

中华人民共和国国家标准

GB/T 8146—2022

代替 GB/T 8146—2003

松香试验方法

Test methods for rosin

2022-10-12 发布

2023-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试剂和材料	1
5 仪器设备	2
6 样品	7
7 试验步骤与结果	7
8 试验报告	13
附录 A (规范性) 结晶现象判断和含硫定性方法	15
附录 B (规范性) 松香产品罗维邦比色法操作规程	16
附录 C (资料性) 马尾松松香气相色谱图及数据	17
附录 D (资料性) 湿地松松香气相色谱图及数据	19
附录 E (资料性) 思茅松松香气相色谱图及数据	21
附录 F (资料性) 南亚松松香气相色谱图及数据	23



前 言

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。

本文件代替 GB/T 8146—2003《松香试验方法》，与 GB/T 8146—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了“颜色测定(加纳色度法)”“颜色测定(铂-钴比色法)”、软化点测定中“自动仪器法”以及“化学组成测定”(见 7.3、7.4、7.5.3.2、7.10)；
- 灰分测定由“多次恒重”更改为“一次称重”(见 7.9.1, 2003 年版的 8.3.3)；
- 增加了松香产品罗维邦比色法操作规程(见附录 B)。

请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。

本文件由国家林业和草原局提出。

本文件由全国林化产品标准化技术委员会(SAC/TC 558)归口。

本文件起草单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所、普洱市思茅区森盛林化有限责任公司、广西梧州日成林产化工股份有限公司、新洲(武平)林化有限公司、广州精久技术咨询服务股份有限公司、江西飞尚林产有限公司、广东华林化工有限公司、江苏博汇纸业有限公司。

本文件主要起草人：王婧、高宏、赵振东、陈玉湘、毕良武、古研、李海兵、侯文彪、刘富林、万莉、鲁瑞尧、祝军、刘继春。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1987 年首次发布为 GB/T 8146—1987, 2003 年第一次修订；
- 本次为第二次修订。



松香试验方法

1 范围

本文件描述了松香的外观、颜色、软化点、酸值、不皂化物含量、乙醇不溶物含量、灰分、化学组成的检测方法。

本文件适用于松香产品检验检测。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1722—1992 清漆、清油及稀释剂颜色测定法
- GB/T 4507—2014 沥青软化点测定法 环球法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8145 脂松香
- GB/T 9282.1—2008 透明液体 以铂-钴等级评定颜色 第1部分：目视法
- GB/T 9761—2008 色漆和清漆 色漆的目视比色

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试剂和材料

除特别说明外，本文件所用试剂均为分析纯试剂，所用水符合 GB/T 6682 中三级水规定。

4.1 铁钴比色计标准色阶溶液

按照 GB/T 1722—1992 中附录 A 的规定配制。

4.2 铂-钴比色标准色阶溶液

按照 GB/T 9282.1—2008 中第 7 章的规定配制。

4.3 新煮过的蒸馏水

将约 800 mL 蒸馏水放入烧杯中加热至沸腾，然后冷却到 35 °C 以下。

4.4 无二氧化碳蒸馏水

按 GB/T 603 的规定制备。

4.5 10 g/L 酚酞指示剂

称取 1 g 酚酞,用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL。

4.6 0.5 mol/L 氢氧化钾标准溶液

将 33 g 氢氧化钾溶于少量无二氧化碳蒸馏水(4.4)中,再加入此蒸馏水稀释至 1 000 mL,混匀。以工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾为基准物质,按照 GB/T 601 中 0.5 mol/L 氢氧化钠标准溶液的标定方法进行标定,结果精确至 0.001 mol/L。

4.7 0.05 mol/L 氢氧化钾标准溶液

将 0.5 mol/L 氢氧化钾标准溶液(4.6)用无二氧化碳蒸馏水(4.4)稀释 10 倍。

4.8 100 g/L 氢氧化钾乙醇溶液

将 100 g 氢氧化钾溶于 150 mL 蒸馏水中,再加 95%乙醇至 1 000 mL。

4.9 中性乙醇

在 95%乙醇中加入 2 滴~3 滴 10 g/L 酚酞指示剂(4.5),用 0.05 mol/L 氢氧化钾标准溶液(4.7)滴至微红色,并保持 30 s 不褪色。

4.10 中性异丙醇

在异丙醇中加入 2 滴~3 滴 10 g/L 酚酞指示剂(4.5),用 0.05 mol/L 氢氧化钾标准溶液(4.7)滴至微红色,并保持 30 s 不褪色。

4.11 气相色谱仪用载气

氮气或者氦气(纯度 \geq 99.99%)。

4.12 气相色谱仪用辅助气体

氢气(纯度 \geq 99.99%),空气(需要经过过滤、净化和干燥)。

4.13 6%四甲基氢氧化铵-甲醇溶液

移取 24%的四甲基氢氧化铵-甲醇溶液 10 mL,加甲醇稀释到 40 mL。

5 仪器设备

5.1 松香色度标准块

又名松香颜色分级标准玻璃比色块,由 6 个玻璃标准色块组成,分别对应特级、1 级、2 级、3 级、4 级、5 级,实物见图 1。各级别颜色的标准色度指标见表 1。



图 1 松香色度标准块

表 1 松香色度标准块的标准色度指标

松香色度标准号	色度坐标		饱和度 $p/\%$	透过率 $Y/\%$	主波长 λ/nm
	x	y			
特	0.427 7	0.452 4	68.1	56.6	575.6
1	0.457 3	0.465 9	79.7	50.0	577.4
2	0.482 5	0.469 1	87.3	42.7	579.3
3	0.499 7	0.469 3	93.3	39.4	580.9
4	0.519 9	0.462 7	95.6	31.1	582.6
5	0.533 1	0.454 5	96.9	25.8	584.3

