

**Zeitschrift:** Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

**Herausgeber:** Bundesamt für Gesundheit

**Band:** 74 (1983)

**Heft:** 1

**Artikel:** Analyse des boues d'épuration par fluorescence de rayons X = X-ray fluorescence analysis of sewage sludges

**Autor:** Daniel, R.Ch. / Häni, H. / Bovay, E.

**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-982999>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. [Mehr erfahren](#)

### **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. [En savoir plus](#)

### **Terms of use**

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. [Find out more](#)

**Download PDF:** 25.01.2026

**ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>**

*R. Ch. Daniel et H. Häni, Station fédérale de recherches en chimie agricole et sur l'hygiène de l'environnement, Liebefeld (Directeur: Dr E. Bovay)*

## **Analyse des boues d'épuration par fluorescence de rayons X**

X-Ray Fluorescence Analysis of Sewage Sludges

### **Introduction**

Il est produit en Suisse quelque 2 à 3 millions de m<sup>3</sup> de boues d'épuration liquides par année, dont 70% sont utilisés à des fins agricoles.

Selon la loi sur l'agriculture de 1951 et l'ordonnance sur les boues d'épuration de 1981, celles-ci doivent être contrôlées tant du point de vue composition chimique que bactériologique avant utilisation en agriculture, de manière à sauvegarder l'environnement, pris dans son sens le plus large: eaux, sols, plantes, animaux, hommes.

Jusqu'à la fin de l'année 1981, l'analyse des boues d'épuration a été faite par voie chimique. La destruction de la matière organique est basée sur une calcination à 500 °C (tableau 1), tandis que les dosages des éléments intéressants font appel à la compléxométrie, la photométrie et la spectrométrie d'absorption atomique (tableau 2). Il est évident que de telles déterminations sont longues et, par conséquent, coûteuses.

Des essais préliminaires effectués en 1976 avaient montré qu'un dosage par fluorescence de rayons X devait être possible directement sur une tablette obtenue à partir de la boue séchée et pastillée. Le présent travail décrit la méthode développée et les résultats obtenus à ce jour.

### **Partie expérimentale**

#### *Appareillage*

Spectromètre de fluorescence de rayons X, Philips 1450/20, automatique, séquentiel; broyeur oscillant Herzog HSM 100 A à fermeture pneumatique; réci-

Tableau 1. Préparation des échantillons pour l'analyse chimique

Boue liquide	1000 ml
↓	
Homogénéisation	
↓	
Prélèvement d'une aliquote	100 ml
↓	
Séchage	105 °C
↓	
Boue sèche	
↓	
Calcination	1 à 3 heures, 500 °C
↓	
Cendres	
↓	
Reprise acide	10 ml HCl concentré; ébullition douce pendant 20 minutes
↓	
Solution-mère	200 ml

Tableau 2. Méthodes d'analyse — Dosages à partir de la solution-mère

P	Photométrie	Complexe molybdo-vanadique
Ca, Mg	Compléxométrie	EDTA, séparation nécessaire de PO <sub>4</sub> , Fe, Al
Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn	SAA	Flamme oxydante, air-acétylène
Ni (<0,2 µg/ml)*	SAA	Extraction par la diméthylglyoxime en solution xylène-MIBC
Mo	SAA	Extraction par l'aliquat 336/MIBC, flamme oxydante acétylène — protoxyde d'azote
Co	Photométrie	Extraction par le β-nitroso-α-naphtol/toluène

\* concentration dans la solution-mère

SAA = spectrométrie d'absorption atomique

MIBC = méthylisobutylcétone

pient et garniture de mouture en agate, volume 100 ml; presse hydraulique semi-automatique Herzog HTP 40 pouvant développer une pression de 40 tonnes sur une matrice de 4 cm de diamètre.

### Préparation de l'échantillon

La préparation de l'échantillon est présentée dans le tableau 3. Le liant est la cire «Hoechst C».

Tableau 3. Préparation des échantillons pour l'analyse par fluorescence de rayons X

Boue liquide	Quantité équivalente à 30 g de matière sèche
↓	
Homogénéisation	
↓	
Séchage d'une aliquote	105 °C
↓	
Mouture	10 g, 3 minutes
↓	
Adjonction du liant	Rapport 1:7 (g/g) (liant/boue sèche)
↓	
Pastillage	20 tonnes, 1 minute

### Programme de mesure

Les caractéristiques principales du programme de mesure sont rapportées au tableau 4.

Tableau 4. Conditions de mesures

Eléments	Z	Raies	Cristaux	Angles $^{\circ}2\theta$	Détec-teurs	Filtre	Fenêtres %	Temps de mesure (s)
Cd	48	$K_{\alpha}$	LiF 200	15,31	S	non	50	40
Mo	42	$K_{\alpha}$	LiF 200	20,33	F + S	non	60	40
Pb	82	$L_{\beta} 1,2$	LiF 200	28,26	S	non	60	20
Zn	30	$K_{\alpha}$	LiF 200	41,80	F + S	non	60	10
Cu	29	$K_{\alpha}$	LiF 200	45,03	F + S	oui	60	20
Ni	28	$K_{\alpha}$	LiF 200	48,67	F	non	60	40
Fe	26	$K_{\beta}$	LiF 200	51,73	F	non	60	2
Cr	24	$K_{\alpha}$	LiF 200	69,36	F	oui	60	20
Co	27	$K_{\alpha}$	LiF 200	77,90	F	non	60	40
Ca	20	$K_{\beta}$	LiF 200	100,23	F	non	50	2
P	15	$K_{\alpha}$	Ge	141,04	F	non	60	4
Si	14	$K_{\alpha}$	PE	109,21	F	non	60	10
Al	13	$K_{\alpha}$	TlAP	37,80	F	non	50	10
Mg	12	$K_{\alpha}$	TlAP	45,17	F	non	50	20

