



**intersol'2017**

Congrès-Exposition International sur les Sols, les Sédiments et l'Eau  
International Conference-Exhibition on Soils, Sediments and Water

## TEMPAIR

# Evaluation des échantillonneurs passifs et des filtres anti-humidité pour les gaz du sol

**ADEME**



Agence de l'Environnement  
et de la Maîtrise de l'Energie

Corinne HULOT  
[corinne.hulot@ineris.fr](mailto:corinne.hulot@ineris.fr)



maîtriser le risque  
pour un développement durable

Sylvie TRAVERSE  
[s.traverse@burgeap.fr](mailto:s.traverse@burgeap.fr)



### Enjeux de la qualité de l'air intérieur

- Impact des pollutions de sol sur la qualité de l'air
- Gestion des sites à passif environnemental
- Bonne connaissance des concentrations en polluants volatils dans les gaz du sol pour l'établissement des mesures de gestion

### Mesures

- *Quelle représentativité spatiale et temporelle des mesures ?*
- **Intérêts et limites des échantillonneurs passifs pour les gaz du sol ?**
- **Quel intérêt d'utiliser des filtres anti-humidité pour les gaz du sol ?**

### ➤ **Projet R&D co-financé TEMPAIR (2014-2016)**

- ✓ *Axe 1 : Lien entre variations de concentrations et facteurs d'influence (gaz du sol et air intérieur)*
- ✓ **Axe 2 : Echantillonneurs passifs**
- ✓ **Axe 3 : Filtres anti-humidité**



### Les prélèvements d'air à l'intérieur (et l'extérieur) d'un bâtiment, des gaz du sol

- une composante importante des démarches de gestion des sites et sols pollués
- **Nécessité de connaître les concentrations dans les sols, la nappe et les gaz du sol (milieu intégrateur)**

### Pour les gaz du sol, classiquement, en France

- mise en œuvre de prélèvements dynamiques sur des supports adsorbants
- plus occasionnellement par aspiration naturelle (Canister®)
- des prélèvements d'une durée maximale de quelques heures à 24 heures



### Dans la littérature, mise en évidence des variations temporelles des concentrations

### D'autres dispositifs, pour

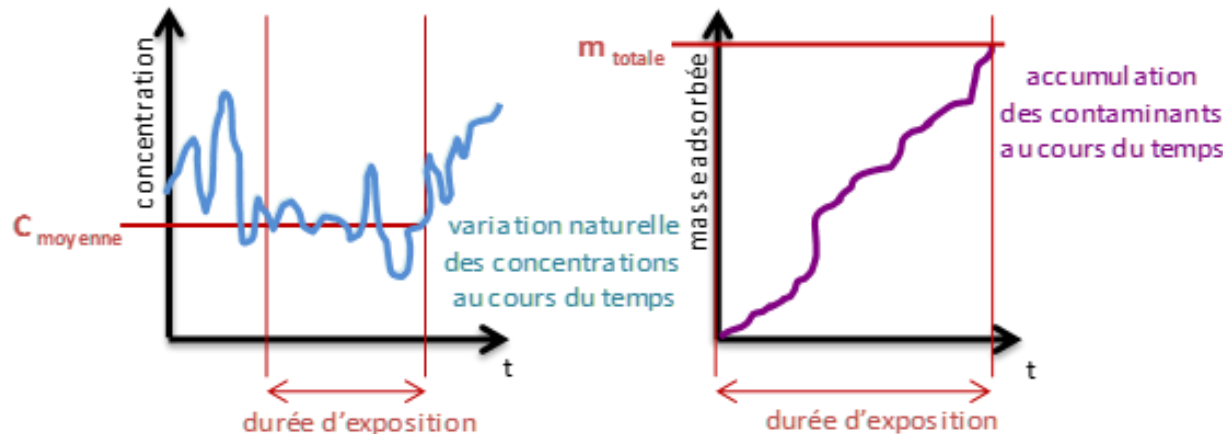
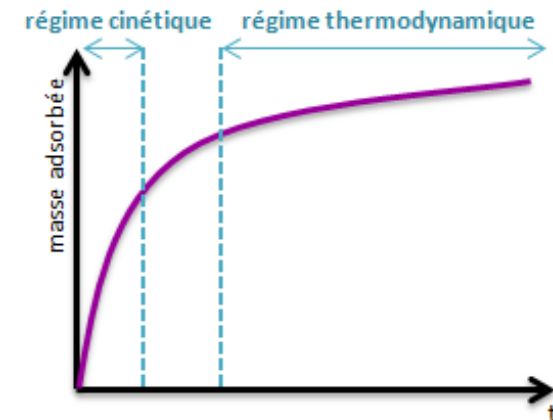
- mieux intégrer les variations temporelles des concentrations
- mieux appréhender des mécanismes de transfert
- *et in fine* évaluer les expositions des populations
- avec des durées de prélèvement *significativement* plus longues

