
**Combustibles solides de
récupération — Détermination de
la composition élémentaire par
fluorescence de rayons X**

*Solid recovered fuels — Determination of elemental composition by
X-ray fluorescence*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 22940:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0c415fd9-1942-4056-926d-7a42491b4473/iso-22940-2021>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 22940:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0c415fd9-1942-4056-926d-7a42491b4473/iso-22940-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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 Symboles et abréviations | 3 |
| 4.1 Symboles | 3 |
| 4.2 Abréviations | 4 |
| 5 Consignes de sécurité | 4 |
| 6 Principe | 4 |
| 7 Appareillage | 4 |
| 8 Interférences et sources d'erreur | 5 |
| 9 Préparation des échantillons | 5 |
| 9.1 Principes de préparation..... | 5 |
| 9.2 Séchage du matériau échantillon pour analyse générale..... | 6 |
| 9.3 Préparation des pastilles pressées | 6 |
| 10 Mode opératoire | 6 |
| 10.1 Conditions analytiques de mesure..... | 6 |
| 10.1.1 Spectromètres à dispersion de longueur d'onde..... | 6 |
| 10.1.2 Spectromètres à dispersion d'énergie..... | 7 |
| 10.1.3 Intensités et corrections du bruit de fond | 7 |
| 10.2 Étalonnage | 9 |
| 10.2.1 Généralités | 9 |
| 10.2.2 Méthode générale d'étalonnage | 9 |
| 10.2.3 Mode opératoire d'étalonnage utilisant la méthode des pastilles pressées (méthode recommandée) | 10 |
| 10.3 Méthodes de correction des effets de matrice..... | 11 |
| 10.3.1 Généralités | 11 |
| 10.3.2 Correction par étalon interne utilisant la méthode de diffusion (incohérente) Compton..... | 11 |
| 10.3.3 Approche des paramètres fondamentaux..... | 11 |
| 10.3.4 Méthode du coefficient d'influence fondamental ou théorique | 12 |
| 10.3.5 Correction alpha empirique..... | 12 |
| 10.4 Analyse des échantillons | 13 |
| 11 Contrôle qualité | 13 |
| 11.1 Méthode de correction de la dérive | 13 |
| 11.2 Matériaux de référence et témoins de contrôle qualité..... | 13 |
| 12 Calcul du résultat | 14 |
| 13 Caractéristiques de performance | 14 |
| 14 Rapport d'essai | 14 |
| Annexe A (informative) Matériaux de référence de combustibles solides de récupération disponibles publiquement | 15 |
| Annexe B (informative) Validation | 16 |
| Bibliographie | 37 |

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 300, *Combustibles solides de récupération*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 343, *Combustibles solides de récupération* du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

La spectrométrie de fluorescence X peut être utilisée pour obtenir rapidement une vue générale qualitative des éléments et impuretés conduisant à la formation de cendres. Lorsque l'étalonnage est basé sur des matériaux de référence ou des échantillons homogènes de combustible solide de récupération correspondant à la matrice dont la teneur est connue, la spectrométrie de fluorescence X peut être utilisée pour une analyse quantitative de la teneur totale des éléments spécifiés dans différents combustibles solides de récupération.

La qualité des résultats obtenus dépend énormément du type d'appareillage employé, par exemple spectromètre de faible encombrement ou appareillage haute performance, à dispersion d'énergie ou à dispersion de longueur d'onde. Lors du choix d'un spectromètre, plusieurs facteurs doivent être pris en considération, comme le type des matrices à analyser, les éléments à déterminer, les limites de détection requises et la durée de mesure.

Du fait de la grande diversité des compositions de matrice et du manque de matériaux de référence adaptés pour les combustibles solides de récupération d'origines diverses, il est souvent difficile d'établir un étalonnage avec des matériaux de référence correspondant à la matrice. Il est donc important d'utiliser plusieurs échantillons homogénéisés de combustibles solides de récupération présentant des propriétés qui correspondent suffisamment aux matrices d'intérêt et dont la teneur a été déterminée par des techniques de mesurage indépendantes, par exemple la digestion totale des combustibles solides de récupération et la caractérisation des éléments majeurs et mineurs par le mesurage des solutions de digestion par ICP-MS ou ICP-OES ou par d'autres techniques comme l'analyse élémentaire à l'aide de la technologie de combustion sur soufre ou par combustion puis détermination par chromatographie ionique pour le chlore.

