

ICS 71.100.70
CCS Y 42

团 体 标 准

T/FDSA 0122-2026

化妆品用原料 羧甲基脱乙酰壳多糖
Cosmetic ingredients carboxymethyl chitosan

2026-2-6 发布

2026-3-8 实施

中国食品药品企业质量安全促进会 发布

T/FDSA 0122-2026

目 次

前言	II
1、范围	1
2、规范性引用文件	1
3、术语和定义	1
4、技术要求	2
5、试验方法	4
6、标识	5
7、包装、运输和贮存	6
附录 A (资料性附录) 羧甲基脱乙酰壳多糖参考红外光谱图	7
附录 B (规范性附录) 羧甲基脱乙酰壳多糖脱乙酰度和取代度测定	8
附录 C (规范性附录) 等电点的测定	10
附录 D (规范性附录) 羧甲基脱乙酰壳多糖含量测定	11
附录 E (规范性附录) 蛋白质含量测定	12
附录 F (规范性附录) 乙醇残留量测定(气相色谱法)	14
参考文献	15

前 言

制定背景:

羧甲基脱乙酰壳多糖(CMC)是性能优异的壳聚糖衍生物,兼具亲水、带正电、成膜与保水等多重特性,在皮肤修复、屏障支持、保湿及抗衰领域应用前景广阔,其功效已获得大量科学研究证实。当前,我国已有医用标准《YY/T 0953—2020 医用羧甲基壳聚糖》。但该标准主要服务于医疗器械领域,其应用场景与化妆品行业存在显著差异,导致其无法满足化妆品行业的实际需求,具体体现在:应用场景不匹配:医用产品配方简单、对外观肤感要求不高;而现代化妆品配方日益复杂,普遍为多活性物复配的弱酸性($\text{pH} < 6.0$)体系,对原料的配伍性、稳定性要求极高。关键指标缺失:医用标准未对化妆品应用中至关重要的“酸性环境下的溶液透明度”、“配方相容性”及“批次间一致性”等关键性能指标进行规定。行业发展受阻:由于缺乏统一的化妆品级标准,市场上原料质量良莠不齐。研发人员在后期才发现原料与配方体系不兼容,不仅造成研发资源与时间的巨大浪费,延缓产品上市,更打击了市场对该原料的应用信心,阻碍了整个产业链的健康发展。

因此,为规范市场、引导产业升级、填补标准空白,制定专门针对化妆品应用的羧甲基脱乙酰壳多糖原料标准,已刻不容缓。制定本标准,旨在明确化妆品用羧甲基脱乙酰壳多糖质量标准,以统一的团体标准替代零散的企业标准,为上下游企业提供清晰的质量依据,降低沟通成本与应用风险,促进产业健康发展。

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》的规定起草。

注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由上海春露生物化学有限公司提出。

本文件由中国食品药品企业质量安全促进会归口。

本标准主要起草单位:上海春露生物化学有限公司、上海中翊日化有限公司、水羊化妆品制造有限公司、上海大学、云南贝泰妮生物科技集团股份有限公司、广州樊文花化妆品有限公司、广州丸美生物技术股份有限公司、诺斯贝尔化妆品股份有限公司、彼汝小室生物科技(上海)有限公司、南京古田化工有限公司、广州市科昂贸易有限公司、上海云初生物科技有限公司、四川中医药高等专科学校、北京国妆科创科学技术院有限公司、江南大学、无锡市检验检测认证研究院、无锡戴可思生物科技有限公司、无锡市药品安全检验检测中心、江苏知原药业股份有限公司、无锡知妍生物科技有限公司。

本标准主要起草人:徐宇帆、何燕、朱益锐、徐超、张廷志、钱景茹、张娟、牛莉莉、苏温柔、方锦权、孙云起、邱晓锋、范蔚然、薛仪芬、胡俊杰、黄蓉、阎凌翔、宋子欣、杨井国、王琴、张晓军、臧珉、黄晓燕、谢宏伟、田志会、蔡蓓蕾、王跃。

T/FDSA 0122-2026

化妆品用原料 羧甲基脱乙酰壳多糖

1 范围

本标准规定了化妆品用羧甲基脱乙酰壳多糖的原料、试验方法、检验规则、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于以壳聚糖或甲壳素为原料制成的化妆品原料，应用于化妆品用羧甲基脱乙酰壳多糖（一种黏多糖类物质）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，仅所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。

