

**Agilent 490
Micro-GC-Biogasanalys
atoren**

Benutzerhandbuch

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2012

Gemäß der Urheberrechtsgesetzgebung in den USA und internationaler Urheberrechtsgesetzgebung darf dieses Handbuch, auch auszugsweise, nicht ohne vorherige Vereinbarung und schriftliche Genehmigung seitens Agilent Technologies, Inc. vervielfältigt werden (darunter fällt auch die Speicherung auf elektronischen Medien sowie die Übersetzung in eine Fremdsprache).

Handbuch Teile-Nr.

G3582-92000

Ausgabe

Zweite Ausgabe, Februar 2012

Gedruckt in USA

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 USA

Gewährleistung

Das in diesem Dokument enthaltene Material wird ohne Mängelgewähr bereitgestellt. Änderungen in nachfolgenden Ausgaben vorbehalten. Darüber hinaus übernimmt Agilent im gesetzlich maximal zulässigen Rahmen keine Garantien, weder ausdrücklich noch stillschweigend, bezüglich dieses Handbuchs und beliebiger hierin enthaltener Informationen, inklusive aber nicht beschränkt auf stillschweigende Garantien hinsichtlich Marktgängigkeit und Eignung für einen bestimmten Zweck. Agilent übernimmt keine Haftung für Fehler oder beiläufig entstandene Schäden oder Folgeschäden in Verbindung mit Einrichtung, Nutzung oder Leistung dieses Dokuments oder beliebiger hierin enthaltener Informationen. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine separate schriftliche Vereinbarung mit Garantiebedingungen bezüglich des in diesem Dokument enthaltenen Materials besteht, die zu diesen Bedingungen im Widerspruch stehen, gelten die Garantiebedingungen in der separaten Vereinbarung.

Technologielizenzen

Die in dieser Dokumentation beschriebene Hardware und/oder Software wird unter Lizenz hergestellt und darf nur gemäß den jeweils geltenden Lizenzbedingungen verwendet und kopiert werden.

Rechtsbeschränkung

Wenn die Software gemäß der Leistung eines Haupt- oder Untervertrags der US-Regierung verwendet wird, wird die Software als „kommerzielle Computersoftware“ gemäß DFAR 252.227-7014 (Juni 1995) oder als ein „kommerzielles Gut“ gemäß FAR 2.101(a) oder als eine „beschränkte Computersoftware“ gemäß FAR 52.227-19 (Juni 1987) oder gleichlautenden Vorschriften oder Vertragsklauseln geliefert und lizenziert. Die Verwendung,

Vervielfältigung oder Veröffentlichung der Software unterliegt den standardmäßigen, kommerziellen Lizenzbedingungen von Agilent Technologies, und Nicht-DOD-Abteilungen und -Behörden der US-Regierung unterliegen keinen umfangreicheren Rechtsbeschränkungen als in FAR 52.227-19(c)(1-2) (Juni 1987) angegeben. Benutzer der US-Regierung unterliegen keinen umfangreicheren Rechtsbeschränkungen als in FAR 52.227-14 (Juni 1987) oder DFAR 252.227-7015 (b)(2) (November 1995) angegeben, sofern dies auf irgendwelche technischen Daten zutrifft.

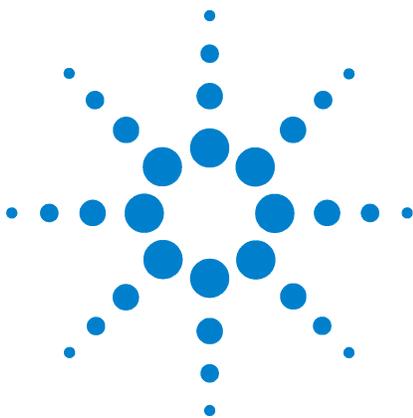
Sicherheitshinweise

VORSICHT

Der Hinweis **VORSICHT** weist auf eine Gefahr hin. Er macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen kann. Setzen Sie den Vorgang nach einem Hinweis mit der Überschrift **VORSICHT** erst fort, wenn Sie die darin aufgeführten Hinweise vollständig verstanden haben und einhalten können.

