

**CODES DE BONNES PRATIQUES POUR L'UTILISATION DE
TECHNIQUES ALTERNATIVES D'INVESTIGATION DU SOL**

LIBS (handheld)

(Laser Induced Break-down Spectroscopy)


Description de la technique

Le Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) est une technique quasi non destructive basée sur un laser qui effectue des analyses *in situ* des éléments présents dans un échantillon de sol homogène. Après activation du matériau (échantillon de sol) par les rayons laser, les lignes d'émission atomique caractéristiques (signature spectrale) sont captées par l'appareil. Cet appareil permet de déterminer la présence de différents éléments et la composition relative de l'échantillon. La technique est utilisée en Europe pour le contrôle de matériaux ou dans le cadre de recherches académiques principalement. Les caractéristiques uniques du LIBS telles que la durée d'analyse, la détection multiéléments, la haute résolution spatiale et la possibilité de réaliser des analyses *in-situ* sont intéressantes.

INFORMATIONS GENERALES
A. Composantes du sol investiguées

La technique est utilisable pour investiguer la présence de contaminants dans les composantes du sol suivantes :

Composantes du sol		Remarques
Matrice du sol	X	La teneur en eau et la granulométrie influencent le résultat. Les mesures en zone saturée sont moins précises.
Eau souterraine	-	Les émissions de lumière du plasma peuvent uniquement être effectuées sur des liquides et des gaz dans des conditions de laboratoire.
Phase gazeuse du sol	-	Les émissions de lumière du plasma peuvent uniquement être effectuées sur des liquides et des gaz dans des conditions de laboratoire.

B. Contaminants analysés

La technique permet l'investigation des contaminants suivants :

Contaminants analysés	Matrice du sol	Eau souterraine	Phase gazeuse du sol	Remarques
Aromatiques (BTEX)	-	-	-	
Solvants chlorés (VOCL, CL-éthène, Cl-éthane, aromatiques chlorés)	-	-	-	
HAP	-	-	-	
HMV (C5-C10)	-	-	-	Actuellement à l'étude
HM (C10-C40)	-	-	-	Actuellement à l'étude
ML (+Cobalt)	X	-	-	
Cyanures	-	-	-	
LNAPL	-	-	-	
DNAPL	-	-	-	

Contaminants analysés	Matrice du sol	Eau souterraine	Phase gazeuse du sol	Remarques
Autres	X	-	-	Eléments chimiques du tableau périodique excepté H, F, Cl, Br, N, O, Rb, Cs, S

C. Contexte environnemental d'application

La technique alternative d'investigation du sol est utilisable dans les conditions environnementales suivantes :

Type de sol	Remarques		
Remblais	-		
Sable	X		Le sable fin ayant une granulométrie de 75 µg montre plus de lignes d'émissions LIBS avec une erreur relative standard plus faible que les particules ayant une granulométrie de 2 mm.
Limon	X		
Gravier	-		
Tourbe	-		
Argile	X		
Grès	X		
Autres (schiste, roches métamorphiques, craies)	-		
Caractéristiques hydrogéologiques			
Hétérogène et perméable	X		
Hétérogène et semi-perméable	X		
Hétérogène et imperméable	X		
Profondeur			
Superficielle	X		
1-5 m-ns	X		Analyse à la surface de l'échantillon.
5-10 m-ns	X		Analyse à la surface de l'échantillon.
10-15 m-ns	X		Analyse à la surface de l'échantillon.
>15 m-ns	X		Analyse à la surface de l'échantillon.
Revêtement de sol			
Pas de revêtement	X		
Maçonnerie (clinkers)	X		Le revêtement peut être percé.
Pavé	X		Le revêtement peut être percé.
Carrelage	X		Le revêtement peut être percé.
Asphalte	X		Le revêtement peut être percé.
Béton	X		Le revêtement peut être percé.
Autres	X		Le revêtement peut être percé.
Espace de travail minimum			
Dimension L x h x l	-		Appareil portatif
Technique applicable pour des zones contaminées de :			
Petite surface (1-5 m ²)	-		Coûteux si appliqué à une petite surface
Surface moyenne (5 – 200 m ²)	X		Appareil portatif, screening rapide de grandes surfaces
Grande surface (>200 m ²)	X		Appareil portatif, screening rapide de grandes surfaces

D. Paramètres physico-chimiques analysés

La technique permet l'investigation des paramètres physico-chimiques suivants :

Paramètres physico-chimiques analysés	Matrice du sol	Eau souterraine	Phase gazeuse du sol	Remarques
pH	-	-	-	
EC	-	-	-	
Température	-	-	-	
Conductivité hydraulique	-	-	-	

E. Principes – Modalités

Le LIBS est une technique de spectroscopie d'émission atomique qui utilise des impulsions laser de haute énergie pour exciter optiquement les échantillons de sol. L'interaction entre les impulsions laser dirigées et l'échantillon génère un plasma constitué de matériaux ionisés à la surface de l'échantillon. Lors du refroidissement du plasma, des photons caractéristiques sont émis et mesurés pour évaluer la présence et la concentration des éléments au niveau de la zone de prise d'échantillon. La lumière émise est ensuite transportée par fibre optique. L'émission polychromatique est diffusée au moyen de réseaux dits de diffraction dans un ou plusieurs spectromètres, et captée par un détecteur spécifique (en fonction du modèle de l'appareil). Cet appareil permet de déterminer la présence de différents éléments et la composition relative de l'échantillon. Au moyen d'algorithmes de traitement spectral, des analyses chimiques quantitatives sont également possibles avec l'aide de dispositifs spécifiques.

