

RAPPORT D'ANALYSE

Caractérisation des gaz présents dans l'espace de tête de flacons contenant des boues issues d'une lagune

Date : 23 janvier 2022

Contexte :

Caractérisation des gaz présents dans l'espace de tête de 6 flacons contenant des échantillons provenant de 4 lagunes.

1) Analyse par IR-TF

a) Prélèvements et analyses

Six prélèvements de 0.250 ml ont été effectués directement dans l'espace de tête de chaque flacon.

Les méthodes d'analyse par spectrométrie infra-rouge gaz sont décrites dans l'annexe 1 de ce rapport.

b) Résultats

L'analyse par IR-TF permet d'identifier dans l'ensemble des flacons la présence de dioxyde de carbone (CO₂) et de méthane (CH₄)

2) Détection

a) Matériels et méthodes

- Détection par les cellules électrochimiques suivantes : sulfure d'hydrogène (H₂S) et dioxyde de soufre (SO₂).
- Détection par cellule catalytique pour l'explosimètre
- Détection par photo-ionisation (PID) effectuée au moyen d'un PID ppb RAE 300 équipé d'une lampe UV de 10.6 eV. Le facteur de réponse choisi est de 1. Le seuil de détection pour tout produit organique est alors de l'ordre de 10 ppb.
- Détection par spectrométrie à émission de flamme (appareil portatif de contrôle de contamination dit AP4C) qui permet la mise en évidence des atomes de phosphore, d'azote, d'arsenic et de soufre à de très faibles concentrations dans l'air.

b) Résultats

Détections espace de tête						
	Lagune 1		Lagune 2		Lagune 3	Lagune 4
	échantillon 1	Sédiment 4	Echantillon 1	Echantillon 3	Echantillon 3	
CO	0 ppm	0 ppm	0 ppm	4 ppm	0 ppm	0 ppm
LEL	10%	20%	30%	52%	18%	38%
H2S	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm	0 ppm
AP4C	Abscence S/N	Abscence S/N	Abscence S/N	CH	Abscence S/N	Abscence S/N
PID	<1 ppm	2 ppm	3 ppm	<1 ppm	3 ppm	1,5 ppm

Les résultats de l'explosimètre catalytique mettent en évidence la présence de produits inflammables.

Les résultats sur l'AP4C confirment l'absence de composés soufrés à des teneurs supérieures à 100 ppb

Le PID met en évidence la présence de composés organiques volatiles (COV) de l'ordre de quelques ppm.

3) Analyse par GC-MS

a) Prélèvements et analyses

4 prélèvements sur tube tenax TA (60/80 mesh, 30 mg) ont été effectués au moyen d'une pompe manuelle afin de déterminer par couplage TD-GC-MS (spectrométrie de masse), les produits organiques présents dans les flacons des lagunes 1, 2 et 4.

Les méthodes d'analyse par spectrométrie de masse sont décrites dans l'annexe 3 de ce rapport.

b) Résultats

L'analyse par GC-MS permet de mettre en évidence la présence de :

- 1-hexanol, 3,3,5, triméthyl
- hydrocarbures aromatiques
- hydrocarbures aliphatiques

Les chromatogrammes sont représentés en Annexe 4 de ce rapport.

4) Conclusions

Les analyses réalisées ont permis de caractériser dans l'ensemble des espaces de tête des flacons contenant des boues des lagunes 1 à 4 :

- La présence majoritaire :
 - De dioxyde de carbone
 - De méthane
- La présence en faible quantité de composés organiques volatils.
- L'absence de produits soufrés à des teneurs supérieures à 100 ppb.

Un test de brassage durant 1 min a été réalisé sur l'échantillon 1 de la lagune 1 : absence de détection

Un test de chauffage à 60°C durant 20 min a été réalisé sur l'échantillon 1 de la lagune 1 : absence de détection

Le chef de cellule VDIP



Capitaine Cédric PASQUIER

ANNEXE 1 : protocole d'analyse des gaz par spectrométrie IRTF

L'IRTF du SDMIS est destiné en priorité à l'identification de composés gazeux toxiques suite à un accident ou un attentat chimique. Il s'agit d'un spectromètre Nicolet IS10 (ThermoFisher) présentant les caractéristiques suivantes :

- Séparatrice en BaF₂
- Linéarité de 0 à 3 unités d'absorbance
- Résolution minimale 0.5 cm⁻¹
- Vitesse de balayage allant de 0.3165 à 3.1647 cm.s⁻¹

Ce spectromètre est équipé d'une installation permettant l'analyse et le prélèvement de gaz ou de vapeurs.

