

ORGANISATION INTERNATIONALE
DE MÉTROLOGIE LÉGALE



RECOMMANDATION INTERNATIONALE

Spectromètres à fluorescence de rayons X
portatifs et déplaçables pour la mesure sur le terrain
d'éléments polluants dangereux

Portable and transportable X-ray fluorescence spectrometers
for field measurement of hazardous elemental pollutants

OIML R 123

Édition 1997 (F)

SOMMAIRE

Avant-propos	3
1 Objet	4
2 Application	5
3 Terminologie	5
4 Description de l'instrument	6
5 Exigences métrologiques	9
6 Exigences techniques	14
7 Instructions pratiques	15
8 Contrôles métrologiques	15
Références	17
Annexe A Essai de performance globale de l'instrument	18
Annexe B Essais de performance pour les facteurs d'influence	20
Annexe C Format du rapport d'essai	22

AVANT-PROPOS

L'Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) est une organisation intergouvernementale mondiale dont l'objectif premier est d'harmoniser les réglementations et les contrôles métrologiques appliqués par les services nationaux de métrologie, ou organismes apparentés, de ses États Membres.

Les deux principales catégories de publications OIML sont:

- 1) les **Recommandations Internationales (OIML R)**, qui sont des modèles de réglementations fixant les caractéristiques métrologiques d'instruments de mesure et les méthodes et moyens de contrôle de leur conformité; les États Membres de l'OIML doivent mettre ces Recommandations en application dans toute la mesure du possible;
- 2) les **Documents Internationaux (OIML D)**, qui sont de nature informative et destinés à améliorer l'activité des services de métrologie.

Les projets de Recommandations et Documents OIML sont élaborés par des comités techniques ou sous-comités composés d'États Membres. Certaines institutions internationales et régionales y participent aussi sur une base consultative.

Des accords de coopération ont été conclus entre l'OIML et certaines institutions, comme l'ISO et la CEI, pour éviter des prescriptions contradictoires; en conséquence les fabricants et utilisateurs d'instruments de mesure, les laboratoires d'essais, etc. peuvent appliquer simultanément les publications OIML et celles d'autres institutions.

Les Recommandations Internationales et Documents Internationaux sont publiés en français (F) et en anglais (E) et sont périodiquement soumis à révision.

Les publications de l'OIML peuvent être obtenues au siège de l'Organisation:

Bureau International de Métrologie Légale
11, rue Turgot - 75009 Paris - France
Téléphone: 33 (0)1 48 78 12 82 et 42 85 27 11
Fax: 33 (0)1 42 82 17 27
E-mail: biml@oiml.org

*
* *

La présente publication - référence OIML R 123, édition 1997 (F) - a été élaborée par le sous-comité OIML TC 16/SC 4 *Mesures de terrain des polluants dangereux (toxiques)*. Elle a été sanctionnée par la Conférence Internationale de Métrologie Légale en 1996.

SPECTROMÈTRES À FLUORESCENCE DE RAYONS X PORTATIFS ET DÉPLAÇABLES POUR LA MESURE SUR LE TERRAIN D'ÉLÉMENTS POLLUANTS DANGEREUX

1 Objet

1.1 La présente Recommandation donne les exigences en vue de la définition, des essais et du contrôle de la performance des spectromètres à fluorescence de rayons X (XRF) portatifs et déplaçables pouvant être utilisés pour les mesurages légaux d'éléments polluants dangereux trouvés dans divers milieux, en particulier dans le sol et les eaux usées.

Cette Recommandation n'est applicable qu'aux spectromètres de rayons X à dispersion d'énergie, mais n'a pas pour but d'exclure d'autres moyens d'analyse équivalents.

Les instruments portatifs et déplaçables sont des assemblages compacts autonomes ou intégrés qui peuvent être utilisés pour effectuer une analyse complète sur site.

Ordinairement, les instruments portatifs fonctionnent sur batteries (DC) et les instruments déplaçables fonctionnent sur secteur ou sur groupe électrogène (AC).

Les composants principaux spécifiés dans cette Recommandation reflètent la technologie actuelle sans pour autant exclure les récents développements. Les instruments fixes de laboratoire ne sont pas couverts par la présente Recommandation.

1.2 Les instruments satisfaisant aux exigences de la présente Recommandation bénéficient d'une certaine souplesse pour certains composants principaux selon leurs applications spécifiques.

1.2.1 Les composants essentiels de l'instrument sont: une source d'excitation, un procédé pour fournir une installation reproductible de l'échantillon à mesurer, un détecteur et un système de traitement des données.

1.2.2 La source d'excitation peut être soit un tube à rayons X avec ou sans cibles secondaires, soit une (des) source(s) radioactive(s). Les énergies principales en fluorescence de rayons X des éléments cibles concernés sont approximativement comprises entre 1 keV et 14 keV. Les détecteurs appropriés disponibles actuellement sont les détecteurs proportionnels à remplissage de gaz et les détecteurs semi-conducteurs.

1.3 Une performance de l'instrument meilleure que celle des critères définis dans ces applications peut être atteinte en optimisant la performance de chaque composant principal du système de mesurage ainsi que par les récents développements technologiques. Dans de tels cas, le succès peut dépendre des connaissances, de l'habileté et de l'expérience de l'opérateur.

1.4 Les programmes d'échantillonnage, la préparation des échantillons et les méthodes de mesure ne rentrent pas dans le cadre de cette Recommandation.

1.5 Cette Recommandation ne traite pas des exigences de sécurité et des essais nécessaires pour la protection du personnel. Il convient donc que les fabricants et les utilisateurs déterminent si les instruments satisfont aux exigences de sécurité intrinsèque et d'étiquetage selon les réglementations nationales.

2 Application

- 2.1 Les spectromètres XRF portatifs et déplaçables peuvent être prescrits dans les lois et réglementations nationales pour l'évaluation et le contrôle sur le terrain des éléments polluants dangereux. Citons pour exemples, l'analyse sur site des polluants des sols, de l'eau souterraine, des eaux usées et de la boue et des échantillons de filtres de particules de l'air ambiant dans les décharges et sur les sites industriels.
- 2.2 Pour des applications réussies, des instructions complètes doivent être disponibles en vue du fonctionnement et des essais de performance de l'instrument avant et après les mesures sur le terrain. Ces instruments sont censés être utilisés par des personnes ayant acquis un bon niveau général d'études, de formation et d'aptitude.
- 2.3 Pour les analyses qualitative et quantitative, il convient que les spectromètres XRF soient étalonnés avec des étalons de référence bien que des échantillons génériques de site puissent être utilisés pour leur contrôle ou leur étalonnage. Il convient que la performance et l'étalonnage d'un instrument soient vérifiés périodiquement, en particulier après maintenance et réparation ou en cas d'utilisation dans des conditions environnementales extrêmes.

