



Analyse du TOC : Des nouveautés dans la détection

Auteur : Bernd Bletzinger, Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Str. 1, 07745 Jena

© 2013 Analytik Jena AG

Contact : Analytik Jena France SARL - Tél. : +33 (0) 972 390 233 - Fax : +33 (0) 972 390 232

www.analytik-jena.fr - info@analytik-jena.fr

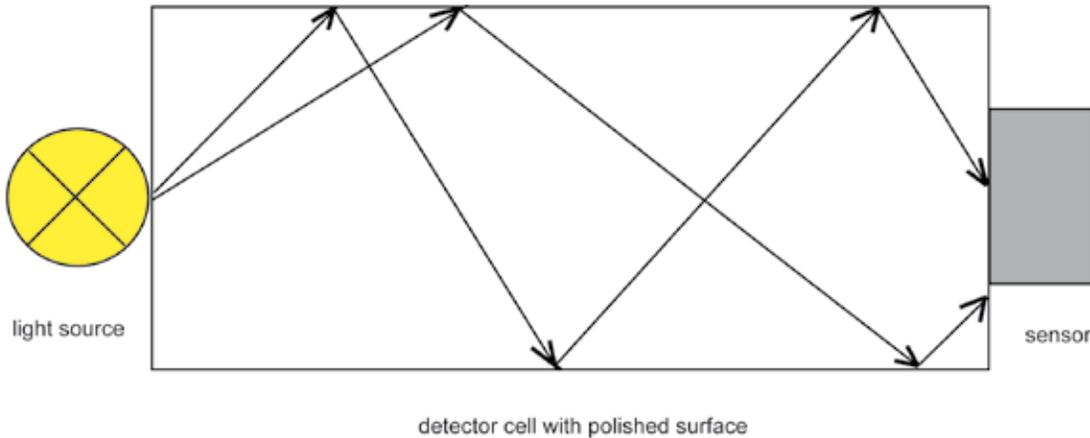


Fig. 1 : Structure schématique d'un détecteur NDIR conventionnel (© Analytik Jena)

Introduction

La spectrométrie par détecteur d'infrarouges non dispersif (NDIR) est le processus de détection le plus répandu des analyseurs de TOC du marché en laboratoire. Cette technique de détection permet à la fois la sélection sélective et la détection sensible du dioxyde de carbone (CO₂) qui s'est formé lors de l'analyse du TOC à partir des différents composés de carbone. Cependant, le CO₂ et le gaz porteur (air synthétique ou oxygène pur) ne sont pas les seuls gaz ni les seuls composants

avec lesquels ce détecteur NDIR entre en contact. Dans de nombreuses applications TOC, des gaz corrosifs sont libérés par la matrice de l'échantillon brûlé (aqueux ou solide, par exemple terre, boue, déchets, sédiments), qui peuvent causer des dommages considérables dans le détecteur très sensible s'ils ne sont pas efficacement séparés avant la détection. Même dans la détection de TOC habituelle dans les échantillons aqueux selon le procédé direct (DIN EN 1484), également appelé méthode NPOC (Non-Purgeable

Organic Carbon, Carbone Organique Non Purgeable), l'acide chlorhydrique ajouté pour séparer le carbone organique (carbonate et hydrogénocarbonate) est presque entièrement libéré sous forme de gaz HCl corrosif. Du point de vue de la combustion, cela est avantageux, car du fait de la volatilité de l'acide chlorhydrique, contrairement à l'acide phosphorique formateur d'oxydes, il se forme beaucoup moins de dépôts sur les surfaces actives du catalyseur et cela augmente la durée de vie du catalyseur. En revanche, du point de vue du détecteur, ce gaz HCl représente une grande menace et il doit être éliminé avant que le détecteur NDIR ne soit atteint au moyen de pièges à halogènes, en général des surfaces métalliques actives qui se lient chimiquement aux chlorures.

Les variations de sensibilité fréquentes des détecteurs NDIR classiques et leurs causes

Lors de la mesure de TOC dans des échantillons ayant une composition de matrice extrême, par exemple l'eau de mer, les saumures ou les acides concentrés, ainsi que lors de la combinaison d'un appareil de TOC pour liquides avec un module pour solides pour l'attaque d'échantillons solides acidifiés par le procédé direct B (DIN EN 13137 ou DIN EN 15936), il y a souvent corrosion dans le détecteur, même si l'on remplace régulièrement le contenu du piège à halogènes, ce qui peut réduire fortement la sensibilité du détecteur et même le rendre inopérant. Pourquoi cela et comment l'éviter ?

Considérons d'abord la structure et le fonctionnement des détecteurs NDIR conventionnels.

Les détecteurs NDIR sont constitués des trois composants principaux suivants : une source de rayonnement qui émet des rayons IR à large bande, une cuvette parcourue par le gaz de mesure et un capteur qui détecte les changements de l'intensité du rayonnement après absorption par l'analyte (CO₂). La structure du détecteur pour un appareil de TOC doit permettre la sensibilité la plus haute possible (capacité de détection) et simultanément une grande plage de mesure dynamique et, dans l'idéal, une haute stabilité à long terme.

