

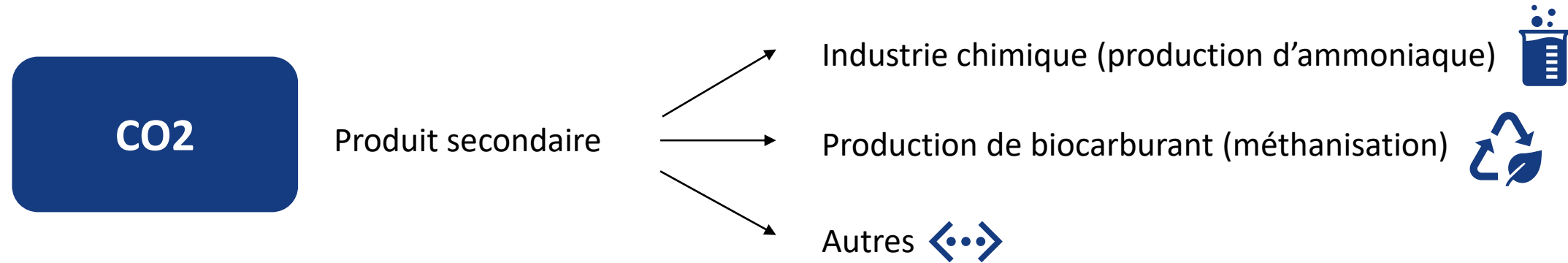
Analyse en ligne de COV et de composés soufrés dans le CO2 alimentaire

En TD-GC-FID/PFPD

Analyse en ligne de COV et de composés soufrés dans le CO2 alimentaire

- Provenance et utilisation du CO2 alimentaire
- Présentation de l'instrumentation TD-GC-FID/PFPD en ligne
- Performances et résultats

Introduction : provenance du CO₂ alimentaire



ENJEU

Transformer un déchet en ressource valorisable: le CO₂ alimentaire

Exigence sanitaire

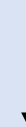
Prouver l'absence d'impuretés dans le CO2



Haute sensibilité de l'instrumentation
(niveau ppb)

