

Nota de Aplicación # 1820047

## Análisis GC de Sulfuros en Gas Natural utilizando un Detector Fotométrico de llama Pulsada (PFPD)

### Introducción

Los compuestos azufrados presentes en los gases de hidrocarburos constituyen una grave amenaza para procesos catalíticos implicados en el refinado de derivados de petróleo. El análisis de sulfuros a bajos niveles de ppm es muy deseable para asegurar una mayor vida útil del catalizador, la mejora de los rendimientos y productos de mayor calidad. Aunque la cromatografía de gases es el medio preferido para analizar la composición del gas natural, el análisis de sulfuros puede ser bastante problemático. Esto se debe principalmente a la co-elución cuando los sulfuros están presentes en bajas concentraciones en comparación con concentraciones mucho más altas de hidrocarburos. Para superar este problema se emplean detectores específicos de azufre para el análisis (ex. ASTM D 6228).

Esta nota de aplicación describe el uso del detector fotométrico de llama pulsada (PFPD) para la detección de azufre. El PFPD opera con llama pulsada en lugar de llama continua, que proporciona una serie de mejoras significativas en comparación con el análisis de detectores fotométricos de llama continua convencionales.

Estas mejoras incluyen:

- Aumento de la sensibilidad
- Aumento de la selectividad (en relación a los hidrocarburos)
- Disminución del consumo de H<sub>2</sub> y aire

Más información acerca de los detectores fotométricos de llama pulsada en las referencias.

### Instrumentación

Técnica: Scion Cromatografía de Gases

Columna: apolar 60 m x 0.32 mm

Inyección: válvula de gases

Detección: PFPD

### Software

Control y adquisición de datos del Scion GC: Compass CDS Software

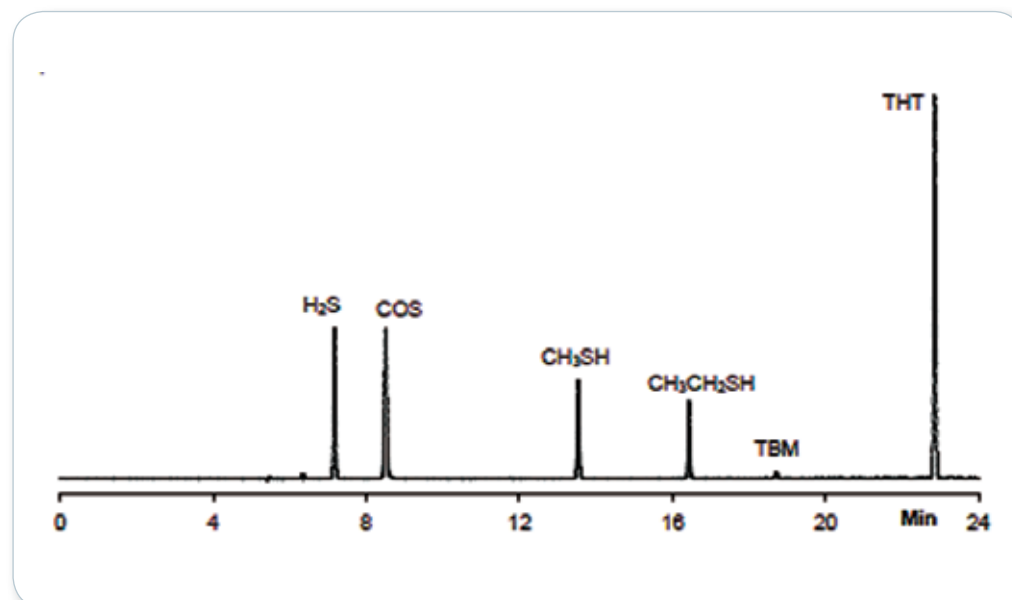


Figura 1:  
Sulfuros en Gas Natural

## Condiciones

Gas portador: Helio, 2 mL/min

Horno: 30°C (10 min) @ 20°C/min hasta 220°C/min (4.5min)

Tabla 1.

Tiempo /min	(1) Válvula muestra	(2) Muestra
Inicial	Llenado	OFF
0.01	Llenado	ON
0.40	Llenado	OFF
1.00	Inyección	OFF

Tabla 2. Parámetros PFPD

Gases para la combustión	
Aire (1)	17.1 mL/min
H <sub>2</sub>	11/5 mL/min
Aire (2)	10.3 mL/min
Trigger level	200 mV
Tube voltage	570 V
Sampling delay	6 ms
Sampling width	20 ms

## Resultados y Discusión

La columna optimizada tiene fase estacionaria a-polar. Debido a la utilización de un espesor de la película mayor que la típica que se encuentra en otras columnas, se consigue evitar la coelución de los sulfuros con los principales constituyentes de la matriz y la disminución de la señal/sensibilidad debido a interferencias de fondo. El sistema está equipado con un sistema de válvula de muestreo de gas. Los ajustes de eventos temporizados se encuentran en la Tabla 1. Utilizando los ajustes indicados en la Tabla 2, se analizaron gran cantidad de muestras de gas natural. Un cromatograma típico se muestra en la Figura 1. Los datos de repetibilidad se muestran en la Tabla 3 y gráficamente en la Figura 2.

