



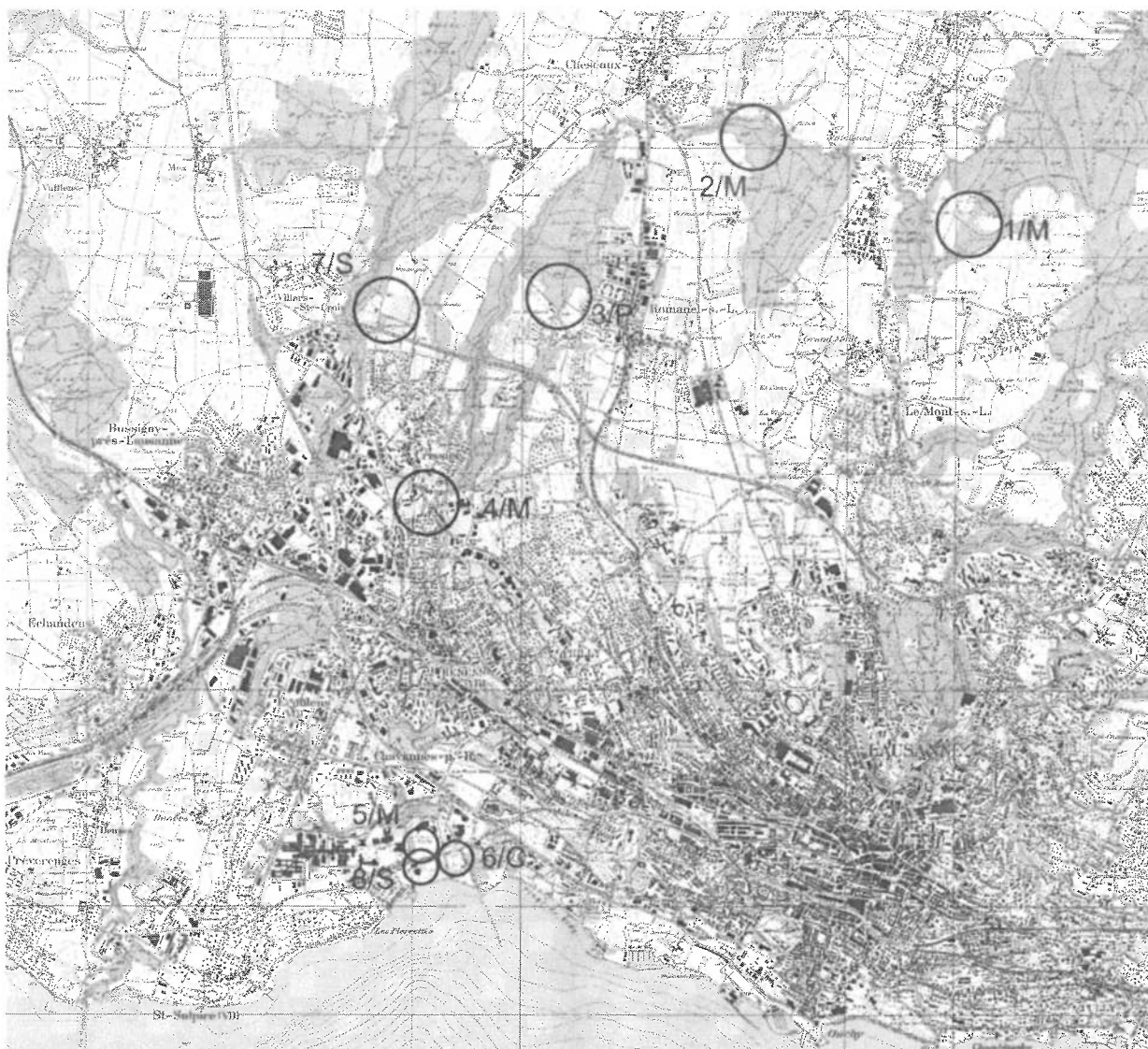
FACULTE DE L'ENVIRONNEMENT NATUREL, ARCHITECTURAL ET CONSTRUIT (ENAC)
INSTITUT D'INGENIERIE DE L'ENVIRONNEMENT (IIE)
CENTRAL ENVIRONMENTAL LABORATORY (GR/CEL)

GR A1 382, Bât GR, Station 2, CH-1015 Lausanne
Téléphone +41 (0)21 693 27 29

COURS "ANALYSE DES POLLUANTS DANS L'ENVIRONNEMENT"

Travaux pratiques Bachelor semestre 5 (2019-2020)