国家食品药品监督管理总局《化妆品安全技术规范（2015年版）》

国家药典委员会《中华人民共和国药典（2025年版）》

国务院令727号《化妆品监督管理条例》

GB/T 191-2025 包装储运图示标志。

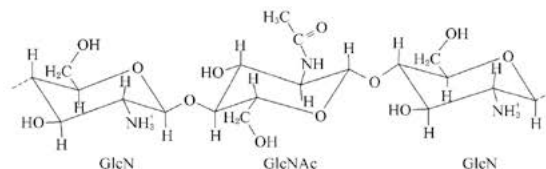
国家市场监督管理总局令70号 定量包装商品计量监督管理办法。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 壳聚糖 chitosan

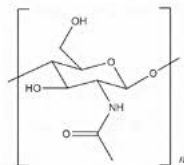
由2-氨基-2-脱氧-D-吡喃葡萄糖(GlcN)和2-乙酰氨基-2-脱氧-D-吡喃葡萄糖(GlcNAc)通过 $\beta(1\rightarrow4)$ 连接而成的线性聚多糖。其结构式为：



3.2 甲壳素 chitin

又名几丁质、甲壳质。

化学名称： $\beta(1,4)$ -2-乙酰氨基-2-脱氧-D-吡喃葡萄糖，为自然界的一种半透明而坚硬的材料，是真菌的细胞壁和节肢动物的外骨骼里的主要组成部分。



3.3 羧甲基甲壳素 carboxymethylchitin

甲壳素的羟基上的氢被羧甲基取代后的产物。

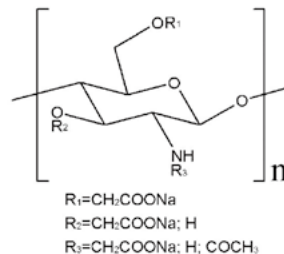
3.4 羧甲基脱乙酰壳多糖 carboxymethylchitosan

为羧甲基甲壳素脱乙酰化后或壳聚糖的6-羟基氢被羧甲基取代后的部分羧甲基化的脱乙酰壳多糖钠盐。

CAS 号：83512-85-0

T/FDSA 0122-2026

结构式^[1,2,3]：



4 技术要求

4.1 外观

羧甲基脱乙酰壳多糖应为淡黄色或黄色固体，无肉眼可见异物。

4.2 鉴别

羧甲基脱乙酰壳多糖的傅里叶变换红外光谱(FT-IR)，在 $3250\text{ cm}^{-1}\sim 3450\text{ cm}^{-1}$ (宽峰)、 $2910\text{ cm}^{-1}\sim 2950\text{ cm}^{-1}$ 、 1600 cm^{-1} (或 1654 cm^{-1} 和 1550 cm^{-1})、 1380 cm^{-1} (或 1410 cm^{-1} 和 1323 cm^{-1})有羧甲基脱乙酰壳多糖特征吸收峰。除了 $3250\text{ cm}^{-1}\sim 3450\text{ cm}^{-1}$ 和 $2910\text{ cm}^{-1}\sim 2950\text{ cm}^{-1}$ 波数处的吸收峰外，其他特征吸收峰实测值的波数误差应小于规定值的 0.5%。

注：羧甲基脱乙酰壳多糖参考红外图谱参见附录 A。

4.3 取代度(羧化度)

羧甲基脱乙酰壳多糖的取代度应大于 80%。

4.4 脱乙酰度

羧甲基脱乙酰壳多糖的脱乙酰度应大于 40%。

4.5 等电点

羧甲基脱乙酰壳多糖的等电点应在 2.0-3.2 之间。

4.6 干燥失重

羧甲基脱乙酰壳多糖的干燥失重应不大于 15% (质量分数)。

4.7 pH值

羧甲基脱乙酰壳多糖溶液的 pH 值应在 6.0~8.0 之间。

4.8 粘度

羧甲基脱乙酰壳多糖溶液的粘度应符合标示值。

4.9 透光率

羧甲基脱乙酰壳多糖溶液调 pH 4.0，在波长 660 nm 处透光率均应不小于 98.0%。

4.10 紫外吸光度

T/FDSA 0122-2026

羧甲基脱乙酰壳多糖溶液调 pH 4.0, 在 260 nm 和 280 nm 波长处的吸光度均不大于 0.1。

4.11 羧甲基脱乙酰壳多糖含量

羧甲基脱乙酰壳多糖含量应不小于 85% (质量分数)。

4.12 蛋白质含量

羧甲基脱乙酰壳多糖蛋白质含量应不大于 0.2% (质量分数)。

4.13 重金属和微量元素

4.13.1 羧甲基脱乙酰壳多糖铅含量应不大于 10 $\mu\text{g/g}$ 。

4.13.2 总砷含量不大于 2 $\mu\text{g/g}$, 汞含量不大于 1 $\mu\text{g/g}$, 镉含量不大于 5 $\mu\text{g/g}$ 。

