

CALIBRATION APPAREILS DE CONTROLE

EXP 61

La fiabilité, la précision de l'indication fournie par un appareil dépendent de plusieurs paramètres dont en particulier leur calibration et entretien.

Il conviendra de lire attentivement la documentation technique de l'appareil afin de s'informer des particularités propres à chaque matériel.

1) pH-mètre

a) Calibration

- Calibration du zéro (appelé parfois Δ pH) : solution-tampon à pH 7.
- Calibration de la pente : solution-tampon à pH 4 ou pH 10.
- Rincer et absorber l'excès d'eau sur l'électrode entre les deux tampons.

On conseille parfois d'utiliser un tampon de référence pour la calibration de la pente dans la gamme du pH que l'on va mesurer (acide : pH 4, basique : pH 10), mais il faut savoir que les tampons basiques sont peu stables.

En fonction des précisions attendues, les fréquences de calibration seront plus ou moins grandes : dans des conditions d'utilisation classiques, une calibration hebdomadaire est suffisante.

La pente de l'électrode variant en fonction de la température, on s'arrangera, à défaut d'un réglage de température ou d'une compensation automatique, pour avoir la même température entre les tampons de calibration et la solution à mesurer.

b) Maintenance

Nettoyage des sondes :

Mis à part le nettoyage à grande eau (sous un robinet) pendant l'utilisation normale, il sera peut-être nécessaire de procéder à un décolmatage plus efficace :

- Entartrages : acide chlorhydrique à 10%;
- Matières grasses : détergent ou soude diluée à environ 5%;
- Hydroxydes, MES : eau.

Dans les effluents des industries agro-alimentaires, les protéines peuvent " bloquer " le diaphragme. Dans ce cas, l 'électrode sera immergée dans un mélange HCl et pepsine.

Ces protéines peuvent être détruites en donnant naissance à des composés sulfurés par une dégradation biologique.

Un diaphragme noir sera le signe d'un début d'empoisonnement de l'électrode de référence par les sulfures. Lorsque seul le diaphragme est atteint, l'électrode de référence peut être traitée par de la thiourée pour obtenir une tension de référence stable.

Une électrode de mesure ayant perdu une trop grande sensibilité peut être réactivée dans de l'acide fluorhydrique à 1% pendant 1 minute. Il s'agit là d'un traitement exceptionnel de " choc ", car l'acide fluorhydrique est un produit dangereux, même à 1%, et l'électrode de verre n'y résisterait pas longtemps. Réhydrater ensuite l'électrode par trempage dans l'eau pendant 24 heures.

Dépannage

Sonde ou appareil de mesure ?

On peut lever le doute en déconnectant la sonde du boîtier et en court-circuitant au moyen d'un petit fil (simple trombone) les deux bornes de la prise coaxiale de l'appareil. A ce moment, le réglage du zéro doit être possible.

Quelques pannes :

- L'électrode de verre peut être fêlée.
- Le liquide de remplissage peut être souillé ; il peut y avoir une bulle d'air.
- Un dépassement d'échelle (pH - 1 ou + 14, par exemple) est souvent synonyme de câble coupé, de prises ou fiches de connexions défectueuses, l'appareil mesurant dans ce cas tous les rayonnements électriques ambients présents au niveau de la coupure.

Un affichage instable peut être causé par un manque d'électrolyte ou sa contamination : changer le liquide de remplissage, contacter le fabricant pour obtenir sa composition exacte (généralement du KCl 1, 2 ou 3 moles/litre saturé pour des températures variant entre 0 et 60°C).

Des réactions lentes de l'électrode ou une faible précision de la mesure peuvent être dues à un stockage de l'électrode à sec. Réhydrater la membrane de verre par trempage dans de l'eau ordinaire pendant 24 heures.

2) CONDUCTIVIMETRE

a) Calibration

Calibration du zéro (si nécessaire : les appareils de technologie récente ne nécessitent plus ce réglage) ; tenir la sonde hors de l'eau ou placer sur certains instruments un commutateur sur une position particulière.

Calibration de la pente :

Les solutions étalons du KCl 1 ; 0,1 ; 0,01 ; 0,001 moles/litre ont leur conductivité qui varie en fonction de la température. La norme NF T90-111 fournit une table de coefficients correcteurs.

Ces solutions étalons peuvent être préparées ou achetées toutes faites chez les constructeurs. On conseille de n'utiliser qu'une partie du flacon pour la calibration et de jeter ensuite la solution après usage.

Le commutateur d'échelles en position "mesure", placer la cellule dans une solution de conductivité et température connues. A l'aide du potentiomètre de calibration, amener l'aiguille sur la valeur indiquée.