3 Terminologie

3.1 Exactitude

Étroitesse de l'accord entre le résultat d'un mesurage et une valeur vraie du mesurande.

3.2 Limite de détection

Concentration d'un élément fournissant un signal de sortie équivalent à trois fois l'écart type du fond de rayonnement. Il s'agit de la quantité minimale détectable d'un élément. Dans le cadre de cette Recommandation, elle peut être dérivée de la variation statistique du fond de rayonnement en utilisant l'équation suivante:

$$D = 3 (B/t)^{1/2}/S$$

où:

D = limite de détection (unité de concentration);

B = fond de rayonnement (impulsions de comptage par seconde);

t = durée de mesurage (secondes);

S = sensibilité (impulsions de comptage par seconde par unité de concentration).

Note: Lorsqu'appliquée dans une méthode de mesurage ou pour une analyse, la limite de quantification de l'instrument constitue un paramètre important. Elle est définie comme étant une valeur égale à 10 fois l'écart type du fond de rayonnement et devrait aussi inclure les variations associées à l'échantillonnage et à l'analyse.

3.3 Détecteur

Dispositif de conversion de l'énergie absorbée à partir des rayons X émis par un échantillon en signaux électriques.

3.4 Étendue de mesure en concentration

Limites de concentration d'un élément dans un échantillon à l'intérieur desquelles l'instrument fonctionne en conformité avec les exigences de performance de cette Recommandation.

3.5 Fidélité

Étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs du même échantillon par le même instrument, dans des conditions d'utilisation définies identiques et dans un intervalle de temps relativement court.

Note: Les conditions définies identiques devraient inclure: la méthode de mesurage, l'instrument de mesure, l'opérateur, le lieu et les conditions environnementales ambiantes.

3.6 Résolution de l'énergie

Paramètre utilisé pour évaluer la capacité d'un détecteur à distinguer deux pics adjacents d'énergie produits à partir d'éléments d'un échantillon.

Note: Dans cette Recommandation, elle est exprimée comme la *largeur totale à la moitié de la hauteur maximale* du niveau K-alpha du manganèse (5,9 keV) en unités d'énergie ou en pourcentage par rapport à l'énergie du pic.

3.7 Sensibilité

Variation de la réponse d'un instrument de mesure divisée par la variation correspondante de la stimulation.

3.8 Matière de référence

Matière ou substance dont une ou plusieurs valeurs caractéristiques sont suffisamment homogènes et bien établies pour être utilisée pour l'étalonnage d'un appareil, l'évaluation d'une méthode de mesurage, ou l'affectation de valeurs à des matières.

Note: Ce terme ne signifie pas nécessairement qu'il s'agit d'un étalon de référence certifié.

3.9 Fond de rayonnement

Signal produit dans le détecteur résultant de la détection de rayons X autres que ceux émis depuis l'élément analysé et de tout parasite produit ailleurs dans le spectromètre XRF.

4 Description de l'instrument

4.1 Le principe de mesurage par un spectromètre XRF est basé sur l'interaction des rayons X émis par une source externe avec les atomes de l'échantillon. Cette interaction peut causer l'éjection d'électrons de la périphérie interne des atomes. Des transitions d'électron se produisent alors pour que les atomes excités retournent à un état stable, résultant en l'émission de photons à rayons X caractéristiques. Les photons émis sont dits à rayons X caractéristiques en raison de leurs énergies uniques identifiant les atomes excités. Le détecteur de rayons X convertit l'énergie du rayon X caractéristique en un signal électrique correspondant. Les signaux sont traités élec-

troniquement pour produire un spectre d'énergie des rayons X pouvant être affiché et à partir duquel les concentrations des éléments de l'échantillon peuvent être calculées.

Note: Une description plus détaillée du principe du mesurage XRF peut être obtenue en consultant les Références [1] à [4] - voir page 17.

4.2 Un spectromètre XRF permet des analyses multi-éléments d'une variété de matières comprenant des solides, des liquides ou des poudres. L'instrument comporte 5 composants principaux:

- (a) une source produisant des rayons X;
- (b) un emplacement pour l'échantillon ou un dispositif d'installation de l'échantillon;
- (c) un détecteur convertissant les photons (générés par les rayons X) émis depuis l'échantillon en signaux électriques mesurables;
- (d) un système de traitement des données qui traduit les signaux dans un spectre d'énergie des rayons X, à partir duquel les concentrations des éléments de l'échantillon peuvent être calculées;
- (e) un système d'affichage et d'enregistrement des données.

La Figure 1 montre un schéma de spectromètre XRF.

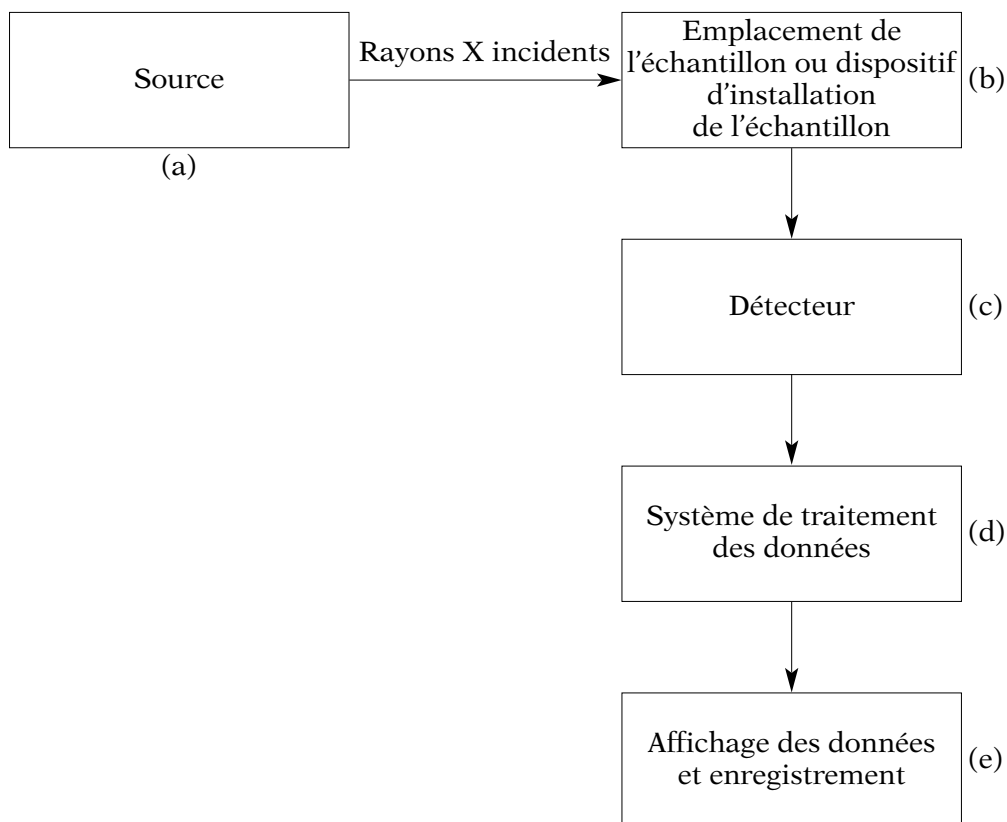


Fig. 1 Composants principaux d'un spectromètre à fluorescence de rayons X à dispersion d'énergie

