

ICS 65.050
B 72



中华人民共和国国家标准

GB/T 8146—2003
代替 GB/T 8146—1987

松 香 试 验 方 法

Test methods for rosin

2003-06-17 发布

2003-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准代替 GB/T 8146—1987《松香试验方法》。

本标准与 GB/T 8146—1987 相比变化如下：

- 对于松香色度标准装置 S20 改用了国际照明委员会(CIE)1931 年标准色度学系统的色度指标,采用了 2°视场和 C 光源(见 3.1),使得中国脂松香的颜色标准更接近于美国标准 ASTM D 509—1998《松香取样及定级的标准试验方法》规定的颜色分级标准,以便于出口销售；
- 增加了外观的测定条目(见 3.3),规定了比较直观的透明性定性观测方法；
- 增加了有关测定的方法提要(见 4.1、7.1、8.1)和原理(见 5.1、6.1)；
- 增加了搅拌器的条目(见 4.2.8)；
- 对软化点测定器主要零件圆环的标注尺寸进行了微调(见图 2),使之与 GB/T 4507—1999《沥青软化点测定方法(环球法)》及 ASTM E 28—1999《环球法测定松香及树脂软化点的标准试验方法》的规定数值趋于一致；
- 规范了酸值的单位为毫克每克(mg/g,见 5.4.1)；
- 增加了附录 A。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中华人民共和国国家林业局提出。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所归口。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人：赵振东、刘先章、曹向民、李冬梅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 8146—1987。

松 香 试 验 方 法

1 范围

本标准规定了松香的颜色、外观、软化点、酸值、不皂化物、乙醇不溶物、灰分的检验方法。
本标准适用于松香的检验。

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 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

3 颜色及外观的测定

3.1 颜色的分级

松香颜色的分级是采用松香色度标准块，每套共六个玻璃标准色块。由中国林业科学研究院林产化学工业研究所保存的一套松香色度标准装置 S20 号，规定为松香色度标准块的颜色分级标准，各级颜色的国际照明委员会(CIE)1931 年标准色度学系统的色度指标见表 1。

表 1 松香色度标准块的国际照明委员会(CIE)
1931 年标准色度学系统色度指标
(S20 号各级标准块)

松香颜色级别	色度坐标 x	色度坐标 y	饱和度 $p/(%)$	透过率 $Y/(%)$	主波长 $\lambda/(nm)$
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。

3.2 颜色等级的检验

3.2.1 试样的准备

把要测定的松香样块用电熨斗快速、断续地熨成边长略大于 22 mm 的立方体，并用软纸或棉花把每次熨后产生的熔化松香擦净。最后用来比色的一对工作面应是光滑而平行的平面，其厚度为 22 mm。

3.2.2 定级

松香颜色的等级用目视比较法将试样与松香色度标准块进行直接比较后确定。可以用屋内朝北临窗天空的自然散射光或其他发光稳定的白色散射光源。当出现有下列情况之一，即视为深于色度标准块：

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

松香试样比色后的颜色等级,应以不深于该级色度标准块来确定。

示例:松香试样经比色后颜色深于特级色度标准块而浅于或等于Ⅰ级色度标准块,则该试样颜色定为Ⅰ级。

3.2.3 其他比色仪器

松香颜色检验应以松香色度标准块为定级标准。允许使用经过色度标准块校验后,其比色效果与色度标准块相当的其他比色仪器。

3.3 外观的测定

在室内自然光或正常照明条件下,将按 3.2.1 制得用于测定颜色等级的样块的一个观测面水平放置在普通报纸上,从另一个观测面往下观察,能清晰阅读 5 号印刷字体的定为透明,否则定为不透明。

4 软化点的测定(环球法)

4.1 方法提要

松香没有固定的熔点,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,分别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升温速度加热,包裹着钢球的松香下落固定距离的瞬间温度即为松香的软化点。

