



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 19464—2004

---

## 烷基糖苷

Alkylpolyglycosides

2004-03-15 发布

2004-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

GB/T 19464—2004

## 前 言

本标准规定的烷基糖苷产品是由葡萄糖和脂肪醇经各种工艺生产的产品。

本标准确定产品技术要求时参考了国外公司、国内公司同类产品的质量规格。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

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洗涤用品标准化中心归口。

本标准起草单位：中国日用化学工业研究院、中国石化集团金陵石化研究院。

本标准主要起草人：冯瑜、周玉成、周卯星、霍书文。

本标准于 2004 年 3 月 15 日首次发布。

# 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、贮存要求。

本标准适用于由葡萄糖和脂肪醇经直接法和糖苷交换法生产的烷基糖苷工业产品,任何复配型产品或用作乳化剂的 C<sub>16-18</sub> 为主的烷基糖苷不适用于本标准。

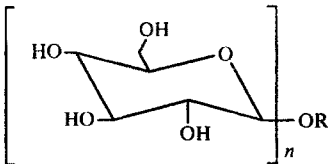
## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位—铂-钴色号)
- GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法(neq ISO 4316:1977)
- GB/T 8170 数值修约规则
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 15818 阴离子和非离子表面活性剂 生物降解度试验方法(eqv JIS K 3363:1990)
- 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(neq ISO 6388:1989)

## 3 产品结构通式

烷基糖苷,其分子通式如下(R 为 C<sub>8-18</sub>, n=1~8)



## 4 技术要求

### 4.1 外观和气味

无色至淡黄色液体或乳白色膏体,无异常气味。

### 4.2 生物降解性

烷基糖苷的初级生物降解率在 7 天后不低于 90%。

### 4.3 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。

GB/T 19464—2004

表 1 烷基糖苷的物理化学指标

| 项 目   |                    | 指 标              |                  |              |
|---|--------------------|------------------|------------------|--------------|
|   |                    | 一级品              | 二级品              | 三级品          |
| 外观  |                    | 无色至淡黄色粘稠液体或乳白色膏体 | 无色至淡黄色粘稠液体或乳白色膏体 | 黄色粘稠液体或乳白色膏体 |
| 色泽(异丙醇水溶液)/Hazen                              | ≤                  | 50               | 100              | 250          |
| 固形物含量(质量分数)/%                                 | ≥                  | 50               |                  |              |
| pH(10%水溶液)                                    |                    | 11.5~12.5        |                  |              |
| 游离脂肪醇含量(质量分数)/%                               | ≤                  | 1.0              |                  | 1.5          |
| 无机盐含量(质量分数)/%                                 | ≤                  | 4.0              |                  |              |
| 低碳烷基糖苷含量 <sup>a</sup><br>(以固形物计算)<br>(质量分数)/% | 直接法产品              | ≤                | 0.5              |              |
|   | 糖苷交换法产品            | ≤                | 5                | 10           |
| 平均聚合度(由组成计算)(质量分数)/%                          |                    | 1.2~1.8          |                  |              |
| 粘度(20℃)/mPa·s                                 | C <sub>8~10</sub>  | ≥                | 100              |              |
|   | C <sub>12~14</sub> | ≥                | 3 000            |              |
|   | C <sub>8~14</sub>  | ≥                | 1 000            |              |
| <sup>a</sup> 指在交换法生产过程中形成的丁基糖苷、丙基糖苷等。         |                    |                  |                  |              |

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蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

5.1 外观、气味

感官测定样品的外观和气味。

5.2 生物降解度测定

按 GB/T 15818 测定。

5.3 色泽测定

5.3.1 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 值为 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。

5.3.2 仪器

普通实验室仪器和

- a) 分光光度计,波长范围 380 nm~800 nm;
- b) 纳氏比色管,50 mL。

5.3.3 试剂

- a) 异丙醇(HG/T 2892),(40+60)水溶液;
- b) 硝酸溶液,约 1 mol/L,量取硝酸(GB/T 626)65 mL,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.3.4 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。