- **Les échantillonneurs passifs (EP) pour l'acquisition de concentrations moyennes sur une durée de plusieurs jours, semaines**



## Principe des échantillonneurs passifs intégratifs

- La diffusion, régie par le gradient de concentrations (loi de Fick), migration spontanément vers des zones à plus faible concentration, pénétration à l'intérieur de l'EP
- Accumulation des substances adsorbées en continu au sein même de l'EP



➤ Un résultat moyen sur toute la durée de prélèvement, intégrant les variations



### Les principaux éléments d'un EP

- un adsorbant avec des caractéristiques physico-chimiques adaptées aux objectifs des prélèvements envisagés
  - à la nature des molécules étudiées
  - aux gammes de concentrations
  - aux durées de prélèvement
- un ou plusieurs éléments protégeant l'adsorbant du milieu étudié, mais permettant néanmoins la diffusion des gaz, et d'autres éléments de protection de l'adsorbant ou du dispositif, par exemple
  - une membrane hydrophobe
  - un sac grillagé
  - un corps diffusif poreux
  - un tube en acier inoxydable muni ou pas d'une tête de diffusion (grille)
  - un vial en verre muni d'une tête de diffusion



SPG-0008  
de AGI



TIPS de AGI

(en développement)



BeSure  
sampler de  
BEACON











tube passif  
avec tête  
de diffusion

# Echantillonneurs passifs mis en œuvre

## Axe 2 – Evaluation des EP dans les gaz du sol

## Projet TEMPAIR

Résultat	masse				
	conversion en concentration				
Matrice échantillonnée	Air intérieur et extérieur	Air intérieur et extérieur	Air intérieur et extérieur	Air intérieur et extérieur	Air intérieur et extérieur
	Gaz du sol	Gaz du sol	Gaz du sol	Gaz du sol	(Gaz du sol)
	  <b>BeSure® Sampler</b> (vial en verre avec capuchon grillagé et adsorbants brevetés )	 <b>SPG-0008</b> (membrane GoreTex® et adsorbants brevetés)  <b>TIPS, en développement</b> (membrane GoreTex® et adsorbants brevetés)	 <b>tube en acier inox avec adsorbant</b> (spherocarb ou carbotrap ou chromosorb 106), avec tête de diffusion depuis 08/2015	 <b>tube en acier inox avec adsorbant Radiello® 145,</b> avec tête de diffusion 	 <b>corps diffusif avec adsorbant Radiello® 145</b>
Constructeurs/ Fournisseurs/ Analyses	<b>BEACON</b> Environnemental Service Inc (USA)	<b>Amplifeid</b> Geochemical Imaging LLC - AGI (USA)	<b>BEACON</b> Environnemental Service Inc (USA)	conditionnement d'un tube Perkin Elmer et d'un adsorbant Radiello® 145 (INERIS, développement interne)	<b>Radiello®,</b> représentants de la marque et laboratoires

## Expression des résultats, en fonction des EP

- en masse

- masse convertie en concentration



## Connaissance du taux d'échantillonnage

- déterminé expérimentalement par le constructeur via des essais en chambre à atmosphère contrôlée, pour chaque composé chimique