Il faut de préférence calibrer à 20 ou 25°C de manière à utiliser les valeurs étalons théoriques, car il est délicat de trouver des conductivités à d'autres températures par simple extrapolation.

b) Concentration en électrolytes dissous

La conductivité d'une solution est fonction de la concentration en électrolytes dissous.

La mesure de la concentration par la conductivité doit se faire après calibration par l'utilisation d'une table de correction, car la fonction n'est pas linéaire et, de plus, chaque électrolyte possède une mobilité différente, ce qui entraîne, pour les mélanges, des difficultés à trouver un résultat quantitatif. Dans ce cas, la conductivité donne surtout une indication de la nature de la pollution et permet des comparaisons (surveillance d'une pollution accidentelle en sortie d'une station de traitement).

c) Maintenance

Vérifier l'état des électrodes (tartres et autres encrassements ont tendance à diminuer la sensibilité de la cellule).

Les électrodes seront nettoyées à l'eau du robinet ou par trempage dans de l'acide chlorhydrique à 10% ou détergent.

Le stockage se fera dans de l'eau distillée pour éviter les développements d'algues.

Dépannage :

La sonde, à l'air ou débranchée, doit fournir une indication nulle (résistance infinie).

Certains constructeurs offrent la possibilité de refaire soi-même le dépôt de platine sur une électrode lorsque sa surface a été abîmée.

3) ANALYSEUR DE CHLORE

a) Calibration

Zéro électrique : par passage de l'eau dans un filtre déchlorant (charbon actif), le taux de chlore en sortie sera nul. Cette méthode permet de faire la calibration dans le milieu d'origine, tandis que l'utilisation d'eau distillée entraînera des écarts dus à la différence de conductivité, de température.

Pente : par analyses successives par des méthodes colorimétriques du taux de chlore de l'eau entrant dans l'appareil, calibrer ce dernier sur la moyenne des résultats obtenus.

IMPORTANT : ce type de capteur est sensible à toutes les natures d'oxydants, donc prendre garde de ne mesurer que ce que l'on attend.

Un taux élevé de chloramine peut aussi influer sur la mesure : surveiller l'alimentation en tampon pH 4.

b) Maintenance

Du capteur :

Le phénomène électrochimique utilisé (ampéromètre) nécessite des surfaces d'électrodes propres. Veiller à ce que les dispositifs autonettoyants (sable, billes, plastiques ...) soient constamment présents dans le bac réactionnel.

Surveiller le niveau et faire l'appoint, si nécessaire, dans les réserves de réactif de tampon pH 4 et d'iodure si elles ont été prévues par le constructeur.

En cas d'arrêt de l'appareil, même de courte durée, on conseille de maintenir l'alimentation en eau du capteur pour que les électrodes soient toujours immergées et nettoyées.

Dépannage :

Le phénomène d'oxydation de l'électrode en cuivre pourra entraîner son remplacement à plus ou moins longue échéance.

Il est à noter que ces appareils sont surtout installés en poste fixe pour les besoins de contrôle ou de régulation.

Sonde ou boîtier ?

Les électrodes étant hors de l'eau et séchées, la mesure doit être nulle.

4) rH-mètre

a) Calibration

Les caractéristiques de l'électrode de mesure étant constantes dans le temps et avec la température, il n'est donc prévu ni réglage de la pente, ni compensation.

Nota

En fonction du type d'encrassement, il faut choisir un système de nettoyage (mécaniques, abrasifs, chimiques). Après un nettoyage chimique, laisser la sonde immergée pendant une heure.

En laboratoire, s'assurer de la parfaite propreté de l'électrode métallique en la grattant avec l'ongle ou un abrasif très fin (parfois livré avec la sonde).

La valeur du potentiel Redox varie en fonction du pH (ions H^+) ; il faudra donc, dans le cas de mesures comparatives, avoir le même pH.

La conservation des électrodes de mesure dans l'eau n'est pas nécessaire.

b) Maintenance

Une fixation d'oxygène ou d'hydrogène sur les électrodes lors de la mesure conduit à des temps de réponse parfois très longs.

Les constructeurs fournissent des moyens pour lutter contre ces problèmes par un nettoyage mécanique ou par passage d'un courant alternatif entre deux pointes d'un métal noble.

Le nettoyage de l'électrode de référence est soumis aux mêmes règles que dans le cas du pH-mètre.

Dépannage

Sonde ou boîtier ?

