

# Analisi del gas naturale in un minuto con l'opzione "backflush verso rivelatore" del Micro GC Agilent 990

## Autore

Jie Zhang  
Agilent Technologies, Inc.

## Introduzione

L'analisi del gas naturale (NGA) è un'area di applicazione principale per il Micro GC Agilent 990. A tutt'oggi, esistono quattro analizzatori per NGA basati sulla piattaforma 990 Micro GC.<sup>1</sup> La configurazione di ciascun analizzatore dipende dalla composizione del gas naturale e dei composti di interesse. Ognuno dei quattro analizzatori adotta lo stesso principio per l'analisi degli idrocarburi: risolvere completamente i singoli idrocarburi di interesse ai fini della qualificazione e della quantificazione. Sulla base di questo principio, il tempo di analisi per gli analizzatori per NGA Micro GC 990 è determinato dal tempo necessario agli idrocarburi più pesanti per eluire dalle colonne CP-Sil 5CB. È difficile ridurre il tempo di analisi sull'analizzatore per NGA Micro GC 990 a meno di un minuto poiché durante questo breve periodo di tempo i componenti pesanti non possono eluire completamente dalla colonna analitica. Inoltre, l'idrocarburo a eluizione tardiva si presenta spesso come un picco in ampliamento, il che ne influenza l'integrazione e la rilevazione.

Nelle soluzioni per analisi di gas naturale tradizionali, basate su una piattaforma GC convenzionale, gli idrocarburi  $C_6/C_6+$  (componenti pesanti) sono comunemente analizzati mediante backflush come picco aggregato per la rilevazione. L'approccio di tipo a backflush (BF) può ridurre significativamente il tempo complessivo di analisi. Un'idea simile è stata implementata da Agilent nel Micro GC 990. È stata sviluppata un'opzione di "backflush verso rivelatore" su un canale CP-Sil 5CB da 8 m per risolvere in un minuto gli idrocarburi da  $C_3$  a  $C_5$  in un profilo di impronte e gli idrocarburi  $C_6/C_6+$  come un unico picco aggregato per l'analisi del gas naturale.<sup>2</sup>

Per gli utilizzatori che richiedono tempi più rapidi e accettano la quantificazione degli idrocarburi  $C_6+$  mediante il fattore di risposta dell'esano, l'opzione di "backflush verso rivelatore" (BF2D) è la scelta ideale per un'analisi più rapida del gas naturale. Questa nota applicativa mostra una soluzione di analisi del gas naturale della durata di un minuto utilizzando l'opzione BF2D del Micro GC 990.

**Tabella 1.** La composizione del gas naturale simulato.

Composto	Concentrazione (% moli)
Azoto	1,01
Ossigeno	0,02
Diossido di carbonio	5
Metano	Bilancio
Etano	1,5
Propano	0,40
Isobutano	0,05
Butano	0,05
2,2-dimetilpropano	0,01
Isopentano	0,03
Pentano	0,03
2,2-dimetilbutano	0,01
Esano	0,005
Eptano	0,005
Ottano	0,005
Nonano	0,005

