

ICS 65.020

B 60

LY

中华人民共和国林业行业标准

LY/T 3157—2019

松脂化学组成分析方法 毛细管气相色谱法

Analytical method for composition of pine oleoresin—

Capillary gas chromatography

(发布稿)

2019-10-23 发布

2020-04-01

国家林业和草原局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 原理	1
3 试剂和材料	1
4 仪器	1
4.1 气相色谱仪	1
4.2 色谱柱	1
4.3 数据处理系统	1
5 气相色谱操作条件	1
6 分析方法和步骤	2
6.1 试剂的配制方法	2
6.2 测试样品的预处理方法	2
6.3 气相色谱仪的校正	2
6.4 进样分析	2
6.5 定性分析	2
6.6 定量分析	2
附录 A (资料性附录) 马尾松松脂的典型色谱图	4
附录 B (资料性附录) 湿地松松脂的典型色谱图	6
附录 C (资料性附录) 思茅松松脂的典型色谱图	8

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第一部分：标准的结构和编写规则》的要求编写。
本标准由全国林化产品标准化技术委员会提出并归口。
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、广东林业科学研究院。
本标准主要起草人：高宏、商士斌、饶小平、沈明贵、陈利芳。
本标准为首次发布。

松脂化学组成分析方法 毛细管气相色谱法

1 范围

本标准规定了松脂主要化学成分的毛细管气相色谱测定方法，主要化学成分包括单萜类、倍半萜类和二萜树脂酸等。

本标准适用于马尾松松脂、湿地松松脂、思茅松松脂等的成分分析。

2 原理

将松脂样品经甲酯化处理后注入气相色谱仪的气化室，气化后随载气进入毛细管色谱柱达到有效分离流出，得到的各种松脂成分用氢火焰离子化检测器（FID）检测，实现对松脂成分的分析。

3 试剂和材料

除特殊说明外本标准所用试剂均为分析纯。

- 3.1 氮气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 3.2 氢气（纯度 $\geq 99.99\%$ ）、空气（要经过滤、净化和干燥）。
- 3.3 25%四甲基氢氧化铵水溶液。
- 3.4 1%的酚酞乙醇溶液。
- 3.5 无水乙醇（GB/T 678）

4 仪器

4.1 气相色谱仪

具有以下配置：

- 4.1.1 具有分流装置的进样口。
- 4.1.2 程序升温控制器。
- 4.1.3 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

4.2 色谱柱

5%苯基-甲基聚硅氧烷毛细管柱或相当型号的弱极性毛细管柱。

4.3 数据处理系统

色谱仪配置的具有积分功能的色谱工作站。

5 气相色谱操作条件

气相色谱操作推荐使用如下条件，可以适当调节以达到最佳分离效果。

气相色谱仪分析条件：起始温度60℃，保持2 min，以4℃/min升温到200℃，保持2 min，再以2℃/min升温到250℃，保持10 min至结束；汽化和检测温度：260℃；载气：氮气；载气柱流量：2.90 mL/min；分流比：1/100；进样量：0.35~0.50 μL，分流比、进样量视出峰情况可调。氢火焰离子化检测器（FID）。

6 分析方法和步骤

6.1 试剂的配制方法

6%的四甲基氢氧化铵-甲醇溶液：取10 ml的25%四甲基氢氧化铵水溶液，加入31 ml 无水甲醇，摇动使均匀。

6.2 测试样品的预处理方法

将松脂搅拌均匀，称取约50 mg的被测试样品于具塞的5 mL刻度试管中，用1.0~2.0 mL无水甲醇溶解，离心过滤处理，加1滴1%酚酞指示剂，用6%的四甲基氢氧化铵-甲醇溶液滴至微红色，再滴加无水甲醇至5 mL刻线，混合均匀后配成浓度为1%左右的测试样品待用。