Le présent document décrit deux méthodes différentes:

- 1) Méthode analytique quantitative pour les éléments majeurs des combustibles solides de récupération. L'étalonnage s'appuie sur différents matériaux de référence et échantillons de combustibles solides de récupération dont la teneur est connue.

Les éléments qualifiés d'éléments majeurs des combustibles solides de récupération sont en réalité bien plus les éléments majeurs des cendres de combustible que ceux des combustibles. La détermination de ces éléments peut aider à prédire le comportement de fusion et de scorification des cendres. De plus, des teneurs élevées de certains éléments mettent en évidence une contamination du combustible par du sable ou de la terre;

- 2) Caractérisation élémentaire totale à un niveau semi-quantitatif pour les éléments majeurs et mineurs des combustibles solides de récupération. L'étalonnage est basé sur des droites d'étalonnage ne dépendant pas de la matrice, préalablement établies par le fabricant du spectromètre.

En général, la sensibilité de la fluorescence X n'est pas suffisante pour la détermination de la teneur des éléments mineurs (traces de métaux) dans les combustibles solides de récupération. Toutefois, il est possible d'utiliser la détermination des éléments mineurs après étalonnage avec des échantillons de combustibles solides de récupération dont la teneur est connue ou à un niveau semi-quantitatif fondé sur des courbes d'étalonnage indépendantes de la matrice pour collecter des données pour des nombres d'échantillons plus importants en tenant compte d'un niveau de fidélité moindre. Il est donc admis d'effectuer une détermination pour révéler des teneurs excessives des éléments mineurs dans les combustibles solides de récupération.

Combustibles solides de récupération — Détermination de la composition élémentaire par fluorescence de rayons X

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthode de détermination des concentrations d'éléments majeurs et mineurs dans un matériau de combustible solide de récupération par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF) ou par spectrométrie de fluorescence X à dispersion de longueur d'onde (WDXRF) à partir d'un étalonnage avec des matériaux de référence ou des échantillons de combustibles solides de récupération dont la teneur est connue. Une détermination semi-quantitative peut être effectuée en utilisant des étalons ne dépendant pas de la matrice.

Le présent document s'applique aux éléments suivants: Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Br, Mo, Cd, Sb, Sn, Tl et Pb. Il est possible de déterminer des niveaux de concentration de l'ordre de 0,000 1 % et 100 % en fonction de l'élément, des matériaux d'étalonnage employés et du spectromètre utilisé.

NOTE La spectrométrie de fluorescence X peut être utilisée pour obtenir rapidement une vue générale qualitative des éléments et impuretés et, après un étalonnage approprié, se révèle très utile pour déterminer les éléments majeurs ou même les éléments mineurs (sauf le Hg) afin d'identifier rapidement les concentrations accrues d'éléments mineurs dans les combustibles solides de récupération (CRF) (par exemple, lors de la production de CSR).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 21637, *Combustibles solides de récupération — Vocabulaire*

ISO 21646,¹⁾ *Combustibles solides de récupération — Préparation des échantillons*

ISO 21660-3, *Combustibles solides de récupération — Détermination de l'humidité par la méthode de séchage à l'étuve — Partie 3: Humidité de l'échantillon pour analyse générale*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 21637 ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

saut d'absorption

brusque variation du coefficient d'absorption massique à une longueur d'onde ou énergie donnée

1) En cours d'élaboration. Stade à la date de publication: ISO/DIS 21646:2021.