WARNUNG

WARNUNG weist auf eine Gefahr hin. Sie macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zu Verletzungen oder zum Tod führen kann. Setzen Sie den Vorgang nach einem Hinweis mit der Überschrift **WARNUNG** nicht fort, wenn Sie die darin aufgeführten Hinweise nicht vollständig verstanden haben und einhalten können.



Die Agilent Biogasanalysatoren

Bei Biogas handelt es sich um eine Art Biotreibstoff, der durch den biologischen Abbau organischer Stoffe in einer anaeroben Umgebung hergestellt wird. Während des anaerobischen Vergärungs- oder Fermentationsprozess der biologisch abbaubaren Stoffe wie Dünger, Abwasser, Hausmüll, Grünabfälle, Pflanzenreste oder Nutzpflanzen wird Biogas erzeugt. Biogas besteht aus Methan, Kohlenstoffmonoxid, Wasserstoff, Kohlenstoffdioxid, Stickstoff, Schwefelwasserstoff und Sauerstoff. Wenn Methan, Wasserstoff und Kohlenstoffmonoxide verbrannt werden oder mit Sauerstoff oxidieren, wird Energie freigesetzt, die als Kraftstoff verwendet werden kann.

Bei dem Agilent 490 Micro-GC-Biogasanalysator handelt es sich um einen werkseitig konfigurierten Analysator für Biogasanalysen.

Es stehen zwei Arten von Biogasanalysatoren zur Verfügung: der Agilent 490 Micro-GC-Biogasanalysator und der Agilent 490 Micro-GC-Biogasanalysator Extended. Die Wahl der Konfiguration hängt von der Art der Biogasprobe ab.

Biogasanalysator

Der Agilent 490 Micro-GC-Biogasanalysator ist für die Analyse reinen Biogas sowie für die Analyse von Permanentgasen, Schwefelwasserstoff und Kohlenwasserstoffen bis zu n-Propan konzipiert. Er besteht aus einem Doppelgehäuse mit einem CP-Molsieve 5A- und einem CP-PoraPLOT U-Kanal für zwei Trägergase.

Biogasanalysator Extended

Der Agilent 490 Micro-GC-Biogasanalysator Extended Erste Ausgabe, Dezember 2011 ist für die Analyse von Gemischen aus Biogas und anderen Kohlenwasserstoffströmen konzipiert. Die Analyse umfasst Permanentgase, Schwefelwasserstoff und Kohlenwasserstoff bis zu n-Heptan. Der Biogasanalysator Extended besteht aus einem mit drei Kanälen ausgestatteten Vierfachgehäuse: einem CP-Molsieve 5A-, einem CP-PoraPLOT U- und einem CP-Sil 5 CB-Kanal für zwei Trägergase.

Achten Sie vor dem Starten des Analysators darauf, dass für alle Kanäle die richtigen Trägergase angeschlossen sind. Für den CP-Molsieve-Kanal ist Argon und für alle anderen Kanäle Helium als Trägergas erforderlich. Der erforderliche Druck beträgt für alle Trägergase 550 kPa (80 psi). Weitere Details zum Agilent Micro GC finden Sie im Agilent 490 Micro GC Benutzerhandbuch.

Überprüfungsinformationen

Der Biogasanalysator ist inklusive entsprechender Einstellungen für Rückspülzeiten für den CP-Molsieve 5A- und CP-PoraPLOT U-Kanal werkseitig eingestellt. Die letzte Überprüfung des Agilent 490 Micro GC Biogasanalysators wird nach einem universellen Gaskalibrierungsstandard ausgeführt. Dieser umfasst Helium, Neon, Wasserstoff, Sauerstoff, Methan, Äthan, Äthylen, Kohlendioxid, Kohlenmonoxid, Azetylen, N-Propan, Methylenazetylen und N-Butan. Nicht alle Komponenten dieses Kalibrierungsstandards werden für die Biogasanalysatoren angegeben. Dieser Kalibrierungsstandard dient als Referenz für die Leistung des Biogasanalysators. Weitere Einzelheiten zum universellen Gaskalibrierungsstandard siehe Anhang 1.

