

ANEXO III. METODOLOGÍA EMPLEADA EN CROMATOGRAFÍA.

Se describe a continuación el método operativo de análisis cromatográfico empleado para obtener la composición del gas.

La muestra de gas a analizar pasa a través de un bucle. Conmutando una válvula, el gas portador barre este bucle e inyecta una fracción de la muestra hacia la columna cromatográfica. La fracción inyectada está predeterminada por el usuario (control del splitter). Mediante otra válvula se cierra el acceso a la columna de tamiz molecular. El objetivo de esta segunda válvula es permitir una adecuada separación de cada compuesto a lo largo de la columna correcta. Así pues, al inyectar muestra, los componentes ligeros pasan rápidamente hacia la columna dos (tamiz molecular), ya que apenas son retenidos por la columna 1 (Poraplot Q). Una vez han alcanzado la columna 2, se conmuta la primera válvula a la posición ON. De esta forma, los componentes ligeros quedan retenidos (atrapados) en la columna de tamiz molecular. Los componentes más pesados, que todavía estaban en la primera columna antes de actuar la segunda válvula, son enviados directamente a los detectores sin pasar por el tamiz molecular. Una vez obtenidos los picos de los componentes más pesados, se vuelve a conmutar la válvula 2 a la posición OFF. El gas portador envía ahora los componentes más ligeros que estaban retenidos en la columna 2 hacia los detectores.

Siguiendo este procedimiento se consiguen separar los compuestos pesados en la columna 1 y los ligeros en la 2. Además se evita que componentes como el agua, perjudiciales para la columna de tamiz molecular pasen por ella. La programación de temperaturas del horno tiene como objeto reducir los tiempos de análisis.

Method: C:\HPCHEM\1\METHODS\DESULFUR.MTH

Method Information

ANÁLISIS DE LOS GASES EN LOS CICLOS DE ABSORCIÓN-REGENERACIÓN.

Run Time Checklist

Pre-Run Program: none
 Name:
 Parameter:
 Data Acquisition: On
 Data Analysis: On
 Sig. 2 Mth: FPD
 Post-Run Program: none
 Name:
 Parameter:

Injector Information

Injection Source: Valve
 Injection Location: Front

Purge A/B:

| | Init Value | On Time (Min.) | Off Time (Min.) |
|-------------|------------|----------------|-----------------|
| A (Valve 3) | On | 0.00 | 0.00 |
| B (Valve 4) | On | 0.00 | 0.00 |

Temperature Information

Zone Temperatures:
 Set point
 Inl. A 180 C.
 Inl. B Off
 Det. A 200 C.
 Det. B 250 C.
 Aux. 180 C.
 Oven Parameters:

Oven Equip. Time: 0.00 Min.
 Oven Max: 250 C.
 Oven On
 Cryo Off
 Ambient: 20 C.
 Cryo Blast Off
 Oven Program: Set Point
 Initial Temp: 90 C.
 Initial Time: 30.00 Min.
 Level Rate (C./Min.) Final Temp. (C.) Final Time. (Min.)
 1 0.00
 2 (A)
 3 (B)
 Next Run Time: 30.00 Min.

Signal Information

Save Data: Both
 Signal 1
 Source: Det. A
 Peak Width: 0.053 Min.
 Data Rate: 5.000 Hz.
 Data Storage: All
 Signal 2
 Source: Det. B
 Peak Width: 0.053 Min.
 Data Rate: 5.000 Hz.
 Data Storage: All

Valves/Relays Information

Initial Setpoints:
 5890 Valves:
 Valve 1: Off Valve 3 (Purge A): On
 Valve 2: On Valve 4 (Purge B): On
 Valve/Relay Time Table:

| Time | Name | State | Comment |
|------|---------|-------|-----------------|
| 0.05 | Valve 1 | On | Inyección |
| 1.00 | Valve 1 | Off | Final inyección |

Detector Information

| Detector | Type | State |
|----------|------|-------|
| A | TCD | On |
| B | FPD | On |

Timed Events:

| Events: | Value: | Time: |
|---------------------------|--------|---------|
| Initial TCD A Sensitivity | LOW | INITIAL |
| Initial TCD A Polarity | + | INITIAL |

