

ICS 67.200

CCS X 14

团 体 标 准

T/NXZX 063-2026

亚麻籽饼粕木酚素含量的测定-高效 液相色谱法

Determination of Lignans Content in Linseed Meal - High Performance Liquid Chromatography

2026-03-27 发布

2026-04-02 实施

宁夏质量技术协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和设备	2
7 分析步骤	3
8 分析结果的表述	4
9 精密度	5
附 录 A (资料性附录)木酚素标样、样品色谱图	6

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》规定编写。

本文件由石嘴山工贸职业技术学院提出。

本文件由宁夏质量技术协会归口。

本文件起草单位：石嘴山工贸职业技术学院、宁夏大学、宁夏工商职业技术大学、宁夏计量质量检测研究院。

本文件主要起草人：沈丹，段斌，梁洁，张帅，邓力铨，贾薇，柳来来，田菊梅，陈辰，张娥，许娜，李云。

本文件为首次发布。

亚麻籽饼粕木酚素含量的测定-高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了亚麻籽饼粕木酚素含量的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于亚麻籽饼粕木酚素含量的测定。

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

LS/T 3317 亚麻籽饼粕

DB15/T 828 亚麻籽木酚素含量的测定——高效液相色谱法

3 术语

3.1 亚麻籽饼 flaxseed cake

亚麻籽经压榨提取油后所得的物料。

3.2 亚麻籽粕 flaxseed meal

医疗卫生机构内，医务工作人员工作时穿着的、可反复使用的工作服。

4 原理

亚麻籽饼粕经乙醇水溶液超声波加热提取，高速逆流色谱纯化，高效液相色谱仪紫外检测器测定，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

5.1.1 无水乙醇($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)。

5.1.2 正丁醇($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$)色谱纯。

5.1.3 甲基叔丁基醚($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$)。

- 5.1.4 乙腈(CH₃CN)色谱纯。
- 5.1.5 正己烷(C₆H₁₄)。
- 5.1.6 氢氧化钠(NaOH)。
- 5.1.7 盐酸(HCl)。
- 5.1.8 无水乙醚(CH₃CH₂OCH₂CH₃)。

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.2 试剂配制

- 5.2.1 80%乙醇溶液：取 800ml 乙醇(5.1.1)，用水定容至 1000ml。
- 5.2.2 0.1mol/L 氢氧化钠溶液：准确称取 18.00g 氢氧化钠(5.1.6)，用水定容至 1000ml。

5.3 材料

- 5.3.1 具盖离心管：2mL 和 50mL。
- 5.3.2 AB-8 树脂。
- 5.3.3 注射器：2mL。
- 5.3.4 针式微孔滤膜：孔径 0.22 μm，水型。
- 5.3.5 滤膜：孔径 0.45 μm，水型。

5.4 标准品

木酚素(Ca2Hg017)CCAS158932-33-3)：纯度≥98.0%。

5.5 标准溶液配制

- 5.5.1 木酚素标准储备液(1500.00 ug/mL)：准确称取木酚素标准品 15mg，加适量乙醇溶解并定容至 10ml，配制成浓度为 1500ug/ml 的木酚素标准储备液，-20℃贮存，有效期 1 年。
- 5.5.2 木酚素标准工作溶液：分别准确吸取 0.50ml、1.00ml、2.00ml、5.00ml、8.00ml 木酚素标准储备液，用乙醇水溶液(5.2.1)定容至 100 ml，工作曲线浓度为 7.5 μ/ml、15 ug/ml、30ug/ml、75g/ml、120ug/ml，根据样品实际含量可增减曲线点，标准曲线临用现配。

6 仪器和设备

- 6.1.1 旋转蒸发器。
- 6.1.2 球磨机。
- 6.1.3 四氟层析柱(外径 30cm*长 60cm)。
- 6.1.4 超声波清洗器。

- 6.1.5 鼓风干燥箱。
- 6.1.6 HSCCC 仪器。
- 6.1.7 高效液相色谱仪。
- 6.1.8 分析天平：感量为 0.01g、0.001g 和 0.0001g。
- 6.1.9 标准筛：孔径为 0.074mm(200 目)。
- 6.1.10 pH 计：精度 ± 0.01 。
- 6.1.11 离心机：转速 ≥ 8000 r/min。
- 6.1.12 恒温水浴锅：控温精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

