

解决方案 | 工业副产物氯化钠中甲醇和 1,2-二氯乙烷的 GC-MS 分析

在多种化工产品的生产中，会伴随大量副产物氯化钠的生成，其中掺杂由多种的有机和无机杂质，需要进行净化或提纯处理，才能实现氯化钠的回收利用。其可大量应用于制盐、制碱等方面。本文建立了顶空进样 GC-MS 法分析工业副产物氯化钠中甲醇和二氯乙烷的方法。该方法表明，实验操作简便、结果准确，能够满足相关企业部门的分析要求。

设备与试剂

GC-MS 3200 型气质联用仪；

顶空进样器；

分析天平。

试剂：甲醇；

1,2-二氯乙烷；

试剂用水和氯化钠等。

仪器条件

色谱条件：VF-624 (30m×0.25mm×1.4μm)石英毛细管柱，恒流模式，柱流量：1 mL/min，分流进样，吹扫流量：3mL/min，进样口：150℃，接口 280℃。

质谱条件：EI 源，电子能量 70eV，离子源：200℃，扫描方式：全扫描定性，选择离子扫描定量，监测离子：29,31,49,62,98。溶剂延迟时间：1.5min，电子倍增器高压：1400V；采集时间：1.5min-10min。

样品处理：用分析天平准确称取 3g 的工业副产物氯化钠样品于顶空瓶中，加入 10mL 水,用压盖钳立即密封，摇匀至样品溶解后于顶空进样器中 85°C加热 30min 上机测定。

实验结果

标样谱图

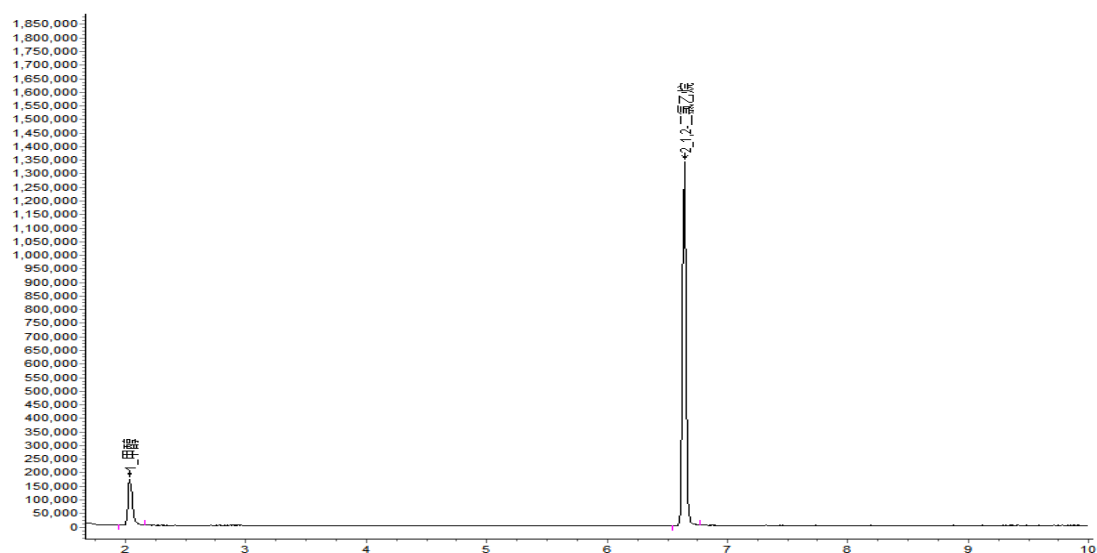
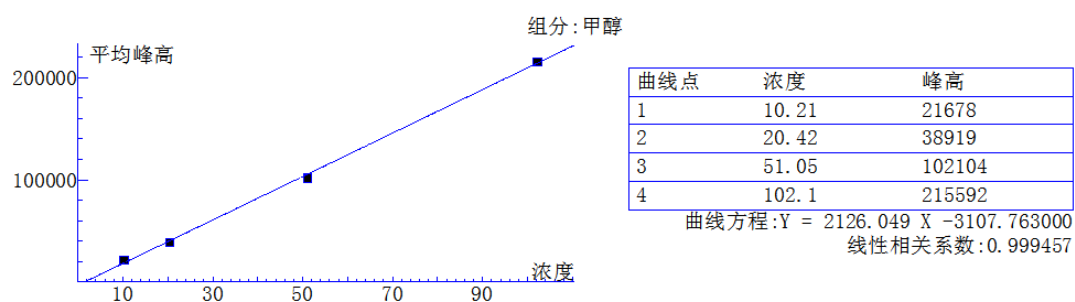
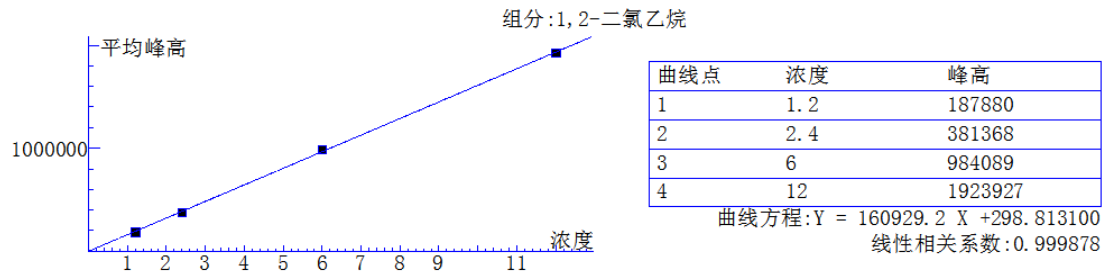