Tube de rayons X à anode de Cr  
Puissance 2,4 kW (60 kV, 40 mA)  
Collimateur fin

F = Compteur proportionnel  
S = Compteur à scintillation

## Etalonnage

Les étalons que nous utilisons sont, en fait, des boues d'épuration provenant de la pratique et dont la composition a été déterminée chimiquement. A l'encontre du schéma de préparation précédent, les cendres de ces échantillons-ci ont été traitées par fusion alcaline, de manière à solubiliser tout résidu; on obtient ainsi réellement la teneur totale en éléments considérés. Les domaines de concentrations sont présentés dans la figure 1. On notera que la plage du fer est insuffisante

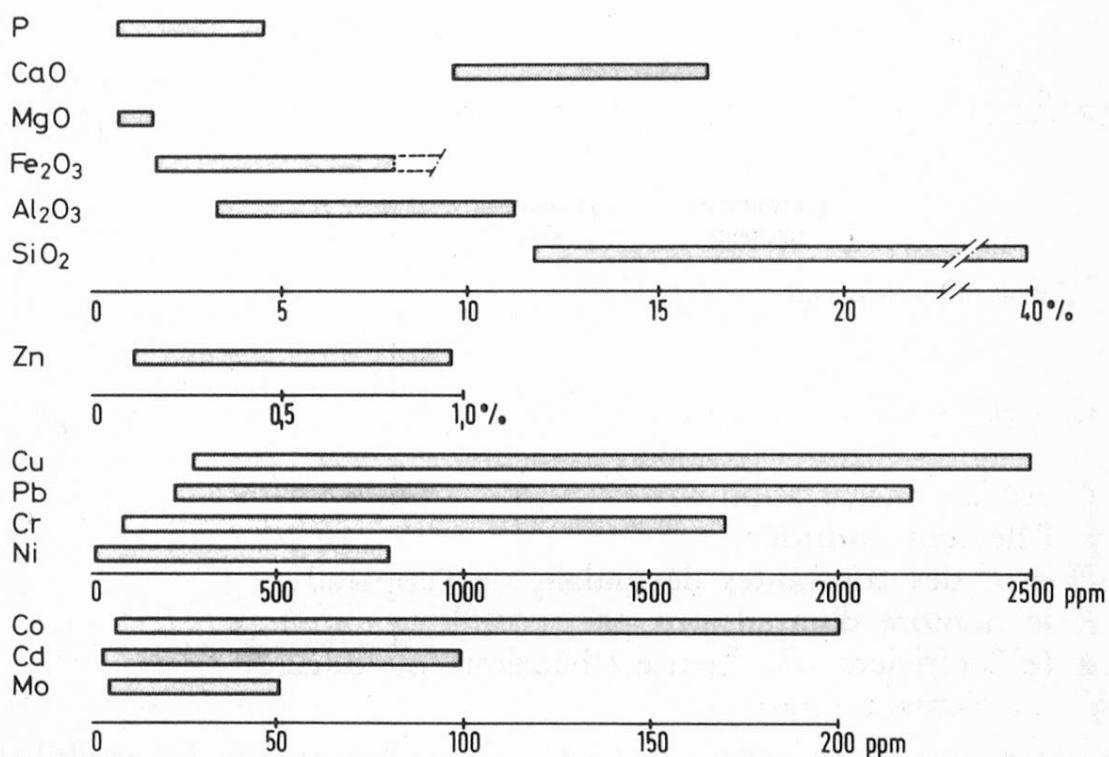


Fig. 1. Domaines d'étalonnage

depuis l'introduction généralisée de la précipitation des phosphates dans les stations d'épuration; les travaux nécessaires à son agrandissement, par l'utilisation d'étalons supplémentaires, sont en cours.

En se fondant sur le nombre d'impulsions par seconde et sur la concentration des divers éléments des étalons, il est possible d'établir, pour chaque élément analysé, une droite d'étalonnage; le calcul se fait sur la base d'une régression linéaire et des coefficients d'influence «alpha», qui permettent de tenir compte de la nature de la matrice. Ceux-ci peuvent être obtenus à partir de considérations théoriques (1) ou à l'aide d'une droite de régression basée sur les étalons eux-mêmes; on les appellera dès lors alphas-théoriques ou alphas-calculés.

L'équation de la droite d'étalonnage (fig. 2) a la forme suivante.