Der Analysator wird mit dem bei der Installation vom Agilent Kundentechniker angewandten universellen Gaskalibrierungsstandard ausgeliefert. Die werkseitig eingestellte Methode, das endgültige Chromatogramm (Testbericht) und dieses Benutzerhandbuch zum Biogasanalysator werden mit dem Biogasanalysator auf der Analysator-CD ausgeliefert.

Führen Sie mithilfe des universellen Gaskalibrierungsstandards Referenztests des Biogasanalysators durch. Laden Sie die Methode von der Analysator-CD, wenn Openlab CDS EZChrom Edition verwendet wird, oder erstellen Sie eine Methode unter Verwendung der Einstellungen aus der Methoden-PDF-Datei, die auf der Analysator-CD vorliegt. Informationen zum Schnellstart siehe Anhang 2, Anschluss und Injizieren des Kalibrierungsstandards.

Der universelle Gaskalibrierungsstandard enthält weder Schwefelwasserstoff noch Neopentan, N-Pentan oder I-Pentan. Für diese Komponenten sind Referenzchromatogramme in diesem Handbuch enthalten.

CP-Molsieve-Kanal

Der CP-Molsieve 5A-Kanal des Biogasanalysators analysiert Permanentgase wie Helium, Neon, Wasserstoff, Sauerstoff, Stickstoff, Methan und Kohlenmonoxid.

Abb. 1 ist ein Chromatogramm des auf dem CP-Molsieve 5A-Kanal analysierten universellen Gaskalibrierungsstandards.

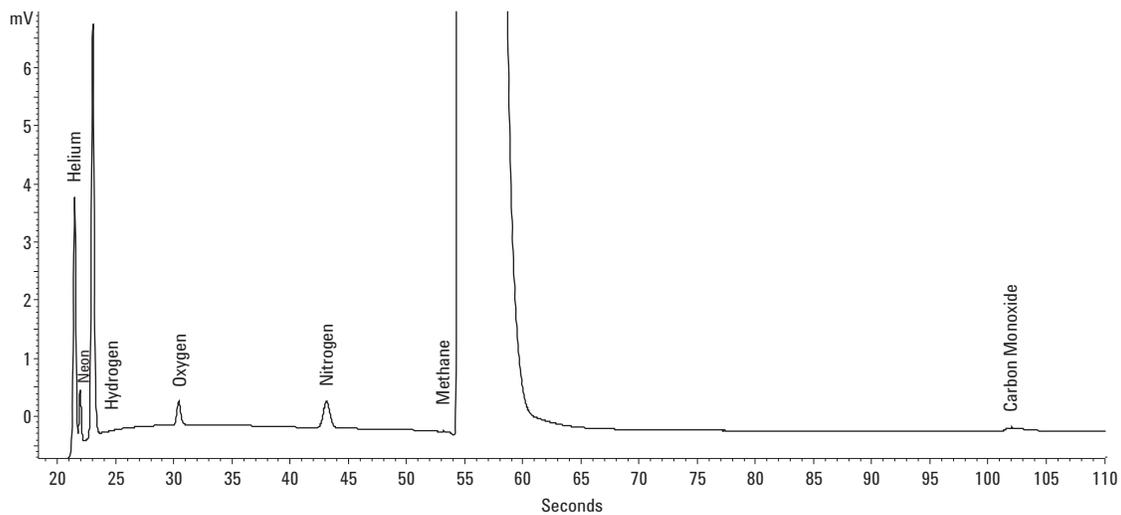


Abb. 1 Der auf dem CP-Molsieve-Kanal analysierte universelle Gaskalibrierungsstandard

CP-PoraPLOT U-Kanal

Der CP-PoraPLOT U-Kanal des Biogasanalysators wird zum Analysieren von Kohlendioxid, Äthan, Schwefelwasserstoff und N-Propan verwendet. Dieser Kanal und der Probeneinlass sind Ultimetall-deaktiviert, was zur Leistungsverbesserung bei der Schwefelwasserstoffanalyse führt.

Das mit dem CP-PoraPLOT U-Kanal vom universellen Gaskalibrierungsstandard erzielte Chromatogramm ist in [Abb. 2](#) dargestellt.

