



Les outils terrain de chromatographie en phase gazeuse pour le diagnostic *in-situ* des sites et sols pollués

<u>Catherine LORGEOUX</u>, Rémi MAZEROLLES, Fabien DOMPTAIL, Benjamin GIRARDEAU, , Wilfried AHOULOU, Odile BARRES, Cyrielle BONNE, Marie-Camille CAUMON, Véronique CROZE, Philippe de DONATO, Noële ENJELVIN, Clément ZORNIG, Pierre FAURE













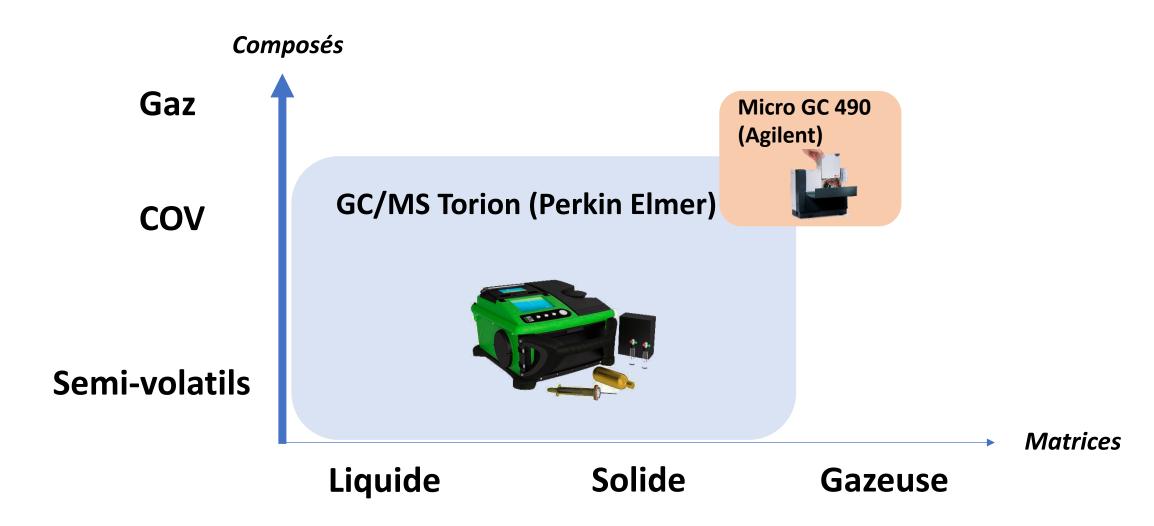


LES ÉQUIPEMENTS





Utilisation Gesipol ADEME MONIC et Phytocarb

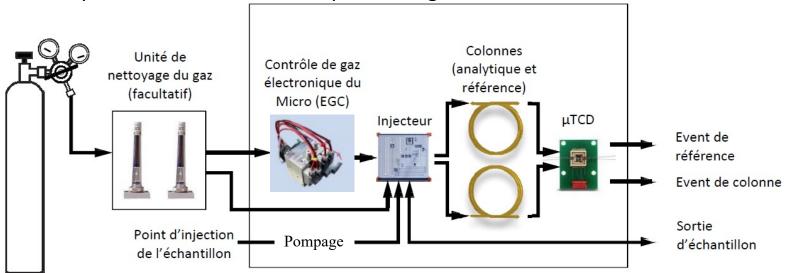




LES ÉQUIPEMENTS : LE MICROGC

Miniaturisation 1 à 4 modules par microGC

Indépendants -> colonne, température, gaz vecteur





Contrainte -> pression de l'échantillon max 1bar/15PSI relatif

	Module A	Module B	Module C
Injecteur	50°C	50°C	50°C
Colonne	Molecular Sieve 5A	PoraplotU	CPSil 5
Longueur	10 m	10 m	6 m
Gaz vecteur	Argon	Hélium	Hélium
Détecteur	TCD	TCD	TCD
Composés	H ₂ , He, O ₂ , N ₂ , CH ₄ ,	CO ₂ , C2-C3	C3-C6, BTEX,
	СО		COHV



