

Analyse directe de prélèvements passifs de composés organiques sur charbon actif par thermo-désorption micro-ondes

W. Estève

Département Métrologie des Polluants, INRS

■ Notre métier,
■ rendre le vôtre plus sûr

www.inrs.fr

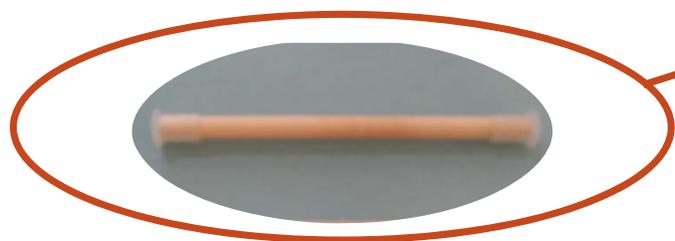
Technique et Matériel utilisés

- Désorbeur micro-ondes Rektorik MW-1A
- Utilisé en couplage direct avec un GC-FID (Varian 3400, Agilent 6890, Varian 3900, etc.) à l'aide d'une ligne de transfert chauffée

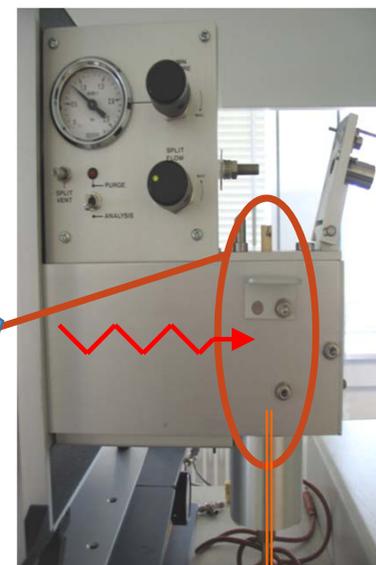


Principe d'utilisation

- Tube de céramique servant au prélèvement actif puis à la désorption



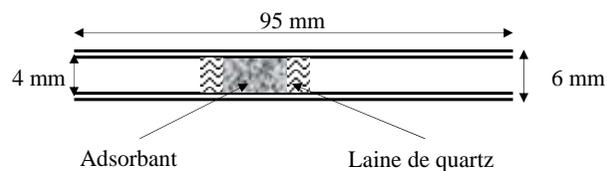
Après le
prélèvement
actif



Via ligne transfert
chauffée
(recondensation)

Vers GC-FID
(flux He)

- Configuration du tube



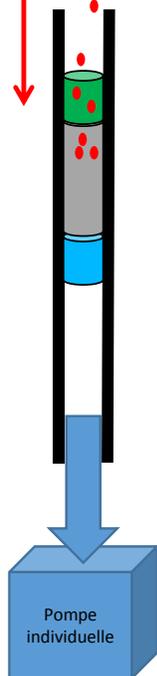
Avantages de la technique de thermodésorption μ -ondes

Désorption thermique « classique »	Désorption thermique micro-ondes
Pas de solvants toxiques	Pas de solvants toxiques
Préparation rapide	Préparation rapide
Pas de dilution d'échantillon (sensibilité)	Pas de dilution d'échantillon (sensibilité)
Désorption lente (chauffage par conductivité thermique)	Désorption quasi-instantannée (montée en T°C rapide)
Recondensation de l'échantillon (piège cryogénique)	Pas de piège cryogénique
Energie limitée	Energie élevée
Adsorbants « faibles »	Adsorbants forts (charbon actif)
Echantillonneurs fabriqués en métal (grille de diffusion)	Limité aux matériaux compatibles avec l'exposition aux micro-ondes (métaux)

Application prélèvement actif

Exposition
atmosphère COV

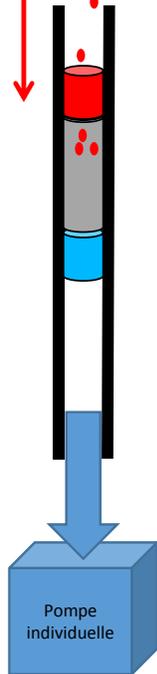
adsorption



Application prélèvement passif

Exposition
atmosphère COV

adsorption



Configuration prélèvement actif

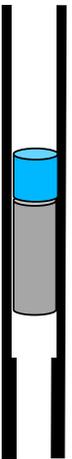
- Impossible de maîtriser la diffusion à travers la laine de quartz tassée
- Détermination de la concentration atmosphérique impossible
- Variation de la masse adsorbée

