

ICS 59.080.20

W 40

FZ

中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T XXXXX—XXXX

生丝鲜、干茧丝鉴别
高效液相色谱法

Raw silk Identification of the raw silk reeling from fresh cocoons and

cured cocoons High performance liquid chromatography method

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

(本稿完成日期: 20170420)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出。

本标准由全国丝绸标准化技术委员会（SAC/TC 401）归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

生丝 鲜、干茧丝鉴别 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了桑蚕鲜茧缫制生丝及桑蚕干茧缫制生丝鉴别的高效液相色谱方法。

本标准适用于桑蚕鲜茧缫制生丝及桑蚕干茧缫制生丝的定性鉴别。

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，仅所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

桑蚕鲜茧缫制生丝中含有其特有的多酚类小分子微量组分，该组分在高效液相色谱图中有明显特征峰。试样经水超声提取，采用高效液相色谱分析测定。

4 试剂和材料

除特殊注明外，所用水为符合GB/T 6682规定的一级水。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 纤维素滤纸：50 μm

4.3 微孔滤膜：0.45 μm ，水相

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：配有二极管阵列检测器（DAD）。

5.2 分析天平：感量为1 mg。

5.3 超声波清洗机：频率23 Hz，功率100 W。

5.4 旋转蒸发器：带温度设置

5.5 烧杯：250 mL。

6 试样制备与保存

取 10 g 左右有代表性的试样，剪碎至 5 mm 以下。

在制样的操作过程中，应防止样品污染。

7 试验方法

7.1 样品前处理

称取样品 10 g，置于烧杯中，加入 100 mL 水。将烧杯置于 40 °C 水浴中，超声提取 1.5 h。将提取液用滤纸抽滤，随后置于旋转蒸发仪上 50 °C 旋转蒸发浓缩至干。加入水形成 1 mL 水溶解提取物，将溶液过 0.45 μm 微孔滤膜，供高效液相色谱测定。

7.2 仪器条件

7.2.1 液相色谱条件

(a) 色谱柱：C18，150 × 4.6 mm（内径），3.5 μm，或相当；

(b) 流动相：甲醇-水溶液，梯度洗脱程序见表 1；

表 1 梯度洗脱程序

时间 / min	甲醇 / %	水 / %
0.0	6	94
17.0	100	0
20.0	100	0

(c) 流速：1.0 mL/min；

(d) 进样量：10 μL；

(e) 在样品分析前，用初始溶剂条件平衡色谱柱至少 5 min 以上。

7.2.2 检测条件

(a) 检测器：二极管阵列检测器；

(b) 检测波长：280 nm；

(c) 参比波长：650 ± 50 nm；

(d) 色谱柱压全程应低于 125 psi。

7.3 定性测定

按照7.2的仪器条件测定样液，按照色谱峰的保留时间及相对峰高判定生丝样品是否为桑蚕鲜茧缫制生丝。在上述条件下，鲜茧丝的几种主要的特征成分的参考保留时间约为11.9、12.2、13.0及13.5 min，最大容许误差如表2所示。鲜茧及干茧缫制生丝典型的色谱图参见附录A中图A.1。

表 2 鲜茧缫制生丝特征成分的保留时间的最大容许误差

相对保留时间 / min	11.9	12.2	13.0	13.5
最大容许误差 / min	±0.5	±0.6	±0.5	±0.7

7.4 空白试验

除不加试样外，均按上述操作步骤进行。

8 结果判定

如果待测样液的色谱图上相对保留时间在10~15 min范围内有2个及以上明显的色谱峰，且至少有1个色谱峰的峰高高于保留时间在2~4 min之间最高的色谱峰的半峰高，则可判断该生丝样品为桑蚕鲜茧缫制生丝，否则为桑蚕干茧缫制生丝。

9 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 检测结果；
- c) 任何偏离本标准的细节；
- d) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

