



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4895—2007  
代替 GB/T 4895—1991

---

## 合 成 樟 脑

Synthetic camphor

2007-03-05 发布

2007-09-01 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

## 前 言

本标准代替 GB/T 4895—1991《合成樟脑》。

本标准与 GB/T 4895—1991 相比变化如下：

- 增加了合成樟脑定义一章(见第 3 章)；
- 增加了外观、性状及等级一章(第 4 章)；
- 改变了技术规格表的表示方式(见第 5 章之表 1)，增加了气相色谱法测定的苧酮-2 的含量可作为合成樟脑含量要求的内涵(见第 5 章之表 1 的脚注)，提供一种判断合成樟脑品质的选择，将酸值、硫酸显色的要求作为备选要求处理(见第 5 章之表 1 的脚注)；
- 增加了试验方法一章中部分试验方法的原理或方法要点说明(见 6.5.1 和 6.6.1)；
- 增加了外观及性状的观测(见 6.1)、比旋光本领的测定(见 6.2)；
- 增加了樟脑(苧酮-2)含量的气相色谱定量测定方法(方法 B)(见 6.6)；
- 增加了检验分类一条(见 7.1)；
- 酸值、硫酸显色的分析方法作为规范性附录(见附录 D 和附录 E)；
- 增加了气相色谱定性试验方法的内容作为规范性附录(见附录 A)；
- 增加了气相色谱分析图谱示例作为资料性附录(见附录 B 和附录 C)。

本标准的附录 A、附录 D 和附录 E 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由国家林业局提出并归口。

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、李冬梅、毕良武、刘先章。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 4895—1985，GB/T 4895—1991。

# 合 成 樟 脑

## 1 范围

本标准规定了合成樟脑的定义、外观、性状、等级、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存、运输、安全及卫生。

本标准适用于以松节油为原料制得的工业合成樟脑。

## 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 613 化学试剂 比旋光度测定通用方法
- GB/T 6040 红外光谱分析方法通则
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则

## 3 定义、化学名称及结构

### 3.1 定义

**合成樟脑** synthetic camphor

由松节油中的蒎烯经过异构化、蒎烯的加成酯化后皂化(或者蒎烯直接水合)、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。

### 3.2 化学名称及结构

合成樟脑的化学名称为莰酮-2，系统命名为1,7,7-三甲基-双环-[2,2,1]-庚烷-2-酮。

化学结构式如图1所示。分子式  $C_{10}H_{16}O$ 。相对分子质量 152.2 g/mol。

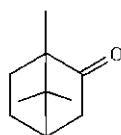


图 1 合成樟脑结构示意图

## 4 外观、性状及等级

### 4.1 外观

合成樟脑为白色粉末状结晶。

### 4.2 性状

4.2.1 具有芳香气味和清凉感。

4.2.2 合成樟脑和天然樟脑的区别在于旋光本领。合成樟脑通常为外消旋体，比旋光本领  $-1.5 \sim +1.5$ 。

## 4.3 等级

合成樟脑分为优级、1级、2级共计三个等级。

## 5 要求

各级合成樟脑的各项技术指标应符合表1的要求。

表1 各级合成樟脑的指标要求

级别	外观	比旋光本领 [ $\alpha$ ] <sub>D</sub> <sup>20</sup>	水分	熔点 (毛细管法)/ ℃ ≥	含量 <sup>a</sup> (化学法或 GC法)/% ≥	不挥发物/ % ≤	乙醇不溶物/ % ≤	酸值 <sup>b</sup> / % ≤	硫酸显色 <sup>b</sup> (标准 I <sub>2</sub> )/ (mol/L) ≤
优	白色粉末状结晶	-1.5°~ +1.5°	石油醚溶液清晰透明	174.0	96.0	0.05	0.01	0.01	0.001
1				170.0	95.0	0.05	0.01		—
2				165.0	94.0	0.10	0.015		—

<sup>a</sup> 化学法测定的是总酮含量,GC法测定的是萜酮-2的含量,报告时应注明方法。  
<sup>b</sup> 酸值和硫酸显色不作为一般要求,仅在有特殊需求时使用。

