

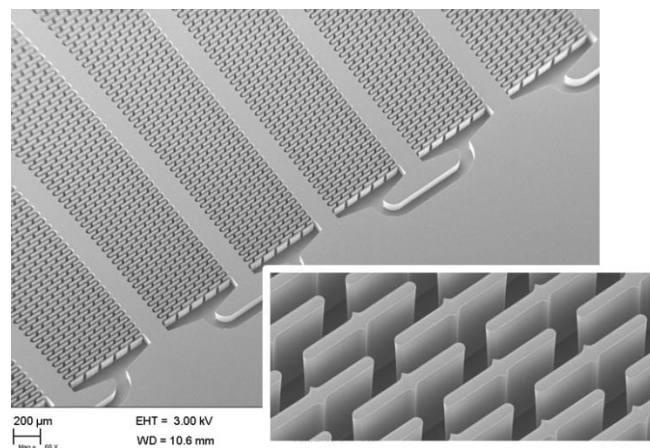


Proposition de sujet de thèse
Institut des Sciences Analytiques, Université Claude Bernard Lyon 1
Campagne 2024

Direction de recherche : Jérôme RANDON randon@univ-lyon1.fr; Guy Raffin

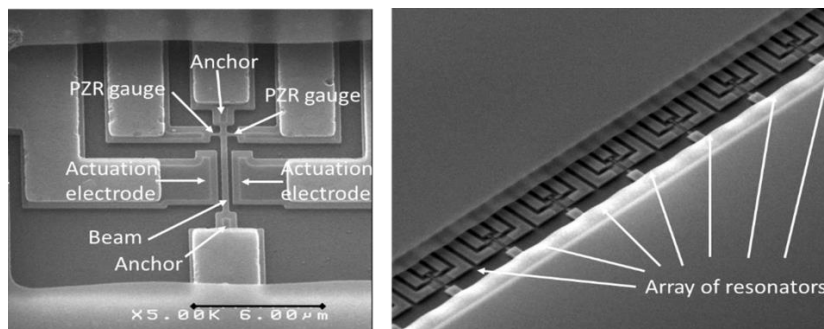
Etude du détecteur Nano Gravimétrique basse température pour l'analyse des gaz à impact environnemental

Depuis de nombreuses années, l'équipe Techniques Séparatives de l'Institut des Sciences Analytiques s'intéresse à la miniaturisation des outils chromatographiques pour des applications aussi diverses que le développement de médicaments, l'analyse de polluants dans l'environnement ou l'analyse de produits pétroliers. Dans ce contexte, l'adaptation de l'interface et des détecteurs situés en aval de la colonne chromatographique est une étape critique dans le développement d'outils analytiques.



Colonne de chromatographie en phase gazeuse microstructurée

Le comportement d'un nouveau détecteur de type nanogravimétrique a été étudié pour l'analyse de composés gazeux ou volatils. Le couplage du détecteur a ainsi été optimisé avec différentes géométries de colonnes et des parallèles de colonnes microstructurées ont été élaborées afin de pouvoir développer des systèmes analytiques intégrés optimisés pour l'analyse en ligne.



Détecteur NGD : Réseau de résonateurs

La sensibilité du détecteur NGD a été caractérisée en fonction des analytes ciblés et de la température de détection [1, 2]. Il ressort de ces études que le détecteur NGD peut fonctionner sur une large gamme dynamique de concentration, mais surtout que la sensibilité du détecteur peut être contrôlée en adaptant la température du NGD. En conséquence, des composés issus du pétrole, de forte masse molaire et/ou possédant des températures d'ébullition très élevées, peuvent être aisément quantifiés avec des limites de détection dépassant celles d'un détecteur FID ou d'un spectromètre de masse [1].

Fort de ces études et des modèles thermodynamiques mis en place [2], il a alors été possible d'extrapoler les performances attendues du détecteur NGD si la température de celui-ci était réduite. Une diminution de température de 140° doit permettre d'accroître la sensibilité de 3 ordres de grandeur. Il serait alors possible de détecter et quantifier des composés extrêmement volatils ou gazeux à température ambiante en surpassant les performances du détecteur à conductivité thermique qui s'avérerait jusqu'à maintenant le plus adapté pour ce type d'analyte.

Les premiers résultats obtenus sur un prototype de détecteur NGD refroidi étant extrêmement prometteurs, un système intégré de nouvelle génération (température de fonctionnement jusqu'à -150°C) a été installé à l'Institut des Sciences Analytiques en novembre 2023. Le travail de recherche à conduire vise à évaluer les performances du détecteur pour la mesure de composés gazeux issus de la transformation de biométhane, ainsi que dans le domaine du stockage et de la valorisation du dioxyde de carbone.