Exigence industrielle

**Suivre la production en continue et sans
délai**



Analyse en ligne

Instrumentation : TD-GC-FID/PFPD

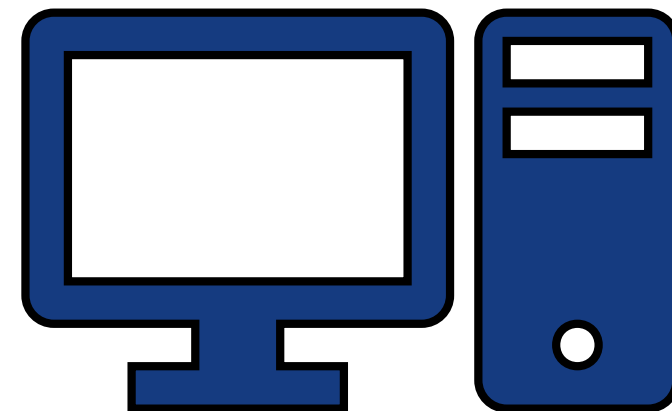


GC + Détecteurs FID et PFPD

**Thermo-désorbeur
et
Sélecteur de voie**

**Boîtier
PFPD**

Logiciel et Automatisation



Instrumentation : TD-GC-FID/PFPD

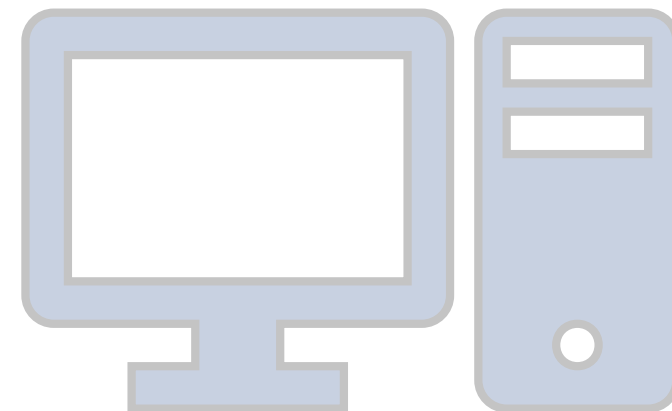


GC + Détecteurs FID et PFPD

**Thermo-désorbeur
et
Sélecteur de voie**

