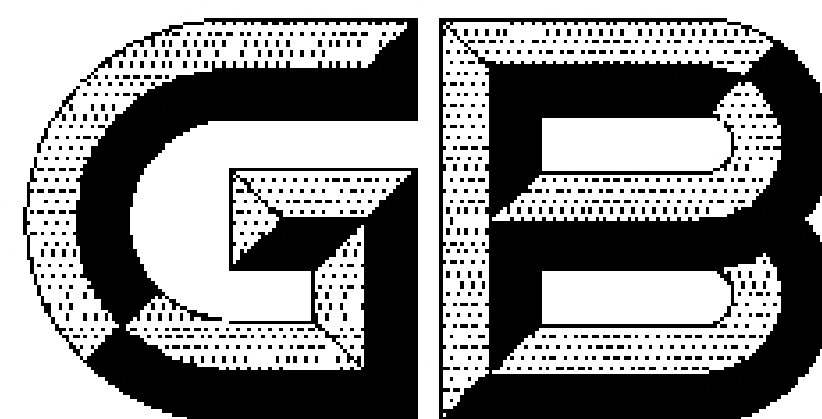




中华人民共和国国家标准

GB/T 19464—2014
代替 GB/T 19464—2004

烷基糖苷

Alkylpolyglycosides

2014-12-22 发布

2015-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 19464—2004《烷基糖苷》。

本标准与 GB/T 19464—2004 相比主要变化如下：

- 增加了烷基糖苷产品分类要求(见第 3 章)；
- 增加了化妆品用烷基糖苷的技术指标,规定了相应的分析方法(见 4.2)；
- 修改了硫酸化灰分指标(见 4.1,2004 年版 4.3)；
- 修改了黏度指标和 $C_{12\sim 14}$ 烷基糖苷黏度的测定温度(见 4.1,2004 年版 4.3)；
- 修改了烷基糖苷聚合度和残留总脂肪醇含量的检测方法(见 5.6 和 5.8,2004 年版 5.7 和 5.9)；
- 修改了烷基糖苷 pH 值的检测方法,扩展了产品的 pH 值范围(见 5.4,2004 年版 5.5)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会(SAC/TC 272)归口。

本标准起草单位:上海发凯化工有限公司、南京金陵石化研究院有限责任公司、深圳市长园嘉彩环境材料有限公司、无限极(中国)有限公司、浙江赞宇科技股份有限公司、扬州晨化科技集团有限公司、表面活性剂和洗涤剂行业生产力促进中心。

本标准主要起草人:冯瑜、王丰收、周玉成、何江淮、董万田、邓薇、黄亚茹、于子洲、霍书文、李勇、郝巧林。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 19464—2004。

烷基糖苷

1 范围

本标准规定了烷基糖苷产品(简称 APG)的分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存、保质期。

本标准适用于直接法和糖苷交换法生产的烷基糖苷工业产品,可应用于洗涤、日化、农乳、纺织等诸多领域,起到洗涤、乳化、渗透、发泡等作用。

本标准不适用于任何复配型产品或用作乳化剂的 C_{16~18} 为主的烷基糖苷产品。

2 规范性引用文件

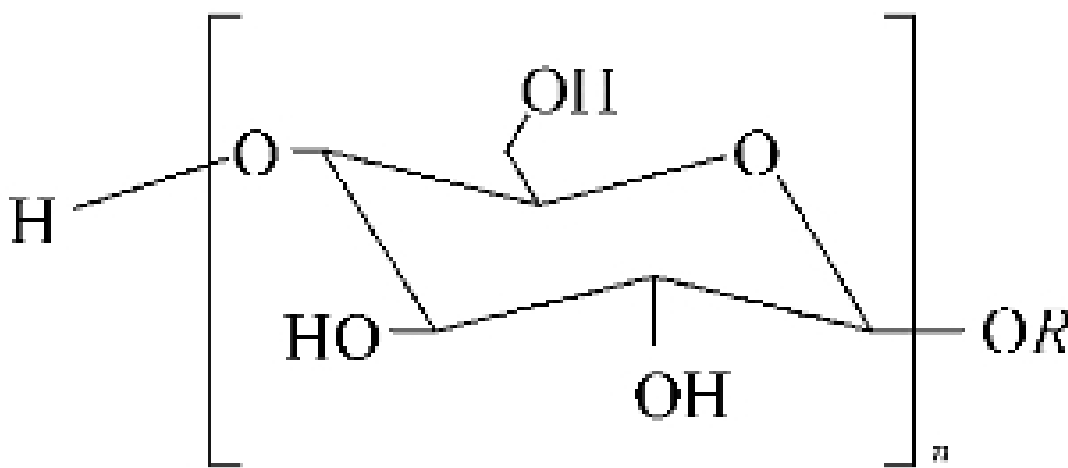
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)
- GB/T 8170 数据修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱通则
- GB/T 15357 表面活性剂和洗涤剂 旋转黏度计测定液体产品的黏度
- 化妆品卫生规范 卫监督发[2007] 1 号

