

# 使用 Agilent 990 微型气相色谱仪分析 二氧化硫

## 作者

Jie Zhang  
安捷伦科技有限公司

## 前言

硫酸是世界上最重要的化学品之一。它被广泛用于生产化肥、颜料、染料、药物、炸药、洗涤剂、无机盐和酸。此外还被用于石油精炼和冶金过程。

硫酸生产中最重要的是接触工艺。在这一过程中，硫在空气中燃烧产生二氧化硫 ( $\text{SO}_2$ )。然后， $\text{SO}_2$  被氧气 ( $\text{O}_2$ ) 氧化为三氧化硫 ( $\text{SO}_3$ )。 $\text{SO}_2$  与  $\text{O}_2$  的反应为可逆反应，通常使用催化剂加速反应，以生成更多的  $\text{SO}_3$ 。

在这一接触工艺中，需要监测  $\text{SO}_2$  与  $\text{O}_2$  反应前后的浓度，以跟踪  $\text{SO}_2$  的转化率。同时还需监测  $\text{O}_2$  的浓度以确保  $\text{SO}_2$  和  $\text{O}_2$  的浓度比为生成  $\text{SO}_3$  所需的最佳比例。Agilent 990 微型气相色谱仪能够快速、准确地测定  $\text{SO}_2$  和  $\text{O}_2$ ，有利于控制  $\text{SO}_3$  的生产过程。

## 实验部分

**通道 1:** 10 m Agilent CP-Molesieve 5 Å 反吹通道，配备保留时间稳定 (RTS) 选项，用于 O<sub>2</sub> 的分析。反吹选项和 RTS 用于保护 Molesieve 5 Å 色谱柱免受水分、CO<sub>2</sub>、SO<sub>2</sub> 以及其他污染物的污染。这对 Molesieve 5 Å 色谱柱的长期保留时间重现性和色谱柱性能非常有利。

**通道 2:** 12 m Agilent CP-Sil 19CB 直型通道，用于 SO<sub>2</sub> 的分析。

图 1 展示了在通道 1 上分析 O<sub>2</sub> 获得的色谱图。图 2 展示了在通道 2 上分析 SO<sub>2</sub> 和水分 (H<sub>2</sub>O) 获得的色谱图。在生产过程中，水气存在于 O<sub>2</sub> 和 SO<sub>2</sub> 气体混合物中。如图 2 所示，在所测试的浓度下，CP-Sil 19CB 色谱柱能够实现 SO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O 的高效分离。此色谱图中它们的峰分离度为 3.6，能够实现 SO<sub>2</sub> 的准确定量。在反应气体中，SO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O 的浓度有时高达 10%。如此高的浓度导致峰展宽，分离度变差。在这种情况下，需要在 SO<sub>2</sub> 分析之前使用过滤器除去反应气体中的水分。在当前测试条件下，35 ppm SO<sub>2</sub> 的信噪比 (S/N) 为 98，计算得到的检测限为 1.1 ppm。

表 1. Agilent CP-Molesieve 5 Å 和 Agilent CP-Sil 19CB 通道的测试条件

通道类型	10 m Agilent CP-Molesieve 5 Å 反吹通道	12 m Agilent CP-Sil 19CB 直型通道
进样器温度	110 °C	110 °C
色谱柱压力	200 kPa	220 kPa
柱温	80 °C	50 °C
载气	氮气	氮气
反吹时间	7 秒	不适用
进样时间	40 ms	40 ms

