SRA INSTRUMENTS
ANALYTICAL SOLUTIONS

Note d'application

AA2007-132

ANALYSE GC DE TRACES DE COV ET DE SOUFRÉS DANS LE CO_2 ALIMENTAIRE

Introduction

Pour des raisons sanitaires et réglementaires, le CO_2 alimentaire est rigoureusement contrôlé et doit répondre à des exigences de pureté très strictes.

SRA instruments a développé une méthodologie analytique permettant de déceler la présence de composés organiques et soufrés dans le CO_2 à l'état de traces, de l'ordre du ppb.

Caractéristiques

En plus d'un système de chromatographie gazeuse, l'instrumentation comprend une unité de préconcentration et une détection spécifique pour les composés soufrés et pour les hydrocarbures.

Grâce au logiciel SRA Instruments PROCHEM, l'analyse est entièrement automatisée et permet de suivre en ligne la qualité du CO_2 dans le procédé.

Instrumentation

- Système de préconcentration : CIA Advantage Markes
- Chromatographe : GC 8890 Agilent
- Détecteurs : FID (pour HC) ; PFPD O.I. Analytical (pour H_2S)

Résultats obtenus

- Mesure d'une large gamme de composés organiques volatils et de H_2S
- Absence d'interférences analytiques causées par la matrice CO_2
- Limite de quantification inférieure à 5 ppb pour les hydrocarbures et H_2S
- Linéarité de 5 à 200 ppb pour les hydrocarbures
- Linéarité de 5 à 50 ppb pour le soufre
- Répétabilité à 20 ppb inférieure à 2 % pour les hydrocarbures et inférieure à 3 % pour H_2S

SRA INSTRUMENTS
210 rue des sources - 69280 Marcy l'Etoile - FRANCE
T +33 (0)4 78 44 29 47 - F +33 (0)4 78 44 29 62

