



## Determinazione degli idrocarburi e dei composti incondensabili (ossigeno e azoto) in Iso-Butano liquido per uso refrigerante attraverso vaporizzatore MyVap e Gascromatografo TCD-FID

### Introduzione

L'iso-butano liquido - conosciuto anche come R600A - è un refrigerante naturale alternativo ai freon, oggi vietati, che risulta adatto ad una vasta gamma di utilizzi nella refrigerazione industriale dove il titolo minimo di purezza richiesta è del 99,5%.

In questo idrocarburo possono essere rilevati diversi inquinanti tra cui componenti minori di questa classe e contaminanti non condensabili quali l'ossigeno e l'azoto.

La presenza di composti incondensabili è dovuta generalmente a una insufficiente operazione di bonifica delle bombole o delle cisterne adibite al suo trasporto; una eccessiva presenza di inquinanti altera le proprietà di condensazione e compressione dell'iso-butano, una qualità inferiore al titolo previsto può comportare il danneggiamento dei compressori dei sistemi di refrigerazione.

La misura di ossigeno e azoto richiede particolare attenzione nelle fasi di campionamento, vaporizzazione e iniezione dell'iso-butano nel gascromatografo.

La manualità e i processi di analisi possono comportare delle criticità: spesso, ad esempio, l'aria ambiente è causa di inquinamento del campione e, di conseguenza, di misure imprecise.

Per ovviare a questi problemi, SRA ha sviluppato il sistema automatico di vaporizzazione MyVap che prevede la messa in vuoto della camera di espansione a valle della fase di vaporizzazione. Il sistema MyVap garantisce così l'assenza totale di qualsiasi inquinante esterno al prodotto da misurare e al contempo assicura misure accurate.

*Il MyVap alloggia la bombola del campione ed esegue automaticamente la sequenza di analisi.*

### Apparecchiatura di analisi

L'analisi delle impurezze dell'iso-butano viene eseguita con un gascromatografo a due canali paralleli rispettivamente dotati di detector FID e TCD, l'introduzione del campione in fase liquida è realizzato con vaporizzatore automatico collegato alle valvole del gascromatografo

### Gascromatografo Agilent 8890 con box valvole riscaldate e controllo elettronico EPC di tutti i flussi

Canale per idrocarburi:

- Iniettore Split/Splitless
- Colonna  $Al_2O_3/KCl$  25mt x 0,32mm
- Rivelatore FID

Canale per incondensabili:

- Introduzione diretta
- Set di colonne impaccate e micro-impaccate
- Rivelatore TCD



## Vaporizzatore automatico SRA MyVap

Il vaporizzatore automatico MyVap esegue in modo automatico e controllato la vaporizzazione dell'iso-butano liquido prelevato direttamente dalla bombola, attraverso una serie di step programmati sull'interfaccia web del browser del sistema.

Il cuore del sistema MyVap è la camera di espansione riscaldata, dove il vapore viene raccolto e controllato in termini di pressione.

Questa camera è messa in vuoto prima di ogni campionamento grazie a una pompa interna, per garantire la totale assenza di qualsiasi residuo di campione precedente o di aria residua, ciò è particolarmente importante quando si misura ossigeno e azoto nel campione.

Il liquido è vaporizzato da una restrizione riscaldata e raccolto nella camera di espansione, sino al raggiungimento della pressione impostata dall'operatore.

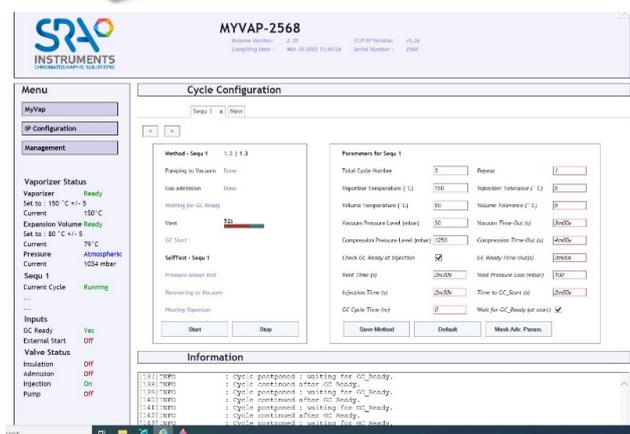
Il trasferimento del vapore al gascromatografo è effettuato attraverso una transfer line riscaldata.

La pressione è mantenuta costante da un campione all'altro, grazie ad un pressostato incorporato nella camera di espansione.

Il vaporizzatore MyVap è totalmente automatico: esegue la serie di vaporizzazioni e pulizie impostate dall'operatore e avvia il gascromatografo per l'iniezione del campione, senza nessun intervento dell'analista. Il sistema garantisce una perfetta ripetibilità e riproducibilità.



*Il vaporizzatore MyVap alloggia la bombola del campione ed esegue automaticamente la sequenza di analisi.*



*L'interfaccia utente del MyVap contiene tutti i parametri di gestione dei cicli di pulizia e vaporizzazione, ed i criteri di messa a vuoto e successiva pressurizzazione della camera di espansione. Il GC viene avviato dal MyVap quando il vapore è pronto e stabilizzato all'interno della valvola di iniezione.*

## Calibrazione del sistema

Il gascromatografo è calibrato con due miscele, una gassosa e una liquida, contenenti sia componenti incondensabili che idrocarburi in fase liquida.

La composizione esatta delle miscele di riferimento è riportata in tabella.