$$\tau_{\text{échantillonnage}} = D_{\text{air}} \frac{A}{L}$$

## Conversion des masses adsorbées en concentrations pour les gaz du sol

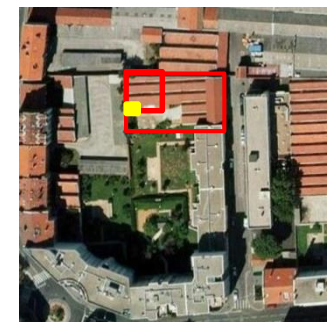
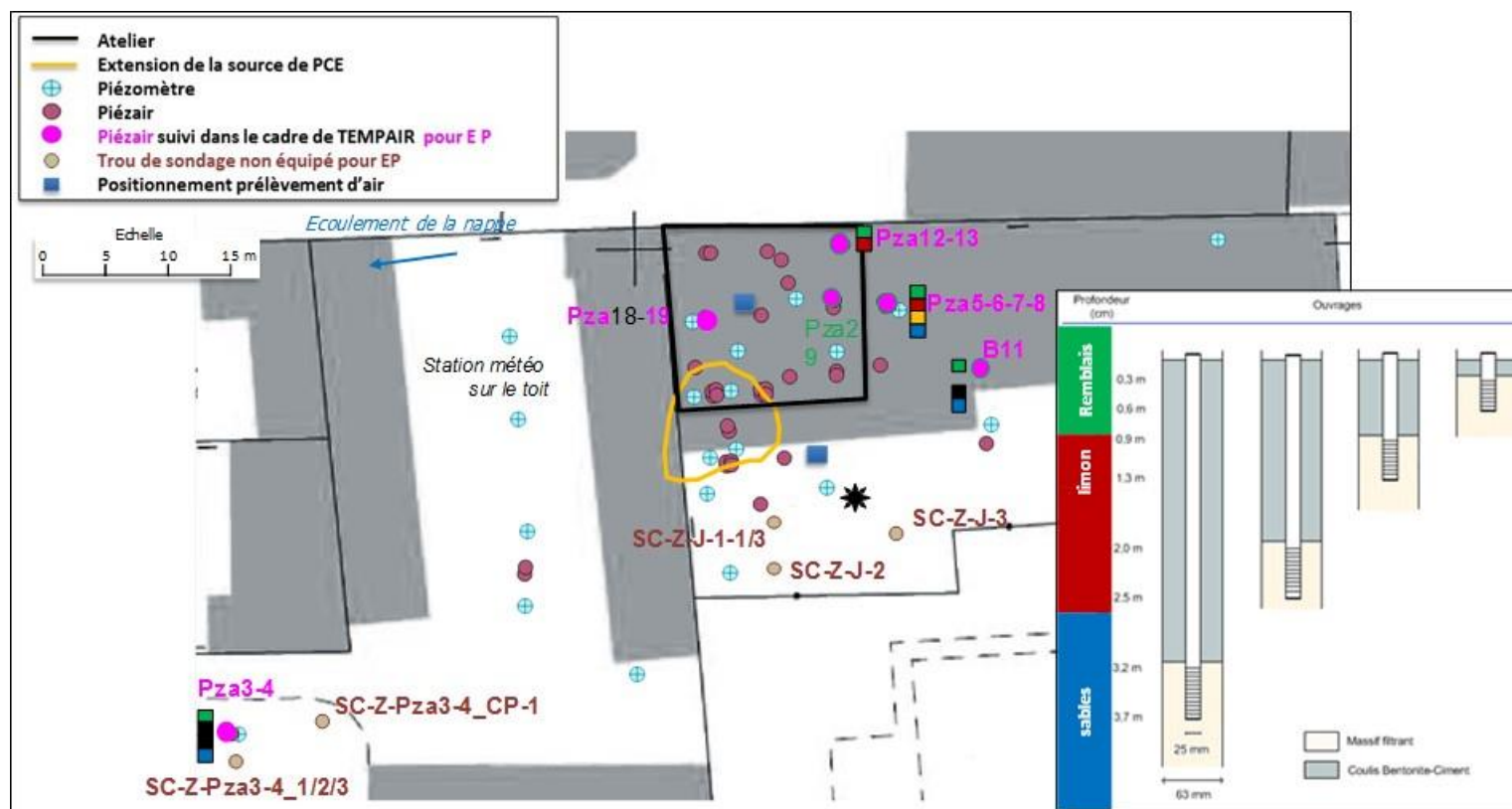
- cas du Besure Sampler de BEACON : pas de résultats transmis en concentration
- cas des EP tube Chromosorb 106 de BEACON sans tête de diffusion et tube Radiello® 145 avec tête de diffusion : conversion « classique »
$$C = \frac{m_{\text{adsorbée}}}{t_{\text{exposition}} \times \tau_{\text{échantillonnage}}}$$
- cas des EP de AGI : conversion avec d'autres paramètres du sol (porosité, etc.)
  - mesurés spécifiquement sur le site
  - ou sur la base d'une seule information lithologique transmise au laboratoire d'analyses et le recours à des valeurs bibliographiques (par ex. table dans *Johnson & Ettinger modeling equation inputs, US EPA, 2003*)
$$C_{\text{gaz du sol}} = \frac{C}{E}$$
$$E = \frac{D_{\text{eff}}}{D_{\text{air}}} = \theta^{4/3} (1 - \varepsilon)^{10/3}$$



- dans ce dernier cas, pas recommandé de tenir compte de ces résultats comme quantitatifs ou sinon intégrer les incertitudes liées à ces choix aux résultats
- gamme de valeurs du facteur « E » d'après AGI : de 0,005 à 0,4



- Source de tétrachloroéthylène (PCE) dans la zone non saturée
- Nappe à 5 mètres de profondeur
- Ouvrages permanents (piézairs) à différentes profondeurs de 0,3-0,7 m à 3,2-3,7 m
- Ouvrages temporaires : trous de sondage de sub-surface non équipés (fonçage manuel) et obturés par un bouchon étanche



