

Análisis de Di-Iso-Propanol-Amina (DIPA) en Gases Licuados del Petróleo (LPG) con el Inyector LGI de DVLS

Introducción

Históricamente, el principal residuo contaminante potencial en el LPG ha sido el aceite lubricante recogido de los compresores durante su fabricación. El rango de ebullición de este tipo de contaminante es lo suficientemente alto como para ser detectado por técnicas de análisis gravimétricos.

Con la introducción de los procesos de tratamiento basados en aminas, los productos de tratamiento tales como el DIPA, se presentan también como potenciales residuos contaminantes. Son más volátiles que los lubricantes y por ello se pierden cantidades muy significativas durante los procesos de evaporación y secado en los métodos de ensayo gravimétricos. Esto puede y ha dado lugar a productos lanzados al mercado con pequeñas pero significativas cantidades de residuos. Los valores reportados pasan las especificaciones requeridas para residuos pero su concentración real es de hecho, mucho mayor de lo que la prueba analítica indica. Como resultado los clientes de LPG se han encontrado con problemas significativos.

Nota de Aplicación

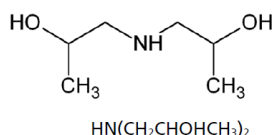
Autores:

Lenny Kouwenhoven, Director R&D de Da Vinci Laboratory Solutions

Anita Ruissen, Application Specialist de Da Vinci Laboratory Solutions

Efectos del DIPA en motores de coches

El DIPA en el LPG tiene el mismo efecto en los motores de automóviles que el residuo aceitoso. Se deposita en las membranas y filtros y produce un inesperado elevado mantenimiento o la paralización del vehículo. Es necesario cuantificar el DIPA y proporcionar una alternativa a los métodos gravimétricos utilizados tradicionalmente para los análisis de residuos, con el fin de mejorar tanto su eficiencia (requieren mano de obra intensiva) como su seguridad asociada a los grandes volúmenes de muestra utilizados en algunos métodos gravimétricos.



Para resolver los efectos del residuo, Da Vinci Laboratory Solutions ha desarrollado un método de ensayo para la determinación de DIPA en LPG utilizando el Inyector de Gas Licuado (LGI).

La muestra de LPG se inyecta a presión directamente en la columna. La muestra permanece en fase líquida, a temperatura ambiente y sin contacto con líneas de transferencia, vaporizadores o válvulas. Como resultado quedan resueltas todas las limitaciones de las técnicas de introducción de muestra convencionales.

Potenciando la Eficiencia del Laboratorio



Figura 1: Solución cromatográfica LGI de DVLS

Descripción de la aplicación

El método de análisis utiliza el LGI. La muestra se inyecta a presión directamente sobre la columna.

La cromatografía después de esta entrada representativa de muestra se basa en la separación por puntos de ebullición del LPG y DIPA y la cantidad total se reporta en partes por millón en masa.

La configuración del sistema se basa en el método ASTM D7756-11: Método de análisis para Residuos en Gases Licuados del Petróleo (LPG) por cromatografía de gases con inyección de líquidos en columna.

El GC está equipado con el Inyector de Gas Licuado como se muestra en la Figura 1, un inyector en columna y una salida de vapor del disolvente.

La Figura 2 muestra la configuración del *retention gap* y las columnas. La muestra se inyecta en una columna capilar de 5 metros Sulfinert® recubierta de acero inoxidable. El *retention gap* está conectado a una columna de retención no polar de 3 metros, con una salida para el lavado de las fracciones ligeras del LPG.

Posteriormente, la salida se cierra y el flujo se conmuta a la columna analítica no polar para la elución de DIPA.

La Tabla 1 muestra los ajustes del LGI, la Tabla 2 muestra los ajustes típicos del cromatógrafo de gases y los detalles de las columnas.