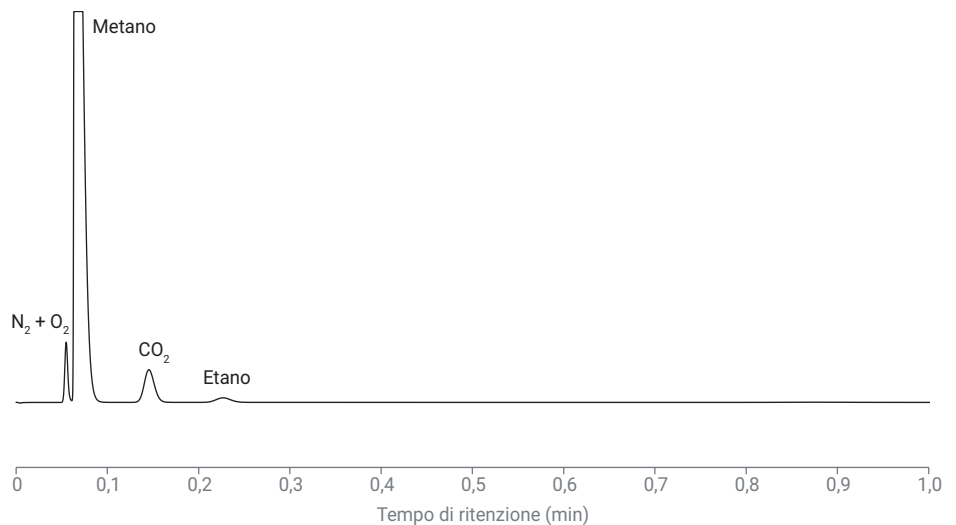
## Strumentazione

### Canale 1

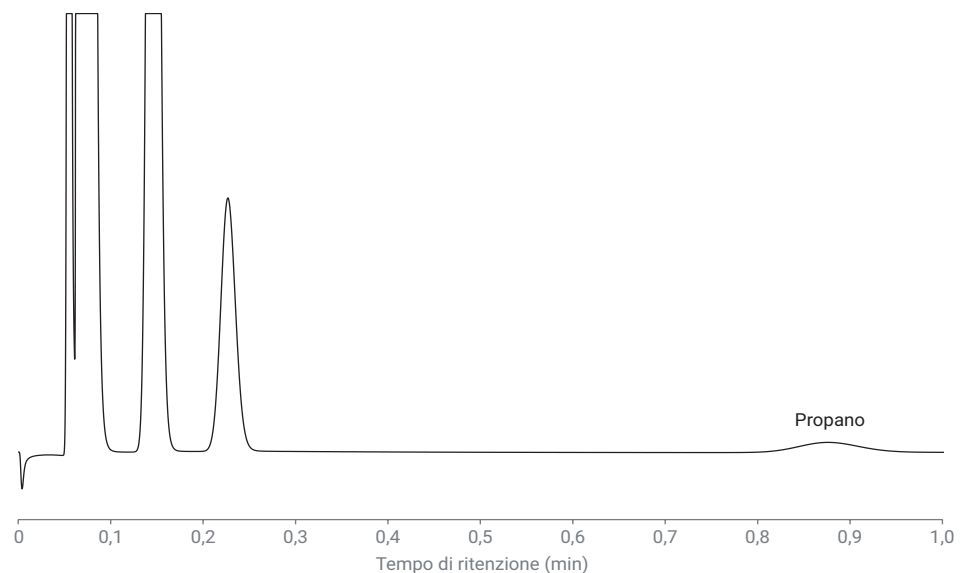
Per l'analisi di aria, metano, diossido di carbonio, etano e propano è stato utilizzato un canale diritto HayeSep A di 40 cm. Le figure 1A e 1B mostrano i cromatogrammi del gas naturale simulato sul canale 1. Aria, metano, diossido di carbonio, etano e propano sono stati risolti in modo ottimale. Il propano eluisce a 53 secondi e può essere utilizzato come componente ponte tra i canali 1 e 2. L'analisi viene completata entro un minuto.

**Tabella 2.** Metodo per NGA sui canali HayeSep A e BF2D, CP-Sil 5CB.

Tipo di canale	40 cm, HayeSep A, Diritto	BF2D, CP-Sil 5CB, da 8 m
Gas carrier	Elio	Elio
Temperatura dell'iniettore	110 °C	110 °C
Tempo di iniezione	40 ms	40 ms
Pressione in testa alla colonna	280 kPa	150 kPa
Temperatura della colonna	80 °C	72 °C
Tempo di backflush	NA	7 secondi
Segnale di inversione	NA	Da 9 a 19 secondi