注：采用 2° 视场，C 光源。

5.2 加纳色度标准块

又名加纳比色块，由 18 个玻璃标准色块组成，分别对应 1 级~18 级，实物见图 2。各级别颜色的标准色度指标见表 2。



图 2 加纳色度标准块

表 2 加纳色度标准块标准色度指标

松香色度标准号	色度坐标		透过率 Y/%	透射公差, ±
	<i>x</i>	<i>y</i>		
1	0.317 7	0.330 3	80	7
2	0.323 3	0.335 2	79	7
3	0.332 9	0.345 2	76	6
4	0.343 7	0.364 4	75	5
5	0.355 8	0.384 0	74	4
6	0.376 7	0.406 1	71	4
7	0.404 4	0.435 2	67	4
8	0.420 7	0.449 8	64	4
9	0.434 3	0.464 0	62	4
10	0.450 3	0.476 0	57	4
11	0.484 2	0.481 8	45	4
12	0.507 7	0.463 8	36	5
13	0.539 2	0.445 8	30	6
14	0.564 6	0.427 0	22	6
15	0.585 7	0.408 9	16	2
16	0.604 7	0.392 1	11	1
17	0.629 0	0.370 1	6	1
18	0.647 7	0.352 1	4	1

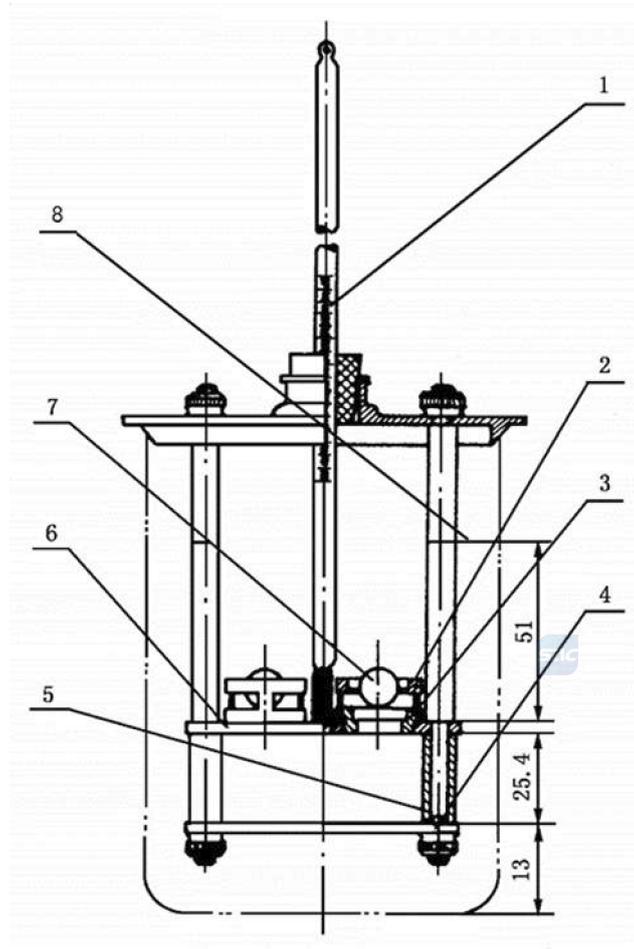
注：颜色标准的色度坐标与参照标准的色度坐标之差不大于两个相邻参照标准的 *x* 或 *y* 之差的 1/3。一套标准中，两个颜色标准坐标之差不大于相应的参照标准的 *x* 或 *y* 之差的 2/3。

5.3 软化点测定器

松香软化点测定采用软化点测定器(环球法),测定装置如图 3 所示,主要零件如图 4 所示,主要零件应满足以下要求。

- 圆环、钢球定位器、环架板都应使用黄铜加工制成。
- 钢球直径 9.5 mm±0.1 mm,质量 3.45 g~3.55 g,表面应光滑、无锈。
- 环架板与平板间距离为 25.4 mm,平板与烧杯底间距为 13 mm,环架板至水面刻度线距离为 51 mm。
- 环架板和平板的表面粗糙度应小于 $\sqrt{12.5}$,不平直度应小于 0.1 mm/100 mm。
- 温度计,为内标式,浸没高度 55 mm,尾长 100 mm,刻度范围 30 °C~100 °C,最小分度为 0.2 °C,水银球外径 5.0 mm±0.5 mm,水银球长 8 mm±2 mm,全长 380 mm±10 mm。使用前温度计需经过专业校正。
- 烧杯,容量约为 800 mL,直径 90 mm,高度不低于 140 mm。

单位为毫米



标引序号说明：

- 1——温度计；
- 2——钢球定位器；
- 3——圆环；
- 4——平板；
- 5——定距管；
- 6——环架板；
- 7——钢球；
- 8——水位线。

图 3 软化点测定器

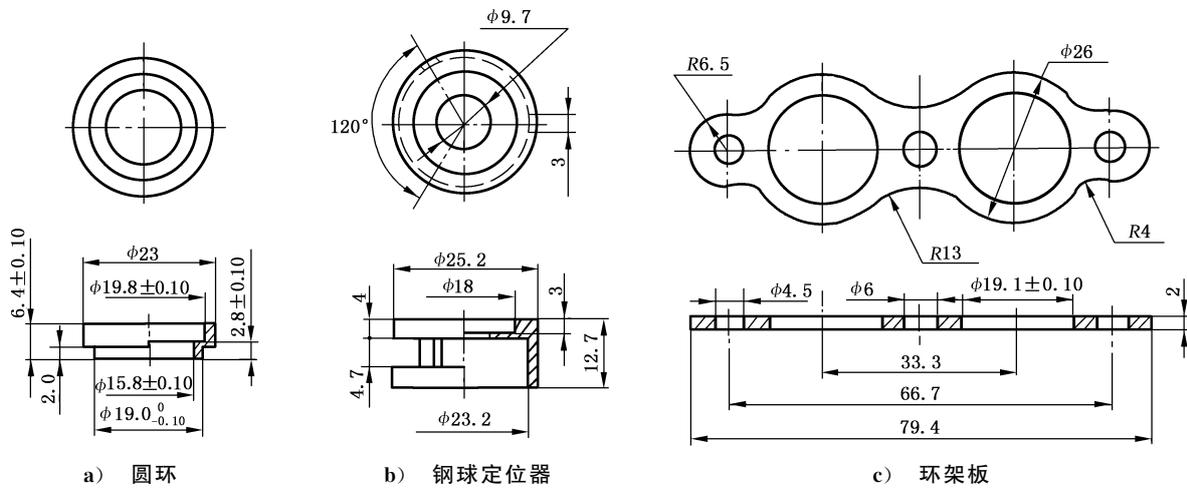


图 4 软化点测定器主要零件

5.4 全自动软化点测定仪

符合 GB/T 4507—2014 要求。

5.5 气相色谱仪

5.5.1 气相色谱仪配置

适用于松香化学组成测定的气相色谱仪应满足以下条件：

- a) 具有分流功能；
- b) 具有程序升温功能；
- c) 采用氢火焰离子化检测器(FID)；
- d) 配置有可以进行面积归一化法计算的数据处理系统。

5.5.2 毛细管色谱柱

适用于松香化学组成测定的毛细管色谱柱应满足以下条件：

- a) 固定相(涂层)为 5% 苯基-甲基聚硅氧烷的弱极性毛细管柱,或者其他涂层但功能类似的弱极性毛细管柱；
- b) 色谱柱长度、膜厚、内径规格需能满足松香树脂酸的有效分离。