4.2 仪器

4.2.1 软化点测定器,装置如图 1,主要零件如图 2。

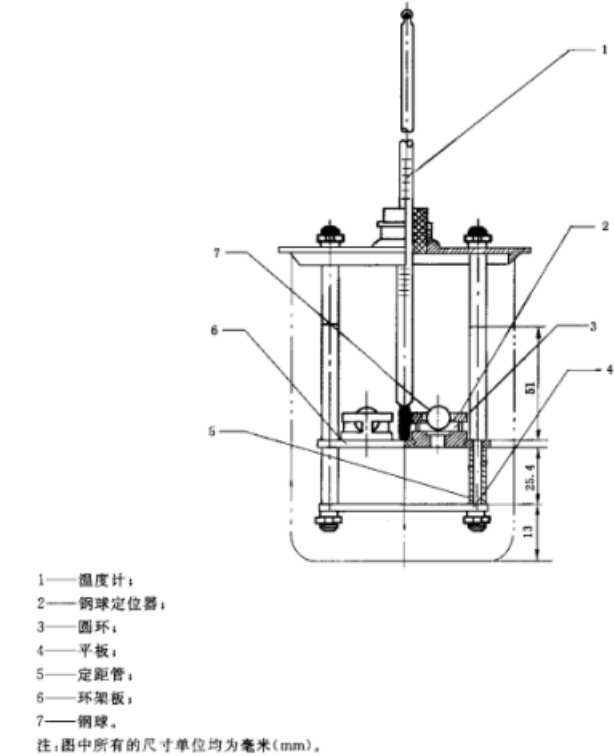
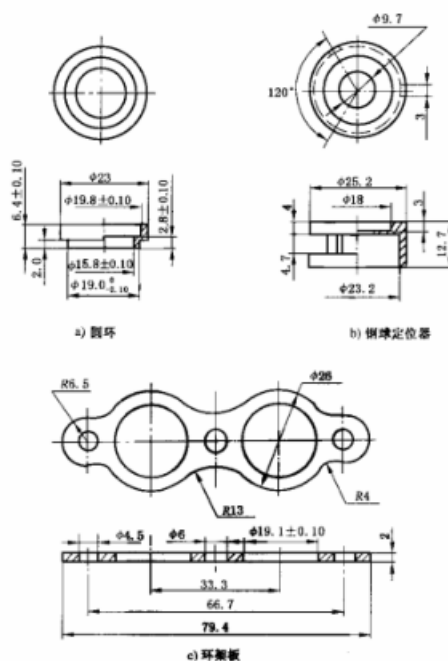


图 1 软化点测定器



注：图中所有的尺寸单位均为毫米（mm）。

图 2 软化点测定器主要零件

- 4.2.2 主要零件圆环、钢球定位器、环架板都应使用黄铜加工制成。
- 4.2.3 钢球，直径 $9.5\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ ，质量 $3.45\text{ g} \sim 3.55\text{ g}$ ，表面应光滑、无锈。
- 4.2.4 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 。
- 4.2.5 环架板和平板的表面粗糙度应大于 $\sqrt{32}$ ，不平直度应小于 $0.1\text{ mm}/100\text{ mm}$ 。
- 4.2.6 温度计，为内标式，浸没高度 55 mm ，尾长 100 mm ，刻度范围 $30^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ ，最小分度为 0.2°C ，水银球外径 $5.0\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$ ，水银球长 $8\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$ ，全长 $380\text{ mm} \pm 10\text{ mm}$ 。
- 4.2.7 烧杯，容量约为 800 mL ，直径 90 mm ，高度不低于 140 mm 。
- 4.2.8 搅拌器，一般使用手动搅拌器，也可使用机械搅拌器或电磁搅拌器。搅拌时速度应均匀，不应形成涡流，不应产生震动，不应产生气泡。

4.3 加热介质

4.3.1 新煮过的蒸馏水

将约 800 mL 普通蒸馏水放入 $1\,000\text{ mL}$ 烧杯中加热至沸腾，然后冷却到 35°C 以下。用于软化点不大于 80°C 的松香样品的测定。

4.3.2 丙三醇（甘油）

符合 GB/T 687，分析纯。用于软化点大于 80°C 的松香样品的测定，重复使用时不应影响测定

结果。

4.4 操作方法

4.4.1 熔一次试样用于同等条件下的两个平行测定。

4.4.2 取粉碎至直径约 5 mm 的松香约 5 g 于器皿中,慢慢加热使其在尽可能低的温度下熔融,避免产生气泡和发烟。将熔融的松香立即注入平放在铜板上预热的圆环中,待松香完全凝固,轻轻移去铜板。环内应充满松香,表面稍有凸起,用电熨斗熨平,以备检验。如环内松香有凹下或气泡等现象,应重新制作。

4.4.3 将准备好的试样圆环放在环架板上,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 800 mL 烧杯内。以上装置完成后,将新煮过的蒸馏水倒入烧杯中,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。

4.4.4 如试样软化点高于 80°C 时,容器内传热介质应改用丙三醇。

4.5 结果和报告

4.5.1 结果

松香的软化点测定采用环球法。

软化点以包裹着钢球的松香落至平板瞬间的温度的数值表示,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$)。