**Boîtier
PFPD**

Logiciel et Automatisation



Instrumentation : TD-GC-FID/PFPD

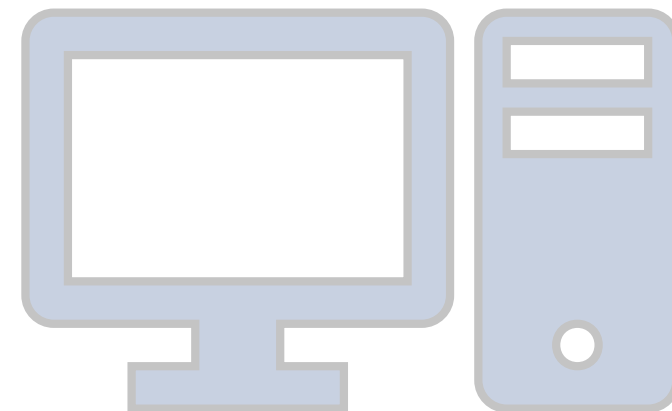


GC + Détecteurs FID et PFPD

Thermo-désorbeur
et
Sélecteur de voie

Boîtier
PFPD

Logiciel et Automatisation



Instrumentation : TD-GC-FID/PFPD

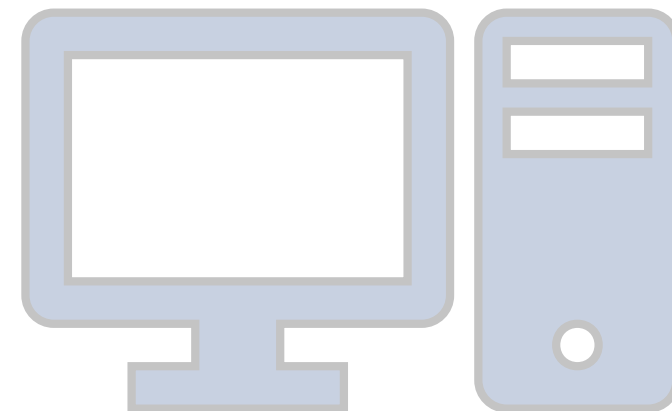


GC + Détecteurs FID et PFPD

Thermo-désorbeur
et
Sélecteur de voie

Boitier
PFPD

Logiciel et Automatisation



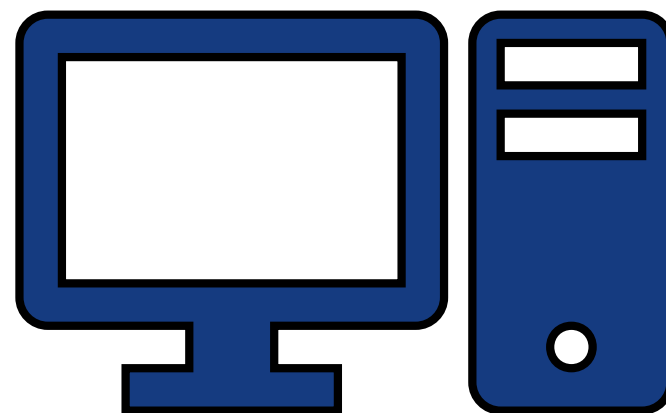
