

	GESTION DE PRODUCCION	Versión
		2
	PROCEDIMIENTO PARA EL ANALISIS CROMATOGRÁFICO DE GLP.	Fecha
		31/01/2020

	NOMBRE	CARGO	FIRMA
Elaboró	Kevin Ortiz Velasco	Operador de Planta PSG.	
Revisó	Efrén Díaz	Ing. Supernumerario PSG.	
	Esteban Rodríguez	Operador de Planta PSG.	
	Israel Erazo	Operador de Planta PSG.	
	Daniel Parra	Operador de Planta PSG.	
Aprobó	Carlos Bravo	Líder de Procesos PSG.	

CONTROL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
1.	05/03/2015	Versión inicial
2.	31/01/2021	Adaptación del procedimiento para el análisis de muestras de GLP al formato de calidad versión 5.

1. OBJETIVO


Describir el procedimiento para la operación e interpretación de resultados del cromatógrafo de laboratorio Shimadzu GC2014, el cual interviene en la medición de calidad del GLP producción y despacho de la Planta de Secado de Gas PSG.

2. ALCANCE

Este procedimiento abarca única y exclusivamente las condiciones operativas y procedimentales en el análisis cromatográfico realizado en el cromatógrafo de gases Shimadzu GC-2014, ubicado en el laboratorio de la PSG.

3. DEFINICIONES

Cromatografía de gases: Es una técnica especializada para detectar la composición de una mezcla de gases y cuantificar el porcentaje y las partes por millón de cada uno de los componentes de la misma.

	GESTION DE PRODUCCION	Versión
		2
	PROCEDIMIENTO PARA EL ANALISIS CROMATOGRÁFICO DE GLP.	Fecha
		31/01/2020

Gas carrier (Gas portador): El gas portador es un agente puro y noble que se encarga de transportar la muestra a través de las columnas de separación.

Presión de vapor: Es la presión que ejerce la fase gaseosa de un líquido en un sistema cerrado a una temperatura determinada. Las altas presiones de vapor en el GLP pueden generar afectación a equipos de proceso como bombas y tuberías por lo cual también es un parámetro de calidad que debe monitorearse.

MSDS: Hoja de datos de Seguridad del Material

PSG: Planta de Secado de Gas

4. CONDICIONES GENERALES

Este documento describe las condiciones operativas involucradas en el procedimiento de muestreo y análisis de resultados del cromatógrafo de laboratorio GC-2014, el cual se encuentra directamente involucrado en el sistema de medición de calidad de productos de TYGAS S.A. E.S.P.

4.1. PRE- REQUISITOS:

El personal involucrado en la actividad debe conocer de antemano los equipos de control de proceso, incluyendo los equipos de detección de fuego y gas y del sistema de protección contra Incendio; los equipos de telecomunicaciones (radios) serán chequeados para garantizar conformidad, el personal ejecutante debe conocer y cumplir otros requerimientos, incluyendo sin limitarse a ello a:

- Recomendaciones del MSDS de los productos químicos manipulados.
- Políticas de seguridad de la compañía.
- Matriz Causa y Efecto.
- Plan de atención de emergencias.
- La revisión As-built de planos eléctricos, P&ID's y toda la información técnica necesaria para cada labor.

