

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

XRF (portatif)

(fluorescence rayon X)


Description de la technique

Un XRF (Fluorescence rayon X ou spectromètre à fluorescence Röntgen) mesure par émission de rayons X divers éléments, dont entre autre les métaux lourds. La mesure est réalisée de manière rapide et précise, et donne des informations aussi bien qualitatives que quantitatives. S'agissant d'un appareil portable, il est aisé à utiliser sur le terrain. Ceci présente un avantage important, consistant à obtenir rapidement un aperçu du degré de pollution. Suite à quoi des mesures de suivi peuvent être immédiatement mises en place. L'utilisation du XRF portatif permet généralement une diminution des délais et une économie significative du coût d'exécution de travaux et d'analyses. Les analyses intermédiaires deviennent également superflues. Le XRF est applicable pour tous types de matériaux solides, comme le sol.

INFORMATIONS GÉNÉRALES
A. Composantes du sol investiguées

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

Composantes du sol		Remarques
Matrice du sol	X	Bonne application pour des échantillons de sol ayant un taux d'humidité de maximum 15%, des facteurs de correction existent pour des taux d'humidité plus élevés.
Eau souterraine	-	
Phase gazeuse du sol	-	

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)	-	-	-	
HM (C10-C40)	-	-	-	
ML (+Cobalt)	X	-	-	Les limites de détection varient en fonction des paramètres et de l'appareil
Cyanures	-	-	-	
LNAPL	-	-	-	

DNAPL	-	-	-	
Autres	-	-	-	

C. Contexte environnemental d'application

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

Type de sol	Remarques	
Remblais	X	Le set de calibration sol n'est pas valable pour le remblai. D'autres sets de calibration sont disponibles auprès des fournisseurs. Des facteurs de correction propres peuvent être établis.
Sable	X	
Limon	X	
Gravier	X	
Tourbe	X	
Argile	X	
Grès	X	
Autres (schiste, roches métamorphiques, craies)	X	Le set de calibration sol n'est pas valable pour le remblai. D'autres sets de calibration sont disponibles auprès des fournisseurs. Des facteurs de correction propres peuvent être établis.
Caractéristiques hydrogéologiques		
Hétérogène et perméable	X	En cas de taux d'humidité trop élevé (>15%), tenir compte de résultats corrigés (sous-évaluation) ou sécher les échantillons.
Hétérogène et semi-perméable	X	En cas de taux d'humidité trop élevé (>15%), tenir compte de résultats corrigés (sous-évaluation) ou sécher les échantillons.
Hétérogène et imperméable	X	En cas de taux d'humidité trop élevé (>15%), tenir compte de résultats corrigés (sous-évaluation) ou sécher les échantillons.
Profondeur		
Superficielle	X	Technique pour un volume de 0,6 cm ³ ; des analyses plus profondes sont possibles via la réalisation de forages.
1-5 m-ns	X	Technique pour un volume de 0,6 cm ³ ; des analyses plus profondes sont possibles via la réalisation de forages.
5-10 m-ns	X	Technique pour un volume de 0,6 cm ³ ; des analyses plus profondes sont possibles via la réalisation de forages.
10-15 m-ns	X	Technique pour un volume de 0,6 cm ³ ; des analyses plus profondes sont possibles via la réalisation de forages.
>15 m-ns	X	Technique pour un volume de 0,6 cm ³ ; des analyses plus profondes sont possibles via la réalisation de forages.
Revêtement de sol		
Pas de revêtement	X	
Maçonnerie (clinkers)	-	
Pavé	-	
Carrelage	-	
Asphalte	-	
Béton	-	
Autres	-	
Espace de travail minimum		
Dimension L x h x l	2 * 2 * 2 (m)	Défini par l'espace nécessaire à la réalisation des forages (l'espace nécessaire pour réaliser le mesure est plus petit)

Technique applicable pour des zones contaminées de :		
Petite surface (1-5 m ²)	X	Délimitation d'une contamination sol
Moyenne surface (5 – 200 m ²)	X	Délimitation d'une contamination sol/ collecter de nombreux résultats
Grande surface (>200 m ²)	X	Délimitation d'une contamination sol/ collecter de nombreux résultats

