

LY

中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1645—2005

日 用 樟 脑

Domestic camphor

2005-08-16 发布

2005-12-01 实施

国家林业局 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 外观、性状、嗅味感	1
5 要求	1
6 试验方法	2
7 检验规则	5
8 形状、大小、包装及标志	5
9 贮存及运输	6
10 卫生及管理	6
附录 A (资料性附录) 标准樟脑与标准乙酸龙脑酯混和溶液的 GC 分析图谱	7
附录 B (资料性附录) 相对质量校正因子的测定及计算	8
附录 C (资料性附录) 日用樟脑内标法 GC 分析图谱	9
附录 D (资料性附录) 樟脑与可能用于掺假的几种物质	10

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 均为资料性附录。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所提出。

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、李冬梅、毕良武、曹向民。

本标准首次发布。

引 言

本标准是关于日用樟脑制品的一般性通用标准。

日用樟脑制品使用的主要原料合成樟脑是由天然的松节油蒎烯经过异构化、萜烯的加成酯化后皂化(或者萜烯的直接水合)、异龙脑脱氢等一系列化学反应和精馏、结晶、升华等一系列化工单元操作过程得到的产品,为白色粉末状结晶,无旋光活性,有芳香气味和清凉感。合成樟脑的化学名称为萜酮-2,系统命名为1,7,7-三甲基-双环[2,2,1]庚烷-2-酮。它与天然樟脑的区别在于旋光本领。樟脑被推荐为绿色环保产品用于防虫蛀剂产品的生产。

本标准适用于以合成樟脑或者天然樟脑为基本原料制得的各种不同形状的日用樟脑制品。这些樟脑制品主要用于衣服、织物、书籍、档案、纸张、木材等物品的防蛀、驱虫、防腐、熏香等。

日 用 樟 脑

1 范围

本标准规定了日用樟脑的外观、性状、嗅味感、要求、试验方法、功能添加剂、形状、大小、包装、标志、贮存、运输、卫生和管理。

本标准适用于以合成樟脑或者天然樟脑为基本原料制得的各种不同形状的日用樟脑制品。

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB/T 4895 合成樟脑
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- HJBZ 32—1999 安全型防虫蛀剂

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

日用樟脑 **domestic camphor**

以合成樟脑或者天然樟脑为基本原料，必要时可添加一定比例的功能添加剂如色素、香精或香料等，然后经过冲压成形等工艺过程制得的具有各种不同形状和不同大小的，主要用于衣服、织物、书籍、档案、纸张、木材等物品的防蛀、驱虫、防腐、熏香等的樟脑制品。

3.2

功能性添加剂 **functional additives**

为了增加产品的视觉美感、调整香型、附加其他功能等根据不同的制品要求而加入的，但对人体无毒、无害且对环境没有不利影响的少量成分。

注：常见的可能用于掺假的几种不能作为功能添加剂使用的物质（如萘、对二氯苯等）的色谱分析图谱以及相对保留时间参见附录 D。

4 外观、性状、嗅味感

4.1 外观

无色或有色的、有表面光泽的透明或半透明固体。

4.2 溶解性

不溶于水且浮于水面之上，易溶于乙醇、乙醚、三氯甲烷等有机溶剂。

4.3 气味

具有樟脑特有的芳香气味和清凉嗅味感，或者具有某种人工加入的芳香气味，无其他异味。

5 要求

日用樟脑制品的品质应符合表 1 的要求。

表 1 日用樟脑的技术要求

外观	气味	密度 $\rho^{23}/(\text{g}/\text{cm}^3)$	樟脑/(%) \geq	异龙脑/(%) \leq	不挥发物/(%) \leq	功能性添加剂/(%) \leq
无色或有色的、有表面光泽的透明或半透明固体	樟木样香气或者添加香料的香气	0.872~ 0.982	92	2	1	5