4.3 Composants de l'instrument

4.3.1 Une source d'excitation peut être telle que spécifiée en 4.3.1.1–4.3.1.3.

4.3.1.1 Source de tube à rayons X

Placée pour diriger les rayons X incidents sur l'échantillon. Une alimentation électrique délivre une tension entre le filament et l'anode. Les électrons vont frapper l'anode depuis le filament et produisent des rayons X passant alors à travers une mince fenêtre en direction de l'échantillon. Le tube à rayons X peut émettre une large gamme d'énergies de rayons X à des intensités élevées. Diverses anodes et matières filtres peuvent être utilisées pour respectivement produire et modifier la sortie des énergies principales des rayons X avant d'interagir avec un échantillon.

4.3.1.2 Cible(s) secondaire(s)

Utilisée(s) en combinaison avec un tube à rayons X produisant des rayons X monochromatiques caractéristiques frappant ensuite un échantillon. Une matière particulière de cible secondaire peut être sélectionnée pour fournir les rayons X caractéristiques optimaux pour exciter un (des) élément(s) supposé(s) présent(s) dans l'échantillon.

4.3.1.3 Source(s) radioactive(s)

Elle(s) émet(tent) des rayonnements d'énergies discrètes pour interagir avec un échantillon. Une source est fournie sous forme d'une petite capsule scellée contenant une quantité appropriée d'un radio-isotope. Diverses sources radioactives peuvent être utilisées pour fournir différentes énergies de rayons X, adaptées pour exciter les éléments supposés présents dans l'échantillon (voir Tableau 1).

Tableau 1
Éléments détectables et pour essais avec les sources associées de rayons X

Source de rayons X	Éléments détectables (niveaux d'émission)	Éléments pour essais
Tubes à rayons X	Na à Ce: La à U:	Niveaux K Niveaux L Cr, Cd Pb
Am ²⁴¹	Cu à Tm: Hf à U:	Niveaux K Niveaux L Cd Pb
Cd ¹⁰⁹	Ca à Rh: Ba à U:	Niveaux K Niveaux L Cr Pb
Cm ²⁴⁴	Ca à Se: La à Pb:	Niveaux K Niveaux L Cr Pb
Fe ⁵⁵	Al à Cr: Mo à Ba:	Niveaux K Niveaux L Cr

4.3.2 L'emplacement de l'échantillon ou le dispositif d'installation de l'échantillon fournit un moyen d'obtenir une position reproductible pour l'analyse d'un échantillon.

4.3.3 Un détecteur peut être tel que spécifié en 4.3.3.1 et 4.3.3.2.

4.3.3.1 Détecteur semi-conducteur

Il s'agit d'une diode semi-conductrice: les matières les plus fréquemment utilisées pour ces diodes sont des cristaux de silicium dérivés du lithium, des cristaux de germanium et des cristaux d'iode mercurique. Un rayonnement photonique frappant un cristal polarisé à l'état solide perd de l'énergie dans le cristal en produisant des paires de trous d'électrons. La charge électrique produite est collectée et fournit une impulsion de courant électrique directement proportionnelle à l'énergie du photon à rayon X absorbée par le détecteur.

4.3.3.2 Détecteur proportionnel rempli de gaz

Il s'agit d'une chambre d'ionisation remplie d'un mélange de gaz nobles et autres. Un photon de rayon X pénétrant dans la chambre ionise les atomes de gaz. La charge électrique produite est collectée et fournit un signal électrique directement proportionnel à l'énergie du photon de rayon X absorbée dans le gaz du détecteur.

4.3.4 Un système de traitement des données analyse les signaux en provenance du détecteur. Le résultat est un spectre d'énergie de rayons X qui fournit une base pour l'identification et la quantification des éléments présents dans l'échantillon.

4.3.5 Le système d'affichage et de mémorisation des données présente et enregistre les données pour des relèvements, manipulations et analyses ultérieurs.

4.4 Types d'instruments

Cette Recommandation distingue les instruments basés sur leurs composants principaux comme suit:

- Type I Détecteur semi-conducteur avec source de tube à rayons X avec ou sans cibles secondaires;
- Type II Détecteur semi-conducteur avec source(s) de radio-isotope;
- Type III Détecteur proportionnel rempli de gaz avec source de tube à rayons X avec ou sans cibles secondaires;
- Type IV Détecteur proportionnel rempli de gaz avec source(s) de radio-isotope.

5 Exigences métrologiques

5.1 Les fabricants des instruments utilisant les sources de tube à rayons X et à radio-isotope doivent spécifier les éléments répertoriés dans le Tableau 2 qui peuvent être analysés avec chaque instrument.

Note: Certains instruments peuvent être conçus pour mesurer seulement un élément et peuvent donc nécessiter une seule tension du tube à rayons X ou source radioactive d'isotope pour l'application. Dans de tels cas, il convient que cette Recommandation de portée plus générale serve de modèle pour la spécification des exigences de performance nécessaires.

5.2 Instruments avec différents détecteurs

Note: Pour les instruments basés sur d'autres principes de conception, il convient que l'exigence de performance dans ce paragraphe s'applique au spectromètre en son entier plutôt qu'à un détecteur (voir aussi 1.1).

Tableau 2
Éléments d'intérêt dans l'analyse des éléments polluants

Éléments	Tube à rayons X	Sources radioactives
¹ Sodium Na	↑ ↓	
¹ Magnésium Mg		
¹ Aluminium Al		
Soufre S		
Chlore Cl		
Potassium K		
Calcium Ca		
Vanadium V		
² Chrome Cr		
Manganèse Mn		
Fer Fe		
Cobalt Co		
Nickel Ni		
Cuivre Cu		
Zinc Zn		
Arsenic As		
Sélénium Se		
Molybdène Mo		
Argent Ag		
² Cadmium Cd		
Antimoine Sb		
Baryum Ba		
Mercure Hg		
Thallium Tl		
² Plomb Pb		
Uranium U		

¹ La détermination de ces éléments nécessite une pompe à vide pour évacuer l'air du spectromètre.
² Éléments suggérés pour les essais.