4.5.2 报告

熔一次试样的两个平行测定值允许相差 0.4°C ,取算术平均值为最终结果,表示到小数点后一位。

5 酸值的测定

5.1 原理

松香的主要成分是树脂酸,可进行碱中和反应生成树脂酸盐和水,因此,可以用化学滴定法来测定,其结果用酸值表示。

松香的酸值意义为完全中和质量为 1 g 的松香所消耗氢氧化钾的质量的数值(mg)。

5.2 试剂

5.2.1 中性乙醇

在 95%乙醇(符合 GB/T 679,分析纯)中加入几滴酚酞指示剂,用氢氧化钾溶液滴至微红色 30 s 不褪为止。

5.2.2 10 g/L 酚酞指示剂

取 1 g 酚酞(符合 GB/T 10729,分析纯),用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL。

5.2.3 0.5 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液

将 33 g 氢氧化钾(符合 GB/T 2306,分析纯)溶于少量不含二氧化碳的蒸馏水中,再加入此蒸馏水稀释至 1000 mL,混匀。以工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾(符合 GB 1257)为基准物质,遵照 GB/T 601 中 0.5 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的标定方法进行标定,准确至 0.001 mol/L。

5.3 操作方法

5.3.1 做两份试料的平行测定。

5.3.2 将松香除去外表部分并粉碎好,立即称取 2 g 的试样(精确到 0.001 g)于 250 mL 锥形瓶中,加中性乙醇 50 mL 溶解(必要时在水浴上加热,使试样全部溶解后放冷),加酚酞指示剂 5 滴,然后用 0.5 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液滴定至微红色 30 s 不褪为止。

5.4 结果计算和报告

5.4.1 计算

酸值以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w_0 计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{a}} = \frac{VcM}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——氢氧化钾标准滴定溶液(5.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——氢氧化钾标准滴定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);
 M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值($M=56.11$),单位为克每摩尔(g/mol)。
 计算结果表示到小数点后一位。

5.4.2 报告

两次平行试验允许绝对值相差 0.5 mg/g,取算术平均值为最终结果,表示到小数点后一位。

6 不皂化物的测定

6.1 原理

松香中除了含有能进行皂化反应的树脂酸和少量树脂酸甲酯以外,还含少量不能进行皂化反应的物质。不皂化物能被乙醚等有机溶剂从松香的皂化液中萃取出来。

6.2 试剂

6.2.1 100 g/L 氢氧化钾乙醇溶液

将氢氧化钾(符合 GB/T 2306,分析纯)100 g 溶于 150 mL 蒸馏水中,再加 95%乙醇至 1 000 mL。

6.2.2 乙醚

符合 GB/T 12591,分析纯。

6.2.3 无水乙醇

符合 GB/T 678,分析纯。

6.2.4 0.05 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液

将按 5.2.3 配制的 0.5 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液用不含二氧化碳的蒸馏水稀释 10 倍配制而成。

6.2.5 中性异丙醇

在异丙醇(符合 HG/T 2892,分析纯)中加入几滴酚酞指示剂,用 0.05 mol/L 氢氧化钾标准溶液滴至微红 30 s 不褪为止。

6.3 操作方法

6.3.1 做两份试料的平行试验。

6.3.2 称取 4.95 g~5.05 g 的松香试料,准确至 0.001 g,于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 g/L 氢氧化钾乙醇溶液 20 mL,连接回流冷凝器,置于水浴上加热沸腾 1.5 h,并时常摇动。之后,移去冷凝器,将皂液冷却至室温后加入 50 mL 蒸馏水,然后转入 500 mL 分液漏斗中。用 40 mL 乙醚冲洗锥形瓶,然后移入分液漏斗中,摇动漏斗,静置分为两层。将下层含水皂液放入另一 500 mL 分液漏斗中,上层乙醚溶液留在原漏斗中。

6.3.3 将 30 mL 乙醚加入盛有含水皂液的漏斗中,摇动漏斗,静置分为两层。将皂液放至原皂化用的锥形瓶中,将乙醚液并入第一个分液漏斗中。把锥形瓶中的皂液倒入第二个分液漏斗,再加 30 mL 乙醚,重复处理一次,弃去皂液。

6.3.4 将第三次乙醚液也集中在第一个分液漏斗中,弃去残存皂液,加 2 mL 蒸馏水,慢慢回荡,让水下沉之后,放出并弃去。再加 5 mL 蒸馏水洗乙醚液,弃水,再用 30 mL 蒸馏水洗,弃水,并重复一次。

6.3.5 倒出乙醚液至已恒重的 150 mL 低型烧杯中,用 15 mL 乙醚冲洗漏斗,并加至烧杯中。在水浴上蒸去乙醚。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℃~115℃ 的烘箱中烘 1 h,在干燥器中冷却至室温,称量。