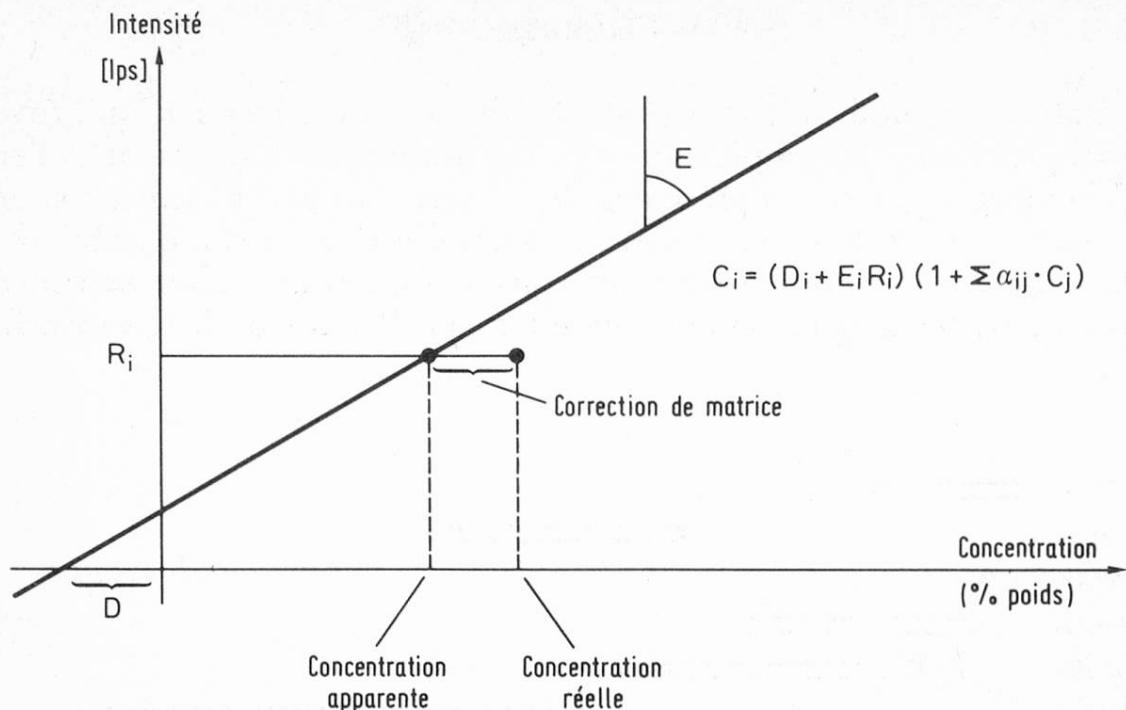


Fig. 2. Droite d'étalonnage

$$C_i = (D_i + E_i R_i) (1 + \alpha_{ij} \cdot C_j)$$

où

$C$  est la concentration

$i$  l'élément considéré

$D$  et  $E$  des constantes dépendant de l'appareil

$R$  le nombre d'impulsions par seconde

$\alpha$  le coefficient d'influence (théorique ou calculé)

$j$  un élément interférant

On notera que  $E$  peut être considéré comme l'inverse de la sensibilité de la mesure.

## Résultats et discussion

La qualité de toute analyse étant directement dépendante de celle de l'étalonnage, une attention particulière a été portée à ce dernier.

Sans vouloir développer ici les calculs nécessaires à la correction des effets de matrice, il faut signaler qu'un système unique n'a pas pu être trouvé. Chaque élément a donc dû faire l'objet d'une étude particulière (tableau 5). Ainsi, pour le dosage de l'aluminium (tableau 6) seuls les alphas ont été utilisés. Le test de Wilcoxon montre que, même sans correction, les résultats obtenus par fluorescence de rayons X sont statistiquement identiques aux valeurs chimiques. L'emploi des alphas améliore cependant considérablement l'exactitude, comme l'indique la médiane des différences.

Tableau 5. Corrections utilisées

Eléments interférents	Eléments mesurés													
	P $K_\alpha$	Ca $K_\beta$	Mg $K_\alpha$	Fe $K_\beta$	Al $K_\alpha$	Si $K_\alpha$	Zn $K_\alpha$	Cu $K_\alpha F$	Pb $L\beta_{1,2}$	Cr $K_\alpha F$	Ni $K_\alpha$	Co $K_\alpha$	Cd $K_\alpha$	Mo $K_\alpha$
P	$\alpha$				$\alpha$	$\alpha$	$\alpha$	$\alpha$						
Ca	$\alpha$	$\alpha$	$\alpha_B$		$\alpha_B$					$\alpha_B$				
Mg	$\alpha$	$\alpha$	$\alpha$		$\alpha$	$\alpha$								
Fe	$\alpha$		$\alpha$	$\alpha$	$\alpha$	$\alpha$	$\alpha_B$	$\alpha_B$	$\alpha_B$		$\alpha_B$			
Al		$\alpha$	$\alpha$		$\alpha$									
Si	$\alpha$		$\alpha$		$\alpha$									
Pb							$\alpha$							
Autres types de corrections ou corrections complémentaires			Mg-U	Fe-U			Zn-U	$\frac{\text{Cu-U}}{\text{CC}}$	Pb-U	Cr-U	$\frac{\text{Ni}}{\text{U}}$	Co-U <sub>d, g</sub>	$\frac{\text{Cd}}{\text{U}}$	Mo-U

$\alpha$  = alphas théoriques

$\alpha_B$  = alphas calculés

U = bruit de fond (d = droite, g = gauche)

CC = pic Compton du Cr

A l'inverse, le calcul de la concentration en cadmium fournit les meilleurs résultats lorsqu'on ne fait que diviser le nombre total d'impulsions mesurées sur la raie du cadmium par le nombre d'impulsions du bruit de fond pris au pied de celle-ci (fig. 3).

Un système hybride s'est avéré nécessaire pour la détermination du nickel; il fait appel au même quotient que précédemment, mais en plus intervient un alpha calculé pour compenser l'effet du fer (fig. 4).

