

中华人民共和国国家标准

GB/T 33025—2016

松脂掺杂评估方法

Evaluation method for adulterated oleoresin

2016-10-13 发布

2017-05-01 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

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试验方法	2
5 判别与报告	4
附录 A (规范性附录) 松脂液体积与松脂含量换算关系图	6

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准起草单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所、广西梧州日成林化股份有限公司、云南美森源林产科技有限公司。

本标准主要起草人：赵振东、李冬梅、毕良武、李前、周光平、王婧、陈玉湘、卢言菊、古研。

松脂掺杂评估方法

1 范围

本标准规定了掺杂松脂相关的术语与定义、试验方法、判别与报告。
本标准适用于松脂及掺杂松脂的快速评估。

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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 12901 脂松节油
GB/T 33028 松脂中工业盐掺杂物鉴别方法
GB/T 33030 松脂中淀粉类掺杂物鉴别方法
LY/T 1355 松脂

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

掺杂松脂 adulterated oleoresin

掺混了松脂以外物质的松脂。

3.2

松脂掺杂物 adulterant in oleoresin

掺混到松脂中而不属于松脂的任何物质,如沙石、石粉、玻璃粉、石灰、淀粉、盐、过量的水等。

注:在松脂储存过程中需要水覆盖表面作为保护介质以减少松节油挥发与松脂氧化,这部分水能够被简单地排除。

如果有意使水大量掺入松脂并残留在松脂中而不能被正常除去,则这部分过量的水也被视为松脂掺杂物。

3.3

淀粉类掺杂物 starches adulterant

掺混到松脂中而不属于松脂的淀粉类物质,如木薯粉、木薯淀粉及其他植物淀粉等。

3.4

工业盐掺杂物 industrial salt adulterant

掺混到松脂中而不属于松脂的工业盐(氯化钠)。

3.5

硫酸盐类掺杂物 sulphates adulterant

掺混到松脂中而不属于松脂的硫酸盐类物质。

3.6

碳酸盐类掺杂物 carbonates adulterant

掺混到松脂中而不属于松脂的碳酸盐类物质。

4 试验方法

4.1 试剂和溶液

4.1.1 本章中除另有说明外,所用溶液,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,所用试剂均为分析纯试剂,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规定。

