

Préparation des échantillons :
purification des extraits pour
l'analyse des hydrocarbures
pétroliers

Nicolas BOULANGER



Wallonie

SPAQuE

Service public
de Wallonie



**Formation continue
experts et laboratoires
« sols »**

Jambes – 24 novembre 2015



DIRECTION GÉNÉRALE OPÉRATIONNELLE
DE L'AGRICULTURE, DES RESSOURCES NATURELLES ET DE L'ENVIRONNEMENT



PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS :

PURIFICATION DES EXTRAITS POUR L'ANALYSE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS

- **Préparation des échantillons**
- **Le cas de la purification des extraits pour l'analyse des hydrocarbures pétroliers :**
 - **détermination des fractions globales**
 - **fractionnement aromatiques/aliphatiques**



IMPORTANCE DE LA PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Problèmes

environnementales



Solution : préparation de l'échantillon



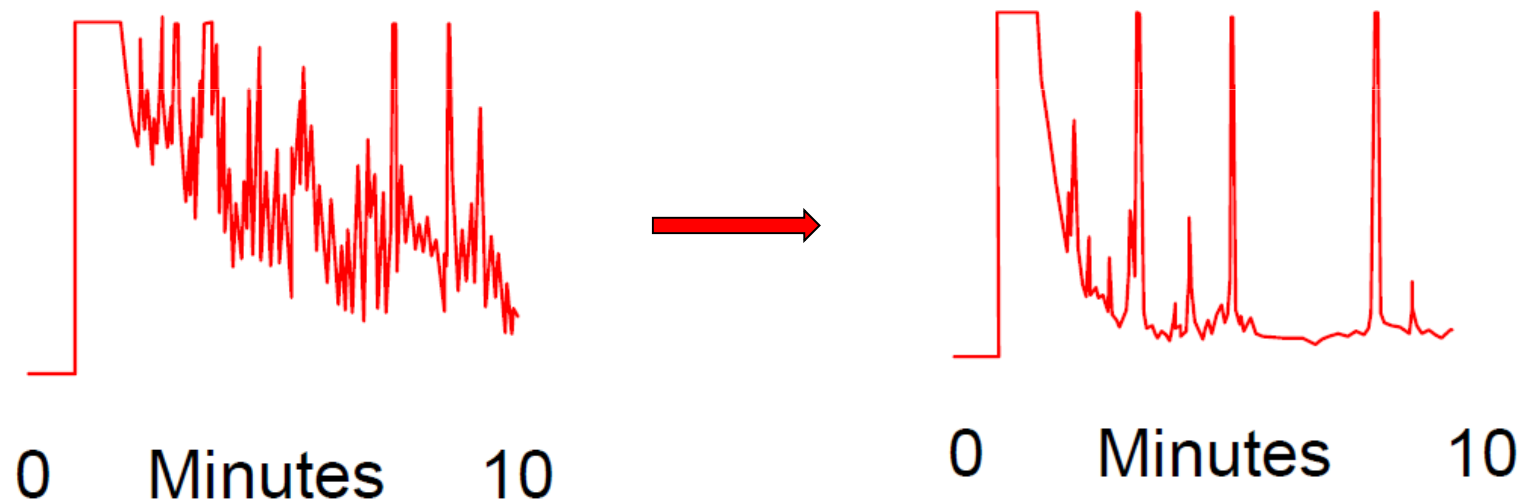
DIRECTION GÉNÉRALE OPÉRATIONNELLE
DE L'AGRICULTURE, DES RESSOURCES NATURELLES ET DE L'ENVIRONNEMENT

3



IMPORTANCE DE LA PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

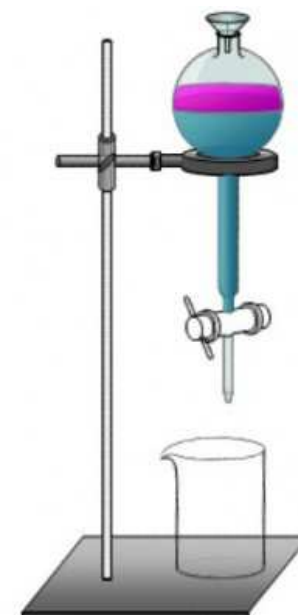
- En termes de chimie analytique on cherche :



IMPORTANCE DE LA PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

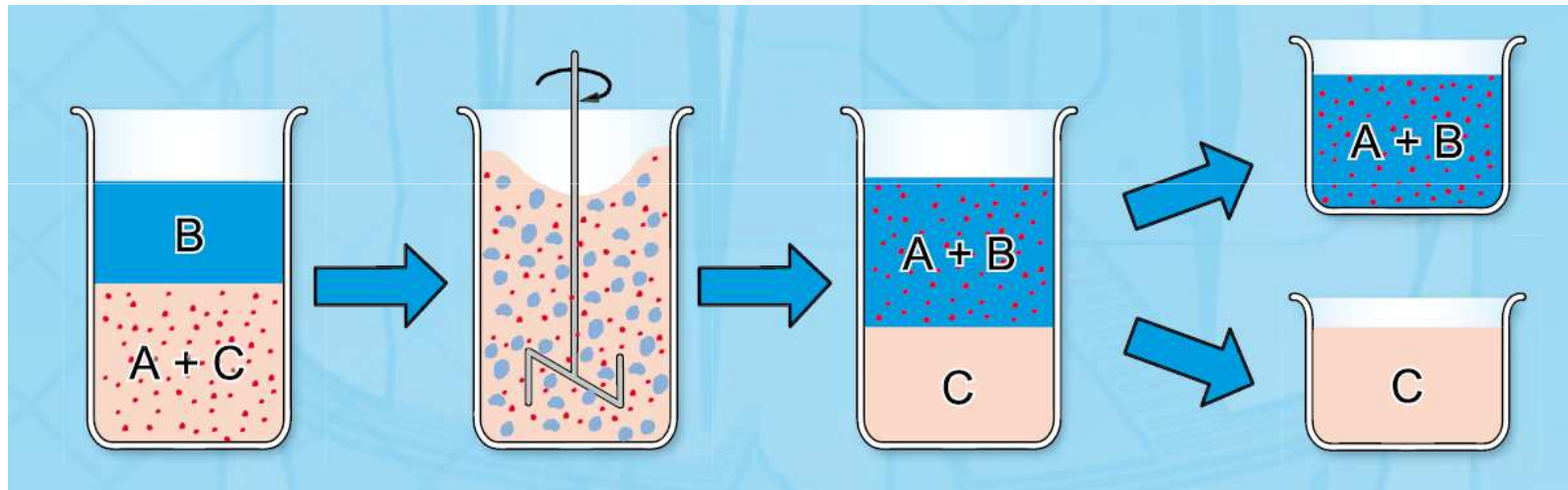
- **Analyses organiques : préparation en 3 étapes**