4.14 不溶物

羧甲基脱乙酰壳多糖中不溶物应不大于 0.1% (质量分数,以干燥品计)。

4.15 残留物

羧甲基脱乙酰壳多糖中乙醇残留量应不大于 0.5% (质量分数)。

4.16 微生物限度

菌落总数应小于 100 CFU/g,霉菌和酵母菌菌落数应小于 10 CFU/g。不得检出金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌和大肠埃希菌。

5 试验方法

5.1 外观

目视观察,应符合 4.1 规定。

5.2 鉴别

按照《中华人民共和国药典(2025年版 四部)》0402 红外分光光度法测定,应符合 4.2 规定。

注:羧甲基脱乙酰壳多糖,采用 KBr 压片法制样。

5.3 取代度(羧化度)

按照附录 B 规定的方法测定,应符合 4.3 规定。

5.4 脱乙酰度

按照附录 B 规定的方法测定,应符合 4.4 规定。

5.5 等电点

按照附录 C 规定的方法测定,应符合 4.5 规定。

5.6 干燥失重

按照《中华人民共和国药典(2025年版)四部》0831 干燥失重测定法测定,应符合 4.6 的规定。

5.7 pH值

T/FDSA 0122-2026

羧甲基脱乙酰壳多糖以新沸并放冷至室温的纯化水配制成 10 mg/mL 的溶液,按《化妆品安全技术规范(2015年版)》第四章 1.1 pH 值测定法测定,应符合 4.7 规定。

5.8 粘度

羧甲基脱乙酰壳多糖用纯化水配制成 10 mg/mL 的溶液,按《中华人民共和国药典(2025年版 四部)》0633 黏度测定法第三法测定,用 Brookfield DV-S 粘度计或等效仪器,1#转子(或 61 号转子),转速:60 转,测试温度 $20^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$,应符合 4.8 规定。

5.9 透光率

取羧甲基脱乙酰壳多糖用纯化水配制成 1 mg/mL 的溶液,用 0.1 mol/L 盐酸调至 pH4.0,以纯化水作为空白对照,按《中华人民共和国药典(2025年版 四部)》0401 紫外-可见分光光度法测定,应符合 4.9 规定。

5.10 紫外吸光度

用纯化水配制成含羧甲基脱乙酰壳多糖 1 mg/mL 的溶液,用 0.1 mol/L 盐酸调至 pH4.0,以纯化水作为空白对照,按照《中华人民共和国药典(2025年版 四部)》0401 紫外-可见分光光度法测定,测定的吸收值应符合 4.10 规定。

5.11 羧甲基脱乙酰壳多糖含量

按照附录 D 的方法测定,应符合 4.11 规定。

5.12 蛋白质含量

按附录 E 的方法测定,应符合 4.12 规定。

5.13 重金属和微量元素

5.13.1 重金属铅按《化妆品安全技术规范(2015年版)》第四章 1.3 第二法测定,应符合 4.13.1 规定。

5.13.2 砷按《化妆品安全技术规范(2015年版)》第四章 1.4 第一法测定;汞按《化妆品安全技术规范(2015年版)》第四章 1.2 第一法测定;镉按《化妆品安全技术规范(2015年版)》第四章 1.5 测定,都应符合 4.13.2 规定。

5.14 不溶物

称取羧甲基脱乙酰壳多糖 1.0 g(按干燥品计算),溶解于 100 mL 纯化水中,搅拌至完全溶解,将溶液转移至 1 L 烧杯中,加水 900 mL,加热至微沸保持 0.5 h,加热过程中盖住烧杯口。用恒重的砂芯漏斗(3 号)过滤,用水洗涤残留物,并在 $100^{\circ}\text{C}\sim 105^{\circ}\text{C}$ 电热鼓风干燥箱中干燥至恒重。应符合 4.14 规定。