ANALYSE GC DE TRACES DE COV ET DE SOUFRÉS DANS LE CO_2 ALIMENTAIRE

Performances analytiques

1) *Répartition des hydrocarbures sur le chromatogramme*

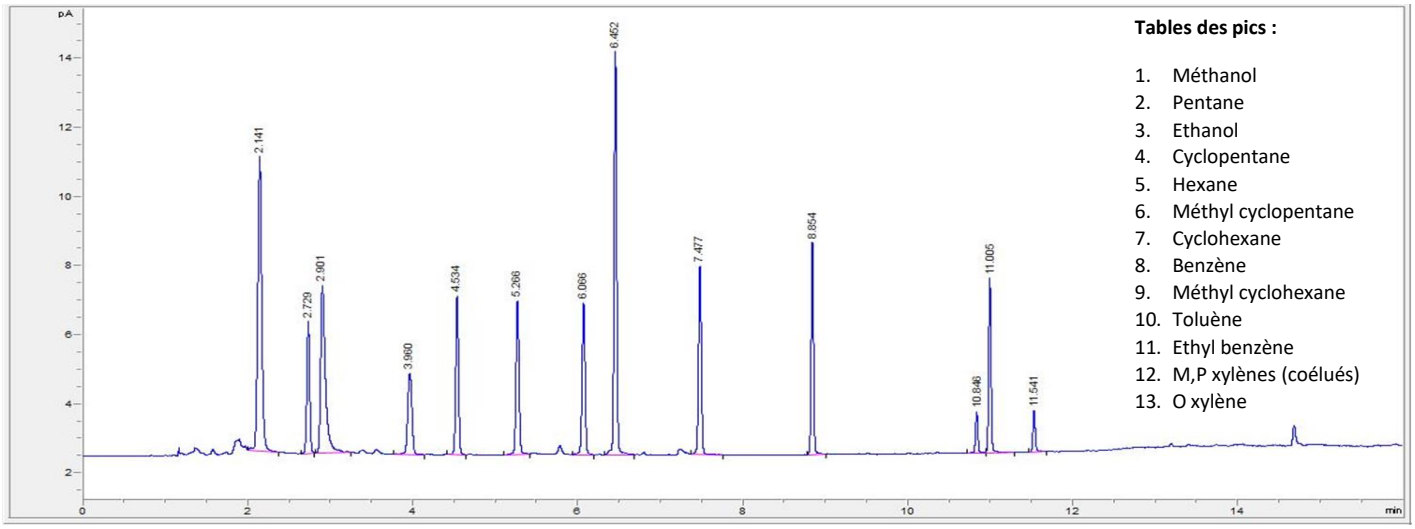

Fig. 1 – Temps de rétention des composés hydrocarbures

2) *Linéarité*

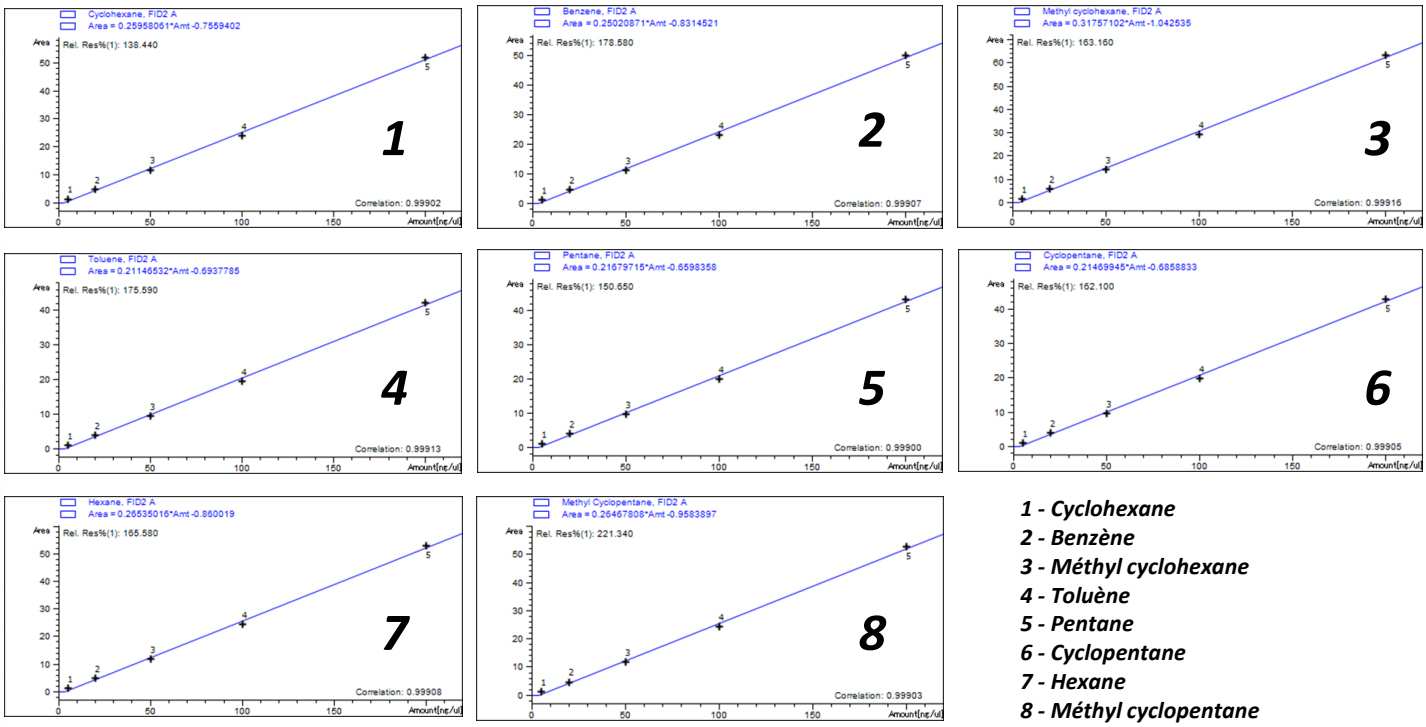

Fig. 2 – Linéarité des hydrocarbures (de 5 à 200 ppb dans le CO_2)

SRA INSTRUMENTS
210 rue des sources - 69280 Marcy l'Etoile - FRANCE
T +33 (0)4 78 44 29 47 - F +33 (0)4 78 44 29 62

ANALYSE GC DE TRACES DE COV ET DE SOUFRÉS DANS LE CO_2 ALIMENTAIRE

2) Linéarité (suite)

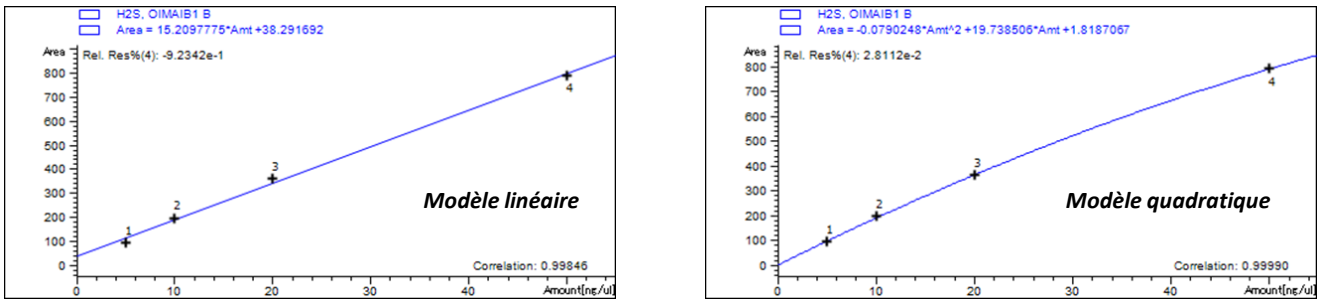

Fig. 3 – Linéarité de H_2S (de 5 à 50 ppb dans le CO_2)