Como muestran los resultados, se obtiene una buena repetibilidad del análisis de sulfuros a baja concentración. De la Tabla 3 y la Figura 2, se observa claramente que el sistema funciona perfectamente para este tipo de análisis.

## Conclusión

El cromatógrafo de gases SCION GC equipado con una fase estacionaria a-polar en la columna especialmente optimizada con una detección muy específica de azufre (PFPD) es un sistema muy bueno para el análisis de sulfuros en el gas natural. Los bajos niveles de ppm se pueden analizar con los datos de repetibilidad en consonancia con las especificaciones descritas en la norma ASTM D 6228.

Análisis	H <sub>2</sub> S	COS	MM	EtM	TBM	THT
1	5.332	10.143	4.773	2.278	1.224	14.727
2	5.355	9.978	4.766	2.292	1.245	15.536
3	5.361	9.963	4.778	2.303	1.230	15.847
4	5.439	10.020	4.808	2.302	1.224	15.686
5	5.525	10.092	4.834	2.234	1.190	15.282
6	5.387	9.805	4.689	2.311	1.205	15.795
7	5.443	9.910	4.881	2.302	1.205	15.697
8	5.481	9.928	4.829	2.279	1.212	16.129
9	5.478	9.906	4.810	2.264	1.230	15.844
10	5.458	9.931	4.713	2.247	1.224	16.119
11	5.484	9.857	4.638	2.251	1.209	15.776
12	5.519	9.934	4.734	2.260	1.190	16.242
13	5.581	9.992	4.670	2.275	1.218	15.324
14	5.653	10.029	4.667	2.313	1.174	15.741
15	5.597	10.002	4.633	2.332	1.196	15.420
16	5.542	9.996	4.637	2.316	1.174	15.944
17	5.611	10.031	4.933	2.314	1.224	15.831
18	5.631	9.955	4.894	2.300	1.178	16.059
19	5.579	9.963	4.710	2.306	1.165	15.744
20	5.539	9.915	4.676	2.371	1.215	15.699
Media	5.500	9.968	4.754	2.292	1.207	15.722
St.dev.	0.095	0.077	0.091	0.032	0.022	0.346
RSD(%)	1.72	0.77	1.92	1.41	1.82	2.20

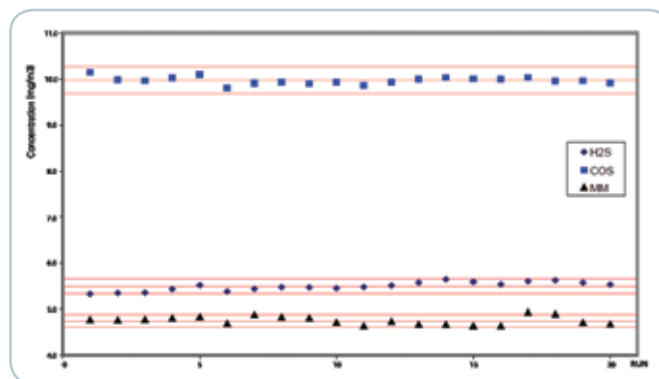


Figura 2. Datos de repetibilidad. La línea roja representa el intervalo permisible de repetibilidad de la norma ASTM D 6228.

## Referencias

S. Cheskis, E. Atar and A. Amirav (1993) Pulsed flame photometer – a novel gas chromatography detector. Anal. Chem. 65: 539-555.

A. Amirav and H. Jing (1995) Pulsed flame photometer detector for gas chromatography. Anal Chem. 67: 3305-3318.

H. Jing and A. Amirav (1998) Pulsed flame photometric detector, a step forward towards universal heteroatom selective detection. J. Chromatog. A. 805: 177-215.

ASTM D 6228-98, 2003, "Determination of Sulfur Compounds in Natural Gas and Gaseous Fuels by Gas Chromatography and Flame Photometric Detection," ASTM International, West Conshohocken, PA, [www.astm.org](http://www.astm.org).

### Keywords

Gas Natural

Sulfuros

Cromatografía de Gases

### Instrumentación & Software

Cromatógrafo de gases SCION GC

Detector PFPD

Software de cromatografía  
CompassCDS

For research use only. Not for use in diagnostic procedures.

## ● Scion Instruments

Scion Instruments Ibérica  
Forjadores, 16.  
28660 Boadilla - Madrid  
91 728 08 10 / 638 286 304  
[comercial@scioninstruments.es](mailto:comercial@scioninstruments.es)

[www.scioninstruments.es](http://www.scioninstruments.es)