## 6 试验方法

## 6.1 外观及性状的观测

采用肉眼直接观察和鼻子直接嗅闻的方法。

## 6.2 比旋光本领的测定

比旋光本领的测定方法遵照 GB/T 613 进行,其中溶剂使用无水乙醇(GB/T 678)。

## 6.3 水分的测定

## 6.3.1 试剂

石油醚(GB/T 15894),分析纯,沸程 40℃~50℃。

## 6.3.2 仪器

6.3.2.1 纳氏比色管,容量为 25 mL。

6.3.2.2 量筒,容量为 10 mL。

## 6.3.3 试液的制备

快速称取试样 1.00 g,准确至 0.01 g,于纳氏比色管中,加入 10 mL 石油醚,振荡使其溶解。

## 6.3.4 结果

按上述方法制得的石油醚溶液应为清晰透明。

## 6.4 熔点的测定

## 6.4.1 仪器

6.4.1.1 玻璃毛细管:内径 0.9 mm~1.1 mm,壁厚 0.1 mm~0.2 mm,长 85 mm~90 mm,一端封闭。

6.4.1.2 热浴:使用容量为 600 mL 的低型烧杯,以硅油为传热介质。

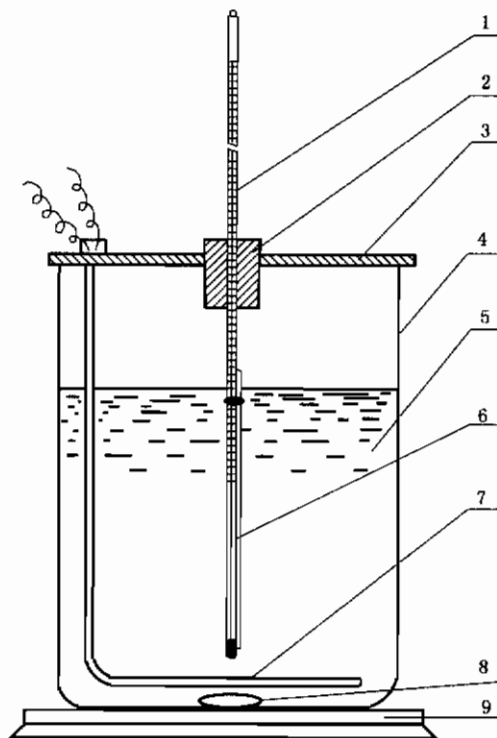
6.4.1.3 搅拌器:用磁力搅拌或其他能保证热浴内传热介质温度均匀的装置。

6.4.1.4 温度计:局部浸入式,浸没高度 80 mm,量程 150℃~190℃,分度 0.1℃,水银球直径 4.5 mm~6 mm,水银球高度 10 mm~15 mm,温度计杆直径 6 mm~7.5 mm,全长 330 mm±10 mm。

6.4.1.5 秒表。

6.4.1.6 调压变压器:1 kVA。

6.4.1.7 樟脑熔点测定装置:如图 2 所示。



- 1——温度计;
- 2——橡皮塞;
- 3——盖板;
- 4 烧杯;
- 5——传热介质;
- 6 毛细管;
- 7……电热器;
- 8 搅拌磁子;
- 9——磁力搅拌器。

图 2 樟脑熔点测定装置图

## 6.4.2 操作方法

6.4.2.1 做两份试料的平行测定。

6.4.2.2 试样樟脑预先在干燥器内干燥 16 h 以上。将干燥后的试样装入清洁、干燥的毛细管中,取一高约 800 mm 的干燥玻璃管,直立于玻璃板或瓷板上,将装有试样的毛细管在玻璃管内投落 5 次~6 次,使试样紧密,装填高度为 3 mm~5 mm。