6.3 气相色谱仪的校正

按第4章气相色谱仪配置的要求，可以使用已知的校准物：如松节油和松香的标准样品，按标准样品的说明书对气相色谱仪进行校正和最优化处理，使仪器的分离效果处于最佳程度。

6.4 进样分析

用进样器取适量（0.1~1.0 μL）的试样注入气相色谱仪气化室进行分析，连续进样三次平行分析。

6.5 定性分析

松脂样品分析得到的色谱图与本标准提供的资料性附录进行定性比对，通过各组分色谱峰形态、流出顺序、保留时间等要素进行比对确定。

三种松属树种（马尾松、湿地松、思茅松）的松脂气相色谱图的各组分成分定性的资料数据示例，详见资料性附录A至附录C。

6.6 定量分析

6.6.1 松脂组分相对质量分数的测定采用色谱峰峰面积归一化方法处理。用（6.3）得到的色谱图和色谱数据进行计算处理，试样中每种松脂组分*i*的含量*C_i*，是以该组分*i*的峰面积与所有流出组分峰面积的总和比计，计算结果以%表示，按式（1）计算：

$$c_i(\%) = \frac{A_i}{\sum_{i=0-n} A_i} \times 100 \quad \dots \dots \dots (1)$$

式中：

C_i——松脂组分*i*的相对百分含量；