FLUXobot



# Démarche mise en œuvre et moyens déployés

## Axe 2 – Evaluation des EP dans les gaz du sol

## Projet TEMPAIR

### 3 campagnes de mesures

### Expérimentations de 1 à 7 jours dans les gaz du sol, réalisées dans

- 5 trous de sondage de sub-surface non équipés et obturés par un bouchon étanche (mise en place de l'EP suite au fonçage manuel) au droit de 3 différentes zones, avec différentes gammes de concentrations
- 7 piézairs captant différents horizons lithologiques (sols sableux, limoneux) à différentes profondeurs, avec différentes gammes de concentrations (de quelques  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  au  $\text{g}/\text{m}^3$ )



### Avec la réalisation de prélèvements dynamiques sur charbon actif (CA)

- légèrement décalés pour les expérimentations dans les gaz du sol (avant et après les prélèvements avec les EP)
- « la concentration de référence », car dans ces cas, une faible variabilité temporelle des concentrations observées durant les périodes de tests

### Expérimentations de 1 à 8 jours en milieu contrôlé (air)

- afin de permettre de confirmer ou infirmer les tendances observées sur l'utilisation des EP dans les gaz du sol
- car l'air, un milieu dans lequel le comportement des gaz, mieux maîtrisé que dans les gaz du sol au sein d'un ouvrage temporaire ou permanent



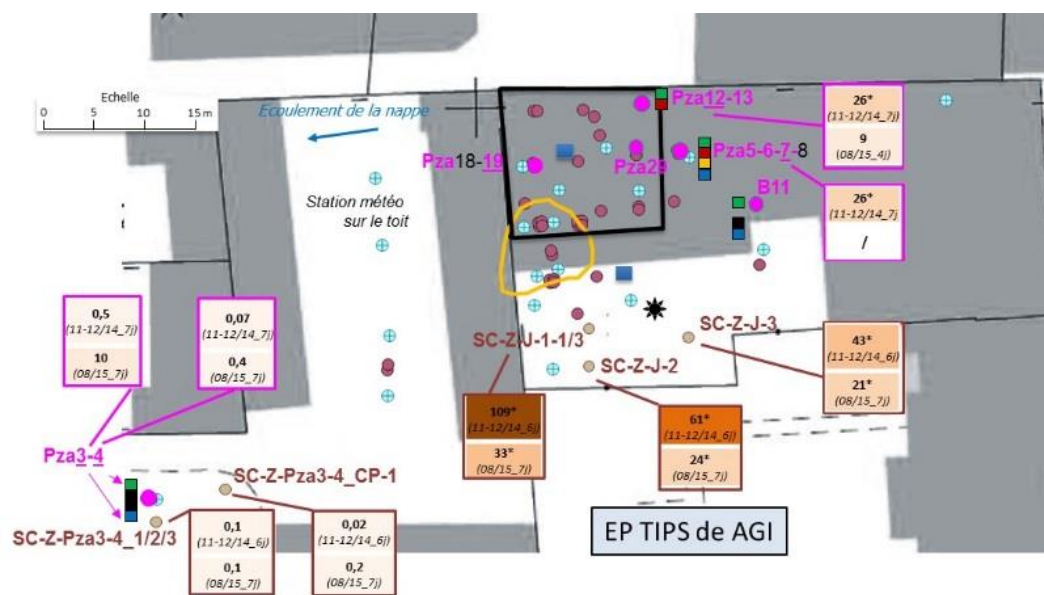
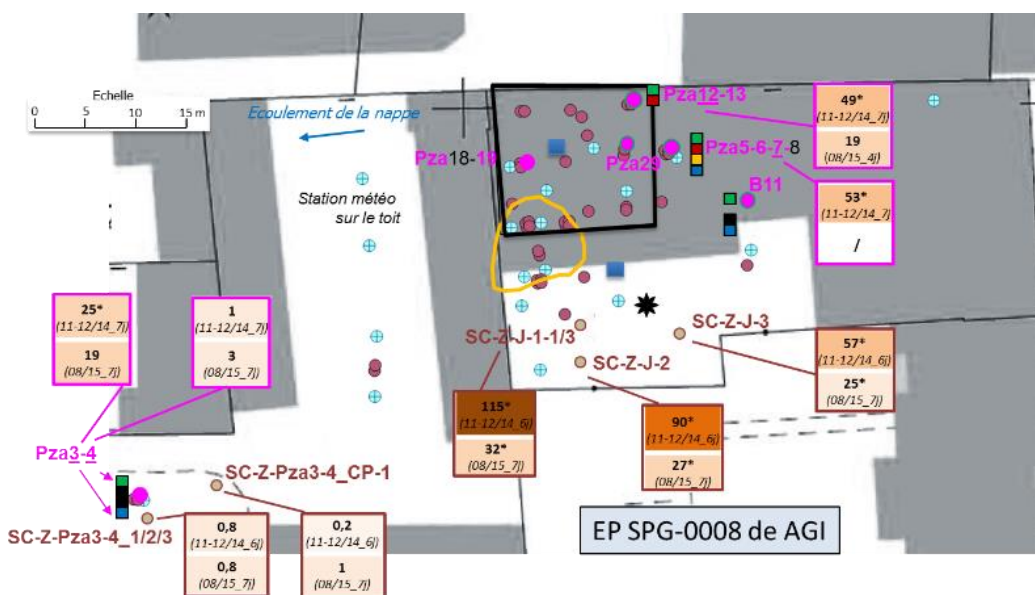
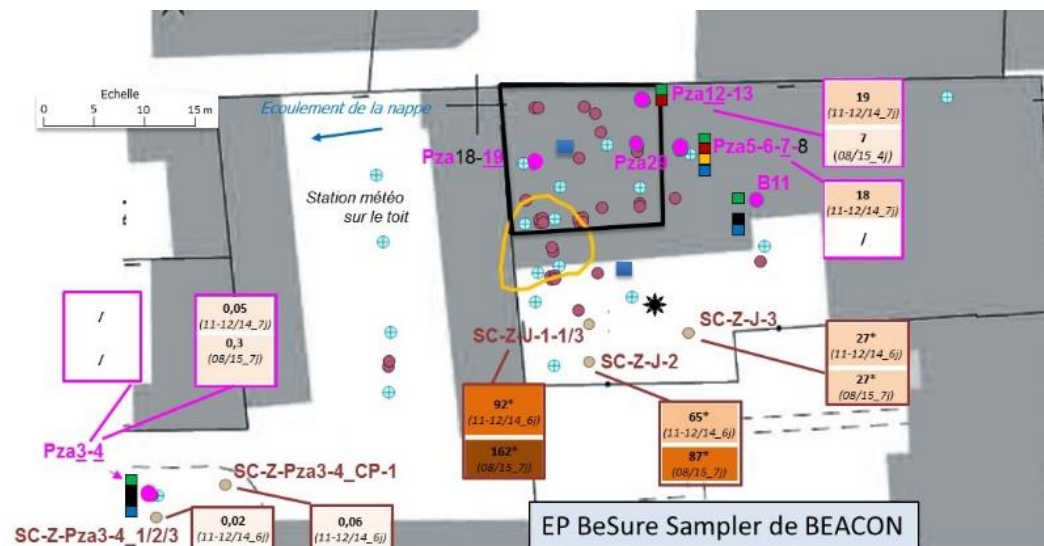
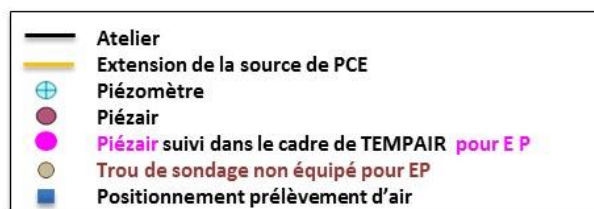
# Etude de screening – cartographie des résultats en masse