Wenn eine Probe Schwefelwasserstoff enthält, ähnelt das Chromatogramm [Abb. 3](#).

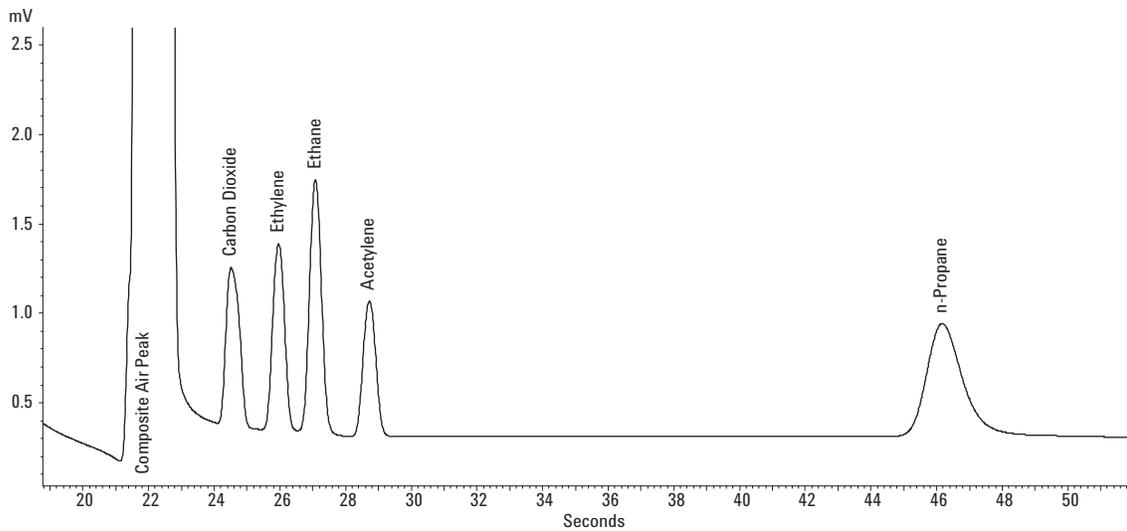


Abb. 2 Der auf dem CP-PoraPLOT U-Kanal analysierte universelle Gaskalibrierungsstandard

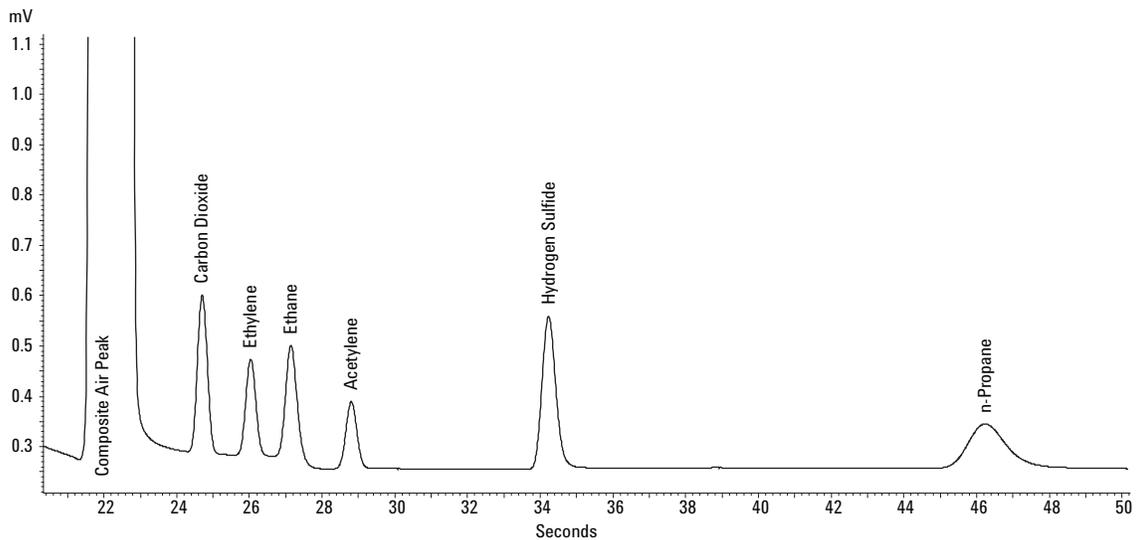


Abb. 3 Ein Schwefelwasserstoff enthaltendes, auf dem CP-PoraPLOT U-Kanal analysiertes Gemisch

