



Procédure d'utilisation des réactifs PetroFLAG® avec le turbidimètre comportant le logiciel de calibration 1C et 2C

Attention : Cette procédure est donnée à titre informatif. Se référer toujours au manuel du fabricant inclus dans chaque mallette.

1. Procédure de calibration :

A faire au minima quotidiennement ou différence de température de + de 10°C dans la journée.

Procédure	Matériel utilisé
<p><u>Préparation du "blanc" :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - Etiqueter « BLANK » : 1 tube d'extraction en plastique et 1 flacon de développement à bouchon noir. <i>L'étiquetage peut se faire en utilisant les pastilles autocollantes fournies dans chaque kit. Ne jamais écrire sur la face en verre du flacon de développement.</i> - Casser une ampoule de solvant d'extraction (bouchon bleu) et verser son contenu dans le tube d'extraction en plastique. - Transvaser le contenu du tube d'extraction dans un corps de seringue avec disque de filtration (s'assurer que le disque de filtration soit bien fixé sur le corps de seringue). - Emboîter le piston dans le corps de seringue et appuyer doucement pour filtrer. Eliminer les premières gouttes filtrées. - Puis, remplir le flacon de développement "BLANK" jusqu'au filetage (base) du flacon formant ainsi un ménisque. Puis, refermer le flacon de développement. - Mélanger pendant 10 secondes et laisser reposer 10 minutes. 	
<p><u>Préparation du "Csd" :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - Etiqueter « CAL » : 1 tube d'extraction en plastique et 1 flacon de développement à bouchon noir. <i>L'étiquetage peut se faire en utilisant les pastilles autocollantes fournies dans chaque kit. Ne jamais écrire sur la face en verre du flacon de développement.</i> - Casser une ampoule de solvant de calibration (bouchon blanc) et verser son contenu dans le tube d'extraction en plastique. - Transvaser le contenu du tube d'extraction dans un corps de seringue avec disque de filtration (s'assurer que le disque de filtration soit bien fixé sur le corps de seringue). - Emboîter le piston dans le corps de seringue et appuyer doucement pour filtrer. Eliminer les premières gouttes filtrées. - Puis, remplir le flacon de développement "CAL" jusqu'au filetage (base) du flacon formant ainsi un ménisque. Puis, refermer le flacon de développement. - Mélanger pendant 10 secondes et laisser reposer 10 minutes. 	

Calibration du turbidimètre :

- Mettre en marche l'appareil en appuyant sur la touche « READ/ON ». L'appareil affichera la dernière valeur lue, suivi du type de calibration et du facteur de réponse précédemment utilisés. (par exemple « 1C 10 »).
- Appuyer sur la touche « NEXT » pour rentrer dans le mode de calibration. Le type de courbe calibration ("1C" ou "2C") clignotera indiquant ainsi, la possibilité de pouvoir le modifier. Si l'appareil affiche le type de courbe de calibration désiré ("1C" ou "2C"), appuyer sur la touche « NEXT ». Sinon, appuyer sur la touche « SCROLL » jusqu'au type de courbe de calibration voulu (*voir paragraphe "Choix du type de courbe calibration"*). Appuyer sur la touche « SELECT/OFF » pour valider votre choix.
- Le facteur de réponse commencera alors à clignoter.
Si l'appareil affiche le facteur de réponse désiré, appuyer sur la touche « SELECT/OFF » pour valider votre choix. Sinon, appuyer sur la touche « SCROLL » jusqu'au facteur de réponse voulu (*voir paragraphe "Choix du facteur de réponse"*). Appuyer sur la touche « SELECT/OFF » pour valider votre choix.
- La température ambiante s'affiche indiquant que l'appareil est prêt pour la calibration.
- Appuyer sur la touche « NEXT », l'appareil affiche alors "-bl-".
- Introduire le flacon de développement "BLANK" dans l'appareil.
- Appuyer sur la touche « READ/ON ». Le lecteur affiche "0" puis "-Csd-".
- Introduire le flacon de développement "CAL" et refermer l'appareil.
- Appuyer sur la touche « READ/ON ». Le lecteur affiche "1000" et ensuite il affiche le type de courbe de calibration et le facteur de réponse. La calibration est terminée.