5.2.1 L'erreur maximale tolérée de l'indication de sortie des énergies des rayons X pour l'instrument ne doit pas dépasser $\pm 0,5\%$ pour les détecteurs semi-conducteurs et $\pm 2\%$ pour les détecteurs proportionnels à remplissage de gaz dans la gamme d'énergie spécifiée de mesure. La gamme des éléments analysables comme spécifiés dans 5.1 doit être prise en compte à partir des énergies des niveaux principaux K_α et L_α des éléments énumérés dans le Tableau 3.

5.2.2 La résolution d'énergie d'un instrument pour des rayons X caractéristiques pour un élément doit être exprimée en termes de *largeur totale à la moitié de la hauteur maximale* (FWHM). Elle doit être mesurée en irradiant le détecteur avec un faisceau direct collimaté de photons de 5,9 keV (Mn, niveau K-alpha) depuis une source Fe^{55} capable de fournir un taux de comptage incident total (intensité) d'au moins 1000 impulsions de comptage par seconde.

5.2.2.1 La résolution de l'énergie pour un instrument avec un détecteur semi-conducteur ne doit pas dépasser 5 % au niveau K-alpha du Manganèse, qui correspond à moins de 300 eV FWHM.

Note: Ces exigences sont nécessaires pour fournir un moyen de détection et d'analyse d'éléments adjacents dans un échantillon multi-éléments.

5.2.2.2 La résolution de l'énergie pour un instrument avec un détecteur proportionnel à remplissage de gaz ne doit pas dépasser 15 % au niveau K-alpha du Manganèse, qui correspond approximativement à 890 eV FWHM.

5.3 Essai de l'instrument dans les conditions de référence

5.3.1 Lors de l'approbation de modèle et des vérifications primitive et ultérieure, la fidélité de l'instrument complet doit être essayée dans un laboratoire utilisant des matières de référence dans les conditions de référence suivantes:

- température ambiante: $22\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ stable à $\pm 1\text{ °C}$ pendant la période d'essai;
- humidité relative (HR): $60\% \pm 20\%$;
- type de source: spécifié par le fabricant;
- détecteur: spécifié par le fabricant;
- fraction de masse relative (mg/kg) des éléments dans la matière de référence d'environ 3 fois la limite de détection jusqu'à 0,1 % de Pb, Cd et Cr dans une matrice stable;
- temps d'acquisition: jusqu'à 300 s par élément.

5.3.2 Dans les conditions de référence et pour l'étalon de référence prescrit dans 5.3.1 avec une fraction de masse relative (k) d'environ 10 fois la limite de détection, la fidélité de l'instrument doit avoir un écart type relatif (σ_r) inférieur à 5 % tel que défini à partir des résultats sur un minimum de 10 mesurages successifs.

Note: L'écart type relatif doit être calculé d'après l'équation suivante:

$$\sigma_r = \frac{\sigma}{\bar{Y}} \times 100\%$$

$$\text{où: } \sigma = \left[\frac{\sum (Y_i - \bar{Y})^2}{n - 1} \right]^{1/2}$$

Y_i étant le résultat individuel, et

\bar{Y} étant le résultat moyen pour un nombre n de mesurages successifs.

Tableau 3
Énergies principales en fluorescence de rayons X des éléments d'intérêt

Éléments	Niveaux K_{α} (keV)	Niveaux $L_{\alpha 1}$ (keV)
Sodium Na	1,041	
Magnésium Mg	1,254	
Aluminium Al	1,487	
Soufre S	2,307	
Chlore Cl	2,622	
Potassium K	3,312	
Calcium Ca	3,690	
Vanadium V	4,949	
Chrome Cr	5,411	
Manganèse Mn	5,895	
Fer Fe	6,400	
Cobalt Co	6,925	
Nickel Ni	7,472	
Cuivre Cu	8,041	
Zinc Zn	8,631	
Arsenic As	10,532	
Sélénium Se	11,210	
Molybdène Mo	17,443	2,293
Argent Ag	22,104	2,984
Cadmium Cd	23,109	3,133
Antimoine Sb	26,274	3,605
Baryum Ba	32,065	4,467
Mercure Hg		9,987
Thallium Tl		10,266
Plomb Pb		10,549
Uranium U		13,613

5.3.3 Un ajustage linéaire aux moindres carrés des données du signal de sortie d'un instrument par rapport à la fraction de masse relative doit être effectué en utilisant les matières de référence avec les éléments et les fractions de masse relatives spécifiées pour les essais dans les conditions de référence (voir Annexe A). Le coefficient de corrélation, r , des courbes ajustées doit être déterminé, et r^2 ne doit pas être inférieur à 0,95.

5.3.4 La limite de détection d'un instrument dépend de la matrice de l'échantillon (dans laquelle les éléments sont contenus) et du temps de mesurage. Les instruments de Type I, Type II, Type III et de Type IV doivent être conformes aux limites de détection spécifiées dans le Tableau 4 pour les éléments de référence dans une matrice huileuse (matière de référence) dans les conditions de mesurage suivantes:

- un mélange homogène de l'élément dans la matrice huileuse, ayant une fraction de masse relative égale à la valeur spécifiée à $\pm 2\%$;
- un godet pour échantillon ayant un diamètre de 31 mm ou tel que spécifié par le fabricant;
- une fenêtre de 5 μm d'épaisseur de polypropylène ou d'une épaisseur et d'un matériau tels que spécifiés par le fabricant;
- une épaisseur d'échantillon telle que spécifiée par le fabricant;
- un temps de mesurage de 300 s par élément.

Tableau 4
Limites de détection pour les éléments de référence

Élément de référence	Limite de détection (mg/kg)			
	Type I	Type II	Type III	Type IV
Pb (Série L)	3,0	5	30	5
Cd (Série K)	3,0	50	30	15
Cr (Série K)	3,0	60	60	60

Note: Pour des applications spéciales, un fabricant peut identifier un autre élément de référence pour lequel la valeur de la limite de détection doit être spécifiée pour l'instrument. Par exemple, le soufre ou le chlore peuvent être spécifiés pour un instrument de Type III avec une limite de détection de 30 mg/kg.