6.4.2.3 插入毛细管前,在不断搅拌下,加热烧杯中的硅油(201 型 100 号甲基硅油)。当温度升至低于试样熔点约 10℃时,调节升温速度为 3℃/min,使温度计水银球插至离烧杯底 20 mm 处,并使温度浸渍线处于热溶液面水平位置。然后移出温度计,把毛细管附着在温度计上,使毛细管的封闭端与水银球中点齐平。继续加热,当加热至低于所测熔点 3℃时,调节升温速度为 1℃/min~2℃/min,仔细观察毛细管,记录下管内试样完全融化时的温度,即为熔点。

## 6.4.3 结果报告

两次平行试验结果的绝对值相差应不大于 0.3℃,取算术平均值为最终结果,表示到小数点后一位。

6.5 樟脑(总酮)含量的测定(方法 A, 化学法)

本方法为仲裁测定的方法。

6.5.1 原理

合成樟脑含量的测定(方法 A, 化学法)采用将樟脑制成 2,4-二硝基苯腙衍生物, 然后烘干并称量衍生物质量的方法。本方法实际测定的是以樟脑计的所有酮类物质的总含量。

6.5.2 试剂和溶液的配制

6.5.2.1 试剂

- 6.5.2.1.1 硫酸(GB/T 625), 分析纯。
- 6.5.2.1.2 氢氧化钾(GB/T 2306), 分析纯。
- 6.5.2.1.3 硝酸银(GB/T 670), 分析纯。
- 6.5.2.1.4 95%乙醇(GB/T 679), 分析纯。
- 6.5.2.1.5 2,4-二硝基苯肼(HG/T 3452), 分析纯。

6.5.2.2 2,4-二硝基苯肼 15 g/L 溶液的配制

称取 2,4-二硝基苯肼 1.5 g 于烧杯中, 加入体积比为 1:1 的硫酸 20 mL, 使其溶解, 再加入 80 mL 水, 过滤即得, 此溶液应在使用前即配即用。

6.5.2.3 无醛乙醇的制备

称取硝酸银 1.5 g, 用少量水溶解后, 倒入 1 000 mL 95%乙醇中, 不断摇动, 再加入预先用少量水溶解的 3 g 氢氧化钾溶液, 充分摇匀, 静置 24 h, 过滤, 蒸馏。

6.5.3 仪器

- 6.5.3.1 锥形瓶, 容量 250 mL, 带塞子。
- 6.5.3.2 坩锅式过滤器, 4 号, 容量 30 mL。

6.5.4 操作方法

6.5.4.1 做两份试料的平行测定。

6.5.4.2 称取试样 0.2 g, 准确至±0.1 mg, 于锥形瓶中, 加入无醛乙醇 25 mL, 振摇使其溶解, 再加入 2,4-二硝基苯肼溶液 75 mL, 装上回流冷凝管, 在沸水浴中回流 4 h。取下锥形瓶, 放冷后加入体积比为 1:50 的稀硫酸 100 mL, 摇匀。在室温下静置 24 h(如室温低于 20℃, 可置于恒温箱内, 使其保持在 20℃以上)。用已恒重好的坩锅式过滤器减压抽滤, 使沉淀物全部滤入坩锅内, 沉淀物用水洗涤, 每次约 10 mL, 直至呈中性。坩锅放置 105℃~110℃鼓风烘箱中烘 3 h, 称重。

6.5.4.3 以同样条件作空白试验。

6.5.5 结果计算及报告

6.5.5.1 计算

樟脑的含量以樟脑(包括其他酮类物质)的质量分数  $w_c$  计, 数值以%表示, 按式(1)计算:

$$w_c = \frac{(m_1 - m_2) M_1}{m M_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $m_1$ ——烘干后的试料的衍生物的质量, 单位为克(g);
- $m_2$ ——烘干后的空白试验之沉淀物的质量, 单位为克(g);
- $m$ ——试料的质量, 单位为克(g);
- $M_1$ ——樟脑的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)( $M_1 = 152.23$ );
- $M_2$ ——樟脑的 2,4-二硝基苯腙的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)( $M_2 = 332.35$ )。

