

# Análisis de gas natural en un minuto con la opción de retroflujo a detector del sistema micro GC Agilent 990

## Autor

Jie Zhang  
Agilent Technologies, Inc.

## Introducción

El análisis de gas natural (NGA) es un área de aplicación clave para el sistema micro-GC Agilent 990. Hoy en día, hay cuatro analizadores de NGA basados en la plataforma del sistema micro-GC Agilent 990.<sup>1</sup> La configuración de cada analizador depende de la composición del gas natural y los compuestos de interés. Cada uno de los cuatro analizadores adopta el mismo principio para el análisis de hidrocarburos: resolver completamente los hidrocarburos diana individuales para fines de cualificación y cuantificación. Basándose en este principio, el tiempo de análisis para los analizadores de NGA micro-GC 990 está determinado por el tiempo que tardan en eluir los hidrocarburos más pesados de las columnas CP-Sil 5CB. Es difícil reducir el tiempo de análisis en el analizador de NGA Micro GC 990 a menos de un minuto porque durante este corto período de tiempo los componentes pesados no pueden eluir completamente de la columna analítica. Además, el hidrocarburo de elución tardía a menudo se observa como un pico ancho, que afecta su integración y detección.

En las soluciones tradicionales de análisis de gas natural basadas en una plataforma GC convencional, los hidrocarburos C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+ (componentes pesados) se analizan comúnmente mediante retroflujo como un pico conjunto para la detección. El planteamiento de retroflujo (BF) puede reducir significativamente el tiempo de análisis general. Agilent ha implantado una idea similar en el sistema micro-GC Agilent 990. Se desarrolló una opción de retroflujo a detector en un canal 8 m CP-Sil 5CB para resolver hidrocarburos C<sub>3</sub> to C<sub>5</sub> en un perfil de identificación por la "huella dactilar" química en un minuto, y retroflujo de hidrocarburos C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+ como un pico conjunto para el análisis de gas natural.<sup>2</sup>

Para usuarios que precisan de un tiempo de respuesta más rápido y aceptan el concepto de cuantificar hidrocarburos C<sub>6</sub>-más usando el factor de respuesta del hexano, la opción de retroflujo a detector (BF2D) es una opción ideal para un análisis más rápido del gas natural. Esta nota de aplicación muestra una solución de análisis de gas natural en un minuto utilizando la opción BF2D del sistema micro-GC Agilent 990.

**Tabla 1.** La composición del gas natural simulado.

| Compuesto          | Concentración (% mol) |
|--------------------|-----------------------|
| Nitrógeno          | 1,01                  |
| Consumo            | 0,02                  |
| Dióxido de carbono | 5                     |
| Metano             | Equilibrio            |
| 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                  |
| Hexano             | 0,005                 |
| Heptano            | 0,005                 |
| Octano             | 0,005                 |
| N-nonano           | 0,005                 |