Gaz vecteur

LES ÉQUIPEMENTS : LE MICROGC



Appareil transportable

Entrée Pompe Batterie Injection externe MicroGC Gaz vecteur

Les applications

☐ En ligne sur des forages

- ☐ Sac de prélèvement type Tedlar
 - > Air ambiant, localisé
 - Piezair
 - Gaz du sol



- ☐ En couplage expérimental
 - > Lysimètre
 - Autoclave
 - Cellule haute pression



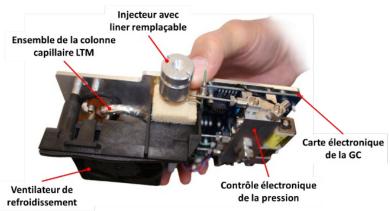
LES ÉQUIPEMENTS - GC/MS TORION



Un GC/MS de 15 kg



Exploitation nomade au plus proche de l'échantillon



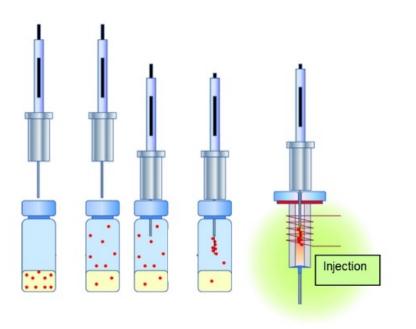
- Gaz vecteur Hélium
- Chromatographie gazeuse à faible masse thermique (LTM)
 - Colonne type 5MS de 5 m
 - Chauffage rapide
- Spectrométrie de masse avec piège à ions toroïdal (TMS)
 - Vide à 10⁻³ Torr
 - 41 à 500 amu



LES ÉQUIPEMENTS - GC/MS TORION

GISFI

- SPME : Solid Phase MicroExtraction
- Matrices diverses : eau, sol, gaz...







- Extraction SPME dans l'headspace
 - → pas de contact fibre échantillon
- Rendement d'extraction en fonction :
 - de la volatilité des composés
 - des conditions d'extraction (température, temps d'extraction, ajout d'eau, pression...)
 - de la nature de la fibre SPME : DVB/PDMS 65 μm
 - de la matrice de l'échantillon