3) Répétabilité 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%**

Tab. 1 – Répétabilité des hydrocarbures à 20 ppb

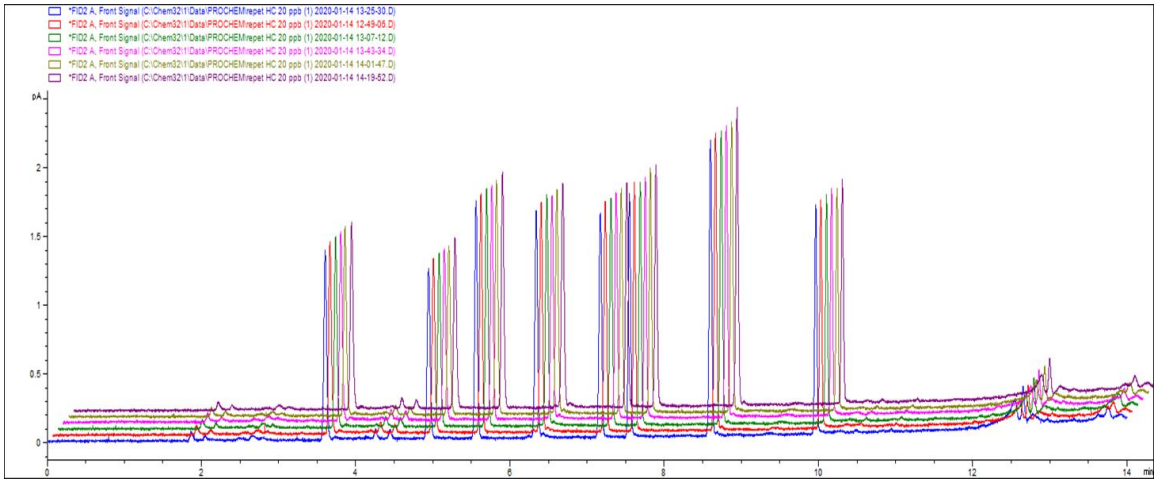

Fig. 4 – Répétabilité des hydrocarbures à 20 ppb (chromatogrammes)

ANALYSE GC DE TRACES DE COV ET DE SOUFRÉS DANS LE CO_2 ALIMENTAIRE

3) *Répétabilité à 20 ppb (suite)*

Analyses	Aire H_2S (µV.s)
Analyse 1	384,8
Analyse 2	380
Analyse 3	387,8
Analyse 4	390,9
Analyse 5	402,3
Analyse 6	407,3
% RSD	**2,69%**

Tab. 2 – Répétabilité de H_2S à 20 ppb

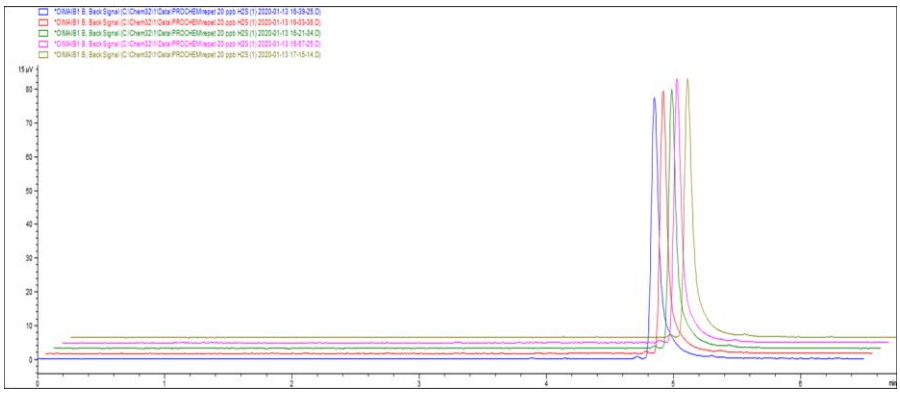

Fig. 5 – Répétabilité de H_2S à 20 ppb (chromatogrammes)

4) *Etalonnage*

Afin de réaliser l'étalonnage, le diluteur Zephyr de AlyTech peut être utilisé. Ce système permet la préparation de gaz étalons à façon, à partir d'un gaz concentré et d'un gaz diluant.

Dans cette étude, des gaz étalons dont la concentration varie de 5 à 200 ppb ont été préparés à partir de standards et de CO_2.

5) *Automatisation*

Le logiciel Prochem, développé par SRA Instruments, coordonne le pilotage des différents éléments de l'instrumentation afin d'automatiser le fonctionnement en routine et l'étalonnage. Prochem permet également l'envoi de résultats et d'alarmes vers un automate de supervision.

SRA INSTRUMENTS
210 rue des sources - 69280 Marcy l'Etoile - FRANCE
T +33 (0)4 78 44 29 47 - F +33 (0)4 78 44 29 62