5.15 残留物测定

乙醇残留量测定按照附录 F 的方法测定,应符合 4.15 规定。

5.16 微生物限度

菌落总数按《化妆品安全技术规范(2015年版)》第五章 2 测定;霉菌和酵母菌菌落数按《化妆品安全技术规范(2015年版)》第五章 6 测定;大肠埃希菌、铜绿假单胞菌和金黄色葡萄球菌按《化妆品安全技术规范(2015年版)》第五章 3、4、5 测定;应符合 4.16 规定。

T/FDSA 0122-2026

6 标识

6.1 大包装和小包装上应至少有下列标识:

- A) 产品名称;
- B) 生产企业名称;
- C) 规格;
- D) 生产批号或日期;
- E) 保质期或失效日期;
- F) 贮存条件。

6.2 储运标志

应符合 GB/T191-2025 中的规定。

7 包装、运输和贮存

产品的包装、运输和贮存应符合《化妆品安全技术规范（2015 年版）》第一章 3 化妆品安全通用要求的规定。

T/FDSA 0122-2026

附录 A
(资料性附录)
羧甲基脱乙酰壳多糖参考红外光谱图

羧甲基脱乙酰壳多糖参考红外光谱图 A.1

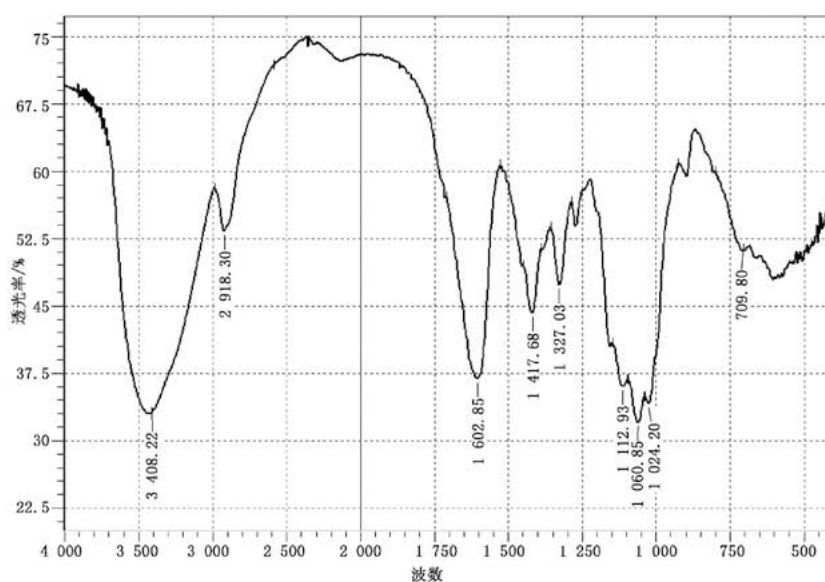


图 A.1 羧甲基脱乙酰壳多糖参考红外光谱图

红外图谱解析如下:

A) 1603 cm^{-1} 左右和 1418 cm^{-1} 左右的吸收峰分别为羧基的不对称和对称伸缩振动吸收峰, 表明羧基的存在;

B) 1061 cm^{-1} 左右的吸收峰为伯醇所生成的醚键 (C—O) 的伸缩振动吸收峰, 表明羧甲基化反应主要发生在 C6 位置;

C) 2918 cm^{-1} 左右和 1327 cm^{-1} 左右的吸收峰分别为 C—H 键的伸缩振动和弯曲振动吸收峰;

D) 3408 cm^{-1} 左右的强宽吸收峰为 O—H 和 N—H 的伸缩振动吸收峰。

T/FDSA 0122-2026

附录 B
(规范性附录)

羧甲基脱乙酰壳多糖脱乙酰度和取代度测定

B.1 原理

取代度为试样中羧甲基的总摩尔数占试样中总的氨基糖单元摩尔数的百分数，脱乙酰度为试样中脱乙酰基的氨基糖单元摩尔数占试样中总的氨基糖单元摩尔数的百分数。

将试样溶于盐酸溶液，用氢氧化钠标准溶液将已知量的酸式羧甲基脱乙酰壳多糖重新滴定成钠盐，滴定曲线中先后出现第一拐点（过剩盐酸滴定终点），第二拐点（羧基滴定终点），第三拐点（氨基滴定终点），可测得试样中羧基和氨基的含量，从而计算出羧甲基脱乙酰壳多糖的取代度和脱乙酰度。