3 产品名称、分类和结构通式

烷基糖苷可根据生产过程的不同分为两类产品,即直接法产品和交换法产品。直接法产品是指生产过程中不产生低碳糖苷,直接由目标高碳脂肪醇和糖类化合物原料进行糖苷化反应制备的烷基糖苷,产品中不含低碳烷基糖苷。交换法产品是指低碳脂肪醇(如丁醇)等和糖类化合物原料反应生成低碳糖苷,然后生成的低碳糖苷再和目标高碳脂肪醇发生交换反应生成目标烷基糖苷。这两步反应可以先后进行,也可以同时进行,产品中含有部分低碳烷基糖苷。

烷基糖苷分子的结构通式如下(R 为 C_{8~18}, n=1~10。交换法产品中,含有 R 为 C₂ 或 C₃ 或 C₄ 等的低碳烷基糖苷;直接法产品不含低碳烷基糖苷)。



4 技术要求

4.1 烷基糖苷的物理化学指标

烷基糖苷的物理化学指标应符合表 1 的规定。

表 1 烷基糖苷的指标要求

项 目		直接法产品			间接法产品		
		一级品	二级品	合格品	一级品	二级品	合格品
外观		无色液体或膏体,无异常气味	无色或淡黄色液体或膏体,无异常气味	—	无色液体或膏体,无异常气味	黄色液体或膏体,无异常气味	—
色泽(异丙醇水溶液)/Hazen		≤50	100	—	50	150	—
固含量/%		≥50			50		
pH 值		≥7.0			7.0		
硫酸化灰分(按固含量 50%计算)/%		≤3.0			3.0		
游离总脂肪醇/%		≤1.0			1.0		
低碳烷基糖苷 ^a (以固含量计算)/%		≤不含			5.0	10.0	10.0
平均聚合度(由组成计算)		1.2~1.8			1.2~1.8		
黏度/(mPa·s)	C _{8~10} (20℃)	≥200			100		
	C _{12~14} (40℃)	≥1 500			800		
	C _{8~14} (20℃)	≥1 000			1 000		
^a 仅适用于采用交换法工艺生产的产品,如丁基糖苷、乙基糖苷、丙基糖苷的含量或几种之和。							

4.2 化妆品用烷基糖苷

化妆品用烷基糖苷应满足《化妆品卫生规范》规定中原则要求,以保证产品在正常以及合理的、可预见的使用条件下,不会对人体健康产生安全危害。

化妆品用烷基糖苷在满足表 1 要求的基础上还应符合表 2 的要求。

表 2 化妆品用烷基糖苷的附加指标要求

项 目	指 标		
	C _{8~10} 烷基糖苷	C _{8~14} 烷基糖苷	C _{12~14} 烷基糖苷
pH 值	11.5~12.5		
游离总脂肪醇/%	≤0.5	≤0.6	≤0.8
菌落总数/(CFU/g)	≤1 000		
铅(Pb)/(mg/kg)	≤40		
砷(As)/(mg/kg)	≤10		
汞(Hg)/(mg/kg)	≤1		

5 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

5.1 外观、气味

感官测定样品的外观和气味。

5.2 色泽

5.2.1 原理

用异丙醇和水的混合溶剂将烷基糖苷样品配成溶液,在 pH 值等于 7 的条件下溶液为透明状态,与标准铂-钴系列色标进行目视比色,和产品色泽最接近的标准铂-钴色标的 Hazen 值即为产品的色泽。

5.2.2 仪器

普通实验室仪器及以下仪器。

5.2.2.1 分光光度计,波长范围 380 nm~800 nm;

5.2.2.2 纳氏比色管,50 mL。

5.2.3 试剂

5.2.3.1 40%异丙醇水溶液(体积分数),量取 40 mL 异丙醇,用水稀释至 100 mL,摇匀。

5.2.3.2 1 mol/L 硝酸溶液,量取 65 mL 硝酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.2.4 标准比色液的制备

按 GB/T 3143 的规定,配制不同 Hazen 值的系列铂-钴标准比色液,用于测定样品的色泽。

5.2.5 试验溶液的制备

称取试样 30 g(称准至 0.1 g),用量筒加入 40%异丙醇水溶液(5.2.3.1)45 mL,搅拌使其溶解,配成溶液。将 pH 电极插入试验液中,搅拌下逐滴加入 1 mol/L 的硝酸溶液(5.2.3.2),调节 pH 值在 6.8~7.0。取该试验液 50 mL 于比色管中,从比色管顶部垂直向下观察,与等体积的标准比色液比较,与试验液色泽最接近的标准比色液的 Hazen 值,即为试样的色泽。