Instrumentation : TD-GC-FID/PFPD



GC + Détecteurs FID et PFPD

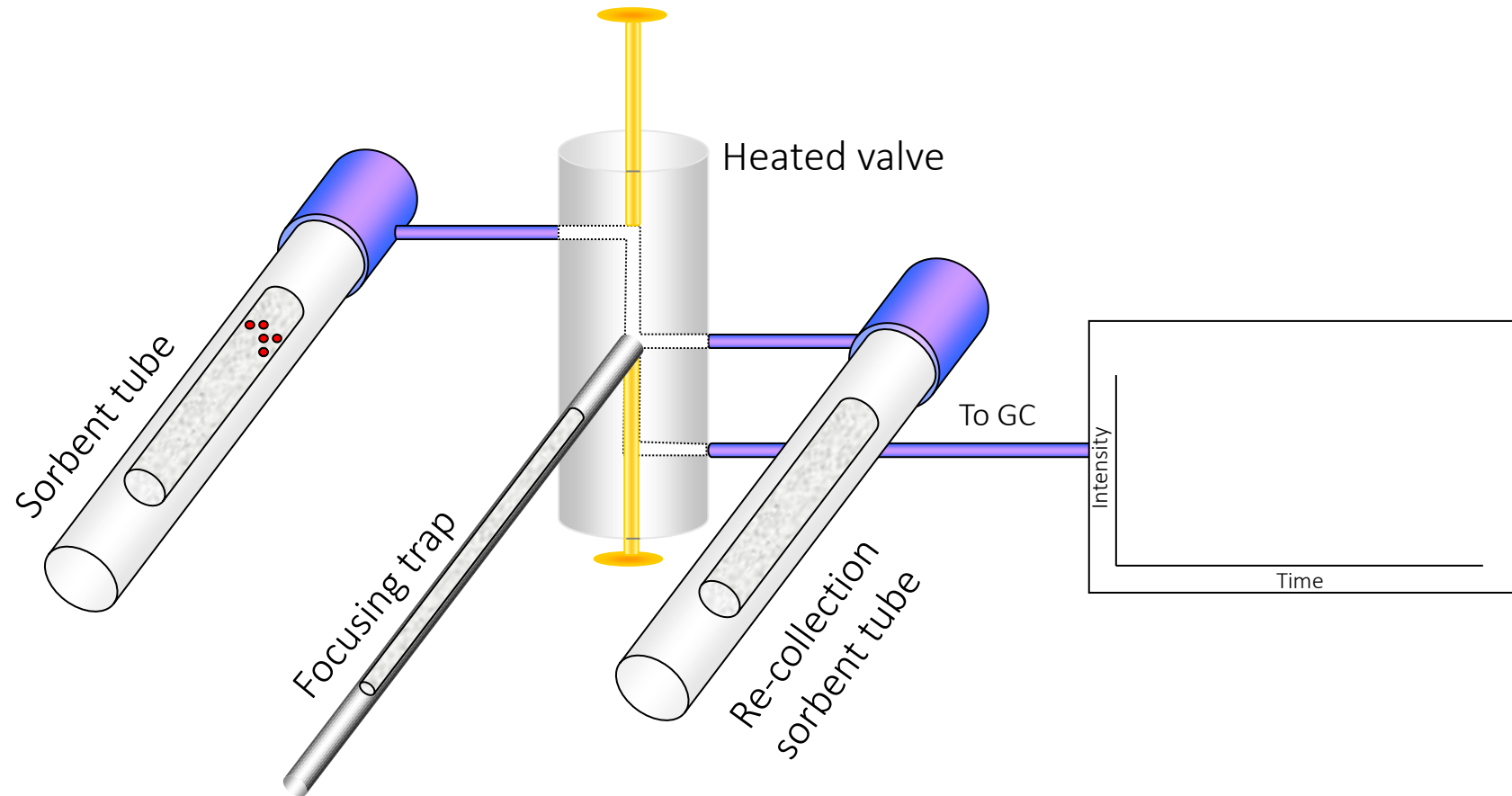
Thermo-désorbeur
et
Sélecteur de voie

Boîtier
PFPD

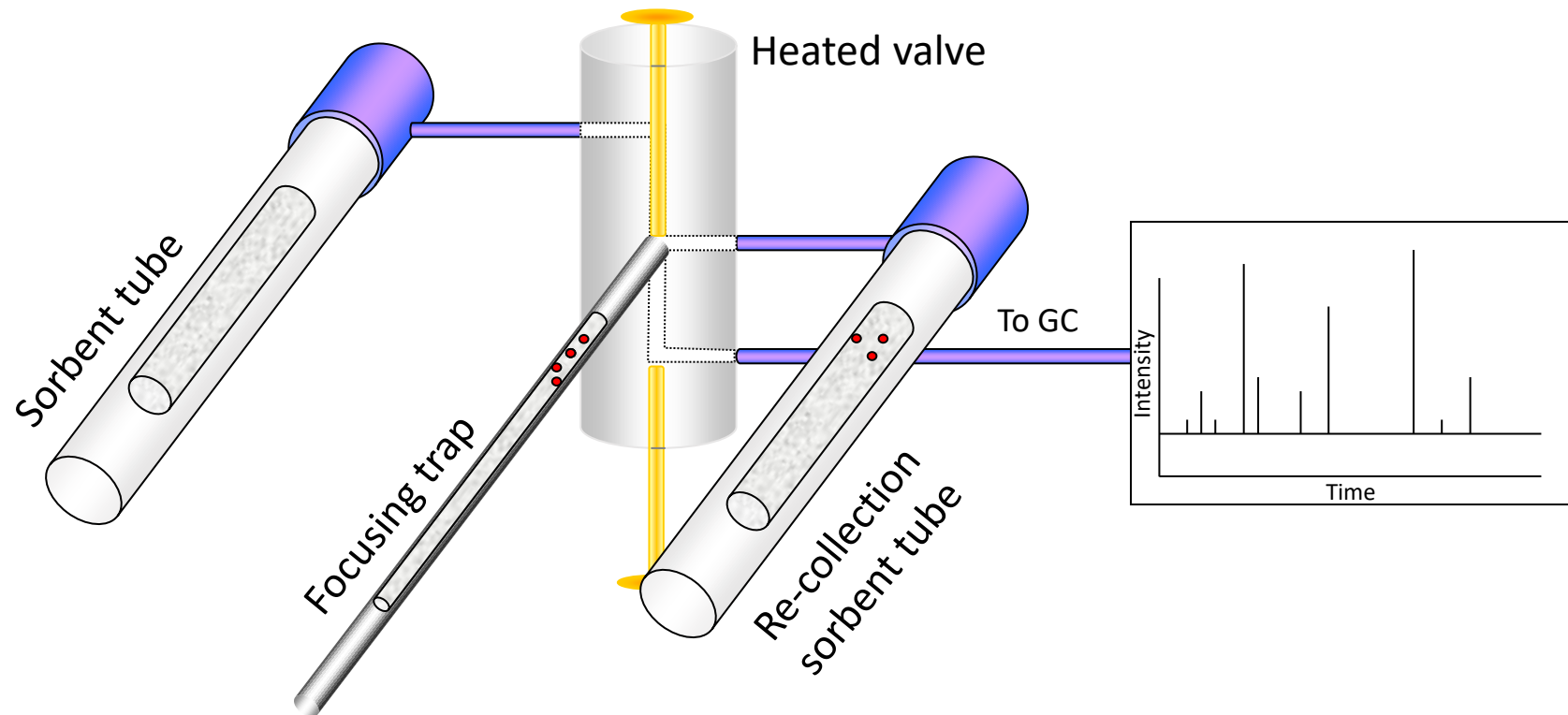


Logiciel et Automatisation

Préconcentration par Thermo-désorption : 1^{ère} étape



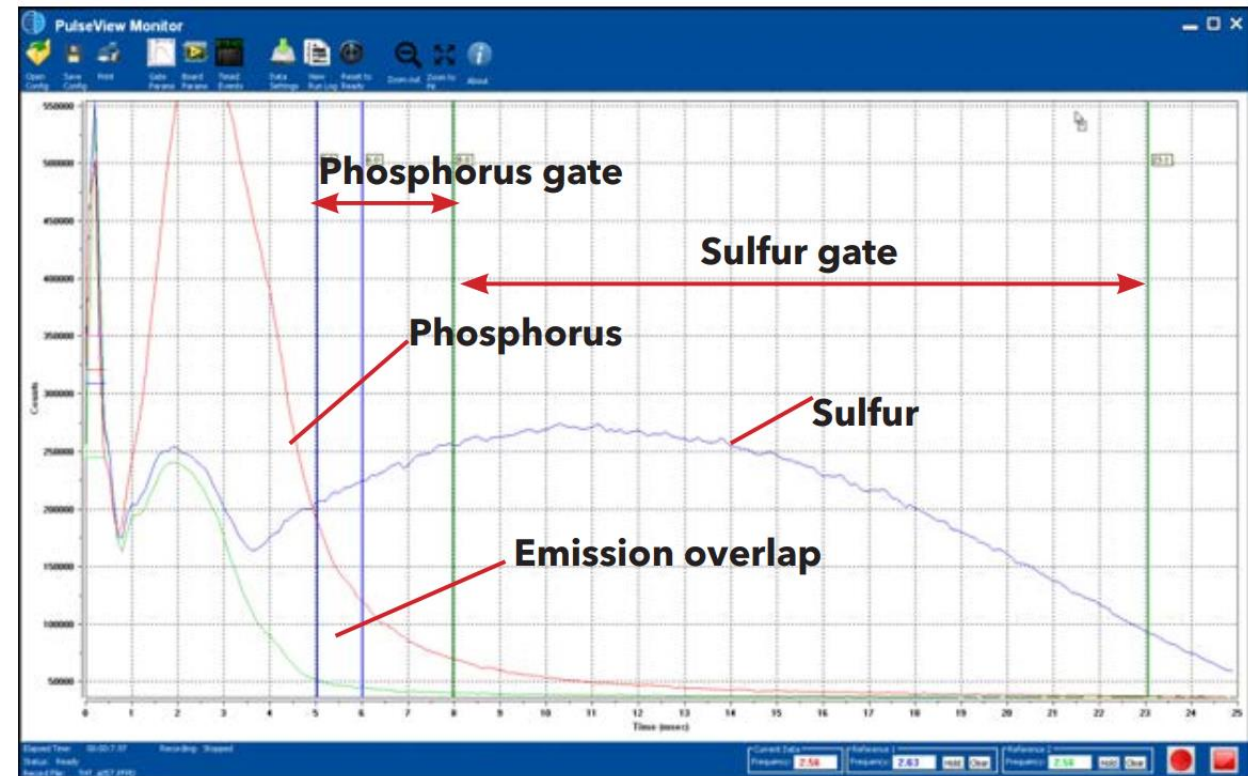
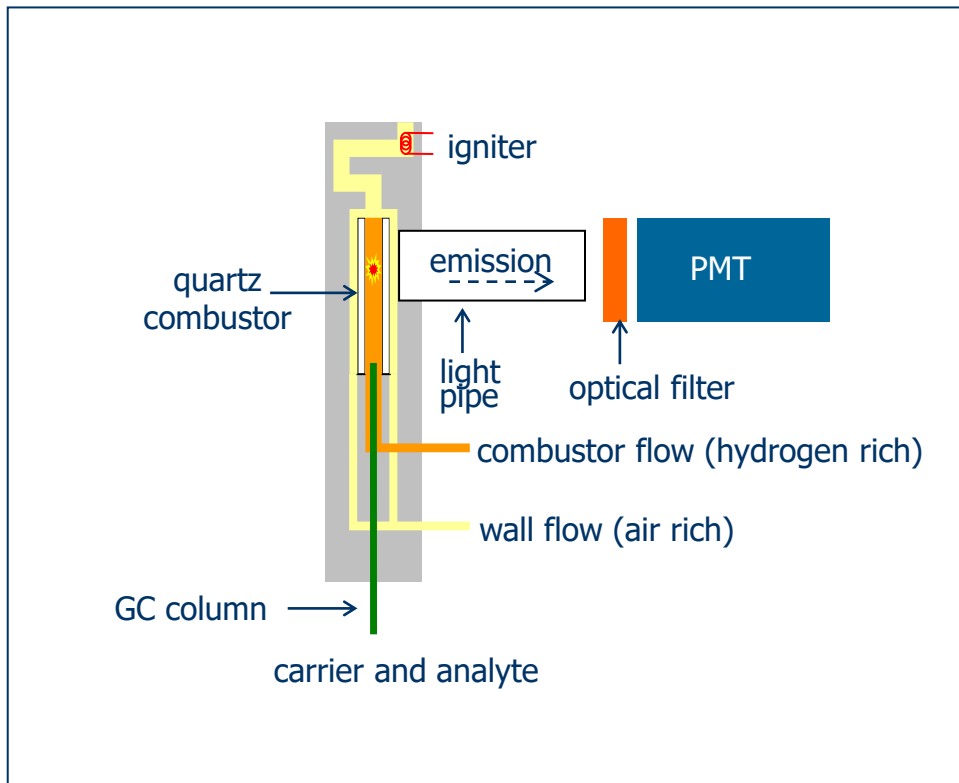
Préconcentration par Thermo-désorption : 2^{ème} étape