5.3.5 Pour les mesurages obtenus dans 5.3.2, la valeur moyenne de la fraction de masse relative, \bar{Y} , déterminée à partir de la réponse de l'instrument dans 5.3.2, ne doit pas varier par rapport à la valeur de la fraction de masse relative (k) de la matière de référence utilisée, de plus de $\pm 5\%$.

5.3.6 Les procédures pour un essai global de l'instrument dans les conditions de référence sont indiquées dans l'Annexe A.

5.4 Facteurs d'influence

5.4.1 Lors de l'essai de modèle, l'instrument complet doit être essayé comme indiqué dans l'Annexe B avec les conditions appropriées spécifiées dans 5.3.1 pour les facteurs d'influence suivants:

- indicateur de tension faible pour l'alimentation par batteries;
- variation de la tension et de la fréquence de l'alimentation par réseau ou par groupe électrogène portatif;

- choc mécanique;
- vibration (sinusoïdale);
- décharge électrostatique;
- champs électromagnétiques;
- étendue de température;
- chaleur humide.

5.4.2 Le résultat des essais spécifiés dans 5.4.1 doit satisfaire aux exigences de 5.3.2. Une description des essais de performance pour les facteurs d'influence est donnée dans l'Annexe B.

6 Exigences techniques

6.1 L'instrument doit être autonome, c'est-à-dire que tous les composants de l'instrument doivent constituer une entité unique ou être regroupés dans un ensemble intégré compact incluant une sonde externe de détecteur, si applicable. Il peut être de type portatif ou déplaçable.

6.2 Le poids d'un instrument portatif ne doit pas excéder 15 kg.

6.3 Les instruments déplaçables sont classés selon deux types en fonction de leur poids et de leur mode d'alimentation électrique: le Type A et le Type B. Le poids de l'instrument déplaçable de Type A ne doit pas excéder 30 kg et celui de l'instrument déplaçable de Type B doit être supérieur à 30 kg.

6.4 Les instruments portatifs et les instruments déplaçables de Type A doivent être alimentés par une batterie assurant un fonctionnement continu pendant au moins 4 heures et doivent avoir un dispositif d'indication de tension faible de batterie. Ils peuvent aussi fonctionner avec une alimentation par réseau (AC) si disponible. Les instruments déplaçables de Type B doivent être alimentés en courant alternatif (AC) par réseau ou groupe électrogène.

6.5 L'instrument doit fournir un moyen pour l'installation de l'échantillon dans une position reproductible par rapport à la source et au détecteur, ou le fabricant doit spécifier les moyens par lesquels un opérateur peut installer l'échantillon de façon reproductible.

6.6 La tension appliquée à travers une source de tube à rayons X doit être fixée ou être sélectionnable pour une valeur ou étendue comprise entre 6 kV et 50 kV ou dans l'étendue de tension spécifiée par le fabricant, conforme aux exigences de la présente Recommandation.

6.7 L'intensité de la source doit être suffisante pour satisfaire aux exigences sur les limites de détection de 5.3.4 pendant la période de temps spécifiée par le fabricant.

Note: L'utilisation de sources radioactives peut nécessiter une approbation séparée de l'organisme national responsable dans le cadre des consignes de sécurité pour leur manipulation. En particulier, un témoin lumineux est habituellement exigé pour indiquer que la source de rayons X est active.

- 6.8 Si le détecteur nécessite un refroidissement en dessous de la température ambiante pour un fonctionnement correct, le fabricant doit fournir un moyen pour le maintien du détecteur à la température requise.
- 6.9 L'étendue de la température ambiante de fonctionnement doit être comprise entre 5 °C et 35 °C pour les instruments portatifs et les instruments déplaçables de Type A et entre 10 °C et 30 °C pour les instruments déplaçables de Type B.
- 6.10 Le fabricant doit spécifier une procédure par laquelle l'étalonnage de l'énergie doit être vérifié fréquemment et doit fournir un moyen d'ajustage.
- 6.11 Le système de traitement des données doit être capable de fournir une analyse qualitative et quantitative sur site, et le système d'affichage et de mémorisation doit être capable de procurer un enregistrement exact et accessible d'un mesurage.
- 6.12 Pour les instruments portatifs, le fabricant doit recommander une procédure de décontamination de l'instrument.
- 6.13 Les marques suivantes doivent être fixées à l'instrument de façon à être visibles:
- nom du fabricant;
 - modèle d'instrument et numéro de série;
 - désignation de modèle;
 - exigences d'alimentation électrique;
 - exigences de sécurité conformément aux réglementations nationales.

7 Instructions pratiques

- 7.1 Les fabricants de spectromètres XRF doivent fournir un manuel décrivant clairement et succinctement le fonctionnement de l'instrument et son entretien courant.
- 7.2 Avant utilisation d'un instrument, il convient de considérer tous les facteurs environnementaux relatifs à une application spécifique. Si les conditions sont différentes de celles spécifiées pour l'instrument, il convient de consulter le fabricant.
- 7.3 Toutes les précautions ou avertissements nécessaires à l'opérateur de l'instrument doivent être explicitement indiqués dans le manuel d'utilisation du fabricant et doivent être clairement affichés sur l'instrument, le cas échéant.

8 Contrôles métrologiques

8.1 Essai de modèle

- 8.1.1 Les fabricants doivent fournir à l'organisme national responsable un manuel d'utilisation de l'instrument et peuvent fournir les données et autres informations sur

les essais de performance et les étalonnages pour lesquels il est possible de déterminer si la conception de l'instrument satisfait aux exigences de la présente Recommandation.

8.1.2 Le manuel d'utilisation de l'instrument doit être examiné par l'organisme national responsable pour vérifier s'il est complet et s'assurer de la clarté des instructions de fonctionnement. L'instrument doit être inspecté visuellement en même temps que les spécifications du fabricant afin de déterminer la conformité de l'instrument aux exigences de 6.1 à 6.13.

8.1.3 L'organisme national responsable doit effectuer les essais de performance ci-après, ou peut accepter les données d'essais du fabricant pour confirmer la performance acceptable dans les domaines suivants:

- gamme des éléments analysables (5.1 et 5.2.1);
- erreurs maximales tolérées pour l'affichage des énergies des rayons X (5.2.1 et A.2);
- résolution du détecteur (5.2.2 et A.3);
- fidélité (5.3.2);
- linéarité de réponse en fonction de la fraction de masse relative (5.3.3 et A.5);
- limite de détection (5.3.4 et A.5.9);
- indicateur de tension faible en alimentation par batteries (5.4 et B.1);
- variation de la tension et de la fréquence d'alimentation par réseau ou par groupe électrogène portatif, si applicable (5.4 et B.2);
- choc mécanique (5.4 et B.3);
- vibration (sinusoïdale) (5.4 et B.4);
- décharge électrostatique (5.4 et B.5);
- champs électromagnétiques (5.4 et B.6);
- étendue de la température de fonctionnement (5.4 et B.7);
- chaleur humide (5.4 et B.8).