Quant au cuivre, les meilleurs résultats ont été obtenus en divisant l'intensité nette due au cuivre par l'intensité de la ligne Compton du chrome (provenant de l'anode du tube de rayons X), le tout multiplié par les coefficients d'influence du phosphore et du fer (calculé) (fig. 5).

La précision des mesures a été déterminée en comptant sept fois les mêmes tablettes en l'espace de quatre heures. Les résultats (tableau 7) montrent que pour les constituants majeurs (P, Ca, Mg, Fe, Al, Si) la précision est meilleure que 2%, souvent même que 1%. Quant aux éléments Zn, Cu, Pb, Cr et Ni à des teneurs supérieures à 100 ppm dans la matière sèche, la précision de leur mesure se situe entre 0,3 et 3,0%; celle du molybdène, pour des teneurs voisines de 15 à 20 ppm, est étonnamment bonne avec 5%. Le cadmium et le cobalt peuvent être dosés avec une précision satisfaisante (environ 20%) jusqu'à respectivement 10 et 15 ppm.

Tableau 6. Influence des alphas lors du calcul de la teneur en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (%)<sup>\*</sup>

Echantillon n°	Valeurs chimiques	Valeurs par fluorescence X	
		sans $\alpha$	avec $\alpha$
1.01	4,21	7,07	4,17
1.02	3,16	3,43	3,02
1.03	4,07	4,20	4,56
1.04	7,07	5,99	6,84
1.05	8,50	7,76	9,05
1.06	6,14	4,98	6,14
1.07	5,48	5,00	5,21
1.08	11,15	7,53	10,65
Test de Wilcoxon ( $\alpha = 0,1$ ) W <sup>+</sup> 6-30 Médiane des différences		10 -0,61	15 -0,09

\* rapportée à la matière sèche

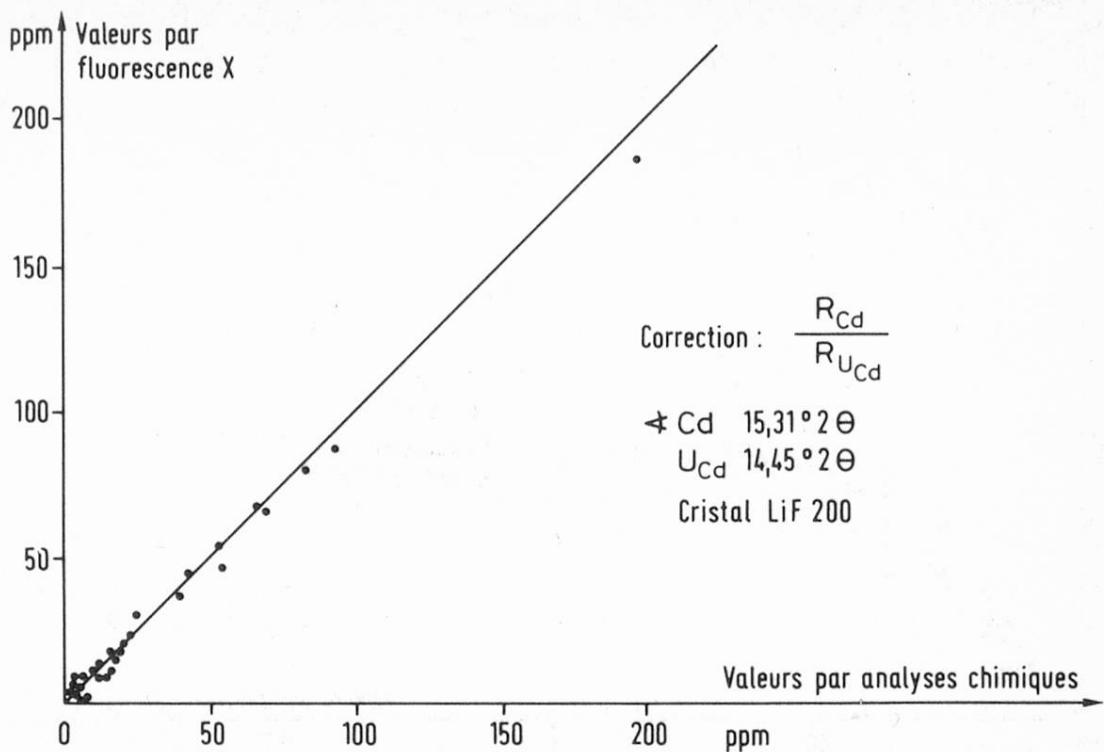


Fig. 3. Cadmium. Comparaison des valeurs obtenues par fluorescence de rayons X et par analyses chimiques  
 $R$  = nombre d'impulsions par seconde,  $U$  = bruit de fond