N.B. : NE PAS REUTILISER LES FIOLES DE CALIBRATION.



2. Réalisation du test sur un sol :

Procédure	Matériel utilisé
<p><u>Préparation du test :</u></p> <ul style="list-style-type: none">- Peser 10g ($\pm 0,1g$) de sol avec la spatule en fer à usage unique dans le tube d'extraction (attention à la tare).- Casser une ampoule d'extraction (bouchon bleu) et verser son contenu dans le tube d'extraction contenant le sol.- Alterner "mélange 15 sec. et repos 1 min." pendant 5 minutes : 0 → 15" agitation 1'15 → 1'30 agitation 2'30 → 2'45 agitation 3'45 → 4'00' agitation Repos → 5'00.- Transvaser la solution (extrait de sol) dans le corps de seringue équipé de disque de filtration.- Emboîter le piston, appuyer doucement et éliminer les 1ères gouttes.- Remplir un flacon de développement (bouchon noir) jusqu'au filetage. Refermer le.- Mélanger 10 secondes. Laisser reposer 10 minutes.	A photograph showing the materials used for the test. It includes a blue-capped extraction tube, a blue ampoule, a syringe with a filter disc, a black-capped development flask, and a digital scale in the background.

LIBIOS – 83 Rue Edmond Michelet – 69490 Pontcharra Sur Turdine

Téléphone +33 (0)4 74 13 03 02 – Fax +33 (0)4 74 05 28 25 - E-mail : info@libios.fr - Site : www.libios.fr

Lecture du résultat :

- Mettre en marche l'appareil en appuyant sur « **READ/ON** ».
- Mettre le flacon de développement dans l'appareil en ayant bien pris soin de sa propreté extérieure.
- Fermer l'appareil.
- Appuyer sur « **READ/ON** » afin d'avoir la concentration en mg/kg (ou ppm).

3. Choix du facteur de réponse et du type de calibration :

Le turbidimètre PetroFLAG a été spécialement conçu pour utilisation avec les réactifs PetroFLAG. Le lecteur est livré entièrement calibré et avec un facteur de réponse 5. Cette calibration est suffisante pour démarrer les analyses.

Cependant, afin d'obtenir une performance optimale, nous recommandons que le lecteur soit calibré avec chaque série d'échantillons ou quotidiennement. Le lecteur est facile à calibrer. Une calibration est possible avec chaque kit PetroFLAG (PF-REAGENTS). Si nécessaire, un kit comprenant 12 calibrations est commercialisé sous la référence PF-CAL-12.

Le lecteur stocke 2 formules de courbe calibration indépendantes sur 2 mémoires à des emplacements séparés. Chaque type de courbe calibration est désigné par "1C" ou "2C". Le seul moyen d'utiliser efficacement ce type de calibration est d'affecter un type pour calibrer à "température basse" (Low temperature) et l'autre type pour calibrer à "température élevée" (High temperature).

Cette pratique convient lorsque la température sur site varie de plus de 10°C durant la journée. Un type de calibration pourra être utilisé le matin en le stockant sur "1C" et plus tard dans la journée, si la température augmente engendrant un message d'erreur du lecteur, une nouvelle calibration pourra ainsi être réalisée et stockée sous "2C". (Voir paragraphe effets de la température)

3.1 Choix du facteur de réponse

Le microprocesseur du turbidimètre utilise les données de calibration saisies afin de convertir les densités optiques en concentration (ppm ou mg/kg).

Il utilise le facteur de réponse pour calculer la concentration correcte du contaminant présent dans l'échantillon. Il est donc important de choisir un facteur de réponse approprié pour les hydrocarbures ou la famille d'hydrocarbures présents sur site.

Le facteur de réponse peut être modifié à tout moment sans affecter la calibration de l'appareil.

Dans le cas d'un contaminant identifié ou suspecté, choisissez le facteur de réponse du tableau ci-contre.

Dans le cas d'un mélange d'hydrocarbures, choisissez le facteur de réponse le plus bas.

Dans le cas d'un contaminant inconnu, choisissez le facteur de réponse du contaminant éventuellement présent sur site. En examinant le tableau ci-après, la majorité des facteurs de réponse sont compris entre 5 et 10.

