HAL
open science

Optimisation de l'extraction par micro-ondes d'hydrocarbures aromatiques polycycliques et leurs dérivés nitrés à partir de particules de suies issues de moteurs Diesel

K Oukebdane, F. Portet-Koltalo, P. Desbène, F. Dionnet

To cite this version:

K Oukebdane, F. Portet-Koltalo, P. Desbène, F. Dionnet. Optimisation de l'extraction par micro-ondes d'hydrocarbures aromatiques polycycliques et leurs dérivés nitrés à partir de particules de suies issues de moteurs Diesel . 1er symposium de chimie et biologie analytiques, Sep 2005, Montpellier, France. hal-02558038

HAL Id: hal-02558038

https://normandie-univ.hal.science/hal-02558038v1

Submitted on 29 Apr 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

OPTIMISATION DE L'EXTRACTION PAR MICRO-ONDES D'HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES ET LEURS DÉRIVÉS NITRÉS A PARTIR DE PARTICULES DE SUIES ISSUES DE MOTEURS DIESEL.

K. Oukebdane, **F. Portet-Koltalo, P.L. Desbène**
Laboratoire d'Analyse des Systèmes Organiques Complexes, UPRES 3233 (SMS)-IRCOF et IFRMP, Université de Rouen, 55 rue Saint Germain, 27000 Evreux, France.
e-mail: florence.koltalo@univ-rouen.fr paul-louis.desbene@univ-rouen.fr
F. Dionnet
CERTAM, Technopole du Madrillet, 1 rue Joseph Fourier, 76800 Saint Etienne du Rouvray, France.
e-mail: frederic.dionnet@coria.fr

BUT

But de l'étude: Métrologie chimique des suies produites par combustion en sortie d'un moteur thermique.

HAP et nitroHAP : Polluants toxiques, cancérigènes, mutagènes

- **Extraction sous micro onde des HAP et nitroHAP adsorbés sur particules Diesel**
- **Analyse et Quantification par GC/MS**

Problème: particules carbonées particulièrement réfractaires aux extractions

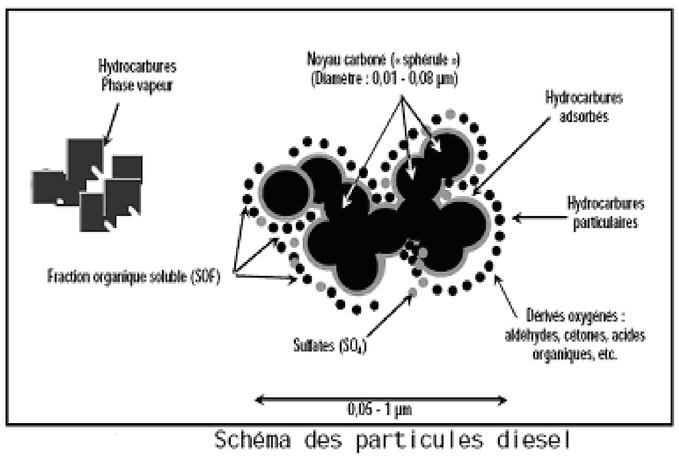


Schéma des particules diesel

STRATEGIE

Optimisation de l'extraction: avantages du plan d'expériences

*** Recherche des facteurs influents**

*** Etude de l'interaction des facteurs entre eux**

*** Modélisation des réponses et évaluation de la robustesse**

•Conditions optimales d'analyse

***Facteurs étudiés pour le plan d'expériences* :**

Température d'extraction (80 – 140 °C).
Temps d'extraction (5 – 37 min).
Volume de solvant (6 – 30 mL).
Nature du solvant (Chloroforme, THF, Dichloromethane).

•Plan composite centré en étoile à deux niveaux

4 facteurs étudiés : (16 + 6 points au centre + 8 points en étoile)

⇨ 30 expériences

Points au centre: répétabilité (variance)

Points en étoile : * effets quadratiques (courbure de la réponse)

* situés à une distance α du centre du domaine avec

$\alpha = (2^{k})\ ¼ = 2$

Analyse

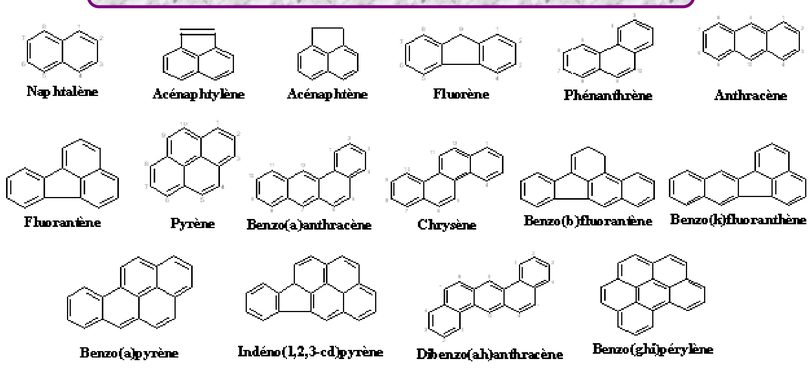
Analyse des HAP réalisée en GC-MS en mode SIM .

LOD (HAP) = 0.15 to 2.5 µg.L^{-1}

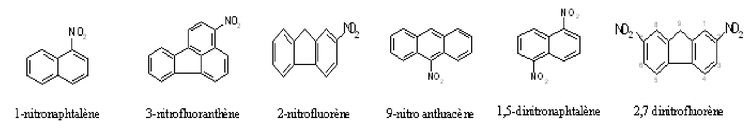
LOD (NHAP) = 5 to 100 µg.L^{-1}

LOD (alcanes) = 40 to 60 µg.L^{-1}

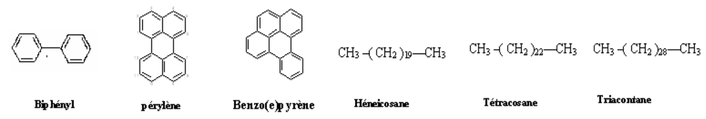
POLLUANTS ETUDIES



16 HAP prioritaires définis par l'Agence de Protection de l'Environnement américaine EPA



nitroHAP



HAP secondaires **Alcanes**

CONDITIONS OPERATOIRES

Extraction

Lavage des suie par Soxhlet (250 mL CH_2cl_2 pendant 8 heures) x 2 fois.

Dopage de la suie lavée (30 min) avec 100 µL de solution à 100 µg/mL.

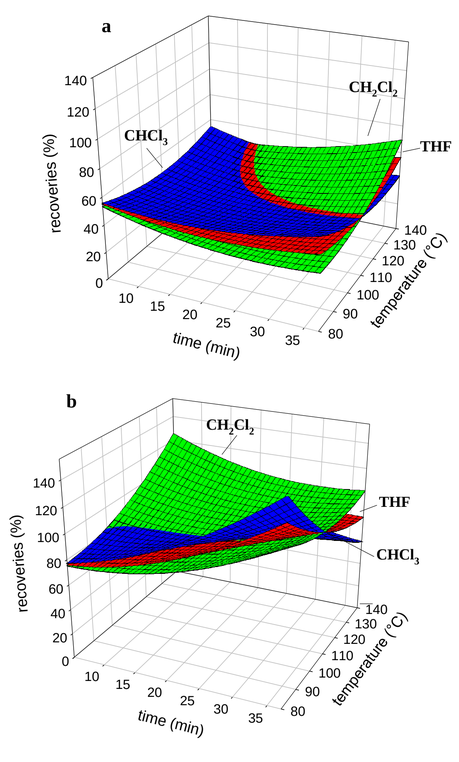
Introduction du solvant dans la cellule.
Extraction à 1200 Watt.
Refroidissement et filtration sur un Filtre « PTFE »
Introduction de l'étalon interne et quantification par GC/MS.

Quantification

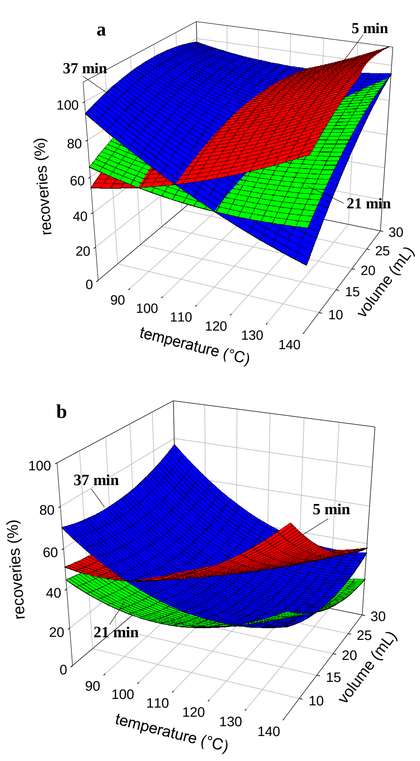
En mode SIM
GC : Colonne DB-5MS L = 50 m, dc = 250 µm, épaisseur = 0,25µm
T_{inj} = 250°C, splitless, V_{inj}=1µL

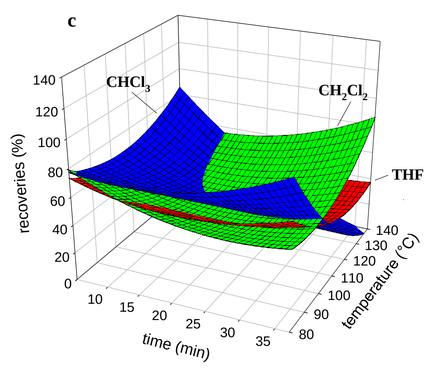
Optimisation de l'extraction des HAP par "MAE"

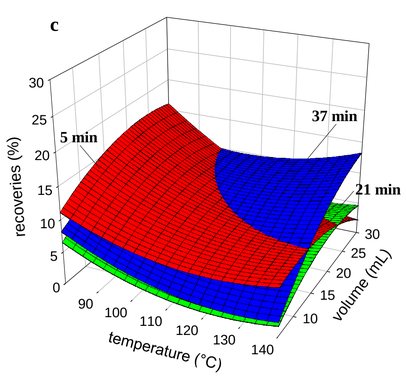
nature de solvant = f (t, T) avec V= 18 mL



t = f (T, V) avec du chloroforme







a/ Chrysène b/ Tetracosane c/ 9-nitroAnthracène

Nature du solvant peu influent mais
Chloroforme, dichlorométhane > THF

a/ Pyrène b/ 1,5dinitronaphtalène c/ Benzo(a)Pyrène

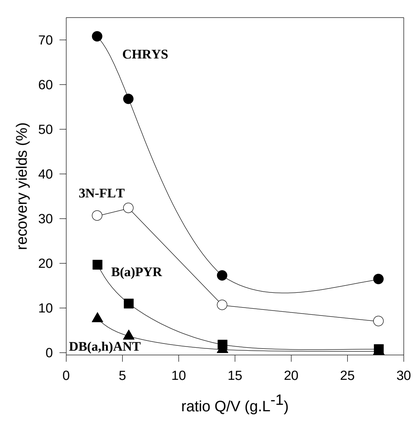
Chloroforme: Temps élevé et température faible (37 min, 80°C)

Ou dichlorométhane: temps élevé et température élevée (37 min, 140°C)

- **HAP (2-4 cycles), alcanes: extraction quantitative .**
- **HAP (5-6 cycles), nitroHAP: extraction non quantitative.** ex: HAP lourds < 3 %

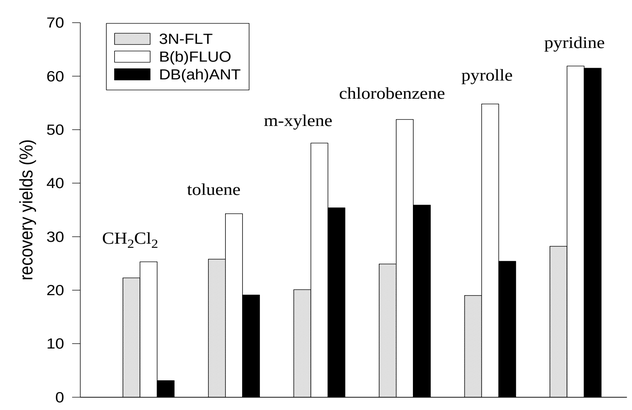
Extraction des HAP lourds par "MAE" dans les conditions optimales

1) Influence de la quantité de particules Diesel



V = 18 mL de dichlorométhane
Q(suie) ≤ 100 mg

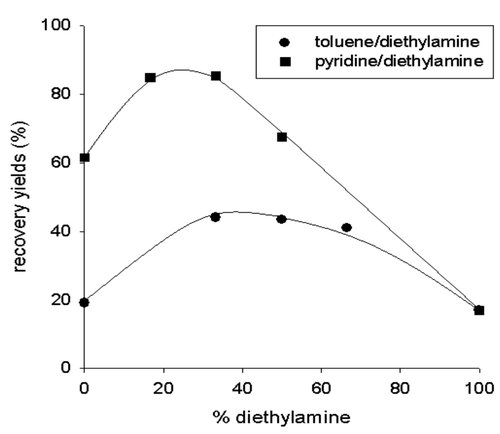
2) Utilisation d'autres solvants: aromatiques et hétérocycles aromatiques



Temps = 37 min Température= 140 °C

Alcools, acétonitrile
Acétone, THF
< CHCl3, CH2Cl2< Aromatiques < Hétérocycles aromatiques

3)Etude de mélanges binaires (renforcement du caractère basique)



Extraction du dibenzo(a, h)anthracène
Temps = 37 min Température= 140°C
Mélange Pyridine/diethylamine (6:1)

HAP lourds≥ 80 %

CONCLUSION & PERSPECTIVES

• Les conditions optimales d'extraction des HAP et nitroHAP sont: Température= 140°C, Temps= 37min, Volume de solvant= 18 mL.

•Extraction par micro-ondes plus efficace pour les HAP lourds avec des solvants aromatiques hétérocycliques comme la pyridine.

• Le caractère basique des extractants influence favorablement la désorption des HAP lourds (Rendement > 80% pour le melange pyridine/dietylamine).

Application à des suies issues d'essais moteurs :

**** Etude de la composition en HAP et nitroHAP en fonction des conditions de la combustion (régime du moteur, charge).***

**** Cartographie des polluants selon la taille des particules.***