计算结果表示到小数点后 1 位。

6.5.5.2 结果报告

两次平行试验结果允许绝对相差不大于 0.6%, 以算术平均值为结果, 报告至小数点后 1 位。

## 6.6 樟脑(莜酮-2)含量的测定(方法 B,气相色谱法)

## 6.6.1 原理

合成樟脑含量的测定方法 B 采用毛细管气相色谱分析的方法。本方法基于所有能气化并经过气相色谱柱流出的物质为计算基础,以各峰的面积与所有流出物质的峰面积的总和之比值代表相应各峰的含量。合成樟脑中的主成分为莜酮-2,本方法可以直接测得莜酮-2 的含量。

## 6.6.2 仪器

6.6.2.1 可安装毛细管柱的气相色谱仪。

6.6.2.2 色谱数据记录仪或计算机色谱工作站。

6.6.2.3 微量进样器,容量为 1  $\mu\text{L}$ 。

## 6.6.3 测定条件

6.6.3.1 石英毛细管色谱柱,SE-54,内径 0.25 mm~0.5 mm,膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ~0.5  $\mu\text{m}$ ,柱长 30 m。

6.6.3.2 载气为氮气,色谱分析用。

6.6.3.3 分流比(39~99):1

6.6.3.4 进样器温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.3.5 柱温 120 $^{\circ}\text{C}$ ~140 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.3.6 氢火焰离子化检测器(FID)。

6.6.3.7 检测器温度 220 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.3.8 进样量 0.5  $\mu\text{L}$ 。

## 6.6.4 操作方法

## 6.6.4.1 试液和参照液的配制

## 6.6.4.1.1 试液的配制

称取 50 mg 试样,精确至 1 mg,用 5 mL 无水乙醇溶解,制成浓度为 10 mg/mL 的试液。

## 6.6.4.1.2 参照液 A 的配制

称取 50 mg 标准樟脑(纯度应不低于 99.5%),精确至 1 mg,用 5 mL 无水乙醇溶解,制成浓度为 10 mg/mL 的参照液 A。

## 6.6.4.1.3 参照液 B 的配制

称取 50 mg 标准乙酸龙脑酯(纯度应不低于 99.5%),精确至 1 mg,用 5 mL 无水乙醇溶解,制成浓度为 10 mg/mL 的参照液 B。

## 6.6.4.2 仪器分离性能试验

取等量的参照液 A 和参照液 B 混合后进样,樟脑和乙酸龙脑酯的分离因子应不小于 1.5。

示例:图谱示例及分离因子的计算方法参见附录 B。

## 6.6.4.3 进样分析

6.6.4.3.1 用微量注射进样器将试液注入到气相色谱进样口中进行气相色谱分析。

示例:合成樟脑试样的色谱分析图谱示例参见附录 C。

6.6.4.3.2 做同一个试液的两次平行测定。

## 6.6.4.4 结果计算及报告

## 6.6.4.4.1 计算

樟脑(莜酮-2)的含量以合成樟脑中主成分莜酮-2 的峰面积占除溶剂峰以外所有色谱峰面积总和的面积分数  $w_{\text{OC}}$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_{\text{OC}} = \frac{A_{\text{C}_2}}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$A_{\text{C}_2}$  — 樟脑(即莜酮-2)峰的峰面积,单位为微伏·秒( $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ );

$\Sigma A_i$ ——除溶剂峰外各组成成分的峰的面积之和,单位为微伏·秒( $\mu V \cdot s$ );

计算结果表示到小数点后 1 位。

6.6.4.4.2 结果报告

两次平行试验结果允许绝对相差不大于 0.6%,以算术平均值为结果,报告至小数点后第一位。

6.7 不挥发物的测定

6.7.1 仪器

培养皿,直径 60 mm,高 15 mm。

6.7.2 操作方法

6.7.2.1 做两份试料的平行测定。

6.7.2.2 称取试样 2.0 g,准确至 0.2 mg,于已恒重的培养皿中,在沸水浴上升华。完全升华后,培养皿在 105℃~110℃的鼓风烘箱中烘干 3 h,称重。

6.7.3 结果计算及报告

6.7.3.1 计算

不挥发物含量以不挥发物的质量分数  $w_n$  计,数值以%表示,按式(3)计算:

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

式中:

$m_1$ ——培养皿的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——培养皿和不挥发物的质量,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 2 位。

6.7.3.2 报告

两次平行试验结果的绝对值相差应不大于 0.02%,取算术平均值为最终结果,表示到小数点后 2 位。

6.8 乙醇不溶物的测定

6.8.1 仪器

6.8.1.1 烧杯,容量为 250 mL。

6.8.1.2 坩埚式滤器,4 号,容量为 30 mL。

6.8.2 操作方法

6.8.2.1 做两份试料的平行测定。

6.8.2.2 称取试样 25 g,准确至 0.01 g 于烧杯中,加乙醇 50 mL,用玻璃棒仔细搅拌,待试样完全溶解后,用已恒重的坩埚式滤器抽滤乙醇溶液,用 50 mL 乙醇分 5 次洗涤烧杯,使烧杯中不溶物全部转入滤器内,将滤器放入 105℃~110℃鼓风烘箱中 3 h,称重。

6.8.3 结果计算及报告

6.8.3.1 计算

乙醇不溶物含量以乙醇不溶物的质量分数  $w_E$  计,数值以%表示,按式(4)计算:

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

式中:

$m_1$ ——过滤器的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——过滤器和不溶物的质量,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 4 位。



### 6.8.3.2 结果报告

两次平行试验结果的绝对值相差应不大于 0.002%，取算术平均值为最终结果，表示到小数点后 3 位。

### 6.9 酸值的测定

酸值的测定可根据用户需要进行，试验方法按照附录 D 的规定。

### 6.10 硫酸显色的测定

硫酸显色的测定可根据用户需要进行，试验方法按照附录 E 的规定。

## 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

合成樟脑产品应按本标准规定的方法经工厂检验部门进行检验合格，并附有产品质量合格证方可出厂。出厂检验项目为：外观、颜色、水分、熔点、含量（注明方法）、不挥发物质、乙醇不溶物。

#### 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。

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 级别的判定

各级合成樟脑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，则判该级别的整批产品为该级别的不合格产品。

### 7.3 批次及批号

7.3.1 生产当日 0 时至 24 时从升华室收集的合成樟脑为一批次。

7.3.2 批号用“×××××××××”九位数字表示，前面六位数分别代表年、月、日，末尾三位数代表生产当日 0 时至 24 时收集的合成樟脑的流水编号（001~999）。

示例：批号 050606001，表示这是 2005 年 6 月 6 日生产的第一箱合成樟脑。

### 7.4 抽样方法

7.4.1 每批产品检验时，抽样的样品数按 GB/T 6678 的规定。

7.4.2 取样时，从表层 5 cm 以下部位取样。每件中取出等量样品混合，按四分法取样 200 g。分装在两个清洁干净的密封容器内，封口贴上标签。标签内容包括样品名称、编号、生产单位、批号与数量、样品质量、日期、采样者。一份作检验，另一份保存半年以备复验。

## 8 标志、包装、贮存和运输

### 8.1 标志

8.1.1 外包装上写明厂名、厂址、产品标准号、商标、牌号等级、批号、生产日期、净含量。

8.1.2 樟脑为易燃固体，应按 GB 190 的规定进行易燃物固体的标志。

注：危险化学品目录编号 41536(2002 版)，UN 号 2717。

8.1.3 供外贸出口的产品应按订货要求规定进行标志。

### 8.2 包装

8.2.1 合成樟脑采用的包装为内用塑料袋，外用纸板箱。

8.2.2 每箱净质量为  $25\text{ kg}\pm 0.05\text{ kg}$ , 或者根据客户要求。

### 8.3 贮存

8.3.1 产品应密封并贮存在室内干燥阴凉的地方, 贮存时自然质量允许损失值为每年 0.4%。

8.3.2 生产厂产品保证存放期限, 从生产日起为两年。

### 8.4 运输

合成樟脑产品按易燃固体物质进行运输管理。

## 9 安全卫生

### 9.1 安全

合成樟脑为易燃固体, 在氧化剂作用下有可能自燃。燃点  $50^{\circ}\text{C}$ , 自燃点  $375^{\circ}\text{C}$ 。生产设备必须严格密闭, 厂房要注意通风。