TP Analyse des polluants dans l'environnement – semestre automne 2011



Cours d'eau	Site	N° site	Priorité	caractéristiques	Accès
Mèbre	Amont route Cugy-le Mont	1/M	1	En amont des STEP de Cugy et Morrens	Sentier, passerelle
Mèbre	Amont Cheseaux	2/M	2	En aval des STEP de Cugy et Morrens	Passerelle Le Bouzenet
Mèbre	Entre autoroute et Crisser	4/M	3	Aval Pétause	Unil-EPFL
Mèbre	Dorigny, amont Chamberonne	5/M	1	Aval Renens	Unil-EPFL
Pétause	Taulard	3/P	1	Amont Taulard	
Chamberonne	Dorigny	6/C	1	Aval confluence Mèbre-Sorge	Unil-EPFL
Sorge	Amont autoroute	7/S	1	Amont zone urbanisée	Villars-St Croix
Sorge	Dorigny	8/S	1	Aval Ecublens-Crissier	Unil-EPFL

Table des matières

Description des signaux de danger	1
Extraction par ultrason des PCBs dans les échantillons solides	2
Méthode de désulfurisation avec avec le cuivre	3
Purification des PCBs par chromatographie sur colonne de Florisil + Cu	4
Concentrations du standard de PCBs et formule de calcul	5
Extraction des métaux lourds dans les sols (méthode « OSOL »)	6

Symboles de danger

Caractéristiques typiques
(voir mentions de danger sur l'étiquette)

Mesures
(voir conseils de prudence sur l'étiquette)

Exemples



ATTENTION DANGEREUX

Peut causer des irritations cutanées, des allergies, des eczémas ou une somnolence. Intoxication possible dès le premier contact avec le produit. Peut endommager la couche d'ozone.

Eviter le contact avec la peau. N'utiliser que la quantité absolument nécessaire. Refermer soigneusement après usage.

Pastilles lave-vaisselle, produits de nettoyage, eau de Javel



EXTRÊMEMENT INFLAMMABLE

Peut prendre feu au contact d'une flamme ou d'une étincelle, en cas de choc ou de frottements, sous l'effet de la chaleur, au contact de l'air ou de l'eau. Susceptible de s'enflammer spontanément s'il n'est pas stocké correctement.

Tenir à l'abri des sources d'inflammation. Avoir un moyen d'extinction adapté à portée de main. Conserver le produit à la bonne température. Refermer soigneusement après usage.

Allume-feu, huiles pour lampes, bombes aérosol, solvants



COMBURANT

Peut provoquer un incendie ou attiser un feu. Libère de l'oxygène lorsqu'il brûle, requiert donc un moyen d'extinction du feu adapté. Il est impossible d'éteindre le feu.

Toujours stocker à l'écart de matériaux inflammables. Avoir un agent extincteur à portée de main. Refermer soigneusement après usage.

Eau oxygénée, produits de blanchiment



EXPLOSIF

Peut exploser au contact d'une flamme ou d'une étincelle, en cas de choc ou de frottements, ou sous l'effet de la chaleur. Susceptible d'exploser spontanément s'il n'est pas stocké correctement.

A utiliser uniquement par des experts ou du personnel spécialisé. Tenir compte de la température ambiante lors du stockage et de l'utilisation. Refermer soigneusement après usage.

Nitroglycérine



GAZ SOUS PRESSION

Contient des gaz comprimés, liquéfiés ou dissous. Les gaz invisibles peuvent se disperser sans que personne ne s'en aperçoive. Les récipients contenant des gaz comprimés peuvent exploser sous l'effet de la chaleur ou s'ils sont déformés.

Stockier à l'abri des rayons du soleil, dans un endroit bien ventilé (pas à la cave). Refermer soigneusement après usage.

Bombonnes de propane ou de butane, cartouches de CO₂ servant à fabriquer de l'eau gazeuse



DANGEREUX POUR LE MILIEU AQUATIQUE

Peut nuire, en faibles quantités déjà, aux organismes aquatiques (poissons, insectes et plantes), immédiatement ou à long terme.

Respecter les mentions de danger et les conseils de prudence figurant sur l'étiquette et suivre le mode d'emploi et les indications de dosage. Rapporter les produits entamés ou inutilisés au point de vente ou dans un centre de collecte pour déchets spéciaux.

Produits anti-moisissures, sprays insecticides, produits d'entretien pour piscine, huiles moteur



CORROSIF

Peut provoquer de graves brûlures en cas de contact avec la peau ou les yeux. Susceptible d'endommager certains matériaux (p.ex. textiles). Nocif pour les animaux, les plantes et les matériaux organiques de toute sorte.

Toujours porter des gants et des lunettes de protection pour utiliser le produit. Refermer soigneusement après usage.

