
**Qualité du sol — Analyse rapide
d'une sélection d'éléments dans les
sols à l'aide d'un spectromètre de
fluorescence X à dispersion d'énergie
portable ou portatif**

*Soil quality — Screening soils for selected elements by energy-
dispersive X-ray fluorescence spectrometry using a handheld or
portable instrument*
**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

ISO 13196:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13196:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|-----------|
| Avant-propos..... | iv |
| Introduction..... | v |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 1 |
| 4 Principe | 2 |
| 5 Appareillage | 2 |
| 6 Procédure | 3 |
| 6.1 Généralités..... | 3 |
| 6.2 Contrôle de performance des instruments..... | 3 |
| 6.3 Étalonnage (calibration)..... | 3 |
| 6.4 Mesurage <i>in situ</i> | 3 |
| 6.5 Analyse de sol avec échantillonnage..... | 4 |
| 7 Contrôle de la qualité | 4 |
| 7.1 Test de performance avec des matériaux de référence étalons..... | 4 |
| 7.2 Étalonnage de l'énergie..... | 5 |
| 8 Rapport d'essai | 5 |
| Annexe A (informative) Données de fidélité | 6 |
| Bibliographie..... | 12 |

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13196:2013
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 13196 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13196:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013>

Introduction

La spectrométrie de fluorescence X (XRF) est une méthode de détermination rapide des compositions élémentaires totales des échantillons de sol. Contrairement aux analyses par spectroscopie d'absorption atomique et spectroscopie à plasma inductif, la spectrométrie XRF ne nécessite aucune étape de minéralisation pour préparer la solution d'essai à analyser. Les étalonnages prédéfinis en usine peuvent être utilisés. De ce fait, la méthode XRF convient à la détermination rapide sur site d'une sélection d'éléments, principalement les métaux lourds dans les démarches de diagnostic. Les éléments typiques qu'il est possible d'analyser comprennent Cr, As, Se, Cd, Hg et Pb selon l'instrument. Pour les analyses *in situ* ou bien celles accompagnées d'une préparation sommaire des échantillons, un équipement XRF portable de type mobile ou pistolet alimenté par batterie est requis.

Lors de la réalisation d'une analyse sur un site, il peut être important de disposer d'informations sur la présence d'un élément et également d'obtenir des résultats semi-quantitatifs. Il est en effet souvent impossible de procéder à l'étalonnage de l'appareil à partir de matériaux de référence sur un site à examiner. Dans ce type de situation, il convient d'utiliser les étalonnages prédéfinis en usine.

La présente Norme internationale décrit des méthodes rapides pour l'analyse sur site d'éléments sélectionnés, y compris de métaux lourds, en utilisant un équipement à dispersion d'énergie XRF (ED-XRF) portable ou portatif alimenté par batterie.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13196:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13196:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013>

Qualité du sol — Analyse rapide d'une sélection d'éléments dans les sols à l'aide d'un spectromètre de fluorescence X à dispersion d'énergie portable ou portatif

AVERTISSEMENT — Les échantillons de sol peuvent contenir des contaminants toxiques. Éviter le contact direct des échantillons de sol avec les parties exposées du corps humain. Des mesures appropriées doivent être prises pour éviter l'ingestion et l'inhalation. L'exposition aux rayons X peut causer des maladies dermatologiques et hématologiques. Les spectromètres à fluorescence X doivent satisfaire aux réglementations nationales relatives à la radioprotection. Au moins une personne impliquée dans l'analyse par fluorescence X doit être qualifiée pour gérer ou superviser le fonctionnement des appareils de radiographie conformément aux réglementations nationales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la procédure d'analyse rapide d'une sélection d'éléments dans les sols et matériaux similaires lorsque l'on utilise des spectromètres XRF à dispersion d'énergie portables ou portatifs. Cette méthode rapide est supposée être appliquée sur site pour obtenir des données qualitatives ou semi-quantitatives qui aident notamment à décider de la stratégie d'échantillonnage plus poussée pour évaluer la qualité du sol. Plus les efforts de traitement préalable des échantillons de sol sont importants plus on peut s'attendre à des résultats d'analyse de qualité (voir, par exemple, la Référence [5]).