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

L'émission de rayons X est dirigée vers la surface de l'échantillon. Les électrons de la couche externe des atomes sont excités à un niveau supérieur grâce à l'énergie fournie. L'électron excité redescend ensuite à une forme plus stable, libérant une énergie unique (énergie d'excitation). Chaque élément donne un spectre de rayon X unique lors de cette phase. Le XRF comptant le nombre de signaux émis par seconde, la surface du pic obtenu permet de connaître la concentration de l'élément dans l'échantillon. La limite de détection est déterminée par élément, sur base de statistiques de comptage. Cette limite n'est pas une valeur fixe, elle dépend de la durée de la mesure et de la matrice de l'échantillon. Le temps de mesure nécessaire pour atteindre un niveau limite de détection acceptable varie, selon le type d'appareil, de 30 secondes à 2 minutes. Les concentrations peuvent être lues sur l'écran en ppm (c'est-à-dire mg/kg). Les résultats sont enregistrés dans l'appareil et peuvent ensuite être téléchargés.

F. Informations complémentaires

Des informations complémentaires sont fournies dans le tableau suivant :

Informations complémentaires	
Nature de la technique	Analyseur portatif
Fréquence de prises de mesures	1 x 30 sec / 2 min (selon le type d'appareil), 100 - 200 mesures par jour
Temps d'acquisition des résultats	Immédiat
Présentation / visualisation des résultats	Tableau récapitulatif avec données encodées à propos de l'échantillon, spécifications de la mesure (durée, test de calibration), résultats de la mesure (tous les métaux avec marge d'erreur). En option : coordonnées GPS (sur les modèles de XRF récents).
Niveau d'expérience requis	Moyen à élevé
Nature du résultat de la mesure	Qualitatif/semi-quantitatif/quantitatif. (Voir Procédure après l'acquisition des résultats, chapitre C).
Précision / Limite de détection / Unité de mesure	En ppm. Précision et limite de détection : variable selon le métal
Prix d'utilisation	+ - 1000 € HTVA par jour (location XRF, collaborateur opérationnel inclus)
Prix d'achat	+ - 30.000 – 40.000 € HTVA

A. Procédure avant utilisation sur site

1. Obligations dans le cadre de l'utilisation du XRF :

Un permis doit être demandé et un suivi réalisé selon les modalités de l'AFCN, Agence Fédérale de Contrôle Nucléaire (<https://afcn.fgov.be/fr>)

2. Documentation relative à la qualité

- a. Déterminer la qualité de l'appareil dans le document relatif aux caractéristiques de prestation incluant la précision et l'exactitude.
- b. Déterminer un plan de qualité nécessaire pour l'utilisation de l'appareil.

3. Calibration

- a. L'appareil possède des paramètres d'usine par défaut
- b. L'appareil doit subir une calibration spécifique pour le sol. La qualité de l'exactitude de l'appareil est alors calibrée pour une détection des valeurs de fond jusqu'à un ordre de grandeur correspondant au double de la norme d'intervention.

4. Fréquence d'utilisation de la technique alternative

- i. A Bruxelles et en Belgique : utilisation sporadique
- ii. Protocoles disponibles aux Pays-Bas :
 1. Protocol bodemonderzoek ZIVEST / Zinkassen met behulp van "Handheld" Röntgen fluorescentie spectroscopie, Actief Bodembeheer de Kempen, februari 2009
 2. Protocol milieukundige begeleiding bodemsanering met inzet van "Handheld" Röntgen fluorescentie spectroscopie, Actief Bodembeheer de Kempen, februari 2009
 3. Handreiking voor het opzetten van een kwaliteitssysteem voor het meten van Zn, Pb, Cu en As gehalten in bodems verontreinigd met zinkassen met behulp van "Handheld" Röntgen fluorescentie spectroscopie, januari 2009, Geoconnect
 4. Praktijkrichtlijn voor het meten van Zn, Pb, Cu en As gehalten in bodems verontreinigd met zinkassen met behulp van "Handheld" Röntgen fluorescentie spectroscopie, juli 2010, Geoconnect
 5. Onderzoeksstrategie diffuus lood in de bodem van kinderspeelplaatsen, Concept 18 mei 2018, SIKB

B. Description de l'opération sur le terrain

Procédure standard :