5.3.5 试验溶液的制备

称取相当于固形物 15 g 的试样(称准至 0.1 g),加入适量的异丙醇水溶液(5.3.3a),搅拌使其溶解,配成含固形物约 20%的溶液。将 pH 电极插入试验液中,搅拌下逐滴加入硝酸溶液(5.3.3b),调节 pH 在 6.8~7.0。取该试验液 50 mL 于比色管(5.3.2b)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。

5.4 固形物含量测定

5.4.1 原理

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

5.4.2 仪器

普通实验室仪器和

- a) 玻璃干燥器,φ240 mm,内装变色硅胶;
- b) 称量瓶,φ50 mm×30 mm,带盖;
- c) 烘箱,可控制温度在(105±2)℃的范围内。

5.4.3 试验步骤

于已恒重的称量瓶(5.4.2b)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±2)℃的烘箱中干燥 4 h,取出,置于干燥器(5.4.2a)中冷却 30 min,加盖称量(称准至 0.001 g)。

5.4.4 结果计算

固形物含量以质量分数  $w(S)$  表示,按公式(1)计算。

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

式中:

- $m_1$ ——残留固体物的质量,g;
- $m_0$ ——试验份质量,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。

5.5 pH 测定

按 GB/T 6368 的规定,配置 10%试样的水溶液于 25℃时测定 pH。

结果以算术平均值表示至小数点后一位。

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 0.1 pH 单位,以大于 0.1 pH 单位的情况不超过 5%为前提。

5.6 无机盐测定

5.6.1 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。

5.6.2 仪器

普通实验室仪器和

- a) 高温炉,可控制温度在(850±25)℃的范围内;
- b) 坩埚,容积 50 mL~100 mL 的瓷坩埚、石英坩埚或铂坩埚;
- c) 干燥器,内装变色硅胶;
- d) 坩埚钳;
- e) 调温电炉,1 kW~2 kW。

5.6.3 试剂

硫酸(GB/T 625)。

5.6.4 试验步骤

5.6.4.1 试验份的制备

将坩埚(5.6.2b)放在(850±25)℃的高温炉(5.6.2a)内加热 30 min,取出,在空气中冷却 1 min~2 min,移入干燥器(5.6.2c)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)。

## GB/T 19464—2004

## 5.6.4.2 炭化

将称好的试验份(5.6.4.1)放到调温电炉(5.6.2e)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,滴加硫酸(5.6.3)2.0 mL,使炭化物湿润,在电炉上继续加热至不再有白烟冒出。

## 5.6.4.3 灼烧

将驱赶完硫酸的试验份(5.6.4.2)移入 $(850 \pm 25)^\circ\text{C}$ 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。

## 5.6.5 结果计算

灼烧后残留无机盐含量以质量分数 $w(\text{C})$ 表示,按公式(2)计算。

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

式中:

$m_1$ ——坩埚内残留物的质量,g;

$m_0$ ——试验份质量,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。

## 5.7 游离脂肪醇含量测定——气相色谱法

按附录A测定。

## 5.8 低碳糖苷含量测定——气相色谱法

按附录B测定。

## 5.9 烷基糖苷平均聚合度测定——气相色谱法

按附录B测定。

## 5.10 粘度

按GB/T 15357测定。

## 6 检验规则

## 6.1 检验分类

## 6.1.1 出厂检验

第4章技术要求中规定的外观、气味、色泽、总固形物、pH、游离脂肪醇为出厂检验项目。生产厂应保证所有出厂的烷基糖苷产品符合本标准的全部技术要求。

## 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,有如下情况时必须进行型式检验。

- 正常生产应每三个月进行一次型式检验;
- 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;
- 长期停产后再恢复生产时;
- 出厂检验结果与上次的型式检验有较大差异时;
- 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 取样验收。

6.2.3 取样

由批量大小,按表 2 确定样本大小,从批中随机抽取样桶。

表 2 批量和样本大小

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

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,因此在取样前应该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。