5.3 固含量

5.3.1 原理

样品在 105 °C ± 2 °C 条件下干燥 4 h 后,残留物的质量分数即为固形物含量。

5.3.2 仪器

普通实验室仪器及以下仪器。

5.3.2.1 称量瓶,φ50 mm×30 mm,带盖;

5.3.2.2 烘箱,可控制温度在 105 °C ± 2 °C 的范围内;

5.3.2.3 玻璃干燥器,φ240 mm,内装变色硅胶。

5.3.3 试验步骤

于已恒量的称量瓶(5.3.2.1)中称取约 1 g 混匀后的试验样品(称准至 0.001 g),对膏体样品要先加热溶解后再混匀,混匀后取样称量。将盛有试验份的称量瓶放入 105 °C ± 2 °C 的烘箱(5.3.2.2)中干燥 4 h,取出,置于干燥器(5.3.2.3)中冷却 30 min,加盖称量(称准至 0.001 g)。

5.3.4 结果计算

固含量以质量分数 $w(S)$ 表示,按式(1)计算:

$$w(S) = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——残留固体物的质量,单位为克(g);

m_0 ——试验份的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位为测定结果。

精密度:在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的1%,以大于1%的情况不超过5%为前提。

5.4 pH 值

5.4.1 原理

用异丙醇和水的混合溶液作为溶剂配置含20%试样(质量分数)的溶液于25℃时测定pH值。

5.4.2 试剂和仪器

5.4.2.1 异丙醇;

5.4.2.2 pH计,最小刻度符合精密度要求;

5.4.2.3 pH复合电极,或玻璃电极和甘汞/氯化钾型参比电极;

5.4.2.4 烧杯,150 mL;

5.4.2.5 容量瓶,100 mL;

5.4.2.6 温度计,0℃~100℃;

5.4.2.7 恒温装置。

5.4.3 实验步骤

5.4.3.1 试验条件

在测试过程中被测溶液、标准缓冲溶液及洗涤用水温度均应调节在25℃±1℃,并按仪器使用方法校准pH计。

5.4.3.2 测定

首先称取20.0 g试样,精确至0.1 g,然后加68.0 g无二氧化碳的蒸馏水进行溶解,最后加入12.0 g异丙醇将其完全溶解。将溶液温度调节到25℃±1℃,插入电极,待电位计读数稳定1 min后记录读数。

同一试样平行测定两次,修约至0.1 pH,以pH单位表示。以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位为测定结果。

精密度:在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.1 pH单位,以大于0.1 pH单位的情况不超过5%为前提。

5.5 硫酸化灰分

5.5.1 原理

炭化后的试验份,在硫酸存在下于850℃灼烧残余物,称量由此得到的硫酸化灰分。

5.5.2 仪器

普通实验室仪器及以下仪器。

- 5.5.2.1 坩埚,容积 50 mL~100 mL 的瓷坩埚;
- 5.5.2.2 高温炉,可控制温度在 850 °C ± 25 °C 范围内;
- 5.5.2.3 干燥器,内装变色硅胶;
- 5.5.2.4 坩埚钳;
- 5.5.2.5 调温电炉,1 kW~2 kW。

5.5.3 试剂

硫酸。

5.5.4 试验步骤

5.5.4.1 试验份

将坩埚(5.5.2.1)放在 850 °C ± 25 °C 的高温炉(5.5.2.2)内加热 30 min,取出,在空气中冷却 1 min~2 min,移入干燥器(5.5.2.3)中冷却 45 min,称量(称准至 0.001 g),重复上述试验至恒重。于已恒重的坩埚内称取试样 10 g(称准至 0.001 g)。

5.5.4.2 炭化

将称好的试验份放到调温电炉(5.5.2.5)上缓慢加热,试验份中的水分逐渐蒸发形成泡沫,调节电炉温度使泡沫不溢出。若试验份在加热过程中泡沫比较多,可采取分次加样的方法,直到规定重量的试验份全部加入为止。在大量泡沫消失后,调高电炉温度,使试验份充分炭化。在坩埚内基本无烟雾冒出时,将其冷却,滴加 2.0 mL 硫酸(5.5.3),使炭化物湿润,在电炉上继续加热至不再有白烟冒出。

5.5.4.3 灼烧

将驱赶完硫酸的试验份移入 850 °C ± 25 °C 的高温炉中,灼烧 4 h,取出,在空气中冷却 1 min~2 min 后,移入干燥器中冷却 45 min,称量(称准至 0.001 g),重复上述操作直至两次称量差值不大于 2 mg。

