



中华人民共和国国家标准

GB/T 19464—202*

代替GB/T 19464—2014

烷基糖苷 (APG)

Alkylpolyglycosides

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020 给出的规则起草。

本文件代替 GB/T 19464—2014 《烷基糖苷》。

本文件与 GB/T 19464—2014 相比主要变化如下：

——修改了烷基糖苷分子的结构通式中，R的范围从C_{8~18}扩增为C_{6~18}（见第4章，2014版的第3章）；

——修改了烷基糖苷理化指标要求，调整了产品固含量范围、pH范围、产品聚合度范围、粘度范围，以及硫酸化灰分的计算方式（见表1，2014版的表1）；

——修改了烷基糖苷中直接法产品的理化指标要求，增加高聚合度产品的指标，并将产品的碳链分布下限由C₈扩展至C₆（见表1，2014版的表1）；

——修改了化妆品用烷基糖苷理化指标，删除pH，调整了游离脂肪醇、铅、砷、汞及菌落总数指标值，增加了镉的指标（见表2，2014版的表2）；

——色泽测试增加了用色度仪进行测定的方法（见6.2，2014版的5.2）；

——修改了固含量测试条件（见6.3，2014版的5.3）。

——修改了硫酸化灰分测试条件（见6.5.4.3，2014版的5.5.4.3）；

——修改了型式检验的规则（见7.1.2，2014版6.1.2）。

——修改了附录B B.8.1公式（见B.8.1，2024版B.8.1）

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会（SAC/TC272）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 19464—2004、GB/T 19464—2014

烷基糖苷 (APG)

1 范围

本文件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、贮存要求。

本文件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、纺织等众多领域，起到洗涤、乳化、渗透、发泡等作用。

本文件不适用于任何复配型产品或用作乳化剂的C₁₆₋₁₈为主的烷基糖苷产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GB/T 8170 数据修约规则与极限数值的标示和判定

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 旋转粘度计 测定液体产品的粘度

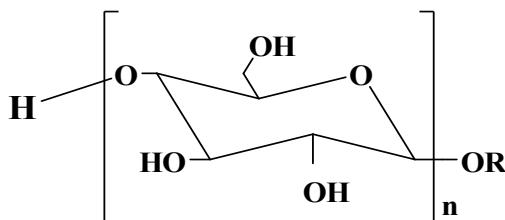
3 化妆品安全技术规范 2015 年版 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 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。交换法产品先由低碳脂肪醇(如丁醇)等和糖类化合物原料反应生成低碳糖苷，然后将低碳糖苷和高碳脂肪醇发生交换反应生成目标烷基糖苷，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为烷基链，链长C₆₋₁₈，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)。



5 技术要求

5.1 烷基糖苷的物理化学指标

烷基糖苷理化指标应符合表1的规定。

表1 烷基糖苷的指标要求

项目类型		直接法产品								交换法产品			
产品碳链分类		C ₆	C ₇	C ₈	C ₁₀	C ₀₈₋₁₀	C ₉₋₁₁	C ₀₈₋₁₄	C ₁₂₋₁₄	C ₀₈₋₁₀ (高聚)	C ₀₈₋₁₀	C ₀₈₋₁₄	C ₁₂₋₁₄
外 观 (室温, 约 25°C)		黄色至琥珀色液体, 无异常气味	黄色至琥珀色液体, 无异常气味	黄色至琥珀色液体, 无异常气味	黄色至琥珀色液体或膏体, 无异常气味	淡黄色液体, 无异常气味	黄色或琥珀色液体, 无异常气味	淡黄色液体或膏体, 无异常气味	淡黄色液体或膏体, 无异常气味	浅黄色或棕黑色, 无异常气味	淡黄色液体, 无异常气味	淡黄色液体或膏体, 无异常气味	淡黄色液体或膏体, 无异常气味
色 泽 (异丙醇水溶液)	单位及范围	Gardner	Gardner	Gardner	Gardner	Hazen	Gardner	Hazen	Hazen	Gardner	Hazen	Hazen	Hazen
		≤5.0	≤5.0	≤5.0	≤5.0	≤50	≤5.0	≤50	≤50	--	≤150	≤150	≤150
固含量/%	≥	70	58	58	48	48	48	48	48	68	48	48	48
pH 值	≥	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
硫酸化灰分/%	≤	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
游离总脂肪醇/%	≤	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
低碳烷基糖苷 ^a (以固含量计算) /%	≤	不含	不含	不含	不含	不含	不含	不含	不含	不含	10	10	10
平均聚合度 (由组成计算)	-	1.3~1.6	1.3~1.6	1.3~1.6	1.3~1.6	1.3~1.6	1.3~1.6	1.3~1.6	1.3~1.6	≥1.4	1.2~1.6	1.2~1.6	1.2~1.6
粘度, mPa·s	温度, ≥	20°C, 500	20°C, 200	20°C, 100	20°C, 1500	20°C, 200	20°C, 800	20°C, 200	40°C, 1500	25°C, 2000	20°C, 100	20°C, 200	40°C, 800

