

# 气相色谱质谱法用于分析硫化物气体

GCMS-179

**摘要：** 本文利用岛津公司 GCMS 气质联用仪，结合气体进样阀，8 min 内完成硫化物气体分析。该方法重现性好，检出限低。

**关键词：** GCMS 气质联用仪硫化物气体进样阀

硫化物如  $H_2S$ ,  $COS$ ,  $CH_3SH$ ,  $(CH_3)_2S$  等在大气中容易被氧化成  $SO_2$ , 形成酸雾、酸雨等，对环境和生物造成破坏。工业中微量的硫化物对管道、设备、工艺、催化剂等有很大害处，造成腐蚀、中毒、影响生产等后果。常用 GC-TCD, GC-FPD, GC-PFPD 等检测器进行检测，前者两者检测限差，后者安装、调试复杂。而质谱分析具有灵敏度高、用量少、分析速度快、分离和鉴定科同时进行等优点，应用越来越广泛。

新设计的气体进样阀（哈式镍合金），固定在 GC

仪器里面。管线、接头、定量环全部钝化处理；定量环取样，自动切换进样，重复性好；高灵敏度的 AFC 控制压力，准确性高。

本文建立了气体进样阀 – 气相色谱质谱联用法分析硫化物气体。该方法具有重现性好，RSD% 小于 1%，检出限低，LOD 小于 50 ppb，分析速度快，定性准确等优点，可以广泛应用于天然气、煤气、石油、化工、高校等行业。

## 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rt-Q PLOT, 30 m × 0.53 mm × 20 μm

进样口温度：150°C

分流进样，分流比 5:1

柱温程序：120°C(2 min)\_20°C/min\_200°C(8 min)

(hold 8 min)