6 试验方法

6.1 外观和气味

用目测和嗅闻的方法进行外观和气味的观察和判断。

6.2 密度的测定

按照 GB/T 4472 中有关密度小于 1 的固体物质密度测定的方法进行。

6.3 樟脑含量的气相色谱法测定

日用樟脑中主成分樟脑含量的测定方法采用将樟脑和标准乙酸龙脑酯按一定质量比例制成一定浓度的溶液,然后进行气相色谱分析,采用内标或外标的方法进行计算。

6.3.1 试剂和材料

6.3.1.1 试剂

6.3.1.1.1 标准樟脑

标准樟脑,含量应不低于 99.5%。

6.3.1.1.2 标准乙酸龙脑酯

标准乙酸龙脑酯,含量应不低于 99.5%。

6.3.1.1.3 无水乙醇

分析纯,符合 GB/T 678 的规定。

6.3.1.2 内标和参照液

6.3.1.2.1 内标化合物

内标化合物采用标准乙酸龙脑酯,含量应不低于 99.5%。

6.3.1.2.2 参照液 A 的配制

用分析天平称取 250 mg 标准樟脑,准确至 0.1 mg,放入 5 mL 容量瓶中,以无水乙醇溶解到刻度,配成浓度为 50 mg/mL 的标准樟脑参照液 A。

6.3.1.2.3 参照液 B 的配制

用分析天平称取 250 mg 标准乙酸龙脑酯,准确至 0.1 mg,放入 5 mL 容量瓶中,以无水乙醇溶解到刻度,配成浓度为 50 mg/mL 的标准乙酸龙脑酯参照液 B。

6.3.1.3 试液

称取 250 mg 日用樟脑试样,准确至 0.1 mg,放入 5 mL 容量瓶中,以无水乙醇溶解到刻度,得 50 mg/mL 的试液。

6.3.1.4 载气和辅助气体

6.3.1.4.1 载气,可以采用氮气(N_2)或者氦气(He)。

6.3.1.4.2 氢气(H_2),按所用检测器的要求使用。

6.3.1.4.3 空气,空气需经过滤、净化和干燥。

6.3.1.4.4 以上气体均应该经过干燥才能使用。载气、氢气的纯度均应在 99.7% 以上。

6.3.2 仪器

6.3.2.1 气相色谱仪

用具有氢火焰离子化检测品(FID)的气相色谱仪进行分析。

6.3.2.2 色谱数据记录和处理装置

可使用安装了色谱工作站软件的计算机或者具有色谱数据记录和处理功能的各种色谱数据处理机。

6.3.3 测定条件

6.3.3.1 色谱柱为石英毛细管色谱柱,内涂 SE-54 弱极性固定液,也可内涂 FFAP 或 PEG-20M 等极性固定液,膜厚 $0.25\ \mu\text{m}\sim 0.50\ \mu\text{m}$,柱长 30 m,内径 $0.25\ \text{mm}\sim 0.40\ \text{mm}$ 。

注:用不同固定液的色谱柱进行分析时,柱温、色谱峰的顺序及保留时间等可能不一样。

6.3.3.2 进样器温度为 250°C 。

6.3.3.3 柱温为 130°C 。

6.3.3.4 检测器为氢火焰离子化检测器(FID)。

6.3.3.5 检测器温度为 220°C 。

6.3.3.6 分流比:65:1。

6.3.3.7 进样量为 $0.5\ \mu\text{L}$ 。

6.3.4 樟脑的定性分析

6.3.4.1 参照溶液的分析

将参照液 A(6.3.1.2.2)按 6.3.3 规定的色谱分析条件进行气相色谱分析,或者在选定的最佳色谱分析条件下进行气相色谱分析,求得标准樟脑的色谱保留时间,调整色谱分析条件,使樟脑的保留时间在 $5\ \text{min}\sim 8\ \text{min}$ 。

将参照液 B(6.3.1.2.3)按 6.3.3 规定的色谱分析条件进行气相色谱分析,或者在选定的最佳色谱分析条件下进行气相色谱分析,求得标准乙酸龙脑酯的色谱保留时间,调整色谱分析条件,使乙酸龙脑酯的保留时间在 $8\ \text{min}\sim 14\ \text{min}$ 。

分别移取参照液 A(6.3.1.2.2)和参照液 B(6.3.1.2.3)各 $1\ \text{mL}$,混和后按 6.3.3 规定的色谱分析条件进行气相色谱分析,或者在选定的最佳色谱分析条件下进行气相色谱分析,分别求得标准樟脑和标准乙酸龙脑酯的色谱保留时间,调整色谱分析条件,使樟脑的保留时间在 $5\ \text{min}\sim 8\ \text{min}$,而乙酸龙脑酯的保留时间在 $8\ \text{min}\sim 14\ \text{min}$ 。

示例:标准樟脑和标准乙酸龙脑酯的色谱分析图谱示例参见附录 A。

6.3.4.2 试样的分析

用 $1\ \mu\text{L}$ 微量进样器吸取 $0.5\ \mu\text{L}$ 试液进行气相色谱分析,求得保留时间,并与参照液的标准樟脑之保留时间对比,二者应相同。