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 1.5 kg。将所取样品分成二份,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。取样总量应不少于 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、运输和贮存

7.1 标志

包装桶外壁应该用一定方式进行标志,图案及文字应清晰端正,标明:

- a) 产品名称、商标、规格等级、采用标准号;
- b) 生产日期或批号、保质期;
- c) 生产者名称、地址和邮政编码;
- d) 净含量、毛重;
- e) 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,避免雨水和曝晒。

7.5 保质期

在规定的运输和包装贮存条件下,在包装完整未经启封的情况下,从生产之日起保质期不低于 1 年。

GB/T 19464—2004

附 录 A  
(规范性附录)

游离脂肪醇含量测定 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份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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

A.2.1 无水乙醇(GB/T 678)。

A.2.2 二氯甲烷(GB/T 16983)。

A.2.3 含7%二氯甲烷的石油醚溶液,在100 mL 沸程为30℃~60℃的石油醚(GB/T 15894)中,加入7 mL 二氯甲烷(A.2.2),混匀。

A.2.4 硅藻土,6201担体,0.180 mm~0.150 mm,使用前在(105±2)℃下干燥2 h。

A.2.5 脂肪醇色谱标样: $C_8$ OH、 $C_{10}$ OH、 $C_{11}$ OH、 $C_{12}$ OH、 $C_{14}$ OH、 $C_{16}$ OH、 $C_{18}$ OH等,各试剂均为色谱纯。

A.2.6 载气:氮气,纯度99.99%。

A.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。

### A.3 仪器

常用实验室仪器和

#### 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。

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0.15 mm~0.125 mm,涂以2%的OV-101固定液,使用前老化5 h~10 h。

A.3.2 微量注射器,5  $\mu$ L 或 10  $\mu$ L。

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 mm,柱长400 mm。

A.3.6 超级恒温水浴。

### A.4 色谱分析条件

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 相对质量校正因子测定

准确称取正十一醇(A.2.5)内标物和其他脂肪醇标样(A.2.5)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公式(A. 1)计算。

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

式中:

$A_s$ ——内标物的色谱峰面积;

$m_s$ ——内标物的质量,g;

$A_i$ —— $i$  组分的色谱峰面积;

$m_i$ —— $i$  组分的质量,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(A2.5)0.1 g(称准至 0.000 2 g),用少量无水乙醇(A2.1)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(A. 6) 0.5 mL和无水乙醇 0.5 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 7%二氯甲烷的石油醚(A. 2. 3)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,按公式(A. 2)计算。

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

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,g;

$A_s$ ——内标物正十一醇的色谱峰面积;

$m$ ——试验份的质量,g。

总脂肪醇含量为各种碳链脂肪醇含量之和,以质量分数  $w(X)$  表示,按公式(A. 3)计算。

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

式中:

$w(X_i)$ ——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,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)

### 烷基糖苷组成的测定 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。

##### B.1.2 组成分析方法-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百分含量，据此计算产品的聚合度。

#### 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

B.2.1 三氯甲烷(GB/T 682)；

B.2.2 吡啶(GB/T 689)，应在使用前加入干燥好的分子筛(550℃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—1994)；

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

常用实验室仪器和

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 0.180 mm~0.150 mm，涂以 3% 的 Dexil-300 固定液，使用前老化 5 h~10 h。

B.3.3 记录仪或打印机；

B.3.4 积分仪、色谱数据处理机或配有色谱数据处理软件的计算机；

B.3.5 微量注射器：5  $\mu$ L 或 10  $\mu$ 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

B.4.1 注射口温度:350℃;

B.4.2 柱温箱温度: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),用吡啶(B.2.2)5 mL 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公式(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,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),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,此溶液每毫升含内标物正二十二烷 0.04 g。

### B.6.2 试样的制备

#### B.6.2.1 液体试样

称取充分混匀后的试样约 2 g,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),待固体试验份完全溶解后,用吡啶稀释至刻度。此溶液每毫升含试样约 0.2 g。