- **Stabilisation (si nécessaire)**
- **Extraction :**
 - » Liquide-liquide
 - » Solide-liquide
- **Purification sur phase solide**



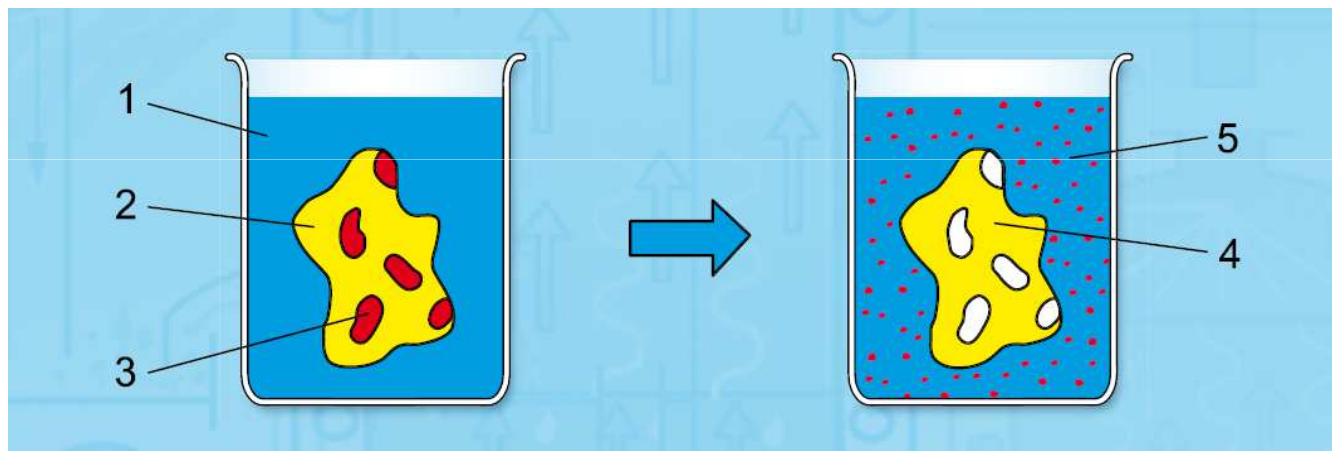
EXTRACTION

- **Extraction liquide/liquide**



EXTRACTION

- **Extraction solide/liquide**



EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE)