5.6 其他仪器

5.6.1 比色箱:人造日光比色箱和相应的照明光源的技术要求应符合 GB/T 9761—2008 的规定。

5.6.2 无色玻璃试管:内径 10.65 mm,长度 114 mm。

5.6.3 比色管:平底,容量为 100 mL,配有光学透明有磨口玻璃塞。各比色管的颜色与厚度应一致,管底以上 275 mm~295 mm 应标有刻度线。同次测定使用的比色管各管刻度线相差不超过 3 mm。

5.6.4 玻璃砂芯坩埚:4 号。

5.6.5 马弗炉:最高使用温度不低于 950 °C,控制温度波动范围不大于 20 °C。

5.6.6 瓷坩埚:容量 50 mL。

5.6.7 电炉或其他加热设备:加热速度可调。

5.6.8 碱式滴定管:体积 50 mL。

6 样品

按照 GB/T 8145 规定的抽样规则,从同批次产品中取试样不少于 1 000 g,平均分成两份,一份用于检验,另一份留样备查。

7 试验步骤与结果

7.1 外观测定

7.1.1 试样制备

把要测定的松香样块用电熨斗快速、断续地加工成边长略大于 22 mm 的立方体,并用软纸或棉花把每次加热后产生的熔化松香擦净。制备好的试样应保证至少一对对应面光滑且平行,之间距离为 22 mm,作为观测或比色的工作面。

7.1.2 试验步骤

室内自然光或正常照明条件下,将试样的一个工作面水平放置在印刷有五号字的白色纸张上,从另一个工作面从上往下观察。

7.1.3 结果

透过试样,能够清晰阅读五号印刷字体即定为透明,否则定为不透明。
对于松香结晶现象判断按照附录 A 的规定执行。

7.2 颜色测定(松香色度标准块法)

7.2.1 适用范围

适用于普通松香产品颜色测定。

7.2.2 试样制备

按照 7.1.1 规定执行。

7.2.3 试验步骤

将试样与松香色度标准块(5.1)同时置于室内临窗自然散射光或其他发光稳定的白色散射光源下,且保证二者处于同一水平面,采用目视法进行直接比较。

7.2.4 结果

试样颜色不应深于同级别色度标准块颜色。如试样颜色深于色度标准块,则换用低一级色度标准块进行再次比较,直至满足要求。

试样有下列情况之一即视为颜色深于色度标准块颜色:

- a) 颜色红于色度标准块;
- b) 颜色彩度大于色度标准块;
- c) 明亮度小于色度标准块。

7.2.5 其他比色仪器

松香颜色测定应以松香色度标准块为定级标准。可使用经过色度标准块校验后,比色效果与色度标准块相当的其他比色仪器,如罗维邦比色计。当使用罗维邦比色计时,操作规程应符合附录 B 的要求。

7.3 颜色测定(加纳色度法)

7.3.1 适用范围

“加纳色度法”又称为“铁-钴比色法”,适用于精制浅色松香产品颜色测定。

7.3.2 试样制备



将去除表皮的松香试样粉碎至直径不大于 3 mm,称取试样 10 g(精确至 0.1 g),加甲苯配制成质量比为 1:1 的溶液,室温下摇动至完全溶解。如果试样溶液有可见的浑浊,可通过过滤、离心、超声或其他不会导致颜色变化的方法进行处理,直至试样澄清透明。

7.3.3 试验步骤

将试样装入干净的无色玻璃试管(5.6.2),然后按照 GB/T 1722—1992 甲法铁钴比色法的规定执行。

7.3.4 结果

与试样颜色最匹配的铁钴比色计标准色阶号记录为所测样品色号。如试样颜色介于两个色阶号之间,则色阶号较大值为所测样品色号。

7.3.5 其他比色仪器

松香产品加纳色度法也可采用“加纳色度标准块”(5.2)代替“铁钴比色计标准色阶溶液(4.1)”作为比色标准,当发生争议需要仲裁时,以“铁钴比色计标准色阶”测定结果为准。

7.4 颜色测定(铂-钴比色法)

7.4.1 适用范围

适用于水白松香和无色松香产品颜色测定。

7.4.2 试样制备

称取试样 100 g(精确至 0.1 g),按照 7.3.2 操作规程配制成质量比为 1:1 的甲苯溶液。

7.4.3 试验步骤

将试样溶液缓慢注入比色管(5.6.3)至 100 mL 刻度线,盖上塞子,将比色管与铂-钴比色标准色阶溶液(4.2)同时放置于比色管架上,比色管底部可加垫白板或白纸,于自然日光下或比色箱(5.6.1)中,自管口垂直向下观察,并与铂-钴比色标准色阶溶液在同一高度进行比较。

7.4.4 结果

与试样颜色最匹配的铂-钴比色标准色阶号记录为所测样品色号。如试样颜色介于两个色阶号之间,则色阶号较大值为所测样品色号。

7.5 软化点测定

7.5.1 测定原理

松香无固定熔点,在受热时变软。在规定厚度和直径的2个铜环中分别装满松香,通过定位器在熨平的松香上面各放置1个规定质量和直径的钢球,然后在加热介质中按一定速率升温加热,包裹着钢球的松香下落到平板的瞬间温度即为松香的软化点。

7.5.2 测定设备

同5.3、5.4。

7.5.3 试验步骤

7.5.3.1 手动测定法

将去除表皮的松香试样粉碎至直径不大于3 mm,称取试样约5 g置于器皿中,缓慢加热器皿使松香逐渐熔融,在此过程中避免产生气泡和发烟。将熔融的松香立即注入平放在耐高温平板上且已预热的圆环中,待松香完全凝固,轻轻移去平板。环内应充满松香,表面稍有凸起,用电熨斗熨平后,以备检验。如环内松香有凹下或气泡等现象,应重新制作。

