

Dispositifs de préconcentration microfluidiques pour l'analyse de COV par chromatographie en phase gazeuse

Irene Lara-Ibeas ^{1,2,3}, Alberto Rodríguez-Cuevas ², Christina Andrikopoulou ¹, Pauline Meyer ¹, Vincent Person ², C. Trocquet ², Ruben Ocampo-Torres ¹, Michel Wolf ¹, Lucien Baldas ³, Stéphane Colin ³, Stéphane Le Calvé ^{1,2,*}

¹ Université de Strasbourg, Institut de Chimie et Procédés pour l'Énergie, l'Environnement et la Santé (ICPEES), Equipe de physico-chimie de l'atmosphère, 25 Rue Becquerel 67087, Strasbourg, France.

² In'Air Solutions, 25 Rue Becquerel 67087, Strasbourg, France.

³ Institut Clément Ader (ICA), Université de Toulouse, INSA, ISAE-SUPAERO, Mines-Albi, UPS, 3 rue Caroline Aigle, 31400 Toulouse, France.

* Auteur correspondant : slecalve@unistra.fr ; Tel. : +33 3 68 85 03 68

Mots-clés : VOCs, BTEX, préconcentrateur, microfluidique, micro-GC, air intérieur

Abstract

Les effets néfastes constatés des polluants de l'air sur la santé humaine ont conduit à augmenter l'intérêt porté à la qualité de l'air intérieur (QAI). Au regard de leur toxicité et de l'occurrence dans l'air, les BTEX font partis des COVs ciblés par la réglementation dans les lieux publics et/ou l'étiquetage des matériaux. Ainsi, l'Union Européenne a établi un seuil maximal de $5 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (1,6 ppb) de benzène dans l'air ambiant (Directive 2008/50/EC). En France, cette limite a été abaissée à $2 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (0,6 ppb) depuis 2016 [1].

Afin de permettre le respect des réglementations actuelles, l'ICPEES et In'Air Solutions ont développé un appareil d'analyse GC portable et miniaturisé permettant la détection des BTEX à hauteur du ppb, et ce, en quasi temps réel [1, 2]. Les limites de détection atteintes pour cet appareil sont de 1 ppb pour le benzène et 1,2 ppb pour le toluène, pour un cycle d'analyse de 10 min. L'objectif du travail en cours est d'intégrer une étape de préconcentration au cycle de l'analyseur actuel, lui permettant ainsi d'atteindre des limites de détection de l'ordre de la ppt. De la même manière, les réductions du temps d'analyse, de la consommation énergétique et des dimensions de l'analyseur doivent être prises en compte lors du développement technologique.

Dans ce contexte, un préconcentrateur préliminaire en aluminium, de dimensions $40 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 12,3 \text{ mm}$, a été développé et deux adsorbants, HKUST-1 (Basolite® C300) et SBA-16, ont été testés pour la préconcentration des BTEX. Selon les résultats obtenus, le HKUST-1 (Basolite® C300) affiche un facteur de préconcentration moyen de 47,5 pour le benzène et de 30 pour le toluène, à une température de désorption relativement basse ($150 \text{ }^\circ\text{C}$). Ses résultats indiquent que l'utilisation de cet adsorbant (HKUST-1) permettra d'améliorer l'efficacité de l'unité de préconcentration tout en diminuant sa consommation d'énergie. Ainsi, une calibration du système avec le préconcentrateur rempli avec HKUST-1 a été réalisée pour des concentrations en BTEX entre 2,5 et 100 ppb. Pour chacun des BTEX, l'aire du pic augmente linéairement avec la concentration (Figure 1). A partir des plus faibles concentrations étudiées, les limites de détection du dispositif avec le préconcentrateur ont été calculés comme suit : 0,20 ppb (benzène), 0,26 (toluène), 0,49 (ethyl benzène), 0,80 ppb (m/p-xylènes), 1,70 ppb (o-xylène) en considérant un rapport signal/bruit égal à 3 [4].

Les performances du système de préconcentration ayant été démontrées, un préconcentrateur MEMS est actuellement développé afin de réduire drastiquement les dimensions, la masse à chauffer et donc la consommation énergétique du dispositif tout en conservant sa sensibilité à l'échelle du ppt. Cette version du

préconcentrateur faisant l'objet d'une demande de brevet, nous n'exposerons ici que ses performances. Comme le montre la figure 2, ce préconcentrateur permet une désorption rapide par l'augmentation de la température à 150°C en moins de 10 s, avec un apport d'énergie n'excédant pas les 12W.