表 2. SO<sub>2</sub> 校准气体标样

化合物	浓度
SO <sub>2</sub>	0.1%
N <sub>2</sub>	平衡气

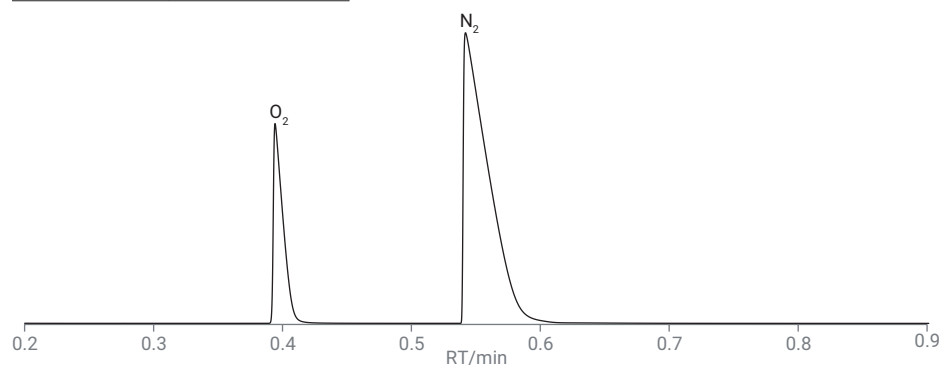


图 1. Agilent CP-Molesieve 5 Å 通道上 O<sub>2</sub> 的分析结果

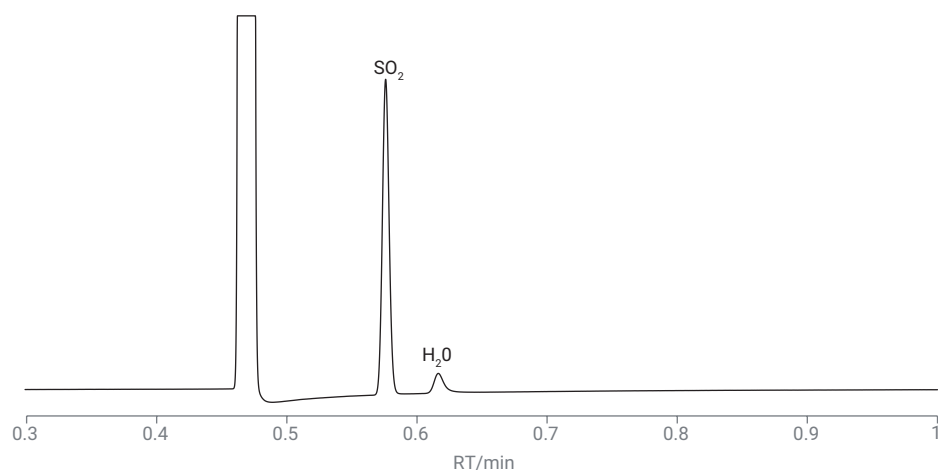


图 2. Agilent CP-Sil 19CB 通道上 SO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O 的分析结果

根据校准标样（1000 ppm SO<sub>2</sub> 和实验室空气）的 10 次重复进样，对仪器重现性进行了评估。表 3 展示了 O<sub>2</sub> 和 SO<sub>2</sub> 的保留时间和峰面积 RSD。RT RSD% 低于 0.1%，峰面积 RSD% 低于 1%。

## 结论

本研究展示了使用 Agilent 990 微型气相色谱仪分析 SO<sub>2</sub> 和 O<sub>2</sub>，其可用于硫酸生产过程中的催化剂性能评估或对生产过程进行控制。利用特别选择的 Agilent CP-Sil 19CB 色谱柱通道，可实现对 0.1% SO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O 的分离，且分离度大于 3。在配备反吹选件的分子筛通道对氧气进行分析。通过校准标样和实验室空气的 10 次连续分析，评估了定量精度，其中保留时间重现性低于 0.1%，峰面积重现性低于 1%，证明仪器具有出色的性能，能够实现可靠的 SO<sub>2</sub> 和 O<sub>2</sub> 定性和定量分析。

表 3. 两个分析通道上 SO<sub>2</sub> 和 O<sub>2</sub> 的保留时间和峰面积重现性

	SO <sub>2</sub>		O <sub>2</sub>	
	RT (min)	峰面积 (mv × s)	保留时间 (min)	峰面积 (mv × s)
	0.576	1.689	0.395	74.520
	0.576	1.704	0.395	74.622
	0.575	1.700	0.395	74.598
	0.575	1.721	0.395	74.616
	0.575	1.697	0.395	74.596
	0.575	1.694	0.395	74.608
	0.576	1.669	0.395	74.592
	0.576	1.684	0.395	74.568
	0.576	1.680	0.395	74.568
	0.575	1.716	0.395	74.617
平均值	0.576	1.695	0.395	74.592
RSD%	0.09	0.93	0.002	0.041

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2019  
2019 年 8 月 6 日，中国出版  
5994-1044ZHCHN