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。

5.2 化妆品用烷基糖苷

化妆品用烷基糖苷在满足4.1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	
游离总脂肪醇/%	≤	碳链平均值<10	0.6
	≤	碳链平均值≥10	0.8
菌落总数/ CFU/g或CFU/ml	≤	其他化妆品	1000
	≤	眼部化妆品、口唇化妆品、儿童化妆品	500
铅 (Pb) mg/kg	≤		10
砷 (As) mg/kg	≤		2
汞 (Hg) mg/kg	≤		1
镉 (Cd) mg/kg	≤		5

6 试验方法

除非另有说明，在分析中仅使用确认的分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。

6.1 外观、气味

感官测定样品的外观和气味。

6.2 色泽

6.2.1 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，用色度仪进行测定，得到样品的Hazen值或者Gardner值，即为产品的色泽。或用标准铂-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。

6.2.2 仪器

普通实验室仪器及以下仪器。

6.2.2.1 分光光度计，波长范围380 nm~800 nm（适用于铂-钴比色法）；

6.2.2.2 纳氏比色管，50 mL（适用于铂-钴比色法）；

6.2.2.3 色度仪，可测铂钴色度（Hazen/APHA）、Gardner色度；

6.2.2.4 比色皿，10 mm；

6.2.3 试剂

6.2.3.1 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。

6.2.3.2 1 mol/L硝酸溶液，量取65 mL硝酸，用水稀释至1 000 mL，混匀。

6.2.4 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（6.2.3.1）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（6.2.3.2），调节pH在6.8~7.0。按上述方式之一测定：

——用色度仪进行测定，将试验液倒入相应的比色皿中，用色度仪进行测定，得到Hazen值或Gardner值，即为试样的色泽；

6.4.3.1 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。

6.4.3.2 测定

首先称取20.0 g试样,称准至0.1 g,然后加68.0 g的无二氧化碳的水进行溶解,最后加入12.0 g异丙醇将其完全溶解,并将溶液温度调节到25 °C±1 °C。在上述试液中插入电极,待电位计读数稳定1 min后记录读数。

同一试样平行测定二次，并修约至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。

6.5 硫酸化灰分

6.5.1 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。

6.5.2 仪器

普通实验室仪器及以下仪器。

6.5.2.1 坩埚, 容积50 mL~100 mL的瓷坩埚;

6.5.2.2 高温炉，可控制温度在850 °C ±25 °C的范围内；

6.5.2.3 干燥器, 内装变色硅胶:

6.5.2.4 坩埚钳:

6, 5, 2, 5 调温电炉, 1 kw~2 kw。

6.5.3 试剂

硫酸。

6.5.4 试验步骤

6.5.4.1 试验份

将坩埚(6.5.2.1)放在850℃±25℃的高温炉(6.5.2.2)内加热30 min, 取出, 在空气中冷却1 min~2 min, 移入干燥器(6.5.2.3)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0.1 g)。

6.5.4.2 炭化

将称好的试验份放到调温电炉（6.5.2.5）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（6.5.3），使炭化物湿润，在电炉上继续加热至不再有白烟冒出。

6.5.4.3 灼燒

将驱赶完硫酸的试验份移入850 °C±25 °C的高温炉中, 灼烧3 h, 取出, 在空气中冷却1 min~2 min后, 移入干燥器中冷却45min, 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。