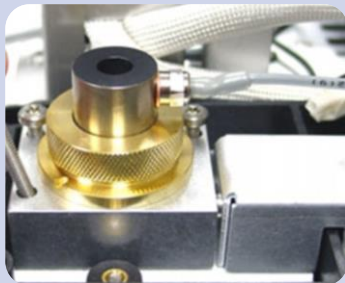
Détecteur PFPD

Détection spécifique au soufre grâce à :

- l'utilisation d'un filtre optique adapté au soufre
- la mesure de la durée de vie de la flamme



Composés analysés

Composés organiques volatils		Composés soufrés
Détection FID 		Détection PFPD 
Composés identifiés et quantifiés • Pentane • Cyclopentane • Hexane • Méthyl cyclopentane • Cyclohexane • Benzène • Méthyl cyclohexane • Toluène	Composés identifiés (non-quantifiés) • Méthanol • Ethanol • Ethyl benzène • M,P xylènes • O xylène	Composés quantifiés • H₂S

Composés organiques volatils par TD-GC-FID

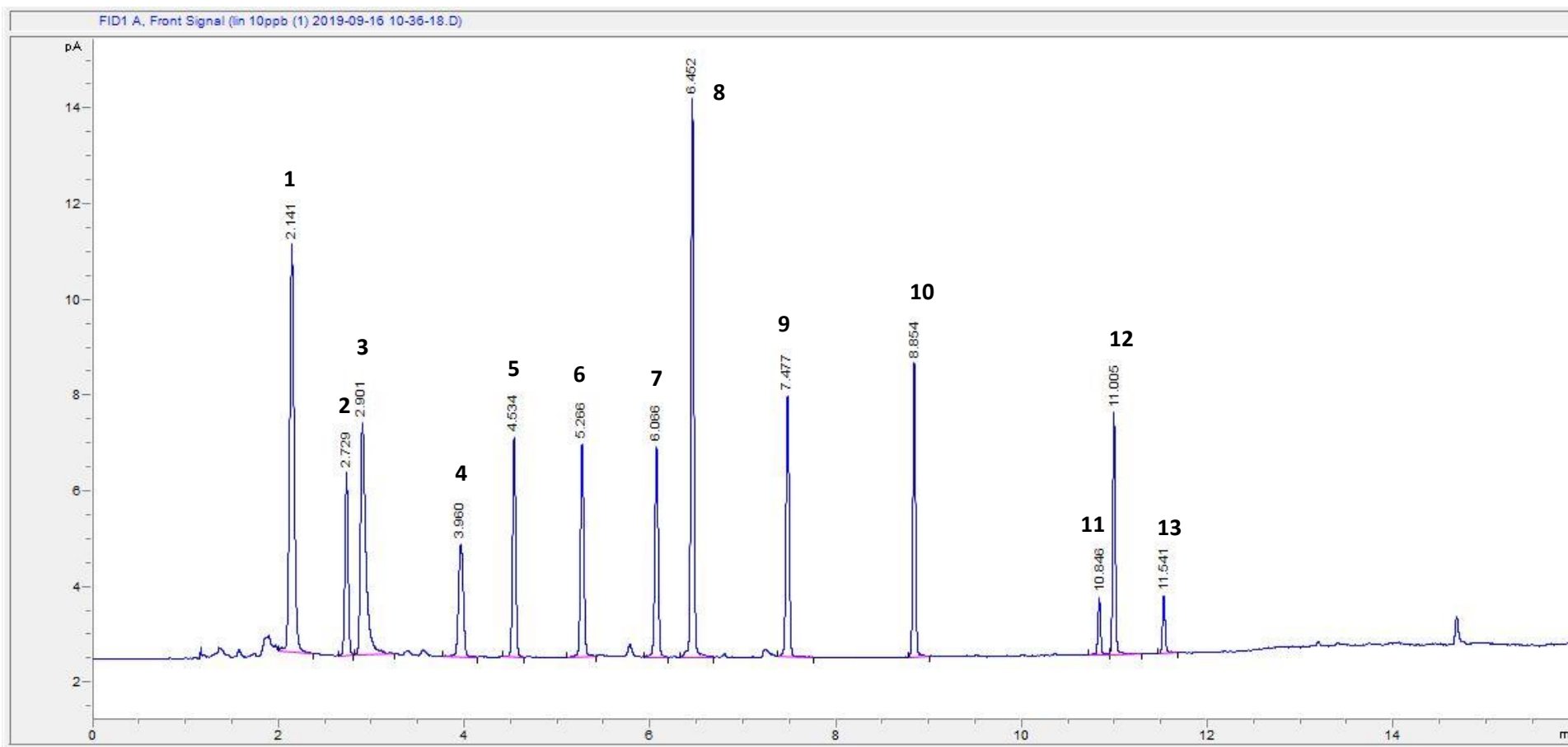


Table des pics

1. Méthanol
2. Pentane
3. Ethanol
4. Cyclopentane
5. Hexane
6. Méthyl cyclopentane
7. Cyclohexane
8. Benzène
9. Méthyl cyclohexane
10. Toluène
11. Ethyl benzène
12. M,P xylènes (coélués)
13. O xylène

Matrice: CO2

Quantification de 8 espèces

- Pentane
- Cyclopentane
- Hexane
- Méthyl cyclopentane
- Cyclohexane
- Benzène
- Méthyl cyclohexane
- Toluène

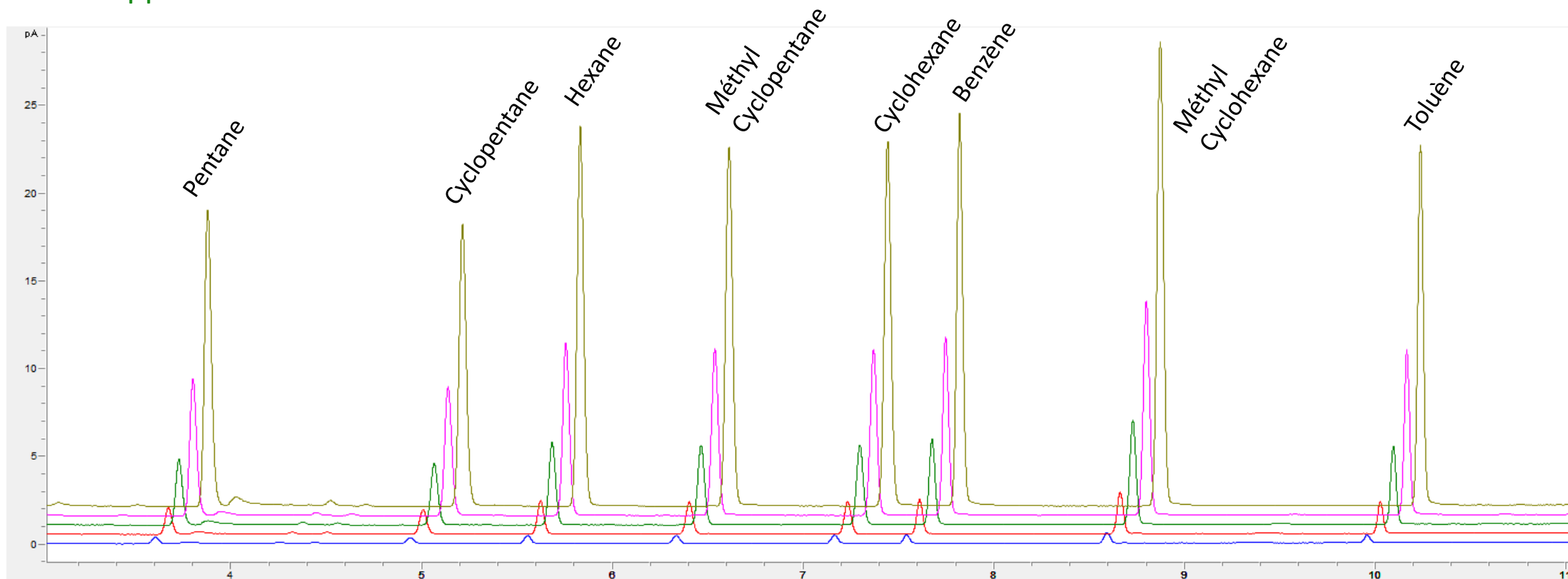
Etalonnage à 5 niveaux, de 5 ppb à 200 ppb