La présente Norme internationale ne spécifie pas de façon explicite les éléments pour lesquels elle est applicable dans la mesure où ses possibilités d'application dépendent des performances de l'appareil, des caractéristiques du sol et des objectifs du diagnostic. Les éléments qui peuvent être déterminés sont limités par la performance des instruments utilisés, la concentration de l'élément présent dans le sol, et les exigences de l'investigation (par exemple la valeur de référence).

Pour Hg, Cd, Co, Mo, V et Sb, la majorité des instruments n'est pas assez sensible pour atteindre des limites de quantification assez basses (LOQ) pour satisfaire les exigences (valeurs limites ou seuils) mises en place par décret dans différents pays. Dans ce cas, d'autres méthodes doivent être utilisées pour mesurer ces basses concentrations. En règle générale, des méthodes chimiques par voie humide sont utilisées, fondées sur des extraits *d'eau régale*, en combinaison avec des méthodes de spectrométrie de masse ou optiques telles que AAS, ICP-OES ou ICP-MS.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 12404, *Qualité du sol — Lignes directrices pour la sélection et l'application des méthodes de diagnostic rapide*

EN 15309, *Caractérisation des déchets et du sol — Détermination de la composition élémentaire par fluorescence X*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 approche des paramètres fondamentaux
méthode permettant d'obtenir la composition élémentaire par le biais d'une approximation successive des intensités théoriques de fluorescence X par rapport aux intensités mesurées de fluorescence X

Note 1 à l'article: Le calcul des intensités théoriques de fluorescence X est réalisé à partir de la composition élémentaire présumée, de paramètres théoriques et de coefficients de sensibilité prédéterminés du spectromètre à fluorescence X.

3.2 spectromètre XRF de type pistolet
spectromètre XRF qui peut être utilisé à la main pour analyser les sols *in situ* (restant en place)

3.3 spectromètre XRF de type mobile
spectromètre XRF qui peut être transporté jusqu'au site pour analyser les échantillons qui y ont été prélevés

4 Principe

La concentration des éléments sélectionnés dans le sol est déterminée à l'aide d'un spectromètre XRF de type mobile ou pistolet. Les concentrations des éléments sont mesurées après échantillonnage et traitement préalable limité ou directement dans le sol *in situ*.

5 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW

5.1 Spectromètre de fluorescence X à dispersion d'énergie (ED-XRF), de type mobile ou pistolet alimenté par batterie appropriée.

5.2 Récipient pour échantillonnage et préparation [ISO 13196:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013)

Une cuvette ou un plateau en plastique qui peut contenir une quantité suffisante de sol à échantillonner. Le matériau en plastique doit être suffisamment résistant pour retenir les agrégats lors de leur concassage (émottage).

5.3 Cuillère de prélèvement, non métallique (par exemple en plastique ou en céramique) pour prélever des échantillons de sol sur les sites et casser les agrégats contenus dans ces échantillons.

5.4 Tamis (facultatif), d'une taille de maille de 2 mm.

5.5 Godet à échantillons pour appareil XRF de type mobile.

Un godet en plastique, adapté à l'appareil XRF à utiliser, équipé d'une fenêtre à sa partie inférieure en polypropylène ou polyéthylène téréphtalate. Un sac en plastique est aussi une alternative pour l'analyse des métaux lourds. La concentration des éléments cibles du godet ou du sac en plastique doit être négligeable.

5.6 Récipient à échantillon pour appareil XRF (cupule) de type pistolet.

Récipient en plastique adapté au traitement préalable simple des échantillons et à la mesure XRF directe. La concentration des éléments cibles dans le récipient doit être négligeable.

