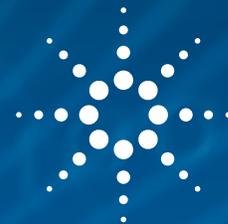


СЕРА В БЕНЗИНЕ: ЖИДКИЕ СВЕТЛЫЕ НЕФТЕПРОДУКТЫ ПО МЕТОДУ ASTM D5623



Передовая технология: система ГХ Agilent 9000 Intuvo с хемилюминесцентным детектором на серу



Введение

Надежная методика определения серы требуется во многих областях нефтехимической промышленности. Серосодержащие соединения присутствуют в исходном сырье и продуктах нефтепереработки. Соединения этого класса имеют запах, часто вызывают простой оборудования и пагубно влияют на производство и выделение целевого продукта. Поэтому в течение всего процесса переработки осуществляется мониторинг серосодержащих соединений.

Анализ серосодержащих соединений легко выполняется на традиционных системах газовой хроматографии, однако ГХ Agilent 9000 Intuvo, оборудованный хемилюминесцентным детектором на серу Agilent 8355, представляет собой уникальный приборный комплекс, обладающий следующими дополнительными преимуществами:

- меньшая занимаемая площадь;
- повышенная стабильность;
- более простое техническое обслуживание.

При длине всего лишь 27 см ГХ 9000 Intuvo примерно в два раза меньше традиционного газового хроматографа. Патентованный тракт и система соединений обеспечивают повышенную надежность анализа, а также ускоряют процесс замены колонки при разработке методов.

Подробнее:

www.agilent.com/chem/intuvo



Agilent Technologies

Экспериментальная часть

Для того чтобы показать эквивалентность эффективности хроматографического разделения традиционным газовым хроматографам, использовались те же стандарты, что и в ранее опубликованных рекомендациях по применению¹, что позволило продемонстрировать возможности хемилюминесцентного детектора на серу 8355. Стандарты, содержащие 22 серосодержащих соединения, приготовили в изооктане с концентрациями в диапазоне от 0,1 до 100 ppb и использовали для демонстрации линейности и воспроизводимости. Стандарты, разбавленные до 20 ppb и 10 ppb, использовали для демонстрации разрешения и определения практических пределов обнаружения.

Выполняли вводы пробы с делением потока (10:1), а анализ проводили с применением 30-метровой колонки Agilent Intuvo DB1. Хемилюминесцентный детектор на серу поддерживали при рекомендуемых значениях температуры и скорости потока. Полное описание метода представлено в отдельных рекомендациях по применению².

Результаты и обсуждение

Четыре стандарта в диапазоне от 0,1 до 100 ppb анализировали на ГХ Agilent 9000 Intuvo с хемилюминесцентным детектором на серу. Среди 22 соединений среднее значение ОСО площади пика пяти последовательных вводов составило 4,1 %, 3,2 %, 2,9 % и 2,2 % для 0,1 ppb, 1 ppb, 10 ppb и 100 ppb соответственно. Среднее значение R^2 составило 0,999.

На рисунках 1А и 1В представлены 22 аналита с концентрациями 10 ppb и 20 ppb. Дифенилдисульфид использовали в качестве внутреннего стандарта. Все аналиты в концентрации 10 ppb демонстрировали превосходную форму пика. При концентрации 20 ppb большинство аналитов можно отличить от базовой линии, причем 50 % из них дают соотношение сигнал — шум, превышающее 3 (см. таблицу 1).