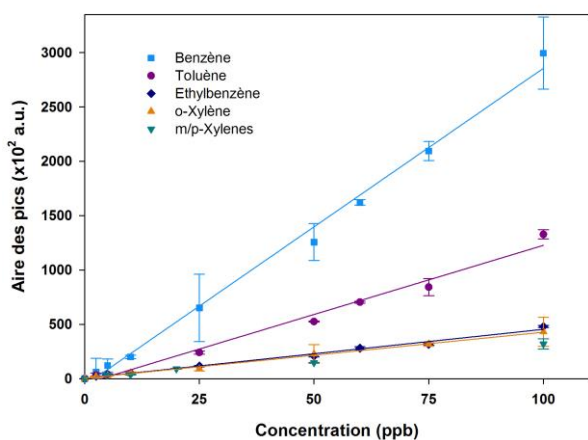


Figure 1 : Variation de l'aire du pic en fonction de la concentration pour chacun des BTEX pour le HKUST-1 utilisé comme adsorbant dans le préconcentrateur préliminaire. Les barres d'erreurs correspondent à la déviation standard pour les duplicats d'injection [4].

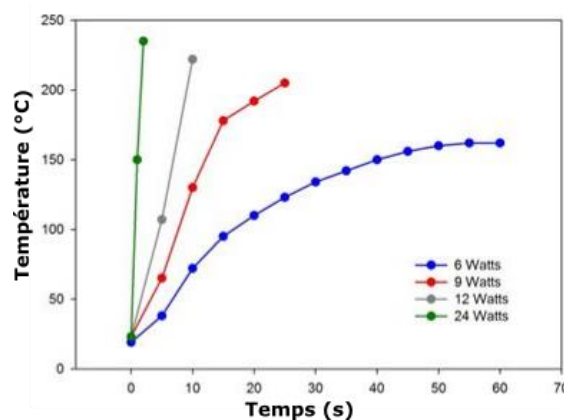


Figure 2 : Augmentation de la température en fonction de la consommation d'énergie du préconcentrateur MEMS.

En conclusion, ce travail présente le développement d'un préconcentrateur qui sera intégré dans l'analyseur de BTEX actuellement commercialisé par In'Air Solutions, permettant ainsi d'améliorer sa limite de détection tout en respectant les contraintes de portabilité de l'appareil. En plus, ce préconcentrateur permettra à l'avenir d'élargir la gamme des COVs analysés en choisissant l'adsorbant le plus approprié aux molécules ciblées.

Remerciements / Acknowledgments

This work has received funding from the Clean Sky 2 Joint Undertaking under the European Union's Horizon 2020 research and innovation program under grant agreement No 687014. This work has also been supported by the European Union's through the LIFE SMART IN'AIR - Smart indoor air monitoring network to reduce the impacts of pollutants on environment and health – under the grant number LIFE17 ENV/FR/000330. This project has also received funding from the European Union's Framework Programme for Research and Innovation Horizon 2020 (2014-2020) under the Marie Skłodowska-Curie Grant Agreement No. 643095. This ITN Research Project is supported by European Community H2020 Framework under the Grant Agreement No. 643095 (H2020-MSCA-INT-2014).

Bibliographie

- [1] Décret n° 2011-1727 du 2 décembre 2011 relatif aux valeurs-guides pour l'air intérieur pour le formaldéhyde et le benzène
- [2] R. Nasreddine, V. Person, C. Serra, S. Le Calvé*, *Development of a novel portable miniaturized GC for near real-time low-level detection of BTEX*, Sensors and Actuators B Chemical, 224, 159-169, **2016**.
- [3] R. Nasreddine, V. Person, C. Serra, C. Schoemaeker, S. Le Calvé*, *Portable novel micro-device for BTEX real-time monitoring: assessment during a field campaign in a low consumption energy junior high school classroom*, Atmos. Envir., 126, 211-217, **2016**.
- [4] I. Lara-Ibeas, A. Rodríguez-Cuevas, C. Andrikopoulou, V. Person, L. Baldas, S. Colin, S. Le Calvé, *Sub-ppb level detection of BTEX gaseous mixtures with a compact prototype GC*, Micromachines, submitted.