5.5.5 结果计算

灼烧后残留硫酸化灰分含量以质量分数 $w(C)$ 表示,按式(2)计算:

$$w(C) = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——坩埚内残留物的质量,单位为克(g);

m_0 ——以固含量 50% 计算的试验份的质量,单位为克(g)。

注:对于固含量不是 50% 的样品,应该将试验份的质量 m_0 修正到固含量为 50% 时的值再做计算,即:

$$m_0 = [m(\text{称量值}) \times S(\%) \text{固含量}] / 50\%。$$

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位为测定结果。

精密度:在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于 10% 的情况不超过 5% 为前提。

5.6 游离总脂肪醇

按附录 A 测定。

5.7 低碳烷基糖苷

按附录 B 测定。

5.8 烷基糖苷平均聚合度

按附录 B 测定。

5.9 黏度

按 GB/T 15357 规定进行。

5.10 菌落总数

按《化妆品卫生规范》规定进行。

5.11 铅

按《化妆品卫生规范》规定进行。

5.12 砷

按《化妆品卫生规范》规定进行。

5.13 汞

按《化妆品卫生规范》规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

出厂检验项目为第 4 章中规定的外观、气味、色泽、固含量、pH 值、游离总脂肪醇。

6.1.2 型式检验

型式检验包括第 4 章规定的全部技术要求指标,有如下情况时也应进行型式检验:

- a) 正常生产应每三个月进行一次;
- b) 生产工艺、生产设备、原材料、催化剂等变化或不正常,以及生产管理要素(包括人员素质)的变化可能影响产品质量和性能时;
- c) 长期停产后再恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次的型式检验有较大差异时;
- e) 质量监督机构、使用单位提出型式检验要求时。

6.2 组批与抽样原则

6.2.1 烷基糖苷产品按批交付和抽样验收,一次交付的同一类型、规格、批号的产品组成交付批。

6.2.2 产品须经生产厂的质量检验部门按本标准规定的检验方法检验合格,并出具产品质量检验合格证方可出厂。收货单位应在到货一个月内,凭合格证验收,必要时可按 6.2.3 抽样验收。

6.2.3 抽样

根据批量大小,按表 3 确定样本大小,从批中随机抽取样本单位。

由于长碳链的烷基糖苷产品在低于 35 ℃ 的环境中存放时容易有晶体析出,因此在取样前应将选定的样本桶中的样品混合均匀,在保证混合均匀的前提下方可取样。

表 3 批量和样本大小 单位为桶

批量	2~15	16~50	51~150	151~500	>500
样本大小	2	3	5	8	13

取样时用直径约 15 mm 的干燥清洁的取样管或其他取样器皿,插至每个样桶的 2/3 深度抽取等量样品,取样总量不得少于 1.0 kg。将所取样品分成 2 份,一份用于检测,一份封存。

6.3 判定规则与复检

检验结果数据应先按照 GB/T 8170 规定修约到与技术要求量值的有效位数一致,再对照技术要求中规定的极限值判定检验批产品合格或不合格。

如检验结果中有一项指标不符合标准时,应重新自双倍量的样本中取样,对不合格项进行复检。复检结果符合本标准规定时,判该批产品为合格;若仍不合格,则判该批产品为不合格。

6.4 仲裁

收货单位如发现产品质量不符合本标准规定的要求,应在到货 1 个月内向生产者交涉。若因检验结果不同,不能取得协议时,双方应按 6.2.3 取样。取样总量不应少于 1.5 kg,将选取的试样仔细混匀后,分别装入 3 个洁净干燥的样品瓶中,签封。标签上应注明产品名称、规格、批号、生产者名称、取样日期、取样人。交收双方各执一份,第三份签封后,备仲裁检验用。样品存放于暗处,保存期 1 个月。仲裁检验结果为最后依据。

7 标志、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标志

包装桶外壁标志(图案及文字)应清晰端正,并标明:

- a) 产品名称、商标、规格等级、执行标准编号;
- b) 批号、生产日期、保质期(或失效期);
- c) 生产者名称、地址、邮政编码和联系电话;
- d) 净含量、毛重;
- e) 警示标志(防水、防潮、小心轻放等文字或标记)。

7.2 包装

烷基糖苷用洁净、无腐蚀、能保证强度的塑料容器或内衬塑料的金属容器包装。产品装入容器时应留有适量空隙,灌装后应封口良好,防止进水。包装的净含量应符合标称质量。

7.3 运输

装运过程中应封口向上,防止日晒雨淋。



7.4 贮存

烷基糖苷产品为水溶液,应贮存在通风良好,环境温度不低于 0 ℃ 不高于 45 ℃ 的仓库中,避免雨水

和暴晒。

7.5 保质期

在规定的运输和包装贮存条件下,产品从生产之日起保质期不低于 12 个月。若产品中加入了防腐剂,应该标明所加防腐剂的品种和添加量。



附录 A

(规范性附录)

