

Analyse du dioxyde de soufre avec le Micro GC Agilent 990

Auteur

Jie Zhang
Agilent Technologies, Inc.

Introduction

L'acide sulfurique est l'un des produits chimiques les plus importants au monde. Il est largement utilisé dans la fabrication d'engrais, de pigments, de colorants, de médicaments, d'explosifs, de détergents et de sels et acides inorganiques, de même que dans le raffinage du pétrole et les procédés métallurgiques.

Le procédé de contact est le mode de production le plus employé pour obtenir de l'acide sulfurique. Lors de ce procédé, le soufre brûle au contact de l'air pour générer du dioxyde de soufre (SO_2). Le SO_2 est ensuite transformé en trioxyde de soufre (SO_3) par l'oxygène (O_2). La réaction entre SO_2 et O_2 est réversible, et l'on utilise généralement un catalyseur pour accélérer cette réaction afin d'augmenter la quantité de SO_3 générée.

Lors du procédé de contact, la concentration de SO_2 doit être surveillée avant et après sa réaction avec O_2 pour suivre le taux de conversion de SO_2 . La concentration de O_2 doit elle aussi être surveillée pour vérifier que le rapport entre SO_2 et O_2 permet bien d'obtenir SO_3 . Le Micro GC Agilent 990 fournit des mesures rapides et précises de SO_2 et de O_2 , ce qui facilite le contrôle du procédé de fabrication de SO_3 .

Données expérimentales

Voie 1 : voie CP-Molesieve 5 Å Agilent à rétrobalayage de 10 m, avec option de stabilité des temps de rétention (RTS) pour l'analyse de O_2 . L'option rétrobalayage et RTS permet de protéger la colonne Molesieve 5 Å de l'humidité, du CO_2 , du SO_2 et des autres contaminants, ce qui est bénéfique pour la reproductibilité à long terme des TR et les performances de la colonne.

Voie 2 : voie Agilent CP-Sil 19CB droite de 12 m pour l'analyse du SO_2 .

La Figure 1 présente le chromatogramme de l'analyse de O_2 sur la voie 1. La Figure 2 présente le chromatogramme de l'analyse de SO_2 et de l'humidité (H_2O) sur la voie 2. Au cours de la fabrication, H_2O est présent sous forme d'humidité dans le mélange gazeux constitué de O_2 et SO_2 . La Figure 2 montre qu'il est possible de séparer efficacement SO_2 et H_2O sur une colonne CP-Sil 19CB à la concentration testée. La résolution de leurs pics sur ce chromatogramme est de 3,6 et le SO_2 peut être quantifié avec précision. Dans le gaz de réaction, les concentrations de SO_2 et H_2O vont parfois jusqu'à atteindre 10 %. Lorsque les concentrations sont aussi élevées, le pic s'élargit et la résolution se dégrade. Il est nécessaire alors d'utiliser dans ces conditions un filtre pour éliminer l'humidité du gaz de réaction avant l'analyse de SO_2 . Le rapport signal sur bruit (S/B) de SO_2 à 35 ppm dans les conditions appliquées au test est de 98, et la limite de détection calculée de 1,1 ppm.

Tableau 1. Conditions de test des voies CP-Molesieve 5 Å Agilent et CP-Sil 19CB Agilent.

Type de voie	CP-Molesieve 5 Å Agilent à rétrobalayage de 10 m	CP-Sil 19CB Agilent droite de 12 m
Température de l'injecteur	110 °C	110 °C
Pression de colonne	200 kPa	220 kPa
Température de colonne	80 °C	50 °C
Gaz vecteur	Hélium	Hélium
Temps de rétrobalayage	7 secondes	S.o.
Durée d'injection	40 ms	40 ms

Tableau 2. Mélange étalon de gaz SO_2 .