## Axe 2 – Evaluation des EP dans les gaz du sol

## Projet TEMPAIR

### Résultats en masse ( $\mu\text{g}$ ) du PCE dans les gaz du sol (trous de sondage de sub-surface et piézairs)

- Des résultats en masse cohérents entre les différents EP en termes de zonation



# Performances des EP dans les piézairs

## Axe 2 – Evaluation des EP dans les gaz du sol

## Projet TEMPAIR

### Pour les gammes de concentrations en PCE et durées d'exposition étudiées



Des résultats en concentrations comparables à ceux des prélèvements dynamiques avec CA (« concentration de référence »)

Mais fonction des EP, des gammes de concentrations et des durées d'exposition

Des écarts plus importants pour les concentrations élevées et/ou longues durées d'exposition

Des cas avec des valeurs qualifiées par le laboratoire comme des valeurs estimées

Concentration de « référence », PA avec CA (déb. - fin des prél. des EP) [mg/m <sup>3</sup> ] (I.A.=27%)	Durée d'exposition des EP [jour]	Concentration de l'EP au regard de la « concentration de référence » tenant compte des incertitudes analytiques			
		« EP SPG-0008 - AGI » (I.A.=16%)	« EP TIPS - AGI » (en développement) (I.A.=16%)	« EP tube avec chromosorb 106 - BEACON » (I.A.=50%)	« EP tube avec Radiello 145 », développement INERIS (I.A.=30%)
104 - 130	1	X			
14 -	1				
14 - 15	2				
14 - 15	4				
9 - 14	5	X			
85 - 92		X	X	X	
174 - 131		X	X		
373 - 275		X	X	-	
0,1 - <0,03	7				-
7 - 11		X	X		X
5 - 6					
3 - 10					
59 - 49		-	X		X