A_i——组分*i*的峰面积积分；

$\sum_{i=0-n} A_i$ ——除溶剂以外的所有色谱峰峰面积的总和。

6.6.2 报告

单个组分的质量分数，报告至小数点后两位。

原创力文档

max.book118.com

预览与源文档一致,下载高清无水印

原创力文档

max.book118.com

预览与源文档一致,下载高清无水印

原创力文档

max.book118.com

预览与源文档一致,下载高清无水印

原创力文档

max.book118.com

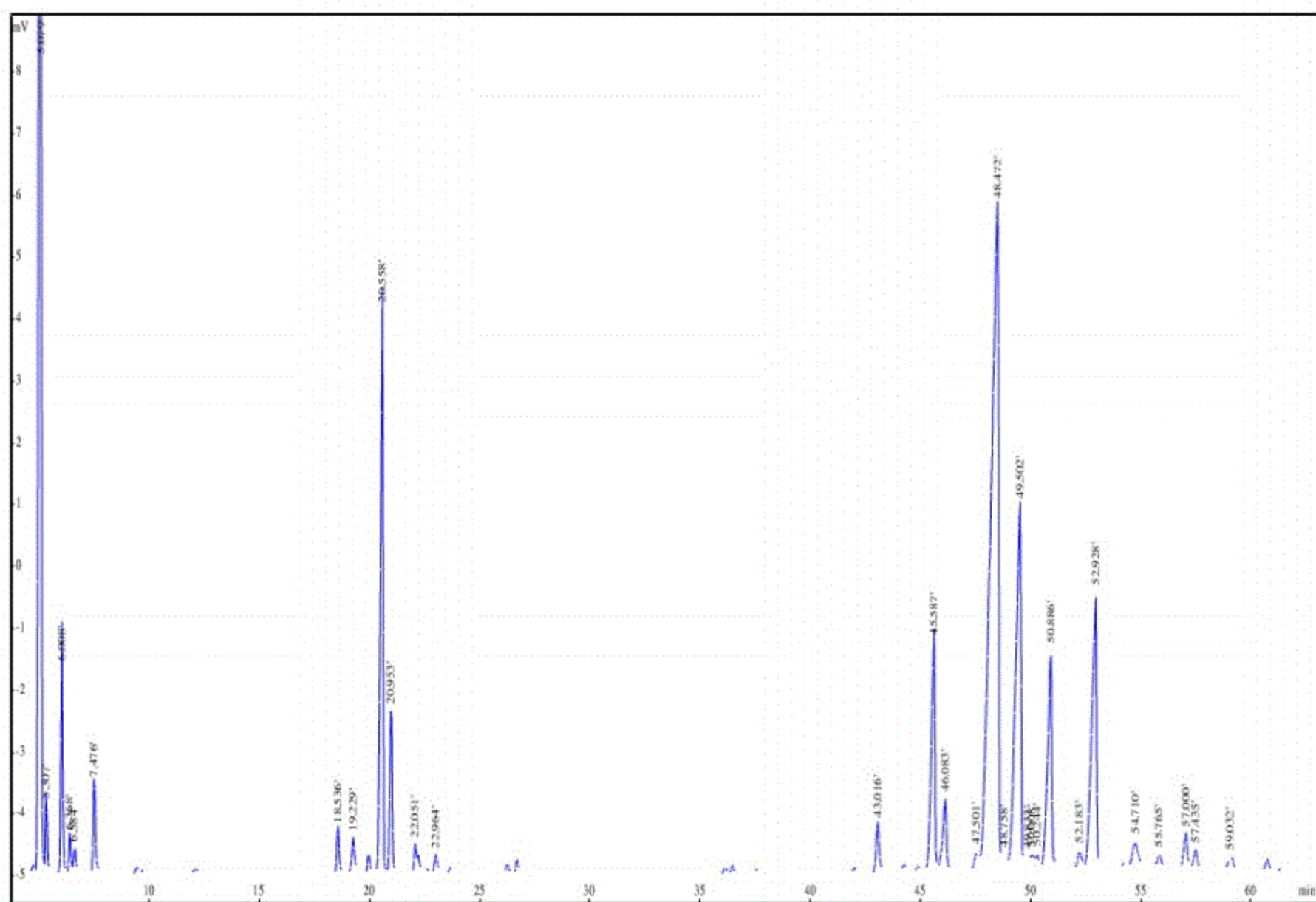
预览与源文档一致,下载高清无水印

附录 A
(资料性附录)
马尾松松脂的典型色谱图

A.1 色谱条件

色谱柱型号：DB-5；规格：30 m×0.32 mm×0.25 μm；分析条件见第5章；气相色谱仪：GC-750。

A.2 马尾松松脂气相色谱图



组成分析结果

峰序	保留时间[min]	组分名
1	5.079	α -蒎烯
2	5.307	茨烯
3	6.008	β -蒎烯
4	6.368	香叶烯
5	6.584	3-萜烯
6	7.476	苧烯

