

水质 松节油的测定 气相色谱法 分析报告

一、检测方法:

依据标准: 水质 松节油的测定 气相色谱法 (HJ 696-2014)。

二、客户要求:

水质中松节油的测定。

三、方法原理

用二氯甲烷萃取样品中的松节油, 萃取液脱水干燥后, 用带氢火焰离子化检测器的气相色谱仪检测, 根据松节油中的主要成分 α -蒎烯和 β -蒎烯的保留时间定性, 外标法定量

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 松节油标准溶液: $\rho = 20 \text{ mg/ml}$, 溶剂为甲醇;

4.1.2 二氯甲烷: 农残级。

4.1.3 氯化钠: 于 400°C 下灼烧 4h, 冷却后装入磨口玻璃瓶中, 置于干燥器中保存。

4.1.4 无水硫酸钠 (Na_2SO_4): 于 400°C 下灼烧 4h, 冷却后装入磨口玻璃瓶中, 置于干燥器中保存。

4.1.5 高纯氮。

4.2 材料与仪器

4.2.1 气相色谱仪: GC9790PLUS 气相色谱仪附氢火焰检测器 (FID), 配备 1090B 自动进样器、

4.2.2 色谱柱: RBX-5 色谱柱 ($30\text{m} \times 0.32\text{mm} \times 0.25\mu\text{m}$); 内涂 5% 苯基甲基聚硅氧烷, 或其他等效毛细管柱

4.2.3 振荡器。

4.2.4 分液漏斗: 250ml。

4.2.5 微量注射器: $10 \mu\text{l}$ 、 $100 \mu\text{l}$ 、 $250 \mu\text{l}$ 。

4.2.6 干燥柱: 长 250mm, 内径 20mm, 玻璃活塞不涂润滑油的玻璃柱。在柱的

下端放入少量玻璃毛或玻璃纤维滤纸,加入 10g 无水硫酸钠。

4.2.7 箱式电炉。

4.2.8 一般实验室常用仪器和设备。

五、标准系列配置

取标准样品母液用甲醇配制成浓度为 100mg/L 标准中间液。分别取适量标准中间液,配制成松节油质量浓度分别为 1.00、2.00、5.00、10.0、30.0mg/L 的标准系列,以标准溶液系列的浓度(mg/L)为横坐标,对应的色谱峰响应值(α -蒎烯和 β -蒎烯的峰高或峰面积之和)为纵坐标,绘制校准曲线。