4.1.2 松节油:符合 GB/T 12901 脂松节油(优级品)的要求。

4.1.3 饱和氯化钠水溶液:将氯化钠溶于水直至溶液处于饱和状态。

4.1.4 无水乙醇。

4.1.5 10% 氯化钡溶液:将 10 g 氯化钡溶解于 90 g 二次煮沸过的蒸馏水中,密封保存。

4.1.6 10% 盐酸水溶液:量取 27 mL 盐酸(含量 37%),加到适量水中溶解,并加水定容至 100 mL。

4.1.7 30% 硫酸水溶液:量取 17 mL 硫酸(含量 98%),边搅拌边缓慢加到适量水中溶解,再加水定容至 100 mL。

4.2 仪器和设备

4.2.1 量筒:10 mL、20 mL、50 mL、100 mL。

4.2.2 天平:精度为 0.1 g。

4.2.3 恒温烘箱:0 °C~300 °C,精度为 1 °C。

4.2.4 恒温水浴:0 °C~100 °C,精度为 1 °C。

4.2.5 低温水浴:0 °C~40 °C,精度为 1 °C。

4.2.6 温度计:0 °C~50 °C,分度值为 0.5 °C。

4.2.7 移液管:20 mL、50 mL。

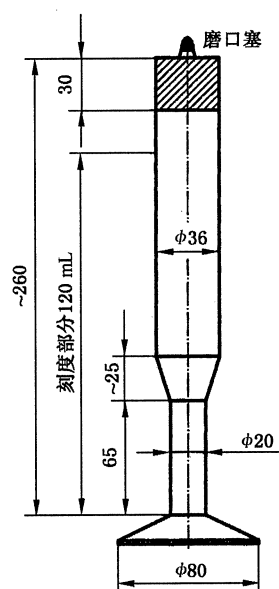
4.2.8 具塞量筒:50 mL。

4.2.9 容量瓶:100 mL。

4.2.10 试管:10 mL。

4.2.11 刻度吸管:2 mL。

4.2.12 松脂评估装置:120 mL,要求如图 1。



注 1: 本件要求耐热玻璃加工,单位为毫米(mm)。

注 2: 高度 65 mm 部分刻度最小分度 0.5 mL,其他部分最小分度 1.0 mL。

图 1 松脂评估装置

4.3 取样方法

按照 LY/T 1355 规定进行。

4.4 松脂含量的快速评估

4.4.1 操作方法

4.4.1.1 称取松脂样品 25 g(准确至 0.1 g)加入到 120 mL 松脂评估装置中,用移液管加入 50 mL 松节油和 20 mL 饱和氯化钠水溶液。

4.4.1.2 将松脂评估装置放入 80 °C~85 °C 的水浴中,同时不断地摇动装置,松脂全部溶解后把装置转入到 25 °C~35 °C 的低温水浴中冷却,待脂液温度降到 25 °C±0.5 °C 或 30 °C±0.5 °C 时,静置 2 min 后读取温度,松脂溶解后形成的脂液(油层)应透明或半透明,水层应透明,油水界面应清晰。读取松脂液层上端的体积数值和松脂液层下端的体积数值。二者之差值即为松脂液的体积数值,用 x 表示(单位为 mL),按式(1)计算。

$$x = V_1 - V_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——松脂液层上端的体积读数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——松脂液层下端的体积读数值,单位为毫升(mL)。

4.4.2 计算与报告

根据上述松脂液(油层)体积的数值(x , mL),查阅松脂含量(y , %)与松脂液体积(x , mL)对照图表(见附录 A),或按附录 A 的计算式,测算出待测松脂样品中松脂的含量。

松脂的含量以样品中所含松脂的质量分数(y)计,以质量分数(%)表示,报告至小数点后 1 位。

4.5 松脂含量的准确测定(特别提示)

需要准确测定样品中的松脂含量时,应按照 LY/T 1355 的规定进行。

4.6 松脂中淀粉类掺杂物的鉴别

淀粉类掺杂物与碘结合生成蓝色、紫色或棕红色络合物,通过目视观察的方法对松脂中是否存在淀粉类掺杂物做出定性鉴别,其鉴别方法按照 GB/T 33030 的规定进行。

4.7 松脂中工业盐(氯化钠)掺杂物的鉴别

通过与硝酸银发生化学反应,根据反应生成白色沉淀等特定现象,对松脂中是否存在的工业盐掺杂物做出定性鉴别,其鉴别方法按照 GB/T 33028 的规定进行。

4.8 松脂中水溶性硫酸盐类和碳酸盐类掺杂物的鉴别

4.8.1 试样的制备

称取均匀的松脂样品 10 g(准确至 0.1 g)至 50 mL 具塞量筒中,用移液管加入 20 mL 松节油和 10 mL 水,于 80 °C~85 °C 水浴中,经常摇动至松脂完全溶解后,冷却至室温,作为试样备用。

4.8.2 检验步骤

4.8.2.1 水溶性硫酸盐类的鉴别

水溶性硫酸盐类按照以下步骤进行鉴别:

- a) 用刻度吸管吸取上述试样中的水层试液 2 mL 放入试管中;
- b) 往试管中滴加 3 滴~5 滴 10% 氯化钡溶液,观察试管中水溶液的变化;
- c) 若没有发生变化,说明松脂样品中没有水溶性硫酸盐;若产生白色沉淀,往该溶液中滴加 10% 盐酸水溶液,观察溶液及沉淀变化;若该沉淀不能被盐酸溶解,说明松脂样品中存在水溶性硫酸盐类掺杂物。

4.8.2.2 水溶性碳酸盐类的鉴别

用上述试样进行水溶性碳酸盐的鉴别,步骤如下:

- a) 用刻度吸管往上述余下的试样中慢慢滴加 1 mL 30% 硫酸溶液,目视观察试样中是否有气泡生成;
- b) 若没有气泡生成,说明松脂样品中没有水溶性碳酸盐类掺杂物;若有气泡生成,说明松脂样品中有水溶性碳酸盐类掺杂物。