6.3.4.3 共层析

分别用 $1\ \text{mL}$ 移液管取 $1\ \text{mL}$ 参照液 A 和试液,混合摇匀后吸取 $0.5\ \mu\text{L}$ 混合液进行气相色谱分析,标准樟脑出峰位置只允许出现一个完整的色谱主峰。

6.3.5 樟脑含量测定法

6.3.5.1 相对校正因子的测定

6.3.5.1.1 操作方法

分别用 $1\ \text{mL}$ 移液管移取参照液 A(标准樟脑) $0.9, 1.0, 1.1\ \text{mL}$ 和参照液 B(内标物标准乙酸龙脑酯) $1.1, 1.0, 0.9\ \text{mL}$,分别混合为 $2\ \text{mL}$ 校正因子测试液,摇匀后吸取 $0.1\ \mu\text{L}\sim 0.5\ \mu\text{L}$ 混合液进行气相色谱分析,分别测定标准樟脑和标准乙酸龙脑酯相应的峰面积,然后计算相应的樟脑对乙酸龙脑酯的相对质量校正因子,并求平均值。

示例:校正因子的测定及计算示例参见附录 B。不同的色谱条件应做不同的校正因子测定。

6.3.5.1.2 计算

樟脑对乙酸龙脑酯的相对质量校正因子以标准樟脑和标准乙酸龙脑酯的质量面积分数的比值 F_c 计,按式(1)计算:

$$F_c = \frac{C_c m_c A_{IS}}{C_{IS} m_{IS} A_c} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

F_c ——标准樟脑对于内部标准物质乙酸龙脑酯的相对质量校正因子的数值;

A_c ——标准樟脑峰的面积的数值,单位为微伏·秒($\mu V \cdot s$);

A_{IS} ——内标物质标准乙酸龙脑酯峰的面积的数值,单位为微伏·秒($\mu V \cdot s$);

m_c ——标准樟脑的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_{IS} ——内标物质标准乙酸龙脑酯的质量的数值,单位为毫克(mg);

C_c ——标准樟脑的含量的数值, %;

C_{IS} ——内标物质标准乙酸龙脑酯的含量的数值, %。

计算结果表示到小数点后两位。

6.3.5.2 试样的测定

6.3.5.2.1 操作方法

6.3.5.2.1.1 同一试液进行两次气相色谱平行测定。

6.3.5.2.1.2 试液混和法:分别用移液管移取试液和参照液 B(内标物质标准乙酸龙脑酯)各 1 mL,置于具塞小试管中混和并摇匀,然后用微量进样器吸取 0.1 μL ~0.5 μL 混和液进行气相色谱分析,分别测得主成分樟脑和内标物乙酸龙脑酯的峰面积。

6.3.5.2.1.3 直接称量法:分别称取日用樟脑试样和内标物质标准乙酸龙脑酯各 50 mg,准确到 0.1 mg,置于具塞小试管中,用 1 mL 无水乙醇溶解并混和摇匀,然后用微量进样器吸取 0.1 μL ~0.5 μL 混和液进行气相色谱分析,分别测得主成分樟脑和内标物乙酸龙脑酯的峰面积。

示例:试样的色谱分析图谱示例参见附录 C。

6.3.5.3 结果计算及报告

6.3.5.3.1 计算

日用樟脑中主成分樟脑的含量以樟脑及其同分异构体(小茴香酮和莰酮-3)在样品中的质量分数 ω_c 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$\omega_c = \frac{m_{IS} C_{IS} F_c \sum A_i}{A_{IS} m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

F_c ——樟脑对于内部标准物质乙酸龙脑酯的相对质量校正因子的数值,并近似作为樟脑同分异构体对乙酸龙脑酯的相对质量校正因子的数值使用。

$\sum A_i$ ——樟脑及其同分异构体峰的峰面积的和的数值,单位为微伏·秒($\mu V \cdot s$);

A_{IS} ——内标物质乙酸龙脑酯的峰面积的数值,单位为微伏·秒($\mu V \cdot s$);

m ——试样的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_{IS} ——内标物质乙酸龙脑酯的质量的数值,单位为毫克(mg);