7 分析步骤

7.1 扦样与分样

按 GB/T5491 执行。

7.2 试样制备

亚麻籽饼粕经混匀后，缩分至不低于 50g，粉状试样直接装入洁净容器中密封避光保存，备用；颗粒状样品置于粉碎设备(6.1.2)中粉碎，使其全部通过孔径 0.074mm(200 目)筛(6.1.9)，混匀，装入洁净容器中密封避光保存，备用。

7.3 试样提取

7.3.1 提取

准确称取亚麻籽饼粕 1.00g 于滤纸筒内，置于索氏提取器中，用无水乙醚浸泡 12h 后，再用索氏提取器加热回流提取至脱脂完全。取出样品(连同滤纸筒)，在室温通风条件下放置 5h，在 $105\pm 5^{\circ}\text{C}$ 下烘 2h 后，取出，放入干燥器中，冷却至室温。打开滤纸筒，将样品置于 50ml 试管中，加入 15ml 80%乙醇溶液，再加入 0.1mol/L NaOH(比例为 1 g:10 ml)萃取 2h。在 50°C 条件下超声波提取 35min。以 4000 r/min 离心 10min，取上清液，上清液用 1 mol/L 盐酸调节 pH=7，搅拌，放置 10 min。向残渣中加入 15ml 80%乙醇溶液，重复上述操作一次，合并上清液，待纯化处理。同时做空白试验。

7.3.2 浓缩与分离

浓缩：旋转蒸发(温度为 60°)浓缩去除溶剂。

分离：AB-8 树脂用 95%乙醇浸泡 24h，充分溶胀后，用乙醇冲洗至流出液无色。再用去离子水洗至无醇味，树脂转为水相状态。采用 AB-8 大孔吸附树脂对亚麻籽饼粕水解物进行初步分离，乙醇-水洗脱。具体洗脱步骤如表 1：

表 1 亚麻籽饼粕水解物梯度洗脱顺序表

洗脱阶段	洗脱体积及流速	洗脱目的	收集组分	备注
去离子水	3-5BV (流速 2BV/h)	洗去糖类、蛋白质等水溶性杂质	弃去水洗液	至洗脱液近无色
20%乙醇	2-3BV (流速 2BV/h)	去除弱极性杂质	弃去洗脱液	可检测洗脱液，避免 SDG 损失
50%乙醇	3-5BV (流速 1-2BV/h)	洗脱亚麻木酚素	收集主馏分	关键步骤，HPLC 检测 SDG
80%乙醇	2-3BV (流速 2BV/h)	洗脱强吸附杂质，树脂再生	弃去或回收乙醇	树脂可重复使用

7.3.3 干燥

将梯度洗脱后分离出的溶液旋转蒸发(温度为 70℃)浓缩去除溶剂，得到金黄色固体，并常温干燥。

7.3.4 亚麻木酚素的纯化

(1)溶剂体系配制

取甲基叔丁基醚(MTBE)、正丁醇、乙腈、水，按 1:3:1:5(v/v)混合于分液漏斗中。剧烈振摇 5min，静置 30min 至完全分层。分离上相(有机相)和下相(水相)，备用。

(2)HSCCC 仪器准备

将上相以 15mL/min 流速泵入 HSCCC 柱，直至柱内充满。设定转速 1300r/min，使固定相均匀分布于螺旋管中。切换至下相作为流动相，流速 0.5mL/min。待基线稳定(约 20-30min)，检测器信号平稳后，准备进样。

(3)样品进样与纯化

取 3-5mg SDG 粗品，溶于 1mL 流动相(下相)，超声助溶 5min，过 0.45 μ m 滤膜。在检测波长 280 nm，温度 25℃条件下，使用注射器将样品溶液注入 HSCCC 进样环(1mL)。启动数据采集，记录色谱图，收集馏分。

按照以上条件，对第一批进样得到的馏分再进行进样纯化，收集第二批馏分。依次对上一批馏分进行进样纯化，至亚麻木酚素含量达 98% 以上。

7.3.5 亚麻木酚素的纯度分析

通过 HPLC 对亚麻木酚素进行纯度分析。取 SDG 样品 3-5mg，溶于 1mL 流动相，超声溶解 5min，过 0.45 μ m 滤膜。HPLC 条件为色谱柱：C18 色谱柱(4.6mm \times 250mm)，流动相：乙腈-0.1%磷酸水(15:85)，流速：1.0mL/min，检测波长 280nm，柱温：25 $^{\circ}$ C。运行时间：15-20min。