Injection Time	50 ms
Pre Injection Delay	1 sec
Post Injection Delay	1 sec
Solvent Vent	10 sec
Stop Flow	0 sec

Tabla 1: Ajustes LGI

Equilibration Time	1 min
Oven Program	45 °C (2.0 min), 25 °C/min — 250 °C (0 min)
Run Time	12.2 min
Back COC Inlet He	55 °C (2.0 min), 25 °C/min — 250 °C (0 min)
Flow	4mL/min
Septum Purge Flow	12 mL/min

Tabla 2: Ajustes GC

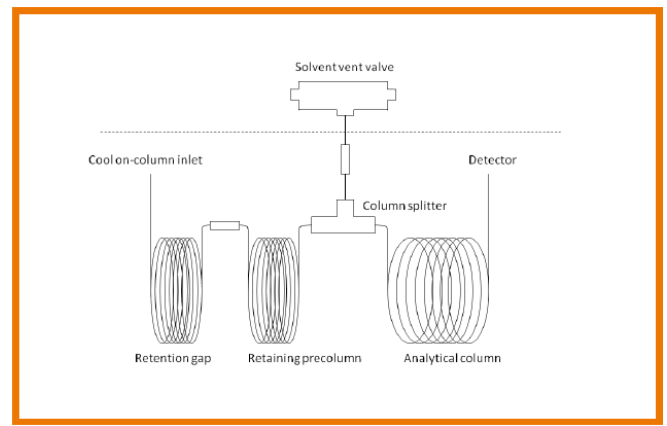


Figura 2: Configuración columnas

Descripción de la aplicación

Se ha disuelto DIPA en MTBE y preparado cuatro concentraciones de DIPA en pentano de, 5 ppm, 50 ppm, 125 ppm y 250 ppm. Las muestras para esta prueba se preparan en pentano. Puesto que el disolvente se ventea no afecta a la detección del DIPA. Esta propiedad permite a los usuarios preparar fácilmente sus patrones.

Ver Figura 3 para el cromatograma de 125 ppm DIPA. El dodecano es añadido como un marcador.

