

Analisi del diossido di zolfo con il Micro GC Agilent 990

Autore

Jie Zhang
Agilent Technologies, Inc.

Introduzione

L'acido solforico è una delle sostanze chimiche più importanti al mondo. È ampiamente utilizzato per la produzione di fertilizzanti, pigmenti, coloranti, farmaci, esplosivi, detergenti, sali e acidi inorganici. Si usa, inoltre, per la raffinazione del petrolio e nei processi metallurgici.

Il principale processo per la produzione di acido solforico è il metodo di contatto, durante il quale lo zolfo viene bruciato all'aria per produrre diossido di zolfo (SO_2). In seguito, l' SO_2 viene convertito in triossido di zolfo (SO_3) dall'ossigeno (O_2). La reazione di SO_2 e O_2 è reversibile e in genere si utilizza un catalizzatore per accelerare tale reazione e aumentare la quantità di SO_3 generato.

Durante il processo di contatto, è necessario monitorare la concentrazione di SO_2 prima e dopo la reazione con O_2 per controllare la velocità di trasformazione dell' SO_2 . Anche la concentrazione di O_2 deve essere monitorata per accertarsi che il rapporto tra SO_2 e O_2 sia quello giusto per la produzione di SO_3 . Il sistema Micro GC Agilent 990 garantisce misurazioni di SO_2 e O_2 veloci e precise agevolando, così, il controllo del processo di produzione di SO_3 .

Condizioni sperimentali

Canale 1: canale backflush da 10 m Agilent CP-Molesieve 5 Å, con opzione di stabilità del tempo di ritenzione per l'analisi di O₂. L'opzione backflush e RTS è utilizzata per proteggere la colonna Molesieve 5 Å da umidità, CO₂, SO₂ e altri contaminanti. Ciò è utile per la ripetibilità del RT a lungo termine e le prestazioni della colonna Molesieve 5Å.

Canale 2: canale diretto da 12 m Agilent CP-Sil 19CB, per l'analisi di SO₂.

La Figura 1 mostra il cromatogramma dell'analisi di O₂ sul canale 1. La Figura 2 mostra il cromatogramma dell'analisi di SO₂ e dell'umidità (H₂O) sul canale 2. Durante la produzione, l'H₂O è presente come umidità nella miscela gassosa di O₂ e SO₂. La Figura 2 mostra che SO₂ e H₂O possono essere efficacemente separati sulla colonna CP-Sil 19CB alla concentrazione testata. La risoluzione dei picchi in questo cromatogramma è 3,6 e l'SO₂ può essere quantificato con precisione. Nel gas di reazione, le concentrazioni di SO₂ e H₂O possono talvolta raggiungere il 10%. Con una concentrazione così elevata, i picchi si allargano e la risoluzione peggiora. In tali circostanze, è necessario usare un filtro per rimuovere l'umidità dal gas di reazione prima di analizzare l'SO₂. Il rapporto segnale-rumore (S/N) per 35 ppm di SO₂ alle condizioni del test applicato è 98 e il limite di rivelabilità calcolato è 1,1 ppm.

Tabella 1. Condizioni del test per i canali Agilent CP-Molesieve 5 Å e Agilent CP-Sil 19CB.

Tipo di canale	Agilent CP-Molesieve 5 Å, 10 m, backflush	Agilent CP-Sil 19CB, 12 m, diretto
Temperatura dell'iniettore	110 °C	110 °C
Pressione in colonna	200 kPa	220 kPa
Temperatura della colonna	80 °C	50 °C
Gas carrier	Elio	Elio
Tempo di backflush	7 secondi	NA
Tempo di iniezione	40 ms	40 ms

Tabella 2. Standard di calibrazione SO₂.

Composti	Concentrazione
SO ₂	0,1%
N ₂	Bilancio

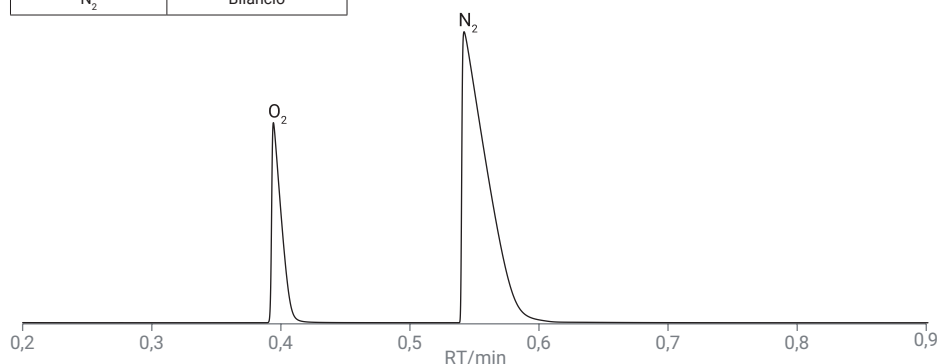


Figura 1. Analisi di O₂ sul canale Agilent CP-Molesieve 5 Å.

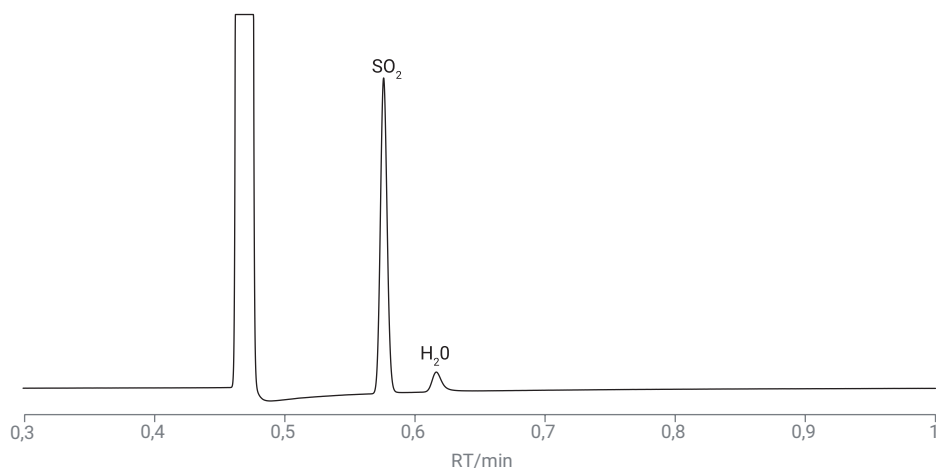


Figura 2. Analisi di SO₂ e H₂O sul canale Agilent CP-Sil 19CB.

La ripetibilità dello strumento è stata valutata mediante 10 iniezioni dello standard di calibrazione (1.000 ppm di SO₂ e aria di laboratorio). La Tabella 3 mostra la RSD del RT e dell'area per O₂ e SO₂. La RSD% del RT è inferiore allo 0,1% e la RSD% dell'area è inferiore all'1%.

Conclusione

Questo studio dimostra l'applicazione del sistema Micro GC Agilent 990 per l'analisi di SO₂ e O₂, che si può utilizzare per la valutazione delle prestazioni del catalizzatore o del controllo dei processi nella produzione di acido solforico. Con il canale della colonna appositamente selezionato, Agilent CP-Sil 19CB, lo 0,1% di SO₂ e H₂O può essere risolto con una risoluzione maggiore di 3. L'ossigeno viene analizzato su un canale a setaccio molecolare con opzione backflush. La precisione nella quantificazione è stata valutata su 10 analisi consecutive dello standard di calibrazione e dell'aria di laboratorio con ripetibilità del RT inferiore allo 0,1% e ripetibilità dell'area inferiore all'1%, dimostrando eccellenti prestazioni dello strumento per una qualificazione e una quantificazione affidabili di SO₂ e O₂.

Tabella 3. Ripetibilità del RT e dell'area di SO₂ e O₂ sui due canali analitici.

	SO ₂		O ₂	
	RT (min)	Area (mv × s)	RT (min)	Area (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
Media	0,576	1,695	0,395	74,592
RSD%	0,09	0,93	0,002	0,041

www.agilent.com/chem

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Stampato negli Stati Uniti il 6 agosto 2019
5994-1044ITE