游离总脂肪醇含量测定——气相色谱法

A.1 原理

利用萃取和气相色谱分析相结合的方法,对烷基糖苷中残留脂肪醇组分进行分离和定量测定。

A.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

A.2.1 脂肪醇色谱标样: C_8OH 、 $C_{10}OH$ 、 $C_{11}OH$ 、 $C_{12}OH$ 、 $C_{14}OH$ 、 $C_{16}OH$ 、 $C_{18}OH$ 等,均为色谱纯;

A.2.2 二氯甲烷;

A.2.3 无水乙醇;

A.2.4 硅藻土,化学纯,使用前在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h;

A.2.5 石油醚,沸程 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$;

A.2.6 含二氯甲烷的石油醚溶液,在 100 mL 沸程为 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的石油醚(A.2.5)中,加入 7 mL 二氯甲烷(A.2.2),混匀;

A.2.7 载气:氮气,纯度 99.99%;

A.2.8 辅助气:氢气,纯度 99.99%;空气,由钢瓶或无油气体压缩机供给。

A.3 仪器

常用实验室仪器和以下仪器。

A.3.1 气相色谱仪,具有火焰离子化检测器和程序升温控制器的气相色谱仪,带有数据处理系统。色谱柱:填充柱,柱管用不锈钢或玻璃,长 2.0 m,内径 2 mm~4 mm,担体 Chromsorb WHP,粒度约为 0.120 mm~0.180 mm,涂以 2% 的 OV-101 固定液,使用前老化 5 h~10 h;或其他的分离效果相当的填充柱或毛细管柱。

A.3.2 微量注射器,5 μL 或 10 μL 。

A.3.3 容量瓶,5 mL。

A.3.4 移液管,1 mL。

A.3.5 玻璃层析柱, $\phi 18\text{ mm}$,柱长 400 mm,下端装有适量玻璃棉。

A.3.6 恒温水浴。

A.4 气相色谱条件

以下为 A.3.1 推荐使用的填充柱适宜使用条件,其他色谱柱的适宜使用条件基本相似,可根据具体情况进行适当修改。

A.4.1 载气(N_2)流速:30 mL/min;

A.4.2 氢气流速:45 mL/min;

A.4.3 空气流速:450 mL/min;

A.4.4 注射口温度:300 ℃;

A.4.5 检测器温度:300 ℃;

A.4.6 柱温箱温度:初始温度 100 ℃,停留时间 1 min,升温速率 5 ℃/min,最终温度 250 ℃,停留时间 2 min。

A.5 相对重量校正因子测定

准确称取正十一醇(A.2.1)内标物和其他脂肪醇标样(A.2.1)各约 0.2 g(称准至 0.000 2 g),用 5 mL 二氯甲烷(A.2.2)溶解,吸取适量溶液,注射分析。

碳链长度为 i 的脂肪醇对内标物正十一醇的校正因子按式(A.1)计算:

$$f_{s,i} = \frac{A_s \times m_i}{A_i \times m_s} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_s ——内标物的色谱峰面积;

m_s ——内标物的质量,单位为克(g);

A_i —— i 组分的色谱峰面积;

m_i —— i 组分的质量,单位为克(g)。

其他脂肪醇对正十一醇的校正因子测定方法同上。

A.6 样品前处理和色谱测定

准确称取内标物正十一醇 0.1 g(称准至 0.000 2 g),用少量无水乙醇(A.2.3)溶解,转移到 5 mL 容量瓶中,用无水乙醇冲洗并稀释到刻度,此溶液为内标溶液。

称取混匀后的烷基糖苷原样约 2 g(称准至 0.001 g)于 50 mL 烧杯中,分别加入内标溶液 0.50 mL 和无水乙醇 0.50 mL,待样品溶解后,向烧杯中加入干燥好的硅藻土(A.2.4)5 g,充分搅拌成半干的均匀固体,将其装入玻璃层析柱(A.3.5)内。用另一个 50 mL 的烧杯置于柱子下端收集洗脱物。用含二氯甲烷的石油醚(A.2.6)洗脱液 50 mL,以 1 mL/min 的流速洗脱。将接收液置于 70 ℃的水浴(A.3.6)上蒸发浓缩至 1 mL~2 mL,然后吸取适量浓缩液进行气相色谱分析。以内标法计算残留脂肪醇的含量。

A.7 结果计算

本标准采用内标法计算碳链长度为 i 的脂肪醇含量以质量分数 $w(X_i)$,表示,按式(A.2)计算:

$$w(X_i) = \frac{m_s \times A_i \times f_{s,i}}{A_s \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_i ——碳链长度为 i 的脂肪醇的色谱峰面积;

$f_{s,i}$ ——碳链长度为 i 的脂肪醇对正十一醇的校正因子;

m_s ——加入内标物的质量,单位为克(g);