图 1 甲醇和 1,2-二氯乙烷标样谱图

校准曲线

标液配制：用分析天平准确称取一定量的甲醇和 1,2-二氯乙烷配制成一定浓度的标准储备液，然后根据样品中目标物浓度将标准储备液稀释成合适的浓度系列上机测定。





样品检测

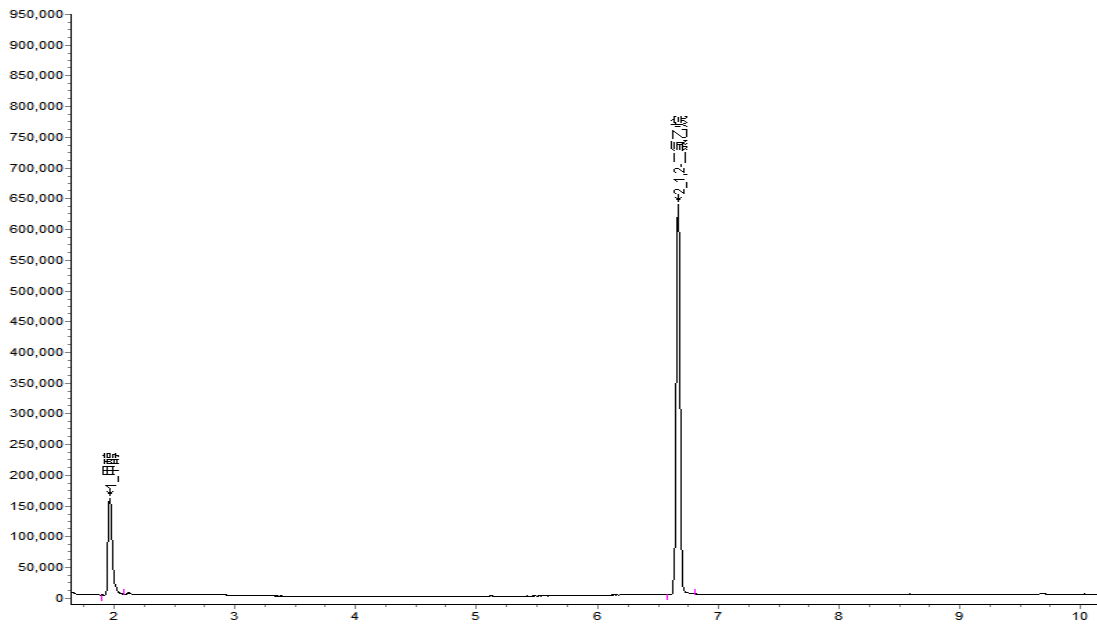


图 2 1号盐样选择离子扫描谱图

表 1 样品中甲醇和 1,2-二氯乙烷含量测定结果

单位:mg/kg

序号	化合物名称	保留时间 min	样品
1	甲醇	2.03	152.9
2	1,2-二氯乙烷	6.64	9.9

结果与讨论

工业副产物氯化钠中甲醇和二氯乙烷属于有机化合物杂质,其均具有毒性,其含有的 1,2-二氯乙烷蒸气与空气易形成爆炸性混合物,高毒,属于致癌物质,因此需要首先明确其中甲醇和二氯乙烷的含量,才能对工业副产物氯化钠进行处理再利用。本文建立了顶空进样 GC-MS 法分析工业副产物氯化钠中甲醇和二氯乙烷的方法,可供相关企业或部门参考。