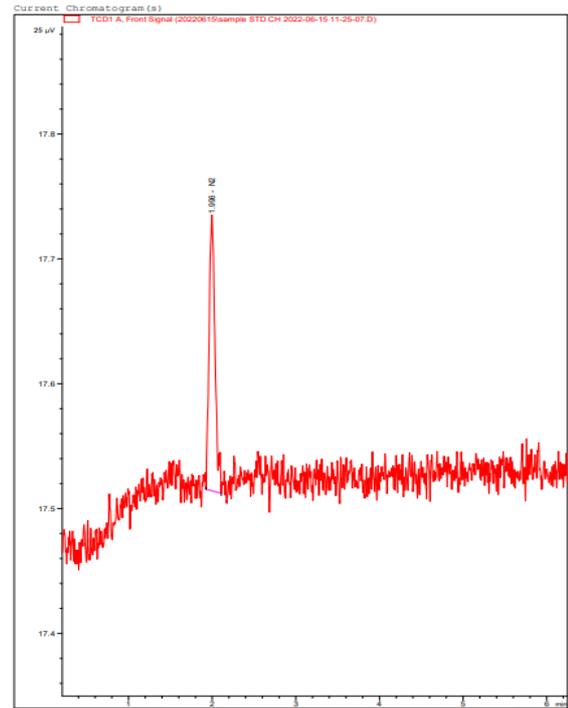
Entrambe le miscele vengono introdotte e campionate nel GC attraverso il vaporizzatore MyVap

Componente	Fase	Concentrazione	Unità
Ossigeno	gas	200,8	ppm
Azoto	gas	401,9	ppm
I-Butene	liq	53,1	ppm
Cis-2-Butene	liq	46,0	ppm
Etano	liq	46,2	ppm
Iso-Butene	liq	77,2	ppm
Iso-Pentano	liq	101,4	ppm
n-Butano	liq	2165,0	ppm
n-Pentano	liq	54,3	ppm
Neopentano	liq	50,2	ppm
Propano	liq	1566,0	ppm
Trans-2-Butene	liq	46,2	ppm
Iso-Butano	liq	99,6	%

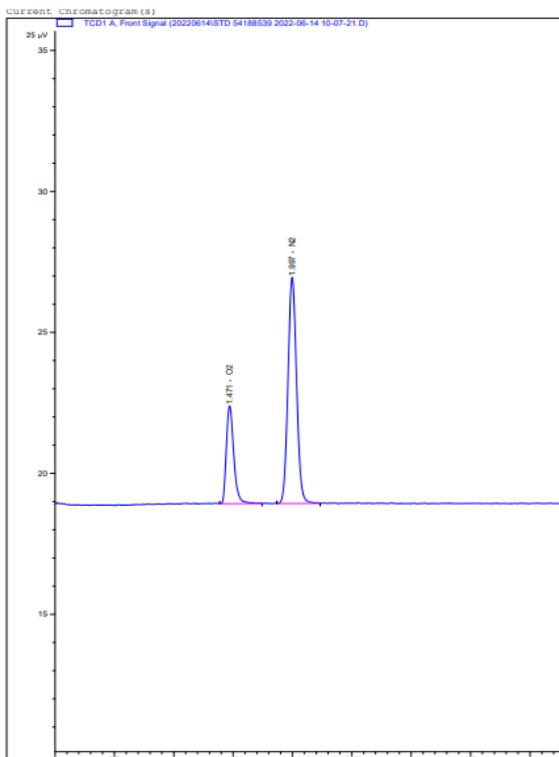
## Analisi di campione di Iso-Butano

Il campione di iso-butano è campionato nel MyVap in fase liquida attraverso bombole da 1 litro pressurizzate a circa 6-7 bar:

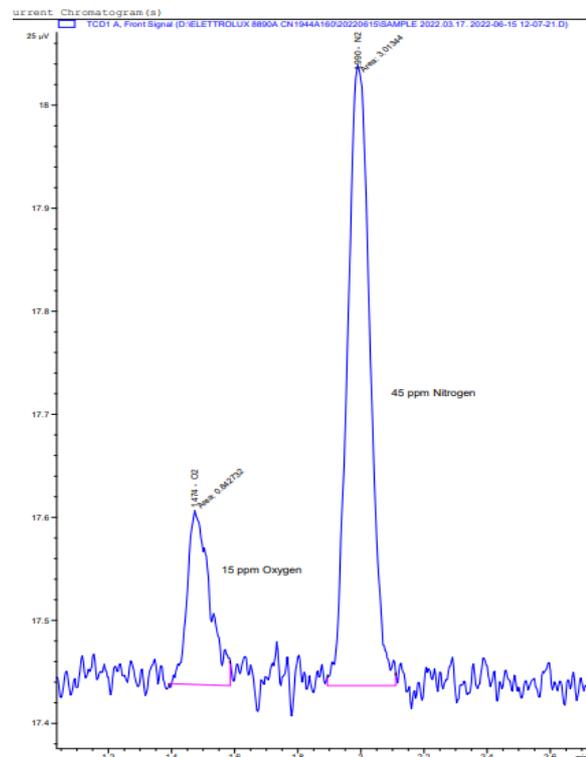
L'analisi è svolta in automatico avviando MyVap, la separazione cromatografica è eseguita in parallelo sui due canali per la misura di tutti i componenti.



Traccia di 16 ppm di azoto presente in un campione di iso-butano per uso refrigerante



Cromatogramma di ossigeno e azoto nella miscela di riferimento, alla concentrazione rispettivamente di 401,9 ppm e 200,8 ppm



Analisi di ossigeno (15 ppm) e azoto (45 ppm) presente in un campione di iso-butano per uso refrigerante