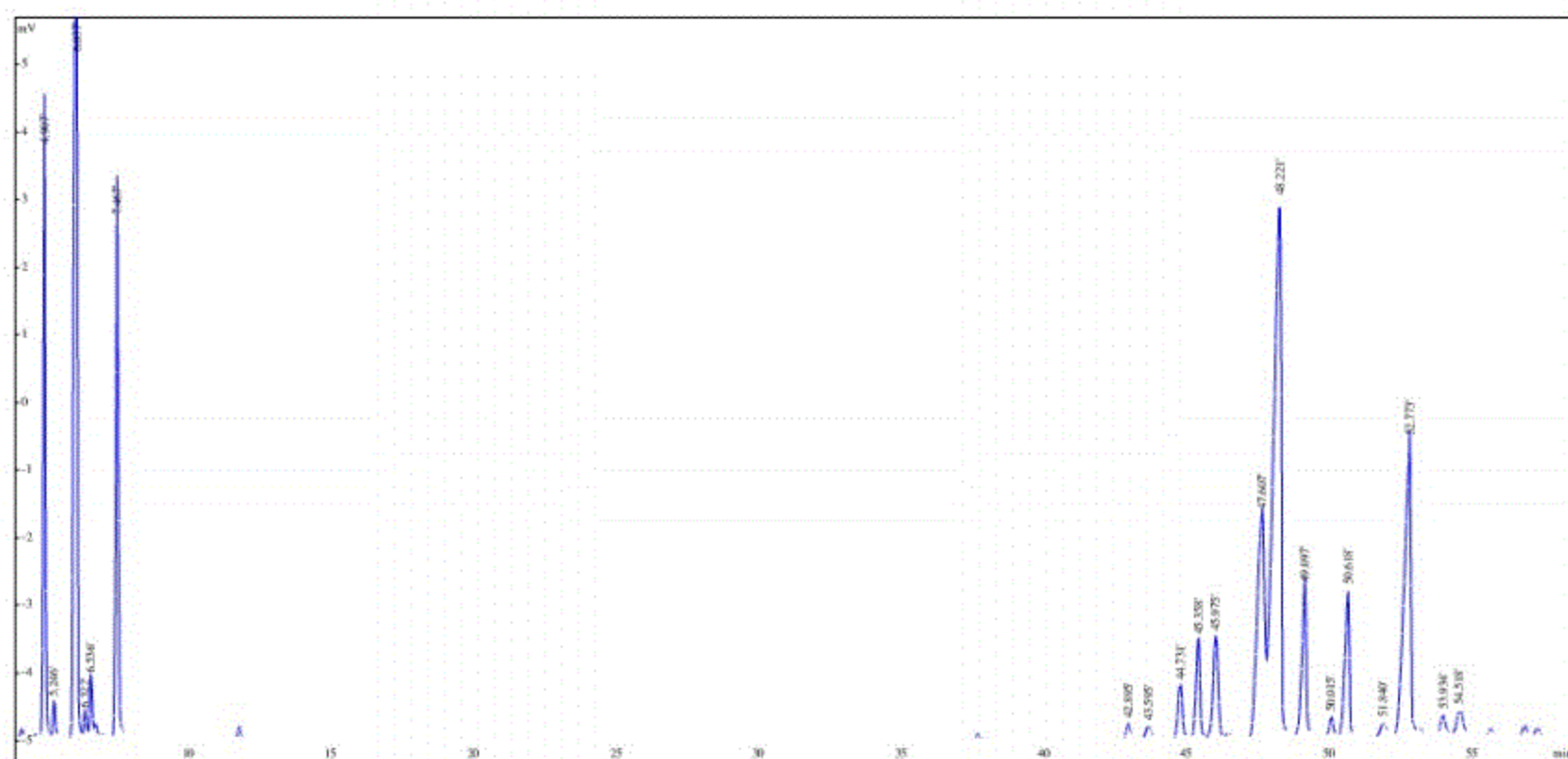
7	18.536	柏木烯
8	19.229	β -蒎烯
9	20.558	长叶烯
10	20.953	石竹烯
11	22.051	未知
12	22.964	未知
13	43.016	山达海松醛
14	45.587	海松酸
15	46.083	山达海松酸
16	47.501	异海松酸
17	48.472	长叶松酸/左旋海松酸
18	49.502	去氢松酸
19	50.886	枞酸
20	52.928	新枞酸
21	54.710	枞三烯酸

附 录 B
(资料性附录)
湿地松松脂的典型色谱图

B.1 色谱条件

色谱柱型号：DB-5；规格：30 m×0.32 mm×0.25 μm；分析条件见第5章；气相色谱仪：GC-750。

B.2 湿地松松脂气相色谱图



组成分析结果

峰序	保留时间 [min]	组分名
1	4.907	α -蒎烯
2	5.246	蒎烯
3	6.037	β -蒎烯
4	6.322	香叶烯
5	6.536	3-萜烯
6	7.467	苧烯
7	44.731	未知
8	45.358	海松酸
9	45.975	湿地松酸
10	47.607	异海松酸
11	48.221	长叶松酸/左旋海松酸
12	49.097	去氢松酸