### 9.2 火灾

合成樟脑引起火灾时应使用蒸气、二氧化碳或其他惰性气体覆盖, 以泡沫和细水滴喷熄, 不应使用密集水柱。

### 9.3 卫生

空气中樟脑蒸气含量超过  $3\text{ mg}/\text{m}^3$  时, 会刺激人体神经系统。

**附 录 A**  
**(规范性附录)**  
**合成樟脑的定性鉴定方法**

**A.1 化学衍生物熔点测定法**

合成樟脑和 2,4-二硝苯肼反应生成脎。其熔点为 164℃~168℃。

**A.2 比旋光本领判断法**

比旋光本领的测定方法按照 GB/T 613 进行。其比旋光本领 $[\alpha]_D^{20}$ ：-1.5°~+1.5°。

**A.3 红外光谱法**

合成樟脑的红外光谱按照 GB/T 6040 规定的方法进行测定。其红外光谱吸收峰应与标准樟脑(纯度应不低于 99.5%)的红外光谱吸收峰一致。

**A.4 气相色谱测定法**

**A.4.1 试液的配制**

称取 50 mg 试样,精确至 1 mg,用 5 mL 无水乙醇溶解,制成浓度为 10 mg/mL 的试液。

**A.4.2 参照液 A 的配制**

称取 50 mg 标准樟脑(纯度应不低于 99.5%),精确至 1 mg,用 5 mL 无水乙醇溶解,制成浓度为 10 mg/mL 的参照液 A。

**A.4.3 参照液 B 的配制**

称取 50 mg 标准乙酸龙脑酯(纯度应不低于 99.5%),精确至 1 mg,用 5 mL 无水乙醇溶解,制成浓度为 10 mg/mL 的参照液 B。

**A.4.4 操作方法**

在相同的气相色谱分析条件下,分别进行合成樟脑试液和参照液 A 的气相色谱分析,测定保留时间。试液中的主成分与参照液 A 中的主成分应具有相同的保留时间。

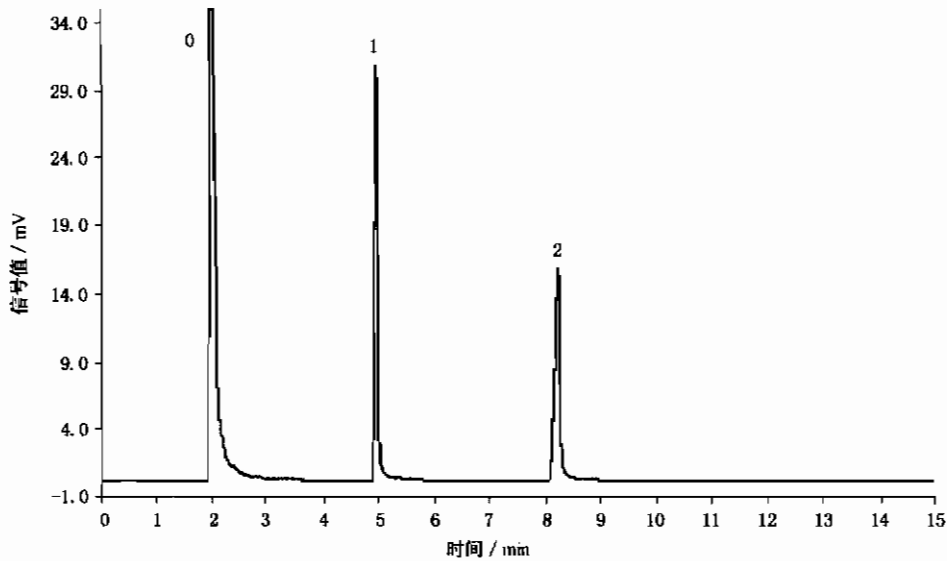
在相同的气相色谱分析条件下,将合成樟脑试液和参照液 A 等量混合后进行气相色谱分析,测定保留时间。在色谱图上,应只有 1 个主成分的峰被观测到。