5.7 Dispositif de séchage (facultatif).

Un four de séchage électrique portable, une plaque chauffante, etc. alimentés par des batteries, un générateur portable ou un élément chauffant alimenté par des réactions chimiques exothermiques, par exemple l'hydratation de l'oxyde de calcium.

6 Procédure

6.1 Généralités

Les instruments XRF portables de type pistolet peuvent être utilisés pour des mesurages *in situ* directs du sol et obtention de résultats qualitatifs. Les instruments XRF portables de type mobile ou pistolet, combinés à un traitement préalable limité de l'échantillon, donneront des résultats semi-quantitatifs.

Si des résultats quantitatifs sont nécessaires, un traitement préalable complet de l'échantillon ainsi qu'une homogénéisation et une réduction granulométrique sont nécessaires (voir l'EN 15309).

Avant le démarrage de l'étalonnage et des mesurages, définir les paramètres à analyser. Vérifier que le niveau de concentration à mesurer est compatible avec la capacité de l'instrument utilisé. Utiliser les instructions du fabricant et réaliser des essais avec des échantillons de composition connue.

Pour de plus amples informations sur les concepts d'échantillonnage et de mesure, voir l'ISO 12404.

6.2 Contrôle de performance des instruments

Avant l'analyse, suivre les instructions du fabricant concernant le réglage, le conditionnement, la préparation et l'entretien de l'instrument. De plus, le contrôle de performance de l'instrument doit être réalisé au minimum une fois par jour pour assurer sa stabilité.

La spectrométrie de fluorescence X peut avoir des interférences spectrales par chevauchement de raies. Afin de confirmer les performances de l'instrument et du logiciel de correction des interférences, il est recommandé de soumettre à essai l'instrument en utilisant des échantillons de référence à multiples éléments ayant des compositions élémentaires similaires à celles des sols réels à analyser.

6.3 Étalonnage (calibration)

ISO 13196:2013

En règle générale, l'étalonnage n'est pas nécessaire et l'étalonnage préinstallé par le fabricant suffit. Si un étalonnage spécifique est nécessaire, suivre les instructions du fabricant.

Si les graphiques d'étalonnage spécifiques au site doivent être utilisés, le mesurage doit être réalisé dans les mêmes conditions de fonctionnement et de prélèvement que celles utilisées pour l'étalonnage. Pour les échantillons présentant des effets de matrice significatifs ou non connus, l'approche des paramètres fondamentaux est recommandée.

6.4 Mesurage *in situ*

6.4.1 Préparation du point de mesure

Retirer les corps étrangers de l'endroit ciblé et lisser la surface du sol avec une pelle ou une cuillère non métallique.

6.4.2 Point ou surface de mesure

Démarrer le spectromètre XRF de type pistolet suivant les instructions du fabricant.

Maintenir et appliquer le spectromètre XRF sur la surface nivelée du sol.

Procéder au mesurage et lire les compositions élémentaires des éléments cibles. En plus de l'information qualitative sur la nature des éléments présents, les niveaux de concentration peuvent être obtenus.

NOTE Il est important d'être conscient que seuls les éléments présents à la surface ou à très faible profondeur de la surface peuvent être mesurés par cette méthode.

6.5 Analyse de sol avec échantillonnage

6.5.1 Préparation des échantillons

Prendre une masse d'échantillon de sol suffisante pour assurer une répétabilité acceptable (par exemple de 10 g à 10 000 g). Là où un grand échantillon est prélevé, un sous-échantillon sera prélevé pour constituer une portion d'essai représentative. Retirer de l'échantillon les matériaux étrangers et concasser les agrégats en fines particules de sol en les pressant à l'aide d'une cuillère.

Retirer les particules supérieures à environ 2 mm, par exemple en tamisant. Homogénéiser l'échantillon dans le récipient, par exemple en agitant.