3.2

absorption

diminution de l'intensité des rayons X due à un matériau isotrope et homogène, telle que décrite par la loi de Beer-Lambert

3.3

signal analytique

raie spectrale de rayons X caractéristique et spécifique de l'atome ou de l'ion utilisé pour la détermination de la teneur en analyte

3.4

radiation continue (Bremsstrahlung)

rayonnement électromagnétique généré par l'accélération d'une particule chargée, telle qu'un électron, survenant lorsque sa trajectoire est déviée par une autre particule chargée, telle qu'un noyau atomique

3.5

signal Compton

raie spectrale due à une diffusion incohérente (effet Compton), apparaissant lorsque le photon de rayon X incident heurte un atome sans favoriser la fluorescence

Note 1 à l'article: La collision entraîne une perte d'énergie et par conséquent, le photon de rayon X diffusé résultant a moins d'énergie que le photon de rayon X incident.

3.6

témoins pour correction de dérive

échantillons physiquement stables utilisés pour corriger la dérive instrumentale

3.7

rayonnement émis

rayons X d'échantillon émis

rayonnement émis par un échantillon, constitué du *rayonnement de fluorescence X* ([3.13](#)) et des *rayons X primaires* ([3.11](#)) diffusés

3.8

coefficient d'absorption massique

constante décrivant l'atténuation proportionnelle de l'intensité d'un faisceau de rayonnement X lorsqu'il traverse un milieu absorbant

Note 1 à l'article: Il est exprimé en cm^2/g .

Note 2 à l'article: Le coefficient d'absorption massique dépend de la longueur d'onde du rayonnement absorbé et du numéro atomique de l'élément absorbant.

3.9

échantillon de poudre

échantillon d'analyte soumis à analyse sous forme de poudre pour un mesurage direct dans le creuset d'échantillon

3.10

pastille pressée

échantillon d'analyte préparé en comprimant un matériau broyé dans un disque

3.11

rayons X primaires

rayons X irradiant l'échantillon

3.12**témoin de contrôle qualité**

échantillon stable dont les teneurs des différents éléments sont connues, par exemple un matériau de référence certifié (MRC) ou des échantillons homogénéisés de combustible solide de récupération d'origine connue dont la teneur a été déterminée par analyse indépendante, utilisé pour contrôler les performances de l'appareillage et l'exactitude de l'étalonnage

3.13**rayonnement de fluorescence X**

rayons X caractéristiques émis par un échantillon lorsqu'il est bombardé de rayons X de haute énergie ou de rayons gamma

4 Symboles et abréviations**4.1 Symboles**

| | |
|----|-----------|
| Al | aluminium |
| As | arsenic |
| Br | brome |
| Ca | calcium |
| Cd | cadmium |
| Cl | chlore |
| Co | cobalt |
| Cr | chrome |
| Cu | cuivre |
| Fe | fer |
| K | potassium |
| Mg | magnésium |
| Mn | manganèse |
| Mo | molybdène |
| Na | sodium |
| Ni | nickel |
| P | phosphore |
| Pb | plomb |
| S | soufre |
| Sb | antimoine |
| Si | silicium |
| Sn | étain |

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 22940:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0c415fd9-1942-4056-926d-7a42491b4473/iso-22940-2021>

| | |
|----|----------|
| Ti | titane |
| Tl | thallium |
| V | vanadium |
| Zn | zinc |

4.2 Abréviations

| | |
|-------|---|
| EDXRF | fluorescence X à dispersion d'énergie (energy dispersive x-ray fluorescence) |
| MCA | analyseur multicanaux (multi-channel analyser) |
| WDXRF | fluorescence X à dispersion de longueur d'onde (wavelength dispersive x-ray fluorescence) |

5 Consignes de sécurité

L'organisme doit avoir pris connaissance des exigences légales applicables au spectromètre de fluorescence X.

La personne chargée de mettre en œuvre le spectromètre à rayons X et de superviser son bon fonctionnement doit démontrer ses connaissances de la réglementation nationale relative à la protection contre les rayonnements.