A_s ——内标物正十一醇的色谱峰面积;

m ——试验份的质量,单位为克(g)。

游离总脂肪醇含量为各种碳链游离脂肪醇含量之和,以质量分数 $w(X)$ 表示,按式(A.3)计算:

$$w(X) = \sum X_i \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

X_i ——碳链长度为 i 的脂肪醇的质量分数，%。

用两次平行测定结果的算术平均值进行计算，游离总脂肪醇含量的有效数字保留至小数点后一位。

精密度：在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 5%，以大于 5% 的情况不超过 5% 为前提。



附 录 B

(规范性附录)

低碳烷基糖苷含量和烷基糖苷平均聚合度的测定——气相色谱法

B.1 方法概要

B.1.1 烷基糖苷的主要组成

烷基糖苷产品由下列同系物组成:烷基单糖苷、烷基二糖苷、烷基三糖苷、烷基四糖苷、烷基五糖苷、以及少量聚合度更高的烷基多糖苷,以上的烷基均指碳链长度大于 8 的长链烷基。对由交换法合成的烷基糖苷,产品组成中除上述成分外,还含有约 5%~15%不等的低碳烷基糖苷如丁基糖苷、丙基糖苷等。此外烷基糖苷中还有少量的游离脂肪醇和未链接上烷基的单糖或寡聚糖。

B.1.2 原理

样品经硅烷化反应后,进入色谱柱进行分离,各组分依据沸点不同以脂肪醇、低碳烷基糖苷如丁基糖苷或丙基糖苷、长链烷基单糖苷、长链烷基二糖苷、长链烷基三糖苷、直到长链烷基五糖苷的顺序流出。烷基糖苷色谱峰的定性可以由标准物或已知组成的样品进行;定量分析用内标法计算残留低碳糖苷含量,用面积归一化法求出长链烷基糖苷各组分的质量分数,并据此计算产品的聚合度。对不含低碳烷基糖苷的直接法产品,可以不加内标物,直接应用面积归一化法计算产品的聚合度。

B.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

B.2.1 三氯甲烷;

B.2.2 吡啶,应在使用前加入干燥好的分子筛(550 °C干燥 2 h),摇匀并放置 24 h 后方可使用;

B.2.3 三甲基氯硅烷(气相色谱用);

B.2.4 六甲基二硅胺烷(气相色谱扫尾剂 Q GHSA 754-94);

B.2.5 标准样品:正二十二烷(色谱纯),已知碳链长度的低碳烷基单糖苷标准样品;

B.2.6 载气:氮气,纯度 99.99%;

B.2.7 辅助气:氢气,纯度 99.99%;空气,由钢瓶或无油气体压缩机供给。

B.3 仪器

常用实验室仪器及以下仪器。

B.3.1 色谱仪,具有火焰离子化检测器和程序升温控制器的气相色谱仪;

B.3.2 色谱柱,填充柱:柱管用不锈钢或玻璃,长 0.5 m,内径 2 mm~4 mm,担体 Chromsorb W AW DMCS 或 405 硅烷化白色担体,粒度约为 0.120 mm~0.180 mm,涂以 3%的 Dexil-300 固定液,使用前老化 5 h~10 h;或温度范围适宜、分离效果相当的其他填充柱或毛细管柱;

B.3.3 记录仪或打印机;

B.3.4 色谱数据处理系统;

B.3.5 微量注射器,5 μ L 或 10 μ L;

B.3.6 容量瓶,5 mL,10 mL;

B.3.7 移液管,1 mL;

B.3.8 具塞试管,1 mL。

B.4 色谱分析条件

以下为 B.3.2 推荐的填充柱适宜使用条件,其他色谱柱的适宜使用条件基本相似,可根据具体情况进行适当修改。

B.4.1 注射口温度:350 ℃;

B.4.2 柱温箱:初始温度 80 ℃,停留时间 2.0 min,升温速率 8.0 ℃/min,最终温度 340 ℃,停留时间 15 min;

B.4.3 载气流量:50 mL/min;

B.4.4 氢气流量:45 mL/min;

B.4.5 空气流量:450 mL/min;

B.4.6 检测器温度:350 ℃。

B.5 校正因子测定

B.5.1 气相色谱仪的性能调整

按照上述条件调节好仪器的各个参数,必要时可根据 GB/T 9722 进行调整或通过注射标样,调节仪器状态直到符合检测标准。

B.5.2 校正因子的测定

准确称取内标物正二十二烷(B.2.5)和纯低碳烷基单糖苷(B.2.5)各约 0.15 g~0.2 g(称准至 0.000 2 g),用 5 mL 吡啶(B.2.2)溶解,移取该溶液 0.3 mL 于 1 mL 的具塞试管内,加入三甲基氯硅烷(B.2.3)0.1 mL、六甲基二硅胺烷(B.2.4)0.2 mL,猛烈摇动 30 s,静置 5 min。吸取上层清液,注射分析。