Nettoyants pour four, détartrants, détergents pour canalisations, produits d'entretien très puissants, concentrés de produits de nettoyage



DANGEREUX POUR LA SANTÉ

Peut endommager certains organes. Susceptible de porter gravement atteinte à la santé, immédiatement ou à long terme, de provoquer un cancer, d'endommager le patrimoine génétique ou d'affecter la fertilité ou le développement. Peut être mortel en cas de pénétration dans les voies respiratoires.

Ne jamais ingérer, éviter tout contact inutile, penser aux effets nocifs à long terme. Refermer soigneusement après usage.

Essence, méthanol, vernis, allume-feu, huiles pour lampes, certaines huiles essentielles



TRÈS TOXIQUE

Même en petites quantités, peut provoquer de graves intoxications ou entraîner la mort.

Manipuler avec la plus grande prudence. Porter des protections tels que gants et masque lors de l'utilisation. Eviter toute mise en danger d'autrui. Refermer soigneusement après usage.

Produits pour lutter contre les rats et les souris

Impressum

© Office fédéral de la santé publique OFSP
Éditeur: Office fédéral de la santé publique OFSP
Dans le cadre de la campagne commune SGH pour l'information en toute sécurité des produits chimiques au quotidien, deux autres principaux partenaires: OFSP, OFST, BECO, OFNE, OFAG et SGA
Date de publication: juillet 2013

Publication également disponible en allemand et en italien. Des exemplaires supplémentaires de cette brochure peuvent être commandés gratuitement à: OFCL, Service des publications fédérales, CH-3003 Berne
E-mail: www.publikationen@edem.ch
Numéro de commande OFCL: 811.784.1
Numéro de publication OFSP: VS 07.13 100'000d 20'000f 10'000i 40EXT1308

www.ofsp.admin.ch
www.infocchim.ch



A télécharger dès maintenant et gratuitement (Android et Apple): la nouvelle application [infochim](http://infochim.ch) avec un lien direct vers le numéro d'urgence (145).



INFOCHIM.ch

Extraction par ultrason des PCBs dans les échantillons solides

Matériel

Appareil à ultrason 35KHz
Tube à centrifuger de 30ml
Centrifugeuse
Entonnoir en verre
Cylindre gradué de 50ml
Ballon cœur de 100ml

Produits

Sulfate de sodium	Merck
Cyclohexane	Romil SPS
Acétone	Romil SPS
Cuivre activé	Merck

Procédure

10g d'échantillon sont introduits dans un tube à centrifuger de 30ml. Ajouter 15ml d'un mélange cyclohexane:acétone 80:20. Refermer le tube et le mettre dans l'appareil à ultrason pendant 10min. Laisser décanter 5-10min. Récupérer l'extrait organique dans un ballon cœur de 100ml en le filtrant sur un entonnoir de sulfate de sodium. Répéter l'opération encore 1 fois. Laver l'entonnoir avec 5ml de cyclohexane. Ajouter 2g de cuivre activé dans le ballon et concentrer au Rotavapor jusqu'à environ 1 ml et purifier.

Méthode de désulfurisation avec le cuivre

Matériel

- Pompe à vide
- Filtre Schleicher & Schuell no.604, diamètre 55mm ou SS 595 (70mm) ref 10311608)
- Becher en verre 600ml
- Becher en verre 100ml
- Plaque à agitation avec barreau magnétique
- Spatule inox
- Buchner, diamètre 70mm
- Fiole à filtrer 1L

Réactifs

- cuivre en poudre (Merck 2703)
- acide nitrique 65% p.a. (Merck 456)
- eau MQ trace analysis
- acétone trace analysis
- n-hexane trace analysis

Mode opératoire

- Activation du cuivre : (pour 8 échantillons)
Travail à faire sous chapelle. Préparer dans un Becher de 600ml, 350ml d'acide nitrique 2N (diluer 7x acide nitrique 65% : 300ml eau MQ + 50ml acide). Placer le Becher sur la plaque d'agitation avec un barreau magnétique et agiter doucement. Peser dans le Becher de 100ml, 70g de cuivre puis l'ajouter lentement dans l'acide (attention : forte réaction et dégagement de vapeur). Lorsque tout le cuivre a été ajouté, laisser agiter encore 10 minutes. Filtrer cette solution sur un Buchner de 70mm (filtre S&S no. 604, 55mm) équipé d'une fiole à filtrer de 1L. Rincer le cuivre avec 2 x 50 ml d'eau MQ. Vérifier le PH (= 6-7). Au besoin, faire des lavages supplémentaires. A l'aide de la pompe, appliquer un léger vide. Laver le cuivre avec respectivement 50ml d'acétone et 50ml d'hexane. Laisser sécher sous vide pendant 5-10 minutes. Le cuivre est prêt à être utilisé. En cas de stockage, garder le cuivre dans un dessiccateur sous atmosphère inerte (N₂).

