

ICS 71.100.40
G 73



中华人民共和国国家标准

GB/T 19464—2014
代替 GB/T 19464—2004

GB/T 19464—2014

烷基糖苷

Alkylpolyglycosides

中华人民共和国
国家标准
烷基糖苷
GB/T 19464—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

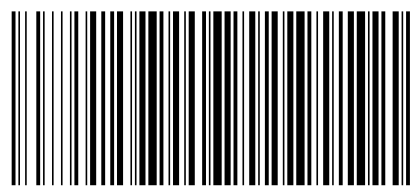
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 30 千字
2015年3月第一版 2015年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51155 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 19464—2014

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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。

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

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,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。

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。

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;

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

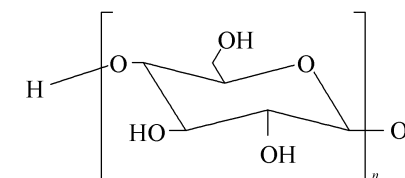
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- 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。