	GESTION DE PRODUCCION		Versión
			2
	PROCEDIMIENTO PARA EL ANALISIS CROMATOGRÁFICO DE GLP.		Fecha
			31/01/2020

DESARROLLO

Actividad		Descripción		Responsable	Registro/Documento
1.	ARRANQUE Y ENCENDIDO DEL EQUIPO.	1.1	<p>Generalmente el equipo permanece encendido pues el proceso de encendido requiere de varias horas de calentamiento e implicaría hacer corridas de verificación con el gas patrón.</p> <p>En caso tal que se encuentre apagado se deben seguir las indicaciones dadas en el manual del fabricante para el arranque y encendido del equipo. Tener en cuenta que la temperatura mínima para apagar el equipo es de 80°C en el detector. La presión del gas carrier debe ser siempre de 120 psig.</p>	Operador de Planta asignado a Laboratorio	Reporte de Cromatografías del laboratorio
2.	CONDICIONES OPERATIVAS.	2.1	<p>Se debe verificar el estado del cromatógrafo. En condiciones normales, la pantalla del equipo desplegará una ventana como la de la figura del <u>Anexo 1</u>. Antes de iniciar cada corrida, se debe hacer una purga aproximadamente por 1 minuto, con el mismo producto de la muestra o con helio, para limpiar cualquier impureza presente en las líneas de análisis.</p> <p>Para facilitar la purga, se instaló una nueva línea de barrido con helio la cual arrastra las posibles trazas en los puntos de inyección de GLP Y GN, o residuos atrapados en el regulador de presión. En las figuras de los <u>anexos 2 y 3</u> se detalla el diagrama de la instalación con los elementos utilizados.</p>	Operador de Planta asignado a Laboratorio	Reporte de Cromatografías del laboratorio

Actividad		Descripción		Responsable	Registro/Documento
3.	INYECCION DE MUESTRAS.	3.1	<p>Las muestras de GLP se inyectarán por la línea de análisis de gas, se recomienda tener una presión constante de 10 psig a la entrada del puerto derecho (Puerto Gaseoso) del cromatógrafo.</p> <p>El GLP al ser una muestra líquida, debe ser inyectado desde la parte inferior del cilindro, ubicándolo en posición vertical. Se mantiene flujo continuo por más de 40 segundos garantizando 10 psi en el regulador y se procede a dar inicio a la corrida de análisis cromatográfico. Una vez iniciada la corrida se procede a cerrar el paso de gas muestra hacia el cromatógrafo.</p>	Operador de Planta asignado a Laboratorio	Reporte de Cromatografías del laboratorio
4.	METODOS DE ANÁLISIS.	4.1	<p>El análisis de las muestras se debe realizar con los métodos (rutinas) creados para tal fin. Cada método tiene un nombre característico compuesto por la palabra Método, seguido por las iniciales del producto a Analizar (GN=Gas natural, GLP=Gas licuado del petróleo), seguido de la fecha de creación del método, en el formato DDMMYYYY. Ejemplo: Método GLP 22042016 = Método utilizado para el GLP creado el 22 de Abril de 2016.</p> <p>Los métodos se irán actualizando periódicamente a medida que se realice la verificación y calibración del equipo.</p>	Operador de Planta asignado a Laboratorio	Reporte de Cromatografías del laboratorio
5.	INTERPRETACIÓN Y FILTRADO DE RESULTADOS.	5.1	<p>Los resultados obtenidos en el cromatógrafo son resultados directos, que se deben tomar tal cual aparecen en la tabla de resultados del Programa. Sin embargo, en ocasiones existen algunos datos que generan ruido dentro de la tabla de resultados, como el ejemplo de la figura del <u>Anexo 4</u>. Al realizar un acercamiento a la gráfica, como se observa en la figura del <u>Anexo 5</u>, se nota que esta variación se debe a la sensibilidad del equipo, y a pequeñas variaciones del flujo de la muestra. Como criterio general, se deberán eliminar los picos con alturas menores a 25 μV y áreas menores a 100.</p>	Operador de Planta asignado a Laboratorio	Reporte de Cromatografías del laboratorio

	GESTION DE PRODUCCION	Versión
		2
	PROCEDIMIENTO PARA EL ANALISIS CROMATOGRÁFICO DE GLP.	Fecha
		31/01/2020


Actividad		Descripción		Responsable	Registro/Documento
6.	CONFIABILIDAD DE RESULTADOS.	6.1	<p>Para verificar la confiabilidad de los resultados obtenidos en el análisis, se recomienda realizar una segunda corrida por cada muestra de despacho para tener un criterio de repetitividad entre corridas. El criterio de repetitividad es que no se exceda el 5% o excepcionalmente para componentes cuya concentración sea menor al 1%, la diferencia de este compuesto entre corridas de la misma muestra debe ser menor a 0.1%.</p> <p>La repetitividad se puede calcular mediante la siguiente fórmula: $\%Rep = 100 \times (V_{max} - V_{min}) / V_{min}$ </p> <p>Para dar claridad se tiene un ejemplo donde tenemos dos corridas, ver figura del Anexo 6.</p>	Operador de Planta asignado a Laboratorio	Reporte de Cromatografías del laboratorio
7.	REGISTRAR RESULTADOS EN EL REPORTE DE CROMATOGRAFÍAS DEL LABORATORIO.	7.1	<p>En el laboratorio se cuenta con un formato digital para el registro de resultados del GLP Anexo 7. Los cuales se deben diligenciar una vez se cuente con los resultados de la corrida.</p>	Operador de Planta asignado a Laboratorio	Histórico resultados laboratorio GLP Anexo 7 .

