

Análisis de dióxido de azufre con el sistema micro-GC Agilent 990

Autor

Jie Zhang
Agilent Technologies, Inc.

Introducción

El ácido sulfúrico es uno de los productos químicos más importantes del mundo. Es ampliamente utilizado para la fabricación de fertilizantes, pigmentos, colorantes, fármacos, explosivos, detergentes, así como sales y ácidos inorgánicos. También se usa en procesos de refinado de petróleo y metalúrgicos.

El proceso más importante para hacer ácido sulfúrico es el proceso de contacto. Durante este proceso, el azufre se quema en el aire para producir dióxido de azufre (SO_2). Despues, el SO_2 se convierte en trióxido de azufre (SO_3) por oxígeno (O_2). La reacción de SO_2 y O_2 es reversible, y generalmente se usa un catalizador para acelerar la reacción para aumentar la cantidad de SO_3 creada.

Durante el proceso de contacto, debe controlarse la concentración de SO_2 antes y después de su reacción con O_2 para hacer seguimiento de la tasa de conversión de SO_2 . Además, la concentración de O_2 debe monitorizarse para asegurarse de que SO_2 y O_2 están en la proporción adecuada para fabricar SO_3 . El sistema micro-GC Agilent 990 proporciona mediciones rápidas y precisas de SO_2 y O_2 , que ayudan a controlar el proceso de fabricación de SO_3 .

Experimento

Canal 1: Un canal con retroflujo Agilent CP-Molesieve 5 Å de 10 m con opción de estabilidad del tiempo de retención (RTS) para el análisis de O₂. La opción de retroflujo y la RTS se utilizan para proteger la columna Molesieve 5 Å de la humedad, CO₂, SO₂, y otros contaminantes. Esto resulta útil para la reproducibilidad del TR a largo plazo y la prestación de la columna Molesieve 5 Å.

Canal 2: Canal recto Agilent CP-Sil 19CB de 12 m para el análisis de SO₂.

La Figura 1 muestra el cromatograma del análisis de O₂ en el canal 1. La Figura 2 muestra el cromatograma de SO₂ y el análisis de humedad (H₂O) en el canal 2. Durante la fabricación, H₂O está presente como humedad en la mezcla de gas de O₂ y SO₂. La Figura 2 muestra que SO₂ y H₂O pueden separarse eficazmente en la columna CP-Sil 19CB a la concentración analizada. Su resolución de los picos en este cromatograma es de 3,6, y SO₂ se puede cuantificar con precisión. En el gas de reacción, las concentraciones de SO₂ y H₂O son a veces tan altas como en 10 %. Con una concentración tan alta, los picos se ensanchan y la resolución empeora. En estas circunstancias, es necesario usar un filtro para extraer la humedad del gas de reacción antes de analizar SO₂. La relación señal-ruido (S/N) para SO₂ a 35 ppm bajo las condiciones de prueba aplicadas es 98, y el límite de detección calculado es 1,1 ppm.

Tabla 1. Condiciones de prueba para los canales Agilent CP-Molesieve 5 Å y Agilent CP-Sil 19CB.

Tipo de canal	Agilent CP-Molesieve 5 Å de 10 m, retroflujo	Agilent CP-Sil 19CB de 12 m, recto
Temperatura del inyector	110 °C	110 °C
Presión de la columna	200 kPa	220 kPa
Temperatura de la columna	80 °C	50 °C
Gas portador	Helio	Helio
Tiempo de retroflujo	7 segundos	NA
Tiempo de inyección	40 ms	40 ms

Tabla 2. Estándar de gas de calibración de SO₂.