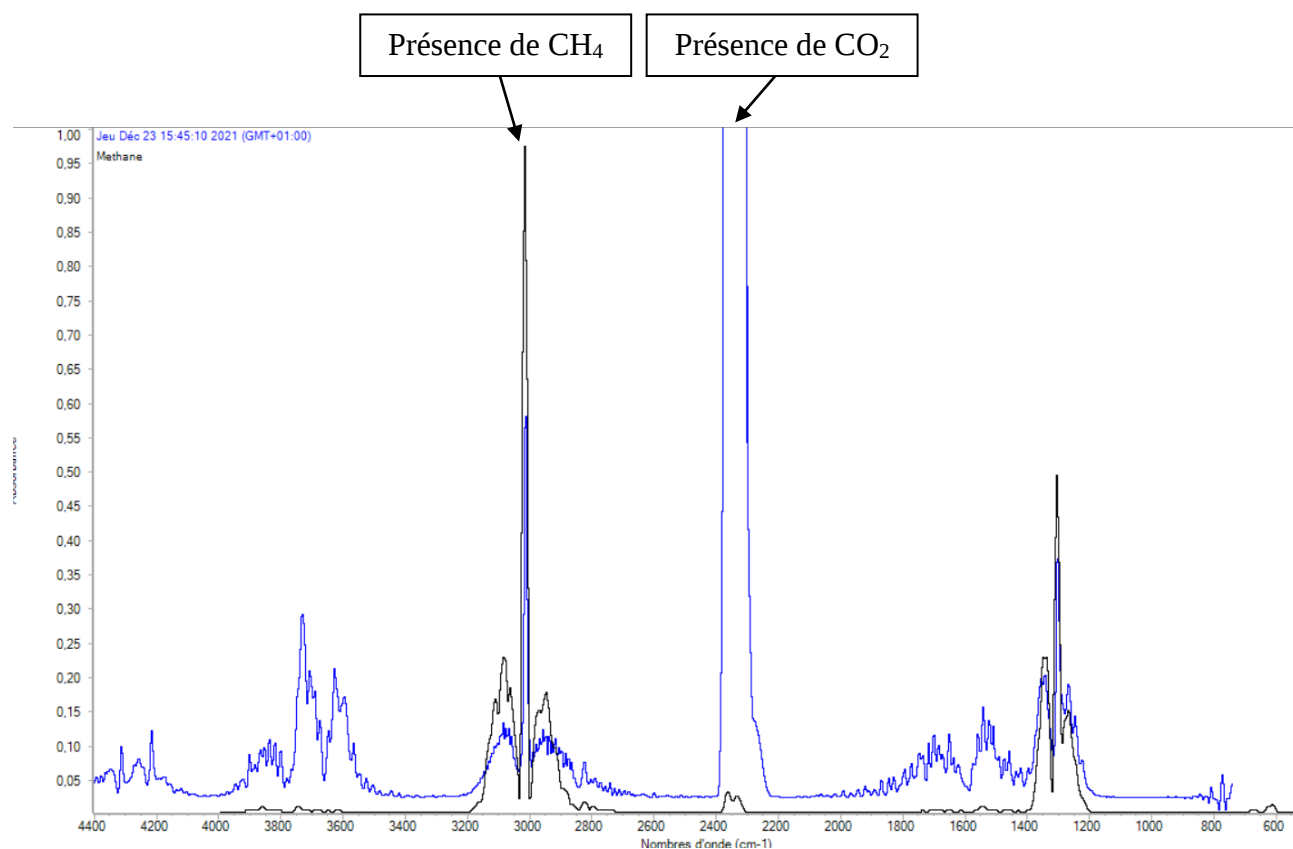
La cellule à gaz présente les caractéristiques suivantes :

- Le volume de la cellule est de 200 ml
- Le trajet optique est de 2 m, à réflexions multiples
- Le domaine de transmission s'étend de 750 cm⁻¹ à 10000 cm⁻¹ (limites max de gamme)

Conditions opératoires :

- Nombre de balayages : 10
- Résolution : 8 cm⁻¹
- Gain : Autogain
- Vitesse de balayage : 0.4747 cm.s⁻¹
- Gamme spectrale : de 750 cm⁻¹ à 4400 cm⁻¹
- Correction atmosphérique automatique

ANNEXE 2 : résultats de l'analyse par IR-TF



ANNEXE 3 : protocole d'analyse des gaz par GC-MS

L'appareil d'analyse est un couplage TD-GC-MS BRUKER E2M.

L'analyse par TD-GC-MS est réalisée dans les conditions suivantes :

- Gaz vecteur : air
- La thermo désorption du tube de prélèvement se fait pendant 60 s à 240 °C
- La séparation est effectuée sur colonne capillaire phase apolaire MXT1 de longueur 15 m, diamètre interne 0.32 mm et 5 µm d'épaisseur de phase.

Le programme de température de la colonne est le suivant :

- 25 °C / min de 45 à 100 °C
- 35 °C / min de 100 à 220 °C
- Palier de 15 minutes à 220 °C

L'analyse se fait au niveau du détecteur de masse E2M par balayage des masses de 45 à 350 (EI = 70 eV, analyseur quadripolaire et source à 120 °C).

Les spectrothèques utilisées pour l'identification sont la NIST et la CWAlib fournies par BRUKER.

ANNEXE 4 : résultats de l'analyse par GC-MS