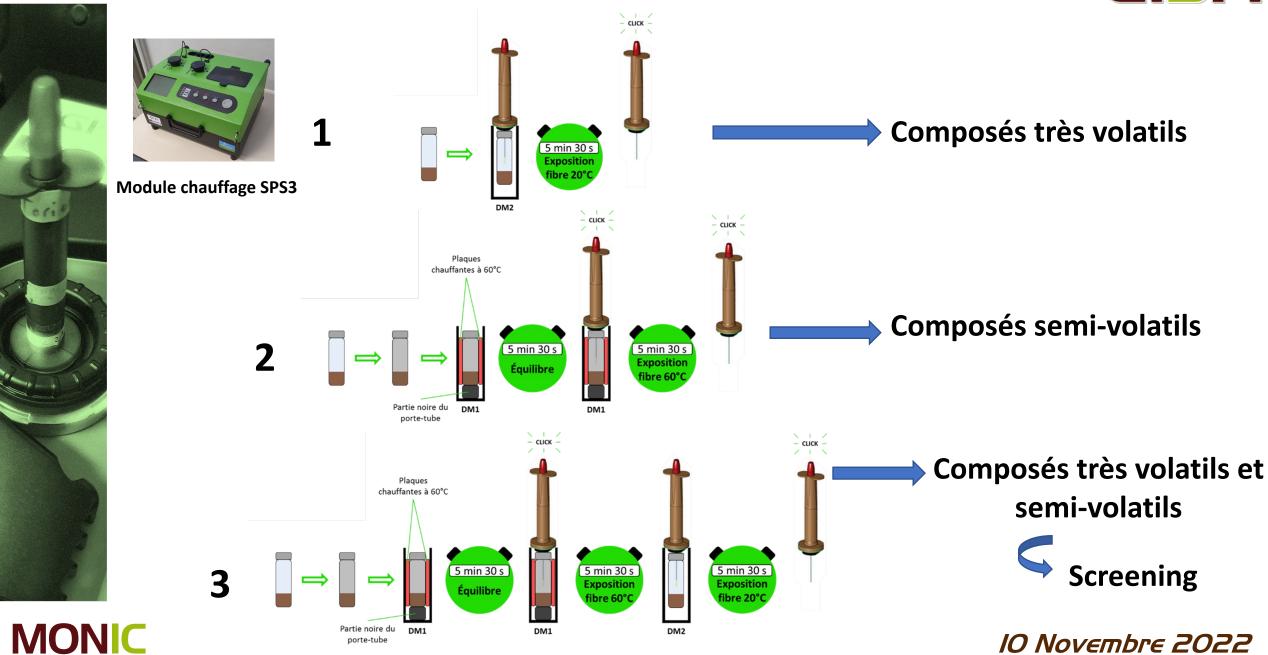


GC/MS TORION: OPTIMISATION ADSORPTION

porte-tube



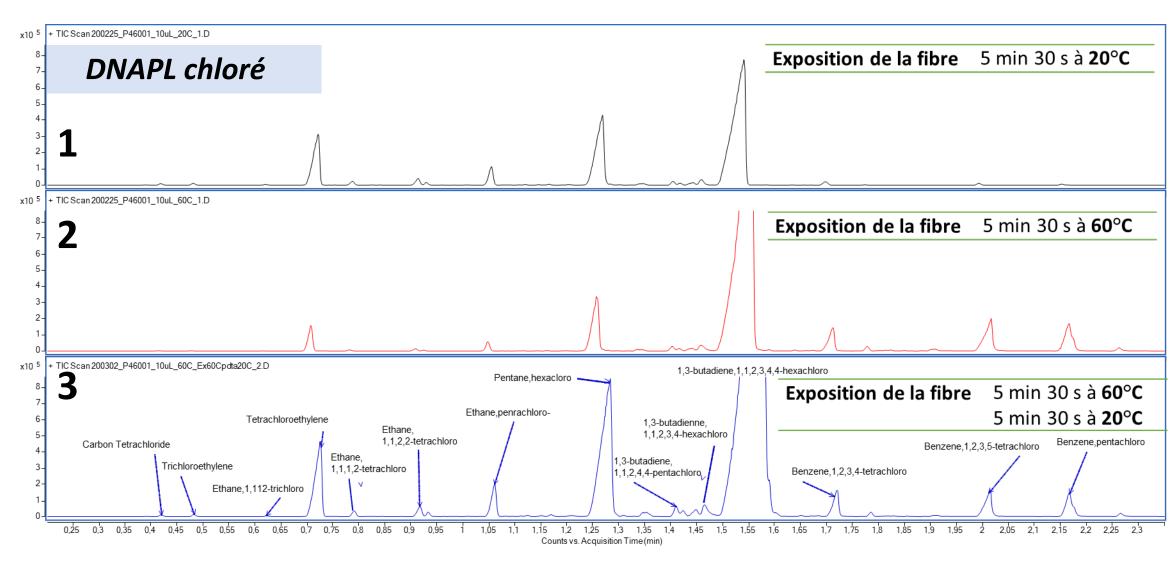
10 Novembre 2022



GC/MS TORION : OPTIMISATION









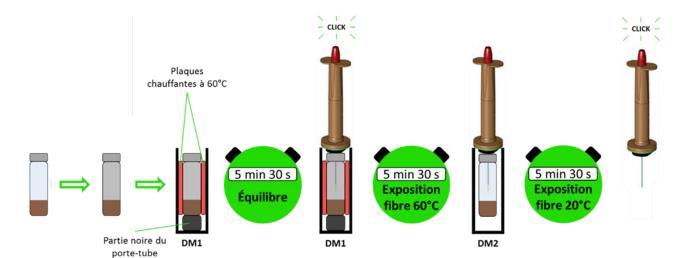
GC/MS TORION : **OPTIMISATION** ADSORPTION