5.1. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

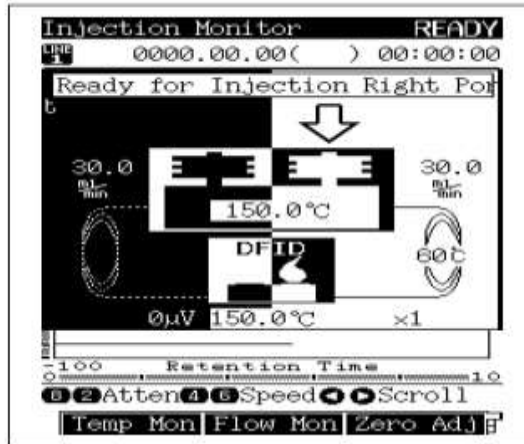
- GPA-2261: Análisis de Gas natural y mezclas gaseosas similares mediante Cromatografía de Gases.
- ASTM D1265: Práctica para el muestreo manual de Gases Licuados del petróleo.
- ASTM 5503 - Metodología estándar para el muestreo y manipulación de gas natural y sistemas de acondicionamiento para instrumentación.
- Manual de instrucciones del cromatógrafo de Gas GC-2014

5. ANEXOS

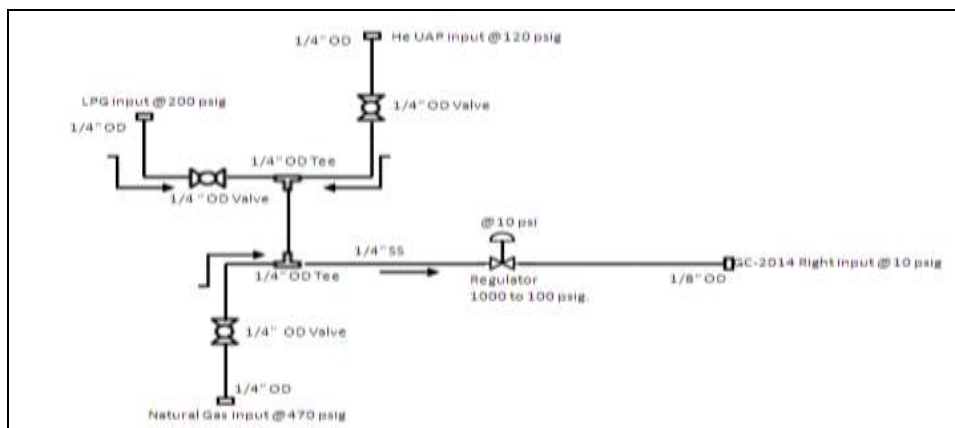
- Anexo 1. Imagen de la pantalla del equipo.
- Anexo 2. Imagen del diagrama de las facilidades para inyección de muestras.
- Anexo 3. Imagen de las facilidades en laboratorio para inyección de muestras.
- Anexo 4. Imagen de tabla de resultados del Programa como ejemplo.
- Anexo 5. Imagen de tabla de resultados del Programa como ejemplo (zoom).
- Anexo 6. Imagen de ejemplo de resultados para repetibilidad de muestra.
- Anexo 7. Histórico resultados laboratorio GLP.

