

气相色谱法分析气体中形态硫和总硫含量

GC-184

摘要： 本文使用岛津 GC-2010 Pro 系统气相色谱仪，配置十通阀和 FPD 检测器系统建立了测定气体中总硫和形态硫的分析方法。本文参考国标 GB/T 28727-2012，建立分析方法，方法具有重复性和灵敏度好，检出限低，分析时间短，和操作简单等优点。

关键词： 气相色谱仪 十通阀 形态硫 总硫

工业气和环境气中硫化物的存在对运输、贮存和使用安全及环境均会产生不利影响，硫化物的存在不仅会腐蚀设备、污染环境，还会危害人体健康。工业气中硫化物主要包括硫化氢、二氧化硫、羰基硫、硫醇、硫醚、及其他硫化物。过程气中硫化物的准确分析对净化行业脱硫工艺具有重要的指导意义；同时硫化物的准确含量是重要的安全、环保和质量指标。

FPD 检测器是用于测定含硫化合物的选择性检测器，具有灵敏度高，使用简单等特点。

本文按《GB/T 28727-2012 气体分析硫化物的测定 火焰光度气相色谱法》的要求，测定形态硫和总硫，适用于氢，氧，氮，二氧化碳，甲醇合成气，干性天然气，焦炉气中的硫化物分析。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

1.2 分析条件

载气：瓶装 N₂ ≥ 99.999%

载气控制模式：压力

柱温程序：60°C (2 min) _10°C /min_200°C (6 min)

FPD 温度：250°C

FPD 流量：H₂ 60 mL/min

Air 90 mL/min

进样方式：自动阀进样，1.0 mL 定量环

进样模式：直接注入

色谱柱：Rt-XLSulfur Micropacked Column 1 m

■ 样品前处理

2.1 标准品的制备

由大连大特气体有限公司提供的标气 (μL/L)：硫化氢 5 ppm，羰基硫 5 ppm，甲硫醇 5 ppm，乙硫醇 5 ppm，二甲二硫醚 5 ppm，氮气平衡气。使用外标法制作单点校正标准曲线。

2.2 样品制备

上述标准样品经稳压稳流装置后用不锈钢管与仪器的样品进口相连，充分置换后进行分析。

■ 结果与讨论

3.1 标气色谱图

按照图 1 流路图和 1.2 条件分析标准气体在表 1 条件下测定 5 种形态硫，结果见图 2；在表 2 条件下测定硫化氢，羰基硫，总有机硫，结果见图 3。在表 3 条件下测定总硫，结果见图 4。

■ 结果与讨论

3.1 标气色谱图

按照图 1 流程图和 1.2 条件分析标准气体在表 1 条件下测定 5 种形态硫, 结果见图 2; 在表 2 条件下测定硫化氢, 羰基硫, 总有机硫, 结果见图 3。在表 3 条件下测定总硫, 结果见图 4。