On peut opérer de la même façon que pour le pH-mètre, mais, de plus, une sonde eH est capable de réagir aux ions H^+ . On pourra donc, pour tester celle-ci, la placer dans un tampon à pH 4 et 10. L'indication, sans pour autant être valable, sera orientée vers le pH de la solution.

5) OXYMETRE

a) Calibration

Calibration du zéro (si nécessaire).

Il se fait en plongeant l'électrode dans une solution saturée en sulfite (zéro mgO_2). Mettre suffisamment de sulfite dans le flacon pour obtenir un dépôt solide qui assurera une longue conservation en maintenant le flacon bouché.

Calibration de la pente :

Pour des mesures de terrain, une calibration à l'air suffit (100% d'oxygène dissous).

La température à laquelle doit être lue la quantité d'oxygène dissous à saturation est celle de la sonde.

Celle-ci ayant été placée dans le bassin à contrôler quelques minutes auparavant, relever la température de l'eau en plaçant le commutateur de mesure de l'appareil sur la position adéquate.

Par les tables de correspondance température/saturation d'oxygène fournies par les notices d'emploi ou par une relation donnant une valeur approchée :

$$\text{mgO}_2 = \frac{528}{35 + T^\circ\text{C}}$$

Certains constructeurs ont prévu sur leurs appareils une fonction permettant la lecture directe de la valeur de saturation à calibrer, en fonction de la température du capteur.

Pour éviter une variation de la température au cours de la calibration à l'air, on conseille parfois de placer le tout dans l'eau. Ainsi l'air contenu dans l'étui et la membrane seront maintenus à la température de l'eau.

Attention toutefois, car la concentration en oxygène dans l'étui va baisser rapidement, consommé par le capteur (cf. Norme NFT 90.032 pour les tables de solubilité de l'oxygène).

Nota :

Mesure : la sonde doit être à la même température que l'eau à mesurer ; laisser l'équilibre s'établir.

La sonde doit être agitée en permanence pendant la mesure, afin de permettre une circulation du fluide sur la membrane de la sonde.

Nettoyer la sonde à l'eau, ne jamais toucher la membrane avec les doigts.

Les eaux chlorées interfèrent sur la mesure.

La solubilité de l'oxygène diminue dans les eaux salines (0,048 mg/l pour une salinité de 1 g/l à 20°C) : le pourcentage de saturation sera donc inférieur dans une eau salée.

b) Maintenance

La partie vulnérable est la membrane de séparation électrolyte/milieu extérieur.

- Nettoyage à grande eau et éventuellement au détergent pour éliminer les traces d'huile ou de graisse.
- Rincer abondamment et conserver la sonde dans un étui avec quelques millilitres d'eau.

Dans les systèmes de mesure en continu, des constructeurs proposent des systèmes de nettoyage automatique par eau et produits chimiques spécifiques pour dissoudre l'encrassement et les dépôts biologiques.

Dépannage :

Sonde ou boîtier ?

Déconnecter la sonde ou bien retirer la membrane, nettoyer les électrodes à l'alcool : le réglage du zéro doit être possible.

Si la calibration n'est plus réalisable, ou si l'affichage, présentant des dérives importants est instable, ou a des temps d'équilibre longs, changer la membrane et l'électrolyte. Nettoyer à l'alcool, bien rincer avec un excès d'électrolyte.

Avant de faire de nouvelles lectures, laisser l'appareil au moins une heure sur la position "mesure", sonde dans l'eau pour humidifier la membrane.

6) TEMPÉRATURE

a) Calibration

Zéro °C : utiliser de la glace pilée en train de fondre.

Pente °C : par comparaison avec un thermomètre de précision (mercure), régler la pente sur la température ambiante, si celle-ci n'est pas trop basse (20°C), ou dans de l'eau tiède.

Nota : ces capteurs extrêmement fiables ne présentent qu'un seul défaut qui provient de leur inertie thermique. Il est donc nécessaire d'attendre quelques minutes pour que la mesure se stabilise.

b) Entretien

Ces capteurs placés dans des tubes de verre, de métal ou enrobés de résine ne nécessitent, à part leur calibration, pratiquement aucun entretien (les essuyer de temps à autre).

Dépannage :

Ces capteurs peuvent se vérifier à l'ohmmètre à condition de les débrancher de l'appareil. Une résistance infinie prouvera que le capteur devra être changé. (Inverser les polarités de l'ohmmètre dans le cas de thermistors).

Nota : les périodicités de calibration et d'entretien énoncées dans les paragraphes ci-dessus peuvent être à modifier en fonction de la nature de l'eau à mesurer et de l'importance du paramètre analysé dans le process.