CP Sil 5 CB-Kanal

Der CP-Sil 5 CB-Kanal des Biogasanalysators Extended wird zur Kohlenwasserstoffanalyse bis zu N-Heptan verwendet. Zu den für diesen Analysator angegebenen Kohlenwasserstoffen zählen I-Butan, N-Butan, Neopentan, N-Pentan, Isopentan, N-Hexan und N-Heptan. Der universelle Gaskalibrierungsstandard umfasst nicht alle diese Kohlenwasserstoffe. Ein Referenzchromatogramm für die fehlenden Komponenten ist in diesem Handbuch enthalten.

Die Analyse des universellen Gaskalibrierungsstandards auf dem CP-Sil 5 CB-Kanal ergibt das in [Abb. 4](#) dargestellte Chromatogramm.

Bei Verwendung eines Kohlenwasserstoffgemisches bis zu N-Hexan ähnelt das Chromatogramm [Abb. 5](#).

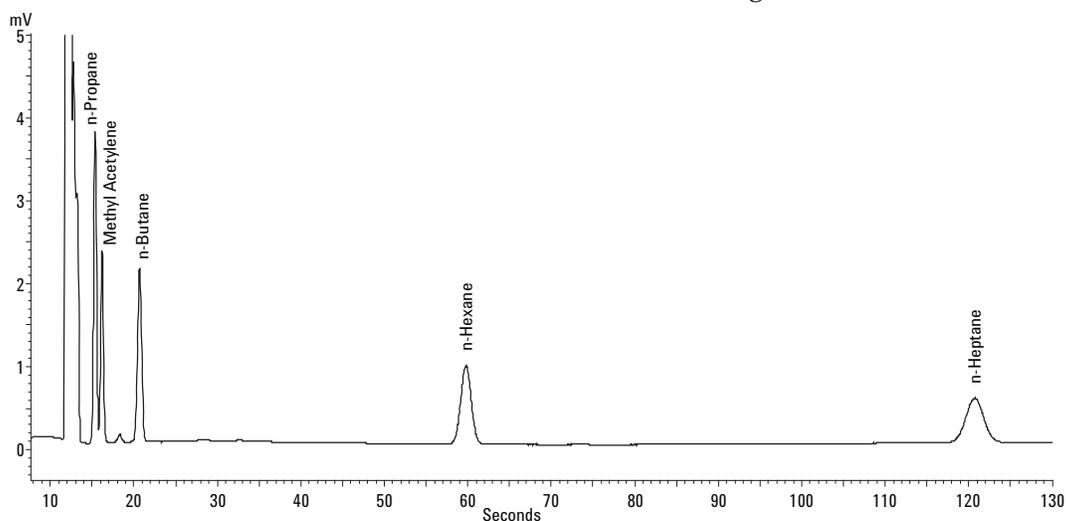


Abb. 4 Analyse des Kalibrierungsstandards auf dem CP-Sil 5 CB-Kanal

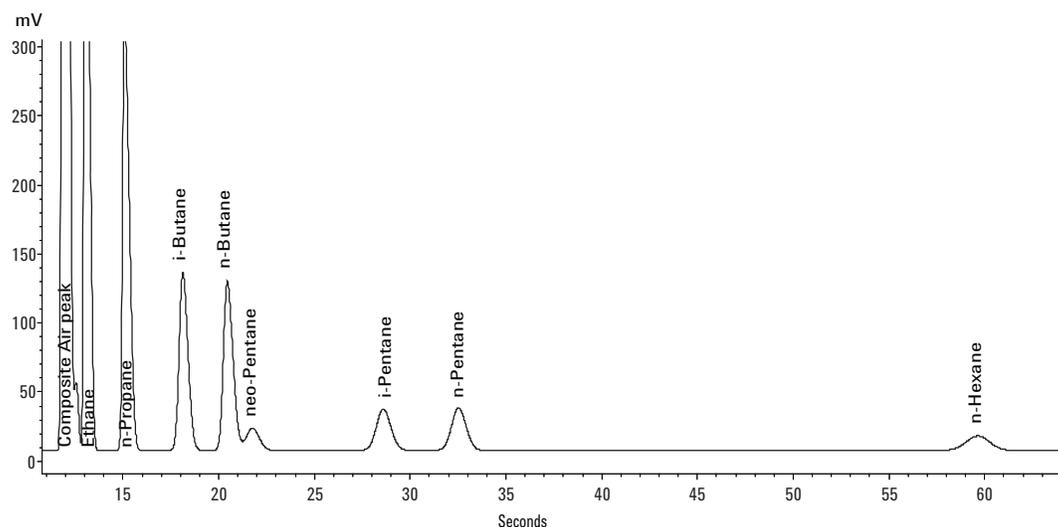


Abb. 5 Analyse eines Kohlenwasserstoffgemisches bis zu N-Hexan auf dem CP-Sil 5 CB-Kanal

Einstellen der Rückspülzeit

Für den CP-Molsieve 5A- und den CP-PoraPLOT U-Kanal müssen die Rückspülzeiten eingestellt werden. Zur Einstellung wird der universelle Gaskalibrierungsstandard empfohlen.