Remplir un godet à échantillon/un sac en polyéthylène transparent avec l'échantillon de sol préalablement traité. Taper plusieurs fois le godet à échantillon sur une surface plane propre pour s'assurer que les particules de sol soient bien tassées. Pour les échantillons humides ou argileux, presser la matière dans le godet en utilisant la cuillère. S'il y a des vides visibles sur le film au fond du godet, tasser à nouveau l'échantillon de sol ou répéter le tapotement jusqu'à ce que l'échantillon de sol remplisse de façon uniforme toute la surface du film. Selon le type de sol, une compression de l'échantillon pour réduire les vides peut être nécessaire pour améliorer les résultats.

En cas d'utilisation d'un sac en plastique au lieu d'un godet, le sac doit être secoué ou moulé pour créer une surface plate et lisse. Secouer le sac pour transférer les particules fines vers le fond du sac. S'assurer qu'il n'y a pas de volume d'air dans le sac et replier celui-ci pour envelopper fermement l'échantillon. L'épaisseur de l'échantillon de sol ne doit pas être inférieure à 5 mm.

Une teneur élevée en eau de l'échantillon donne lieu à une sous-estimation. Le séchage des échantillons améliore la justesse des résultats. Si l'échantillon est humide, c'est-à-dire si la teneur en eau est supérieure à 10 %, étaler une partie de l'échantillon trié et homogénéisé sur un plateau en plastique et attendre qu'elle sèche. Les échantillons peuvent être séchés de façon plus efficace à l'aide d'un dispositif de séchage portable. Répéter le mesurage après séchage.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc74259-23a3-41d1-a706-8379dd798fca/iso-13196-2013)

6.5.2 Analyse des échantillons et calcul

Régler le spectromètre XRF suivant les instructions du fabricant.

Analyser les échantillons préparés suivant le mode opératoire décrit en [6.5.1](#), et lire les compositions élémentaires des éléments cibles. En plus de l'information qualitative sur la nature des éléments présents, les niveaux de concentration peuvent être obtenus.

Si les graphiques d'étalonnage spécifiques au site doivent être utilisés, les mesurages doivent être réalisés dans les mêmes conditions de fonctionnement et de prélèvement que celles utilisées pour l'étalonnage. Pour les échantillons présentant des effets de matrice significatifs ou non connus, l'approche des paramètres fondamentaux est recommandée.

NOTE Certains spectromètres XRF sont équipés d'une caméra CCD (Charge-Coupled Device, ou dispositif à transfert de charge) pour surveiller la morphologie des échantillons. Il est utile de choisir des points d'analyse appropriés permettant d'éviter tout vide.

7 Contrôle de la qualité

7.1 Test de performance avec des matériaux de référence étalons

7.1.1 Fonctionnement général

Vérifier périodiquement le spectromètre XRF conformément aux instructions du fabricant. Utiliser le matériau de référence recommandé par le fabricant pour confirmer l'état normal de fonctionnement du spectromètre XRF.

Lorsque le résultat de l'essai n'est pas conforme aux spécifications du fabricant, procéder à l'étalonnage de l'énergie décrit en 7.2 et soumettre de nouveau le spectromètre XRF à essai à l'aide du même matériau de référence.

7.1.2 Performances spécifiques au site

Vérifier périodiquement le spectromètre XRF à l'aide de matériaux de référence ayant des matrices similaires à celles des échantillons réels. Le protocole de mesure des matériaux de référence doit être le même que celui des échantillons réels. Si les résultats ne sont pas conformes aux exigences de fidélité de l'investigation, reprendre l'étalonnage et/ou réaliser un étalonnage de l'énergie.

7.2 Étalonnage de l'énergie

Réaliser périodiquement l'étalonnage de l'énergie conformément aux instructions du fabricant. Réaliser également un étalonnage de l'énergie lorsque la vérification du fonctionnement (7.1) a donné un résultat non-concluant.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) l'identification complète des échantillons;
- c) l'identification du mode de fonctionnement de l'instrument;
- d) les résultats de la détermination;
- e) toute information non spécifiée dans la présente Norme internationale ou qui est facultative, ainsi que tout facteur susceptible d'avoir affecté les résultats.