6.5.5 结果计算

灼烧后残留硫酸化灰分含量 (C), 以质量分数表示, 按公式 (2) 计算:

式中：

C ——硫酸化灰分含量，%；

m_2 ——坩埚内残留物的质量，单位为克(g)；

m_0 ——试验份质量，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10%，以大于10%的情况不超过5%为前提。

6.6 游离总脂肪醇

按附录A测定。

6.7 低碳烷基糖苷

按附录B测定。

6.8 烷基糖苷平均聚合度

按附录B测定。

6.9 黏度

按GB/T 15357测定。

6.10 菌落总数

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)规定测定。

6.11 铅

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)规定测定。

6.12 砷

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)规定测定。

6.13 汞

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)规定测定。

6.14 镉

按《化妆品安全技术规范》(2015年版)规定测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 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。

7.1.2 型式检验

有如下情况时应进行型式检验：

- a) 正常生产应每年按照第4章表1、表2全部技术指标要求进行一次型式检验；
- b) 正常生产应每三个月按照第4章表1规定的全部技术指标要求进行一次型式检验；
- c) 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，按照第4章全部技术指标要求进行一次型式检验；
- d) 长期停产后再恢复生产时，按照第4章全部技术指标要求进行一次型式检验；
- e) 出厂检验结果与上次的型式检验有较大差异时；
- f) 质量监督机构、使用单位提出型式检验要求时。

7.2 组批与抽样原则

7.2.1 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。

7.2.2 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。

7.2.3 取样

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1) 产品在长时间存放后，底部会有少量沉淀；2) 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品桶中的样品混合均匀，必要时加热（不超过45℃），在保证混合均匀的前提下可取样。

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它取样器皿，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。

7.3 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。

7.4 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7.2.3取样。取样总量不得少于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，保存期一个月。仲裁检验结果为最后依据。

8 标志、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标志

包装桶外壁标志（图案及文字）应清晰端正，并标明：

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

8.2 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。

8.3 运输

装运过程中应封口向上，防止日晒雨淋。

8.4 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。

8.5 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 中规定的三级水。

A. 2. 1 脂肪醇色谱标样: C₆OH、C₇OH、C₈OH、C₉OH、C₁₀OH、C₁₁OH、C₁₂OH、C₁₄OH、C₁₆OH、C₁₈OH等, 各试剂均为色谱纯;

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 °C ± 2 °C下干燥2 h;

A. 2. 5 石油醚, 沸程30 °C ~ 60 °C;

A. 2. 6 含二氯甲烷的石油醚溶液, 在100 mL沸程为30 °C ~ 60 °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

A. 3. 1 气相色谱仪, 具有氢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: 长30 m, 内径0. 32 mm, (5% 苯基) 甲基聚硅氧烷毛细管柱或其他分离效果相当的毛细管柱, 使用前按照色谱柱要求进行老化;

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, 直径Φ18 mm, 柱长400 mm, 下端装有适量玻璃棉;

A. 4 气相色谱条件

以下为A. 3. 1 推荐使用的色谱柱适宜使用条件, 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 (N₂) 流速: 25 mL/min;

A. 4. 2 氢气流速: 30 mL/min;

A. 4. 3 空气流速: 300 mL/min;

A. 4. 4 注射口温度: 280 °C;

A. 4. 5 检测器温度: 280 °C;

A. 4. 6 柱温箱温度: 初始温度80 °C, 停留时间2 min, 升温速率15 °C/min, 最终温度260 °C, 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）内标物和其它脂肪醇标样（A. 2.1）各约0.2 g（称准至0.001 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公式(A.1)计算:

式中：

$f_{s,i}$ ——碳链长度为*i*的脂肪醇对内标物正十一醇的校正因子；

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)。

其它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0.001 g) (APG911除外, APG911用内标物正辛醇替换), 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, 然后吸取1 uL溶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(w_i),以质量分数表示,按式(A.2)计算:

式中：

w_i ——碳链长度为*i*的脂肪醇含量, %;

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:

式中：

X_i ——碳链长度为*i*的脂肪醇的质量分数, %。

游离总脂肪醇含量的有效数字保留至小数点后一位。

精度: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 ≥ 6 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 气相色谱法原理