Die Einstellung des CP-Molsieve 5A-Kanals hat den Zweck, das gesamte Methan in die Säule gelangen zu lassen, während alle Komponenten wie Feuchtigkeit, Kohlendioxid, Äthan und höhere Kohlenwasserstoffe rückgespült werden. Der CP-PoraPLOT U-Kanal wird auf die N-Propanspitze eingestellt, während alle sonstigen danach ausgespülten Kohlenwasserstoffe rückgespült werden.

- 1 Setzen Sie die Rückspülzeit auf 0 Sekunden und analysieren Sie den Kalibrierungsstandard. Dies hat den Zweck, die Komponenten im Standard zu identifizieren.
- 2 Ändern Sie die Rückspülzeit. Beginnen Sie mit 10 Sekunden und führen Sie eine Analyse durch. Jetzt ist Folgendes zu beobachten:
 - Wenn die Rückspülzeit zu früh eingestellt ist, wird die gewünschte Spitze teilweise oder völlig rückgespült.
 - Wenn die Rückspülzeit zu spät eingestellt ist, werden die unerwünschten Komponenten nicht rückgespült.
- 3 Passen Sie die Rückspülzeit an, bis Sie in der gewünschten Spitze einen großen Unterschied feststellen. Gehen Sie dann in kleineren Schritten (0,1 Sekunden) vor, bis Sie die optimale Rückspülzeit finden.

Abb. 6 zeigt ein einfaches Beispiel für die Einstellung der Rückspülzeit für den CP-Molsieve 5A-Kanal.