**Légende :** PA : prélèvement dynamique ; CA : Charbon actif ; I.A. : incertitude analytique ; < X : valeur inférieure à la limite de quantification égale à X ; - : EP non utilisé

similaire	variation < facteur 5	variation > facteur 10	X : valeurs qualifiées par le laboratoire comme des valeurs estimées (masse supérieure à la gamme de calibration analytique)
-----------	-----------------------	------------------------	--



## REX pour d'autres gammes de concentrations

### Moyens mis en oeuvre

- Tests en « chambre contrôlée » (chambre INERIS) avec le contrôle notamment de la température, de l'humidité, des gammes de concentrations
- Site pilote équipé de piézairs

### Résultats des tests dans la chambre contrôlée

- Des concentrations mesurées comparables aux concentrations d'exposition
- Mais fonction des EP, des gammes de concentrations et des durées d'exposition
- Des écarts de concentration plus importants pour les concentrations élevées
- Des cas avec des valeurs qualifiées par le laboratoire comme des valeurs estimées



Concentration de « référence », PA avec CA [mg/m <sup>3</sup> ]  (I.A.=27%)	Durée d'exposition des EP [jour]	Concentration de l'EP au regard de la « concentration de référence » tenant compte des incertitudes analytiques					Autres conditions	
		« EP SPG-0008 - AGI »  (I.A.=16%)	« EP TIPS - AGI » (en développement)  (I.A.=16%)	« EP tube avec chromosorb 106 - BEACON »  (I.A.=50%)	« EP tube avec Radiello 145 », développement INERIS  (I.A.=30%)	« EP corps diffusif Radiello 145 »  (I.A.=30%)	T. moy. (°C)	H. moy. (%)
0,05	7						10	60
0,05	2						10	60
0,1						-	20	86
5		X					10	70
14		X					10	70
40		X				-	12	81
612		X	X			-	10	70

#### Légende :

PA : prélèvement dynamique ; CA : charbon actif ; I.A. : incertitude analytique ; - : EP non utilisé ; < X : valeur inférieure à la limite de quantification égale à X

Similaire	variation < facteur 5	variation > facteur 10	X : valeurs qualifiées par le laboratoire comme des valeurs estimées (masse supérieure à la gamme de calibration analytique)
-----------	-----------------------	------------------------	--



## Intérêts



- **Mise en œuvre** simple, rapide, absence d'apport d'énergie, absence de contrôle des débits des pompes (pas de prélèvement dynamique)
- **Caractéristiques** des EP
  - en présence de sols peu perméables (situation problématique pour un prélèvement actif)
  - absence de contrainte liée à l'humidité : présence d'une membrane poreuse hydrophobe, d'adsorbants hydrophobes
  - en fonction de leur géométrie, des durées d'exposition plus longues (tenant compte de certaines gammes de masses)
- **Conditionnement**
  - absence de conditions particulières lors du conditionnement et du transport (ni au froid, ni à l'abri de la lumière) pour certains EP

## Limites



- Pour certains EP
  - fournitures et analyses uniquement au USA
  - **questionnement** sur le choix des durées d'exposition au regard des concentrations attendues, de la gamme de validité des taux d'échantillonnage et de la capacité de l'adsorbant pour éviter la saturation
  - **faible REX** pour les longues durées d'exposition en présence de concentrations élevées
  - **faible REX** pour l'utilisation dans des piézairs et des ouvrages temporaires pour la conversion des masses adsorbées en concentrations
- des échanges nécessaires avec les fabricants/laboratoires



### Dimensionnement des investigations et choix des EP, fonction

- des objectifs de l'étude (screening, diagnostic, surveillance, évaluation des expositions, etc.)
  - vis-à-vis de l'intégration temporelle souhaitée
  - du type de résultats nécessaires, en masse ou conversion en concentration (les résultats en concentration n'étant pas fournis pour tous les EP)
- des caractéristiques de l'EP, tenant compte



- des spécificités du site
  - substances et concentrations attendues
  - durées d'exposition souhaitées, etc.
- des constituants et géométrie de l'EP
  - présence de membranes hydrophobes, d'adsorbants hydrophobes
  - taux d'échantillonnage
  - capacité d'adsorption
  - gamme de validité, etc..