低碳烷基糖苷对内标物正二十二烷的校正因子按式(B.1)计算:

$$f_{s,i} = \frac{A_s \times m_i}{A_i \times m_s} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

A_s ——内标物的色谱峰面积;

m_s ——内标物的质量,单位为克(g);

A_i ——低碳烷基糖苷的色谱峰面积;

m_i ——低碳烷基糖苷的质量(纯度不足 100%时,加以纯度校正计算),单位为克(g)。

B.6 试验份的制备和硅烷化处理

B.6.1 内标物溶液的配制

准确称取内标物正二十二烷(B.2.5)约 0.2 g(称准至 0.000 2 g),用三氯甲烷(B.2.1)溶解,将溶液转入 5 mL 容量瓶(B.3.6)中,用三氯甲烷洗涤称量杯,洗涤液一并移入容量瓶,并稀释至刻度,此溶液每毫升约含内标物正二十二烷 0.04 g。



B.6.2 试验份

B.6.2.1 液体试样

称取约 2 g 充分混匀后的试样,放于直径不小于 100 mm 的表面皿内,将试样均匀地摊开,于沸水

浴上加热至水分挥发完全,试样变硬。然后置于 105 ℃ 的烘箱内继续干燥 1 h,取出并在干燥器内冷却 30 min。称取干燥后的试样 1 g(称准至 0.001 g)于 5 mL 的容量瓶中,先加入 3 mL~4 mL 吡啶(B.2.2),待固体试样完全溶解后,用吡啶稀释至刻度。此溶液每毫升约含 0.2 g 试样。

B.6.2.2 膏体试样

在取样前应将试样置于水浴上或 50 ℃ 左右的烘箱内加热,待试样内的沉淀物完全溶解后,搅拌试样使之充分混匀并冷却到室温。称取该试样约 2 g,以后操作同 B.6.2.1。

B.6.3 试样的硅烷化处理

移取 0.3 mL 试验份溶液(B.6.2.1)于 1 mL 的具塞试管内,然后加入内标物溶液(B.6.1)0.1 mL、三甲基氯硅烷(B.2.3)0.1 mL、六甲基二硅胺烷(B.2.4.)0.2 mL,猛烈摇动 30 s,静置 5 min。

B.7 气相色谱分析

B.7.1 色谱分析

用微量注射器吸取经过硅烷化处理的上层清液(B.6.3),注射分析。

B.7.2 定性

用已知组成的烷基糖苷样品作为标样对各个色谱峰定性,或者用已知碳链长度的烷基单糖苷标样对单糖苷色谱峰定性,其后的各组峰分别为烷基二糖苷、烷基三糖苷、烷基四糖苷、烷基五糖苷等。

典型的烷基糖苷气相色谱图如图 B.1 所示。

B.8 结果计算

B.8.1 低碳烷基糖苷(如丁基糖苷)含量

采用内标法计算低碳烷基糖苷(如丁基糖苷)含量以质量分数 w_i 表示,按式(B.2)计算。

$$w_i = \frac{m_s \times A_i \times f_{s,i}}{A_s \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

- A_i ——低碳烷基糖苷(如丁基糖苷)的色谱峰面积;
- $f_{s,i}$ ——低碳烷基糖苷(如丁基糖苷)对内标物正二十二烷的校正因子;
- m_s ——加入内标物的质量,单位为克(g);
- A_s ——内标物正二十二烷的色谱峰面积;
- m ——试样干燥后称取的质量,单位为克(g)。

用两次平行测定结果的算术平均值进行计算,低碳烷基糖苷(如丁基糖苷)含量的有效数字保留至个位。

精密度:在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 5%,以大于 5%的情况不超过 5%为前提。

B.8.2 平均聚合度计算

采用面积归一化法计算各种长链烷基糖苷的含量以质量分数 $w(D)$ 表示,以单糖苷为例,按式(B.3)计算。



$$w(D) = \frac{A_i}{\sum A} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

式中：

A_i ——长链烷基单糖苷的色谱峰总面积；

$\sum A$ ——所有长链烷基糖苷的色谱峰总面积之和(溶剂、内标物、残留醇、低碳烷基糖苷的峰面积不计算在内)。

其他烷基糖苷含量计算方法同上。

烷基糖苷平均聚合度 $w(D_p)$ 按式(B.4)计算。

$$w(D_p) = w(D_1) + 2 \times w(D_2) + 3 \times w(D_3) + 4 \times w(D_4) + 5 \times w(D_5) \quad \dots\dots\dots (B.4)$$