DIRECTION GÉNÉRALE OPÉRATIONNELLE
DE L'AGRICULTURE, DES RESSOURCES NATURELLES ET DE L'ENVIRONNEMENT

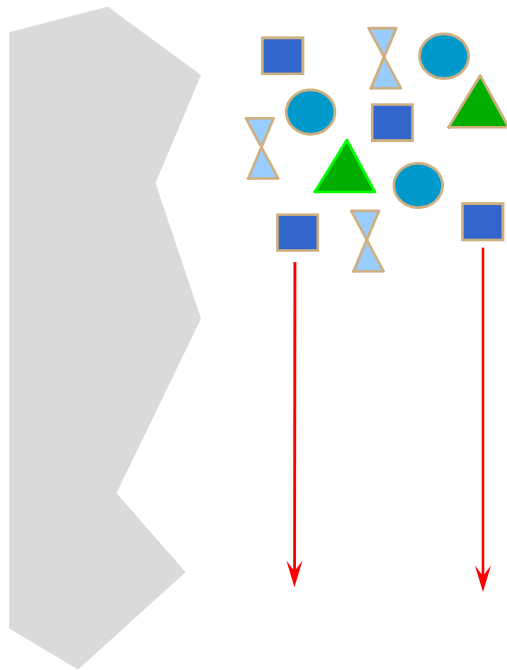
8



SPW
Service public
de Wallonie

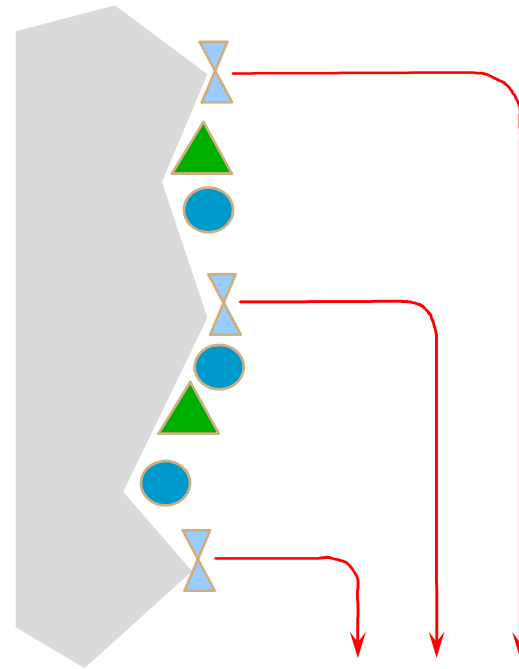
PURIFICATION SUR PHASE SOLIDE - SPE

Sample matrix



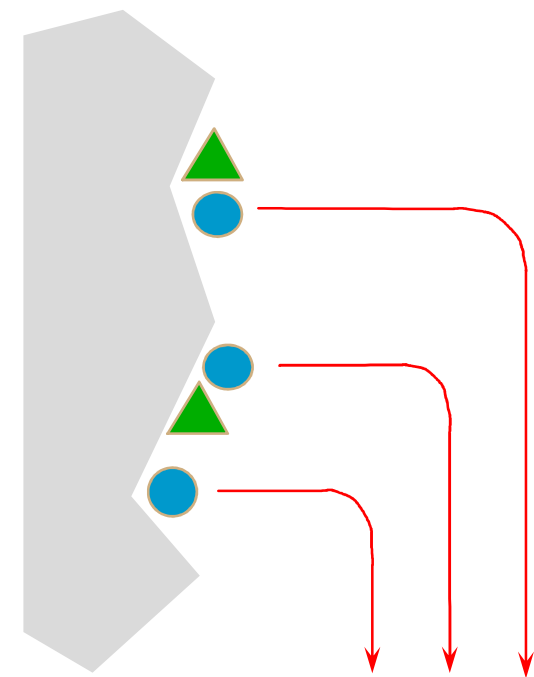
Retention

Wash solvent



Rinsing

Elution solvent

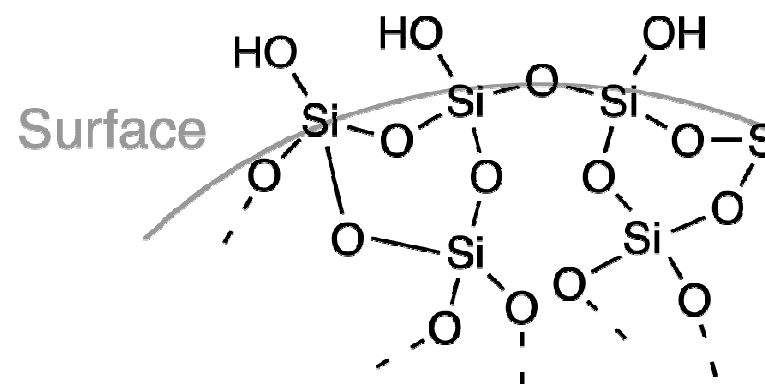
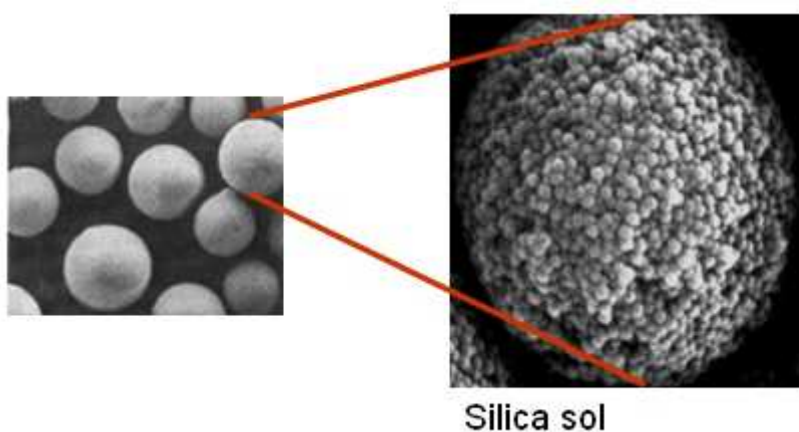