恒压：15 kPa

离子化方式：EI

离子源温度：200°C

接口温度：280°C

溶剂延迟时间：0 min

采集方式：SIM，特征离子见表 1

## 结果讨论

### 2.1 流程图

采用六通阀自动进样（哈式镍合金），分流进样口 (SPL) 分流（钝化处理），GCMS 进行检测分析，如图 1 所示。

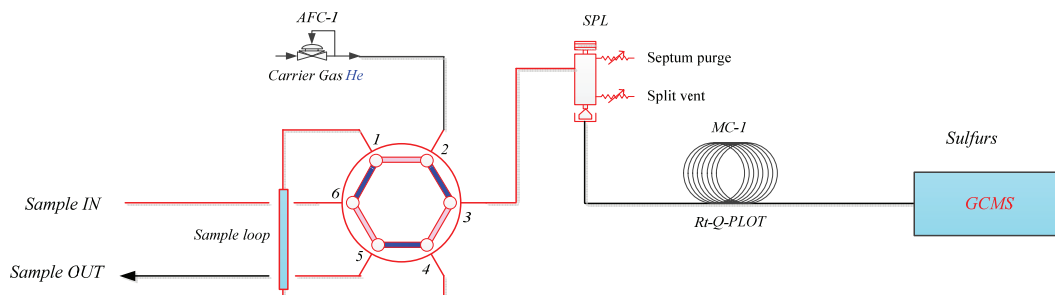


图1 流程图

## 2.2 色谱图

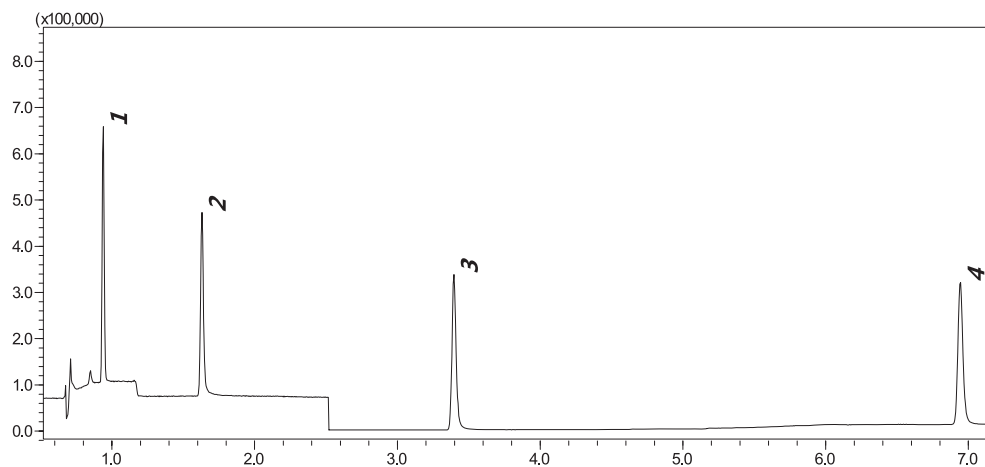


图2 硫化物气体的TIC谱图

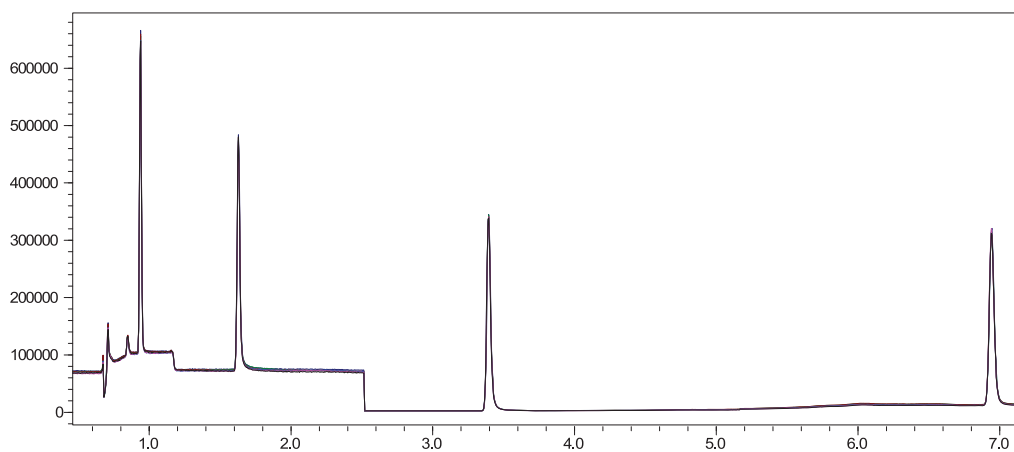


图3 硫化物气体的比较图(n=6)

表1 组分名称、CAS号及保留时间

No.	化合物	保留时间(min)	浓度( $\mu\text{g/mL}$ )	CAS	定量离子(m/z)	定性离子(m/z)
1	COS	0.94	5.0	463-58-1	60	32,44
2	CH <sub>3</sub> SH	1.635	5.0	74-93-1	47	48,45
3	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> S	3.395	5.4	75-18-3	47	62,45
4	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	6.945	5.0	624-9-0	94	45,79

## 2.3 检出限及重复性

使用标准硫化物气体，依据上述条件，分流比为 5:1，以 3 倍信噪比计算检出限，各组分检出限见下表；重复进样 6 次，面积重复性良好，RSD 小于 1%。

表2 永久性气体的面积重复性及最低检测限(BID)(n=6)

No.	化合物	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%	LOD ppm
1	COS	318059	314272	316521	314181	312384	314695	315019	0.63	0.006
2	CH <sub>3</sub> SH	238252	232583	234820	234668	232971	237356	235108	0.97	0.008
3	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> S	256584	257372	257858	256058	255545	255910	256559	0.34	0.041
4	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	328682	325590	322631	321482	328734	322919	325006	0.97	0.011

## ■ 结论

采用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪, 结合气体进样阀, 可以快速地、有效的用于硫化物气体的定性、定量分析, 并且具有灵敏度高、速度快、重复性好等特点, 可以广泛应用于天然气、煤气、石油、化工、高校研究等行业。