C_{IS} ——标准乙酸龙脑酯的含量的数值, %。

计算结果表示到小数点后一位。

6.3.5.3.2 结果报告

两次平行试验结果允许绝对相差不大于 0.5%,以算术平均值为结果,报告至小数点后第一位。

6.4 异龙脑的测定方法

制品中异龙脑(含龙脑)的含量 ω_b 以测定樟脑含量的方法(参见 6.3)进行,并且采用樟脑的校正因子做近似计算。

6.5 不挥发物的测定

不挥发物的测定依照 GB/T 4895 进行。

6.6 功能添加剂的测定

6.6.1 计算

功能添加剂的含量以扣除樟脑(含同分异构体)、异龙脑(含龙脑)以及不挥发物质含量所得的差 ω_a 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$\omega_a = 100 - \omega_c - \omega_b - \omega_d \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ω_c ——主成分樟脑(含同分异构体)在试样中的质量分数的数值,%;

ω_b ——异龙脑(含龙脑)在样品中总的质量分数的数值,%;

ω_d ——试样中不挥发物质的质量分数的数值,%。

计算结果表示到小数点后一位。

6.6.2 结果报告

两次平行试验结果允许绝对相差不大于0.5%,以算术平均值为结果,报告至小数点后第一位。

7 检验规则

7.1 检验分类

产品检验分出厂检验和型式检验。

7.1.1 出厂检验

日用樟脑制品应按规定的方法经工厂检验部门对每个批次进行检验合格,附有产品质量合格证方可出厂。出厂检验项目为:外观、颜色、形状、气味、内包装的净质量、内包装数量。

7.1.2 型式检验

型式检验包括第5章表1所列的全部检验项目。

有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 当原辅材料及生产工艺发生较大变动时;
- b) 长期停产恢复生产时;
- c) 正常生产时,每月检验不少于一次;
- d) 质量技术监督机构提出型式检验要求时。

7.2 批次及批号

7.2.1 生产期间每次配料和压制成形得到的日用樟脑制品为1批次,直接使用合成樟脑不经过配制进行压制得到的日用樟脑制品每日为1批次。

7.2.2 批号用“××××××××××”10位数字表示,前面8位数分别代表年、月、日,末尾2位数代表生产当日0时至24时配制混成料的次序。

示例:批号2005060601,表示这是2005年6月6日第1次配料。

7.3 取样方法

日用樟脑的检验按同一批次任意抽检,抽检数按照GB/T 6679进行。

7.4 检验结果的判定

检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量包装单元中采样进行检验,重新检验的结果即使只有一项不符合本标准要求时,则整批产品为不合格产品。

8 形状、大小、包装及标志

8.1 形状及大小

8.1.1 日用樟脑制品的形状和大小不作统一规定,由生产企业根据其具体要求以企业标准形式规定。

8.2 包装

8.2.1 内包装采用塑料袋密封包装。为便于使用,可以先用透气性的材料分包后再用塑料袋密封

包装。

8.2.2 外包装箱采用双瓦楞纸板箱。

8.3 标志

8.3.1 内包装袋上应有明显而牢固的标志,其内容为:产品名称,执行标准号,批号,规格、净质量,主要成分名称及含量,主要功能添加剂的名称、作用及加入比例,厂名,厂址,出厂日期,使用说明及使用方法,表明不应放在幼儿能触及的地方以免造成幼儿误食和需要远离热源或火源的警示。

8.3.2 内包装中的内部分包装上至少应标明产品名称和不可食用的字样或者符号。

8.3.3 外包装箱上至少应标明产品名称,执行标准号,内包装规格及数量,净质量,厂名,厂址,批号,出厂日期。

9 贮存及运输

按照 GB/T 4895 的规定进行。

10 卫生及管理

10.1 卫生

空气中樟脑蒸气含量超过 3 mg/m^3 时,会刺激人体神经系统。

10.2 管理

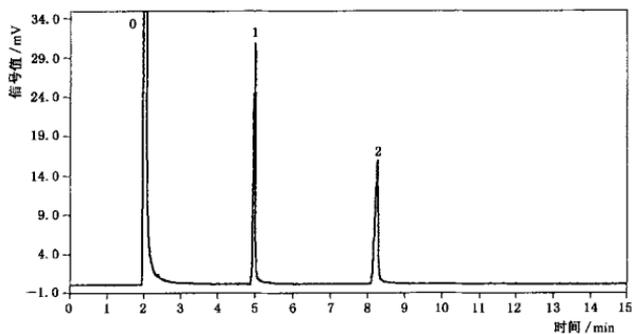
日用樟脑制品按照日常卫生用品进行管理。

附录 A

(资料性附录)