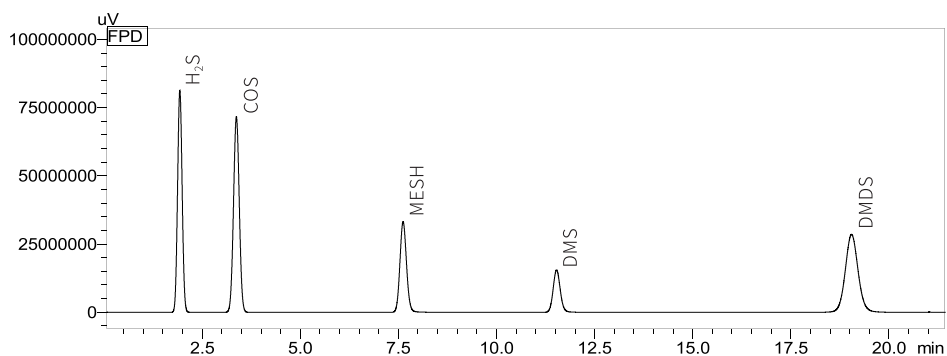


图 1 形态硫色谱图

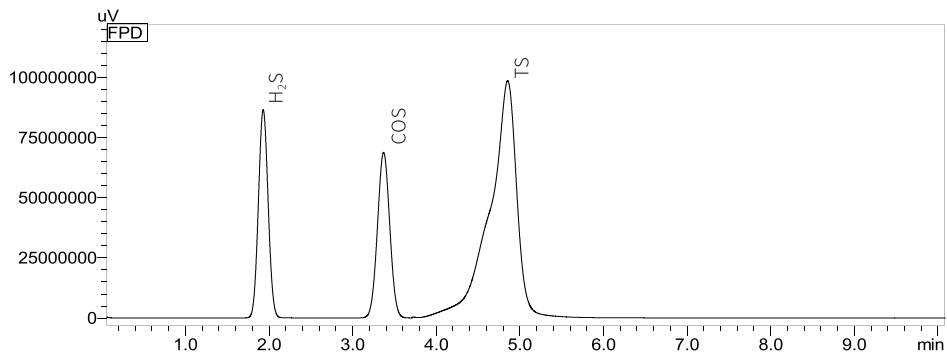


图 2 硫化氢_羰基硫_总有机硫色谱图

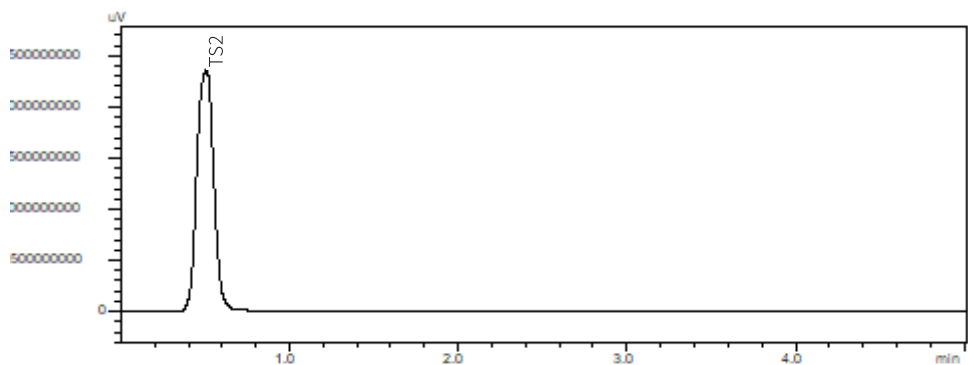


图 3 总硫色谱图

表 1 组分名称、CAS 号以及保留时间 (FPD)

No.	中文名称	英文名称	CAS	保留时间 (min)
1	硫化氢	Hydrogen sulfid	7783-06-4	1.932
2	羰基硫	Carbonyl sulfide	463-58-1	3.360
3	甲硫醇	Methyl mercaptan	74-93-1	7.617
4	乙硫醇	Ethyl mercaptan	75-08-1	11.53
5	二甲二硫醚	Dimethyl disulfide	624-92-0	19.05
6	总硫 1	Total sulfur 1	/	4.852
7	总硫 2	Total sulfur 2	/	0.512

3.2 实验重复性和检出限

使用 2.1 标样连续进样 4 次，考察仪器的重复性。峰面积和重复性结果列于表 5。根据标准品数据，计算气体组分的检出限 (S/N=3)，如表 5 所示。

表 2 气体组分的峰面积重复性 RSD% (n=4) 及检出限

No.	中文名称	面积 RSD%	检出限 (ppm)
1	硫化氢	2.09	0.01
2	羰基硫	1.01	0.01
3	甲硫醇	3.70	0.02
4	乙硫醇	1.07	0.04
5	二甲二硫醚	2.62	0.02
6	总硫 1	3.85	0.03
7	总硫 2	1.63	0.02

■ 结论

本文利用岛津 GC-2010 Pro 系统气相，十通阀，FPD 检测器系统，依据 GB/T 28727-2012 的要求建立了 3 种分析方法，可分别测定总硫，除硫化氢和羰基硫以外的总有机硫，以及形态硫的含量。重复性，灵敏度均优于标准要求。

岛津应用云