Purification des PCBs par chromatographie sur colonne de Florisil

Matériel

1 colonne en verre pour la chromatographie (40cm x 1cm)
1 ballon cœur de 100ml
1 becher de 50ml
1 cylindre gradué de 50ml
1 petite fiole en verre
four à moufle
1 coupelle en porcelaine
laine de verre

Produits

Florisil (silicate de magnésium) 60-100 mesh (Fluka 46385)
n-hexane (Carlo Erba)
eau supra pur MQ
sulfate de sodium anhydre (Merck)
isooctane (Romil)

Mode opératoire

Préparation de l'adsorbant

Le Florisil est activé à 640°C pendant 2 heures, ensuite refroidi à 130°C pendant 2 heures en le laissant dans une étuve, puis refroidi à température ambiante au dessiccateur. Le Florisil est désactivé avec l'addition de 4% poids/poids d'eau supra pur MQ. Une fois activé, il est stocké dans des bouteilles brunes à l'abri de la lumière et doit être utilisé dans les 24 heures qui suivent.

Préparation de la colonne

Remplir avec du n-hexane une colonne de chromatographie équipée d'un robinet et préalablement munie d'un manchon de laine de verre. Ajouter 5g de Florisil, lentement et en tapotant pour éviter des bulles d'air. Verser par dessus 4g de sulfate de sodium anhydre. Tasser en tapotant les parois de la colonne. Vider le n-hexane jusqu'à environ 0.5 cm du niveau supérieur du sulfate de sodium.

Entraînement par solvant de l'échantillon

Ajouter l'extrait concentré précédemment avec une pipette Pasteur. Eluer jusqu'à 0.5 cm. Rincer le ballon avec quelques ml de n-hexane. Rajouter dans la colonne en rinçant les parois. Eluer presque à sec. Ajouter et éluer avec 50 ml de n-hexane, 1-2 gouttes par seconde. Recueillir le n-hexane dans un ballon cœur de 100ml. Evaporer au Rotavap jusqu'à 1 ml. Transvaser quantitativement l'extrait, à l'aide d'une pipette Pasteur, dans une petite fiole en verre préalablement pesée. Rincer le ballon avec 3 x 1ml d'isooctane. Concentrer sous flux d'azote à 0.5 ml. Peser la fiole et la fermer avec un septum puis l'injecter sur un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur de masse (GC-MS).

Concentration du standard de PCB (LIN 10)

	PCB	
	CB	ng/ml
	28	33.0
	52	46.9
	101	36.0
	149	35.9
	118	30.8
	153	32.8
	105	26.4
	138	32.5
	128	31.5
	156	25.0
	180	29.1
	170	30.0

Formule de calcul pour déterminer la concentration en polluant dans un échantillon:

$$C = \frac{H_e}{H_s} * C_s * \frac{V}{P}$$

C: concentration polluant X (ng/g) ou (ng/L)

He: hauteur ou surface de l'échantillon

Hs: hauteur ou surface du standard

Cs: concentration du standard X (ng/ml)

V: volume final de l'extrait de l'échantillon (ml)

P: prise de départ de l'échantillon(g poids sec)ou(L)

Extraction des métaux lourds dans les sols (méthode « OSOL » simplifiée) EPFL, IATE-Pédologie

Principe :

Méthodes standards mises au point par la FAC Liebefeld pour estimer les teneurs métaux lourds « totales (HNO₃ 2M).

Réactif :

- HNO₃ 2M Ajouter 138.5ml HNO₃ p.a. dans 700ml d'eau suprapur (Milli-Q) puis compléter à 1L.

Matériel

- Erlenmeyers de 125ml
- bouteilles en polyéthylène de 50ml
- bain-marie avec agitation horizontal
- dispositif de filtration
- verre de montre

Procédure

- 1) Peser 5g de sédiment sec tamisé à 2mm dans un Erlenmeyer de 125ml
- 2) Ajouter 50ml de HNO₃ 2M et couvrir avec un verre de montre
- 3) Chauffer au bain-marie à 100°C pendant 1h30
- 4) Filtrer à chaud la suspension sur filtre plissé S+S 602 ½ dans une bouteille en PE de 50ml.
- 5) Doser les métaux par spectrométrie d'émission plasma ou par absorption atomique.

Calculs :

Soit : **P** : Poids du sol sec [g]

V : volume final [ml]

R : résultat du dosage [mg/l]

$$[\text{mg/kg}] = [\text{ppm}] = \mathbf{R} \times \mathbf{V} / \mathbf{P}$$

Pour HNO₃ (5g dans 50ml) $[\text{ppm}] = \mathbf{R} \times 10$

Sources :

OFEPP/FAC, Directives pour le prélèvement d'échantillons de sols et l'analyse de substances polluantes, 24p, Bern février 1987.