

Application Note

Mini Gas Splitter: SCION提高分析精度的特殊工具

前言

脱硫在能源原料处理过程中具有非常重要的意义，比如能源原料中残留的含硫成分会导致毒性，腐蚀和环境污染。

在炼油厂蒸馏原油之前，或者在煤炭转化为燃料使用之前，首先需要将硫从原料的进料过程中除去。在转化和处理步骤中可以形成H₂S和较低浓度的有机硫。当从天然气中提取天然气时，天然气在用作天然气处理厂之前作为能源进行处理。这样就会除去原料气体中残留的H₂S, COS以及其他有机硫。

在工业环境中，不同工业气体中的含硫成分的含量是非常重要的一项指标。测量H₂S, COS以及其他有机硫的方法有很多。所使用的分析方法首先取决于气体的含量和组成。其次，时下可用的分析技术在方法选择中起着重要的作用，因为在过去的几十年中，新的分析技术已经开发出来，并且更广泛的被应用，从而逐渐被业界所接受。

在许多情况下，特别是需要确定低含量和超低(ppb)含量的硫物质时，使用PFPD等特定检测器的气相色谱法将成为首选的分析方法。

当处理被低含量硫物质污染的气流时需要特别注意，主要是因为这些组分具有一定的反应活性，它们易于吸附到大多数材料上。在较低的浓度水平下对分析结果的要求更为严格。

在对气体进行运输、取样、转移至分析仪器（即气相色谱仪）并分析时需要格外的小心。

讨论

样品一旦进入气相色谱仪，可能在很多地方发生不可逆吸附后才到达检测器。而检测器是确定浓度的地方。因此，由于样品在到达检测器之前已经在通路中发生损失而不会被检测器检测到，从而导致错误的结果报告。



在SCION的仪器中，我们非常谨慎地设计这些分析解决方案。通过使用惰性材料、失活的钢制传输管以及熔融石英分离柱，并避免过大得样品流路体积，使我们减少了样品在流路中的吸附位点，以保证低流失的样品传输至检测器。SCION使用的检测器是硫特定的脉冲式火焰光度检测器即PFPD(以S模式运行)。该检测器表现出很高的硫特异性响应，并具有几乎超高的S/C选择性。

Mini Gas Splitter是一种SCION用于处理样品经过毛细管柱路径上大进样环和阀门时使用的专用工具。进样环的原因是为了使痕量分析具有足够的样品灵敏度。如果进样环和阀门是不锈钢材质，它们会吸附硫物质。但是由于进样环和阀由惰性的Hastelloy-C制成，因此在进样过程中不会发生样品吸附。微型气体分流器可以替代标准进样口。其优点是尺寸小和使用惰性材料。EFC 25的使用保证了最佳的分流特性，满足您对标准进样口的要求。

Scion Production Facilities

Stanleyweg 4, 4462GN Goes,
The Netherlands
Phone +0031 (0) 113 348926

Scion Instruments

1 Bain Square, Kirkton Campus,
Livingston, West Lothian
EH 54 7DQ
United Kingdom
Phone +44 1506 300 200
sales-cn@scioninstruments.com

使用60m 5 μm SCION 1分离柱 (pn SC30144), 厚膜柱以避免吸附到柱材料上。样品结果如图1所示, 氮气中含有约11ppm的H₂S, COS和CH₃SH。检测器是在标准条件下以S模式运行的PFID。

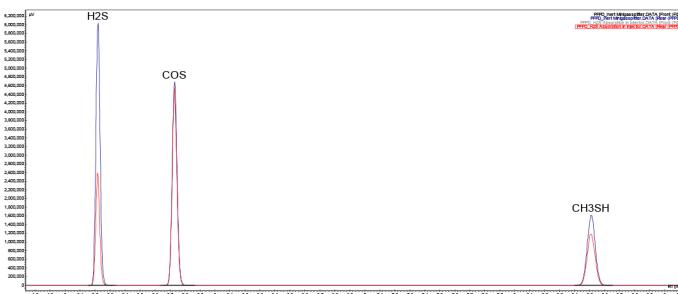


Figure 1 显示的是2个色谱图的叠加。蓝色曲线为使用Mini Gas Splitter的谱图, 红色曲线为使用标准进样口的谱图。记录三次蓝色曲线以评估性能的一致性。它表现出1%或更好的可重复性。观察两种进样口对等摩尔硫的响应, 可以看出使用MiniGasSplitter后表现出最小或无吸附的特性

	H ₂ S	COS	CH ₃ SH
Run 1	2090.2	2109.8	2056.6
Run 2	2067.6	2101.1	2049.7
Run 3	2047.4	2060.9	2050.1
Average:	2068.4	2090.6	2052.1
RSD:	21.4	26.1	3.9
RSD%	1.04	1.25	0.19

Table 1: 面积(mV/sec)重复性数据

对于所使用的浓度, 11 ppm不属于低含量或痕量级别。而可以很容易地观察到Mini Gas Splitter的效果。其中硫化氢受到的影响最大。这是因为相比其他物质, 它的吸附作用最强。而 COS则几乎不受影响。

结论

从这个简短的硫组分分析检测研中, 可以得出以下结论:

- 通过使用微型气体分流器, 极大地减少了样品在分析系统中出现吸附的情况。
- 通过选择正确的硬件可以轻松地避免分析报告结果的误差大至50%。
- 在含硫组分分析中, 使用PFID可提供对等摩尔硫的高响应以及良好的重复性。

Scion Production Facilities

Stanleyweg 4, 4462GN Goes,
The Netherlands
Phone +0031 (0) 113 348926

Scion Instruments

1 Bain Square, Kirkton Campus,
Livingston, West Lothian
EH 54 7DQ,
United Kingdom
Phone +44 1506 300 200
sales-cn@scioninstruments.com