Composés	Concentration
SO_2	0,1 %
N_2	Complément

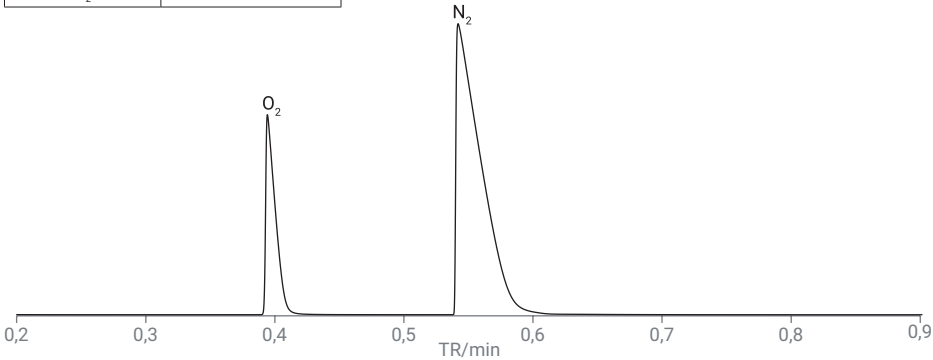


Figure 1. Analyse de O_2 sur la voie CP-Molesieve 5 Å Agilent.

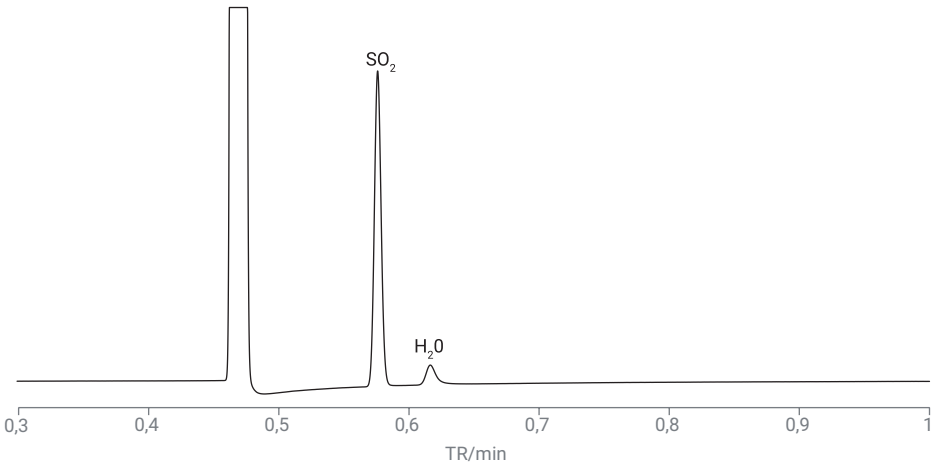


Figure 2. Analyse de SO_2 et H_2O sur la voie CP-Sil 19CB Agilent.

La reproductibilité de l'instrument a été évaluée avec 10 injections de mélange étalon (SO₂ à 1 000 ppm et air du laboratoire). Les déviations standard relatives (RSD) des TR et des aires pour O₂ et SO₂ sont indiquées au Tableau 3. Le pourcentage de RSD des TR est inférieur à 0,1 % et celui des aires inférieur à 1 %.

Conclusion

Cette étude illustre l'utilisation du Micro GC Agilent 990 pour l'analyse de SO₂ et de O₂, laquelle peut servir à l'évaluation des performances du catalyseur ou au contrôle des procédés dans la fabrication de l'acide sulfurique. Avec la voie spécialement sélectionnée, la colonne CP-Sil 19CB Agilent, on peut séparer H₂O et SO₂ à 0,1 % avec une résolution supérieure à 3. L'oxygène est analysé sur une voie à tamis moléculaire avec option rétrobalayage. La précision de la quantification a été évaluée avec 10 analyses consécutives du mélange étalon et l'air du laboratoire avec une reproductibilité des TR inférieure à 0,1 % et une reproductibilité des aires inférieure à 1 %, démontrant ainsi les excellentes performances de l'instrument pour la qualification et la quantification de SO₂ et O₂ en toute fiabilité.

Tableau 3. Reproductibilité des RT et des aires de SO₂ et O₂ sur deux voies analytiques.

	SO ₂		O ₂	
	TR (min)	Aire (mv × s)	TR (min)	Aire (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
Moyenne	0,576	1,695	0,395	74,592
% RSD	0,09	0,93	0,002	0,041