气相色谱分析测定条件见 6.6.3。

附录 B  
(资料性附录)

樟脑与乙酸龙脑酯的气相色谱分离试验

B.1 樟脑与乙酸龙脑酯的色谱分离试验



- 0——溶剂乙醇, 1.967 min;
- 1——樟脑, 4.967 min;
- 2——乙酸龙脑酯, 8.242 min。

注: SE-54 柱, 30 m×0.25 mm(ID)×0.25 μm, 分流比 47:1, 柱温 130℃。

图 B.1 樟脑与乙酸龙脑酯的分离试验

B.2 分离因子的计算方法

樟脑与乙酸龙脑酯的气相色谱分离因子以乙酸龙脑酯的保留时间和樟脑(莜酮-2)的保留时间的比值  $S_r$  计, 数值以实数表示, 按式(B.1)计算:

$$S_r = \frac{t_2}{t_1} \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

$t_1$ ——樟脑(即莜酮-2)峰的保留时间, 单位为分(min);

$t_2$ ——乙酸龙脑酯峰的保留时间, 单位分(min)。

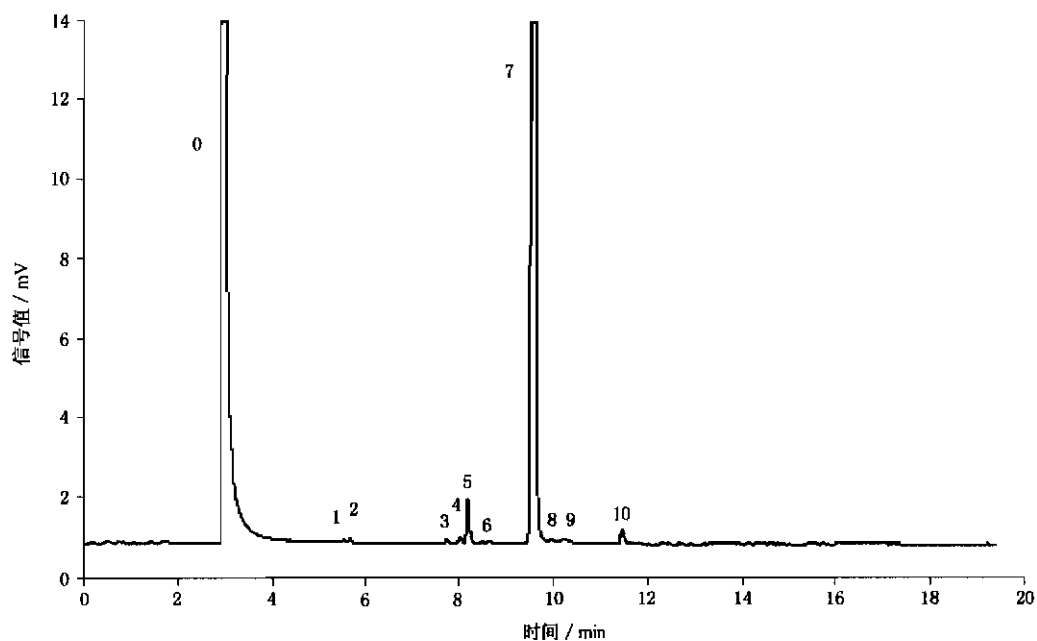
示例:

$t_1 = 4.967 \text{ min};$

$t_2 = 8.242 \text{ min};$

$S_r = 8.242 \div 4.967 = 1.66$

附 录 C  
(资料性附录)  
合成樟脑的毛细管气相色谱分析图谱



- 0——溶剂乙醇, 2.942 min;
- 1——三环烯, 5.525 min;
- 2——茨烯, 5.658 min;
- 3—— $\alpha$ -小茴香酮, 7.733 min;
- 4——小茴香醇, 8.017 min;
- 5—— $\beta$ -小茴香酮, 8.183 min;
- 6——未定(酮类), 8.625 min;
- 7——樟脑(茨酮-2), 9.625 min;
- 8——异龙脑, 9.95 min;
- 9——龙脑, 10.225 min;
- 10——茨酮-3, 11.467 min。