	GESTION DE PRODUCCION	Versión
	PROCEDIMIENTO PARA EL ANALISIS CROMATOGRÁFICO DE GLP.	2
		Fecha
		31/01/2020

Anexo 1. Imagen de la pantalla del equipo



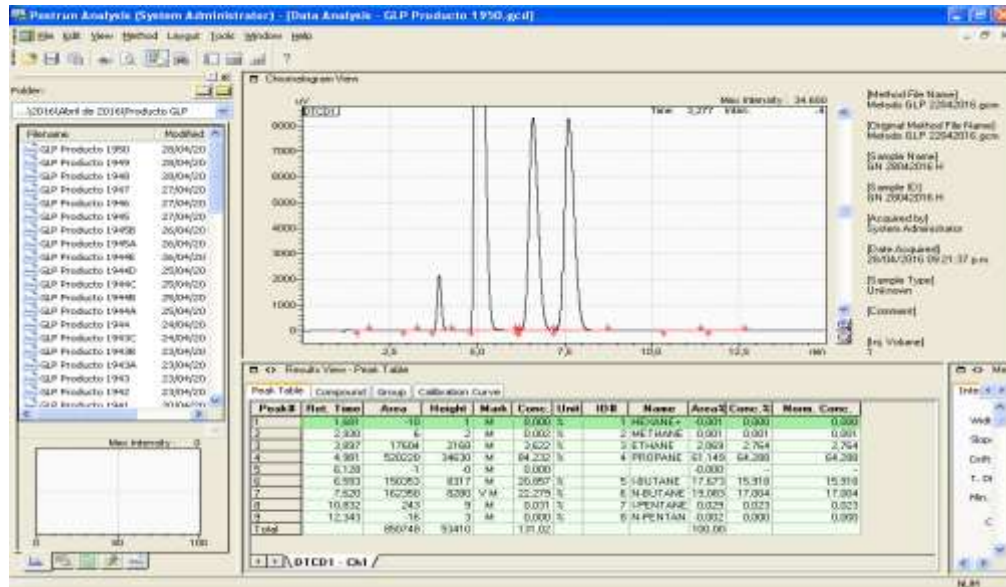
Anexo 2. Imagen del diagrama de las facilidades para inyección de muestras



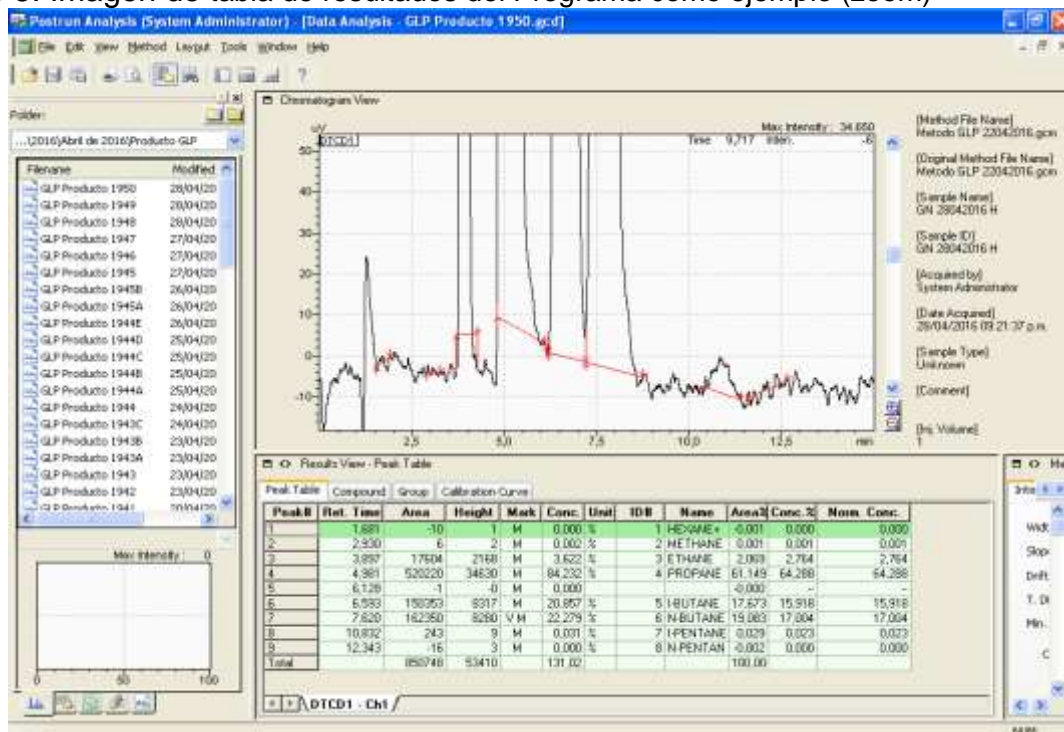
Anexo 3. Imagen de las facilidades en laboratorio para inyección de muestras



Anexo 4. Imagen de tabla de resultados del Programa como ejemplo



Anexo 5. Imagen de tabla de resultados del Programa como ejemplo (zoom)



En el ejemplo, se procederán a eliminar los componentes de los picos #1, #2, #5 y #9 referenciados en la figura.