→ Matériau garantissant la stabilité / reproductibilité de la diffusion

Freins techniques :

- Résistance aux micro-ondes
- Résistance aux hautes températures (>1000°C)
- Positionnement stable dans le tube (débit de prélèvement stable)

CarboFrit®
Carbone vitreux
réticulé



Dispositif breveté

- Dépôt du brevet : octobre 2016
 - Configuration interne et éléments constitutifs
 - Etui de protection pour phase de prélèvements



CarboFrit® : Résistance à la température

Tubes contenant un CarboFrit et du CA soumis jusqu'à 50 cycles de désorption ($P=75\% P_{max}$)

CarboFrit® : Stabilité de la diffusion / cycles

→ Exposition de 6 tubes de prélèvement passif (3 CF neufs et 3 CF-50 cycles) pendant 4h à une atmosphère de toluène et m-xylène (VLEP-8h)



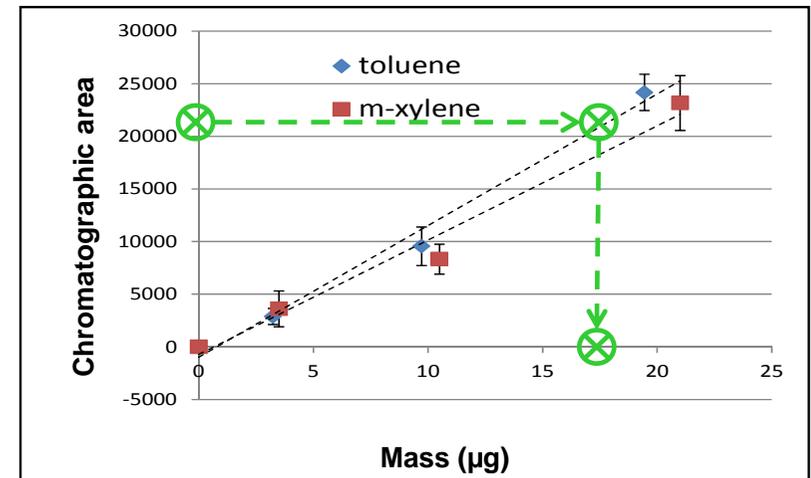
**CarboFrit®
matériau stable à
la diffusion !**

Détermination des débits de prélèvement

- Exposition de 3 tubes pendant 8h à une atmosphère de toluène et m-xylène (VLEP-8h)
- Expérience triplée
 - extraction solvant du CA (percolation) → analyse par GC-FID

Quantification sur désorbeur micro-ondes après prélèvement

- *Matériau résistant ($T^{\circ}C$)*
- *Débit de diffusion stable*
- Exposition de 6 tubes pendant 8h à une atmosphère de toluène et m-xylène (VLEP-8h)
- Droite d'étalonnage externe par prélèvements sur bouteilles BTX certifiées → *Désorption micro-ondes / GC-FID*
- Analyse directe des tubes exposés sur le désorbeur micro-ondes / GC-FID → *masses adsorbées m_i*
- Calcul des concentrations avec U_i et m_i



Résultats préliminaires...

≈ 6 %

≈ 6 %

Conclusions :

- Méthode de prélèvement passif et d'analyse directe sans solvant
- Avantages du prélèvement passif et de la désorption thermique
- Utilisation possible sur adsorbants forts (charbon actif) → dispositif plus universel

Perspectives :

- Finaliser la validation du CarboFrit :
 - > 50 cycles de désorption
 - Quantification sur le désorbeur par étalonnage externe
- Etudier d'autres matériaux de diffusion compatibles avec les micro-ondes :
 - Céramiques poreuses, etc.
- Identifier un partenaire pour développer et diffuser cet outil



Notre métier, rendre le vôtre plus sûr

Merci de votre attention



www.inrs.fr

YouTube



in.