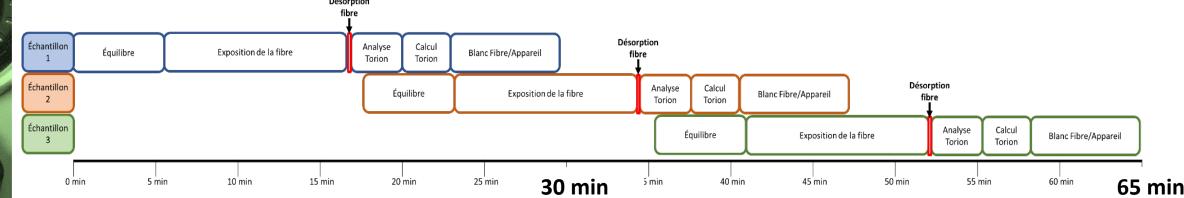




Module chauffage SPS3



Optimisation du temps

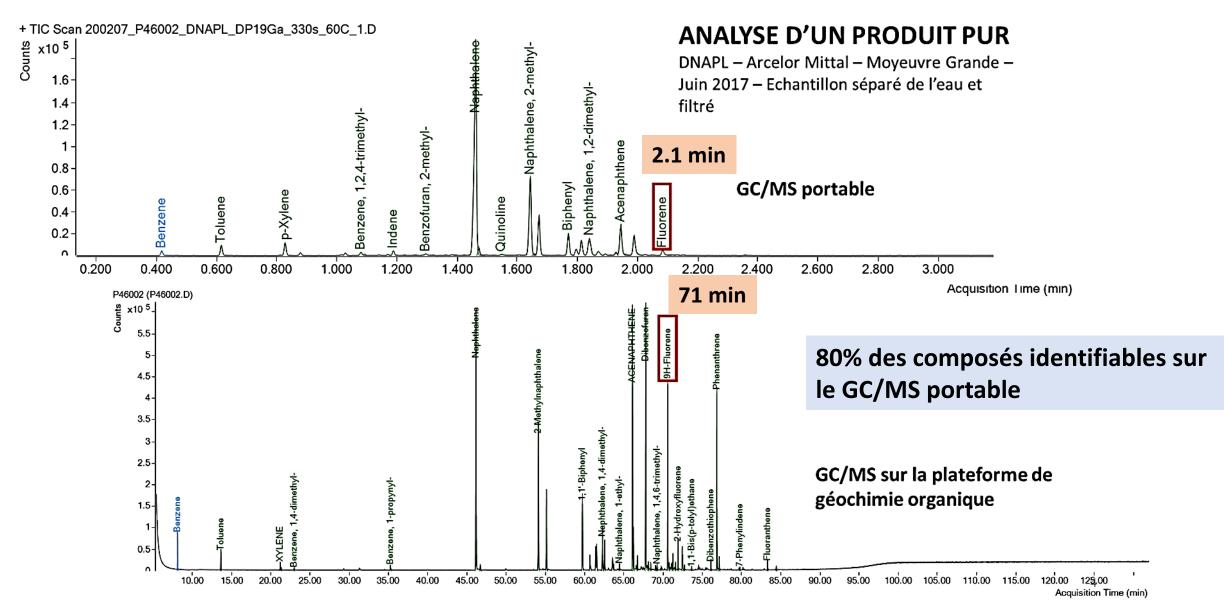


REX campagnes -> 20-25 échantillons analysés/jour



COMPARAISON GC-MS LABORATOIRE - TORION

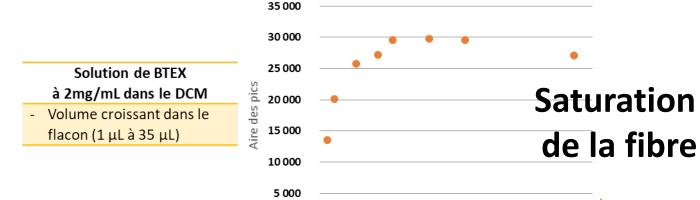






GC/MS TORION: ANALYSE QUANTITATIVE?