1. Réalisation de la calibration énergétique du XRF (pas nécessaire pour tous les types de XRF)
2. Test blanco
3. Contrôler le matériel de référence standard (ISE 921) et le matériel de référence complémentaire éventuel
4. Prélèvement d'échantillons doubles en fonction de l'objectif
5. Mesurer les échantillons (échantillons 1 à 20)
6. Mesurer les échantillons doubles (pour contrôler la précision)
7. Mesurer les échantillons (échantillons 21 à 40)
8. Mesurer les échantillons doubles (pour contrôler la précision)
9. Mesurer les échantillons (échantillons 41 à 60)
10. Mesurer les échantillons doubles (pour contrôler la précision)
11. ... (répétition)

12. Test blanco

13. Contrôler le matériel de référence standard (ISE 921) et le matériel de référence complémentaire éventuel.

Il est possible de déroger à la procédure standard ci-dessus en fonction des contraintes locales. Le contrôle qualité avant et après la manipulation est obligatoire, les autres points peuvent varier selon le type d'investigation et la situation locale (ex. : échantillons doubles standard en cas de pollution très hétérogène).

C. Procédure après l'acquisition des résultats

Validation des résultats :

- a. Qualitatif : La technique est un outil de screening rapide qui vous permet d'identifier et de cibler les zones polluées pour ensuite appliquer les stratégies d'investigation classiques comme décrit dans les guides de Bruxelles Environnement.
- b. Semi-quantitatif : Il en résulte une concentration, mais ce résultat doit encore être calibré, testé ou converti en utilisant une méthode de mesure classique. L'analyse d'échantillons finaux par un laboratoire reste nécessaire. Les résultats du XRF sont utilisés comme outil de direction et peuvent être utilisés pour diminuer le nombre d'échantillons à analyser en laboratoire (10% de la quantité normale d'échantillons de sol)
- c. Quantitatif : les résultats du XRF peuvent être utilisés directement sur le terrain pour délimiter les investigations/l'assainissement. Les résultats approchant la norme d'intervention ou l'objectif d'assainissement (10 % supérieurs ou inférieurs) sont à analyser en laboratoire ou demandent la réalisation de plusieurs mesures sur l'échantillon afin d'obtenir un résultat statistique plus exact.

2. Etudes de validation réalisées :

- a. SKB (2009). Demo-X: Inzet van röntgen fluorescentie voor het on-site meten van zware metaalgehalten in de bodem. SKB project PT7432.
- b. Van Egmond, F.M., Walraven, N. en Koomans, R.L. (2010). Validatie onderzoek XRF metingen bodemonderzoek spoedlocaties. Medusa rapport 2010-P-279 validatie onderzoek.
- c. GeoConnect (2010). Validatie handheld XRF metingen bodemonderzoek 'Oude Lepelfabriek' Grote Baan 5 te 3950 Reppel (Bocholt) in België. GeoConnect rapport GC 08-2010, 44 pp.
- d. GeoConnect (2011). Validatie handheld XRF metingen bodemonderzoek Bekaert terrein te Zwevegem in België. GeoConnect rapport GC 01-2011, 48 pp.
- e. Non-Destructive and In-Situ XRF Analysis, XFR Guru
- f. X-Ray Form Factor, Attenuation, and Scattering Tables, NIST, National Institute of Standards and Technology, Department of Commerce, US

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.

1. Obligations dans le cadre de l'utilisation du XRF :

Un permis doit être demandé et un suivi réalisé selon les modalités de l'AFCN, Agence Fédérale de Contrôle Nucléaire (<https://afcn.fgov.be/fr>)

INFORMATIONS POUR L'UTILISATEUR

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

- Europe
 - Tauw NL : Expert sol pour l'utilisation de XRF (location XRF, expert inclus) dans différents projets.
 - Geoconnect (Nederland): Porteur de connaissances dans les protocoles de rédaction dans le domaine des XRF
- Worldwide
 - Niton : fournisseur de l'appareil
 - Bruker : fournisseur de l'appareil
 - Olympus : fournisseur de l'appareil

B. Sources bibliographiques

- Tauw Nederland
- Bodemrichtlijn.nl – Onderzoekstechnieken- XRF