将准备好的试样圆环置于环架板上,把钢球定位器装在圆环上,再把钢球放入钢球定位器中心。另从环架顶盖插入温度计,使水银球底部与圆环底面在同一平面上,然后将整个环架放入烧杯内。以上装置完成后,将新煮过的蒸馏水(4.3)倒入烧杯中,使环架板的上表面至水面保持51 mm。放置10 min后,用可调节加热速度的电炉或其他热源加热,使水温每分钟升高 $(5\pm 0.5)^\circ\text{C}$,并不断地充分搅拌,使温度均匀上升,直至测定完毕,在此过程中搅拌速度应均匀,不应形成涡流,不应产生震动,不应产生气泡。

如测定结果试样软化点高于 80°C 时,应采用丙三醇(甘油)代替新煮过的蒸馏水作为介质重新测定。

在进行新的测定前,应对测定设备(特别是环和球)做彻底清洗。对同一样品进行多次测定时,需采用新的试样进行熔制,已经过一次软化点测定的试样不应重复使用。

7.5.3.2 自动仪器法

按照7.5.3.1制备好试样,并完成测定器组装,然后按照仪器说明书进行操作。当发生争议需要仲裁时,以手动测定法测定结果为准。

7.5.4 结果

包裹着钢球的松香落至平板瞬间的温度的数值即为被测试样的软化点,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$)。两个软化点相差不应大于 0.4°C ,取二者算术平均值为最终结果,报告至小数点后一位。

7.6 酸值测定

7.6.1 测定原理

松香的主要成分为树脂酸,可与碱发生中和反应,生成中性的树脂酸盐和水,因此,可以通过酸碱滴定的方法来测定其中树脂酸含量,通常表述为松香的酸值。

7.6.2 试验步骤

将去除表皮的松香试样粉碎至直径不大于3 mm,立即称取试样2 g(精确至0.001 g),放置于

250 mL 锥形瓶中,加中性乙醇(4.9)50 mL 溶解(必要时在水浴上加热,使试样全部溶解,然后冷却至室温),加 10 g/L 酚酞指示剂(4.5)3 滴~5 滴,然后用 0.5 mol/L 氢氧化钾标准溶液(4.6)滴定至微红色,并保持 30 s 不褪色。

同等条件下进行两次平行试验。

7.6.3 结果

松香的酸值(w_n)以中和 1 g 松香所消耗氢氧化钾(KOH)的质量计,单位为毫克每克(mg/g),按式(1)计算。

$$w_n = \frac{Vc \times 56.11}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V —— 氢氧化钾标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c —— 氢氧化钾标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m —— 试料的质量的数值,单位为克(g);
- 56.11 —— 氢氧化钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

两次平行试验允许绝对值相差不大于 0.5 mg/g,取两次测定结果的算术平均值为最终结果,报告至小数点后一位。

7.7 不皂化物含量测定

7.7.1 测定原理

松香经过皂化后,主要成分树脂酸转化成为树脂酸盐类溶于水中,而如中性物等不能皂化的部分可通过乙醚等有机溶剂萃取分离,去除溶剂、烘干、称重即可测定其质量。皂化液中存在树脂酸及其盐类的电离平衡,乙醚萃取时,少量游离树脂酸随不皂化物一起进入乙醚层,破坏了电离平衡,而体系一旦被打破将很快形成新的平衡,经过多次萃取操作后,乙醚液中的游离树脂酸得到富集,通过酸碱滴定测定出乙醚液中树脂酸质量,对结果进行校正,以使不皂化物测定值更接近于真实值。

7.7.2 试验步骤

7.7.2.1 皂化

将去除表皮的松香试样粉碎至直径不大于 3 mm,称取试样 5 g(精确至 0.001 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 g/L 氢氧化钾乙醇溶液(4.8)20 mL,连接回流冷凝器,置于水浴上加热回流 1.5 h,并时常摇动锥形瓶;移去冷凝器,将皂液冷却至室温,加入 50 mL 蒸馏水,然后转入第一个 500 mL 分液漏斗中,用 40 mL 乙醚冲洗锥形瓶,一起移入上述分液漏斗中,充分振摇,静置分层。

7.7.2.2 萃取

将 7.7.2.1 的下层含水皂液放出,并转入第二个 500 mL 分液漏斗中,上层乙醚溶液仍留在第一个漏斗中;再加入 30 mL 乙醚至第二个分液漏斗中,充分振摇,静置分层;将下层含水皂液放出至锥形瓶中,上层乙醚液并入第一个分液漏斗;再重复上述步骤一次,弃去下层含水皂液。

将 3 次萃取所得上层乙醚液集中于第一个分液漏斗中,分 3 次分别加入 2 mL、5 mL、30 mL 蒸馏水,慢慢回荡,充分静置,让水下沉后放出,并弃去。

7.7.2.3 烘干

将 7.7.2.2 的上层乙醚液转移至已恒重的 150 mL 低型烧杯中,再加入 15 mL 乙醚冲洗分液漏斗,

并一起转移至烧杯中；通风橱中水浴加热蒸去乙醚，若有小水滴，则加 1 mL 无水乙醇至杯中，再在水浴上蒸干；将盛有剩余物的烧杯放在 110 °C ~ 115 °C 的烘箱中烘 1 h，在干燥器中冷却至室温，称重（精确至 0.001 g）。

7.7.2.4 滴定

加入 15 mL 中性异丙醇(4.10)溶解烧杯中剩余物，加入 2 滴~3 滴 10 g/L 酚酞指示剂(4.5)，以 0.05 mol/L 氢氧化钾标准溶液(4.7)滴定至微红色，并保持 30 s 不褪色。

同等条件下进行两次平行试验。

7.7.3 结果

松香的不皂化物含量(w_u)以不皂化物的质量分数计，数值以 % 表示，按式(2)计算。

$$w_u = \frac{m_2 - m_1 - \left(\frac{V}{1\,000}\right)c \times 302.45}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- m_1 —— 烧杯的质量的数值，单位为克(g)；
- m_2 —— 烧杯和剩余物的质量的数值，单位为克(g)；
- m —— 试料的质量的数值，单位为克(g)；
- V —— 氢氧化钾标准溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；
- c —— 氢氧化钾标准溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
- 302.45 —— 一元树脂酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)。

