

# 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 ( $\text{SO}_2$ ). Después, el  $\text{SO}_2$  se convierte en trióxido de azufre ( $\text{SO}_3$ ) por oxígeno ( $\text{O}_2$ ). La reacción de  $\text{SO}_2$  y  $\text{O}_2$  es reversible, y generalmente se usa un catalizador para acelerar la reacción para aumentar la cantidad de  $\text{SO}_3$  creada.

Durante el proceso de contacto, debe controlarse la concentración de  $\text{SO}_2$  antes y después de su reacción con  $\text{O}_2$  para hacer seguimiento de la tasa de conversión de  $\text{SO}_2$ . Además, la concentración de  $\text{O}_2$  debe monitorizarse para asegurarse de que  $\text{SO}_2$  y  $\text{O}_2$  están en la proporción adecuada para fabricar  $\text{SO}_3$ . El sistema micro-GC Agilent 990 proporciona mediciones rápidas y precisas de  $\text{SO}_2$  y  $\text{O}_2$ , que ayudan a controlar el proceso de fabricación de  $\text{SO}_3$ .

## 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 O<sub>2</sub>. La opción de retroflujo y la RTS se utilizan para proteger la columna Molesieve 5 Å de la humedad, CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>, 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 SO<sub>2</sub>.

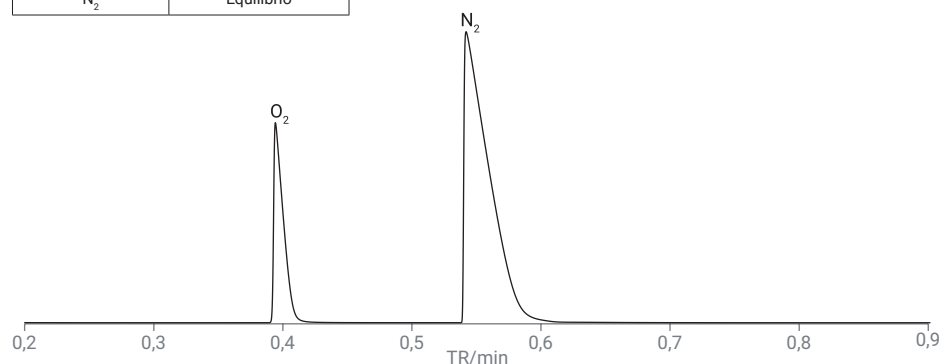
La Figura 1 muestra el cromatograma del análisis de O<sub>2</sub> en el canal 1. La Figura 2 muestra el cromatograma de SO<sub>2</sub> y el análisis de humedad (H<sub>2</sub>O) en el canal 2. Durante la fabricación, H<sub>2</sub>O está presente como humedad en la mezcla de gas de O<sub>2</sub> y SO<sub>2</sub>. La Figura 2 muestra que SO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O 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 SO<sub>2</sub> se puede cuantificar con precisión. En el gas de reacción, las concentraciones de SO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O 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 SO<sub>2</sub>. La relación señal-ruido (S/N) para SO<sub>2</sub> 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.

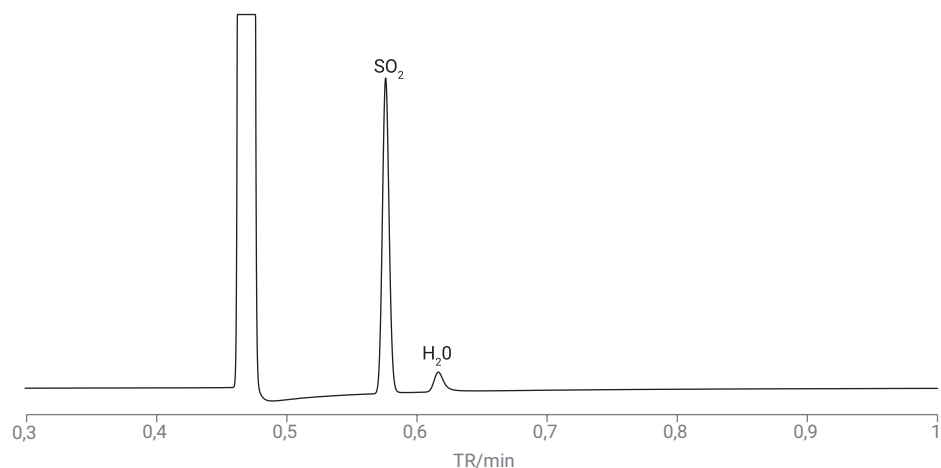
Tipo de canal	Agilent CP-Molesieve 5 Å de 10 m, retroflujo	Agilent CP-Sil 19CB de 12 m, recto
Temperatura del inyector	110 °C	110 °C
Presión de la columna	200 kPa	220 kPa
Temperatura de la columna	80 °C	50 °C
Gas portador	Helio	Helio
Tiempo de retroflujo	7 segundos	NA
Tiempo de inyección	40 ms	40 ms

**Tabla 2.** Estándar de gas de calibración de SO<sub>2</sub>.

Compuestos	Concentración
SO <sub>2</sub>	0,1 %
N <sub>2</sub>	Equilibrio



**Figura 1.** Análisis de O<sub>2</sub> en el canal Agilent CP-Molesieve 5 Å.



**Figura 2.** Análisis de SO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O en el canal Agilent CP-Sil 19CB.

Se evaluó la reproducibilidad del instrumento mediante 10 inyecciones de patrón de calibración (SO<sub>2</sub> a 1.000 ppm y aire de laboratorio). La Tabla 3 muestra el RSD del TR y del área para O<sub>2</sub> y SO<sub>2</sub>. 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<sub>2</sub> y O<sub>2</sub>, 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<sub>2</sub> 0,1 % y H<sub>2</sub>O 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<sub>2</sub> y O<sub>2</sub>.

**Tabla 3.** TR y reproducibilidad de área de SO<sub>2</sub> y O<sub>2</sub> en dos canales analíticos.

	SO <sub>2</sub>		O <sub>2</sub>	
	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
<b>Media</b>	0,576	1,695	0,395	74,592
<b>% RSD</b>	0,09	0,93	0,002	0,041

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Impreso en EE.UU., 6 de agosto de 2019  
5994-1044ES