标准樟脑与标准乙酸龙脑酯混和溶液的 GC 分析图谱

A.1 标准樟脑-标准乙酸龙脑酯混和溶液的 GC 分析图谱示例



- 0——溶剂乙醇；
1——樟脑；
2——乙酸龙脑酯。

图 A.1 标准樟脑-标准乙酸龙脑酯混和溶液的 GC 分析图谱

附 录 B

(资料性附录)

相对质量校正因子的测定及计算

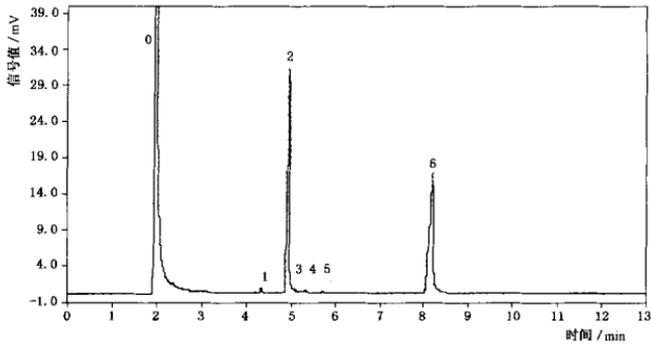
B.1 樟脑对乙酸龙脑酯的相对质量校正因子的测定及计算示例

表 B.1 樟脑对乙酸龙脑酯的相对质量校正因子的测定及计算

项 目	标准樟脑(C) (参照液 A)			内标物质乙酸龙脑酯(IS) (参照液 B)			
	(a)	(b)	(c)	(a)	(b)	(c)	
体积 V/mL	0.9	1.0	1.1	1.1	1.0	0.9	
质量 m/mg	9	10	11	11	10	9	
色谱峰保留时间 R_t /min	4.95	4.96	4.95	8.20	8.21	8.19	
色谱峰面积 $A/(\mu V \cdot s)$	(1)	49 411.0	113 323.3	70 259.5	54 815.3	104 250.5	53 080.8
	(2)	46 778.0	63 911.3	58 988.0	52 443.5	52 443.5	44 308.8
校正因子 F_c	(1)	0.914	0.926	0.939	计算公式: $F_c = \frac{C_c m_c A_{IS}}{C_{IS} m_{IS} A_c}$		
	(2)	0.924	0.922	0.924			
	平均	0.919	0.924	0.932			
平均校正因子 F_c	0.925						

附录 C
(资料性附录)
日用樟脑内标法 GC 分析图谱

C.1 日用樟脑内标法 GC 分析图谱示例



- 0—溶剂乙醇；
- 1—小茴香脑；
- 2—樟脑(萘酮-2)；
- 3—异龙脑；
- 4—异龙脑；
- 5—萘酮-3；
- 6—乙酸龙脑酯(内标物)。

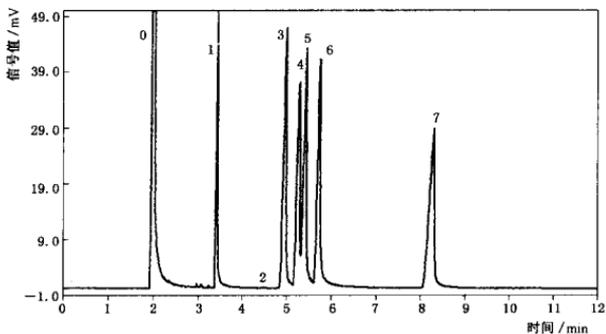
图 C.1 日用樟脑内标法 GC 分析图谱

附录 D

(资料性附录)

樟脑与可能用于掺假的几种物质

D.1 混合物的气相色谱分析图谱示例



注：图中各峰的序号的对应物质名称参见表 D.1。

图 D.1 樟脑及可能用于掺假的几种物质的 GC 分析图谱

D.2 樟脑及可能用于掺假的几种物质的 GC 保留时间及相对保留时间计算示例

表 D.1 保留时间及相对保留时间计算结果

序号	组分名	保留时间/ min	相对保留时间 (R_r)	相对保留时间 (R_r)
0	溶剂乙醇	1.950	0.393	0.236
1	对二氯苯	3.408	0.686	0.412
2	小茴香酮	4.467	0.899	0.540
3	樟脑(萘酮-2)	4.967	1.000	0.600
4	异龙脑	5.267	1.060	0.636
5	龙脑	5.417	1.091	0.655
6	萘	5.717	1.151	0.691
7	乙酸龙脑酯(内标)	8.275	1.666	1.000