

GC-2030 测定水质中松节油

GC-126

摘要：本文利用岛津公司 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了水质中松节油的测定方法。在 0.1~10 $\mu\text{g/mL}$ 标准曲线浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数 r 为 0.9997，峰面积重现性良好，RSD 小于 1.22%。该方法可用于水质中松节油的快速定性定量测定。

关键词：气相色谱仪 水 松节油

松节油是松针科树类的含油树脂。天然的含油树脂（树脂松节油）为微黄色不透明的块状物，其馏出物即为松节油，后者是无色挥发性液体。有特殊气味。松节油作为化工原料应用广泛，在美术玻璃、油漆、樟脑制造、制药、松香制作等工业中均有机会接触到松节油，主要成分为 α -蒎烯和 β -蒎烯。

长期接触可造成：腹痛、头晕、头痛、畏光，严重者可致平衡失调，四肢痉挛性抽搐，甚至昏迷。误吸入高含量的松节油后，吸入者可导致呼吸道损伤、血尿，

甚至肾功能衰竭。

目前，文献报道的松节油含量测定方法有很多种，如气相色谱法和气相色谱质谱联用法等。前处理方法大多数是用溶剂萃取水样后直接进样分析，本文结合《HJ 696-2014 水质松节油的测定气相色谱法》，以松节油中主要成分 α -蒎烯和 β -蒎烯为目标组分，建立了水质中松节油气相色谱分析方法，本文可为对松节油在水中的开发及应用提供参考。

实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪（岛津公司）

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS 30 $\text{m} \times 0.25 \text{ mm} \times 0.25 \mu\text{m}$

柱温程序：60 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)_10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _110 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)_25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _300 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)

进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

进样体积：1 μL

进样方式：分流，分流比：5:1

载气：氮气

载气控制方式：恒线速度，30.0 cm/s

检测器：FID

检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$

尾吹气流量：30 mL/min

氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

1.3 样品前处理

称取 100 mL 样品加入 150 mL 分液漏斗中，加入 2.5 g 氯化钠，溶解后加入 10.0 mL 二氯甲烷，置于振荡器上剧烈振荡 5 min ，静置 10 min ，分层后，收集二氯甲烷萃取液，并用无水硫酸钠进行脱水，滤液上气相色谱仪进行分析。

结果与讨论

2.1 标准谱图

松节油标准溶液色谱图如图 1 所示。

数据文件名:lev el-1-0.1ppm.gc b.gcd

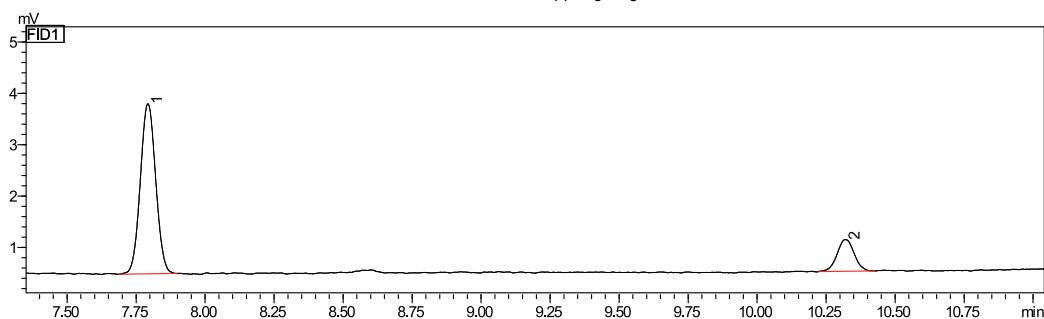
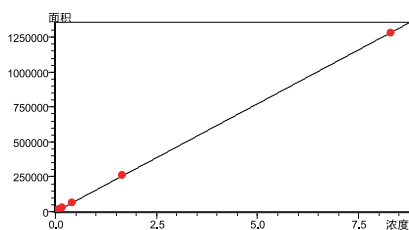
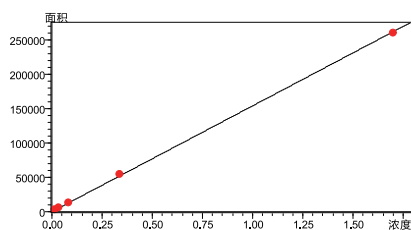
图1 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 松节油标准溶液色谱图

表1 组分中英文名称、CAS号和保留时间

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间(min)
1	α -蒎烯	alpha.-Pinene	80-56-8	7.793
2	β -蒎烯	beta.-Pinene	127-91-3	10.320

2.2 标准曲线

将松节油标准储备液用二氯甲烷稀释至浓度分别为 0.1、0.2、0.5、2 和 10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。将标准工作液注入气相色谱仪中进行分析，记录松节油的峰面积，绘制标准曲线，标准曲线如下图（图 3、4）所示，相关系数及最低检出限 (LOD) 如表 2 所示。

图3 α -蒎烯标准工作曲线图图4 β -蒎烯标准工作曲线图

2.3 重复性

将松节油的 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作溶液重复进样 6 次，计算峰面积 RSD% 以考察重复性，结果如表 2 所示。

表2 松节油标准曲线方程及峰面积重复性(n=6)

No.	化合物	相关系数	线性方程	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	%RSD
1	α -蒎烯	0.9997	$Y = 154611X$	2.44	0.45
2	β -蒎烯	0.9997	$Y = 154113X$	4.91	1.22

2.4 样品测定结果

选取某市湖泊水，加入 10 $\mu\text{g/kg}$ 松节油标准品，依照本文方法分析，分析结果如下表 3 所示。

表3 松节油含量分析结果

No.	样品名称	松节油含量 (µg/kg)	加标含量 (µg/kg)	回收率 (%)
1	湖泊水	N.D	8.3	83.0
2	湖泊水	N.D	8.8	88.0
3	湖泊水	N.D	9.9	99.0

注：N.D表示为检出

■ 结论

Nexis GC-2030 是岛津全新推出的高端气相色谱仪，各方面性能得到大幅改进和提升，如检测器灵敏度达到世界最佳水平、更为卓越的稳定性和优异的再现性、全新的彩色触摸屏、便捷的 ClickTek 技术等，使 Nexis GC-2030 在同类产品中具有很大的优势和竞争力。本文利用岛津 Nexis GC-2030 建立了水质中松节油含量的分析方法，前处理方法操作简单，在 0.1~10 µg/mL 浓度范围内， α -蒎烯和 β -蒎烯线性良好，相关系数均为 0.9997。对浓度为 0.1 µg/kg 的松节油标准溶液，连续 6 针进样，峰面积相对标准偏差分别为 0.45%、1.22%。用本文方法检测湖泊水，并添加浓度为 10 µg/kg 松节油标准工作溶液，样品加标回收率为 83.0~99.0%。该方法适用于水质中松节油的定性定量检测。