8 分析结果的表述

试样中木酚素的含量按下式计算：

$$X = \frac{(C-C_0) \times V \times F \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X——样品中木酚素的含量，单位为克每百克(g/100g)；

C——样液中木酚素的检出浓度，单位为微克每毫升(μ g/mL)；

C₀——空白溶液中木酚素的检出浓度，单位为微克每毫升(μ g/ml)；

V——定容体积，单位为毫升(ml)；

F——稀释倍数；

10⁻⁶——含量单位 μ g 变为 g；

M——称样量，单位为克(g)。

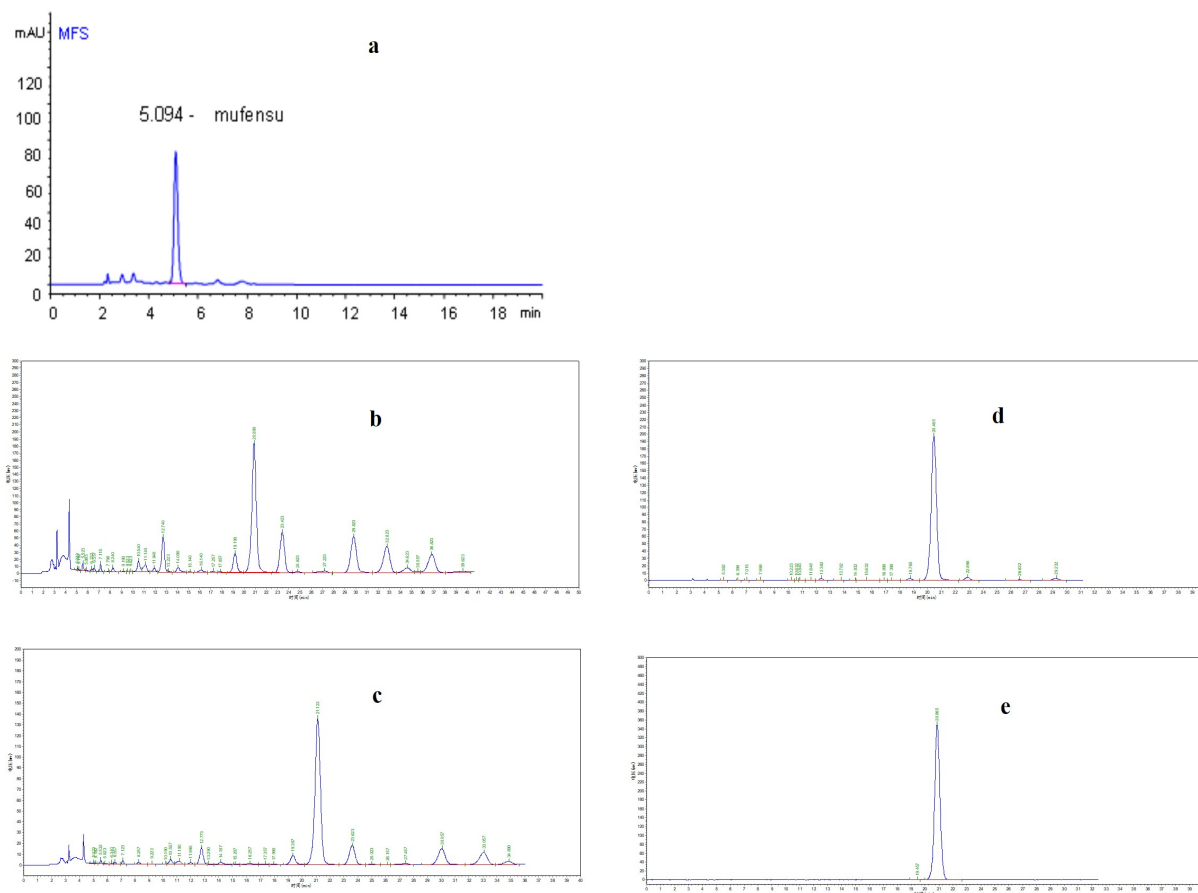
注：计算结果保留 3 位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附录 A
(资料性附录)
木酚素标样、样品色谱图

木酚素标样、样品色谱图见图A.1。



图A.1 木酚素标样、样品色谱图

注：图a为木酚素标样，图b为30%样品，图c为58%样品，图d为91%样品，图e为98%样品，