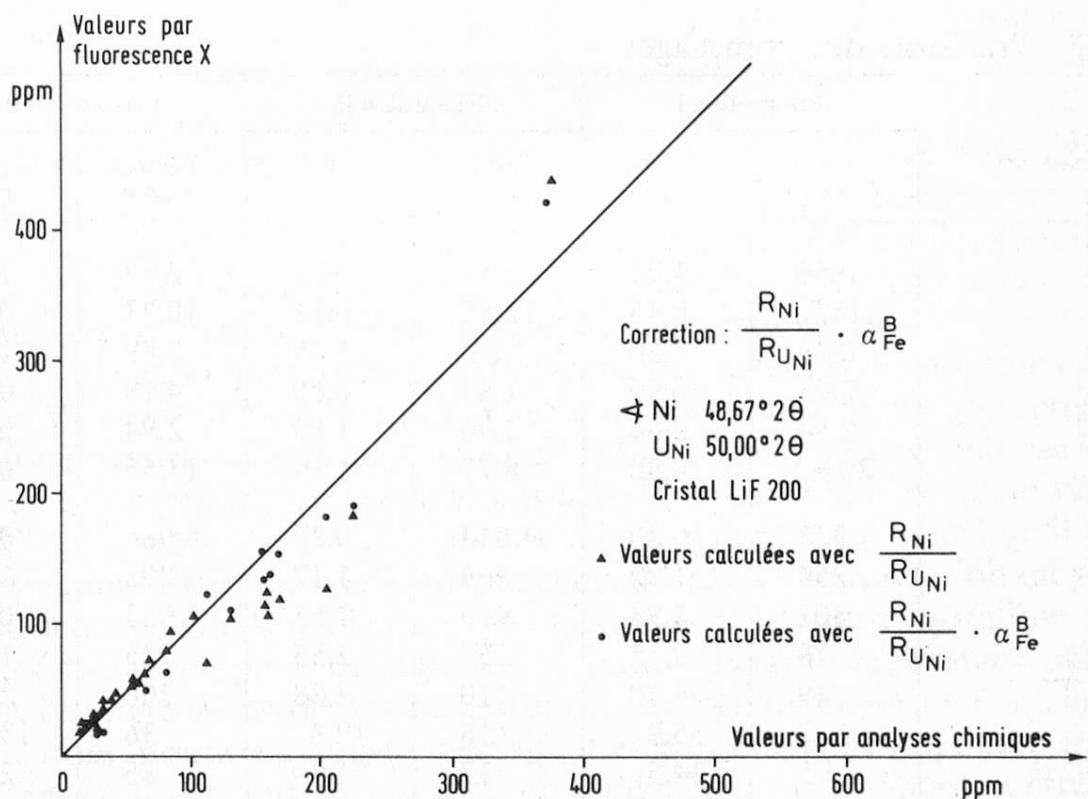


Fig. 4. Nickel. Comparaison des valeurs obtenues par fluorescence de rayons X et par analyses chimiques  
 $R$ ,  $U$ , voir figure 3;  $\alpha_B$  = alpha calculé

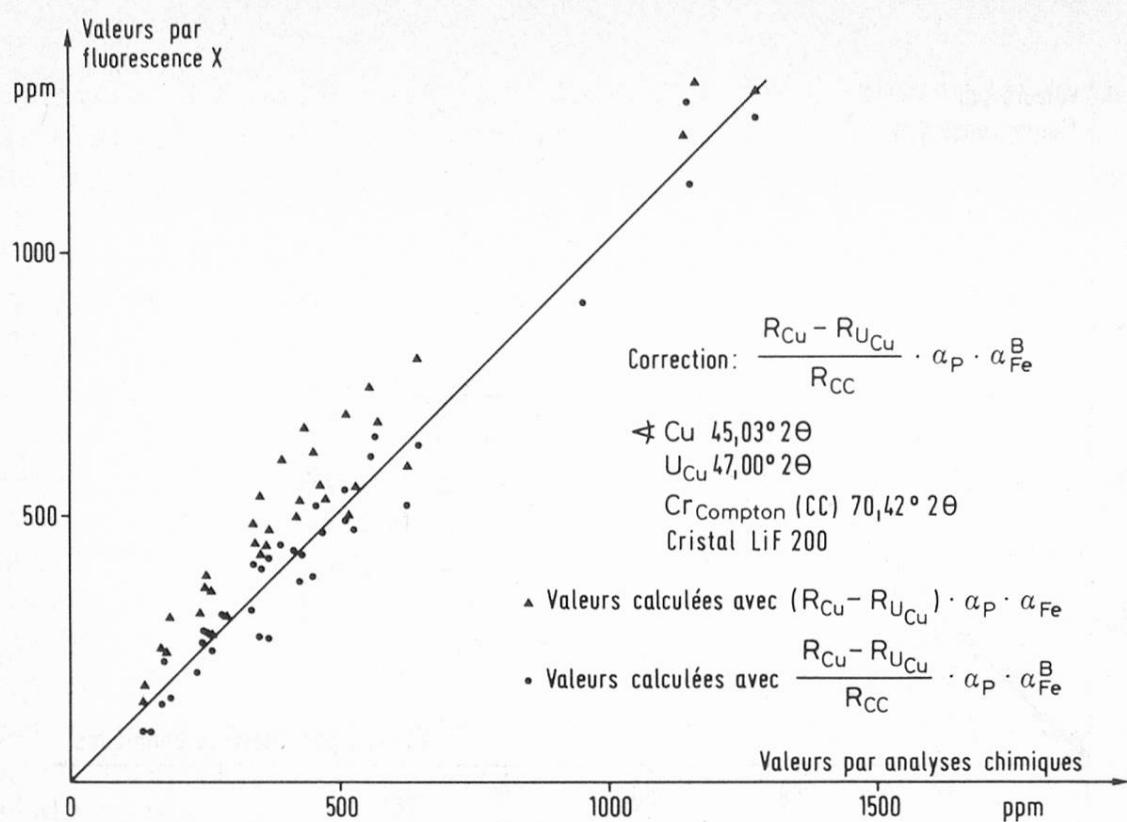


Fig. 5. Cuivre. Comparaison des valeurs obtenues par fluorescence de rayons X et par analyses chimiques

