——最终试样液对应的试样质量,单位为克(g)。

计算结果精确到小数点后两位。

9 检测限

方法的检测限采用标准溶液检出限($S/N=5$),葡萄糖、乳糖、纤维二糖、蜜二糖、松三糖的检出限分别为 0.02 mg/L,0.02 mg/L,0.02 mg/L,0.02 mg/L,0.50 mg/L。

10 精密度和回收率

实验室内两次平行测定结果的相对标准偏差在 10%以内。在本方法确定的条件下,选取不同浓度水平进行平行实验,回收率为 95%~105%之间。

SN/T 2331—2016

11 试验报告

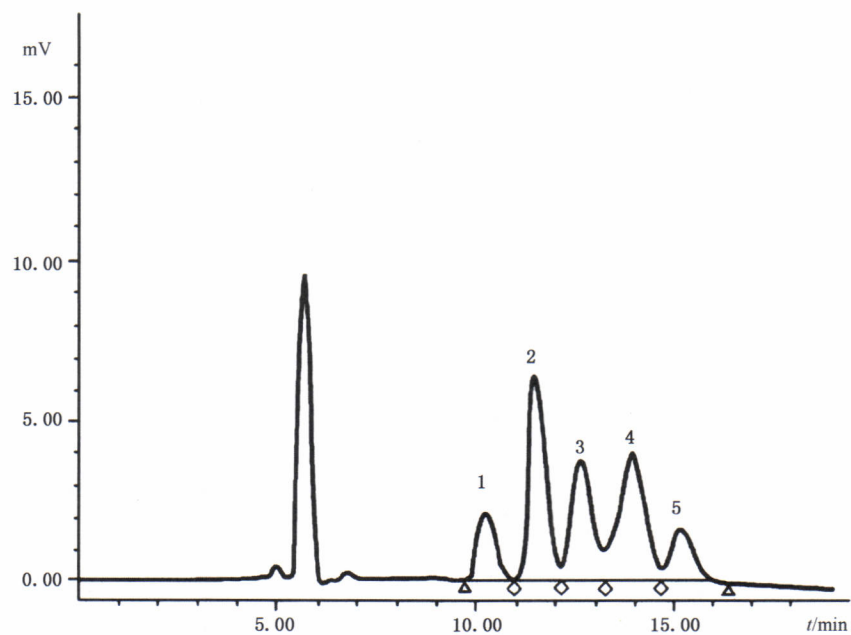
试验报告至少应给出以下内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 使用的标准；
- c) 测试结果；
- d) 任何偏离本标准的细节；
- e) 试验日期。

附录 A

(资料性附录)

棉纤维可溶性糖分标准品的色谱图



说明：

- 1——葡萄糖；
- 2——乳糖；
- 3——纤维二糖；
- 4——蜜二糖；
- 5——松三糖。

图 A.1 棉纤维可溶性糖分标准品的色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口棉纤维含糖检验方法
高效液相色谱法
SN/T 2331—2016

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2017年10月第一版 2017年10月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32123 定价 16.00 元



SN/T 2331-2016