Elution

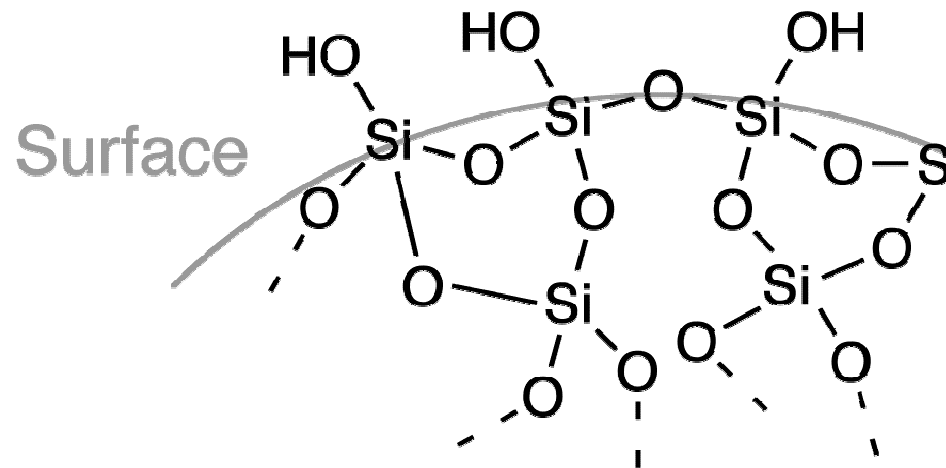


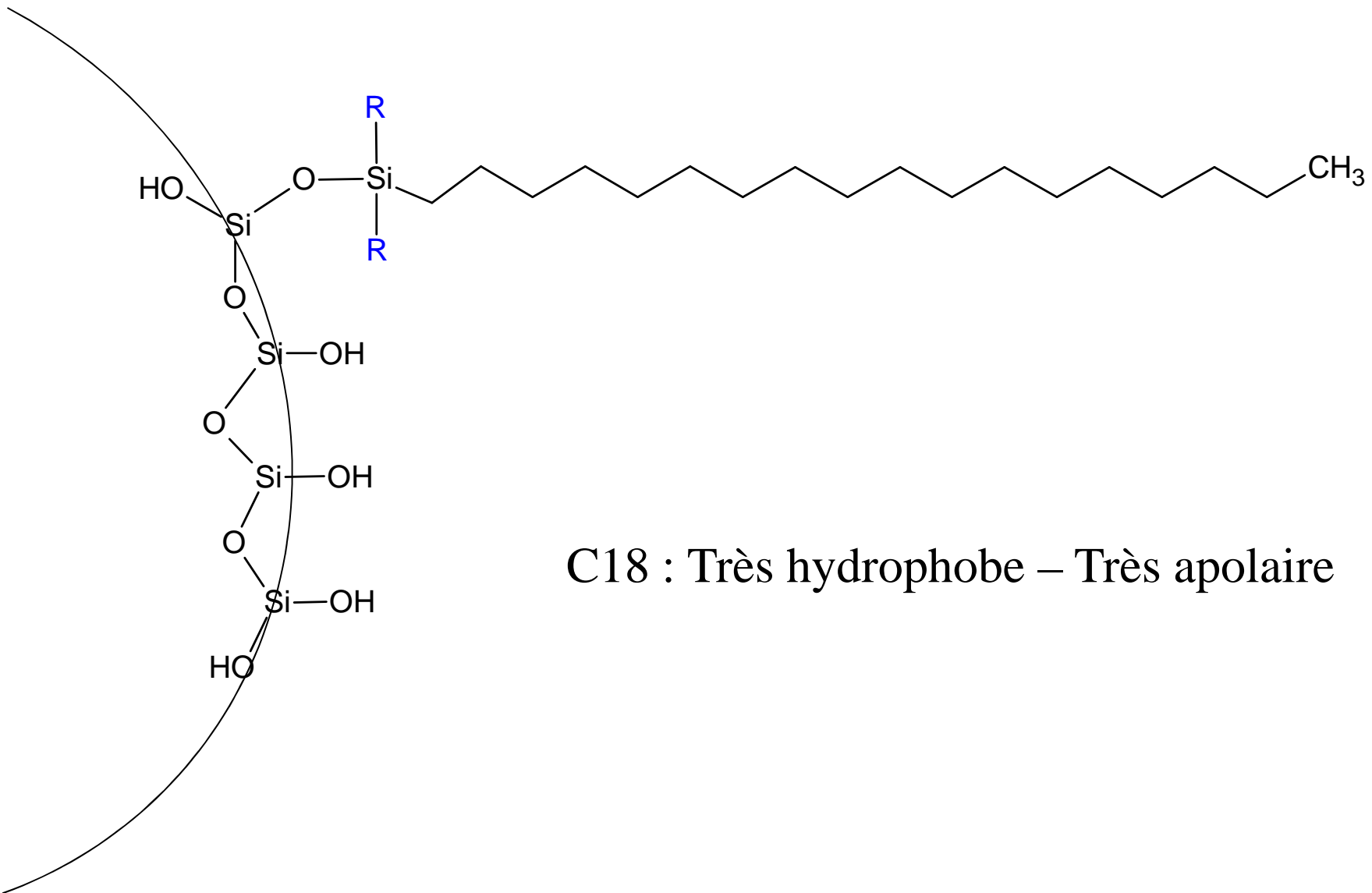
LA SPE

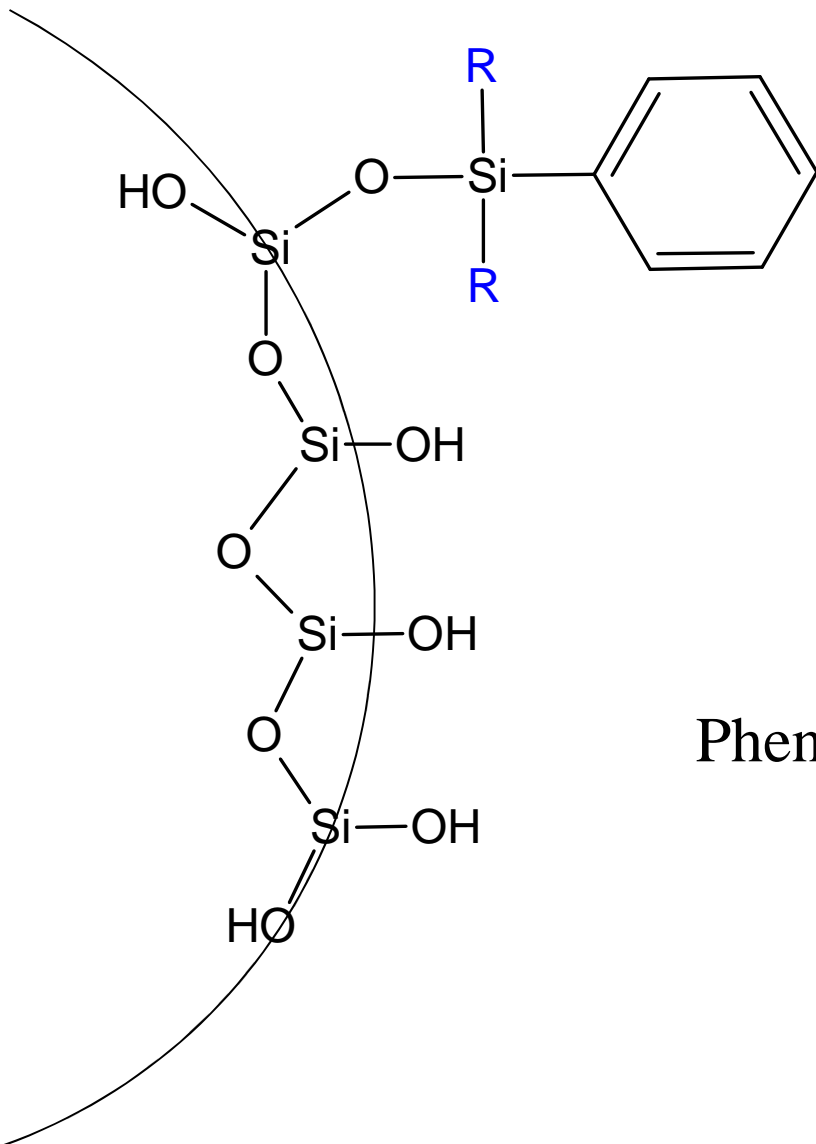
- La phase la plus courante est basée sur la silice (cf. HPLC)