B.2 设备与试剂

分析天平、滴定仪（或碱式滴定管、酸度计和恒温磁力搅拌器）、盐酸（分析纯及以上）和氢氧化钠滴定液。

B.3 实验步骤

取 0.2 g 羧甲基脱乙酰壳多糖，精密称定，加入 20 ml 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解 1 小时，加水 60 mL，用 0.1 mol/L 氢氧化钠滴定液滴定，记录滴定液消耗的体积与 pH 值。以滴定液消耗的体积为横坐标，溶液的 pH 值为纵坐标作图，得到所测样品的 pH 滴定曲线，或者以滴定液消耗的体积为横坐标， $\Delta \text{pH}/\Delta V_{\text{NaOH}}$ 为纵坐标作图，得到一阶微商曲线。

注 1：可根据具体情况调整样品的取样量、盐酸溶液浓度和体积。

注 2：如果在曲线上无法确定突跃点，可通过观察原始滴定数据的变化值并结合 pH 值范围来确定。

B.4 计算

羧甲基脱乙酰壳多糖取代度和脱乙酰度分别按式(B.1)和式(B.2)计算。

$$\omega_{DS} = \frac{203 \times \Delta V_1 \times c_1}{m \times (1 - \omega_0) - 80 \times \Delta V_1 \times c_1 + 42 \times \Delta V_2 \times c_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

$$\omega_{DD} = \frac{203 \times \Delta V_2 \times c_1}{m \times (1 - \omega_0) - 80 \times \Delta V_1 \times c_1 + 42 \times \Delta V_2 \times c_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中 ω_{DD} ——样品脱乙酰度，% ω_{DS} ——样品取代度，%

T/FDSA 0122-2026

- 203—— N-乙酰氨基-D-葡萄糖结构单元相对分子量；
 ΔV_1 —— 第一和第二突跃点之间消耗的 NaOH 滴定液的体积之差,单位为毫升(mL);
 ΔV_2 —— 第三和第二突跃点之间消耗的 NaOH 滴定液的体积之差,单位为毫升(mL);
 C_1 —— NaOH 滴定液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 m —— 样品质量单位为毫克(mg)
 w_0 —— 样品的干燥失重%;
80—— 羧甲基钠的相对分子量;
42—— 乙酰基的相对分子量。

T/FDSA 0122-2026

附录 C (规范性附录) 等电点的测定

C.1 原理

在波长 250 nm 处羧甲基脱乙酰壳多糖有明显的紫外吸收, 用盐酸溶液调节羧甲基脱乙酰壳多糖水溶液的 pH 值, 由于羧甲基脱乙酰壳多糖具有两性物质特性, 羧甲基脱乙酰壳多糖会随着 pH 值下降产生白色絮状沉淀, 当羧甲基脱乙酰壳多糖中氨基和羧基均以带电荷形式存在, 处于电中性状态, 沉淀达到最大, 此时的 pH 值为羧甲基脱乙酰壳多糖的等电点, 随着 pH 值继续下降, 溶液逐渐变澄清, 沉淀溶解。

C.2 设备

紫外-可见分光光度计、pH 计、恒温磁力搅拌器。

C.3 样品准备

供试液制备: 称取一定量的羧甲基脱乙酰壳多糖用纯化水配制成质量浓度为 0.3% 左右的溶液 500 mL, 搅拌使完全溶解, 过滤掉不溶物。

供试液 pH 梯度调节: 将供试液分装在 12 个 100 mL 烧杯中, 每杯 30 mL, 用恒温磁力搅拌器不断搅拌, 用 pH 计连续测定溶液 pH 值, 缓慢向其中滴加 0.05 mol/L 盐酸溶液, 调节每杯 pH 分别为 5.2, 5.0, 4.8, 4.6, 4.4, 4.2, 4.0, 3.8, 3.6, 3.4, 3.2, 3.0 后, 离心或用滤纸过滤掉不溶物, 以纯化水为空白对照, 测定滤液在 250 nm 处的透光率。