Niveau d'étalonnage	Concentration (en ppbV)
1	5
2	20
3	50
4	100
5	200

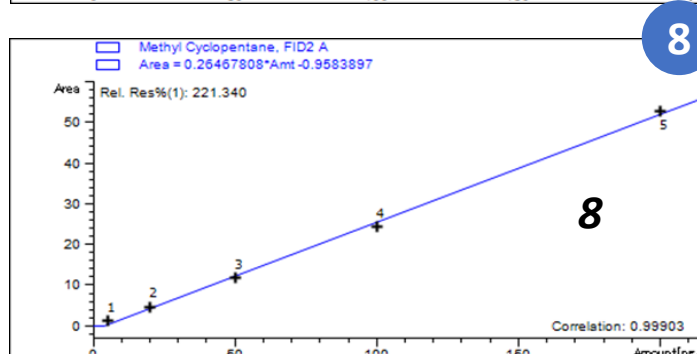
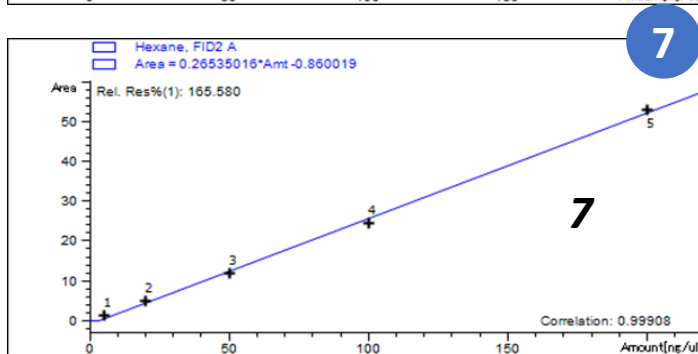
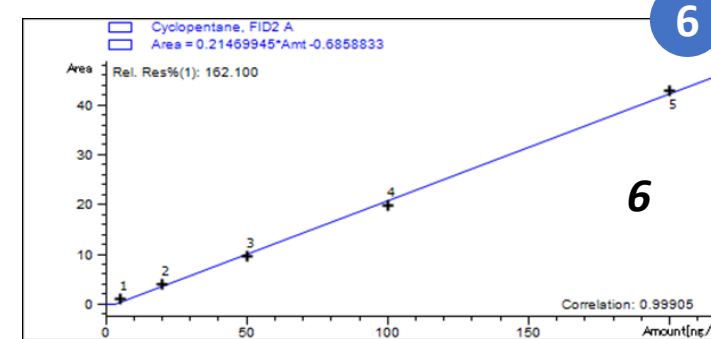
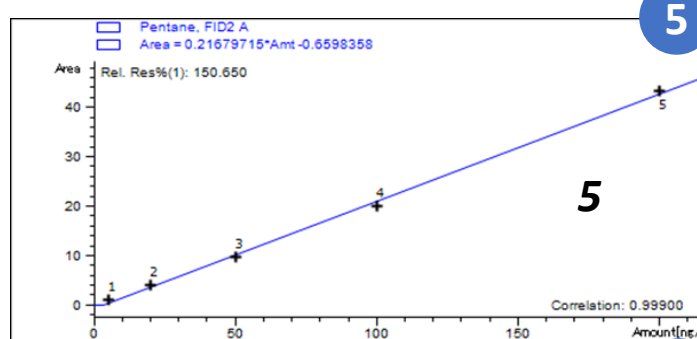
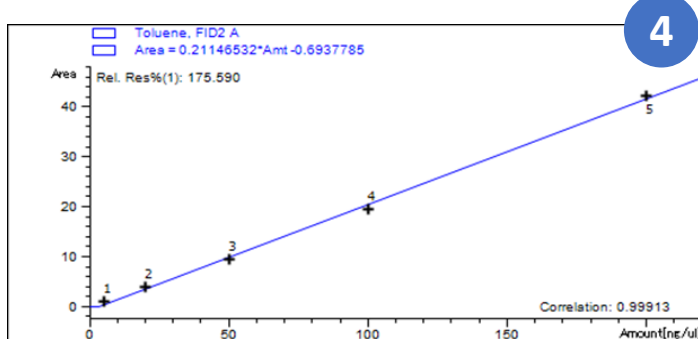
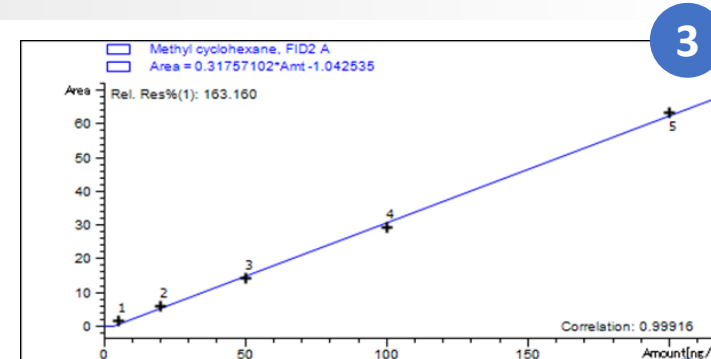
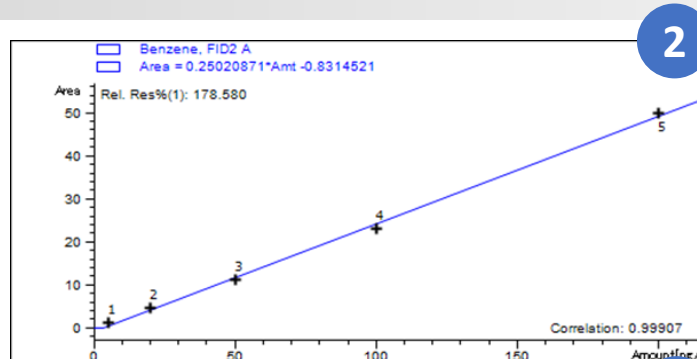
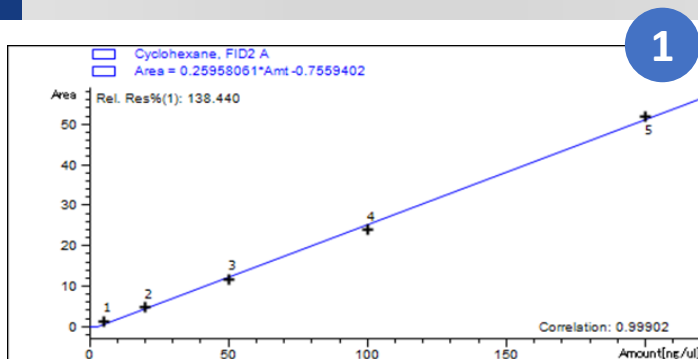
Linéarité sur 8 hydrocarbures légers

Concentration:

- 5 ppb
- 20 ppb
- 50 ppb
- 100 ppb
- 200 ppb



Linéarité sur 8 hydrocarbures légers



- | | |
|-----------------------|------------------------|
| 1. Cyclohexane | 5. Pentane |
| 2. Benzène | 6. Cyclopentane |
| 3. Méthyl cyclohexane | 7. Hexane |
| 4. Toluène | 8. Méthyl cyclopentane |