Sequence Recalibration Table

| Cal. Line | Cal. Level | Update Response Factor | Update Retention Times | Recalib Interval |
|-----------|------------|------------------------|------------------------|------------------|
| | | | | |

Signal Plot Information

| Signal | Attn. (2 [^]) | Offset (%) | Time (Min.) |
|--------|-------------------------|------------|-------------|
| 1 | -1 | 10 | 4 |
| 2 | 4 | 10 | 4 |

Integration Events

| Events: | Value: | Time: |
|---------------------|--------|---------|
| Initial Area Reject | 1 | INITIAL |
| Initial Peak Width | 0.040 | INITIAL |
| Shoulder Detection | OFF | INITIAL |
| Initial Threshold | 0 | INITIAL |
| Negative Peak ON | | 9.500 |
| Negative Peak OFF | | 10.500 |

Report Specification

Destination: Report to Screen
 Based on: Area
 Calculations: ESTD
 Printer Output: None
 Report Header: None

Graphics Print Options

Layout: Full Size
 Title: Vertical
 Include:
 Axes Units: On
 Retention Times: On
 Baselines: On
 Tick Marks: On
 Retention Times Font: Default 16

Calibration Table

| Pk# | RT | Lvl | % | Amt/Area | Ref | Istd | I# | Name |
|-----|--------|-----|------|-------------|-----|------|----|------|
| 1 | 1.783 | 1 | 4.0 | 7.2882e-005 | | | 1 | CO2 |
| 2 | 2.885 | 1 | 1.1 | 4.181e-004 | | | 1 | H2S |
| | | 2 | 0.5 | 3.9062e-004 | | | | |
| | | 3 | 0.05 | 8.333e-004 | | | | |
| 3 | 4.480 | 1 | 0.5 | 3.7453e-004 | Ref | | 1 | SO2 |
| | | 2 | 0.05 | 7.143e-004 | | | | |
| | | 3 | 1.3 | 3.6212e-004 | | | | |
| 4 | 6.179 | 1 | 2.0 | 6.5359e-004 | | | 1 | O2 |
| 5 | 9.905 | 1 | 20.0 | 6.0514e-003 | | | 1 | H2 |
| 6 | 12.530 | 1 | 9.0 | 8.5705e-005 | Ref | | 1 | N2 |
| 7 | 19.569 | 1 | 66.0 | 8.1022e-005 | | | 1 | CO |
| 8 | 26.480 | 1 | 2.0 | 2.2869e-004 | | | 1 | O2 |

Calibration Settings

Title:
 Reference window: 5.000 %
 Non-reference window: 5.000 %
 Units of amount: %
 Multiplier: 1.0
 RF uncal peaks: 0.0
 Sample Amount: 0.0

Sample ISTD Information

No Sample ISTD Amounts

Multilevel Information

Fit: Piecewise
 Origin: Force

Condiciones de operación del CG

| | | |
|---|------|--------|
| Flujo de gas portador hacia la columna: | 7 | ml/min |
| Flujo de gas portador de referencia al TCD: | 17 | ml/min |
| Flujo total de gas portador al FPD: | 30 | ml/min |
| Flujo de aire al FPD: | 100 | ml/min |
| Flujo de H ₂ al FPD: | 75 | ml/min |
| Purga del inyector: | 5 | ml/min |
| Relación de split: | 1/20 | |
| Volumen loop: | 2 | ml |
| | | |