6.3.6 用 15 mL 中性异丙醇溶解烧杯中的剩余物,加入酚酞指示剂 2~3 滴,以 0.05 mol/L 氢氧化钾标准溶液滴定至微红色 30 s 不褪为止。

6.4 结果计算和报告

6.4.1 计算

不皂化物以不皂化物的质量分数 w_6 计,以%表示,按式(2)计算:

$$w_6 = \frac{(m_2 - m_1) - (V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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);

V ——氢氧化钾标准滴定溶液(6.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾标准滴定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);

M ——一元树脂酸的摩尔质量的数值($M=302.45$),单位为克每摩尔(g/mol)。

计算结果表示到小数点后一位。

6.4.2 报告

两次平行试验允许绝对值相差 0.2%,取算术平均值为最终结果,表示到小数点后一位。

7 乙醇不溶物的测定

7.1 方法提要

松香中含有少量不溶于乙醇的杂质。当这样的杂质不能通过 4 号玻璃砂芯坩埚时,即被作为乙醇不溶物。

7.2 试剂

95%乙醇(符合 GB/T 679,分析纯),使用前用 4 号玻璃砂芯坩埚过滤。

7.3 操作方法

7.3.1 做两份试料的平行试验。

7.3.2 称取约 20 g 的试样(准确至 0.1 g)于 250 mL 烧杯中。加 95%乙醇 75 mL,于水浴中加热,并用玻璃棒不断搅拌,待试样完全溶解后,用已恒量的 30 mL 4 号玻璃砂芯坩埚趁热抽滤。用热乙醇 50 mL 分 5 次洗涤,若不溶物和坩埚壁有色渍应再用少量热乙醇洗涤,然后放入烘箱中,在 100℃~105℃下烘至恒量。

7.4 结果计算和报告

7.4.1 计算

乙醇不溶物以乙醇不溶物的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

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)。

计算结果表示到小数点后三位。

7.4.2 报告

两次平行试验允许绝对值相差 0.005%,取算术平均值为最终结果,表示到小数点后三位。

8 灰分的测定

8.1 方法提要

将松香分解炭化并进行一定时间高温灼烧以后,残留的物质称为灰分。

8.2 仪器

8.2.1 马福炉,最高使用温度不低于 950℃,控制温度波动范围不大于±20℃。

8.2.2 瓷坩埚,容量 50 mL。

8.2.3 可调节电炉,或配有可调变压器的电炉,功率 300 W~1 000 W。

8.3 操作方法

8.3.1 将洗净的坩埚(新坩埚可先用 6 mol/L 盐酸水溶液浸泡处理,洗净)放在马福炉中灼烧至恒量,备用。

8.3.2 做两份试料的平行试验。

8.3.3 称取试样 10 g,准确至 0.1 g,置于已恒量的 50 mL 瓷坩埚中,用可调节电炉在通风橱内小心加热,温度逐渐升高,防止松香逸出,直至松香完全炭化。然后将坩埚放入 750℃±20℃的马福炉中灼烧 1.5 h。取出坩埚,先在空气中冷却 1 min~3 min(每次称量时在空气中的冷却时间应严格一致),再放入干燥器中冷却 0.5 h,称量,准确至 0.000 1 g。

重复灼烧、冷却、称量,直至连续两次称量之差不大于 0.000 3 g 为止。

8.4 结果计算和报告

8.4.1 计算

灰分以灰分的质量分数 w_a 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)。

计算结果表示到小数点后三位。

8.4.2 报告

两次平行试验允许绝对值相差 0.005%,取算术平均值为最终结果,表示到小数点后三位。

附 录 A
(规范性附录)
结晶现象判断和含硫定性方法

A.1 松香结晶现象的判断

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。准确表述松香结晶现象,对于衡量松香的产品质量具有参考作用。

A.1.1 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。

A.1.2 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.1.3 结晶现象符合A.1.1和A.1.2者,定为轻微结晶。结晶现象超过A.1.1和A.1.2者,定为部分结晶。

A.2 松香含硫的定性

A.2.1 乙酸铅试纸的制备

A.2.1.1 30 g/L 乙酸铅水溶液

将3.5 g 三水合乙酸铅(符合HG/T 2630,分析纯)溶于蒸馏水中,加蒸馏水至100 mL,得到含30 g/L 乙酸铅的水溶液。

A.2.1.2 乙酸铅试纸

将普通滤纸剪成条状,浸在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,待用。

A.2.2 操作方法

称1.0 g 松香样,放入长约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,若试纸变黑,证明松香中有硫存在。