FACTEURS DE REPONSE ET LIMITES DE DETECTION

Contaminants	Facteur de réponse	Limite minimale de quantification sans dilution	Limites maximale de linéarité (MLR) et de quantification (MQR) sans dilution																		
Huile pour transformateur	10	15 ppm	<p><u>Si facteur de réponse est:</u></p> <table style="margin: auto; border: none;"> <thead> <tr> <th></th> <th>MLR (ppm)</th> <th>MQR (ppm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>15 →</td> <td>730</td> <td>1460</td> </tr> <tr> <td>10 →</td> <td>1000</td> <td>2000</td> </tr> <tr> <td>7 →</td> <td>1600</td> <td>3200</td> </tr> <tr> <td>5 →</td> <td>2000</td> <td>4000</td> </tr> <tr> <td>2 →</td> <td>5000</td> <td>10000</td> </tr> </tbody> </table>		MLR (ppm)	MQR (ppm)	15 →	730	1460	10 →	1000	2000	7 →	1600	3200	5 →	2000	4000	2 →	5000	10000
	MLR (ppm)	MQR (ppm)																			
15 →	730	1460																			
10 →	1000	2000																			
7 →	1600	3200																			
5 →	2000	4000																			
2 →	5000	10000																			
Graisse	9	15 ppm																			
Fluide hydraulique	8	10 ppm																			
Liquide de transmission	7	19 ppm																			
Huile de moteur	7	19 ppm																			
Fuel n°2	7	25 ppm																			
Fuel n°6	6	18 ppm																			
Diesel	5	13 ppm																			
Huile de transmission	5	22 ppm																			
Diesel à faible teneur en composants aromatiques	4	27 ppm																			
Pétrole brut de Pennsylvanie	4	20 ppm																			
Kérosène	4	28 ppm																			
Jet A	4	27 ppm																			
Essence altérée	2	200 ppm ^{*+}																			

* Voir Annexe A

+ Vu que la courbe de réponse de l'essence est non-linéaire, une quantification inférieure à 1000ppm peut sous-estimer la contamination réelle.

3.2 Effets de la température sur les mesures

Le turbidimètre est équipé d'une sonde de température afin de mesurer la température extérieure lors de chaque lecture. Le logiciel utilise les mesures pour corriger la lecture optique de la dérive causée par les fluctuations de température. Les corrections ont été déterminées par rapport à l'effet de la température sur le développement de la turbidité et sur l'électronique de l'appareil.

Le lecteur PetroFLAG peut être utilisé de +4°C à +45°C. Les corrections sont automatiques pour une variation de 10°C entre la calibration du lecteur et la lecture de l'échantillon.

Si une calibration est réalisée à chaque série d'échantillons, les corrections sont faibles et toutes les mesures peuvent être réalisées dans les mêmes conditions et à n'importe quelle température.

En revanche, si une calibration est faite et la température varie de plus de 10°C, un message d'erreur "Err4" apparaîtra sur l'écran. Ce message peut être effacé en appuyant simplement sur la touche « NEXT ». Ce qui supprimera le message d'erreur et fera apparaître sur l'écran la valeur lue par l'appareil. Cette lecture pourra être notée mais en indiquant sur le rapport de résultats que la température était en dehors de la fenêtre de 10°C. Tous les échantillons restants peuvent être alors mesurés mais la même condition d'erreur sera présente. Le lecteur doit être recalibré pour éliminer cette condition d'erreur.

Si une calibration n'est pas prévue dans la série d'échantillons, la température ambiante doit être vérifiée avant de commencer l'analyse. Ceci en appuyant sur la touche « READ/ON » sans qu'il y est un flacon inséré dans le lecteur. Si la température s'affiche sans message d'erreur, les mesures des échantillons peuvent être réalisées. Si un message d'erreur apparaît, le lecteur doit être recalibré avant de procéder au test.

Comme préalablement indiqué, le stockage de 2 types de calibrations, chacune à température différente, permet de réduire le nombre de recalibrations nécessaires lorsque la température change. Si les 2 calibrations sont stockées sous "1C" et "2C" et elles ont été réalisées avec une différence de température de 20°C, ce qui signifie que le lecteur pourra fonctionner sous une gamme de température de 40°C.