六、试样制备

详见水质 松节油的测定 气相色谱法 (HJ 696-2014)。

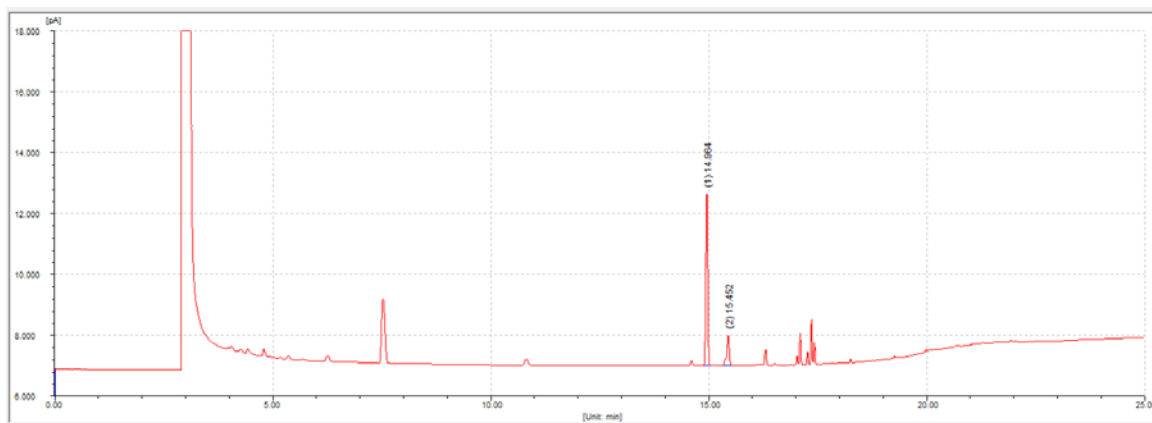
七、仪器条件

- a) 色谱柱: RBX-5 色谱柱 (30m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.25 μ m);
- b) 进样口温度: 180 $^{\circ}$ C;
- c) 分流比: 10:1;
- e) 色谱柱流速: 1.0ml/min
- f) 柱箱温度: 60 $^{\circ}$ C保持 10min,以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 110 $^{\circ}$ C保持 1min 再以 30 $^{\circ}$ C/min 升温至 230 $^{\circ}$ C保持 5min;
- g) 进样量: 1.0 μ L;
- h) 检测器温度: 260 $^{\circ}$ C。

八、分析结果

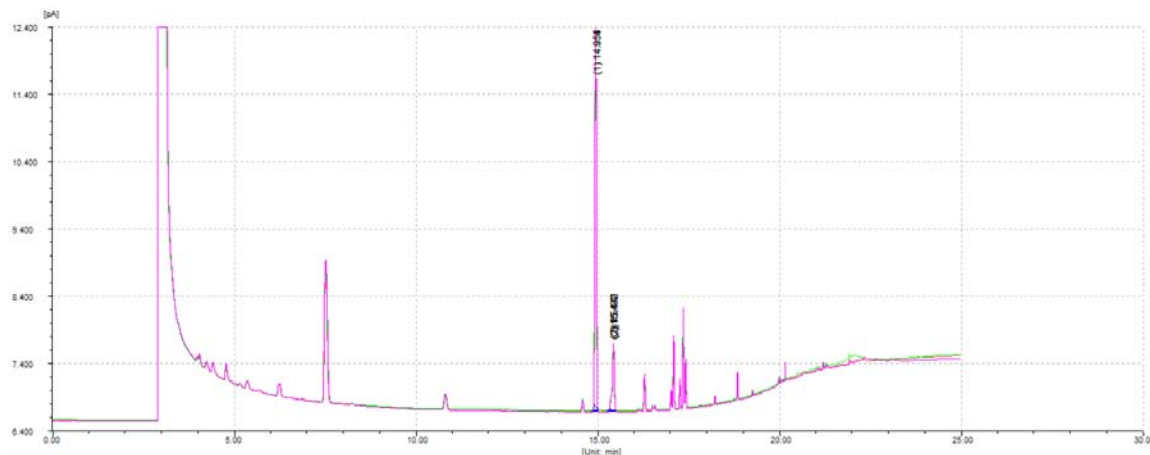
1. 气相色谱图及结果

- a) 标样谱图及结果 (30 mg/L)



峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	理论 塔板	拖尾 因子
1	α -蒎烯	14.964	5652.3	17126.7	545954	1.014
2	β -蒎烯	15.452	991.7	3884.6	482972	0.758
3	总峰		6644	21011.3		

b) 标样重复性谱图及结果 (10 mg/L)



峰序	组分名	平均 时间	时间 RSD%	平均 面积	面积 RSD%	平均 峰高	峰高 RSD%
1	α -蒎烯	14.953	0.014	16632.7	0.8969	5579.8	1.6666
2	β -蒎烯	15.440	0.018	3813.6	0.2563	984.8	2.3800