Dans de nombreux détecteurs NDIR, il y a du fait de la construction et des propriétés des matériaux des réflexions

du rayonnement IR sur les parois de la cuvette qui affectent de manière importante les résultats des mesures. D'une part, l'utilisation de la réflexion totale sur les parois de la cuvette permet d'augmenter la sensibilité en allongeant les distances parcourues. D'autre part, en raison de la réflexion, tous les rayons IR ne parviennent plus au capteur, ce qui réduit la puissance du rayonnement sur le capteur. Pour une réflexion optimale sur les parois, on doit donc utiliser des matériaux polis à haute brillance. Dès que des changements ont lieu à la surface de la cuvette, qui limitent la réflexion, par exemple sous l'influence de gaz corrosifs comme le HCl ou en raison d'un dépôt de poussières et autres précipitations, la sensibilité du détecteur diminue de façon importante.

Ce vieillissement inévitable, qui n'est que partiellement compensé par un capteur de référence, entraîne des effets indésirables, des pertes de sensibilité et un «éblouissement» croissant du détecteur NDIR. C'est la cause principale de la robustesse et de la stabilité à long terme globalement faibles des détecteurs NDIR à réflexion. Les conséquences sont le ré-étalonnage fréquent du système, la maintenance fréquente du détecteur pour nettoyer et / ou réajuster l'amplification électronique des signaux du détecteur. voire le remplacement complet de la cuvette de gaz ou du module du détecteur en entier. Pour l'utilisateur, cela signifie davantage de travail, d'imprécision des résultats des mesures, de pannes de l'appareil de mesure du TOC et des coûts d'exploitation nettement plus élevés.

La détection NDIR avec rayonnement concentré et ses avantages

Seul le principe de mesure nouvellement développé du détecteur NDIR Focus Radiation® permet de supprimer tous ces problèmes. Il s'applique dès la source de rayonnement et une disposition optique spéciale évite la perte d'intensité de rayonnement. Celle-ci permet l'orientation parallèle des rayons IR avant qu'ils pénètrent dans la cuvette de gaz. En combinaison avec une lentille collectrice spécialement construite, le rayonnement IR est amené en faisceau au capteur et l'atteint ainsi sans pertes et avec une intensité élevée. Cela garantit la haute sensibilité du détecteur FR-NDIR.

Grâce au rayonnement IR parallèle, la cuvette de gaz et sa surface n'interviennent plus dans le processus optique. Cela permet dans la construction de remplacer les matériaux métalliques sujets à la corrosion par du verre résistant à la corrosion. Comme la réflexion sur les parois ne joue plus de rôle dans cette configuration du détecteur, les dépôts éventuels n'ont plus d'incidence sur la sensibilité du détecteur. Il en résulte un détecteur NDIR hautement robuste et stable à long terme qu'Analytik Jena utilise depuis quelques années avec succès dans la série multi N/C®. En raison des excellentes propriétés de ce détecteur FR-NDIR, Analytik Jena offre une garantie 10 ans exceptionnelle sur le module du détecteur.

Le Détecteur NDIR Focus Radiation® présente d'autres avantages décisifs. L'interruption à intervalles réguliers des rayons par un mécanisme hacheur (disque perforé entraîné par moteur) utilisé jusque là n'a plus de raison d'être avec le détecteur FR-NDIR qui dispose d'une source de rayons IR pulsée. Cela ajoute encore à la robustesse. Le capteur qu'il comporte, en combinaison avec le traitement et l'évaluation avancés du signal lui confèrent une



LA SEULE GAMME DE GENERATEURS DE GAZ
"SUR MESURE" QUI S'ADAPTE A VOTRE LABORATOIRE

Hydrogène, Azote et Air Zéro
pour Chromatographie, LCMS, TOC, ICP, ELSD,
Préparation d'échantillons, Thermo Analyse....

- ✓ empilables pour gain d'espace au sol
- ✓ autonomes ou à partir d'un réseau d'Air comprimé
- ✓ la meilleure technologie sur le marché
- ✓ prix compétitifs
- ✓ sécurité absolue
- ✓ contrôle exclusif centralisé de tous les générateurs par CPU
- ✓ hydrogène Haute Pression (FAST GC)
- ✓ azote Haut Débit avec compresseurs intégrés



Plus de 30 ans d'expérience dans la
production de générateurs de gaz ultra-pur

GENGAZ Centre d'Affaires du Molinel Bât. C, Avenue de la Marne
59290 WASQUEHAL Tél/Fax 03.20.75.38.29 www.gengaz.com





grande plage de mesure dynamique. La plage de travail pour la mesure du TOC dans les échantillons aqueux non dilués va ainsi de la limite de détection jusqu'à 30 000 mg/l et pour l'analyse des solides jusqu'à 500 mg de carbone absolu. Il se distingue ainsi comme détecteur à large plage stable à long terme et confortable, sans changement de canal de mesure pour couvrir la plage de travail d'un analyseur de TOC et sans la nécessité de ré-étalonner fréquemment le système de mesure.