两次平行试验允许绝对值相差不大于 0.2%，取两次测定结果的算术平均值为最终结果，报告至小数点后一位。

7.8 乙醇不溶物含量测定

7.8.1 试验步骤

将去除表皮的松香试样粉碎至直径不大于 3 mm，称取试样 20 g(精确至 0.1 g)，放置于 250 mL 烧杯中；加入经 4 号砂芯坩埚过滤的 95% 乙醇 75 mL，于水浴中加热，并用玻璃棒不断搅拌，使试样完全溶解；用已恒重的 30 mL 4 号玻璃砂芯坩埚(5.6.4)趁热抽滤，用 50 °C ~ 60 °C 的经 4 号砂芯坩埚过滤的 95% 乙醇冲洗至不溶物和坩埚壁无肉眼可见色渍；将坩埚放入烘箱中，在 100 °C ~ 105 °C 下恒重。

同等条件下进行两次平行试验。

7.8.2 结果

松香的乙醇不溶物含量(w_i)以乙醇不溶物的质量分数计，数值以 % 表示，按式(3)计算。

$$w_i = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- m_1 —— 坩埚的质量的数值，单位为克(g)；
- m_2 —— 坩埚和残渣的质量的数值，单位为克(g)；
- m —— 试样的质量的数值，单位为克(g)。

两次平行试验允许绝对值相差不大于 0.005%，取两次测定结果的算术平均值为最终结果，报告至小数点后三位。

7.9 灰分测定

7.9.1 试验步骤

将洗净的瓷坩埚(5.6.6)(新坩埚可先用 6 mol/L 盐酸水溶液浸泡处理,洗净)置于 750 °C ± 20 °C 的马弗炉中灼烧 2 h,用坩埚钳取出坩埚,先在空气中冷却 1 min~3 min(每次试验在空气中的冷却时间应严格一致),再放入干燥器中冷却 1 h,称重(精确至 0.000 1 g)。

将去除表皮的松香试样粉碎至直径不大于 3 mm,称取试样 10 g(精确至 0.1 g),置于已称重的瓷坩埚中;用电炉或其他热源加热至松香完全炭化,此操作需要在通风橱内进行,且加热速度不宜过快,保证温度逐渐缓慢升高,防止松香逸出造成危险;然后按照与上述瓷坩埚处理相同的步骤进行操作。

同等条件下进行两次平行试验。

7.9.2 结果

松香的灰分(w_a)以灰分的质量分数计,数值以%表示,按式(4)计算。

$$w_a = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚和残渣的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

两次平行试验允许绝对值相差不大于 0.005%,取两次测定结果的算术平均值为最终结果,报告至小数点后三位。

7.10 化学组成测定

7.10.1 测定原理

将松香样品经甲酯化处理后注入气相色谱仪,气化后随载气进入毛细管色谱柱,不同组分间极性与沸点存在差异,因而在毛细管色谱柱中具有不同的吸附性,通过多次的吸附与解吸附作用,达到高效分离,从而实现组分的定性与定量测定。其中,甲酯化目的是将松香中所含树脂酸转化为树脂酸甲酯,提高组分的气化性能。

7.10.2 试样制备

将去除表皮的松香试样粉碎至直径不大于 3 mm,称取试样 50 mg,放置于带有刻度的 5 mL 具塞试管中,加入 1.0 mL~2.0 mL 甲醇至试样完全溶解;加入 1 滴~2 滴 10 g/L 酚酞指示剂(4.5),摇匀;一边摇动一边滴加 6% 四甲基氢氧化铵-甲醇溶液(4.13)至试管内溶液呈微红色并保持长时间不褪色,再加甲醇至 5 mL 刻度线,充分摇匀。

7.10.3 试验步骤

7.10.3.1 气相色谱仪设置

松香化学组成的气相色谱分析典型条件:气化室和检测器温度 260 °C;分流比 50:1;进样量 1.0 μ L;起始温度 100 °C,保持 2 min,以 5 °C/min 升温至 200 °C,保持 2 min,再以 2 °C/min 升温至 250 °C,保持 10 min。

注:气相色谱仪分析条件为非强制条件,仅作参考。实际使用中根据不同的仪器进行调整。

7.10.3.2 气相色谱仪校正

采用 GSB 11-2963—2012、GSB 11-2964—2012 或 GSB 11-2965—2012 规定的松香标准样品,并按照标准样品使用规程,对气相色谱仪进行校正,仪器性能应满足松香化学组成测定要求。

7.10.3.3 进样分析

气相色谱仪达到分析所需条件后,根据气相色谱仪配置,取适量 7.10.2 所制备试样,采用自动或手动进样方式进行进样。

同等条件下进行两次重复进样。

7.10.4 结果

7.10.4.1 定性分析

松香品种和树脂酸的定性判断可采用以下方式之一。

- 将松香试样分析得到的色谱图与附录 C~附录 F 所提供的各品种松香气相色谱图和数据资料进行对比,结合组分构成、典型组分含量、各组分含量间相对比例和出峰顺序等要素确定松香品种和各树脂酸成分。但是,当所得试样分析结果与本文件附录相差较大时,应采用其他鉴定手段进行定性。
- 在已知松香品种情况下,采用 GSB 11-2963—2012、GSB 11-2964—2012 或 GSB 11-2965—2012 规定的松香标准样品进行平行试验,对照标准样品说明书提供的气相色谱图及数据资料,确定各树脂酸成分。

注:采用不同极性毛细管色谱柱,松香树脂酸出峰顺序可能有所变化,附录 C~附录 F 所有谱图皆为弱极性色谱柱(固定相为 5% 苯基-甲基聚硅氧烷)测定所得。

7.10.4.2 定量分析

松香树脂酸含量采用色谱峰峰面积归一化法计算得到,测定结果为相对含量,数值以%表示。通常利用气相色谱工作站数据处理系统进行。按式(5)计算。

$$c_i = \frac{A_i}{\sum_{i=1 \sim n} A_i} \times 100 \quad (5)$$

式中:

c_i ——树脂酸组分 i 的相对含量,%;