$R$ ,  $U$ ,  $\alpha_B$ , voir figures 3 et 4;  $\alpha$  = alpha théorique,  $R_{CC}$  = nombre d'impulsions par seconde sur la raie Compton du chrome

Tableau 7. Précision des comptages

Eléments/ Composés	Echantillon I		Echantillon II		Echantillon III	
	Conc. (%, ppm)	P (%)	Conc. (%, ppm)	P (%)	Conc. (%, ppm)	P (%)
P	0,56	1,73	2,56	0,77	2,47	1,31
CaO	15,7	0,45	12,55	0,54	10,83	0,61
MgO	0,79	1,20	1,21	1,35	0,89	1,36
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,03	0,90	1,85	0,60	4,19	0,80
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,54	0,64	1,96	1,89	2,94	0,33
SiO <sub>2</sub>	20,9	0,90	8,77	1,14	13,55	0,71
Zn	1 321	0,30	4 014	0,27	8 086	0,33
Cu	254	1,92	469	1,17	1 298	1,43
Pb	302	2,93	910	1,53	1 953	0,48
Cr	78	7,15	257	2,55	729	1,09
Ni	19	4,70	110	2,88	206	2,48
Co	7	55,9	16	19,8	36	13,3
Cd	5	34,5	17	11,9	85	2,79
Mo	11	4,17	16	5,57	21	3,31

Conc. = Concentrations, en % ou en ppm, rapportées à la matière sèche

P = Précision (écart-type relatif de 7 comptages)

La reproductibilité de la préparation de la tablette a également une importance primordiale; à partir de cinq boues séchées, couvrant divers domaines de concentrations, on a préparé chaque fois quatre tablettes. Les résultats figurent dans le tableau 8. La reproductibilité varie de 0,5 à 4,0% en fonction des éléments; on notera que ces valeurs incluent la précision de la mesure elle-même, et que cette dernière est aussi dépendante de la concentration (se rapporter à ce propos au tableau 7). D'une manière générale, la variation apportée par la préparation des tablettes diminue la précision de la mesure d'un facteur 2.

Tableau 8. Reproductibilité (Préparation et comptage des tablettes)  
5 échantillons différents préparés 4 fois chacun

Eléments/ Composés	Domaines de concentrations (%, ppm dans la matière sèche)	Reproductibilité (%) ± 1 écart-type
P	0,60 — 3,69 %	2,15 ± 1,16
CaO	8,22 — 12,0 %	1,37 ± 0,93
MgO	0,69 — 1,40 %	2,38 ± 1,58
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,16 — 14,46 %	1,04 ± 0,67
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,78 — 3,59 %	2,93 ± 1,15
SiO <sub>2</sub>	12,25 — 22,19 %	2,16 ± 0,93
Zn	1 685 — 7 865 ppm	0,94 ± 0,44
Cu	297 — 1 257 ppm	2,53 ± 1,29
Pb	260 — 1 896 ppm	2,30 ± 1,35

La reproductibilité des mesures en fonction du temps a été contrôlée sur une période de 16 mois et trouvée très satisfaisante, les écarts ne dépassant guère 5% relatifs, sauf pour nickel et cadmium, ceci à cause de leurs faibles concentrations (tableau 9). Cobalt et molybdène n'ont pas été considérés, leur insertion dans le programme de mesure n'étant intervenue que récemment.

Si on admet, en première approximation, que le temps de mouture est proportionnel au degré de finesse du matériel à analyser, on constate que cette variable peut jouer un rôle important (fig. 6). Si l'effet est particulièrement marqué pour la silice, il n'apparaît pratiquement pas pour le plomb. On le constate aussi, d'une manière plus atténuée, pour l'aluminium et le magnésium, tandis qu'il est également peu important pour les autres métaux lourds. L'interprétation du phénomène est délicate; elle ferait certainement intervenir la nature cristalline ou amorphe des divers composés de la boue d'épuration, la taille des cristaux ou des agrégats et l'énergie du rayon X caractéristique de l'élément considéré. L'abrasion du récipient de mouture en agate n'est que très partiellement responsable de l'effet constaté, car il se manifeste d'une façon semblable lors de moutures effectuées en récipient de carbure de tungstène. Ce dernier provoque par contre une contamination importante des échantillons par le cobalt et rend toute analyse de cet élément illusoire dans ces conditions.

Tableau 9. Reproductibilité en fonction du temps

Echantillon 22 409 Eléments/ Composés	Dates								Repro- ductibi- lité* %	
	Concentrations (%, ppm/matière sèche)									
	21. 8. 80	7. 1. 81	17. 3. 81	20. 5. 81	4. 12. 81	<i>n</i>	$\bar{x}$	<i>s</i>		
P (%)	0,64	0,63	0,62			3	0,63	0,01	1,6	
CaO (%)	12,51	12,94	12,79	12,57	12,79	5	12,72	0,18	1,4	
MgO (%)	0,90	0,87	0,85	0,87	0,89	5	0,88	0,02	2,2	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	2,24	2,09	2,09	2,12	2,12	5	2,14	0,62	2,9	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	3,62	3,41	3,38	3,88	3,49	5	3,56	0,20	5,7	
SiO <sub>2</sub> (%)	24,56	23,83	24,29	25,19	24,28	5	24,43	0,50	2,0	
Zn (ppm)	2 072	2 061	2 036	2 000	2 127	5	2 059	47	2,3	
Pb (ppm)	316	319	328	300	320	5	316	10	3,2	
Cr (ppm)			104	101	114	3	106	7	6,4	
Ni (ppm)	32	28	29		23	4	28	4	13,4	
Cd (ppm)	12	12	17	14	16	5	14	2	16,0	