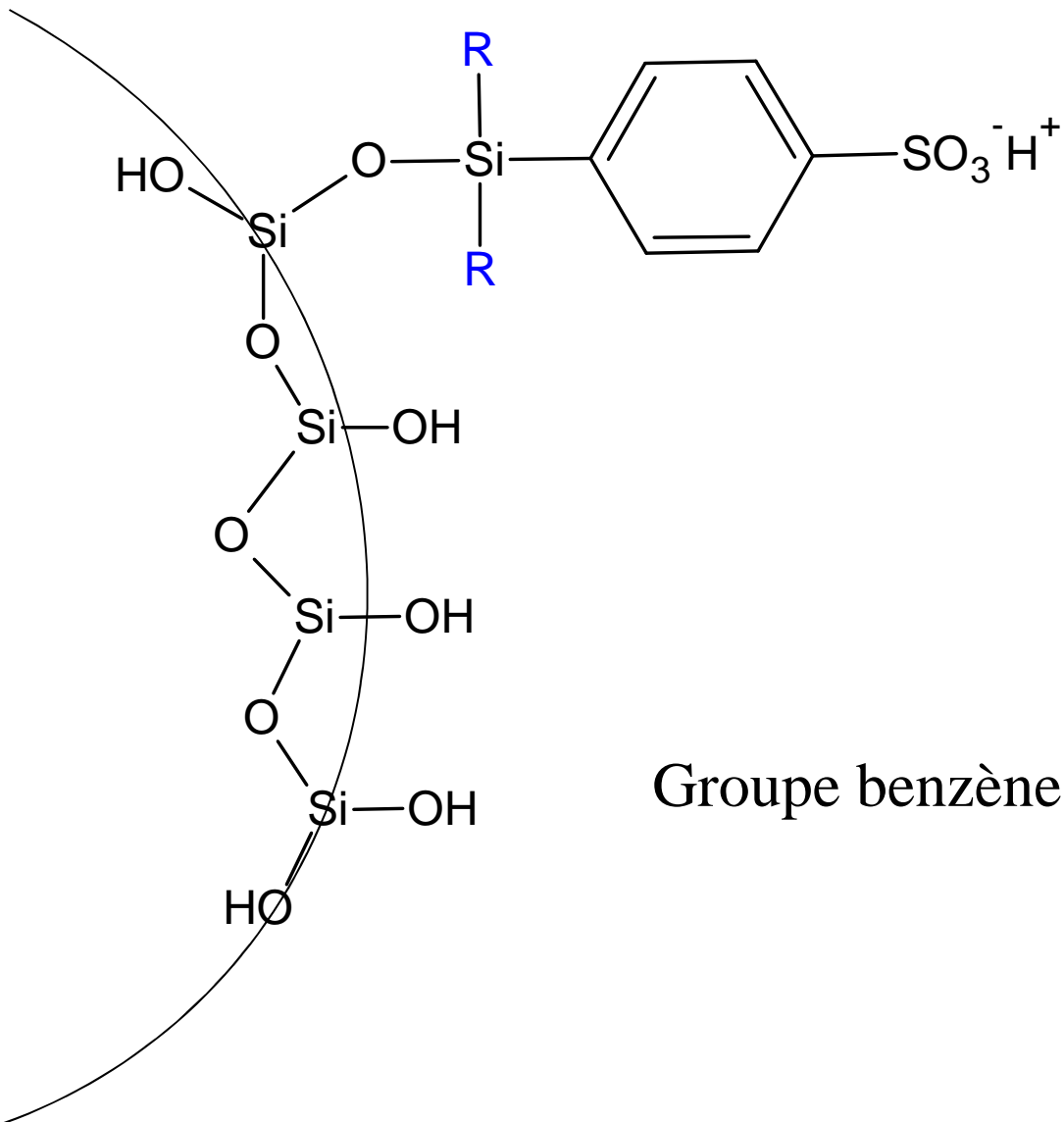
PARTICULE DE SILICE



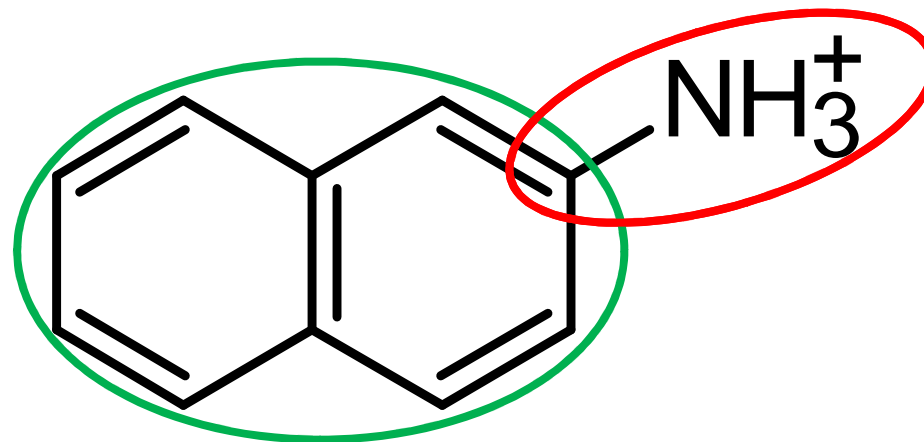




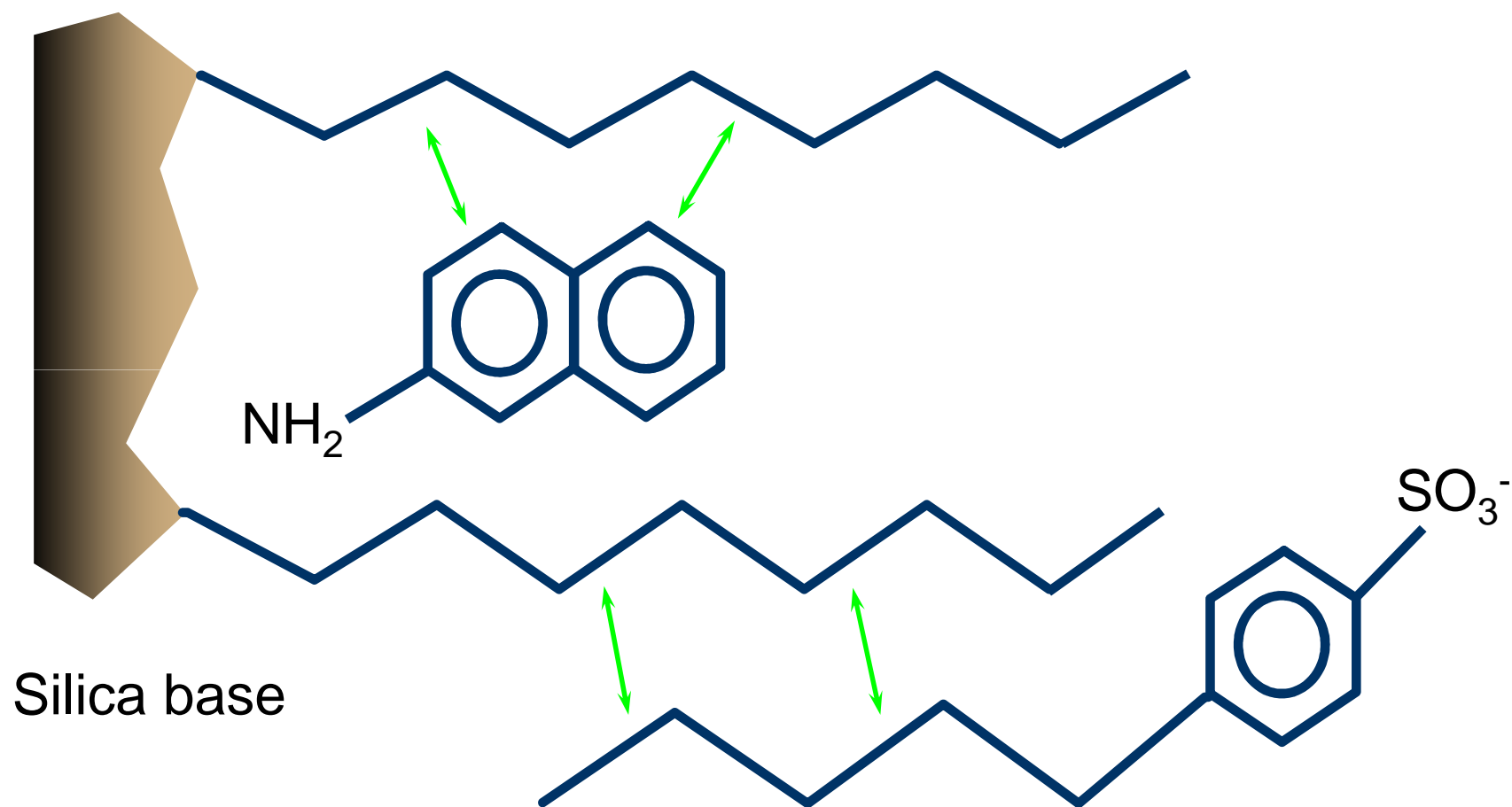
Phenyl : hydrophobicité moyenne
Sélective pour les aromatiques