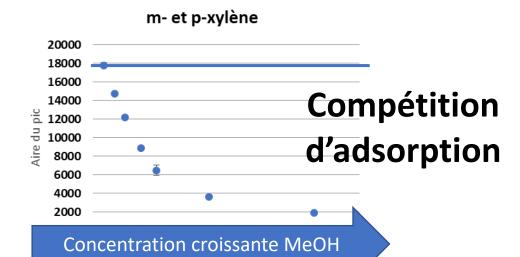


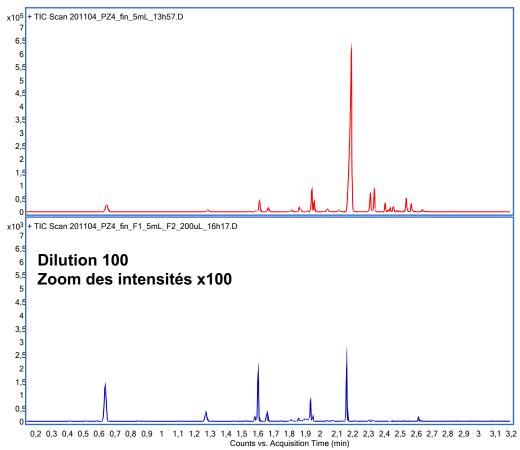
Concentration croissante BTEX

m- et p-xylène

Solution de BTEX à 2mg/mL dans le DCM

- 1 μL de dans le flacon
- Volume croissant de méthanol (0 μL à 20 μL)