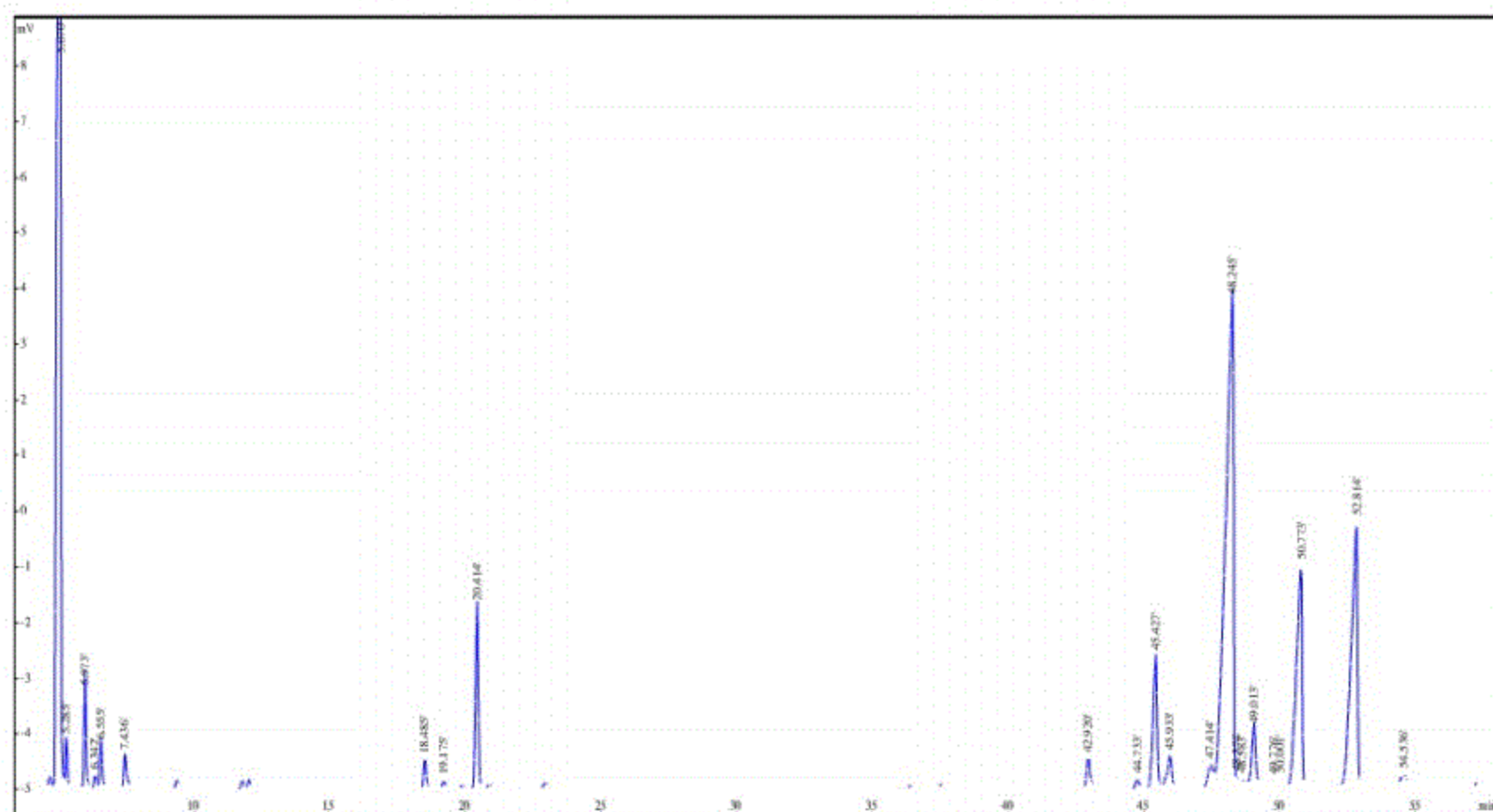
13	50.618	枞酸
14	51.840	未知
15	52.773	新枞酸
16	53.934	未知
17	54.518	枞三烯酸

附 录 C
(资料性附录)
思茅松松脂的典型色谱图

C.1 色谱条件

色谱柱型号：DB-5；规格：30 m×0.32 mm×0.25 μm；分析条件见第5章；气相色谱仪：GC-750。

C.2 思茅松松脂气相色谱图



组成分析结果

峰序	保留时间 [min]	组分名
1	5.070	α -蒎烯
2	5.285	苾烯
3	5.973	β -蒎烯
4	6.342	香叶烯
5	6.555	3-萜烯
6	7.436	苧烯
7	18.485	α -柏木烯
8	19.175	β -玟巴烯
9	20.414	长叶烯
10	42.920	山达海松醛
11	44.733	未知

12	45.427	海松酸
13	45.933	山达海松酸
14	47.414	异海松酸
15	48.245	长叶松酸/左旋海松酸
16	49.013	去氢松酸
17	50.773	枞酸
18	52.814	新枞酸
19	54.536	枞三烯酸