Note: Les références aux paragraphes contenant les exigences et une brève description des essais associés sont indiquées entre parenthèses.

8.1.4 Le rapport sur les essais de l'instrument effectués lors de l'essai de modèle doit au moins contenir les points d'information selon le format fourni en Annexe C. Une fiche spécifique peut être établie selon les préférences nationales. Le fabricant doit être tenu informé de l'échec de chaque essai par des commentaires spécifiques.

8.2 Vérification primitive

8.2.1 La documentation fournie par le fabricant doit être examinée pour vérifier la conformité à 8.1.

8.2.2 L'essai de fidélité dans les conditions de référence spécifiées en 5.3.2 doit être effectué.

8.2.3 Tout autre essai de l'instrument, spécifié dans 8.1.3, pouvant être considéré comme critique pour l'application spécifique, doit être effectué.

8.2.4 La période de validité de cette vérification doit être spécifiée par l'organisme national responsable.

8.2.5 Un instrument doit subir une vérification ultérieure équivalente à la vérification primitive après réparation ou remplacement de composants ou parties de composants de son système électrique de commande et d'affichage.

8.3 Essais de routine effectués par l'utilisateur

8.3.1 L'organisme national responsable doit fournir une information sur les méthodes d'utilisation des instruments pour la mesure de polluants spécifiques. Certaines méthodes de mesure peuvent être appropriées dans l'évaluation de la performance de l'instrument pour une utilisation telle que le contrôle qualité.

8.3.2 L'opérateur d'un instrument doit effectuer un essai avec un échantillon de référence convenable incluant des éléments polluants spécifiques, sur le terrain afin de documenter la performance de l'instrument avant, après et périodiquement lors des mesures de terrain.

Note: Il convient que l'instrument soit vérifié en particulier sur le terrain lorsqu'utilisé à proximité de sources d'interférence électromagnétique connues ou soupçonnées.

8.3.3 Un rapport chronologique écrit doit être tenu pour chaque instrument et doit contenir au moins les informations suivantes:

- résultats de tous les essais de routine;
- résultats des contrôles d'étalonnage énergétique et quantitatif;
- étendue de l'entretien et des réparations;
- identification des composants principaux remplacés;
- identification du (des) opérateur(s) effectuant les manipulations indiquées.

RÉFÉRENCES

- [1] Dzubay, T.G., X-ray Fluorescence of Environmental Samples, Ann Arbor Science Publishers, Ann Arbor, MI, 1977.
- [2] Bertin, E.P., Introduction to X-ray Spectrometric Analysis, Plenum Publishing, New York, 1978.
- [3] Russ, J.C., Fundamentals of Energy Dispersive X-ray Analysis, Butterworths, London, 1984.
- [4] Tertain, R. and Claisse, F., Principles of Quantitative X-ray Fluorescence Analysis, John Wiley and Sons, New York, 1982.

ANNEXE A
ESSAI DE PERFORMANCE GLOBALE DE L'INSTRUMENT
(Obligatoire)

A.1 Le but de cet essai est de vérifier les caractéristiques ci-après d'un instrument afin d'évaluer sa performance globale pour le mesurage des éléments polluants dans l'étendue de mesure spécifiée de l'instrument:

- résolution du détecteur;
- erreurs maximales tolérées pour l'indication des énergies de fluorescence de rayons X;
- gamme des éléments polluants analysables;
- fidélité;
- linéarité avec la concentration des éléments polluants;
- limites de détection.

A.2 Concernant les erreurs maximales tolérées pour l'indication des énergies de fluorescence de rayons X, les exigences de 5.2.1 doivent être satisfaites. Les énergies de fluorescence de rayons X d'au moins trois éléments spécifiques identifiés au Tableau 3 dans la gamme des éléments analysables doivent être mesurées pour cette détermination.

A.3 Concernant la résolution du détecteur, les exigences de 5.2.2 doivent être satisfaites.

A.4 Concernant la fidélité, les exigences de 5.3.2 doivent être satisfaites.

A.5 Linéarité avec la concentration et limite de détection

A.5.1 L'essai doit être effectué dans les conditions de référence comme spécifié dans 5.3.1 avec un échantillon de référence dans une matrice huileuse.

A.5.2 Se procurer ou préparer au moins 4 matières de référence ayant des fractions de masse d'environ 3 fois la limite de détection attendue jusqu'à et y compris 1000 mg/kg de Pb, Cd, et de Cr dans une matrice huileuse. L'exactitude de la fraction de masse de chaque matière de référence doit être de 1,0 % ou mieux.

Notes:

- 1) Avec des tailles de particule de l'ordre du μm , de telles matières de référence peuvent être facilement fabriquées de façon à être homogènes et peuvent être stabilisées pour avoir une durée de conservation relativement longue (un an ou plus);
- 2) D'autres matières de référence peuvent être choisies si elles permettent un essai de performance équivalent pour quelques applications spécifiques.

A.5.3 Choisir la source appropriée pour l'élément à mesurer.

A.5.4 Effectuer au moins 4 mesurages répétés de chaque matière de référence pour un comptage total d'au moins 10000 ou un temps d'acquisition ne dépassant pas 300 s.

A.5.5 Pour chaque mesurage, enregistrer le temps d'acquisition et le nombre total d'impulsions de comptage par seconde dans l'aire de pic pour chaque élément.

A.5.6 À partir des résultats de A.5.5, calculer la moyenne des 4 mesurages répétés pour chaque élément, c'est-à-dire le nombre moyen d'impulsions de comptage dans chaque aire de pic par temps unitaire.

A.5.7 Déterminer la sensibilité et le signal de fond de rayonnement en traçant les résultats de A.5.6 pour le nombre enregistré d'impulsions de comptage par seconde par rapport à la fraction de masse (mg/kg). Etablir une droite ajustée aux moindres carrés de ces données pour les quatre matières de référence ayant des fractions de masse différentes. Les résultats doivent satisfaire aux exigences de 5.3.3.