Sampler Type	Uptake Rate	Sampling Duration
Tube (Axial)	Lower	Longer
Radial	Higher	Shorter



- les incertitudes associées à une utilisation de ces EP en dehors des conditions d'élaboration du taux d'échantillonnage par le fabricant, conduisent à recommander, dans certaines situations, l'utilisation des EP uniquement pour des études nécessitant des résultats en masse, et non convertis en concentration



### Poursuivre des travaux

- 
- Plus particulièrement en termes de quantification des concentrations pour les gaz du sol via des EP dans des trous de sondages de sub-surface ou dans des piézairs
    - approfondissement de l'étape de la conversion en concentration des résultats en masse
    - validité de l'intégration à cette conversion, pour certains EP,
      - des paramètres du sol (porosité, etc.)
      - des caractéristiques du piézair (influence du volume d'air entourant les EP)
  - Mise en œuvre d'essais complémentaires afin de consolider le REX
    - pour différentes durées d'exposition et gammes de masse
    - avec d'autres substances que le PCE : BTEX, fractions TPH, autres COHV

➤ **Permettre de proposer des recommandations dans différents contextes d'études et les cas pour lesquels les EP peuvent être complémentaires aux techniques de prélèvements dynamiques**

### Contexte

- Compétition d'adsorption étudiée vis-à-vis de la capacité totale d'adsorption et peu sur la compétition avant saturation des supports
- Recommandations de la future norme et du guide INERIS-BRGM (2016) en lien avec l'humidité relative élevée des gaz du sol
- Quel intérêt (et limites) de l'emploi de filtres anti-humidité ?

### Méthode

- 3 campagnes en 2015 avec des filtres, sur 3 piézaires captant différents horizons lithologiques
- Confrontation de mesures avec et sans filtre pour les prélèvements actifs sur charbon actif (extraction CS<sub>2</sub> et analyse GC-MS)
  - Filtres testés
    - RAE (Humidity Filtering II, agent non connu, calcium chloride?)
    - SKC (reference 226-44, sulfate de sodium anhydrite)
  - Pollution : PCE : (88 à 99%) & TCE (<12%)

### Expérimentations

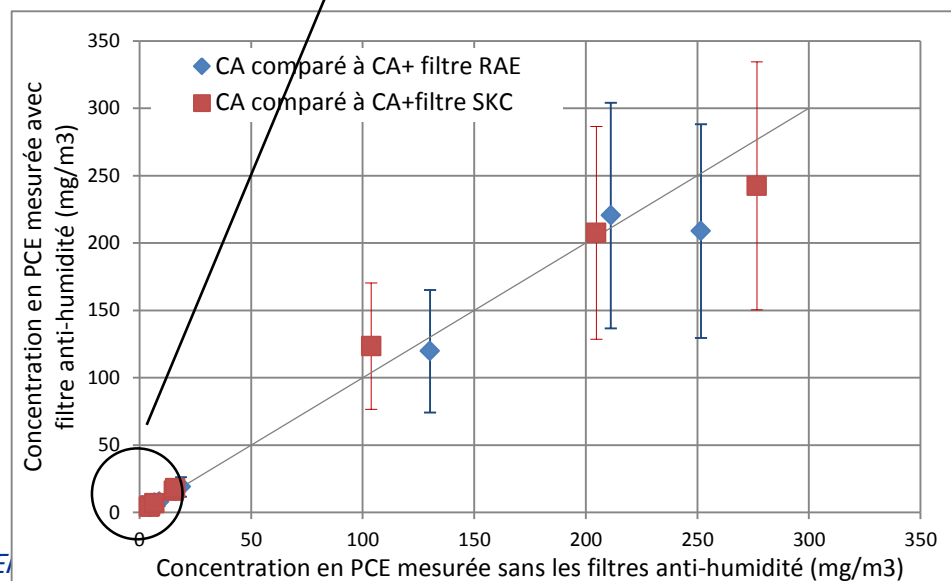
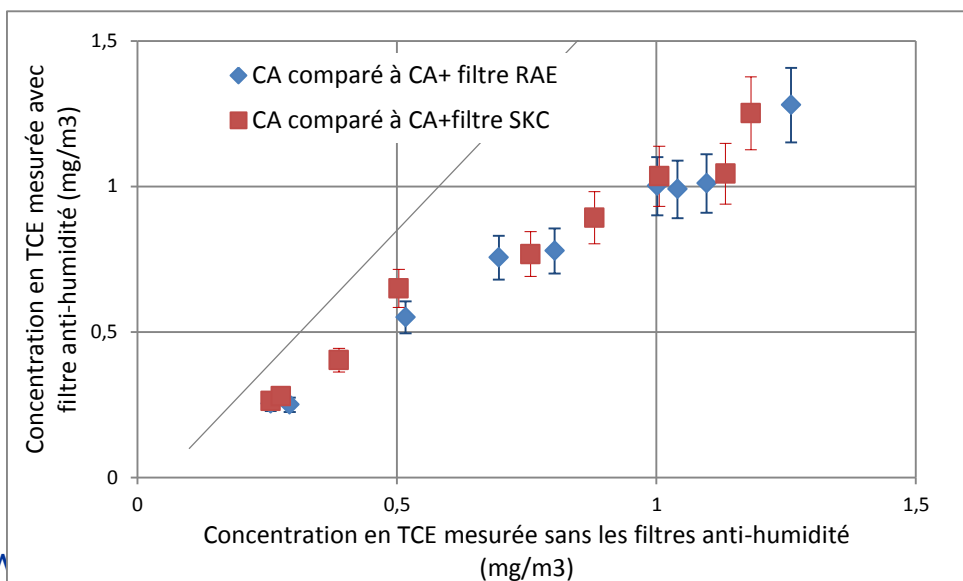
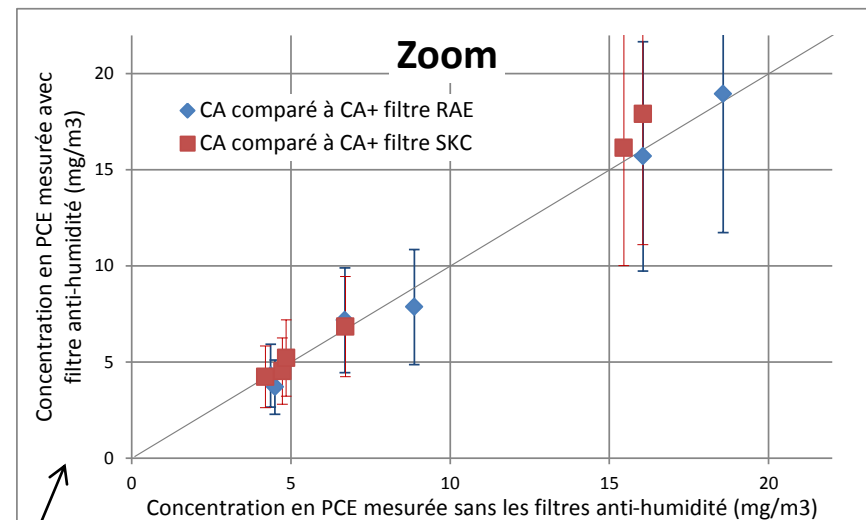
Horizon capté	Février 2015				Aout 2015				Octobre 2015			
	C(PCE) mg/m³	Volume pompé (l)	HR (%)	T (°C)	C(PCE) mg/m³	Volume pompé (l)	HR (%)	T (°C)	C(PCE) mg/m³	Volume pompé (l)	HR (%)	T (°C)
Remblais sableux	# 4	3	98%	6	# 16	3	100%	23	# 6	21	>97%	13
Limons	# 4	3	96%	6	# 18	3	100%	23	# 8	13	>99%	13
Sables	# 240	3	96%	6	# 120	3	88-93%	22	# 210	15	100%	13