*n* = nombre de mesures

$\bar{x}$  = moyenne des concentrations

*s* = écart-type

\* = 1 écart-type relatif

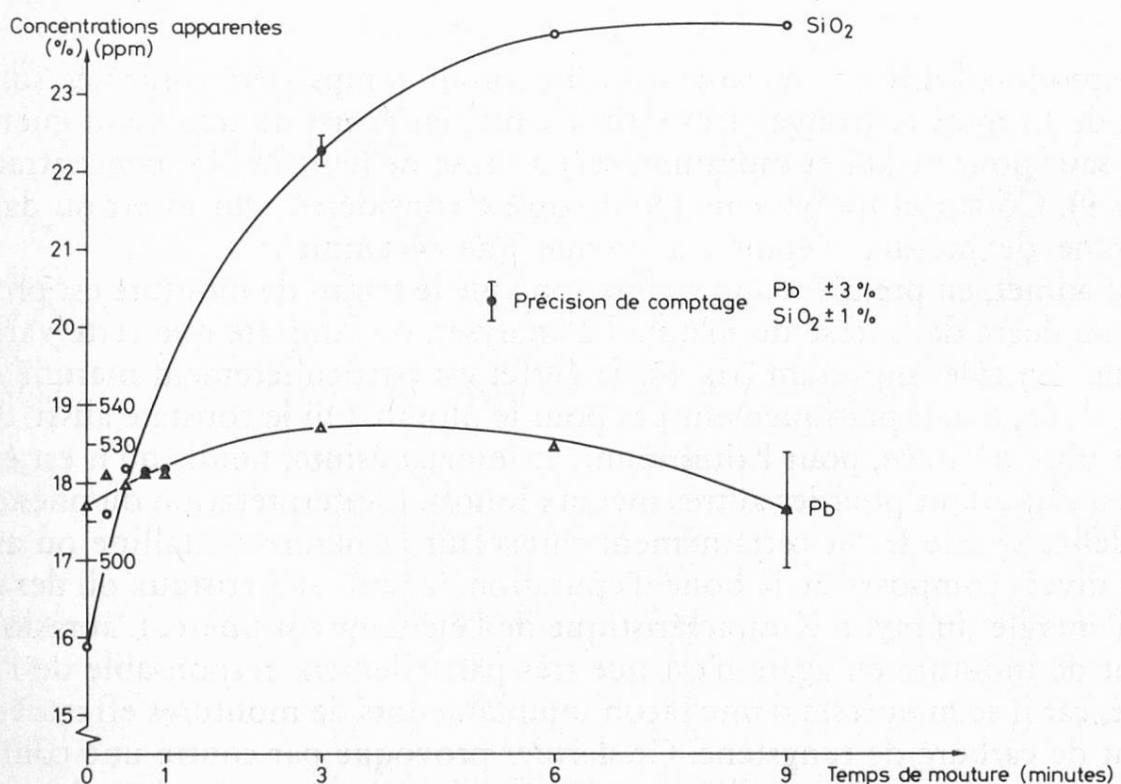


Fig. 6. Concentrations «apparentes» en fonction du temps de mouture

Au cours du développement de la méthode, des analyses comparatives ont été effectuées sur divers échantillons, soit par voie chimique, soit par activation neutronique non destructive. Quelques exemples de résultats sont présentés au tableau 10. On remarquera l'excellente concordance des deux méthodes pour le phosphore et une concordance satisfaisante pour le zinc. Pour le chrome la comparaison est bonne entre la fluorescence de rayons X et l'analyse par activation, alors que la plupart des valeurs chimiques sont trop faibles. Il y a lieu de relever ici que ces dosages ont été exécutés seulement sur une dissolution acide du résidu de calcination, alors que pour les valeurs qui ont servi à l'étalonnage de la fluorescence de rayons X, on avait utilisé en plus une fusion alcaline. Il ressort donc clairement de cette comparaison que la dissolution acide ne libère pas complètement le chrome. Ce n'est cependant pas toujours le cas, comme l'indique l'échantillon 23 258 dont les trois valeurs sont pratiquement identiques. Des problèmes analogues sembleraient se poser, dans certains cas, pour le nickel et le molybdène; les travaux sont en cours pour élucider la question.

