

DIPLÔME NATIONAL DE DOCTORAT

(Arrêté du 25 mai 2016)

Date de la soutenance : **26 avril 2024**

Nom de famille et prénom de l'auteur : **Monsieur RACHKIDI Michel**

Titre de la thèse : « *Développement UPGC (Ultra Performance Gas Chromatography) portable avec détecteurs silicium pour des applications environnementales* »



Résumé

Ce travail de thèse se concentre sur deux aspects de la chromatographie en phase gazeuse, la détection et les colonnes de séparation, dans le but de miniaturiser les systèmes analytiques. Dans un premier temps, une analyse détaillée du détecteur nano-gravimétrique basé sur la technologie des systèmes nano-électro-mécanique, développé par APIX ANALYTICS, a été entreprise. La sensibilité du détecteur nano-gravimétrique vis-à-vis de chaque espèce chimique est directement reliée au coefficient de partage de l'espèce chimique considérée, entre la phase gazeuse mobile et le matériau constitutif du détecteur. Cela fait de la température du détecteur nano-gravimétrique le paramètre opératoire majeur permettant de contrôler sa sensibilité. Un modèle de réponse du détecteur a été élaboré pour élargir sa gamme dynamique de mesure. Pour ce faire, le détecteur nano-gravimétrique a été couplé en série à un détecteur à ionisation de flamme dans un système de chromatographie en phase gazeuse, facilitant ainsi la construction des isothermes de différentes familles de composés. Un indice de réponse relatif a été introduit pour faciliter la quantification des composés.

La recherche de colonnes miniatures performantes a conduit à utiliser une géométrie particulière ; les colonnes à piliers ou colonnes semi-remplies. Nous avons tout d'abord procédé à la caractérisation de colonnes à piliers commerciales μ PAC, en comparant leurs propriétés (hydrodynamique, capacité

de chargement et performances de séparation) en fonction de la hauteur et de la largeur de la colonne. Un modèle hydrodynamique adapté aux colonnes à pilier a été développé à cette fin. Avec une distance pilier-pilier de 2,5 μm , ces colonnes commerciales sont principalement adaptées aux applications à haute pression.

Dans le but de développer un système portable en ligne fonctionnant à basse pression, des colonnes à piliers ont été conçues et évaluées dans deux motifs (ou configuration) : un motif à piliers cylindriques avec un arrangement triangulaire équilatéral, et un motif à piliers allongés radialement. Après dépôt d'une couche de silice, ces géométries de colonnes se sont révélées très efficaces pour l'analyse des gaz légers.

Mots clés : miniaturisation, chromatographie en phase gazeuse, détecteur nano-gravimétrique, colonne à piliers.