Anexo 6. Imagen de ejemplo de resultados para repetibilidad de muestra

Name	Area%	Conc. %	Norm. Co	Name	Area%	Conc. %	Norm. Co	%Rep.	Diff
ETHANE	1,678	2,249	2,249	ETHANE	1,692	2,266	2,266	0.7	0.0
PROPANE	60,041	63,348	63,348	PROPANE	60,658	63,933	63,933	0.9	0.6
I-BUTANE	18,348	16,585	16,585	I-BUTANE	18,115	16,357	16,357	1.4	0.2
N-BUTANE	19,839	17,740	17,740	N-BUTANE	19,434	17,360	17,360	2.2	0.4
I-PENTANE	0,091	0,075	0,075	I-PENTANE	0,097	0,080	0,080	6.7	0.0
N-PENTAN	0,005	0,004	0,004	N-PENTAN	0,004	0,004	0,004	0.0	0.0
	100,00				100,00				

El componente i-pentano, no pasa por repetitividad, pero al ser un componente con una muy baja concentración, pasa la corrida según el criterio por diferencia (<0.1%).

Se debe reportar los resultados de la última corrida repetible.

En caso de que la segunda corrida no cumpla con la repetibilidad entonces debe hacerse una tercera corrida y compararla con las dos anteriores. De no ser posible obtener una estabilidad en los resultados o presentarse cualquier otra anomalía, esta debe reportarse al área de mantenimiento para su diagnóstico y servicio de calibración.

- Anexo 7. Histórico resultados laboratorio GLP.




PRODUCIDO	GLP	GLP	GLP	GLP	GLP	GLP	GLP	GLP
FECHA QUE RECIBE	V-7018	V-7018	V-7018	V-7020	V-7018	V-7018	V-7018	V-7018
IDENTIFICACION DEL PRODUCTO	GLP-5443	GLP-5444	GLP-5445	GLP-5446	GLP-5447	GLP-5448	GLP-5449	GLP-5450
Fecha Muestra	26/01/2021	26/01/2021	26/01/2021	26/01/2021	29/01/2021	29/01/2021	30/01/2021	30/01/2021
Hora Muestra	7:00	15:30	21:10	6:40	15:30	20:20	15:00	21:10
Temp. Inleta V4150 °F	94	94	94	94	94	94	94	94
Presión. V4150 (psig)	140	140	140	140	140	140	140	140
PUNTO DE MUESTREO	Salida V-4150	Salida V-4150	Salida V-4150	Salida V-4150	Salida V-4150	Salida V-4150	Salida V-4150	Salida V-4150
OBSERVACIONES								
COMPONENTE								
Carbon Dioxide	CO2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Nitrogen	N2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Methane	CH4	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Ethane	C2H6	8,517	9,312	2,625	2,846	4,629	3,362	3,626
Propane	C3H8	55,048	55,714	40,332	55,572	56,564	55,000	57,256
i-Butane	C4H10	18,418	15,314	14,573	19,352	18,416	19,485	18,701
n-Butane	C4H10	21,092	21,209	18,575	22,311	19,146	22,321	20,231
i-Pentane	C5H12	1,777	0,407	0,267	0,018	1,138	0,043	0,287
n-Pentane	C5H12	0,155	0,043	0,029	0,000	0,000	0,000	0,133
Nitropropane	C3H7N	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Residue Plus	C6+	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Resultado Cromatografía								
TOTAL CROMATOGRAFIA		100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Gravedad Especifica (80°F/60°F)		0,5340	0,5328	0,5306	0,5336	0,5304	0,5329	0,5311
Analista de Laboratorio		Kevin Ortiz	Kevin Ortiz	Kevin Ortiz	Kevin Ortiz	I. Grazo	Kevin Ortiz	I. Grazo
		Día	Día	Día	Día	Día	Día	Día