Répétabilité sur 8 hydrocarbures à 20 ppb

		Aire de pic (pA.s)							
Analyse	Concentration (ppb)	n-C5	Cyclo-C5	n-C6	MeCyclo-C5	Cyclo-C6	Benzène	MeCyclo-C6	Toluène
1	20,0	3,61	3,52	4,37	4,21	4,25	4,13	5,30	3,49
2	20,0	3,57	3,45	4,34	4,15	4,21	4,07	5,20	3,43
3	20,0	3,60	3,44	4,36	4,14	4,23	4,01	5,05	3,43
4	20,0	3,56	3,46	4,28	4,13	4,16	4,01	5,17	3,45
5	20,0	3,54	3,44	4,28	4,12	4,20	4,00	5,18	3,41
6	20,0	3,52	3,44	4,30	4,10	4,17	3,96	5,19	3,39
7	20,0	3,53	3,48	4,32	4,13	4,24	3,99	5,27	3,40
8	20,0	3,57	3,41	4,31	4,14	4,17	4,02	5,29	3,46
9	20,0	3,57	3,47	4,33	4,33	4,18	3,98	5,08	3,43
% RSD		0,84%	0,90%	0,74%	1,68%	0,79%	1,28%	1,68%	0,91%

Composés soufrés : Quantification de H₂S en TD-GC-PFPD

Quantification de H₂S

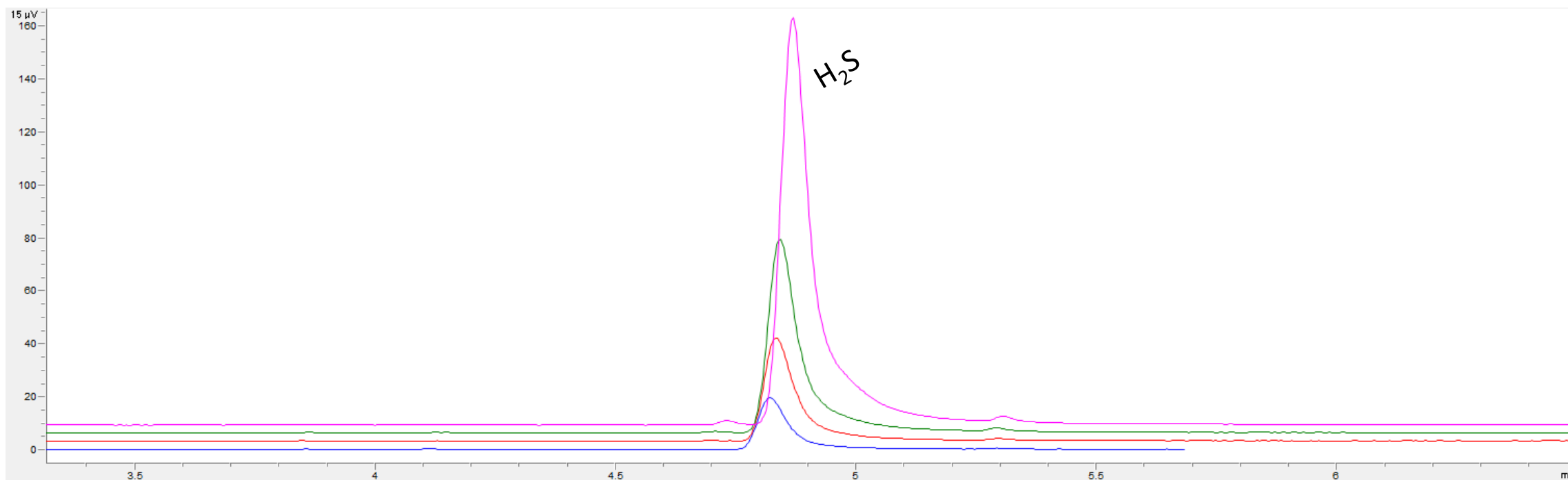
Etalonnage à 4 niveaux

Niveau d'étalonnage	Concentration (en ppbV)
1	5
2	10
3	20
4	50

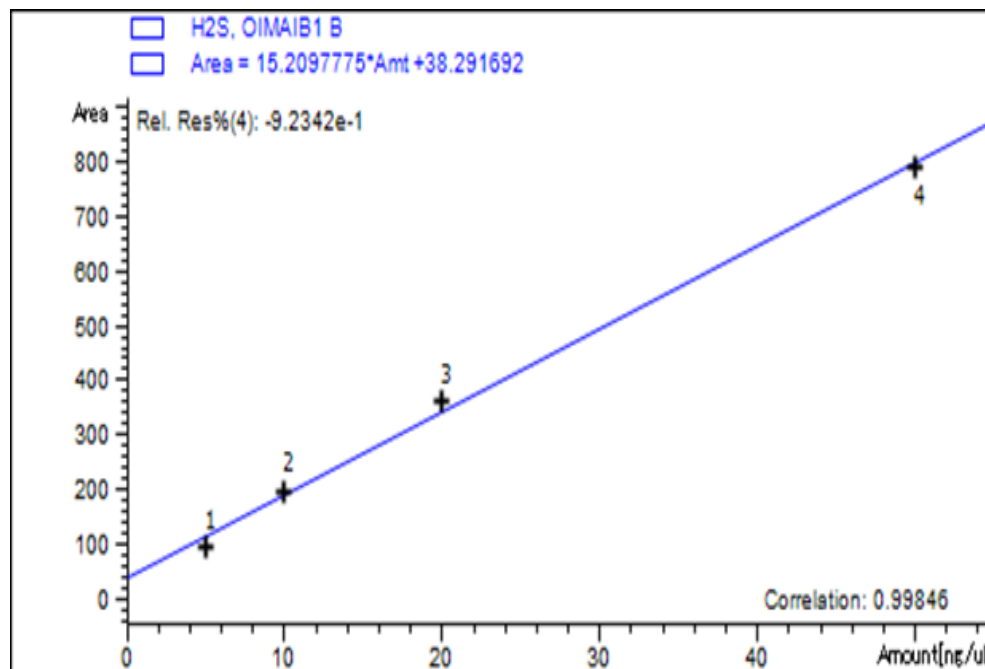
Composés soufrés : Quantification de H₂S en TD-GC-PFPD