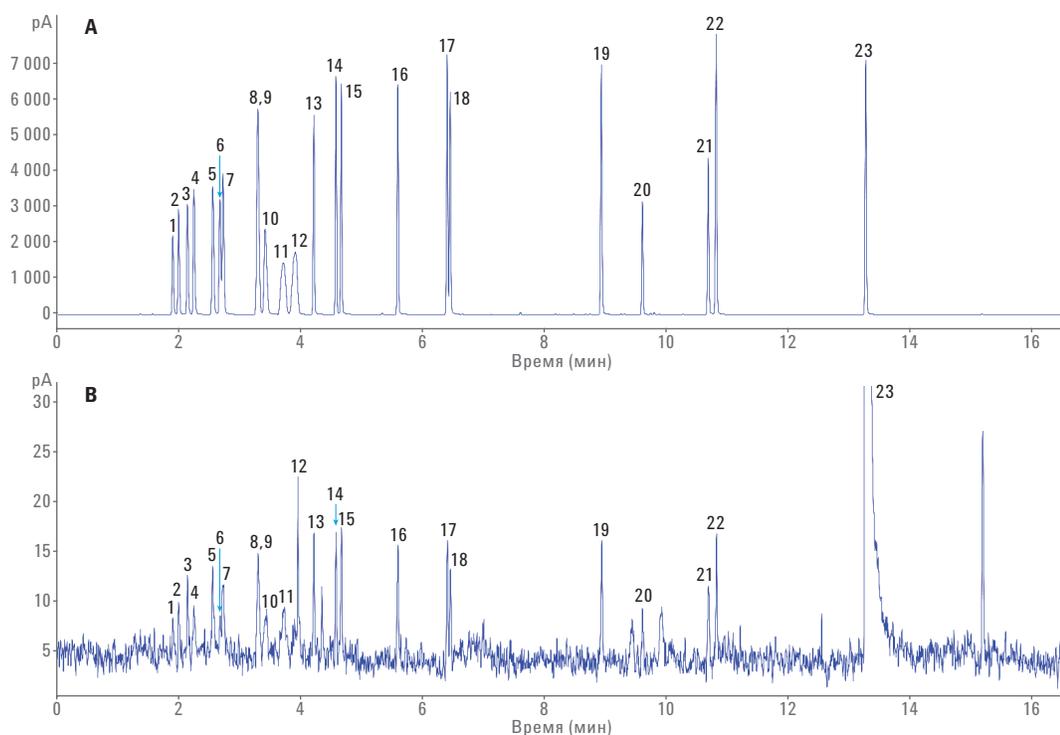


Рис. 1. Хроматограммы при 10 ppb (А) и 20 ppb (В) 22 проанализированных соединений серы. Форма пиков хорошо сохранилась для обоих значений концентрации

Таблица 1. Идентификация пиков соединений серы, представленная на рисунке 1, с соотношениями сигнал — шум, определенными по стандарту с концентрацией 20 ppb

Пик	Аналит	Соотношение сигнал — шум (20 ppb)
1	Этантиол	1,76
2	Диметилсульфид	2,43
3	Сероуглерод	3,34
4	2-пропантиол	2,04
5	2-метил-2-пропантиол	3,34
6	1-пропантиол	1,48
7	Этилметилсульфид	2,46
8	2-бутантиол	4,01
9	Тиофен	н/о
10	2-метил-1-пропантиол	2,00
11	Диэтилсульфид	1,34
12	1-бутантиол	6,45
13	Диметилдисульфид	4,79
14	2-метилтиофен	4,83
15	3-метилтиофен	5,04
16	3-хлортиофен	4,44
17	2-бромтиофен	4,83
18	Диэтилдисульфид	3,81
19	Ди- <i>трет</i> -бутилдисульфид	4,44
20	Тионафтен	2,40
21	2-метилбензотиофен	3,31
22	3-метилбензотиофен	4,79
23	Дифенилсульфид	Внутренний стандарт

Выводы

Система ГХ Agilent 9000 Intuvo, оборудованная хемилюминесцентным детектором на серу Agilent 8355 и колонкой Intuvo, обеспечивает производительность, эквивалентную таковой для традиционного газового хроматографа, оборудованного тем же детектором и колонкой Agilent J&W DB1. Воспроизводимость и линейность площади были превосходными в широком диапазоне концентраций. Возможность отличить интересующие аналиты от базовой линии дает практический предел обнаружения 2 ppb при коэффициенте разделения 10:1. Однако новый прибор обеспечивает меньшую занимаемую площадь, большую надежность соединений и упрощенное техническое обслуживание, что позволяет получить еще один надежный метод измерения серы.

Литература

1. Veeneman, R.; Smith, A. Detection of Sulfur Compounds in Gasoline According to ASTM D5623 with Agilent's Dual Plasma Sulfur Chemiluminescence Detector (8355), *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-6577EN, **2016**.
2. Veeneman, R. Detection of Sulfur Compounds in Gasoline According to ASTM D5623 with Agilent's Intuvo GC and Dual Plasma Sulfur Chemiluminescence Detector, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-7215EN, **2016**.

www.agilent.com/chem/intuvo
Информация, описания и спецификации
в настоящем документе могут быть изменены
без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
Напечатано в США 1 сентября 2016 г.
5991-7178RU



Agilent Technologies