Note: Le coefficient de corrélation, r , donne une indication sur la plus ou moins bonne correspondance entre les données et la courbe de régression par les moindres carrés. Une parfaite correspondance équivaldrait à $r = \pm 1$ ou $r^2 = 1$. Le carré du coefficient de corrélation (r^2) peut être calculé à partir de la (des) pente(s) et de l'écart type de la fraction de masse (σ_x) et du signal de sortie en nombre d'impulsions de comptage par seconde (σ_y) comme suit:

$$r^2 = \left[s \cdot \frac{\sigma_x}{\sigma_y} \right]^2$$

où:

$$s = \frac{n \sum X_i Y_i - \sum X_i \sum Y_i}{n \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2}$$

$$\sigma_x = \left[\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1} \right]^{\frac{1}{2}}$$

$$\sigma_y = \left[\frac{\sum (Y_i - \bar{Y})^2}{n - 1} \right]^{\frac{1}{2}}$$

X_i = mesurages individuels de la fraction de masse

Y_i = mesurages individuels d'impulsions de comptage par seconde

A.5.8 La pente de la courbe de résultat en A.5.7 est la sensibilité, et l'extrapolation de cette courbe avec la fraction de masse nulle fournit le signal de fond de rayonnement.

A.5.9 Calculer la limite de détection selon l'équation en 3.2 en utilisant les résultats obtenus en A.5.7 et A.5.8 pour la sensibilité et le signal de fond de rayonnement, respectivement et pour le temps d'acquisition en A.5.4. Les résultats doivent satisfaire aux exigences énumérées au Tableau 4.

A.5.10 La différence entre la valeur moyenne de la fraction de masse relative (k) pour chaque matière de référence utilisée pour déterminer la droite ajustée aux moindres carrés et la valeur moyenne (\bar{Y}) déterminée par la réponse de l'instrument ne doit pas dépasser $\pm 5\%$.

ANNEXE B
ESSAIS DE PERFORMANCE POUR LES FACTEURS D'INFLUENCE
(Obligatoire)

B.1 Indicateur de tension faible en alimentation par batteries

Pour les instruments portatifs et les instruments déplaçables de Type A, la source d'alimentation de l'instrument doit être remplacée par une source d'alimentation variable en courant continu (DC). La tension de cette source doit initialement être réglée au niveau de courant continu spécifié par le fabricant et doit ensuite être réduite jusqu'au déclenchement de l'indicateur de tension faible. Après commutation, la tension doit être élevée à un niveau juste suffisant pour que l'indicateur de tension faible soit désactivé. Pour ce dernier niveau de tension, les essais spécifiés en 5.3 doivent être effectués et les exigences de 5.3.2 satisfaites.

B.2 Variation de la tension et de la fréquence d'alimentation par réseau ou par groupe électrogène portatif

Si applicable pour les instruments déplaçables de Type A et de Type B, l'instrument doit être essayé en ce qui concerne sa susceptibilité aux variations par rapport aux tension et fréquence nominales s'il fonctionne à partir d'une source d'alimentation en courant alternatif (AC). L'alimentation de l'instrument doit être changée par rapport à ses valeurs nominales assignées spécifiées par le fabricant comme suit: en réseau ou sur groupe électrogène de $\pm 10\%$ en tension et de $\pm 2\%$ en fréquence. Durant le maintien tour à tour pour l'instrument des variations spécifiées pour chaque valeur nominale assignée d'alimentation électrique, les essais spécifiés en 5.3 doivent être effectués et les exigences spécifiées en 5.3.2 doivent être satisfaites.

B.3 Choc mécanique

La partie de l'instrument contenant les composants électroniques doit être placée sur une surface rigide dans son orientation normale de fonctionnement. Elle doit ensuite être basculée sur un coin inférieur en la relevant d'au moins 50 mm pour les instruments portatifs et les instruments déplaçables de Type A et d'au moins 25 mm pour les instruments déplaçables de Type B, et ensuite relâchée sur la surface une fois. Après ce choc, les essais spécifiés en 5.3 doivent être effectués et les exigences spécifiées en 5.3.2 satisfaites.

B.4 Vibration (sinusoïdale)

L'instrument doit être monté sur une surface rigide de façon que la force gravitationnelle agisse dans la même direction qu'en utilisation normale. Il doit être soumis ensuite aux conditions suivantes de vibrations sinusoïdales tour à tour sur chacun de ses trois axes principaux perpendiculaires:

- étendue de fréquence de 10–50 Hz;
- niveau maximal d'accélération de 2 m/s^2 ;
- 20 cycles de balayage par axe indépendant.

Après ces vibrations, les essais spécifiés en 5.3 doivent être effectués et les exigences spécifiées en 5.3.2 satisfaites.

B.5 Décharge électrostatique

L'instrument doit être essayé en ce qui concerne sa susceptibilité aux décharges électrostatiques appliquées à partir d'une source appropriée de courant continu (DC) de tension égale à 8 kV connectée à travers une capacité de 150 pF. L'instrument doit

être relié à la terre ou placé sur une surface reliée à la terre. Les surfaces de l'instrument normalement accessibles à l'utilisateur doivent être soumises à des décharges électrostatiques au moyen d'une électrode ayant une résistance d'au moins 150 Ω . L'électrode doit être rapprochée de l'instrument jusqu'à provoquer une décharge et doit ensuite être rapidement enlevée avant application d'une autre décharge. Au moins 10 décharges doivent être appliquées, en laissant au moins 10 s entre deux décharges consécutives. Après exposition à ces décharges, les essais spécifiés en 5.3 doivent être effectués et les exigences spécifiées en 5.3.2 satisfaites.

B.6 Champs électromagnétiques

L'instrument doit être essayé en ce qui concerne sa susceptibilité aux interférences dues aux champs électromagnétiques dans l'étendue 0,1–1000 MHz. Les intensités de champ peuvent être engendrées comme suit:

- au moyen d'une ligne TEM à plaques pour des fréquences dans l'étendue 0,1–150 MHz;
- avec une antenne à dipôles ou une antenne à polarisation circulaire pour des fréquences dans l'étendue 150–1000 MHz;
- en utilisant des zones de champs électromagnétiques connus.

Lors de l'exposition à ces champs électromagnétiques avec une intensité de champ de 1 V/m, l'instrument doit être soumis aux essais spécifiés en 5.3 et les exigences de 5.3.2 satisfaites.

B.7 Étendue de température

Pour les instruments portatifs et les instruments déplaçables de Type A, l'instrument doit être placé dans une chambre environnementale et réchauffé jusqu'à 35 °C à une humidité relative de 60 % \pm 20 % jusqu'à ce que l'instrument soit en équilibre thermique à cette température. À 35 °C, des essais doivent être effectués pour déterminer l'écart type relatif du signal de sortie. L'instrument doit être refroidi pour atteindre l'équilibre thermique à 5 °C. La vitesse de refroidissement ou de réchauffement ne doit pas dépasser 1 °C/min et l'humidité relative finale doit être de 60 % \pm 20 %. À 5 °C, les mêmes essais doivent être menés de la même façon qu'à 35 °C. Les essais doivent être les mêmes que ceux spécifiés en 5.3 mais pour ces conditions, et les exigences spécifiées en 5.3.2 satisfaites.

