

# Cahier des charges :

## Caractérisation et essais en vue de l'application d'un traitement par extraction sous pression réduite et extraction multiphasique

### 1. Introduction

Cette mission de caractérisation et essais intervient après la présélection des techniques et la caractérisation préliminaire du sol, qui permet notamment de définir la nature des contaminants (métalliques, organiques) et leur teneur globale, ainsi que la composition granulométrique du sol.

Les principales caractéristiques du site, du sol et des polluants qui ont conduit à la présélection de cette technique sont rappelées ci-dessous ainsi que les limites associées à l'application d'un traitement par extraction sous pression réduite et extraction multiphasique :

<b>Rappel de la problématique</b>	<u>Caractéristiques de la zone polluée :</u>  <u>Nature de la pollution :</u>  <u>Situation de la pollution vis-à-vis de la zone saturée :</u>  <u>Etat physique de la pollution :</u>
<b>Limites liées à la mise en œuvre</b>	<u>Mise en œuvre in situ : Profondeur de la nappe (extraction sous pression réduite) ; Perméabilité intrinsèque (extraction multiphasique) ;</u>  <u>Mise en œuvre sur site ou hors site : selon la quantité à traiter</u>
<b>Limites liées à la nature de la pollution</b>	<i>Technique adaptée au traitement de polluants organiques volatils ou semi-volatils : pression de vapeur saturante supérieure à 1 mm Hg à 25°C ; constante d e Henry supérieure à 0,01</i>
<b>Limites liées aux caractéristiques générales de la pollution</b>	<i>Age de la pollution</i>
<b>Limites liées aux caractéristiques du sol</b>	<i>Teneur en eau : inférieure à 85%</i>  <i>Perméabilité à l'air : conductivité hydraulique minimum de 10<sup>-5</sup> m.s<sup>-1</sup></i>
<b>Limites liées à la concentration en polluant</b>	-
<b>Limites liées à d'autres paramètres spécifiques</b>	-

Tableau 1 : Rappel des caractéristiques à la base de la présélection des techniques d'extraction sous pression réduite et d'extraction multiphasique

Les délais et coûts maximaux attendus pour la réalisation des essais sont précisés ci-dessous. Le candidat à la réalisation des caractérisations et essais en vue de l'application d'un lavage par agents chimiques ou tensio-actifs précisera les délais et coûts qu'il prévoit pour la réalisation de sa prestation au regard de ces objectifs.

## 2. Essais d'orientation

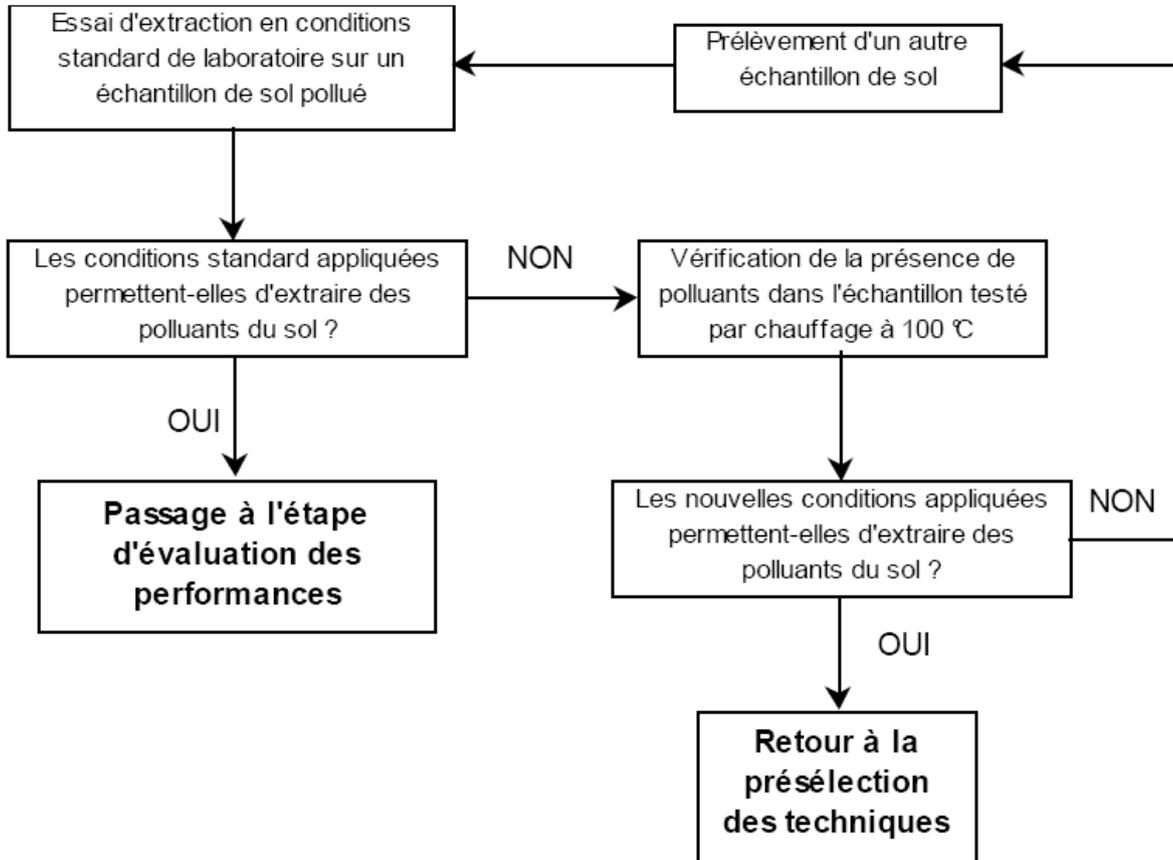


Figure 1 : Procédure d'essais d'orientation d'un traitement par extraction sous pression réduite et extraction multiphasique

### 2.1. Essai d'extraction de la phase gazeuse

Le test mis au point permet une première approche de la faisabilité du traitement sur un sol pollué donné. Il permet de déterminer l'extractibilité des polluants d'un sol soumis à une dépression pendant un temps donné, en piégeant la phase gazeuse extraite. Des échantillons de 1 à 2 g de sol sont soumis à une dépression de 0,3 bar à une température parfaitement régulée de 25 °C sur des durées allant de 2 heures à 8 heures. La pression minimale peut être adaptée en fonction des performances du matériel industriel prévu.

#### Dispositif d'essai

Le montage expérimental met en œuvre différents éléments présentés dans les paragraphes qui suivent :

- Une thermobalance constituant une enceinte étanche avec arrivée de gaz contrôlée pouvant être placée sous vide dynamique en maintenant une température parfaitement régulée. Les échantillons de sol sont placés dans des creusets dans l'enceinte de la thermobalance. Les creusets ont un volume maximum de 900 µL et la balance peut accepter une masse d'échantillon comprise entre 100 mg et 5 g. Outre l'utilisation de la thermobalance comme enceinte de traitement, elle permet également de mesurer les pertes de masse de l'échantillon au cours du traitement. La perte de masse mesurée comprend la perte de masse due à l'extraction de l'eau du sol et celle des polluants organiques. Une analyse des effluents gazeux est donc nécessaire afin d'évaluer l'extraction des polluants organiques seuls.

- Une pompe à membrane (KNF) dont les éléments intérieurs sont recouverts de téflon. Elle permet de provoquer une aspiration et un rejet de gaz en limitant au maximum une éventuelle adsorption des COV sur les parois de la pompe (aucun effet mémoire n'a été détecté lors d'analyses successives).
- Une canalisation en acier inoxydable de liaison entre la thermobalance et la pompe à membrane avec manomètre de type bourdon et réglage mécanique du débit d'aspiration par vanne VAT.
- Un dispositif d'adsorption par charbon actif Anasorb® CSC SKC® (adsorption selon la norme AFNOR NF X 43-252 : 1991). En effet, du fait de la limite du volume des creusets, la masse des échantillons est limitée entre 1 et 2 g de sol. Les concentrations des gaz issus du pompage sont faibles, et ne peuvent pas faire l'objet d'un simple stockage avant analyse. Il est indispensable de reconcentrer les échantillons qui seront ensuite analysés par chromatographie en phase gazeuse.

La Figure 3 présente un schéma du montage expérimental.

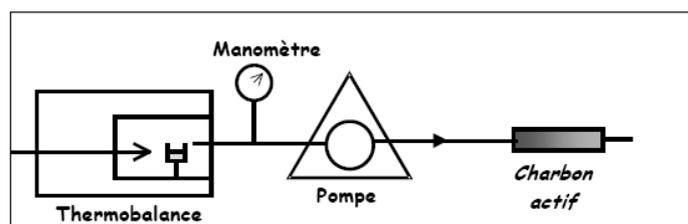


Figure 2 : Schéma du dispositif d'extraction sous pression réduite

#### Conditions opératoires

La pression est fixée à 0,3 bar, le débit d'azote est de 25 mL.min<sup>-1</sup> mesuré sous 0,3 bar soit 7,5 mL.min<sup>-1</sup> à la pression atmosphérique. Cette valeur est effectivement inférieure au débit limite de 1 L.min<sup>-1</sup> mentionné par la norme AFNOR NF X 43-252. L'extraction des COV retenus par le charbon actif suit également cette norme, le contenu de l'ampoule de charbon actif est mélangé à quelques mL de sulfure de carbone.

La Figure 4 représente le protocole suivi pour l'extraction des COV à partir du charbon actif.

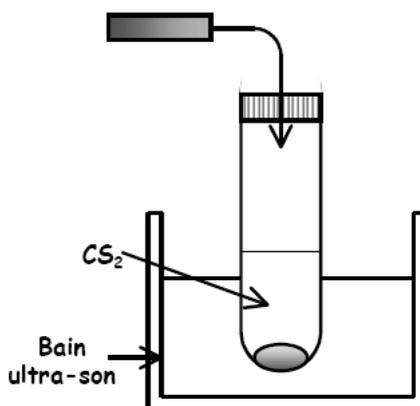


Figure 3 : Extraction des COV du charbon actif

Un étalon interne est ajouté avant analyse par chromatographie. Cet étalon est choisi par comparaison qualitative du spectre obtenu par extraction sous pression réduite et des spectres obtenus avec divers étalons potentiels.

#### Analyses

L'analyse des extraits est réalisée par chromatographie en phase gazeuse suivi d'une détection par spectrométrie de masse. La colonne et les conditions d'analyses devront être choisies en fonction des COV extraits.

## 2.2. Valeurs " guide "

Si aucun des polluants cibles n'est détecté lors des essais d'orientation tels qu'ils sont décrits ci-dessus, en quantités supérieures aux quantités de ces mêmes polluants présentes dans le volume de gaz de l'échantillon de sol, l'obtention de résultats lors d'une étude à l'échelle de pilote est compromise. Toutefois, étant données les très faibles quantités de sol

utilisées, les essais doivent être multipliés afin de compenser les aléas de l'échantillonnage. Les échantillons de sol ne montrant aucun résultat à l'extraction sous pression réduite peuvent être soumis à une température plus forte afin de vérifier que des composés volatils sont effectivement présents dans l'échantillon.

### 2.3. Extraction multiphasique

La faisabilité d'une extraction simultanée des phases gazeuse et liquide du sol est évaluée uniquement sur la base d'essais pilote in situ lorsque les essais d'orientation ont montré la faisabilité de l'extraction sous pression réduite.

Pour l'application de cette technique, on vérifiera la faisabilité de cette mise en œuvre au regard des paramètres limitant.

## 3. Caractérisation en vue de l'évaluation des performances

Les performances de l'application d'un traitement par extraction sous pression réduite et extraction multiphasique doivent être jugées, en tenant compte des objectifs fixés, par comparaison des résultats d'analyses et essais obtenus sur le sol avant et après traitement.

## 4. Evaluation des performances

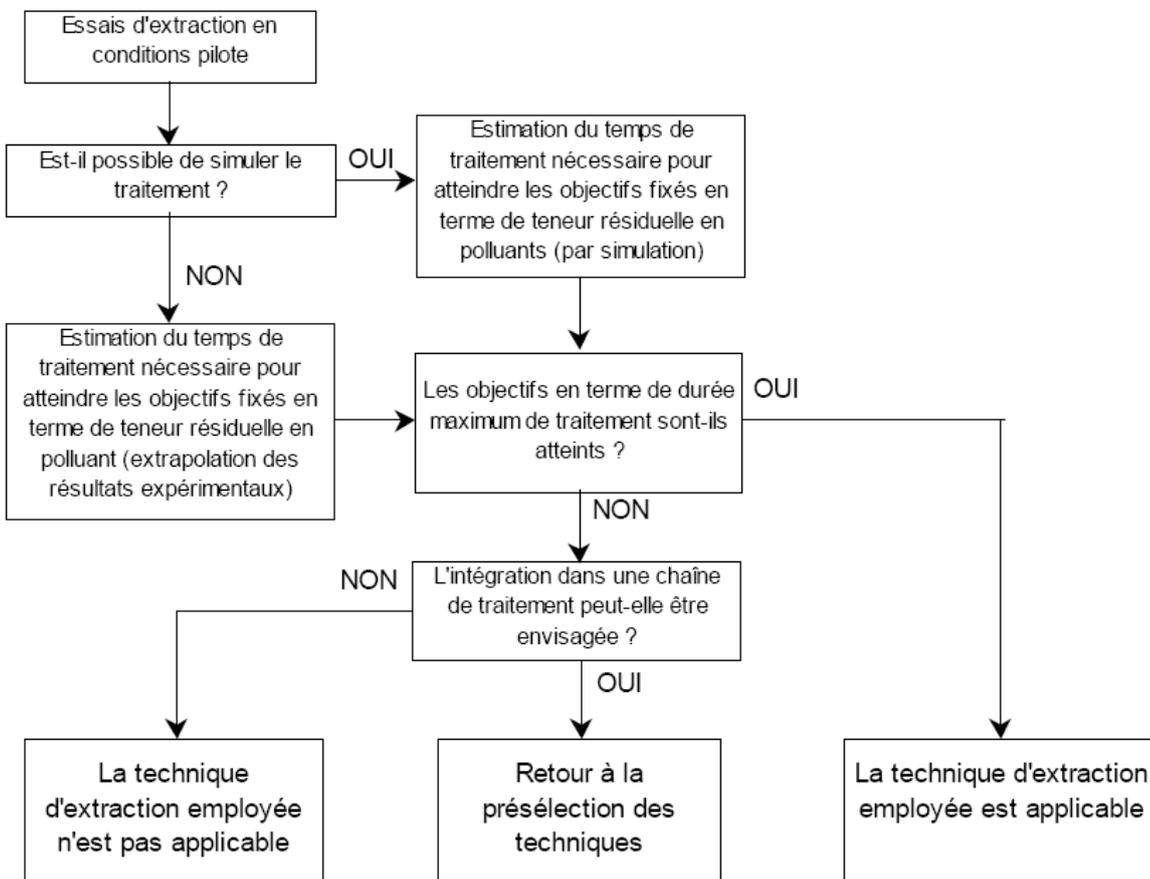


Figure 4 : Procédure d'essais d'évaluation des performances d'un traitement de lavage par agents chimiques ou tensio-actifs

### 4.1. Essais d'extraction – Cas général

Il s'agit dans cette évaluation des performances de déterminer la durée de traitement pour atteindre un objectif de dépollution donné. Étant donnée la durée de traitement classiquement retrouvée dans la littérature, un suivi expérimental seul ne permet pas de déterminer ce paramètre ; il est nécessaire de passer par une étape de modélisation des phénomènes d'évaporation et de désorption afin de réaliser une prédiction à long terme des quantités extraites. A l'inverse, la modélisation seule, sans étude expérimentale, ne permet pas dans la très grande majorité des cas d'estimer ce paramètre de façon fiable ; en effet, le nombre de paramètres pertinents est très important, la modélisation des phénomènes d'extraction

ne tiendra compte, en première approximation, que d'un nombre limité de ces paramètres. L'étude expérimentale permet de vérifier que les paramètres prédominants ont été choisis.

Il n'existe pas à l'heure actuelle de protocole normalisé ou en cours de normalisation pour tester, à l'échelle de pilote, la faisabilité d'un traitement par extraction sous pression réduite pour un sol pollué par des COV. Ce paragraphe présente donc le protocole qui a été suivi pour tester les performances du traitement par extraction sous pression réduite pour un sol pollué notamment par des solvants chlorés.

### Conception du pilote

Compte-tenu du fait que l'extraction sous pression réduite est un traitement le plus souvent utilisé in situ, le pilote doit répondre à un certain nombre de contraintes pour permettre des expériences représentatives de ce qui se passe lors d'un traitement réel. La taille du pilote doit être suffisante pour que la masse de sol qu'il contient soit, le plus possible, représentative du site. A titre d'exemple les dimensions choisies pour traiter le sol hétérogène cité précédemment, sont 600 mm pour la hauteur et 400 mm pour le diamètre. Les dimensions du pilote devront tenir compte de la profondeur de la zone à traiter et de l'hétérogénéité du sol.

Le sol doit pouvoir être prélevé massivement et sa structure doit être préservée le plus possible. C'est pourquoi le sol doit être prélevé, stocké et traité dans la même enceinte.

Une fois chargé, le pilote doit présenter une grande étanchéité, pour des raisons de conservation avant de commencer le traitement, et pour pouvoir appliquer le niveau de vide choisi au cours du traitement.

Pour la phase du traitement, il doit pouvoir être muni d'un puits pour effectuer l'extraction à l'aide d'une pompe, ainsi que d'un point de fuite réglable.

La Figure 6 présente de façon schématique l'enceinte telle qu'elle a été utilisée pour le prélèvement et le stockage.

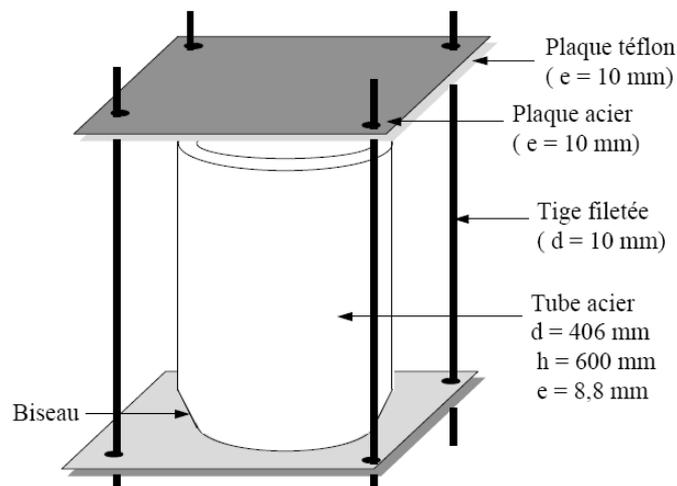


Figure 5 : Schéma de l'enceinte de prélèvement

### Chargement des enceintes

Le prélèvement massif ne doit faire intervenir ni à-coups mécaniques qui peuvent provoquer des fissurations, ni liquide de refroidissement pour ne pas modifier les caractéristiques du sol. La méthode proposée est donc la suivante.

Le tube d'acier est disposé verticalement au point de prélèvement choisi sur le site. Une pelle mécanique enfonce le tube par pression continue sur la section supérieure. Quand le tube est complètement rempli, la pelle mécanique dégage le sol tout autour du cylindre. On ferme alors le cylindre par les plaques de téflon et les plaques d'acier à l'aide des tiges filetées. L'étanchéité est assurée par la pression exercée sur les plaques de téflon par le boulonnage des tiges filetées, des joints silicones sont disposés respectivement sur les zones de contact entre le tube d'acier et les plaques de téflon et entre les plaques de téflon et les plaques d'acier. On peut répéter l'opération à différentes profondeurs et à différents points de prélèvement pour avoir une meilleure représentation du site.

### Instrumentation du pilote

Une première phase d'intervention consiste à la préparation du pilote. Une couche de graviers et un disque de 40 cm de diamètre de géotextile ont été installés au fond du pilote ainsi qu'une couche de graviers au-dessus du pilote, ceci afin d'assurer une répartition horizontale homogène de la pression et de diriger au mieux les flux de gaz vers le haut du pilote. La Figure 7 représente schématiquement le résultat de cette préparation.

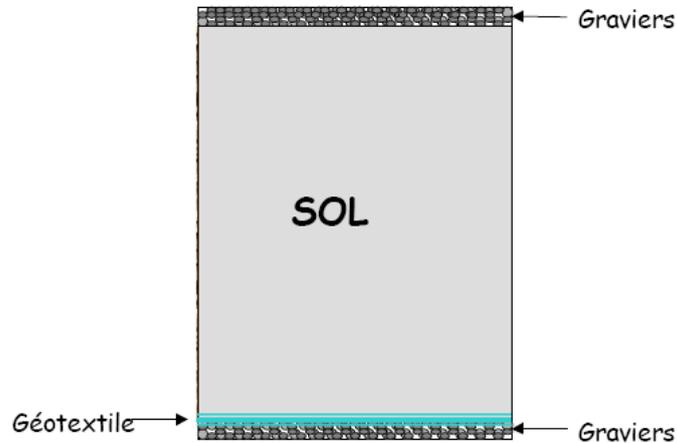


Figure 6 : Schéma de la préparation du pilote de venting.

L'instrumentation du pilote a permis de placer des instruments de mesure (pression, température, débit) et d'analyse (chromatographe portable), la mise en dépression sous l'effet de l'aspiration des gaz du pilote par une pompe, le séchage des gaz issus du pompage et enfin le traitement des effluents gazeux en bout de chaîne. La Figure 8 présente l'ensemble du montage. Chacun des éléments de l'instrumentation utilisée lors de l'étude est présenté dans le paragraphe qui suit à titre d'exemple de matériel pouvant être utilisé.

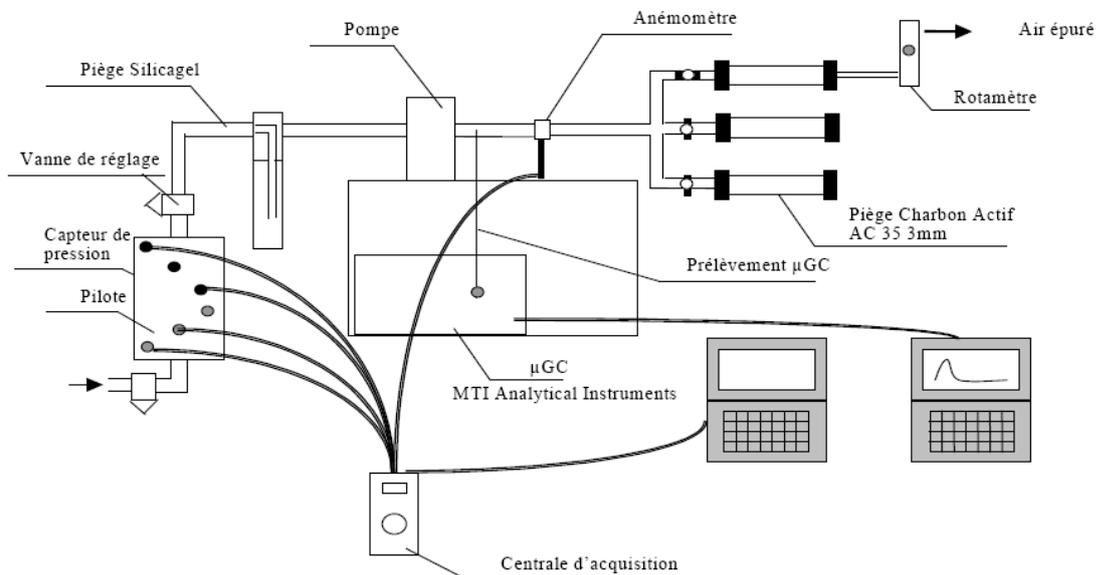


Figure 7 : Schéma de montage du pilote instrumenté pour les essais de venting

Un raccord Pneurop a été placé sur chaque ensemble {plaque acier + plaque téflon}, l'aspiration se fait par le haut.

La pompe est une pompe KNF à membrane en téflon afin d'éviter tous phénomènes d'adsorption et de corrosion.

Un anémomètre à hélice ALMEMO® permet la mesure du débit de gaz.

Des capteurs de pression à membrane ALMEMO® (0-2 bars absolus) assurent la mesure des pressions à l'intérieur du pilote.

Ces capteurs sont reliés à une centrale de mesure ALMEMO® pouvant réceptionner 5 capteurs et enregistrer 100 000 points de mesures.

Un thermocouple chromel/alumel, enfoncé dans la partie haute du pilote, mesure la température à l'intérieur du pilote.

Un microchromatographe portable  $\mu$ GC P200H Agilent Technologies (colonne microbore OV1 de 14 m de long, 0,1 mm de diamètre, 1  $\mu$ m d'épaisseur de phase stationnaire) permet l'analyse instantanée des gaz par aspiration en sortie de pompe.

Un piège à Silicagel est placé en amont de la pompe pour piéger l'humidité des gaz extraits et en éviter la condensation dans la pompe et dans le reste du montage.

Une série de pièges à charbon actif granulaire (CECA ACTICARBONE® AC 35 3mm) permet l'épuration des gaz avant rejet à l'atmosphère.

### ***Descriptif des séries de mesures***

La pression est relevée régulièrement pour 4 capteurs et pour un pas de temps fixé grâce à la centrale d'acquisition. Simultanément on relève le débit et le chromatographe analyse les gaz issus du traitement. Sont ainsi obtenus le débit d'air et la concentration en polluants dans les gaz.

Les analyses de gaz ont été réalisées à l'aide d'un chromatographe portable. Le matériel utilisé présente l'intérêt de faire des prélèvements par aspiration automatique dont la fréquence peut être réglée. La durée maximale d'analyse est de 160 secondes, la température maximale de la colonne est de 170°C. Ces conditions ont été choisies afin d'analyser le plus de composés possibles sur une colonne OV1 de 14 m. Outre le pic de l'air, ont été observés 4 pics, qui après identification se sont avérés être respectivement les pics de cis-1,2-dichloréthylène (Temps de rétention :  $T_R = 68s$ ), de trichloréthylène ( $T_R = 82s$ ), de toluène ( $T_R = 98s$ ), et de tétrachloréthylène ( $T_R = 112s$ ).

Étalonnage du microchromatographe : le microchromatographe a été étalonné pour chacun des polluants à l'aide de sacs Tedlar d'un volume de 2 litres. Les quantités de liquide injectées ont été déterminées de manière à ne pas saturer l'atmosphère du sac en produit à tester d'une part et de manière à se trouver dans la gamme des aires obtenues lors des essais de traitement d'autre part. Cette méthode d'étalonnage n'est pas actuellement normalisée, elle est toutefois largement utilisée et a été validée par comparaison avec d'autres méthodes d'étalonnage.

L'étalonnage peut également être réalisé à l'aide de bouteilles étalon. La préparation des bouteilles étalon est normalisée.

### ***Exploitation des résultats expérimentaux***

#### ***Calcul de la concentration instantanée en polluant***

En multipliant l'aire du pic chromatographique par la pente de la droite d'étalonnage pour le composé étudié, on obtient la concentration du composé en  $\mu g \cdot L_{air}^{-1}$ . On a donc :

$$C = \text{Aire} * \text{pente}_{\text{étalonnage}}$$

Avec : C : concentration en polluant dans l'air extrait en  $\mu g$  de polluant.  $L_{air}^{-1}$   
pente étalonnage en  $\mu g \cdot L_{air}^{-1} \cdot \text{unité d'aire}^{-1}$

#### ***Calcul du débit massique instantané de polluant***

$$m_{\text{polluant}} = Q_{\text{total}} * C$$

Avec :  $m_{\text{polluant}}$  : débit massique du polluant en  $\mu g$  de polluant.  $h^{-1}$   
 $Q_{\text{total}}$  : débit volumique total en  $L_{air} \cdot h^{-1}$   
C : concentration en polluant dans l'air extrait en  $\mu g$  de polluant.  $L_{air}^{-1}$

### **Calcul de la masse "cumulée" de polluant :**

Il suffit d'intégrer le débit massique par la méthode des trapèzes entre deux valeurs du temps. On a donc :

$$S_i = \frac{(\dot{m}_{i-1} + \dot{m}_i) * (t_i - t_{i-1})}{2}$$

$$M_{cumulée} = \sum_{i=1}^n S_i$$

On peut ainsi tracer l'évolution de la masse éliminée pour chaque polluant en fonction du temps. Connaissant la masse de polluant présente à l'origine dans le sol, l'évolution de la masse restante dans le sol en fonction du temps peut également être tracée.

### **Modélisation des phénomènes d'extraction**

Dans le cas général, la modélisation des phénomènes d'extraction prend en compte les paramètres suivants :

- Caractéristiques des polluants : nombre de polluants, pression de vapeur saturante de chacun des polluants, constante de Henry, coefficient de partage octanol/eau de chacun des polluants, objectifs de traitement (teneur finale dans le sol pour chacun des polluants)
- Caractéristiques du sol : porosité à l'air, perméabilité à l'air
- Caractéristiques hydrodynamiques du sol (distribution des temps de séjour) : teneur initiale du sol pour chacun des polluants, humidité, teneur en matière organique
- Caractéristiques de l'écoulement d'air : débit, pression, température

A partir des équations régissant les relations entre ces caractéristiques, un modèle des phénomènes d'extraction a été mis au point. La résolution de ce modèle permet d'obtenir la durée de fonctionnement minimale pour atteindre un abattement de la pollution compatible avec les objectifs de traitement choisis dans un cadre dit « idéal », c'est-à-dire dans un cadre où ne sont pris en compte que les paramètres cités plus haut.

La comparaison des courbes obtenues grâce à l'exploitation des résultats expérimentaux et des courbes obtenues par la résolution du modèle permet de vérifier qu'aucun paramètre prédominant n'a été omis et que les valeurs des paramètres utilisées sont exactes. Dans le cas où un paramètre, non pris en compte dans le modèle de comportement idéal, ne peut être mesuré expérimentalement, le comportement des polluants lors de l'extraction pourra être exprimé par un « coefficient d'écart à l'idéalité ».

Signalons que la modélisation des phénomènes d'extraction permet de ne suivre du point de vue expérimental qu'un nombre limité de polluants et de généraliser le comportement des polluants suivis à la totalité des autres polluants du sol compte tenu de leurs caractéristiques propres. De même la modélisation des phénomènes d'extraction permet de ne tester qu'un seul débit expérimentalement et de calculer la durée de traitement pour plusieurs débits dans le domaine où les paramètres hydrodynamiques sont constants.

### **Essais d'extraction double phase**

Les résultats obtenus par une étude sur un pilote d'essai doit fournir les paramètres principaux, tels que la dépression optimale, les rayons d'influence au niveau d'eaux souterraines et de la zone insaturée du sol ainsi que les débits optimaux d'extraction d'eaux souterraines et du gaz du sol. Ces paramètres sont essentiels pour le choix et la conception des pompes à vide, des pompes submersibles et des systèmes postérieurs de traitement du gaz et d'eaux souterraines.

Le volume du sous-sol visé par le traitement et les niveaux de remédiation ciblés doivent aussi être défini avant de commencer la réalisation de la conception d'un système d'extraction multiphasique.

Les paramètres importants à prendre en compte lors de la conception des systèmes MPE sont :

### **Le rayon d'influence**

Le rayon d'influence (RI) dépend de plusieurs facteurs comprenant la géométrie du système d'extraction, la perméabilité intrinsèque du sol, la teneur en eau du sol, et la durée de traitement désirée. Le RI peut être déterminé par les études préliminaires, ou même estimé à partir de la modélisation d'écoulement d'air et du liquide au sein du sol. Généralement, le RI d'air peut s'étendre de 2 m (pour les sols fins) à 30 m (pour les sols granuleux) pour un seul puits d'extraction.

### **Le vide à appliquer**

Le vide à appliquer est la dépression exigée pour produire le rayon d'influence désiré. Les vides exigés sont habituellement déterminés à l'aide des essais préliminaires d'extraction des gaz du sol, et ils s'élèvent typiquement à des valeurs très grandes. Les sols moins perméables exigent généralement des dépressions plus élevées pour produire des rayons d'influence raisonnables.

### **Le débit d'extraction**

Le débit d'extraction de vapeur est le débit volumétrique de la vapeur du sol qui sera extrait à partir de chaque puits d'extraction. Le débit d'extraction de vapeur, le rayon d'influence, et le vide appliqué sont des paramètres interdépendants, (c.-à-d qu'un changement du vide appliqué et du rayon d'influence causera un changement du taux d'extraction). Les débits appropriés d'extraction de vapeur peuvent être déterminés à partir des études préliminaires ou estimés en utilisant les modèles mathématiques d'écoulement d'air dans un milieu poreux. Bien entendu, le débit d'extraction influencera le temps opérationnel du traitement. Les taux d'extraction typiques s'étendent de 4 à 85 m<sup>3</sup>/h par puits.

Les taux d'extraction d'eaux souterraines doivent être suffisants pour extraire les eaux souterraines où les concentrations en contaminants dépassent les normes et qui donc constituent une menace à la santé humaine ou à l'environnement. Des taux d'extraction plus élevés d'eaux souterraines peuvent également être appliqués pour produire de plus grands abaissements du niveau du toit de la nappe et donc augmenter l'efficacité du traitement de la zone insaturée. La détermination des taux d'extraction d'eaux souterraines du système de dépollution devrait être basée sur les résultats de la modélisation d'écoulement d'eaux souterraines.

### **La durée du traitement**

La durée des opérations de traitement exigée peut également influencer la conception du système. Le prestataire devra optimiser l'espacement entre les puits d'extraction pour s'assurer d'un taux d'extraction compatible avec les échéances fixées.

### **Le volume total des pores**

Le calcul du volume total des pores (VTP) est nécessaire pour déterminer le taux d'échange qui est déduit en divisant le VTP de la zone à traiter par le taux d'extraction (pour le gaz et les eaux souterraines séparément). Le VTP de la zone de traitement est calculé en multipliant la porosité de sol par le volume du sol à traiter.

La littérature suggère qu'un volume de gaz de sol égal au VTP doit être extrait au moins quotidiennement pour un traitement efficace surtout si la volatilisation est prévue d'être le mécanisme primaire de transfert des polluants. On peut calculer le temps requis pour échanger un VTP de gaz de sol en utilisant l'équation suivante :

$$E = \frac{\epsilon \cdot V}{Q}$$

Avec : E : taux d'échange d'un volume de gaz égal à VTP (heure).

$\epsilon$  : porosité du sol (m<sup>3</sup>/ m<sup>3</sup> de sol).

V : Volume de sol à traiter m<sup>3</sup>.

Q : Débit d'extraction de gaz (m<sup>3</sup>/heure).

## **4.2. Valeurs « guide »**

La durée de traitement par extraction sous pression réduite in situ peut varier de quelques mois à 3 ans selon les caractéristiques de la pollution et celles du sol. Cette durée doit être comparée aux contraintes spécifiques à la gestion du site concerné.

## 5. Synthèse des résultats

Les résultats de faisabilité de ces techniques sur la base des essais d'orientation et de l'évaluation des performances d'un traitement par extraction sous pression réduite et extraction multiphasique sont présentés selon le modèle de fiche ci-dessous.

<b>DESCRIPTION DE LA PROBLEMATIQUE RENCONTREE ET DE L'USAGE PREVU</b>	Typologie de pollution, caractéristiques du sol, du site, cibles à protéger, voies de transfert
<b>OBJECTIFS DE REHABILITATION RECHERCHES</b>	Réduction des risques sanitaires Réduction des risques environnementaux Réduction des nuisances et autres risques
<b>RESULTATS DES ESSAIS D'ORIENTATION</b>	<i>Passage à l'évaluation des performances</i> <i>Abandon de cette technique</i>
<b>RESULTATS DE L'EVALUATION DES PERFORMANCES</b>	<i>Technique applicable</i> <i>Technique non applicable</i>
<b>COMPARAISON DES PERFORMANCES</b> Teneur résiduelle / objectifs Concentration disponible / objectifs Ecotoxicité Aptitude à un support végétal /objectifs Durée de traitement / objectifs	
<b>EQUIPEMENT COMPLEMENTAIRE NECESSAIRE</b> (gestion des effluents)	
<b>COMMENTAIRE</b>	