Groupe benzènesulfonique : SCX



INTERACTIONS ON NON-POLAR PHASES



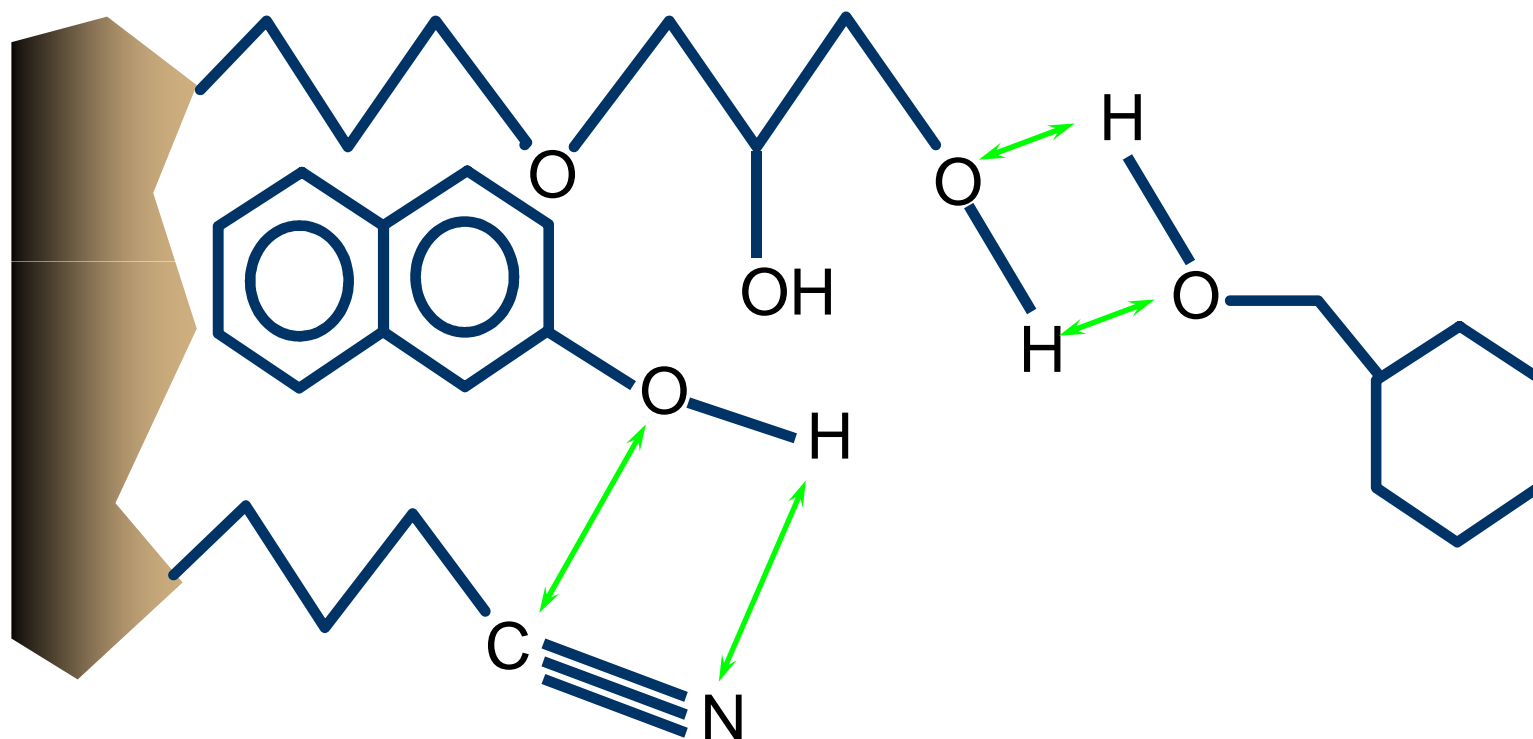
DIRECTION GÉNÉRALE OPÉRATIONNELLE
DE L'AGRICULTURE, DES RESSOURCES NATURELLES ET DE L'ENVIRONNEMENT