Tableau 10. Comparaison de valeurs obtenues par fluorescence de rayons X et analyses chimiques ou activation nucléaire

Échantillons Méthodes	Éléments							
	P (%)		Zn (ppm)			Cr (ppm)		
	Flu X <sup>1</sup>	Chim <sup>2</sup>	Flu X	Chim	AN <sup>3</sup>	Flu X	Chim	AN
22 527	1,93	1,88	3 130	3 005	3 300	247	194	330
22 717	1,48	1,51	1 770	1 585	1 500			
22 710	0,57	0,65				111	53	109
22 398	1,61	1,42				76	44	79
23 161	2,99	2,93				115	47	128
23 254	1,77	1,97				214	128	248
23 258	2,90	3,02				336	343	350

Concentrations rapportées à la matière sèche

<sup>1</sup> Flu X = fluorescence de rayons X

<sup>2</sup> Chim = analyses chimiques (après calcination et reprise chlorhydrique)

<sup>3</sup> AN = activation nucléaire

## Conclusions

Il ressort de ce qui précède que l'utilisation de la fluorescence de rayons X pour le dosage des éléments majeurs et des métaux lourds dans les boues d'épuration, à des fins de surveillance de l'environnement, conduit à des résultats tout à fait satisfaisants malgré la grande variabilité des matrices. Par rapport aux teneurs limites admises dans les boues d'épuration (2), les limites pratiques de dosage sont amplement suffisantes (tableau 11). Celles-ci représentent soit la valeur du

Tableau 11. Teneurs en métaux lourds des boues d'épuration  
Teneurs maximales autorisées (valeurs limites) et limites de dosage

Eléments	Valeurs limites (ppm*)	Limites inférieures <sup>1</sup> de dosage (ppm*) <sup>1</sup>
Pb	1 000	150
Cd	30	5
Cr	1 000	75
Co	100	20
Cu	1 000	200
Mo	20	10
Ni	200	20
Hg	10	
Zn	3 000	990

\* = rapportés à la matière sèche

<sup>1</sup> = voir texte

plus petit standard utilisé pour l'étalonnage, soit la concentration pour laquelle la précision de la mesure est d'environ 30%. De tous les éléments soumis au contrôle, seul le mercure ne peut être dosé, par cette méthode, à la teneur imposée. Un fait en particulier s'y oppose, c'est la proximité des raies du tungstène, élément que l'on ne trouve qu'en petite quantité dans les boues étudiées, mais dont la teneur est cependant suffisante pour masquer le mercure.

### Remerciements

Les auteurs tiennent à exprimer leur reconnaissance à Messieurs *A. Wyttensbach, P. A. Schubiger et S. Bajo*, de l'Institut fédéral de recherches en matière de réacteurs, pour les analyses par activation nucléaire qu'ils ont bien voulu effectuer, ainsi qu'au personnel technique de la Station pour tout le travail lié à ce développement de méthode.

### Résumé

Deux à trois millions de m<sup>3</sup> de boues d'épuration liquides sont produits en Suisse par année, dont 70% sont utilisés à des fins agricoles.

Selon la loi sur l'agriculture de 1951 et l'ordonnance sur les boues d'épuration de 1981, celles-ci doivent être contrôlées tant du point de vue chimique que bactériologique avant utilisation en agriculture de manière à sauvegarder l'environnement, pris dans son sens large.

L'analyse de grandes séries de boues est une tâche longue et coûteuse; la recherche d'une méthode automatisée a conduit au choix de la spectrométrie de fluorescence de rayons X pour le dosage des éléments majeurs et des métaux lourds.

On décrit la préparation des échantillons, les conditions instrumentales d'analyse et les résultats obtenus.

De tous les éléments cités dans l'ordonnance sur les boues d'épuration (Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb et Zn) seul le mercure ne peut être dosé à la limite imposée (10 g/t matière sèche).

### *Zusammenfassung*

Jährlich fallen in der Schweiz zwei bis drei Millionen m<sup>3</sup> Klärschlamm an, wovon 70% landwirtschaftlich verwendet werden.

Um die Umwelt weitgehend zu schützen, sind die Schlämme gemäß Landwirtschaftsgesetz von 1951 und Klärschlammverordnung von 1981 vor der landwirtschaftlichen Verwertung sowohl chemisch als auch bakteriologisch zu untersuchen.

Die Analyse von großen Klärschlammserien ist eine lange und kostspielige Aufgabe. Die Suche nach einer automatisierten Methode für die Bestimmung der Hauptelemente und Schwermetalle führte zur Wahl der Röntgenfluoreszenz.

Die Probenvorbereitung, die instrumentellen Bedingungen der Analyse und die erhaltenen Resultate werden beschrieben.

Von allen in der Klärschlammverordnung aufgeführten Elementen (Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Pb und Zn) kann nur Quecksilber im Bereich des Grenzwertes von 10 g/t Trockensubstanz nicht bestimmt werden.

### *Summary*

In Switzerland 2–3 million m<sup>3</sup> of liquid sewage sludge are produced every year, from which 70% are used in agriculture.

To protect the environment, the law of agriculture of 1951 and the sewage sludge regulation of 1981 demand that the sludges have to be analysed chemically and bacteriologically before agricultural use.

The analysis of great series of sludge samples is a long and costly task. Looking for an automated method for the determination of the major elements and the heavy metals the X-ray fluorescence was chosen.

The sample preparation, the instrumental conditions of measurement, as well as the obtained results are described.

From all the elements included in the sewage sludge regulation (Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb and Zn) only mercury can't be determined in the range of the limiting value of 10 g/t dry matter.

### *Bibliographie*

1. *De Jongh, W. K.*: X-ray fluorescence analysis applying theoretical matrix corrections. Stainless steels. *X-Ray Spectrometry* 2 (4), 151–158 (1973).
2. *Ordonnance sur les boues d'épuration*, du 8 avril 1981. Office central fédéral des imprimés et du matériel, Berne.

Dr R. Ch. Daniel

Dr H. Häni

Station fédérale de recherches en chimie agricole et sur l'hygiène de l'environnement

CH-3097 Liebefeld