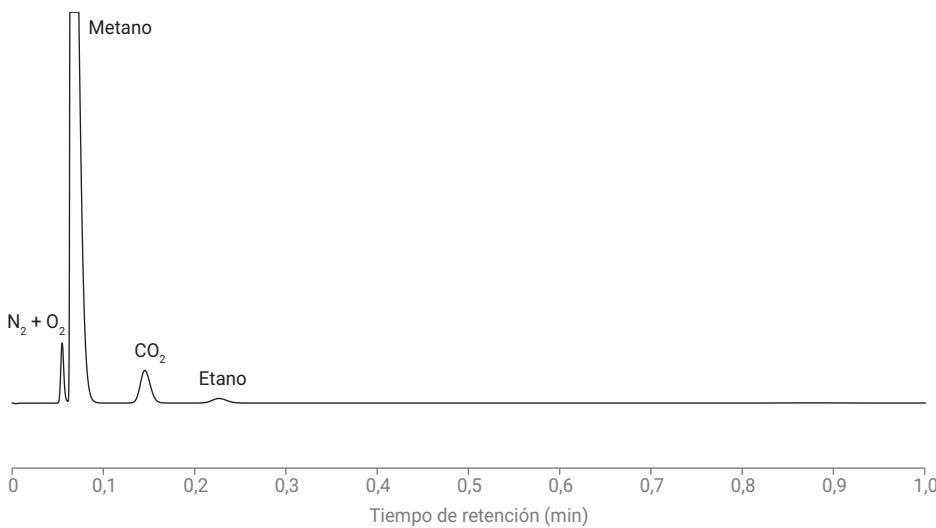
## Instrumentos

### Canal 1

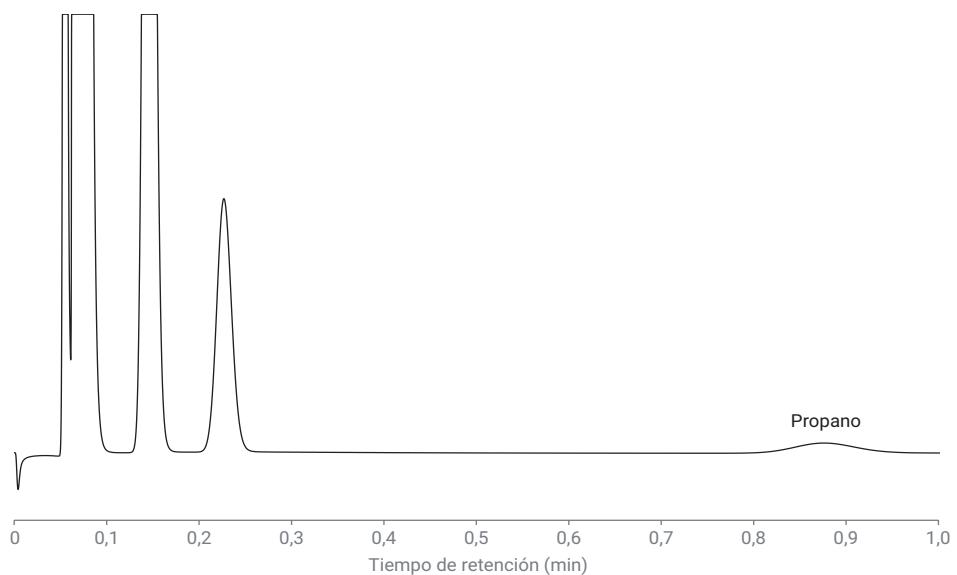
Se usó un canal recto HayeSep A de 40 cm para el análisis de aire, metano, dióxido de carbono, etano y propano. Las Figuras 1A y 1B muestran los cromatogramas de gas natural simulado en el canal 1. El aire, el metano, el dióxido de carbono, el etano y el propano están bien resueltos. El propano eluye a los 53 segundos, y puede usarse como un componente puente entre los canales 1 y 2. El análisis se completa en un minuto.

**Tabla 2.** Método para el NGA en los canales HayeSep A y BF2D CP-Sil 5CB.

| Tipo de canal                   | 40 cm, HayeSep A, recto | 8 m, CP-Sil 5CB, BF2D |
|---------------------------------|-------------------------|-----------------------|
| Gas portador                    | Helio                   | Helio                 |
| Temperatura del inyector        | 110 °C                  | 110 °C                |
| Tiempo de inyección             | 40 ms                   | 40 ms                 |
| Presión en la cabeza de columna | 280 kPa                 | 150 kPa               |
| Temperatura de la columna       | 80 °C                   | 72 °C                 |
| Tiempo de retroflujo            | NA                      | 7 segundos            |
| Señal invertida                 | NA                      | De 9 a 19 segundos    |



**Figura 1A.** Cromatograma de aire, metano, dióxido de carbono y etano en el canal HayeSep A.



**Figura 1B.** Cromatograma ampliado de propano en el canal HayeSep A.

## Canal 2

Se utilizó una opción de columna CP-Sil 5CB, BF2D de 8 m para los análisis de propano, butano, isobutano, pentano, isopentano, 2,2-dimetilpropano e hidrocarburos, C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>-más.

La figura 2 muestra el cromatograma de los hidrocarburos de C<sub>3</sub> a C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+. Los compuestos de C<sub>3</sub> a C<sub>5</sub> están bien separados después del etano. El pico conjunto C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+ eluye antes del pico de metano/aire. Se utiliza una precolumna especialmente seleccionada en el canal CP-Sil 5CB, BF2D de 8 m para facilitar la separación efectiva de C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+ y del metano. Antes de que el pentano entre en la columna analítica, el gas portador va desde la precolumna a la columna analítica. Después de que el pentano entre en la columna analítica, con la activación de la válvula de retroflujo, el gas portador entra en la precolumna y en la columna analítica simultáneamente. El flujo en la precolumna se invierte para lavar el pico conjunto C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+ para la detección de la columna de referencia. Se detectará un pico negativo cuando el conjunto de compuestos fluya a través del detector TCD. Este pico negativo se invierte en tiempo real a un pico positivo para una fácil integración. Esta función de señal inversa se realiza en un rango de tiempo preestablecido, una característica diseñada para el canal BF2D en el sistema de datos cromatográficos (CDS) de Agilent: OpenLab CDS, OpenLab Chemstation, OpenLab EZChrom y Prostation para micro-GC 990 PRO.