## Comparaisons : Mesures avec filtres RAE ou SKC /r à celles sans ( $C_{\text{charbon}}$ $A_{\text{ctif}}$ seul)

- PCE : écarts de -18 à +19%
- TCE : écarts de -14 à +29%
- Ecart sans lien apparent avec la période, l'humidité, la température ou la lithologie

➔ **Écarts modérés à faibles au regard des incertitudes sur les analyses (PCE +/- 38% et TCE +/-10%)**



### Conclusions

- l'utilisation de filtre anti-humidité pour les prélèvements de gaz du sol en PCE et TCE pour des volumes de prélèvement compris entre 3 et 20 litres, débits de 0,1 à 0,44 l/min et dans les gammes de concentrations testées ( $3 < 250 \text{ mg/m}^3$  et  $0,2 < 1,3 \text{ mg/m}^3$ ) **ne présente pas d'intérêt significatif**

### Recommandations dans les contextes d'humidité élevée dans les gaz du sol

- **Limiter la compétition** d'adsorption entre la vapeur d'eau et les polluants ciblés :
  - limiter les masses de polluants à adsorber (modulo les objectifs des mesures),
  - pré-caractériser à l'aide d'un PID lors de la purge pour adapter les volumes à prélever et les supports adsorbants
- Conduire une analyse sur la zone de contrôle des supports adsorbants pour **valider la représentativité** du prélèvement du point de vue de l'échantillonnage

### Perspectives

- Conduire de tels travaux pour d'autres typologies de pollution (en particulier les mélanges) et d'autres gammes de concentrations

# Merci de votre attention



## Pour des informations complémentaires :



Projet TEMPAIR – partie 1. Variabilité temporelle des concentrations en PCE dans les gaz du sol et l'air intérieur. Mars 2017. Traverse et al.

Projet TEMPAIR – partie 2. Evaluation des échantillonneurs passifs pour le PCE dans les gaz du sol. Mars 2017. Hulot et al.

Projet TEMPAIR – partie 3. Prélèvement des gaz du sol : impact de filtres anti-humidité sur l'adsorption de PCE & TCE sur charbon actif et impact de la purge préalable au prélèvement. Mars 2017. Traverse et al.