Concentration

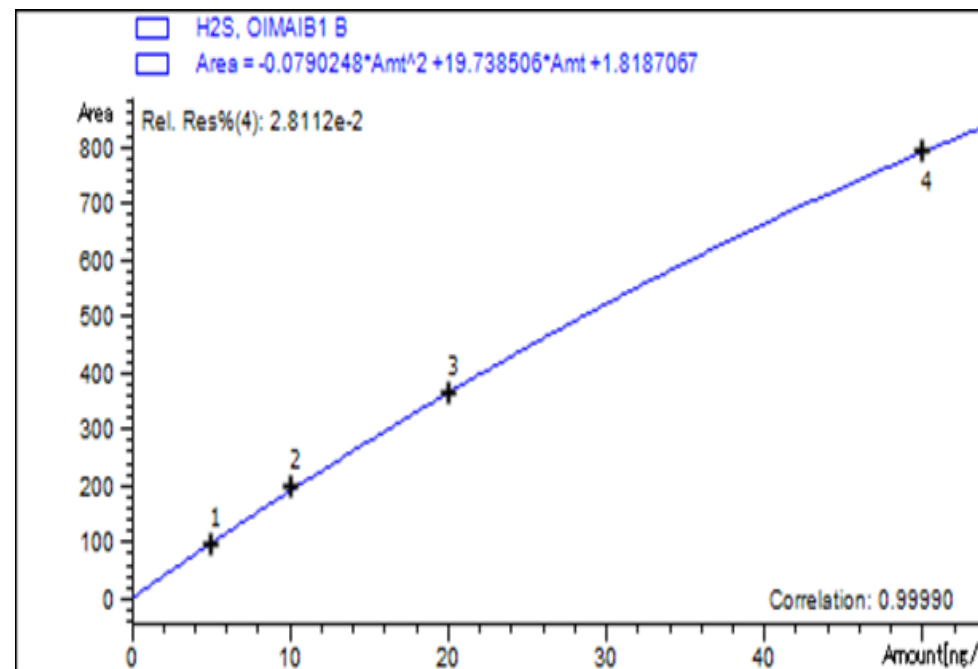
- 5 ppb
- 10 ppb
- 20 ppb
- 50 ppb



Composés soufrés : Quantification de H₂S en TD-GC-PFPD

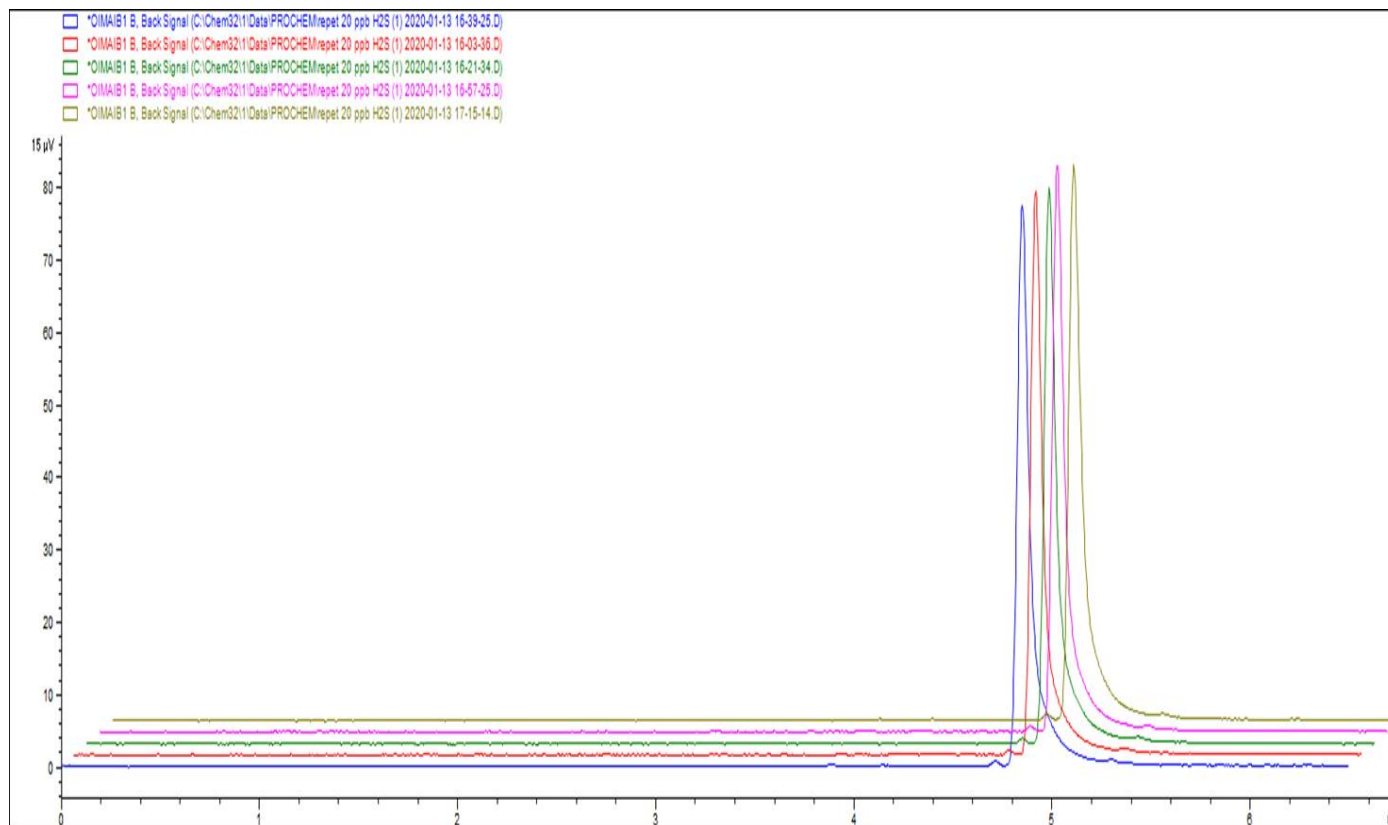


Modèle linéaire



Modèle quadratique

Composés soufrés : répétabilité de H₂S à 20 ppb



Analyses	Aire H ₂ S (μV.s)
Analyse 1	384,8
Analyse 2	380,0
Analyse 3	387,8
Analyse 4	390,9
Analyse 5	402,3
Analyse 6	407,3
% RSD	2,69 %

Conclusion et atouts de la solution analytique



Quantification de COVs et soufrés jusqu'au ppb dans le CO₂



Temps de cycle 30 min



Automatisation de l'analyse et envoi des résultats vers un automate de surveillance



Analyse en ligne avec sélecteur de voies 14 positions