4.9 松脂中水不溶性沉降型机械杂质的鉴别

观察上述试样制备过程中水层底部是否有水不溶性沉降型机械杂质,如砂石、石粉、玻璃粉、泥土、氢氧化钙(石灰)掺杂物的存在。

5 判别与报告

5.1 判别

5.1.1 根据 4.6 试验方法判定松脂样品中是否存在淀粉类掺杂物。

5.1.2 根据 4.7 试验方法判定松脂样品中是否存在工业盐(氯化钠)掺杂物。

5.1.3 根据 4.8.2.1 试验方法判定松脂样品中是否存在水溶性硫酸盐类掺杂物。

5.1.4 根据 4.8.2.2 试验方法判定松脂样品中是否存在水溶性碳酸盐类掺杂物。

5.1.5 根据 4.9 试验方法判定松脂样品中是否存在水不溶性沉降型机械杂质,如砂石、石粉、玻璃粉、泥土、氢氧化钙(石灰)掺杂物。

5.2 报告

5.2.1 报告被测样品中的松脂含量(%,评估值)。

5.2.2 报告被检测样品中可能掺杂的成分。

附录 A
(规范性附录)

松脂液体积与松脂含量换算关系图

松脂液体积与松脂含量换算关系图见图 A.1。

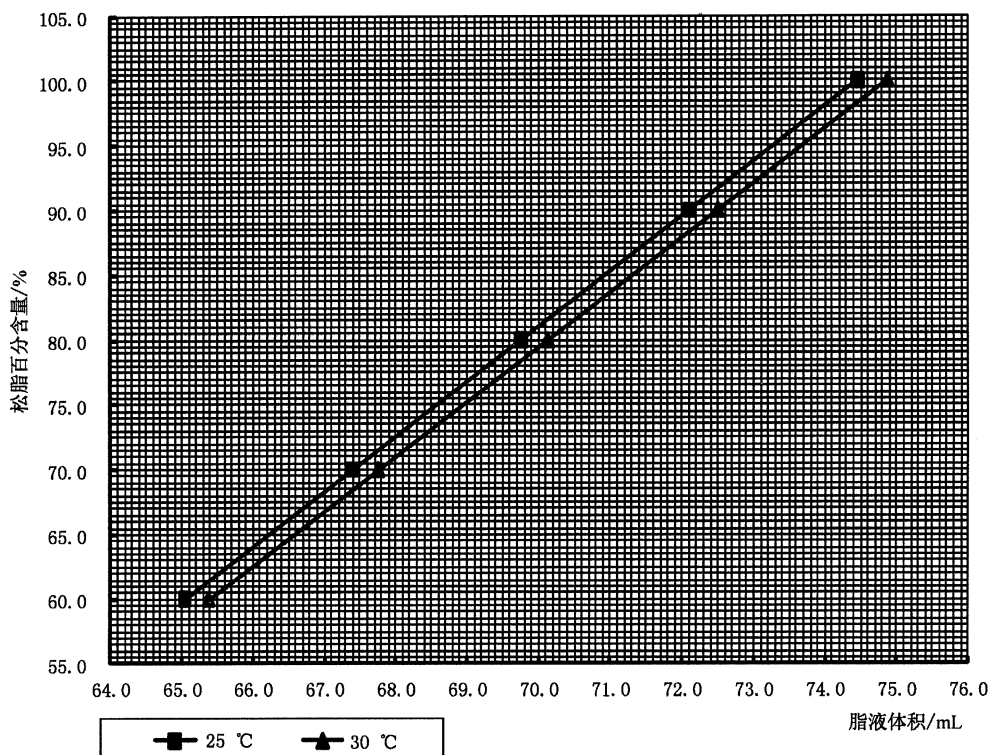


图 A.1 松脂液体积与松脂含量换算关系图

图 A.1 中,从左至右的 2 根线分别对应的松脂液测定温度为 25 °C(■)和 30 °C(▲),相应的松脂含量与松脂液体积对应关系式分别为式(A.1)和式(A.2):

$$y_{25} = 4.248x - 216.3 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

$$y_{30} = 4.211x - 215.3 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

y_{25} ——25 °C时松脂含量的评估值,%;

x ——松脂溶液(油层)体积的数值,单位为毫升(mL);

y_{30} ——30 °C时松脂含量的评估值,%。