B.8 Chaleur humide

Pour les instruments portatifs et les instruments déplaçables de Type A, l'instrument doit être placé dans une chambre environnementale et réchauffé jusqu'à 35 °C, à un rythme ne dépassant pas 1 °C/min et pour une humidité relative de 93 % jusqu'à ce que l'instrument soit en équilibre thermique sans effet de condensation. Si le détecteur est refroidi par de l'azote liquide, la limite supérieure de l'humidité relative doit être de 80 %. Les essais spécifiés en 5.3 doivent être effectués dans ces conditions, et les exigences spécifiées en 5.3.2 satisfaites.

ANNEXE C
FORMAT DU RAPPORT D'ESSAI
(Obligatoire)

Introduction

Ce *Format du rapport d'essai* présente un format normalisé pour les résultats des divers essais et examens auxquels un modèle de spectromètre XRF doit être soumis en vue de son approbation.

Il est recommandé à tous les services de métrologie ou laboratoires évaluant des modèles de spectromètres XRF conformément à OIML R 123 ou aux réglementations nationales ou régionales basées sur OIML R 123 d'utiliser le présent *Format du rapport d'essai*, directement ou après traduction en une autre langue que l'anglais ou le français.

Il est également recommandé que ce *Format du rapport d'essai* soit transmis en anglais ou en français (ou dans ces deux langues) par le pays effectuant les essais aux autorités appropriées d'un autre pays suivant des accords bi- ou multilatéraux de coopération. Dans le cadre du *Système de Certificats OIML pour les instruments de mesure*, l'utilisation du *Format du rapport d'essai* est obligatoire.

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

Rapport N°

Recommandation OIML N° Édition (année)

C.1 Nom et adresse du (des) laboratoire(s) d'essais

.....
.....
.....
.....

C.2 Lieu où les essais ont été réalisés, si différent de celui indiqué en C.1

.....
.....
.....
.....

C.3 Nom et adresse du fabricant

.....
.....
.....
.....

C.4 Nom et adresse du demandeur si différent du fabricant

.....
.....
.....
.....

C.5 Identification de l'instrument (modèle) essayé:

- type d'instrument
- nom commercial
- numéro de modèle
- numéro de série
- exigences pour: tension
- fréquence
- courant

C.6 Examen du manuel d'utilisation: Acceptable Déficient

Commentaires:

.....
.....
.....
.....

C.7 Résumé de l'inspection visuelle et des informations du manuel d'utilisation

C.7.1 Éléments analysables: De À

Commentaires:

.....
.....
.....
.....

C.7.2 Si portatif, masse de l'instrumentkg

Si déplaçable, Type Akg

 Type Bkg

Commentaires:

.....
.....
.....
.....

C.7.3 Moyens d'orientation de l'échantillon par rapport à la source et au détecteur: Oui Non

Commentaires:
.....
.....
.....
.....

C.7.4 Paramètres de source spécifiés: Oui Non

Commentaires:
.....
.....
.....
.....

C.7.5 Le détecteur nécessite un refroidissement et des moyens d'entretien spécifiés: Oui Non

Commentaires:
.....
.....
.....
.....

C.7.6 Système de traitement des données capable de fournir des analyses qualitative et quantitative de données sur site: Oui Non

Commentaires:
.....
.....
.....
.....

C.7.7 Marques: Succès Échec

Commentaires:
.....
.....
.....
.....

C.8 Résumé des résultats des essais effectués selon 8.1.3

C.8.1 Conditions de référence pour les essais:

- température ambiante
- humidité relative
- type de source
- type de détecteur(s).....

C.8.2 Résolution du détecteur: Valeur Succès Échec

Commentaires:
.....
.....
.....
.....

C.8.3 Énergies affichées: erreur maximale tolérée

Valeurs pour les éléments 1 2 3

Succès Échec

Commentaires:
.....
.....
.....
.....

C.8.4 Fidélité

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (<i>k</i>) mg/kg mg/kg mg/kg
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{Y}			
σ_r			

Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.8.5 Linéarité et limites de détection (D_s)

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (k) mg/kg mg/kg mg/kg
Impulsions/seconde			
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
\bar{Y}			
$\bar{Y} - k$			
Fraction de masse (k) mg/kg mg/kg mg/kg
Impulsions/seconde			
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
\bar{Y}			
$\bar{Y} - k$			
Fraction de masse (k) mg/kg mg/kg mg/kg
Impulsions/seconde			
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
\bar{Y}			
$\bar{Y} - k$			

C.8.5 Linéarité et limites de détection (D_s) (suite)

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (k) mg/kg mg/kg mg/kg
Impulsions/seconde			
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
\bar{Y}			
$\bar{Y} - k$			
r^2			
D			

Linéarité (r^2): Succès Échec

Limites de détection (D_s): Succès Échec

Différence $\bar{Y} - k$: Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.8.6 Alimentation par batteries: Oui Non

Indicateur de tension faible de batteries

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (<i>k</i>) mg/kg mg/kg mg/kg
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{Y}			
σ_r			

Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.8.7 Variation de tension ou de fréquence

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (k) mg/kg mg/kg mg/kg
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{Y}			
σ_r			

Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.8.8 Choc mécanique

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (<i>k</i>) mg/kg mg/kg mg/kg
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{Y}			
σ_r			

Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.8.9 Vibration (sinusoïdale)

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (<i>k</i>) mg/kg mg/kg mg/kg
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{Y}			
σ_r			

Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.8.10 Décharge électrostatique

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (<i>k</i>) mg/kg mg/kg mg/kg
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{Y}			
σ_r			

Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.8.11 Champs électromagnétiques

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (<i>k</i>) mg/kg mg/kg mg/kg
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{Y}			
σ_r			

Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.8.12 Étendue de la température de fonctionnement

Éléments	Pb	Cd	Cr
Fraction de masse (<i>k</i>) mg/kg mg/kg mg/kg
Temps d'acquisition			
Répétition: 1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
\bar{Y}			
σ_r			

Succès Échec

Commentaires

.....

.....

.....

.....

C.9 Bref exposé des conclusions relatives à la conformité de l'instrument essayé par rapport aux exigences de la présente Recommandation

.....
.....
.....
.....
.....

C.10 Personne(s) responsable(s) des essais:

Nom:
Titre:
Signature:
Date: