

Agilent 355 型硫化学发光检测器(355 SCD)： 乙烯、丙烯中的含硫化合物

技术概要

引言

本技术概要简要描述采用气相色谱仪和选择性硫检测器，分析痕量硫化氢、羰基硫及其它挥发性含硫化合物的方法。本方法适于化工原料中挥发性含硫化合物及总硫含量的测定。

测定乙烯和丙烯中的含硫化合物是十分重要的，因为这些含硫化合物会对烃原料造成污染。不同类型的含硫化合物性质的差异使得准确测定痕量的含硫化合物有一定的难度。挥发性含硫化合物的性质十分活泼极易被吸附，因此要准确测定痕量含硫化合物依赖于好的色谱技术。要选用惰性的样品处理系统，并配有阀系统及选择性硫检测器，降低测定时的干扰因素。由于各自沸点范围的不同使得乙烯中的硫化氢，丙烯中的羰基硫的测定备受关注。

本分析在检测器的选择上有一定的难度，如选用火焰光度检测器，由于被分析物与烃类溶剂共流出造成淬

灭并产生干扰，会使结果明显增大。由下面的色谱图可以看出 SCD 选择性检测气体烃中痕量含硫化合物的能力，该分析不会被烃类造成淬灭和干扰。

本分析使用的仪器是安捷伦 5890 II 型气相色谱仪，配有分流或不分流进样器。检测器是 Agilent 355 型硫化学发光检测器。该检测器直接与 Astec Gaspro 毛细管柱相连，检测器在其标准条件下操作。

由图 1 可以看出 355 SCD 分析丙烯中羰基硫的能力。1 ml 丙烯样品中含有 60 ppb (重) 羰基硫，样品不作预处理。进样分流比为 1:6，线速度约为 38 cm/sec。程序升温：初温 50 °C 保持 1 min，以 10 °C/min 的速率升至 100 °C。本色谱图证实了 355 型硫化学发光检测器对于硫化物的选择性，图中没有烃的响应，基线也不受干扰。SCD 对含硫化合物的选择性，说明该检测器是测定痕量含硫化合物的理想检测器。



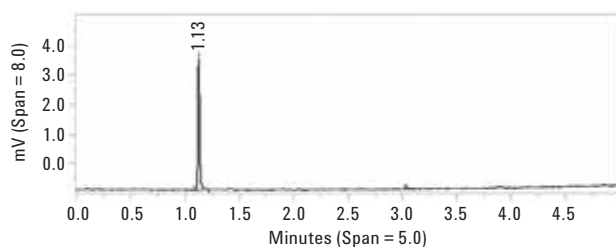


图1. 丙烯中 60 ppb 的羰基硫

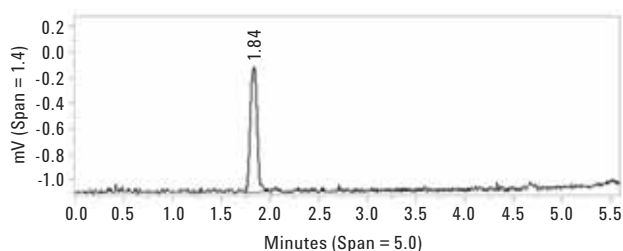


图2. 乙烯中 100 ppb 的硫化氢

图2举例说明了使用 GasPro 色谱柱时 355 SCD 分析乙烯中 100 pb 硫化氢时的结果。与上例相同，进样量为 1 ml（气态），分流比 1:6，程序升温：初温 40 °C 保持 1 min，以 10 °C/min 的速率升至 100 °C。在这种情况下事先要把升温速率设定好，以便于同时洗出乙烯和硫化氢。正如所料，结果显示峰宽增加。然而硫响应没有淬灭，同时烃无响应、基线也基本不受影响。尽管在这种情况下硫化学发光检测器可以很好地工作，但是仍建议分析物尽可能与基质分离，以降低溶剂效应。

近年来色谱柱技术的发展，使得在常温下即可将硫化氢和羰基硫从烃中分离。对于分离硫化氢、羰基硫、轻硫醇和硫醚化合物的毛细管柱，如：Chrompack CP-SilicaPLOT (30 m x 0.32 mm id) 或 Astec Gaspro (15 m x 0.32 mm id) 是比较理想的。这些柱子的保留指数特性单一，非常适合轻组分的分离。

如需详细信息

如需了解本公司产品和服务的详细信息请登录网站：
www.agilent.com/chem/cn。

安捷伦对本材料中的错误与设备、性能或本品的使用有关的意外伤害或由此造成的损坏不负任何责任。

本文中的信息，说明和指标，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技有限公司。2007

2007 年 6 月中国印刷
5989-6791CHCN



Agilent Technologies