注: SE-54 柱, 30 m $\times$ 0.25 mm(ID) $\times$ 0.5  $\mu$ m, 分流比 65:1, 柱温 135 $^{\circ}$ C。

图 C.1 合成樟脑试样的毛细管气相色谱分析图谱示例

附录 D  
(规范性附录)  
酸值的测定

D.1 原理

合成樟脑的酸值测定采用滴定法,以氢氧化钠标准滴定溶液作滴定剂,结果以樟脑酸在合成樟脑中  
所占的质量分数表示。

D.2 试剂及其配制方法

D.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。

D.2.2 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液

将 4.4 g 氢氧化钠(符合 GB/T 629,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 1 000 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,按照 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。

D.2.3 10 g/L 酚酞指示剂溶液

取 1 g 酚酞(GB/T 10729),用 95%乙醇(GB/T 679)溶解并稀释至 100 mL。

D.3 仪器

D.3.1 微量滴定管,容量为 0~2 mL,分度值为 0.01 mL。

D.3.2 带塞锥形瓶,容量为 250 mL。

D.3.3 量筒,容量为 100 mL。

D.4 试验步骤

D.4.1 做两份试料的平行测定。

D.4.2 称取试样 10 g,准确至±0.01 g,放入锥形瓶中,用 95%乙醇 100 mL 溶解后,加入 2 滴~3 滴  
酚酞指示剂,用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定,滴至微红色,30 s 内不褪色为止。

D.4.3 同样做空白试验。

D.5 结果计算及报告

D.5.1 计算

合成樟脑的酸值以樟脑酸在樟脑中的质量分数  $w_a$  计,数值以%表示,按式(D.1)计算:

$$w_a = \frac{(V - V_0) cM}{1\ 000\ m} \times 100 \dots\dots\dots(D.1)$$

式中:

V——滴定试料所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试料的质量,单位为克(g);

M——樟脑酸的相对摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)( $M = 200.2$ )。

计算结果表示到小数点后 2 位。

**D.5.2 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 2 位。

**附 录 E**  
**(规范性附录)**  
**硫酸显色的测定**

**E.1 原理**

合成樟脑中可能存在微量的苧烯以及异龙脑等杂质成分,在浓硫酸的作用下会被硫酸氧化或脱水、炭化,从而产生颜色。

**E.2 试剂**

E.2.1 硫酸(GB/T 625),分析纯。

E.2.2 碘(GB/T 675),分析纯。

E.2.3 碘化钾(GB/T 1272),分析纯。

**E.3 仪器**

E.3.1 烧杯,容量为 50 mL。

E.3.2 纳氏比色管,容量为 10 mL。

E.3.3 酸式滴定管,容量范围为 0~10 mL。

**E.4 标准碘比色液的配制**

E.4.1 称取碘 12.691 g,准确至 0.001 g,于 50 mL 烧杯中,再于另一个 50 mL 烧杯中称入碘化钾 20 g,用 25 mL 蒸馏水溶解,将碘化钾溶液注入碘中,待碘全部溶解后,小心地全部转入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度线,即得 0.05 mol/L 标准碘溶液。将标准碘溶液移至暗处。

E.4.2 将 0.05 mol/L 标准碘溶液稀释配成 0.001 25 mol/L、0.001 mol/L、0.000 83 mol/L 的标准碘比色液,各浓度比色液应在比色时即配即用。

**E.5 操作方法**

称取试样 1.00 g,准确至 0.01 g,于 10 mL 比色管中,用滴定管滴加 5 mL 硫酸到比色管内,滴入时应不断摇动比色管,滴加速度控制在 55 s~75 s 内均匀滴完。滴毕后仍需摇动比色管至试样全部溶解,待气泡消失后,立即与标准碘比色液的比色管一起置于白纸上,沿管轴线方向目视比色。

**E.6 结果及报告**

合成樟脑的硫酸显色以试液的颜色与标准碘(I<sub>2</sub>)溶液的颜色进行对比,以不深于标准碘溶液浓度表示,单位为摩尔每升(mol/L)。