A_i ——组分 i 有峰面积积分,单位为微伏秒($\mu\text{V} \cdot \text{s}$);

$\sum_{i=1 \sim n} A_i$ ——除溶剂外的所有色谱峰峰面积积分的总和,单位为微伏秒($\mu\text{V} \cdot \text{s}$)。

取两次测定结果的算术平均值为最终结果,报告至小数点后一位。同一仪器对同一组分的两次测定结果相对偏差应不大于 3.0%,不同仪器对同一组分的两次测定结果相对偏差应不大于 6.0%。

8 试验报告

应用本文件的试验报告应包括以下内容:

——试验对象(如脂松香、浮油松香、精制浅色松香等);

——所使用文件(如 GB/T 8146—20××);

——所使用方法(如软化点测定采用自动仪器法;颜色测定采用“松香色度标准块法”等);

GB/T 8146—2022

- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。



附 录 A

(规范性)

结晶现象判断和含硫定性方法

A.1 松香结晶现象判断

A.1.1 轻微结晶

符合下列两种情况,规定为轻微结晶松香:

- a) 有轻微针状结晶,相邻晶体间最近距离不小于 5 mm,在桶内分布稀疏;
- b) 有轻微颗粒状、片状或其他形状的晶体,其长度大小或最大直径不大于 2 mm,相邻晶体间最近距离不小于 20 mm,在桶内分布稀疏。

A.1.2 部分结晶

结晶程度超过 A.1.1,规定为部分结晶松香。

结晶是松香的物理性状之一,与松香的来源及加工工艺有关。结晶不代表产品不合格,但应在包装桶(或其他包装形式)上明确标注相应结晶程度。

A.2 松香含硫定性

A.2.1 试剂与材料

除特殊说明外,所用试剂皆为分析纯,所用蒸馏水符合三级实验室用水标准。

A.2.1.1 30 g/L 乙酸铅水溶液

将 3.5 g 三水合乙酸铅溶于蒸馏水中,并加蒸馏水至 100 mL。

A.2.1.2 乙酸铅试纸

将普通滤纸剪成条状,浸泡在 30 g/L 乙酸铅水溶液中,浸透后取出,在室内无硫化氢存在的环境中晾干。

A.2.2 试验步骤

称 1.0 g 松香,放入长 100 mm~120 mm 的试管中,管中悬挂一条用蒸馏水润湿的乙酸铅试纸,管口用周边上开有一小槽口的软木塞塞好。将试管底部放在酒精灯上加热,使松香熔融。

A.2.3 结果

若试纸变黑,证明松香中有硫存在。

附 录 B

(规范性)

松香产品罗维邦比色法操作规程

B.1 仪器设备

罗维邦比色计。

B.2 试样制备

按照 7.1.1 规定执行。

B.3 试验步骤

将罗维邦比色计的黄色号调至相应松香级别标准的数值作为基色,然后再调节红色号进行配色,直至达到检验要求。

注意:在整个试验过程中,黄色号只能按各级别松香的标准色号值进行设定,然后再按照配色需要调节红色号。例如:检验某一松香试样时,首先将黄色号调至 20,然后再调节红色号,如果红色号在 ≤ 2.1 范围内可以满足配色要求,则判定为一级松香。否则,应将黄色号调至 30,然后在 ≤ 2.5 范围内调节红色号直至满足配色要求,以此类推。

B.4 结果

各级别松香罗维邦比色法结果判定应符合表 B.1 颜色要求。

表 B.1 各级别松香罗维邦比色法结果要求

指标		特级	1 级	2 级	3 级	4 级	5 级
色泽		微黄	淡黄	黄色	深黄	黄棕	黄红
黄	罗维邦色号	12	20	30	40	50	60
红	罗维邦色号 \leq	1.4	2.1	2.5	3.4	4.5	5.5

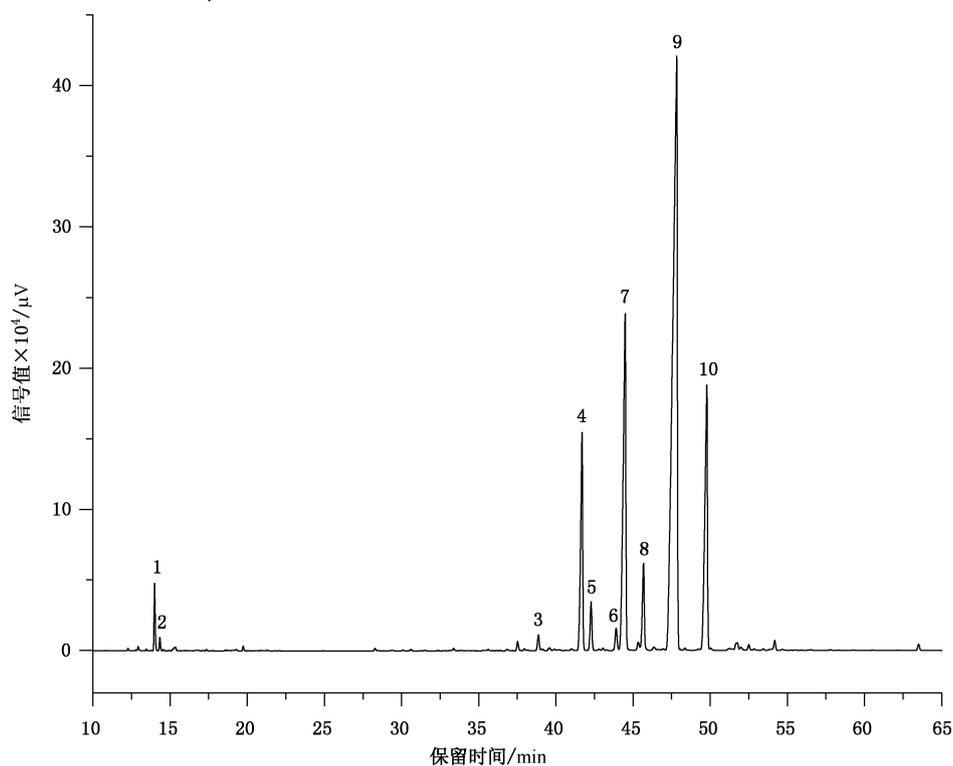
附录 C

(资料性)