#### B.6.2.2 膏体试样

在取样前必须将试样置于水浴上或约 50℃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、

GB/T 19464—2004

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。

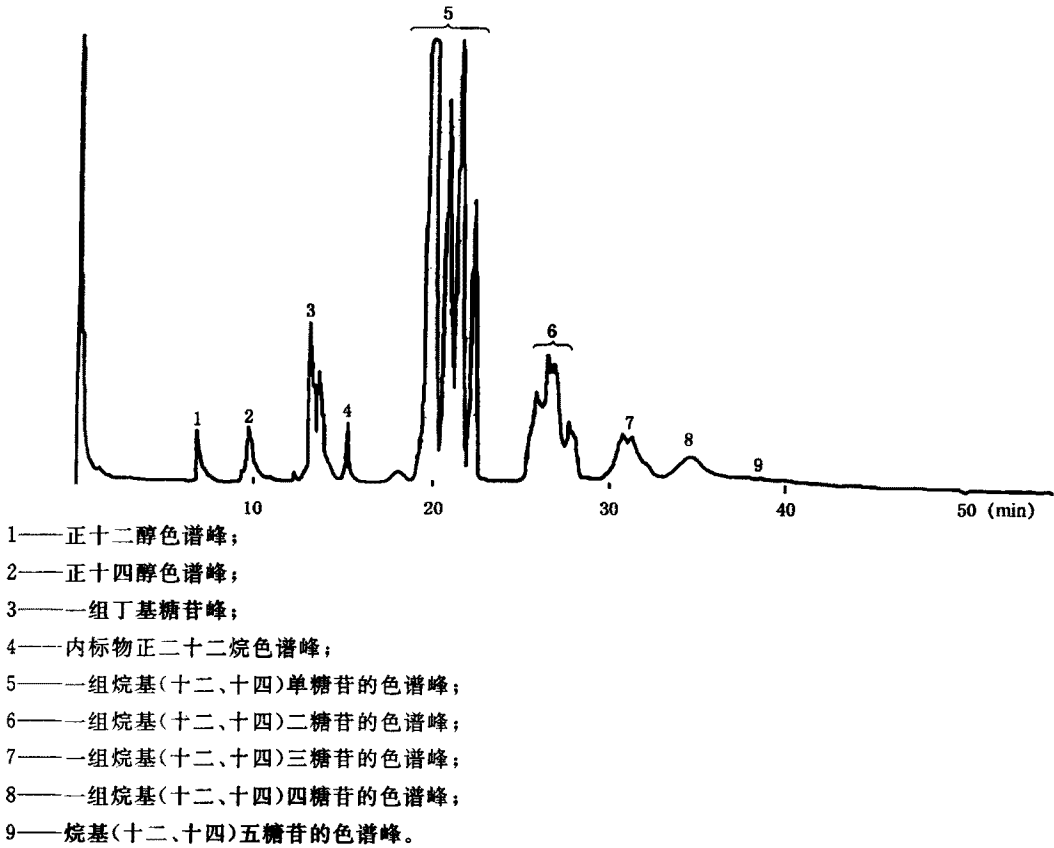


图 B. 1 十二、十四烷基糖苷气相色谱图(两步法产品)

B. 8 结果计算

B. 8. 1 低碳烷基糖苷(如丁基糖苷)含量

本标准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  $w(X_i)$  表示,按公式(B. 2)计算。

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

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,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, 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  $D$ , 以质量分数表示, 以单糖苷为例, 按公式(B.3)计算。

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

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  $D_p$  按公式(B.4)计算:

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

式中:

$D_1$ ——烷基单糖苷的质量分数, %;

$D_2$ ——烷基二糖苷的质量分数, %;

$D_3$ ——烷基三糖苷的质量分数, %;

$D_4$ ——烷基四糖苷的质量分数, %;

$D_5$ ——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。

---