注: 可根据样品的等电点标示值调整供试液的 pH 值范围。

C.4 结果处理

以透光率 T 为纵坐标, pH 为横坐标作 T-pH 曲线, 观察透光率发生突变的点, 羧甲基脱乙酰壳多糖的等电点为透光率突跃为最大值的 pH 值。

T/FDSA 0122-2026

附录 D
(规范性附录)
羧甲基脱乙酰壳多糖含量测定

D.1 测定

按《中华人民共和国药典（2025年版 四部）》0704 氮测定法测定。

D.2 结果计算

羧甲基脱乙酰壳多糖含量按照式(D.1)和式(D.2)计算：

$$\omega_N = \frac{(V_1 - V_0) \times c_2 \times 2 \times 14}{m \times (1 - \omega_F)} \dots\dots\dots (D.1)$$

$$\omega_1 = \frac{\omega_N \times \bar{M}}{14 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (D.2)$$

- ω_N ——待检样品中的总氮含量,单位为毫克每克(mg/g);
- m ——待检样品质量,单位为克(g);
- ω_F ——待检样品中水分含量,%;
- V_1 ——样品管消耗硫酸滴定液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白管消耗硫酸滴定液体积,单位为毫升(mL);
- c_2 ——硫酸滴定液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- ω_1 ——羧甲基脱乙酰壳多糖含量,%;
- 14——氮原子质量;
- \bar{M} ——理论条件下羧甲基脱乙酰壳多糖糖单元平均相对分子质量。

糖单元平均相对分子质量计算式:

$$\bar{M} = (80 \times \omega_{DS} + 161) + (1 - \omega_{DD}) \times 42 \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:

- ω_{DS} ——样品取代度%;
- ω_{DD} ——样品脱乙酰度%

T/FDSA 0122-2026

附录 E
(规范性附录)
蛋白质含量测定

E.1 原理

库马斯亮蓝 G-250(Coomassie Brilliant BlueG-250)具有两种色调,在游离状态下呈红色,与蛋白质结合后转为青色,其颜色深浅与蛋白质的浓度成正比,且在 595 nm 处有最大光吸收,可用分光光度计进行测定。

E.2 设备

分析天平、紫外分光光度计、旋涡式混合器。

E.3 溶液制备

库马斯亮蓝 G-250 试液:称取库马斯亮蓝 G-250 100 mg 溶解于 50 mL 的 95%乙醇中,溶解后再加入盐酸 50 mL,并用纯化水稀释至 1000 mL,置于棕色瓶内,室温贮存。

蛋白质标准溶液:称取牛血清白蛋白适量于容量瓶中,用纯化水定容,配成 30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的蛋白质标准溶液,2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 储存。

注:试验所用试剂均为分析纯及以上。

E.4 样品准备

取羧甲基脱乙酰壳多糖 100 mg 精密称量,置于容量瓶中,加纯化水使其完全溶解并充分振荡混匀后定容,计算样品溶液中羧甲基脱乙酰壳多糖的浓度。

E.5 测定步骤

按表 E.1 配制蛋白质标准溶液。

表 E.1 蛋白质标准溶液配制

试管号	0	1	2	3	4	5
蛋白质标准溶液体积/mL	0	0.1	0.2	0.4	0.8	1.0
水体积/mL	1.0	0.9	0.8	0.6	0.2	0
蛋白质质量浓度/($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0	3	6	12	24	30

取样品溶液 1 mL 于样品管中,在标准液系列的各管及样品管中分别加入 5 mL 的库马斯亮蓝 G-250 试液。用旋涡式混合器使试管中溶液充分混合,并在室温(20 \pm 10) $^{\circ}\text{C}$ 下放置 15 min。用 0 号管做对照,用分光光度计测定 595 nm 处各标准管和样品管的吸光度。用标准管绘制吸光度-浓度曲线,根据样品管的吸光度从标准曲线上查得样品溶液的蛋白质质量浓度。

T/FDSA 0122-2026

E.6 结果计算

按式(E.1)计算羧甲基脱乙酰壳多糖中蛋白质含量 ω_2 :

$$\omega_2 = \frac{\rho_2}{\rho_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

- ω_2 —— 羧甲基脱乙酰壳多糖中蛋白质含量, %;
- ρ_1 —— 样品溶液中羧甲基脱乙酰壳多糖质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- ρ_2 —— 样品溶液中蛋白质质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

T/FDSA 0122-2026

附录 F
(规范性附录)
乙醇残留量测定(气相色谱法)