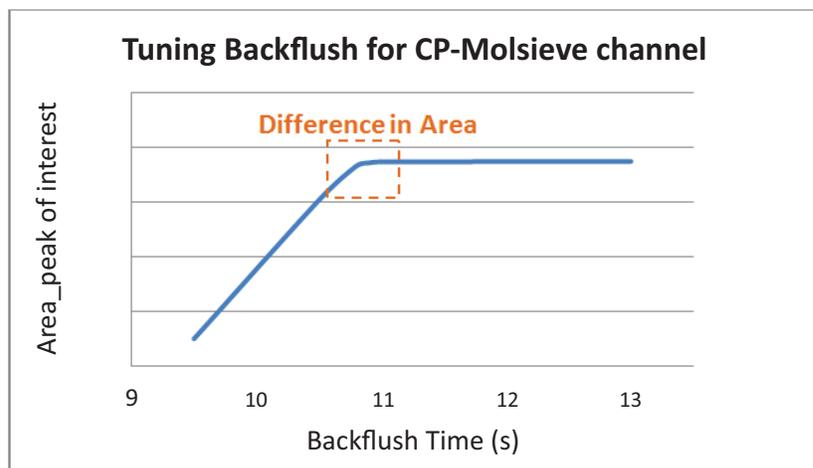


Abb. 6 Auswirkung der Rückspülzeit auf die gewünschte Spitze

Anhang 1: Zertifikat des universellen Gaskalibrierungsstandards

Teilenr.: 5184-3541 Teilenr. Kit: 5184-3546

	Agilent Technologies Innovating the HP Way	
---	---	---

Certificate of Analysis

Universal Gas Calibration Standard

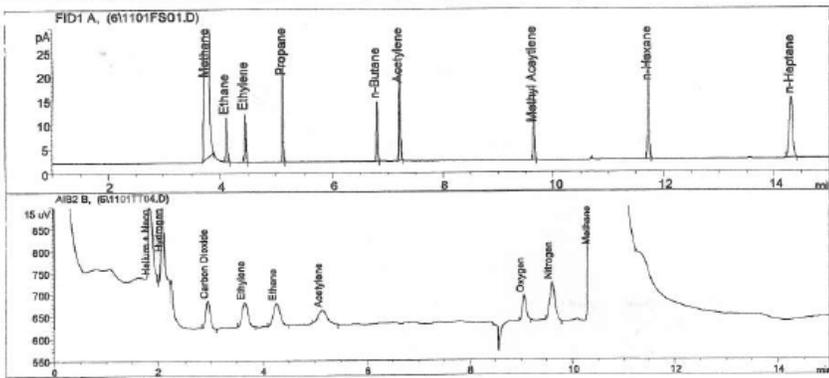
Agilent Part No: 5183-4800, 5184-3541 **Sample Lot No:** 021510U

Concentrations (±mole%):		n-Hexane	0.0500% (±5%)
Helium	0.1000% (±5%)	n-Heptane	0.0500% (±5%)
Neon	0.0496% (±5%)	Water content (H ₂ O)	<5 ppm
Hydrogen	0.0988% (±5%)	Other impurities (HC's)	<1 ppm
Oxygen	0.0500% (±5%)		
Nitrogen	0.1000% (±5%)		
Methane	Balance		
Ethane	0.0497% (±5%)		
Ethylene	0.0497% (±5%)		
Carbon Dioxide	0.0500% (±5%)		
Carbon Monoxide	0.0995% (±5%)		
Acetylene	0.0494% (±5%)		
Propane	0.0501% (±5%)		
Methyl Acetylene	0.0501% (±5%)		
n-Butane	0.0501% (±5%)		

Traceability:
This standard was produced gravimetrically following Specialty Gas Work Instruction #15. Balances used are calibrated per POIS 2.140, traceable to NIST. Concentrations were verified on an Agilent model 6890 gas chromatograph, using a Wasson valve switch, Variable Pressure Control and multiple packed/capillary columns.

Standards Used:
Praxair UGS Primary Standard, serial # CC309710

Analytical GC Chromatogram:
Analytical columns: Agilent MS-5A PLOT, U-PLOT
TCD: 1.0 ml loop; He carrier at 35 ml/min; oven temp = 90degC
FID: 0.1 ml loop; He carrier at 30 ml/min; split ratio=25:1; Ramp 75degC for 6 min to 180degC for 3.75 min at 20degC/min



Date of Release: 15 February, 2010 Analyst: John Goddard
Expiration Date: 15 February, 2012 Senior Chemist *John Goddard*

Anhang 2: Die Biogasanalysatormethode

Tabelle 1 Die Biogasanalysatormethode

Methodeneinstellungen	CP-Molsieve 5A	CP-PoraPLOT U-Kanal	CP-Sil 5 CB
Trägergas	Argon	Helium	Helium
Injektortemperatur (°C)	110	110	110
Injektionszeit (ms)	40	40	40
Rückspülzeit (s)	11	14	-
Säulentemperatur (°C)	80	80	60
Druck (kPa)	200	150	150
Probenleitungstemperatur (°C)	110	110	110
Signal umkehren	Ja	Nein	Nein

Nähere Informationen zu der Methode siehe PDF-Methodendatei, die auf der Analysator-CD verfügbar ist.

Die Rückspülzeit muss für jeden neuen CP-Molsieve- und CP-PoraPLOT-Kanal eingestellt werden.



© Agilent Technologies, Inc.

Gedruckt in USA, Februar 2012



G3582-92000