桑蚕鲜茧缫制生丝及桑蚕干茧缫制生丝典型的色谱图

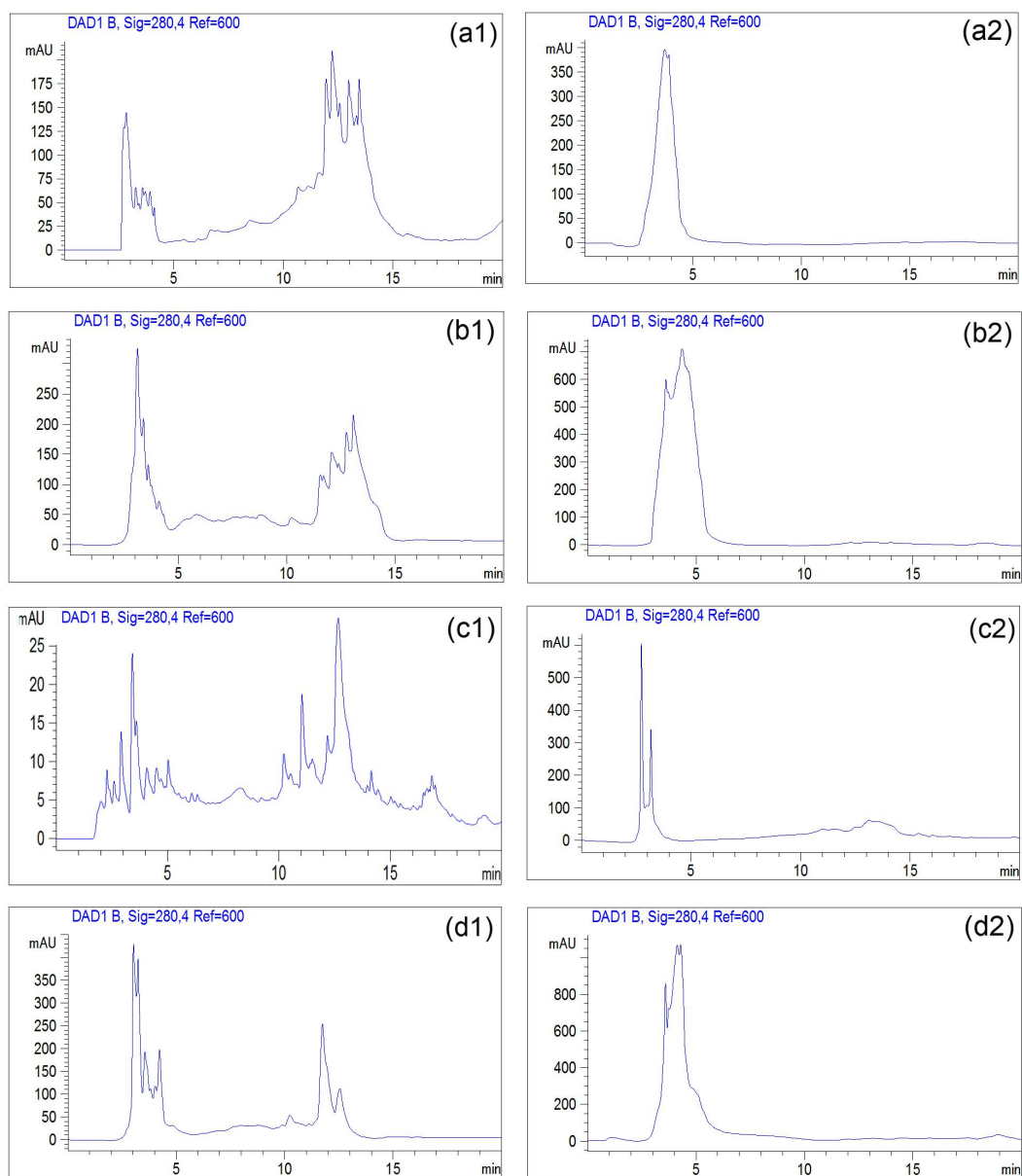


图 A.1 不同产地的桑蚕鲜茧缫制生丝及桑蚕干茧缫制生丝的色谱图

(a1~d1为不同产地的鲜茧缫制生丝，a2~d2为相应产地的干茧缫制生丝)