LIBIOS – 83 Rue Edmond Michelet – 69490 Pontcharra Sur Turdine

Téléphone +33 (0)4 74 13 03 02 – Fax +33 (0)4 74 05 28 25 - E-mail : info@libios.fr - Site : www.libios.fr

4. Messages d'erreur et solutions :

Message	Cause	Solution
La valeur de concentration clignote sur l'écran [Dans le cas de valeurs inconnues]	Situation de « dépassement de gamme » La concentration de l'échantillon dépasse la gamme linéaire	Utiliser un échantillon plus petit (1 gramme recommandé), et répéter l'analyse.
Les lettres « EEEE » clignotent sur l'écran [Dans le cas de valeurs inconnues]	Situation de « dépassement de gamme » La concentration de l'échantillon est trop élevée	Utiliser un échantillon plus petit (1 gramme recommandé), et répéter l'analyse.
« Err0 » [Mode étalonnage]	Il y a eu confusion entre les flacons « BLANK » et « CAL » La solution à blanc ou la solution de calibration dépassent la fenêtre de Contrôle Qualité (bL trop élevé ou CSd trop faible)	Vérifier les flacons de calibration. Répéter l'analyse et/ou utiliser de nouveaux flacons.
« Err1 » [Quel que soit le mode en cours d'utilisation]	Les lectures issues des deux systèmes optiques ne sont pas identiques.	Vérifier le tube et répéter l'analyse. Si le même message d'erreur réapparaît, reprendre l'analyse avec un nouveau flacon.
« Err2 » [Dans le cas de valeurs inconnues]	Le résultat obtenu avec l'échantillon est inférieur à celui obtenu avec la solution à blanc, ex. le sol utilisé pour la solution à blanc est issu d'un bruit de fond exceptionnellement élevé ou il n'est pas « pur » (zéro).	Réétalonner en utilisant un véritable sol « à blanc ».
« Err3 » [Quel que soit le mode en cours d'utilisation]	La solution à blanc ou la solution de calibration dépassent la fenêtre QC (bL trop élevé ou CSd trop faible)	Réétalonner en utilisant des solutions de calibration fraîchement préparées.
« Err4 » [Quel que soit le mode en cours d'utilisation]	La différence de température absolue entre la calibration et la lecture dépasse les 10°C.	Réétalonner à la température ambiante actuelle.
« Err5 » [Quel que soit le mode en cours d'utilisation]	La température ambiante dépasse l'amplitude autorisée (4°C- 45°C)	Déplacer l'appareil et les réactifs dans un environnement climatisé ou chauffé et réétalonner/ répéter l'analyse
« LP » (Low Power)	Batterie faible	Remplacer la batterie obligatoirement par une batterie Alcaline 9V

5. Spécifications techniques du turbidimètre :

Résolution Analogique/Digital :	0,5 ppm
Résolution de l'écran :	1 ppm
Précision :	Dépend de l'analyte Entre la Limite Minimale de Détection (M D L) et la gamme linéaire maximale (MLR) : $\pm 10 \% + 5$ ppm Entre la gamme linéaire maximale (M L R) et la gamme quantifiable maximale (MQR) : $\pm 20 \%$
Gamme de mesures :	10-10 000 ppm (linéarité est fonction de l'analyte)
Température d'utilisation :	4°C – 45°C

Limite de quantification	Facteur de réponse dépendant de l'analyte	MLR approx. (ppm)*	MQR approx (ppm)*
	15	730	1460
	10	1000	2000
	7	1600	3200
	5	2000	4000
	2	5000	10000

* Limites réelles réalisées sur le terrain, dépendantes de la température et de l'équipement. L'analyseur PetroFLAG alerte l'utilisateur automatiquement lorsqu'une limite est atteinte.

Stockage programme :	EEPROM Stockage
calibration :	EEPROM
Écran :	LCD 4 digits – 0,5 pouce - 7 segments
Piles :	une pile alcaline 9V (fournie) [utiliser uniquement des piles alcalines ou au lithium]
Durée de vie de la batterie	Environ 4000 mesures ou 1 an (avec une pile alcaline 550 mAh)
Dimensions :	longueur = 14,61 cm profondeur = 8.89 hauteur 5.08
Poids :	280g