SPW
Service public
de Wallonie

INTERACTIONS ON POLAR PHASES

Silica base

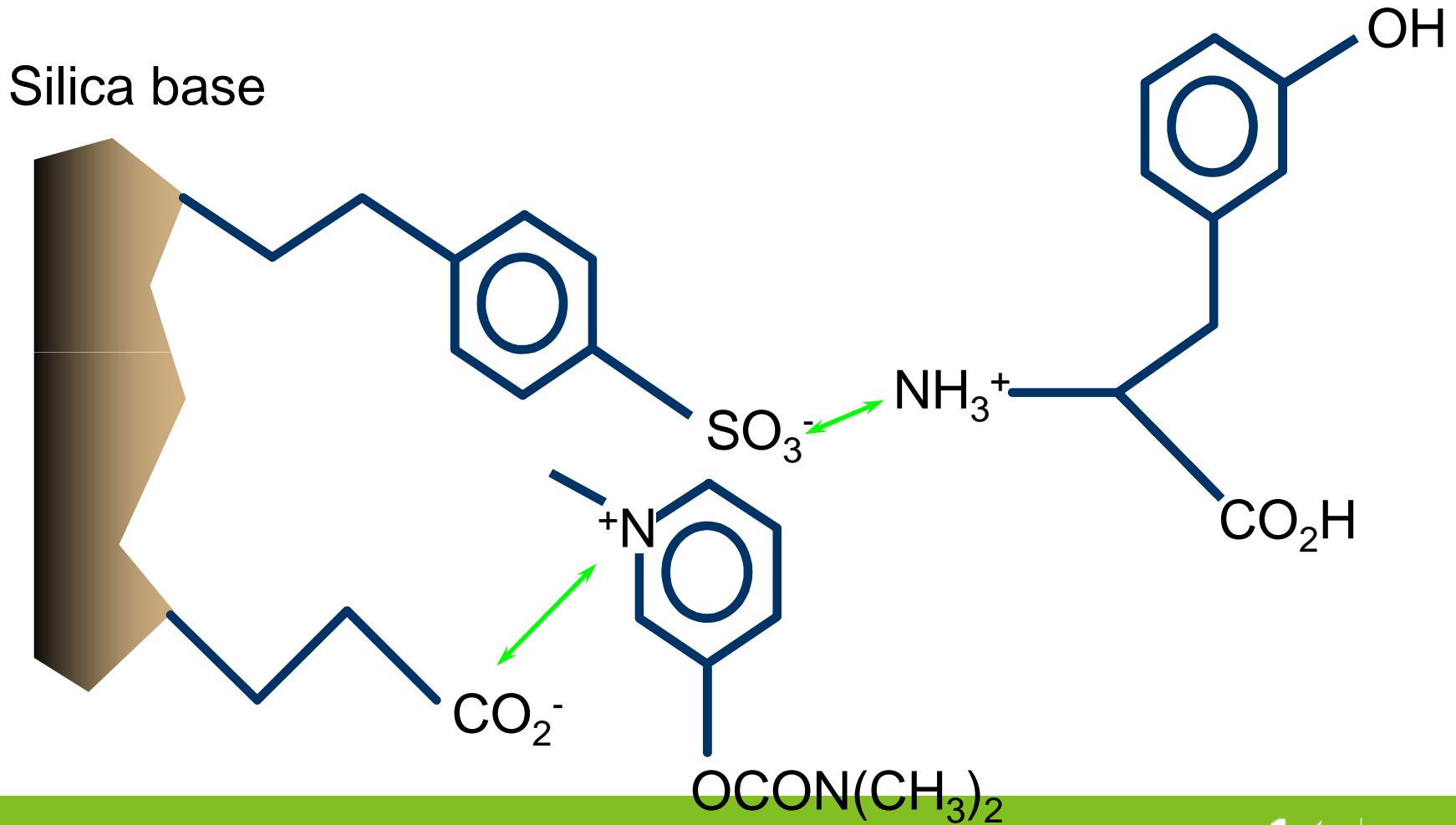


DIRECTION GÉNÉRALE OPÉRATIONNELLE
DE L'AGRICULTURE, DES RESSOURCES NATURELLES ET DE L'ENVIRONNEMENT



SPW
Service public
de Wallonie

INTERACTIONS ON ION-EXCHANGE SORBENTS



DIRECTION GÉNÉRALE OPÉRATIONNELLE
DE L'AGRICULTURE, DES RESSOURCES NATURELLES ET DE L'ENVIRONNEMENT



SPW
Service public
de Wallonie

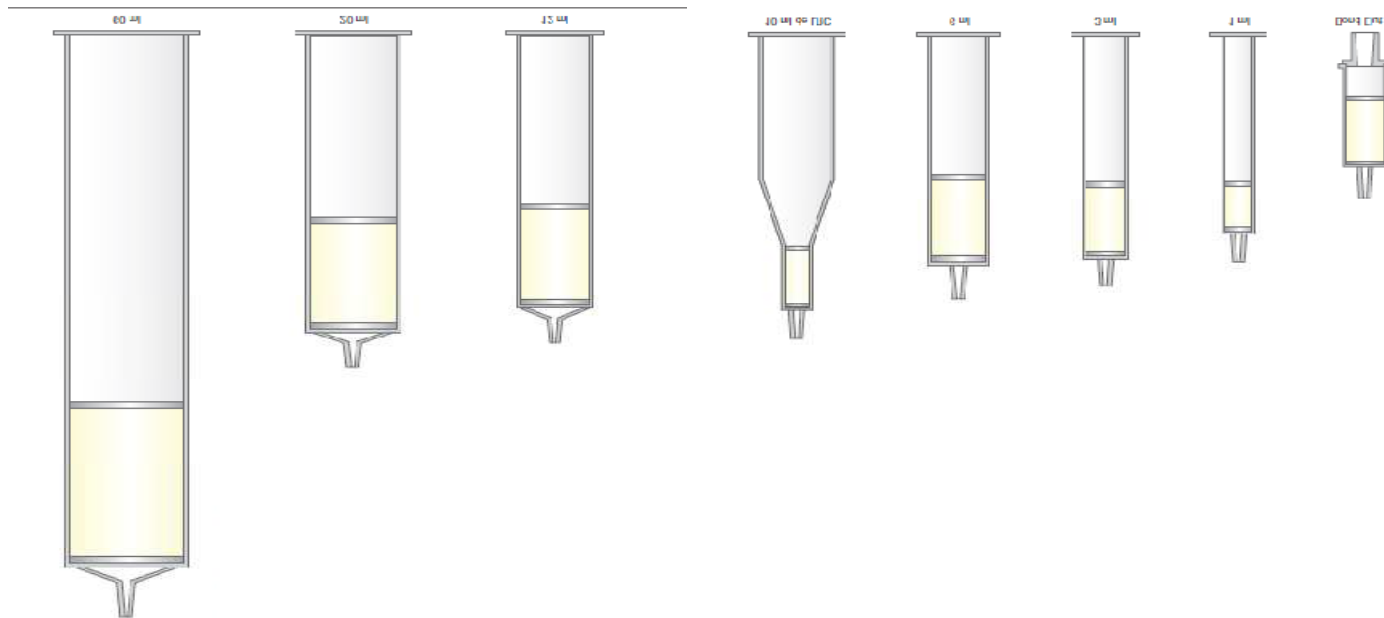
TAUX DE RECOUVREMENT HAP DANS L'HUILE D'OLIVE SUR PHASE SPÉCIFIQUE POUR LES HAP

Compound	Blank (µg/kg)	Spiked (2 µg/mL) Recovery
Fluoranthene	39.6	48%
Benzo(a)anthracene	3.4	65%
Chrysene	9.4	70%
Benzo(b)fluoranthene	2.2	82%
Benzo(k)fluoranthene	1.4	84%
Benzo(a)pyrene	3	87%
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	2.4	95%
Dibenzo(ah)anthracene	1.8	82%
Benzo(ghi)perylene	3.4	87%



UTILISATION DE LA SPE

- **Concentration du composé d'intérêt**
- **Purification d'échantillons**



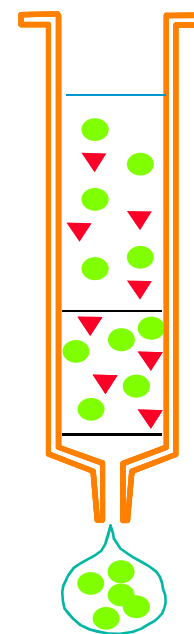
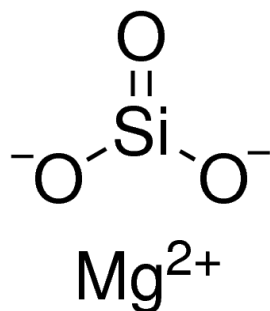
LE CAS DE LA PURIFICATION DES EXTRAITS POUR L'ANALYSE DES HYDROCARBURES PÉTROLIERS

- **S-I-2V2 – PRÉTRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS POUR LES ANALYSES ORGANIQUES**
- **S-III-4V2 – DÉTERMINATION DE L'INDICE HYDROCARBURE C₅-C₁₁ ET FRACTIONNEMENT AROMATIQUE/ALIPHATIQUE, PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE**