Eau - DNAPL



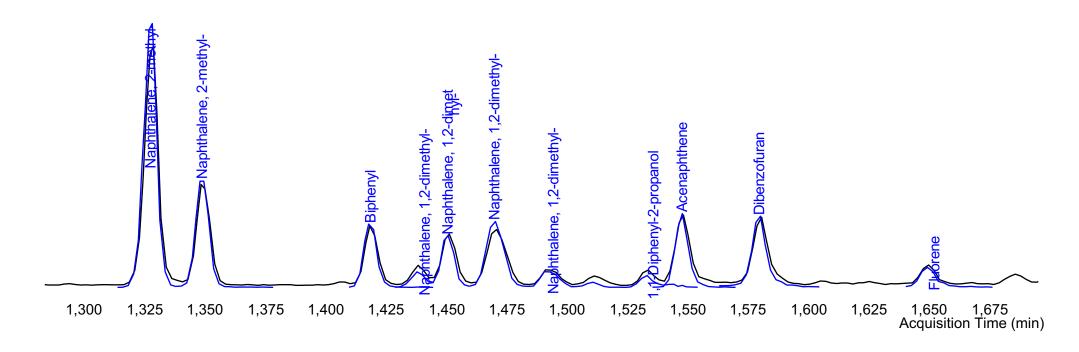
IO Novembre 2022

GC/MS TORION: ANALYSE QUALITATIVE



Déconvolution du signal -> logiciel MassHunter Agilent

DNAPL Goudron de houille







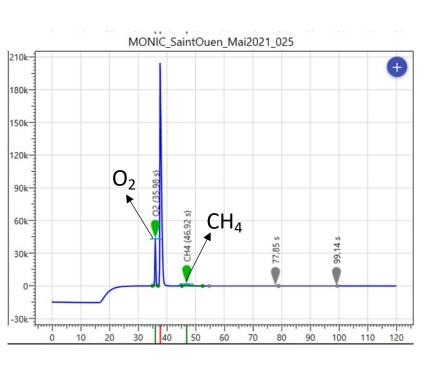
LES CAMPAGNES

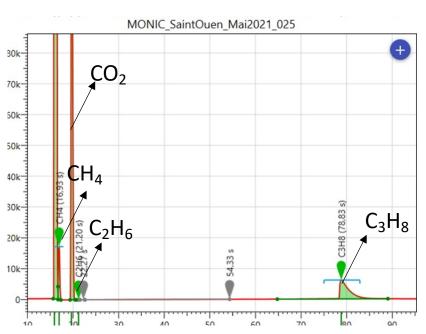


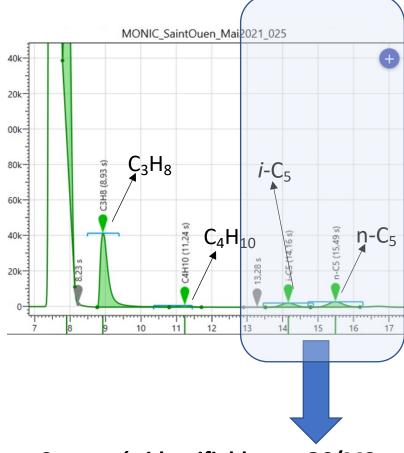
SITE A - POLLUTION HYDROCARBURES



- Analyse gaz : microGC







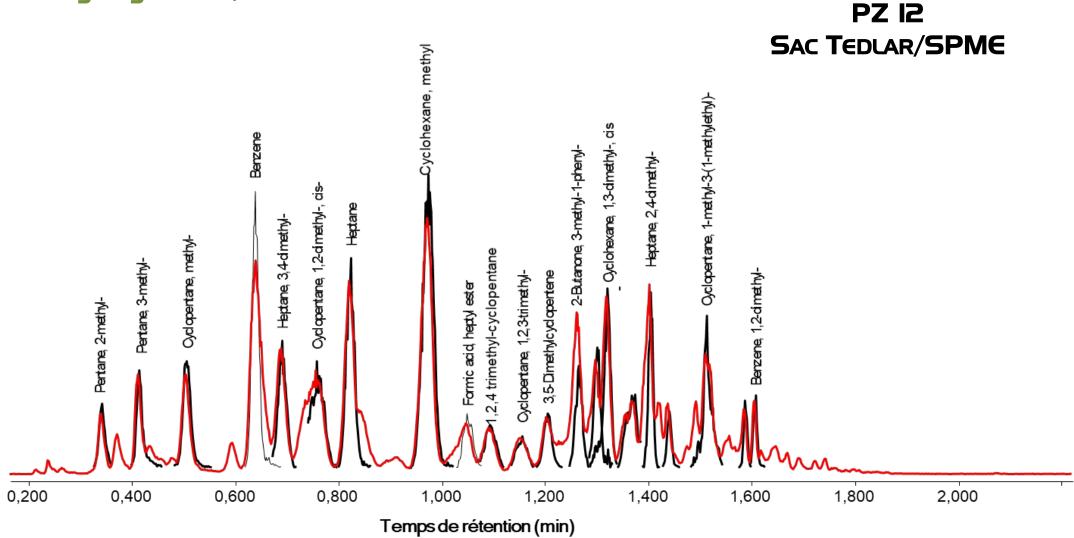
Composés identifiables en GC/MS



SITE A - POLLUTION HYDROCARBURES



- Analyse gaz : GC/MS Torion

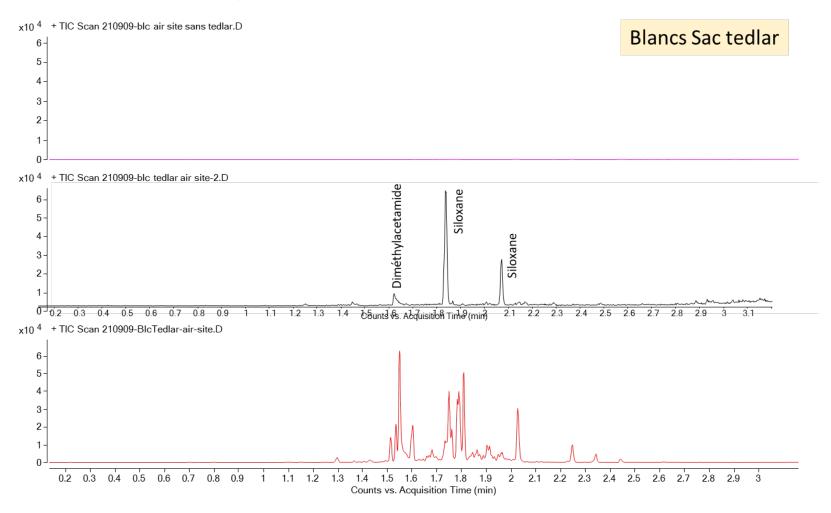