6 Principe

Après avoir été convenablement préparé, l'échantillon est introduit dans un spectromètre XRF, puis excité par des rayons X primaires. Les intensités des spectres d'énergie de fluorescence secondaire propres à chaque élément sont mesurées et la composition élémentaire des échantillons est déterminée à partir des tracés ou équations d'étalonnage préalablement établis en appliquant des facteurs de correction pour tenir compte des effets d'interférence entre éléments. Les équations d'étalonnage et les facteurs de correction des effets d'interférence entre éléments sont établis à l'aide de réactifs purs et/ou d'un ensemble de matériaux internes ou de référence satisfaisant à toutes les exigences de la technique de préparation appropriée.

7 Appareillage

7.1 Spectromètre de fluorescence X, qui doit permettre d'analyser les éléments conformément au domaine d'application du présent document. Il est possible d'utiliser les deux types de spectromètres de fluorescence X ci-dessous:

- spectromètre EDXRF qui réalise la dispersion du rayonnement de fluorescence X émis par un détecteur de dispersion d'énergie;
- spectromètre WDXRF qui réalise la dispersion du rayonnement de fluorescence X émis par diffraction à l'aide d'un cristal ou d'une surface à multiples couches synthétiques.

Le spectromètre est composé des éléments suivants:

- source de rayons X primaires, un tube à rayons X avec un générateur haute tension;
- porte-échantillon;
- unité de détecteur incluant un module d'acquisition électronique;

- modules de modification de source permettant de modifier la forme et l'intensité du spectre de la source ou la forme du faisceau (par exemple, les filtres de source, les cibles secondaires, les cibles de polarisation, les collimateurs, l'optique de focalisation).

L'unité de détecteur d'un spectromètre WDXRF est différente de celle d'un spectromètre EDXRF. Pour les spectromètres WDXRF, la détection repose sur la dispersion du rayonnement émis, obtenue par diffraction à l'aide d'un cristal ou d'une surface à multiples couches synthétiques. Le détecteur n'a pas à avoir de fonction de discrimination d'énergie. Les spectromètres EDXRF utilisent un détecteur à dispersion d'énergie. Les impulsions de courant électrique générées par le détecteur, qui constituent une mesure de l'énergie des rayons X entrant dans le détecteur, sont triées dans des canaux en fonction de l'énergie à l'aide d'un MCA.

NOTE 1 L'emploi d'un tube à rayons X haute tension augmente le risque de perte d'analytes volatils présents dans l'échantillon due à l'augmentation de la température dans le spectromètre pendant l'analyse.

NOTE 2 La dernière génération de spectromètres EDXRF fait appel à la théorie de la cible de polarisation. L'excitation est réalisée par un rayonnement polarisé. Le rayonnement de fluorescence X émis est détecté le long de la direction de polarisation, qui diminue fortement la diffraction de bruit de fond. Il permet par conséquent d'atteindre des limites de détection plus basses (par comparaison au WDXRF).

7.2 Presse à pastiller, pouvant appliquer une pression d'au moins 30 kN. La presse à pastiller peut être une presse à froid ou à moule chaud, fonctionnant à des températures ne dépassant pas les 180 °C.

8 Interférences et sources d'erreur

Les interférences en spectrométrie de fluorescence X sont dues aux chevauchements des raies spectrales, aux effets de matrice, aux artefacts spectraux et aux effets liés à la granulométrie ou à la structure minéralogique.

Les chevauchements de raies spectrales sont rencontrés lorsque la distance entre le signal analytique d'un élément donné et celui d'un autre élément (ou résolution) n'est pas suffisante. Les corrections de ces interférences sont effectuées à l'aide des algorithmes fournis avec le logiciel pilotant le spectromètre.

Les effets de matrice sont rencontrés lorsque le rayonnement de fluorescence X émis par l'élément analyte est absorbé ou accentué par d'autres éléments présents dans l'échantillon avant qu'il n'atteigne le détecteur. Pour les matrices complexes, ces effets doivent en général être corrigés. La méthode de correction dépend du système de spectrométrie de fluorescence X (EDXRF ou WDXRF) et du type de spectromètre.