Compuestos	Concentración
SO ₂	0,1 %
N ₂	Equilibrio

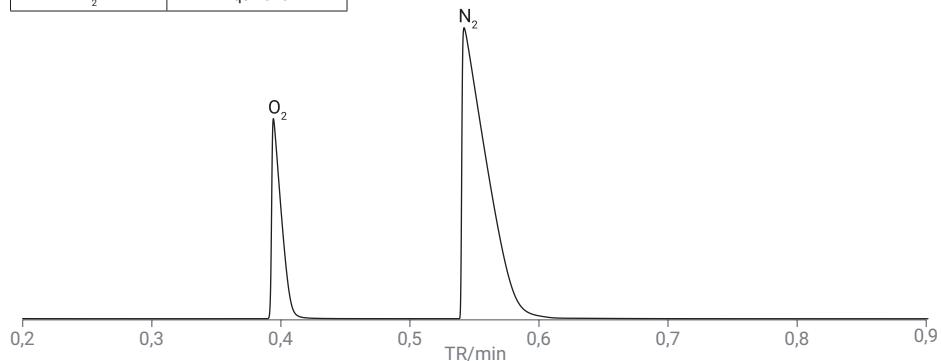


Figura 1. Análisis de O₂ en el canal Agilent CP-Molesieve 5 Å.

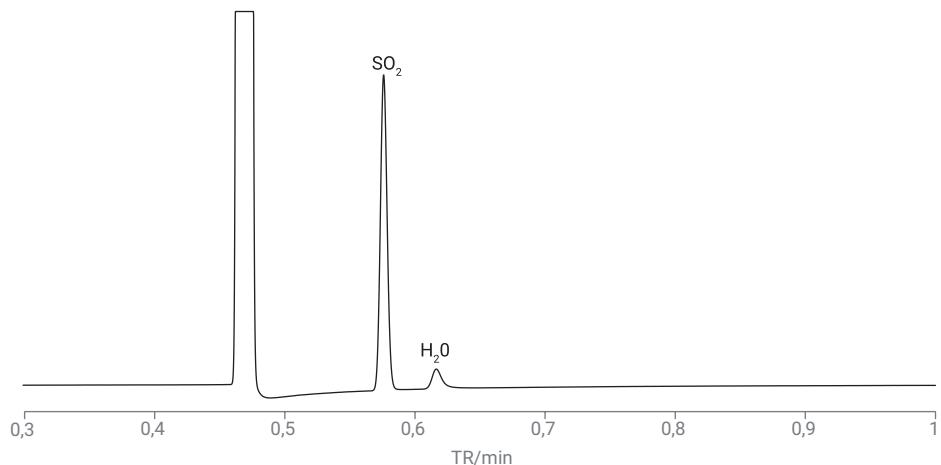


Figura 2. Análisis de SO₂ y H₂O en el canal Agilent CP-Sil 19CB.

Se evaluó la reproducibilidad del instrumento mediante 10 inyecciones de patrón de calibración (SO_2 a 1.000 ppm y aire de laboratorio). La Tabla 3 muestra el RSD del TR y del área para O_2 y SO_2 . El % RSD del TR es inferior al 0,1 % y el % RSD del área es inferior al 1 %.

Conclusión

Este estudio demuestra la aplicación del sistema micro-GC Agilent 990 para el análisis de SO_2 y O_2 , que puede utilizarse para evaluación del rendimiento del catalizador o el control del procesos en la fabricación de ácido sulfúrico. Con el canal de columna especialmente seleccionado, Agilent CP-Sil 19CB, SO_2 0,1 % y H_2O se puede resolver con una resolución mayor que 3. El oxígeno se analiza en un canal de tamiz molecular con opción de retroflujo. La precisión de cuantificación se evaluó mediante 10 análisis consecutivos de patrón de calibración y aire de laboratorio con una reproducibilidad de TR inferior al 0,1 % y una reproducibilidad de área inferior al 1 %, lo que demuestra un excelente rendimiento del instrumento para una cualificación y cuantificación fiables de SO_2 y O_2 .

Tabla 3. TR y reproducibilidad de área de SO_2 y O_2 en dos canales analíticos.

	SO_2		O_2	
	TR (min)	Área (mv × s)	TR (min)	Área (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