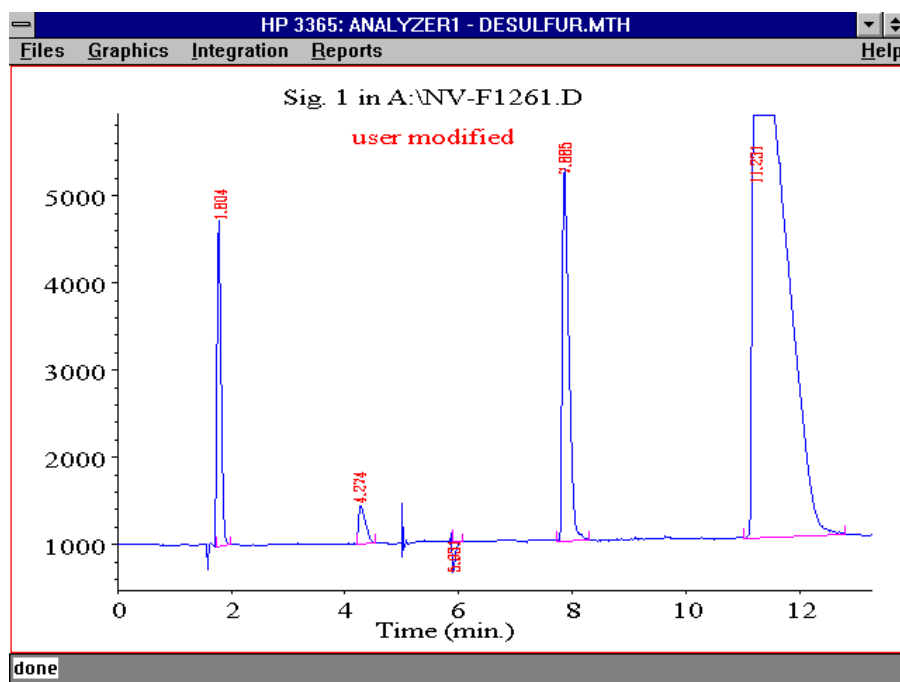


Fig AIII.1. Ejemplo de cromatograma del gas tipo ELCOGAS (base seca)

La figura AIII.1 muestra un cromatograma correspondiente a la mezcla de gases suministrada por Abelló-Linde (tipo ELCOGAS base seca). En este caso el cromatograma ha sido obtenido mediante el detector TCD. Se observan 5 picos que corresponden, respectivamente a CO_2 , H_2S , H_2 (de polaridad inversa), N_2 y CO .

Como puede observarse, los primeros picos corresponden a los componentes menos ligeros (CO_2 y H_2S). Esto es debido a la utilización de las dos columnas y de la válvula 2, cuyo funcionamiento ha sido ya descrito anteriormente.

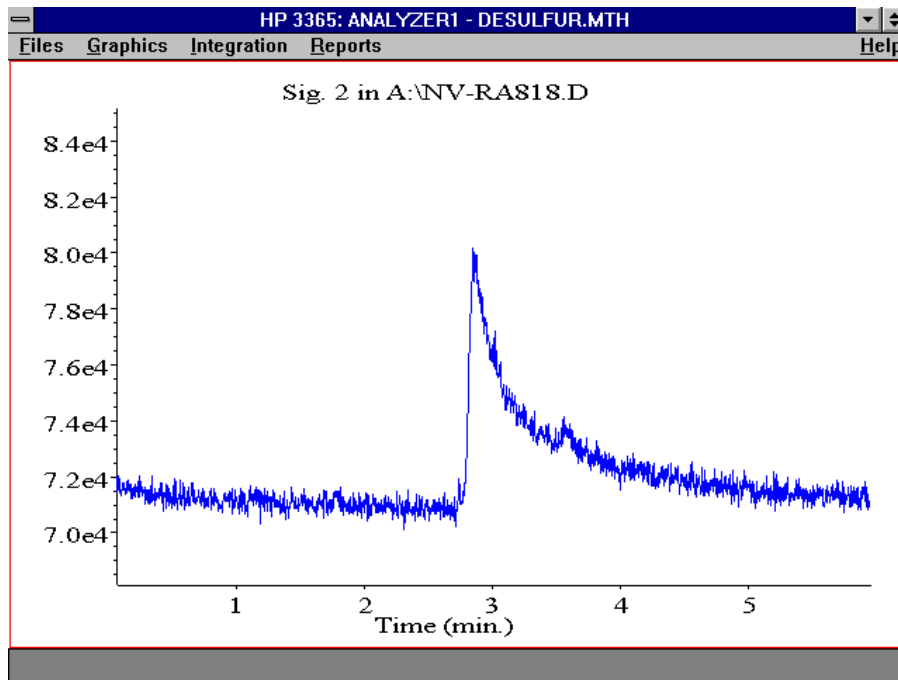


Fig AIII.2 . Respuesta del detector FPD para una concentración de 100 ppmv de H₂S

La figura AIII.2 muestra un cromatograma obtenido mediante el detector FPD utilizando solamente la columna 1 (Poraplot Q). En este caso se trata de H₂S en una concentración de 100 ppmv.