	GESTION DE PRODUCCION	Versión
		2
	PROCEDIMIENTO PARA EL ANALISIS CROMATOGRÁFICO DE GLP.	Fecha
		31/01/2020

6. CONDICIONES DE SEGURIDAD

Escenario	Magnitud	Descripción	Acciones a seguir	Responsable
Presencia de vapores en el laboratorio por fuga en el equipo	Leve	Corresponde al aumento de concentración de vapores en el laboratorio hasta niveles que puedan perjudicar la salud o crear una atmósfera explosiva	<ul style="list-style-type: none"> El GLP almacenado en el equipo debe ser drenado siempre al interior de la campana extractora de vapores con todos los elementos de protección personal. Esto mitigará el riesgo de generar atmosferas peligrosas y explosivas. En caso de fuga de GLP por daño de algún isotubo o ruptura de algún disco de protección al interior del laboratorio, deberá evacuarse el lugar mientras la fuga se disipa a través de la campana extractora. Al hacer esto se debe dejar la puerta abierta y estar atento a las posibles consecuencias que esa fuga pueda generar al interior del laboratorio para actuar bajo el protocolo de emergencia según sea el caso. 	Operador de Planta encargado de Laboratorio
Explosión por atmósfera explosiva	Alta	Corresponde a la combinación de una atmósfera explosiva y una fuente de ignición	Los elementos electrónicos ajenos a los equipos del laboratorio como celulares, Tablet o computadores portátiles no deben emplearse cerca de los compuestos volátiles ni deben usarse mientras se realizan los análisis o pruebas del laboratorio.	Operador de Planta encargado de Laboratorio

Escenario	Magnitud	Descripción	Acciones a seguir	Responsable
Incendio	Alta	Corresponde al evento en el que se presenta un conato de incendio o un incendio declarado, por combustión de los vapores del GLP	Debe tenerse en cuenta que el laboratorio cuenta con un extintor de SOLKAFLAM 123 al interior, el cual debe estar identificado y al alcance para prevenir un incendio pequeño generado por una posible falla eléctrica o un accidente con alguno de los distintos compuestos que allí se manejan. Un incendio generado en el laboratorio de proporciones no controlables con extintor, debe abordarse acorde a los protocolos de emergencia de la PSG debido a la inflamabilidad de las sustancias allí empleadas y el daño potencial que pueden causar a nivel global.	Operador de Planta encargado de Laboratorio
Ingestión o inhalación de vapores de GLP	Alta	Corresponde al ingreso de producto o sus vapores por vía oral o nasal del analista	Los operadores deben tener conocimiento básico obtenido de la ficha técnica del producto que esté analizando para conocer las consecuencias de la mala manipulación de éste y las atenciones básicas en caso de eventos indeseados como ingestión o inhalación del glp.	Operador de Planta encargado de Laboratorio
Contacto de GLP con la piel u ojos	Media	Corresponde al contacto químico con la piel u ojos	En caso de contacto químico sobre la piel, emplear la estación lavavojos y ducha de emergencia ubicada a la salida del laboratorio. Es importante descontaminarse completamente antes de retomar actividades o salir de la PSG.	Operador de Planta encargado de Laboratorio

	GESTION DE PRODUCCION	Versión
		2
	PROCEDIMIENTO PARA EL ANALISIS CROMATOGRÁFICO DE GLP.	Fecha
		31/01/2020

Todas las actividades que se efectúan durante la implementación del presente procedimiento están incluidas en la matriz de identificación de peligros, valoración de riesgos y determinación de controles; siempre que se presenten cambios en el procedimiento se debe verificar si es necesario

Cuando se presenten emergencias en el área y/o adyacentes se deben seguir las directrices incluidas en el plan de atención y prevención de emergencias vigente.

Todo accidente de trabajo se debe reportar al área de HSEQ y/o Jefe inmediato con el objetivo de realizar el reporte a la ARL y la investigación con el objetivo de prevenir su recurrencia.