马尾松松香气相色谱图及数据

C.1 马尾松松香气相色谱图

气相色谱分析过程和条件见 7.10。所用色谱柱型号为 Rtx-5, 固定相为 5% 苯基-甲基聚硅氧烷, 规格为 30 m×0.25 mm×0.25 μm。马尾松松香气相色谱图见图 C.1。



标引序号说明:

1——长叶烯;

2——β-石竹烯;

3——海松醛;

4——海松酸;

5——山达海松酸;

6——异海松酸;

7——长叶松酸/左旋海松酸;

8——去氢枞酸;

9——枞酸;

10——新枞酸。

图 C.1 马尾松松香气相色谱图

C.2 马尾松松香气相色谱分析数据

马尾松松香中主要树脂酸组分及其相对含量见表 C.1。

表 C.1 马尾松松香气相色谱分析数据

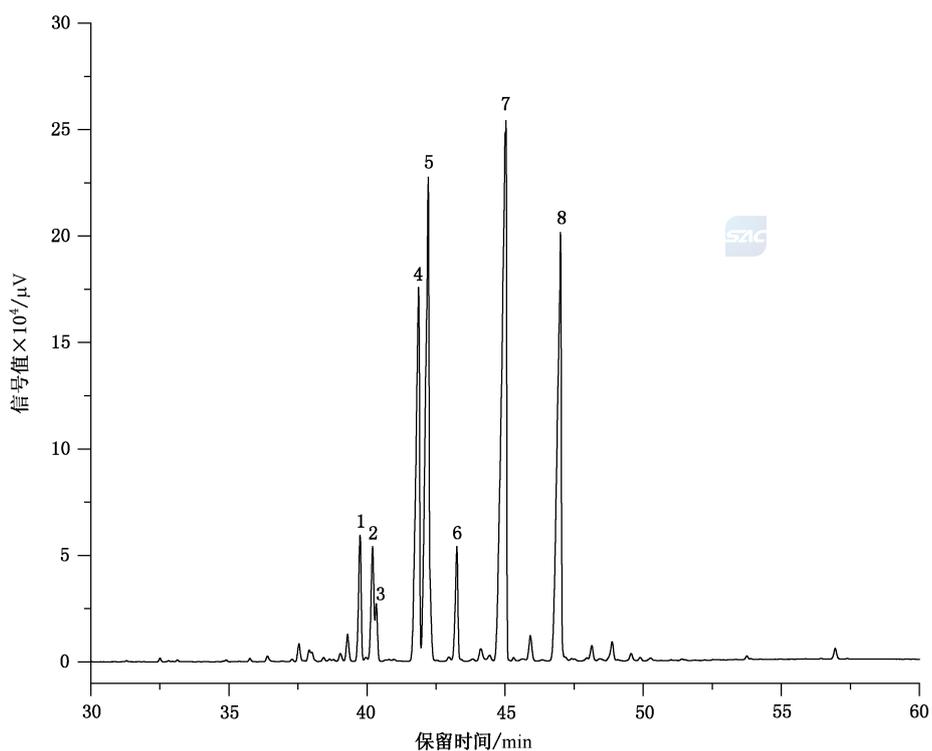
序号	保留时间/min	相对含量/%	组分名称
1	14.00	1.4	长叶烯
2	14.34	0.3	β -石竹烯
3	38.87	0.5	海松醛
4	41.70	8.4	海松酸
5	42.28	1.6	山达海松酸
6	43.90	0.8	异海松酸
7	44.49	17.0	长叶松酸/左旋海松酸
8	45.68	3.3	去氢枞酸
9	47.83	48.9	枞酸
10	49.78	12.8	新枞酸



附录 D
(资料性)
湿地松松香气相色谱图及数据

D.1 湿地松松香气相色谱图

气相色谱分析过程和条件见 7.10。所用色谱柱型号为 Rtx-5, 固定相为 5% 苯基-甲基聚硅氧烷, 规格为 30 m×0.25 mm×0.25 μm。湿地松松香气相色谱图见图 D.1。



标引序号说明:

- 1——海松酸;
- 2——湿地松酸;
- 3——山达海松酸;
- 4——异海松酸;
- 5——长叶松酸/左旋海松酸;
- 6——去氢枞酸;
- 7——枞酸;
- 8——新枞酸。

图 D.1 湿地松松香气相色谱图

D.2 湿地松松香气相色谱分析数据

湿地松松香中主要树脂酸组分及其相对含量见表 D.1。

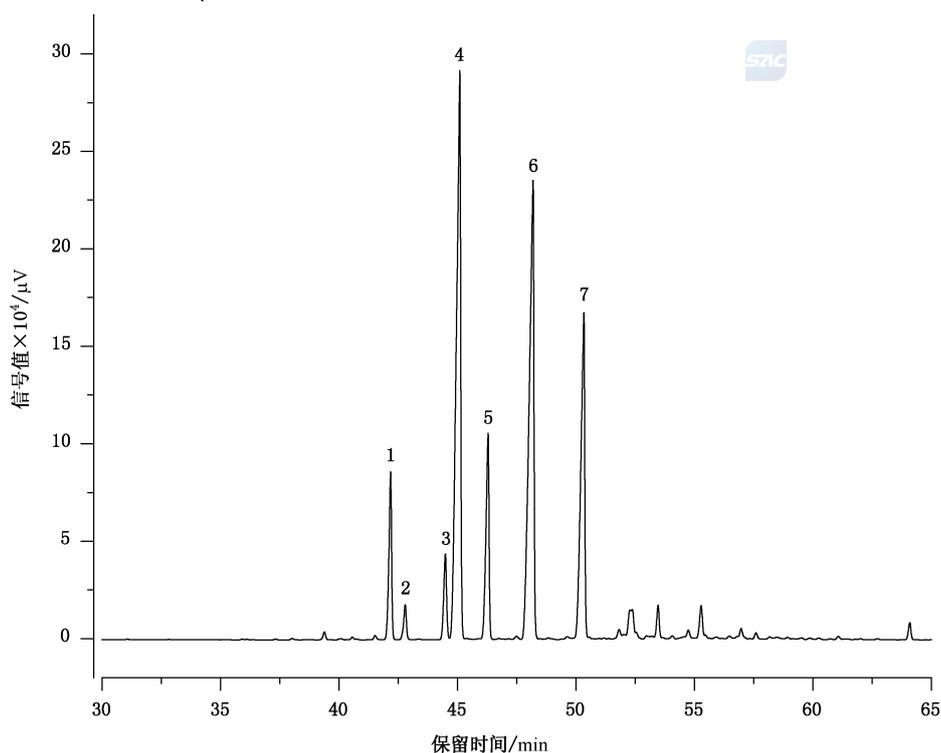
表 D.1 湿地松松香气相色谱分析数据

序号	保留时间/min	相对含量/%	组分名称
1	39.75	3.5	海松酸
2	40.20	3.5	湿地松酸
3	40.34	1.4	山达海松酸
4	41.87	14.7	异海松酸
5	42.96	19.3	长叶松酸/左旋海松酸
6	43.25	3.3	去氢枞酸
7	45.03	27.8	枞酸
8	47.00	18.2	新枞酸