式中：

$w(D_1)$ ——烷基单糖苷的质量分数，%；

$w(D_2)$ ——烷基二糖苷的质量分数，%；

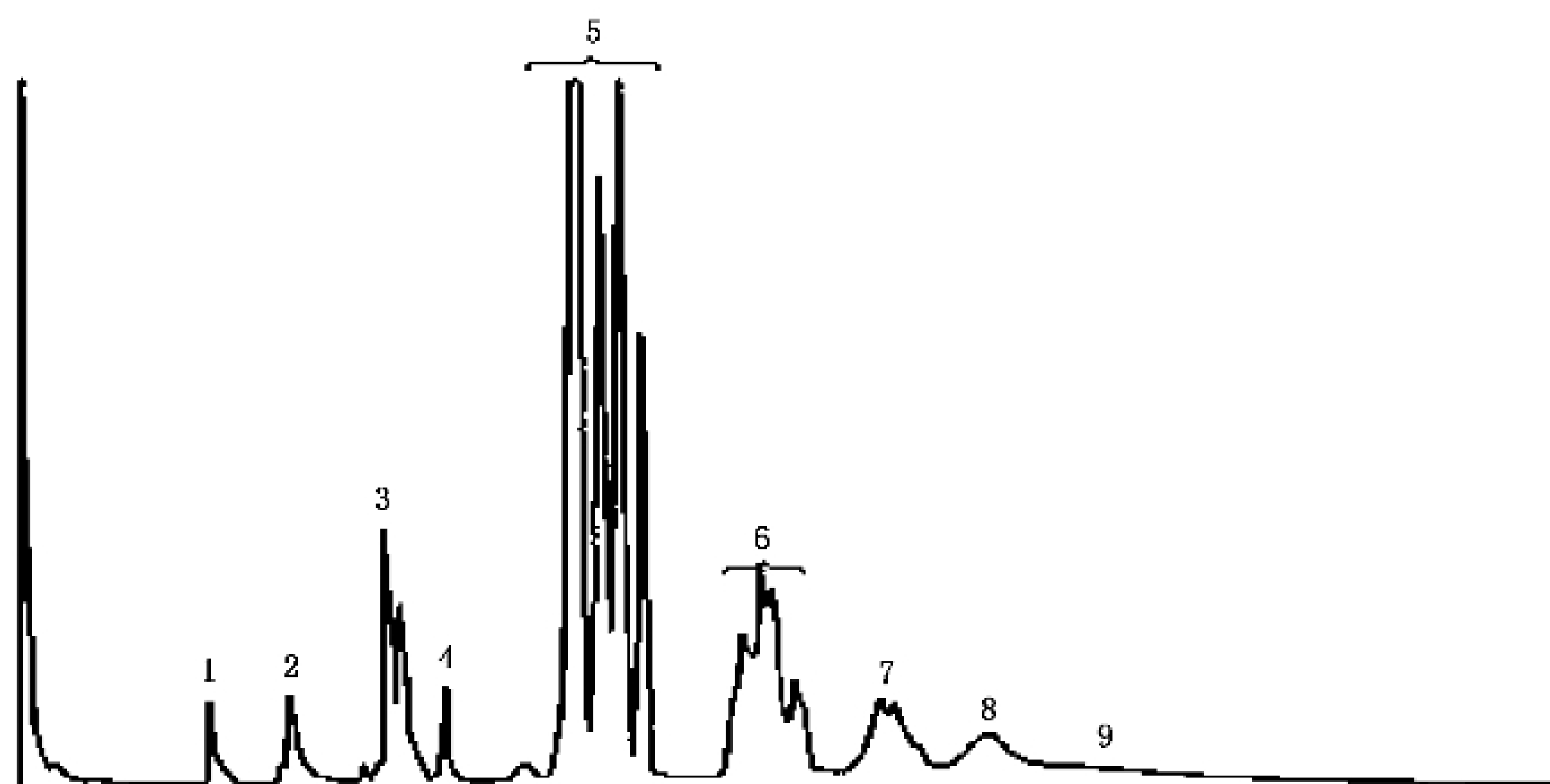
$w(D_3)$ ——烷基三糖苷的质量分数，%；

$w(D_4)$ ——烷基四糖苷的质量分数，%；

$w(D_5)$ ——烷基五糖苷的质量分数，%。

用两次平行测定结果的算术平均值进行计算，平均聚合度计算结果的有效数字保留至小数点后一位。

精密度：在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的5%，以大于5%的情况不超过5%为前提。



说明：

1——正十二醇色谱峰；

2——正十四醇色谱峰；

3——一组丁基糖苷峰

4——内标物正二十二烷色谱峰；

5——一组烷基(十二、十四)单糖苷的色谱峰；

6——一组烷基(十二、十四)二糖苷的色谱峰；

7——一组烷基(十二、十四)三糖苷的色谱峰；

8——一组烷基(十二、十四)四糖苷的色谱峰；

9——烷基(十二、十四)五糖苷的色谱峰。

图 B.1 十二、十四烷基糖苷气相色谱图(两步法产品)