F.1 原理

采用顶空气相色谱法使要测定的乙醇与其他组分分开,用氢火焰离子化检测器检测,用外标法计算试验结果。

F.2 设备与试剂

F.2.1 气相色谱仪: 配备氢火焰离子化检测器、顶空进样器。

F.2.2 色谱柱: 6%氰丙基苯基-甲基聚硅氧烷(30 m×0.32 mm,1.8 μm)或相同分离效果的其他色谱柱。

F.2.3 无水乙醇: 分析纯及以上。

F.3 乙醇标准溶液制备

取无水乙醇适量置于容量瓶中,精密称定,用纯化水稀释至刻度,摇匀,制成每 1 mL 含 1 mg 的标准贮备溶液。在 2°C~8°C 储存,有效期为 1 个月。临用前,取标准贮备溶液稀释成 10 μg/mL~250 μg/mL 的系列标准溶液。

F.4 操作条件

柱温: 50 °C, 保持 2 min, 以 10 °C/min 的速率升至 160 °C, 保持 5 min。汽化、检测器温度: 250 °C。

F.5 步骤

取羧甲基脱乙酰壳多糖 0.05 g~0.10 g, 精密称定, 置顶空瓶中, 准确加入纯化水 2.0 mL, 混合均匀。精密量取乙醇标准溶液各 2.0 mL, 置顶空瓶中, 压盖密封。将样品瓶和标准系列置于 80 °C 加热 30 min, 在规定的色谱分析条件下, 顶空进样, 待乙醇色谱峰流出后, 量取乙醇峰的面积值, 作为外标的定量标准。用标准系列绘制峰面积-乙醇浓度曲线, 并根据样品溶液的峰面积查出对应的乙醇浓度。

F.6 结果计算

羧甲基脱乙酰壳多糖中乙醇的残留量 w_3 可按式(F.1)计算:

$$w_3 = \frac{\rho_3 \times 10^{-6} \times V}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(F.1)$$

式中:

- w_3 —— 样品中乙醇的残留量, %;
- ρ_3 —— 标准曲线上查得的样品溶液的乙醇质量浓度, 单位为微克每毫升(μg/mL);
- m —— 样品的称样量, 单位为克(g);
- V —— 样品溶液的体积, 2.0 mL。

参 考 文 献

1. GB/T16886.6 医疗器械生物学评价 第6部分:植入后局部反应试验.
2. Rinaudo M., Le Dung P., Substituent distribution on O,N-carboxymethyl chitosans by ^1H and ^{13}C -NMR[J]. *J Biol Macromol*, 1992, 14(3):122 .
3. Muzzarelli RAA. Carboxymethylated chitins and chitosans[J]. *Carbohydr Polymer*, 1988, 8:1.
4. 贺君等, 羧甲基脱乙酰壳多糖的化学结构表征[J]. 中国海洋药物, 2002, 2:26-27.
5. 刘长霞等, N-O-羧甲基脱乙酰壳多糖羧化度计算式的修正[J]. 北京化工大学学报, 2004, 31(2):14-17.
6. 陈浩凡等, 不同取代羧甲基脱乙酰壳多糖的制备及其结构测定[J]. 华中科技大学学报(医学版), 2003, 32(2):152-156.
7. 钟超, N-O-羧甲基脱乙酰壳多糖的制备及表征[D]. 北京: 北京化工大学硕士学位论文, 2004年.
8. 陈凌云等, 羧甲基脱乙酰壳多糖的取代度及保湿性[J]. 应用化学, 2001, 18(1):5-8.
9. 邬建敏, 光度法测定甲壳低聚糖的平均相对分子量[J]. 化学世界, 2001, 6:293-296.
10. 韩宝芹等, 羧甲基脱乙酰壳多糖中氨基葡萄糖含量测定方法的研究[J]. 中国海洋大学学报, 2004, 34(5):811-815.
11. 韩宝芹等, 乙酰丙酮法测定甲壳胺寡糖数均分子量[J]. 中国海洋药物杂志, 2004, 23(6):12-17.
12. 陈章捷等. 气相色谱法测定饮品中一氯乙酸含量[J]. 理化检验(化学分册), 2012, 48(11):1335-1340.
13. 张福钢等. 柱前衍生-气相色谱法测定血清中氯乙酸[J]. 中国职业医学, 2010, 37(2):153-154.