Les artefacts spectraux, par exemple les pics d'échappement, les pics de somme, les raies dues à une superposition d'impulsions, le temps mort, la correction de la radiation continue de freinage (Bremsstrahlung), sont traités par le logiciel du spectromètre. Les artefacts spectraux de la spectrométrie XRF à dispersion d'énergie sont différents de ceux de la spectrométrie XRF à dispersion de longueur d'onde.

9 Préparation des échantillons

9.1 Principes de préparation

La préparation des échantillons est une étape cruciale pour l'analyse XRF des combustibles solides de récupération. L'exactitude des résultats dépend fortement de la qualité de la préparation des échantillons. Plusieurs options existent:

- pour une analyse quantitative d'échantillons de combustibles solides de récupération, il est recommandé de réaliser des pastilles pressées à partir du matériau échantillon pour analyse générale préparé;

- pour une analyse semi-quantitative de combustibles solides de récupération, il est admis d'utiliser directement le matériau pour analyse générale (sous forme de poudre); en ce qui concerne les échantillons de granulés de combustibles solides de récupération, il est admis d'analyser directement les granulés d'origine sans aucune préparation d'échantillon préalable. Cette analyse peut être effectuée afin d'obtenir rapidement les premières informations sur la composition approximative d'un échantillon. Des résultats analogues peuvent être obtenus au moyen de spectromètres XRF portables destinés aux analyses sur site.

Pour un étalonnage donné, la même méthode de préparation doit être utilisée pour les échantillons et les étalons.

Il est nécessaire de prélever des prises d'essai homogènes et représentatives afin d'obtenir des résultats quantitatifs fidèles. La granulométrie nominale supérieure du matériau doit être de 0,5 mm ou moins, selon la procédure de l'ISO 21646.

9.2 Séchage du matériau échantillon pour analyse générale

Sécher une quantité suffisante de matériau échantillon pour analyse générale conformément à l'ISO 21660-3 juste avant de préparer les pastilles pressées destinées à l'analyse XRF.

NOTE Pour certains spectromètres XRF, le vide appliqué permettra de sécher le matériau échantillon pour analyse générale pendant la détermination, en conduisant aux mêmes résultats que si l'échantillon avait été séché avant analyse.

9.3 Préparation des pastilles pressées

Une pastille est préparée dans une presse à pastiller (7.2). Avant d'être pastillé, l'échantillon doit être mélangé et homogénéisé. Utiliser le même poids pour tout ensemble d'étalons et d'échantillons et ajouter un liant (par exemple, de la cire ou un liant organique liquide), si nécessaire.

Pour la préparation, suivre les instructions du fabricant.

NOTE 1 Différents liants peuvent être utilisés. Dans le cas de liants liquides organiques (environ 0,6 % du poids de l'échantillon), la pastille pressée sera placée dans un four à une température comprise entre 70 °C et 100 °C pendant au moins 10 minutes afin d'évaporer le solvant organique ou pour permettre la formation de polymères à longue chaîne formés par chauffage (par exemple les liants PVP-méthylcellulose).

NOTE 2 Dans le cas de liants à base de cire, le rapport du poids de l'échantillon par rapport à celui de la cire est d'environ 10:1.

10 Mode opératoire

10.1 Conditions analytiques de mesure

10.1.1 Spectromètres à dispersion de longueur d'onde

10.1.1.1 Généralités

Les signaux analytiques à utiliser et les conditions opératoires conseillées sont donnés dans le [Tableau 1](#). Les paramètres de réglage dépendent fortement de la configuration du spectromètre, par exemple du type de tube à rayons X (Rh, Cr), de la puissance du tube, des cristaux à disposition et du type de collimateurs. Dans tous les cas, il convient de suivre les recommandations du fabricant.

10.1.1.2 Intensités et corrections du bruit de fond

Pour la détermination des éléments traces, les intensités mesurées doivent être corrigées du bruit de fond. Il convient qu'il n'y ait pas d'interférences de raies spectrales au niveau des positions de bruit de fond mesurées. L'intensité nette d'un pic, I , exprimée par le nombre de coups par seconde de l'élément