

# ANALYSE D'UN GAZ EN DÉPRESSION AVEC UN MICROGC

## Introduction

Certaines applications nécessitent de travailler avec un gaz dont la pression est inférieure à la pression atmosphérique. Le MicroGC ne permettant pas d'analyser directement un gaz en dépression, l'objectif est de recomprimer ce dernier afin de l'analyser avec l'instrument.

SRA Instruments a travaillé sur le développement d'un système de recompression répondant aux contraintes suivantes :

- Atteindre des pressions proches de la pression atmosphérique tout en conservant les capacités analytiques d'un MicroGC.
- Avoir un système automatisé qui permet de contrôler la pression atteinte au cours des étapes de recompression.
- S'assurer que le système serait adaptable à différents types de MicroGC et de configuration.



Configuration avec un MicroGC R990 SRA Instruments

## La solution développée par SRA

La configuration mise en œuvre comprend :

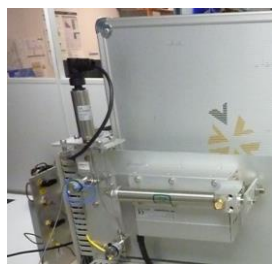
- un automate de recompression de gaz
- un logiciel d'automatisation (logiciel AUTO REC)
- un MicroGC utilisant le logiciel Soprane CDS

Le système est modulable en fonction des besoins du client (ex: purge de chaque échantillon, ligne échantillon de grande longueur, etc.)

Les tests ont été réalisés avec 2 types de MicroGC et de configuration, ainsi que des pressions initiales différentes :

- MicroGC R990 SRA relié aux vannes grâce à une ligne échantillon de 5 m, ajout d'une purge et Pression initiale supérieure à 200 mbar
- MicroGC Varian avec positionnement du système de vannes proche de l'instrument et Pression initiale inférieure à 200 mbar

Système de recompression



a) Avec MicroGC Varian



b) Avec MicroGC R990 SRA Instruments

# ANALYSE D'UN GAZ EN DÉPRESSION AVEC UN MICROGC

## Résultats

### 1) Répétabilité et reproductibilité

90 analyses successives ont été effectuées avec un MicroGC R990 afin de tester la répétabilité et la reproductibilité du système.

Le gaz utilisé avait initialement une pression de 985 mbar. Il a été détendu à une pression donnée (variable d'un essai à l'autre) considérée comme la pression initiale de l'échantillon (Pression1 dans les tableaux de résultats) puis recomprimé jusqu'à une pression proche de l'atmosphérique (Pression3) pour chaque test.

Les valeurs de pression sont mesurées grâce au logiciel AUTO REC. Ces données sont ensuite transmises au logiciel Soprane CDS, ce qui permet d'assurer un suivi de la qualité de l'échantillonnage. La teneur en H<sub>2</sub> du gaz a été analysée pour chaque test.