附录 E
(资料性)
思茅松松香气相色谱图及数据

E.1 思茅松松香气相色谱图

气相色谱分析过程和条件见 7.10。所用色谱柱型号为 Rtx-5, 固定相为 5% 苯基-甲基聚硅氧烷, 规格为 30 m×0.25 mm×0.25 μm。思茅松松香气相色谱图见图 E.1。



标引序号说明:

- 1——海松酸;
- 2——山达海松酸;
- 3——异海松酸;
- 4——长叶松酸/左旋海松酸;
- 5——去氢枞酸;
- 6——枞酸;
- 7——新枞酸。

图 E.1 思茅松松香气相色谱图

E.2 思茅松松香气相色谱分析数据

思茅松松香中主要树脂酸组分及其相对含量见表 E.1。

表 E.1 思茅松松香气相色谱分析数据

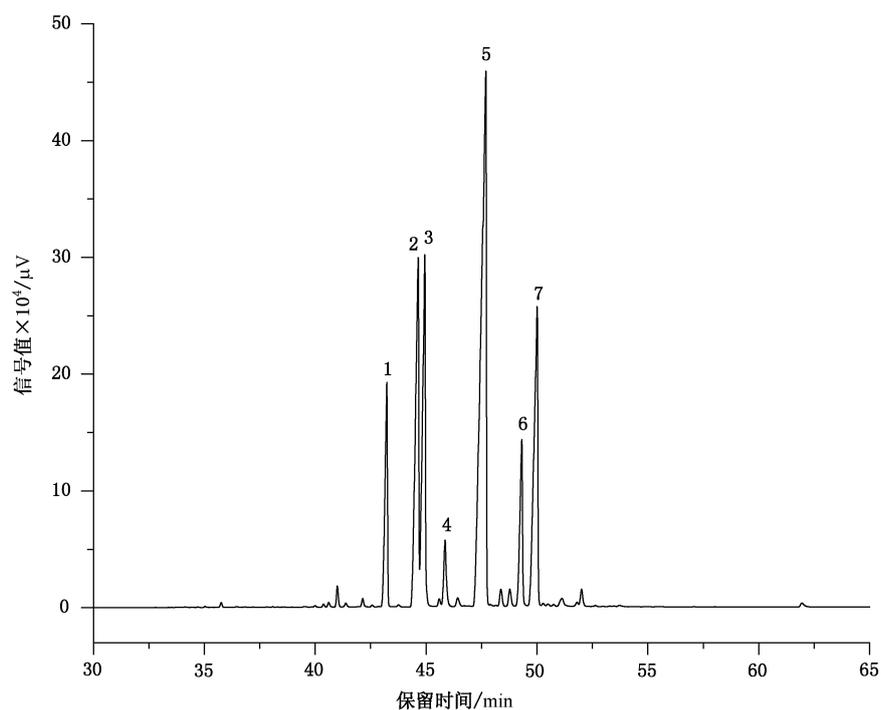
序号	保留时间/min	相对含量/%	组分名称
1	42.18	5.6	海松酸
2	42.79	1.2	山达海松酸
3	44.49	3.1	异海松酸
4	45.10	29.8	长叶松酸/左旋海松酸
5	46.29	7.8	去氢枞酸
6	48.19	26.2	枞酸
7	50.34	16.3	新枞酸



附录 F
(资料性)
南亚松松香气相色谱图及数据

F.1 南亚松松香气相色谱图

气相色谱分析过程和条件见 7.10。所用色谱柱型号为 Rtx-5, 固定相为 5% 苯基-甲基聚硅氧烷, 规格为 30 m×0.25 mm×0.25 μm。南亚松松香气相色谱图见图 F.1。



标引序号说明：

- 1——山达海松酸；
- 2——异海松酸；
- 3——长叶松酸/左旋海松酸；
- 4——去氢枞酸；
- 5——枞酸；
- 6——新枞酸；
- 7——南亚松酸。

图 F.1 南亚松松香气相色谱图

F.2 南亚松松香气相色谱分析数据

南亚松松香中主要树脂酸组分及其相对含量见表 F.1。

表 F.1 南亚松松香气相色谱分析数据

序号	保留时间/min	相对含量/%	组分名称
1	43.23	7.3	山达海松酸
2	44.65	15.1	异海松酸
3	44.94	13.5	长叶松酸/左旋海松酸
4	45.86	2.3	去氢枞酸
5	47.69	35.9	枞酸
6	49.31	5.8	新枞酸
7	50.01	14.6	南亚松酸

GB/T 8146—2022《松香试验方法》 国家标准第 1 号修改单

本修改单经国家市场监督管理总局(国家标准化管理委员会)于 2024 年 10 月 26 日批准,自 2024 年 10 月 26 日起实施。

一、4.1

条标题修改为“加氏颜色标准溶液”;“按照 GB/T 1722—1992 中附录 A 的规定配制”修改为“按照 GB/T 9281.1—2008 中附录 B 的规定配制”。

二、7.3

删除 7.3.1 中“‘加纳色度法’又称为‘铁-钴比色法’”;7.3.3 中“按照 GB/T 1722—1992 甲法铁钴比色法的规定执行”修改为“按照 GB/T 9281.1—2008 的规定执行”;7.3.4 中“铁钴比色计标准色阶号”修改为“加氏颜色标准溶液色号”;7.3.5 中“铁钴比色计标准色阶溶液”和“铁钴比色计标准色阶”均修改为“加氏颜色标准溶液”。