Selon le dispositif, la longueur d'onde sur laquelle il est possible de mesurer, et donc la gamme d'éléments pouvant être détectés, est différente. Les LIBS les plus récents comprennent des calibrations d'usine pour les éléments qui peuvent être détectés. La plupart des modèles comprennent également la possibilité d'utiliser des calibrations *user-defined*, adaptées à la géochimie locale.

F. Informations complémentaires

Des informations complémentaires sont fournies dans le tableau suivant :

Informations complémentaires	
Nature de la technique	Physique – capteur
Fréquence de prises de mesures	Continu
Temps d'acquisition des résultats	Selon le modèle – quelques secondes/mesure (sur le terrain)
Présentation / visualisation des résultats	Concentration relative des éléments (signature spectrale) / 2D graphique / carte / quantité / 3D Les données mesurées en fonction de la profondeur : structure du sol, détecteurs de réponse, EC
Niveau d'expérience requis	Limité – médium pour la calibration
Nature du résultat de la mesure	Semi-quantitatif: technique alternative d'investigation qui aboutit à des concentrations qui doivent être étalonnées, converties ou corrélées avec des mesures et des analyses classiques.
Précision / Limite de détection / Unité de mesure	> 10 ppm OU pourcentage relatif 0,001% (pour convertir en mg/kg, dans des conditions de mesures idéales)
Prix d'utilisation	+/- 500 € (HTVA) par jour (uniquement location de l'appareil)
Prix d'achat	+/-25 000 € (HTVA)

EXIGENCES TECHNIQUES

A. Procédure avant utilisation sur site

1. Test de réponse :

Un test de réponse peut être réalisé avant le début des mesures pour vérifier que l'appareil enregistre les données.

2. Calibration

Les LIBS les plus récents comprennent des calibrations d'usine pour les éléments qui peuvent être détectés (en fonction de la gamme spectrale de l'appareil). La plupart des modèles comprennent également la possibilité d'utiliser des calibrations *user-defined*, adaptées à la géochimie locale. La méthode est décrite dans le manuel de l'appareil.

Les résultats les plus précis sont obtenus lorsque les échantillons sont homogénéisés et tamisés, séchés (taux d'humidité faible) et pour des particules fines.

Le sable fin avec une granulométrie de 75 µm indique plus de lignes d'émission LIBS avec une erreur relative plus faible que pour des particules de granulométrie de 2 mm (conditions de mesure idéales). Un préparateur d'échantillon est couramment utilisé, ce qui forme des pellets à partir des échantillons de sol. Grâce à la calibration et à la validation, les mesures de terrain peuvent être utilisées comme mesures semi-quantitatives.

En recherche scientifique, il a été observé que les impulsions laser multiples n'ont pas d'impact positif ou négatif sur la mesure des concentrations.

3. Fréquence d'utilisation de la technique alternative

- i. A Bruxelles et en Belgique, cette technique est peu, voire pas utilisée pour l'identification de pollutions du sol.
- ii. Au niveau mondial, cette technique est principalement utilisée dans le cadre de recherches académiques, bien que la technique gagne en popularité grâce à ses caractéristiques uniques.

B. Description de l'opération sur le terrain

1. Réalisation d'un forage jusqu'à la profondeur souhaitée. Répartition du profil selon les intervalles souhaités.
 - a. Préparation de l'échantillon sur site. Homogénéisation et tamisage de l'échantillon. En fonction de la précision exigée, les échantillons peuvent être compactés en pellets (sample puck).
2. Mesure avec le LIBS portatif. Diriger l'appareil vers l'échantillon, émission du laser.
3. Lecture du résultat sur l'appareil en p.p.m. ou % volumique.
4. Lecture des résultats pour interprétation.

C. Procédure après l'acquisition des résultats

Validation des résultats :

Les résultats sont semi-quantitatifs : les concentrations obtenues doivent être étalonnées, converties ou corrélées avec des mesures et des analyses classiques.

- a. L'expert doit justifier que la technique alternative est suffisamment représentative. Les concentrations enregistrées sur site doivent être confirmées par l'analyse d'échantillons doubles en laboratoire. La corrélation entre les données de terrain et les données de laboratoire dépend de la fiabilité des données de terrain.
- b. Le taux de contrôle dépend de l'objectif des investigations.

MESURES DE SÉCURITÉ SPÉCIFIQUE À LA TECHNIQUE

Un rayon laser est émis par l'appareil. Les radiations invisibles sont dangereuses. Évitez l'exposition aux émissions du laser. Il convient de porter des lunettes de sécurité adaptées lors de l'utilisation du laser.

Afin de garantir la sécurité des travailleurs sur le terrain, un équipement de protection individuelle standard est requis lors de l'utilisation de la technique alternative d'investigation du sol.

A. Fournisseurs de services ou de la technique alternative d'investigation du sol (utilisation, mesures et analyses)

- Europe, worldwide
 - SciAps – Z300
 - Hitachi Handheld LIBS analysers (Vulcan Smart / Vulcan Expert)
 - StellarCASE-LIBS Portable Elemental Analyzer (Kaplanscientific)
 - EOS 500 - Handheld LIBS Bruker
- Préparation des échantillons
 - Sample pelletizing Reflex Press™

B. Sources bibliographiques

- Rapid detection of soils contaminated with heavy metals and oils by laser induced breakdown spectroscopy (LIBS), 2013, K. Gibaek et al.
- Analysis of environmental lead contamination: comparison of LIBS field and laboratory instruments, 2001, R.T. Wainner et al.
- SciAps – Industries – Geochemical
- VM ViSion - Direct Measurement of Lithium in the field using SciAps Z300 Hand Held LIBS.