2. 标准曲线

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：黄本云

邮编：317500

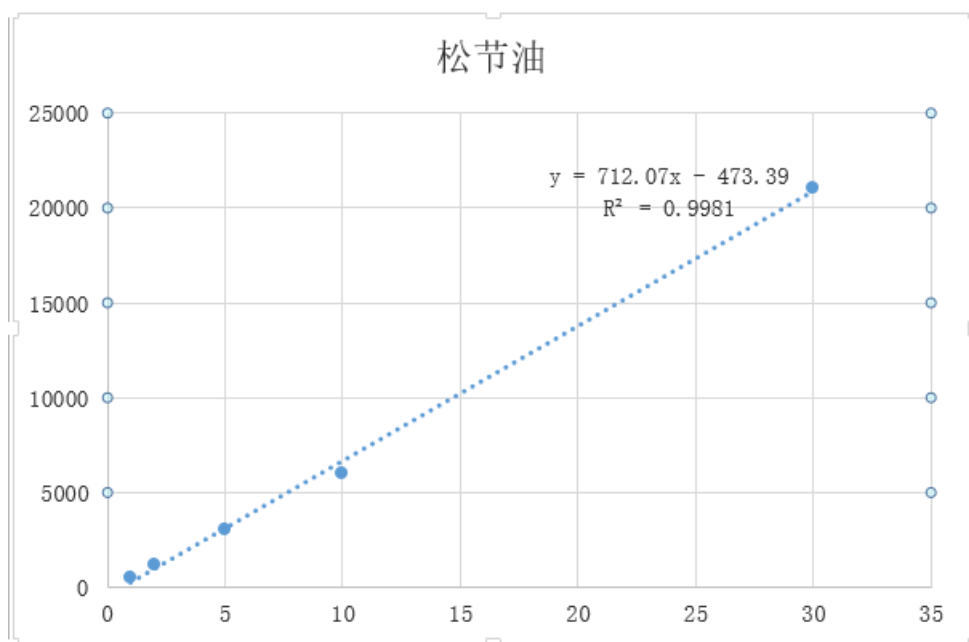
审核：刘健



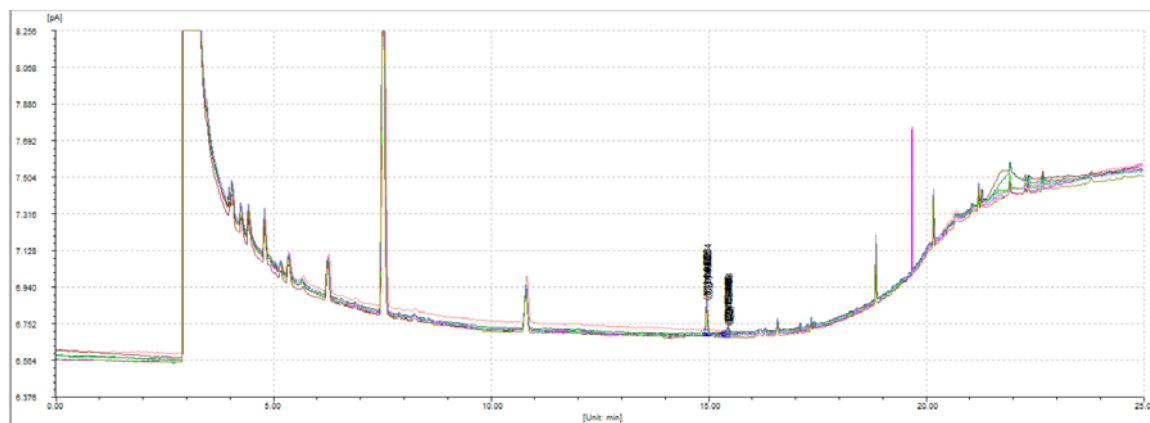
标准曲线的绘制：分别进样浓度为 1.00、2.00、5.00、10.0、30.0mg/L 的标准系列各 1 μ L，进行 GC 分析。以标准溶液系列的浓度(mg/L)为横坐标,对应的色谱峰响应值(α -蒎烯和 β -蒎烯的峰高或峰面积之和)为纵坐标,绘制校准曲线

以下是松节油的标准曲线：

(1) 松节油



3. 检出限



峰序	平行测定	1/ mg/L	2/ mg/L	3/ mg/L	4/ mg/L	5/ mg/L	6/ mg/L	7/ mg/L	检出限/ mg/L	标准要求检出 限/ mg/L
1	松节油	1.69	1.50	1.79	1.63	1.59	1.65	1.43	0.004	0.03

备注：取样量 100ml，定容体积 1ml。

4. 实验结果

方法验证结论：各测试水平的检出限、测定下限、精密度、准确度结果汇总：

方法验证汇总表

化合物	检出限 (mg/L)	测定下限 (mg/L)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	标准曲线 线性相关 系数
松节油	0.01	0.016	-	-	0.998

由以上实验结果可知，本方法完全可以达到国标方法要求。