CONTAMINATIONS - GAZ - GC/MS TORION

Technique sensible car concentration sur la fibre

- > sensible aux contaminations notamment sac Tedlar
 - → <u>faire des tests</u> pour sélectionner les sacs et maîtriser la contamination





SITE B - MULTI-CONTAMINATION

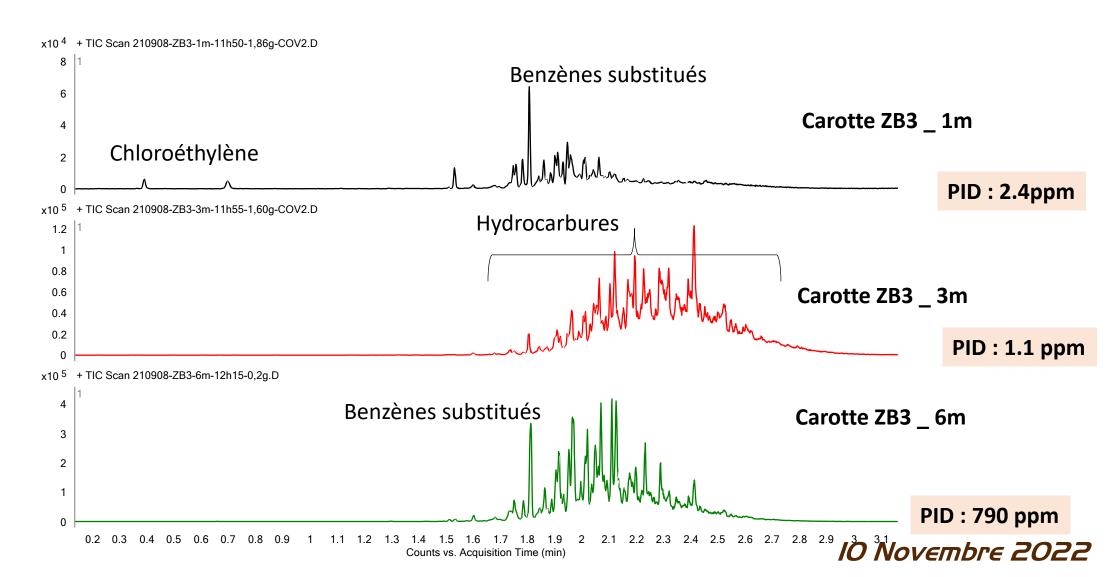


- Analyse sols : GC/MS Torion

Composés dans les carottes de sol

Particularité surface carotte ZB3

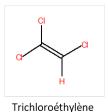


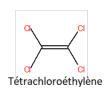


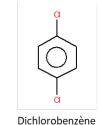
SITE B - MULTI-CONTAMINATION Composés dans l'eau