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中规定的三级水。

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下，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）；

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

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：高温毛细管柱，长30 m，内径0. 25 mm，采用（5%-苯基）-甲基聚硅氧烷作为固定相，使用前按照色谱柱要求进行老化；或温度范围适宜、分离效果相当的其他填充柱或填充柱。

B. 3. 3 色谱数据处理系统；

B. 3. 4 微量注射器，5 μ L或10 μ L；

B. 3. 5 容量瓶，5 mL、10 mL；

B. 3. 6 移液管，1 mL；

B. 3. 7 具塞试管，1 mL。

B. 4 色谱分析条件

以下为B. 3. 2 推荐使用的色谱柱适宜使用条件，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 °C;

B. 4. 2 柱温箱: 初始温度80 °C, 停留时间2.0 min, 升温速率10.0 °C/min, 最终温度340 °C, 停留时间15 min;

B. 4.3 载气流量: 25 mL/min;

B. 4.4 氢气流量: 30 mL/min;

B. 4.5 空气流量: 300 mL/min;

B. 4.6 检测器温度: 350 °C。

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0.001 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或离心机离心1 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公式 (B.1) 计算:

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——低碳烷基糖昔的质量(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) m_s (约0.2 g, 称准至0.001 g), 用三氯甲烷 (B. 2.1) 溶解, 将溶液转移入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 °C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m(约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)，待固体试验份完全溶解后，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 °C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.)0.2mL,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 w_i ,以质量分数表示,按式(B.2)计算。

$$w_i = \frac{m_s \times A_i \times f_{s,i}}{3 \times A_s \times m} \times 100\% \quad (B.2)$$

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 ——B.6.1中称取内标物的质量,单位为克(g);

A_s ——内标物正二十二烷的色谱峰面积;

m ——B.6.2中称取的干燥后试样的质量,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

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

$$w_k = \frac{A_j}{\sum A} \times 100\% \quad (B.3)$$

式中:

w_k ——各种长链烷基糖苷的含量,%;

A_j ——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)。

其它烷基糖苷含量计算方法同上。

烷基糖苷平均聚合度(W_{kp}),按公式(B.4)计算

$$W_{kp} = w_{k1} + 2 \times w_{k2} + 3 \times w_{k3} + 4 \times w_{k4} + 5 \times w_{k5} \dots \quad (B.4)$$

式中:

w_{kp} ——烷基糖苷平均聚合度;

w_{k1} ——烷基单糖苷的质量分数,%;

w_{k2} ——烷基二糖苷的质量分数,%;

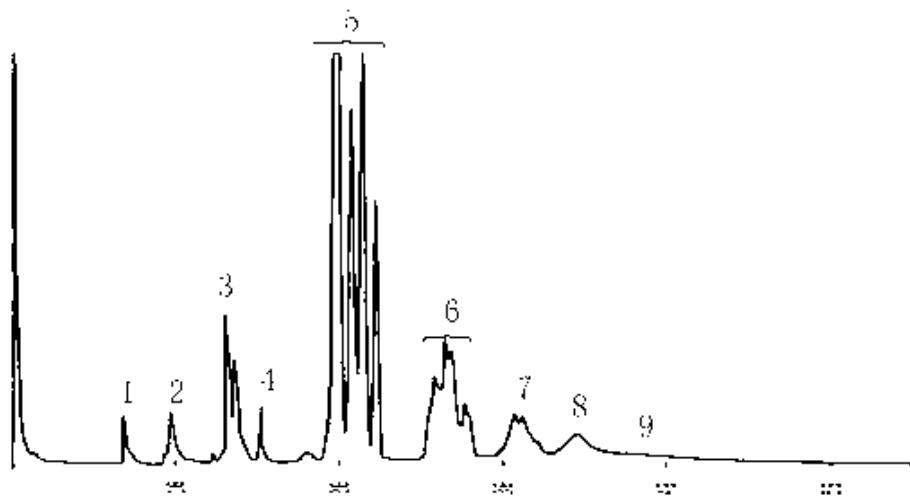
w_{k3} ——烷基三糖苷的质量分数, %;

w_{k4} ——烷基四糖苷的质量分数, %;

w_{k5} ——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。



标引序号说明:

- 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)