Références :

- [1] Nano-gravimetric-detector as an alternative to FID used in gas chromatography for the analysis of molecules up to C35, L. Alonso Sobrado, M. Loriau, S. Junca, C. Tremaudant, P. Puget, E. Colinet, J. Randon, *Anal. Chem.*, 92, 15845, 2020
- [2] Dual detection chromatographic method for fast characterization of nano-gravimetric detector, M. Rachkidi, L. Alonso-Sobrado, G. Raffin, E. Colinet, J. Randon, *Talanta*, 257, 124359, 2023

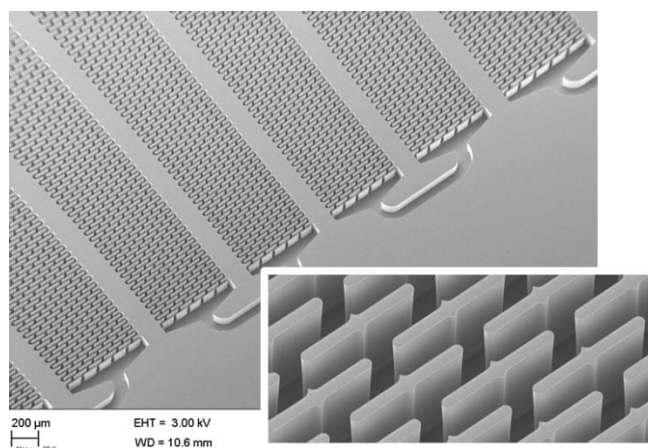
Thesis topic

Institut des Sciences Analytiques, Université Claude Bernard Lyon 1
2024

Direction de recherche : Jérôme RANDON randon@univ-lyon1.fr; Guy Raffin

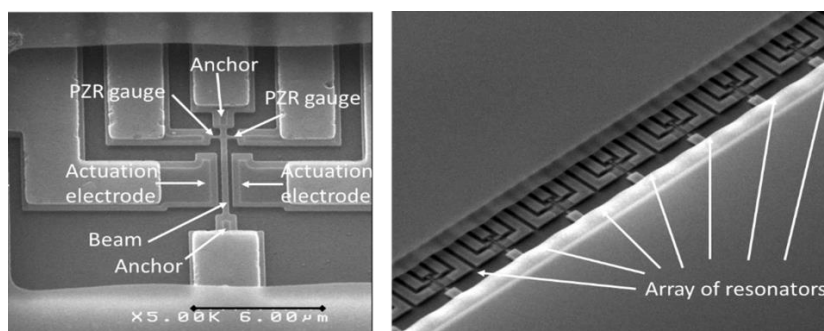
Low-Temperature Nanogravimetric Detector Study for Gas Analysis

For many years, the Separation Techniques team at the Institute of Analytical Sciences has been focusing on the miniaturization of chromatographic tools for a wide range of applications, including drug development, environmental pollutant analysis, and the analysis of petroleum products. In this context, the adaptation of the interface and detectors located downstream of the chromatographic column is a critical step in the development of analytical tools.



Microstructured gas chromatography column

The behavior of a new nanogravimetric detector has been studied for the analysis of gaseous or volatile compounds. The coupling of the detector was optimized with various column geometries, and microstructured columns have been designed to develop integrated analytical systems optimized for online analysis.



NGD detector

The sensitivity of the NGD detector has been characterized with respect to the targeted analytes and the detection temperature [1, 2]. These studies have demonstrated that the NGD detector can operate over a wide dynamic concentration range. As a major result, the sensitivity of the detector can be controlled by adjusting the NGD temperature. Consequently, compounds derived from petroleum with high molar mass and/or very high boiling points can be easily quantified with detection limits surpassing those of a Flame Ionization Detector (FID) or a mass spectrometer [1].

Based on these studies and the thermodynamic models that have been established [2], it was possible to extrapolate the expected performance of the NGD detector if its temperature were reduced. A temperature reduction of 140°C should increase the detector sensitivity by three orders of magnitude. This would enable the detection and quantification of extremely volatile or gaseous compounds at room temperature, surpassing the performance of the thermal conductivity detector, which has been the most suitable for this type of analyte until now.

The initial results obtained with a cooled NGD detector prototype have been extremely promising, and a next-generation integrated system (operating temperature down to -150°C) was installed at the Institute of Analytical Sciences in November 2023. The research work to be conducted aims to evaluate the detector's performance for measuring gaseous compounds from biomethane transformation and in the field of carbon dioxide storage and valorisation.

Références :

- [1] Nano-gravimetric-detector as an alternative to FID used in gas chromatography for the analysis of molecules up to C35, L. Alonso Sobrado, M. Loriau, S. Junca, C. Tremaudant, P. Puget, E. Colinet, J. Randon, *Anal. Chem.*, 92, 15845, 2020
- [2] Dual detection chromatographic method for fast characterization of nano-gravimetric detector, M. Rachkidi, L. Alonso-Sobrado, G. Raffin, E. Colinet, J. Randon, *Talanta*, 257, 124359, 2023