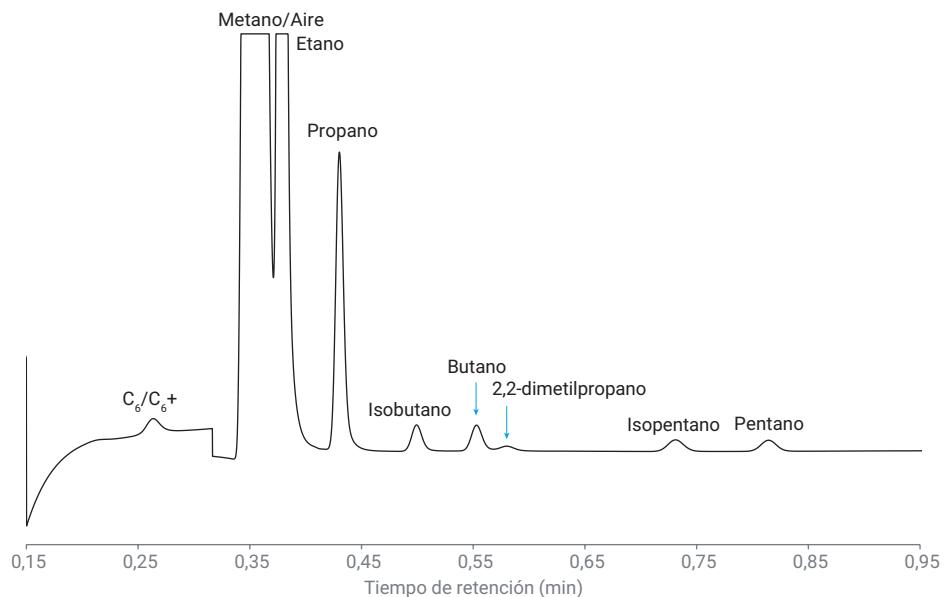


Figura 2. Cromatograma de gas natural estimulado en los canales de 8 m, CP-Sil 5CB, BF2D.

Encontrar el tiempo de retroflujo correcto es crucial para la detección del pico conjunto C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+. El tiempo de retroflujo apropiado en cada canal BF2D generalmente se produce dentro de una ventana de tiempo corto. El canal BF2D enviado tiene un tiempo de retroflujo preestablecido, que se ajusta de fábrica en un conjunto de condiciones dadas. Los usuarios pueden usar las mismas condiciones y el tiempo de retroflujo preestablecido para su propio análisis, o usar el valor afinado de fábrica como referencia para una mayor optimización cuando usan diferentes condiciones analíticas. En este experimento, el tiempo de retroflujo fue de siete segundos, y el pentano eluyó a aproximadamente 52 segundos. El tiempo total de análisis fue inferior a 60 segundos, con separación en línea base de los picos de C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+, propano, butano, isobutano, pentano e isopentano.

Entre los cuatro analizadores de NGA micro-GC 990 actuales, el analizador de NGA A extendido puede proporcionar la separación más rápida para hidrocarburos pesados. Se analizó el gas natural simulado (hasta C<sub>9</sub>) en el analizador de NGA A extendido y se comparó su velocidad con la solución BF2D. El analizador NGA A extendido tardó aproximadamente 75 segundos en detectar el pico de n-C<sub>9</sub>. El planteamiento basado en BF2D tardó un minuto en completar el análisis, con una mejora de velocidad del 20 %. Cuanto más pesados sean los hidrocarburos que deben analizarse, mayor será el beneficio de velocidad que se logrará con la solución basada en BF2D.

La Tabla 3 muestra la reproducibilidad del área y el tiempo de retención (TR) del análisis de gas natural basado en la opción CP-Sil 5CB BF2D de 8 m. La reproducibilidad del área estuvo comprendida entre 0,1 % y 3,1 %, dependiendo de la concentración del componente. La reproducibilidad del TR estuvo comprendida entre 0,005 % y 0,1 %. La buena reproducibilidad del instrumento demostró que el análisis en un minuto para el gas natural es una solución fiable.

## Conclusión

Se desarrolló una solución rápida para el análisis de gas natural en la plataforma micro-GC Agilent 990. Una configuración de dos canales: el primero un canal recto HayeSep A, el segundo un canal CP-Sil 5CB BF2D, se utilizó para analizar el gas natural en un minuto. En el canal HayeSep A se analizaron metano, aire, dióxido de carbono, etano y propano. El propano, butano, isobutano, pentano, isopentano, 2,2-dimetilpropano e hidrocarburos C<sub>6</sub>/C<sub>6</sub>+ se resolvieron en el canal BF2D CP-Sil 5CB. La reproducibilidad del sistema es buena. En comparación con otros analizadores de NGA micro-GC 990, esta solución rápida puede mejorar aún más la velocidad de análisis de gas natural.

**Tabla 3.** TR y reproducibilidad de área de 20 análisis en los canales HayeSep A y BF2D CP-Sil 5CB.

| Pico n.º | Compuesto                        | TR (min) | % RSD del TR | Área (mv × s) | % RSD de área |
|----------|----------------------------------|----------|--------------|---------------|---------------|
| 1        | Nitrógeno/Oxígeno                | 0,055    | 0,046        | 10,54         | 0,66          |
| 2        | Metano                           | 0,065    | 0,061        | 414,66        | 0,06          |
| 3        | Dióxido de carbono               | 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           |

## Referencias

1. Análisis rápido de gas natural con el analizador de gas natural del sistema Micro GC Agilent 990, *Agilent Technologies Applicaiton Note*, publication number 5994-1040ES, **2019**.
2. One-Minute NGA Analysis Based on a Backflush-to-Detector Channel, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-9401EN, **2018**.