- **S-III-5V3 – DÉTERMINATION DE L'INDICE HYDROCARBURE C₁₀-C₄₀ PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE**
- **S-III-7V3 - FRACTIONNEMENT DES HYDROCARBURES AROMATIQUES ET ALIPHATIQUES SEMI-VOLATILS ET QUANTIFICATION PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE**



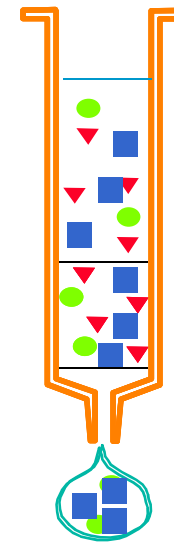
S-III-5V3 – DÉTERMINATION DE L'INDICE HYDROCARBURE C₁₀-C₄₀ PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

- Sécher au sulfate de sodium
- Homogénéiser au pilon
- Extraction (ASE, Soxhlet) par hexane dopé
- Purification au florisil
- Injection splitless



S-III-7V3 - FRACTIONNEMENT DES HYDROCARBURES AROMATIQUES ET ALIPHATIQUES SEMI-VOLATILS ET QUANTIFICATION PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

- **Sécher au sulfate de sodium**
- **Homogénéiser au pilon**
- **Extraction (ASE, Soxhlet) par hexane**
- **Purification / fractionnement sur silice**
- **Injection splitless**





**FORMATION CONTINUE
EXPERTS ET LABORATOIRE AGRÉÉS « SOLS »**

Merci pour votre attention !



Wallonie

SPAQUE

Service public
de Wallonie



ISSeP
Institut scientifique
de service public



DIRECTION GÉNÉRALE OPÉRATIONNELLE
DE L'AGRICULTURE, DES RESSOURCES NATURELLES ET DE L'ENVIRONNEMENT

25



Wallonie



Service public
de Wallonie