Le développement du Détecteur Focus Radiation NDIR® a ouvert de nouvelles perspectives dans l'analyse de TOC. Sa stabilité à long terme et sa robustesse ainsi que sa plage de mesure confortable contribuent à l'augmentation de la productivité et à la baisse des coûts d'exploitation des analyseurs de TOC.

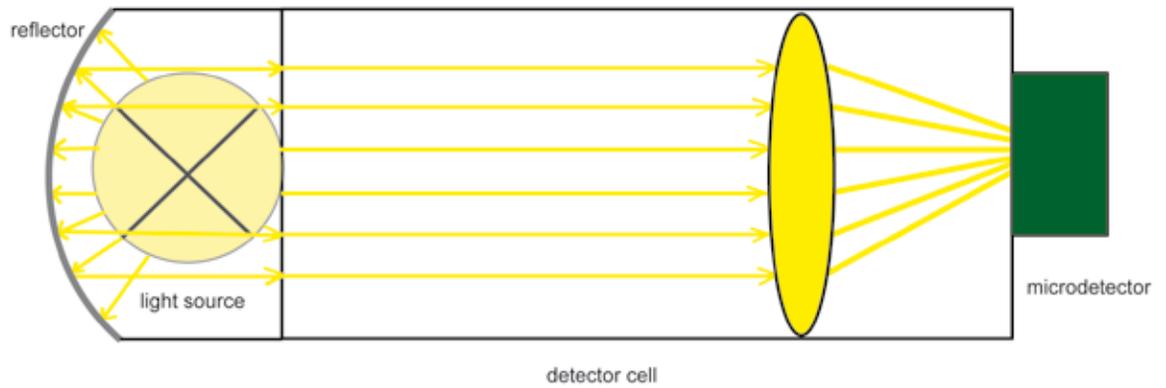


Fig. 2 : structure schématique du Détecteur NDIR Focus Radiation® (figure : Analytik Jena)

Bruker présente une méthode de préparation d'échantillons alimentaires plus simple et plus économique pour la GC-MS et la LC-MS

En savoir plus : www.bruker.fr

Bruker a développé une nouvelle méthode de préparation d'échantillons pour l'analyse de pesticides dans les fruits et légumes grâce au système de chromatographie liquide couplé à un spectromètre de masse triple quadripôle EVOQ (LC-MS/MS) ainsi qu'au système de chromatographie en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse triple quadripôle SCION TQ (GC-MS/MS).

L'un des principaux challenges pour l'analyse MS multi-résiduelle est de

trouver une méthode de préparation d'échantillons aussi simple et économique que possible. L'US Food and Drug Administration (FDA) a modifié le protocole de la méthode QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe), qui peut être utilisée pour l'extraction de multiples classes de pesticides à partir d'une variété d'échantillons. Bruker a démontré sur l'EVOQ et le SCION que le protocole d'extraction QuEChERS est une alternative simple et peu

couteuse comparée à la technique conventionnelle.

La note d'application Bruker présente la très grande sensibilité des systèmes SCION et EVOQ avec des détections de l'ordre du ppb (parts per billion) et du sub-ppb respectivement. Trois matrices d'extraits de légumes ont été dopées à l'aide de trente pesticides analysables en GC-MS/MS ainsi qu'en LC-MS/MS. Ces extraits ont été ensuite préparés pour l'analyse par l'EVOQ et le SCION. La méthode d'analyse multi-résiduelle de pesticides développée par Bruker pour les systèmes SCION et EVOQ a montré la meilleure sensibilité et la meilleure reproductibilité pour l'analyse de matrices alimentaires complexes, préparées selon le

protocole QuEChERS modifié par la FDA.

Joe Anacleto, VP Market Development for Applied Markets, a expliqué que « La sensibilité exceptionnelle de l'EVOQ est due aux développements faits sur le système tels que l'orifice de l'interface MS ainsi que l'IQ dual ion funnel qui offrent la solution complète pour l'analyse de pesticides. » M. Anacleto a poursuivi « La source d'ionisation axiale du SCION et la géométrie sans lentilles de l'analyseur assurent également que les performances exceptionnelles du système soient également maintenues durant des analyses quantitatives en routine soutenue, le rendant idéal pour tout laboratoire conduisant des analyses de routines. »

memmert
Experts in Thermostatics

Nous éclairons vos jours

Un bon climat au laboratoire, nous, on adore.

La satisfaction de nos clients est notre priorité absolue. Pour cette raison l'extrême précision du contrôle de tous les paramètres, l'utilisation intuitive et simple des commandes sont, depuis des décennies, au cœur du développement de nos produits. Des innovations comme la technologie Peltier pour chauffer et refroidir rendent les appareils écologiques et d'une grande efficacité énergétique. Autre avantage, et pas des moindres, les enceintes climatiques HPP et ICH L Memmert sont éclairées chaque fois qu'il s'agit d'obtenir des résultats dépendants d'une parfaite simulation jour-nuit ou d'une longueur d'onde définie, que ce soit en recherche ou en travail de routine.

www.memmert.com | www.atmosafe.net