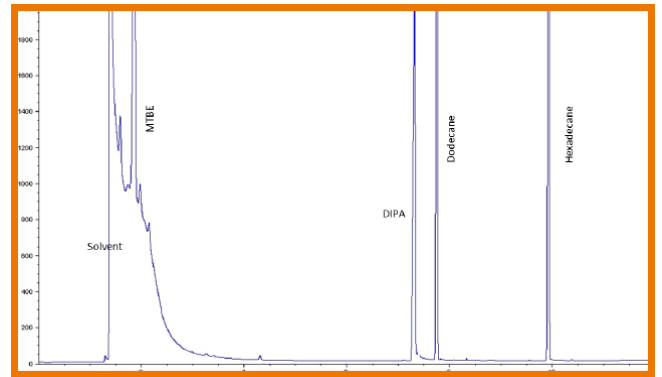


Figura 3: Cromatograma de 125ppm de DIPA en Pentano

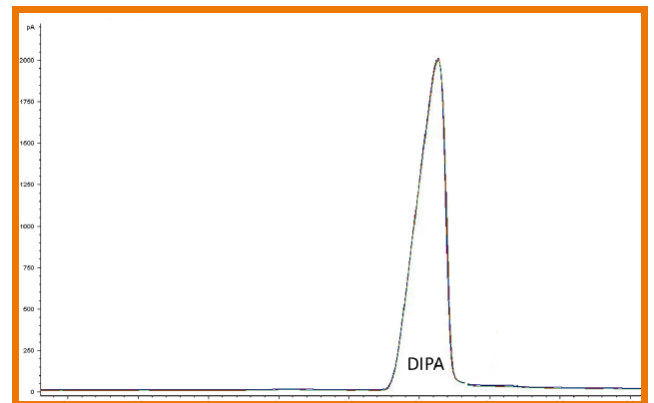


Figura 4: Superposición de 3 cromatogramas de 125ppm de DIPA

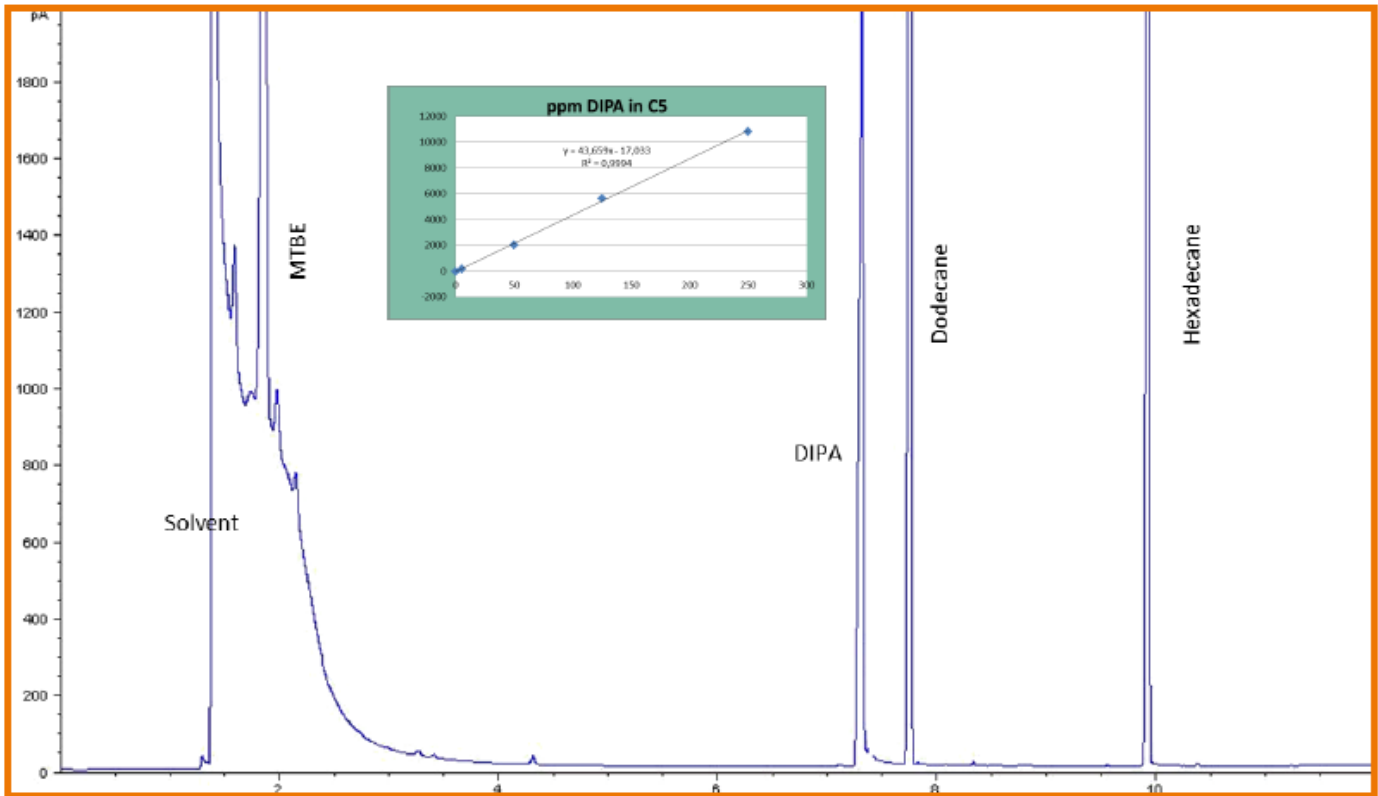


Figura 3: Cromatograma de 125ppm de DIPA en Pentano

Concentration DIPA	5 ppm	50 ppm	125 ppm	250 ppm
Area Counts	181.3	2053.7	5625.0	10828.3
Standard Deviation	1.53	23.71	44.54	185.06
% RSD	0.8	1.2	0.8	1.7

Tabla 3: Precisión de cuatro concentraciones de DIPA en pentano

Conclusión

El método desarrollado por DVLS utiliza el nuevo Inyector de Gas Licuado (LGI) para inyectar LPG bajo presión en fase líquida, directamente en la columna analítica del GC. Los resultados analíticos han demostrado que la técnica LGI es un método seguro, rápido y preciso para la determinación de DIPA en LPG. La repetibilidad relativa es mejor que el 2% y el límite de detección inferior está muy por debajo de 1 ppm.

Referencias:

1. ASTM D7756-11 :Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection
2. The analysis of Contaminants in Liquefied Gases by Gas Chromatography by Lenny Kouwenhoven and Anita Ruissen, Petro Industry News, October/November 2011
3. A Safe and Fast Solution for Accurate Quantification of Heavy Residues in LPG by Gas Chromatography, Representative Liquefied Gas Sample Introduction via High Pressure On-Column Injection into a Gas Chromatographic System, by Lenny Kouwenhoven and Anita Ruissen, Petro Industry News, August/September 2012

PARA MÁS INFORMACIÓN:



GALLPE-AC
Soluciones y Servicios Profesionales, S.L.

Apartado 287
28400 Collado Villalba (Madrid)
Tel.: 91 849 90 18 • Fax: 91 849 90 24
www.gallpe.com • info@gallpe.com