Analyse	Date d'injection	Méthode	H2 (A) [ppm]	O2 (A) [%]	N2 (A) [%]	Total (%)	Pression1	Pression2	Pression3	Pression
02032022_075	02/03/2022 20:13	Analyse	261,970	0,000	0,000	0,026	485,000	192,000	1011,000	1049,000
02032022_076	02/03/2022 20:16	Analyse	258,055	0,000	0,000	0,026	472,000	183,000	1021,000	994,000
02032022_077	02/03/2022 20:19	Analyse	258,172	0,000	0,000	0,026	460,000	175,000	1030,000	1004,000
02032022_078	02/03/2022 20:22	Analyse	258,107	0,000	0,000	0,026	444,000	168,000	1046,000	1016,000
02032022_079	02/03/2022 20:25	Analyse	267,307	0,000	0,000	0,027	430,000	159,000	1058,000	963,000
02032022_080	02/03/2022 20:28	Analyse	245,040	0,000	0,000	0,025	416,000	152,000	998,000	1065,000
02032022_081	02/03/2022 20:31	Analyse	262,891	0,000	0,000	0,026	400,000	146,000	1019,000	994,000
02032022_082	02/03/2022 20:34	Analyse	255,585	0,000	0,000	0,026	384,000	136,000	1032,000	1059,000
02032022_083	02/03/2022 20:37	Analyse	255,275	0,000	0,000	0,026	367,000	129,000	971,000	830,000
02032022_084	02/03/2022 20:40	Analyse	259,776	0,000	0,000	0,026	363,000	126,000	1021,000	1014,000
02032022_085	02/03/2022 20:43	Analyse	272,567	0,000	0,000	0,027	340,000	115,000	1000,000	979,000
02032022_086	02/03/2022 20:47	Analyse	264,341	0,000	0,000	0,026	316,000	109,000	1054,000	1015,000
02032022_087	02/03/2022 20:50	Analyse	258,739	0,000	0,000	0,026	297,000	103,000	980,000	797,000
02032022_088	02/03/2022 20:53	Analyse	252,599	0,000	0,000	0,025	301,000	98,000	947,000	777,000
02032022_089	02/03/2022 20:56	Analyse	257,233	0,000	0,000	0,026	296,000	95,000	986,000	848,000
02032022_090	02/03/2022 20:59	Analyse	260,696	0,000	0,000	0,026	272,000	89,000	1004,000	778,000
Min			244,090	0,000	0,000	0,024	272,000	89,000	947,000	777,000
Max			274,437	0,000	0,000	0,027	985,000	722,000	1082,000	1090,000
Rsd (%)			2,712	NaN	NaN	2,712	25,536	46,309	1,807	5,215

*Résultats partiels de répétabilité et reproductibilité obtenus avec le logiciel Soprane CDS sur 90 analyses de H<sub>2</sub> pour des pressions initiales supérieures à 200 mbar*

Les résultats finaux sont les suivants :

	H <sub>2</sub> (ppm)	Pression1 (mbar)	Pression3 (mbar)
Min	244,09	272	947
Max	274,44	985	1082
RSD (%)	2,712		

La valeur minimale de pression initiale d'échantillon atteinte est égale à 272 mbar. On constate que, pour la plage de Pression1 testée (985 – 272 mbar), quelque soit la pression initiale du gaz, le système permet de le recomprimer jusqu'à une pression proche de l'atmosphère de manière répétable, tout en conservant des résultats fiables et reproductibles.

## ANALYSE D'UN GAZ EN DÉPRESSION AVEC UN MICROGC

### Résultats (suite)

#### 2) Limite du système

Des tests ont aussi été réalisés avec un MicroGC Varian mais avec une pression initiale de gaz (dans ce cas de l'air) inférieure à 200 mbar. Le but était de trouver la valeur de pression minimale de l'échantillon permettant de recomprimer.

Les tests ont été réalisés dans un flacon d'environ 150 ml afin de se placer dans les conditions de travail du client.

Les résultats, enregistrés manuellement, sont les suivants :

Pression1 (mbar)	Pression2 (mbar)	Pression3 (mbar)
196	93	1013
150	82	1013
130	76	1010
110	36	Impossible

*Valeurs de pressions mesurées par l'automate aux différentes étapes de la recompression pour des pressions initiales de gaz inférieures à 200 mbar*

Nous constatons que en partant d'une pression initiale :

- supérieure ou égale à 130 mbar il est possible de recomprimer le gaz jusqu'à 1010-1013 mbar
- inférieure à 130 mbar cela n'est plus possible

Aussi nous considérerons que 130 mbar est la valeur seuil de pression initiale d'un échantillon pouvant être recomprimé.

### Conclusion

Grâce au système de recompression proposé, il est possible de comprimer un gaz dont la pression initiale minimale est égale à 130 mbar jusqu'à une pression proche de l'atmosphérique et d'obtenir des résultats qui sont fiables.

En couplage avec un MicroGC, l'automate de recompression développé permet d'enchaîner les cycles de prélèvement et les analyses de façon répétable, reproductible et complètement automatisée.