**Figura 1A.** Cromatogramma di aria, metano, diossido di carbonio ed etano sul canale HayeSep A.

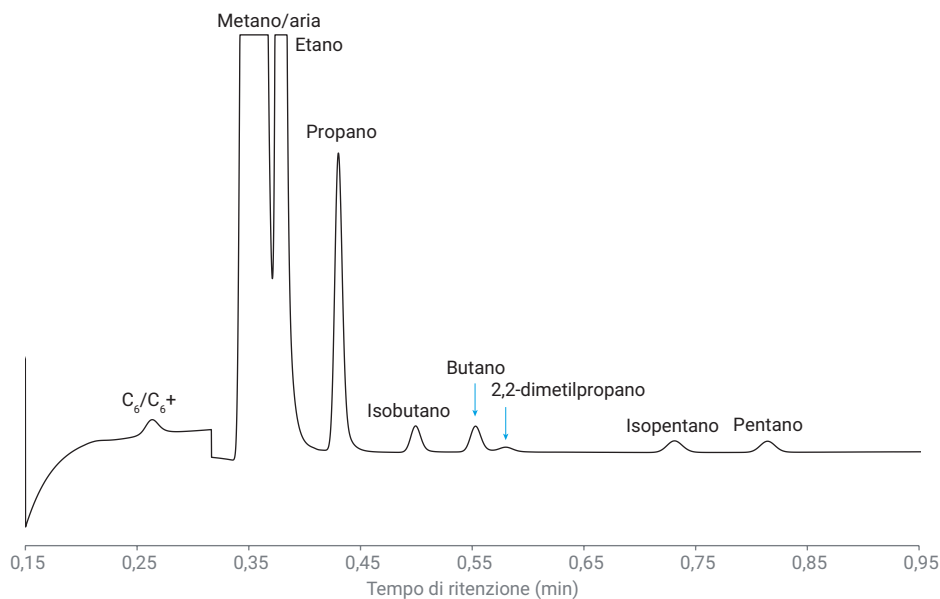


**Figura 1B.** Cromatogramma ingrandito di propano sul canale HayeSep A.

## Canale 2

È stata utilizzata l'opzione BF2D, CP-Sil 5CB, da 8 m per l'analisi di propano, butano, isobutano, pentano, isopentano, 2,2-dimetilpropano, idrocarburi  $C_6/C_6+$ .

La figura 2 mostra il cromatogramma degli idrocarburi da  $C_3$  a  $C_6/C_6+$ . I composti da  $C_3$  a  $C_5$  sono separati in modo ottimale dopo l'etano. Il picco aggregato  $C_6/C_6+$  eluisce prima del picco di metano/aria. Per facilitare una separazione efficace di  $C_6/C_6+$  e metano, nel canale dell'opzione BF2D, CP-Sil 5CB, da 8m, è utilizzata una precolonna appositamente selezionata. Prima che il pentano entri nella colonna analitica, il gas di trasporto passa dalla precolonna alla colonna analitica. Dopo che il pentano è entrato nella colonna analitica, con l'attivazione della valvola di backflush, il gas di trasporto entra contemporaneamente nella precolonna e nella colonna analitica. Il flusso nella precolonna viene invertito per scaricare il picco aggregato  $C_6/C_6+$  verso la colonna di riferimento per il rilevamento. Un picco negativo sarà rilevato quando i composti aggregati passano attraverso il rivelatore TCD. Questo picco negativo viene invertito in tempo reale in un picco positivo per una facile integrazione. Questa funzione di segnale inverso è realizzata in un intervallo di tempo preimpostato - una funzione progettata per il canale per BF2D nel sistema di dati per cromatografia di Agilent: OpenLab CDS, OpenLab Chemstation, OpenLab EZChrom e Prostation per il Micro GC PRO 990.



**Figura 2.** Cromatogramma di gas naturale simulato sul canale per BF2D, CP-Sil 5CB, da 8m.

Trovare il tempo di backflush ideale è fondamentale per l'acquisizione dei picchi  $C_6/C_6+$  nei composti aggregati. Il tempo di backflush ideale su ogni canale per BF2D si verifica solitamente entro un breve lasso di tempo. Il canale per BF2D spedito ha un tempo di backflush preimpostato, regolato in fabbrica in una serie di condizioni predeterminate. Gli utilizzatori possono implementare le stesse condizioni e il tempo di backflush preimpostato per le proprie analisi, oppure usare il valore impostato in fabbrica come riferimento per un'ottimizzazione ulteriore nel caso di condizioni analitiche diverse. In questo esperimento, il tempo di backflush era di sette secondi, e il tempo di eluizione del pentano corrispondeva a circa 52 secondi. Il tempo totale di analisi si è mostrato inferiore a 60 secondi, con separazione alla linea di base dei picchi di  $C_6/C_6+$ , propano, butano, isobutano, pentano e isopentano.