Principalement des composés chlorés



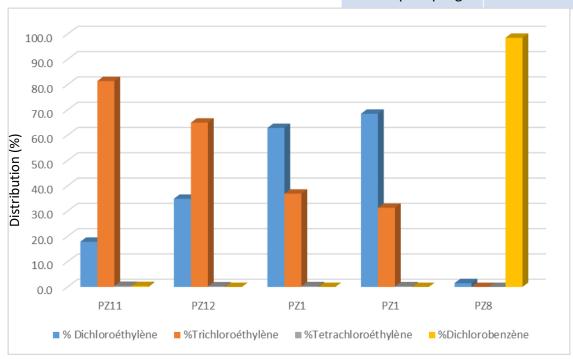


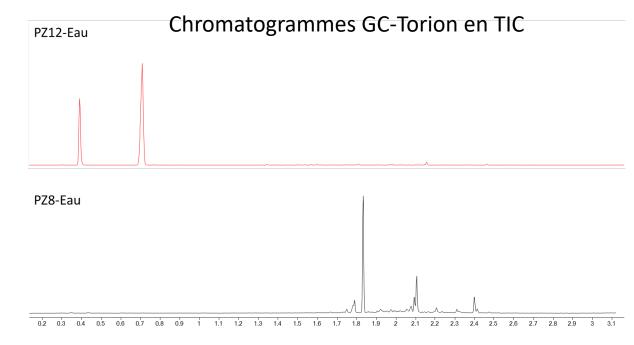






		,		
PZ1	+	+	+	
PZ1 – après purge	+	+	+	
PZ8				+
PZ11 après purge	+	+	+	
PZ12- après purge	+	+	+	







CONCLUSIONS

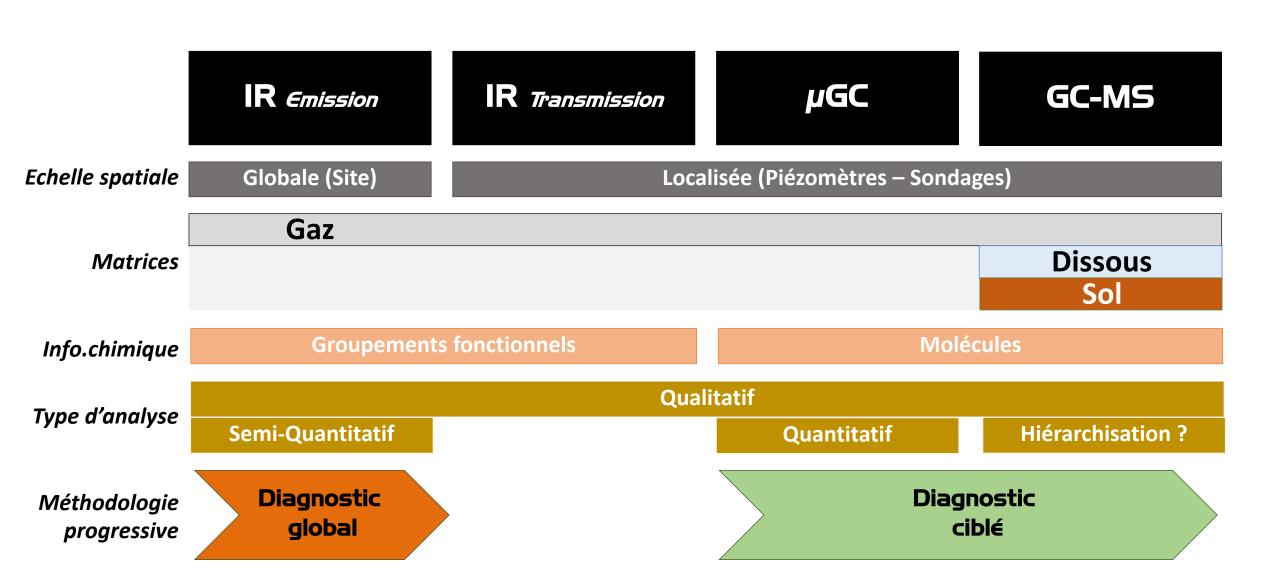


- Complémentarité des 2 techniques : µGC et GC/MS terrain
- Utilisation simple et transférable
 - Permet de balayer rapidement un nombre important d'échantillons (20 à 60/jours)
 - Apporte des informations qualitatives
 - Permet d'identifier et de suivre des sources
 - Screening sans à priori
- Quantification:
 - Demande du développement
 - Demande de l'expertise
 - Laboratoire possible mais difficilement transférable sur site



Projet MONIC - Complémentarité Bilan

MONItoring des gaz et des <u>C</u>ontaminants organiques de sites pollués en cours de remédiation







Merci de votre attention