Tra i quattro analizzatori per NGA Micro GC 990 attualmente disponibili, l'analizzatore per NGA A extended può fornire la separazione più veloce per gli idrocarburi pesanti. È stata condotta una simulazione di gas naturale (fino a  $C_9$ ) sull'analizzatore per NGA A extended e ne è stata confrontata la velocità con la soluzione BF2D. L'analizzatore per NGA A extended ha impiegato circa 75 secondi per rivelare il picco di n- $C_9$ . L'approccio basato su BF2D ha impiegato un minuto per completare l'analisi, ottenendo un miglioramento della velocità del 20%. Maggiore è il peso degli idrocarburi da analizzare, maggiore è il beneficio in termini di velocità ottenuto grazie alla soluzione basata su BF2D.

La tabella 3 mostra la ripetibilità dell'area e del tempo di ritenzione (RT) dell'analisi di gas naturale sulla base dell'opzione BF2D, CP-Sil 5CB, da 8 m. La ripetibilità dell'area era compresa tra lo 0,1% e il 3,1%, a seconda della concentrazione dei componenti. La ripetibilità dell'RT era compresa tra lo 0,005% e lo 0,1%. L'ottima ripetibilità dello strumento ha dimostrato che un tempo di analisi di un minuto per il gas naturale è una soluzione affidabile.

## Conclusione

È stata sviluppata una soluzione rapida per l'analisi di gas naturale sulla piattaforma Micro GC 990 di Agilent. Una configurazione a due canali: il primo canale diretto HayeSep A, il secondo canale per BF2D, CP-Sil 5CB è stato utilizzato per analizzare il gas naturale in un minuto. Metano, aria, diossido di carbonio, etano e propano sono stati analizzati sul canale HayeSep A. Propano, butano, isobutano, pentano, isopentano, 2,2-dimetilpropano e idrocarburi C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+ sono stati risolti sul canale per BF2D, CP-Sil 5CB. La ripetibilità del sistema è buona. Rispetto ad altri analizzatori per NGA Micro GC 990, questa soluzione veloce può migliorare ulteriormente la velocità di analisi del gas naturale.

**Tabella 3.** Ripetibilità di area e RT di 20 esecuzioni sui canali HayeSep A e BF2D CP-Sil 5CB.

N. picco	Composto	RT (min)	RSD% RT	Area (mv × s)	RSD% area
1	Azoto/Ossigeno	0,055	0,046	10,54	0,66
2	Metano	0,065	0,061	414,66	0,06
3	Diossido di carbonio	0,146	0,035	19,323	0,08
4	Etano	0,227	0,034	4,04	0,15
5	Propano	0,430	0,009	3,503	0,65
6	Isobutano	0,499	0,008	0,404	0,56
7	Butano	0,553	0,007	0,418	0,74
8	2,2-dimetilpropano	0,580	0,012	0,111	3,1
9	Isopentano	0,731	0,005	0,274	1,0
10	Pentano	0,814	0,006	0,257	1,2
11	C <sub>6</sub> /C <sub>6</sub> +	0,264	0,09	0,338	3,0

## Bibliografia

1. Analisi rapida del gas naturale con l'analizzatore di gas naturale Micro GC Agilent 990, *Agilent Technologies Application Note*, numero di pubblicazione 5994-1040ITE, **2019**.
2. One-Minute NGA Analysis Based on a Backflush-to-Detector Channel, *Agilent Technologies Application Note*, numero di pubblicazione 5991-9401EN, **2018**.

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

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Stampato negli Stati Uniti, 26 settembre 2019  
5994-1041ITE