

Points de repère sur la surveillance des enceintes thermostatiques en laboratoire

B. BLANQUART • Ph.D. ; Expert en métrologie • Auditeur technique ISO 17025

Questions fréquentes

- Spécifications ? (exemple $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$)
- Caractérisation et conformité d'une enceinte ?
- Raccordement métrologique d'un thermomètre ?
 - ▶ Stratégie de surveillance d'une enceinte thermostatique

1

PANORAMA

▶ Acteurs

- Laboratoires de référence

Sur la période 1995-2005, CETIAT et LNE ont mené les travaux sur les méthodes de caractérisation des enceintes

- Rédaction des normes et fascicules de documentation

- Prestataires accrédités ISO 17025 (mars 2018)

Caractérisation des enceintes : 45

Etalonnage des thermomètres : 66 (hors pyrométrie)

- Sociétés savantes, organismes scientifiques indépendants (2018)

0

2

PANORAMA

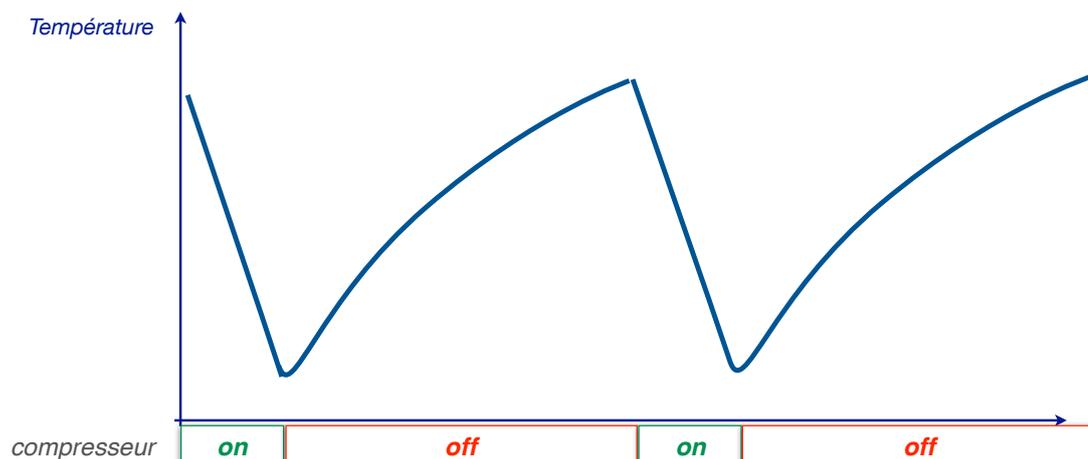
▸ Sources documentaires

- Normes et fascicules de documentation AFNOR
 - **FD X 15-140**, Mesure de l'humidité de l'air - Enceintes climatiques et thermostatiques - Caractérisation et vérification, Mai 2013 (anciennement NF X 15-140, datant de 2002)
 - **FD V 08-601**, Microbiologie des aliments - Enceintes thermostatiques - Caractérisation, vérification et suivi quotidien, Février 2005
 - NF EN 60068-3-5, Essais d'environnement - Partie 3-5 : documentation d'accompagnement et guide - Confirmation des performances des chambres d'essai en température, Août 2002 (révisée au niveau international en janvier 2018)
 - NF EN 60068-3-7: idem pour les chambres avec charge
- Guides (Collège Français de Métrologie, etc.)
 - ⚠ Rédaction par les acteurs économiques (y compris constructeurs et prestataires) ; pas de validation par un organisme scientifique indépendant
- Articles scientifiques
 - ⚠ "presque" rien au niveau national et très peu à l'International (la France est pionnière sur ce sujet)

3

FONCTIONNEMENT D'UN RÉFRIGÉRATEUR

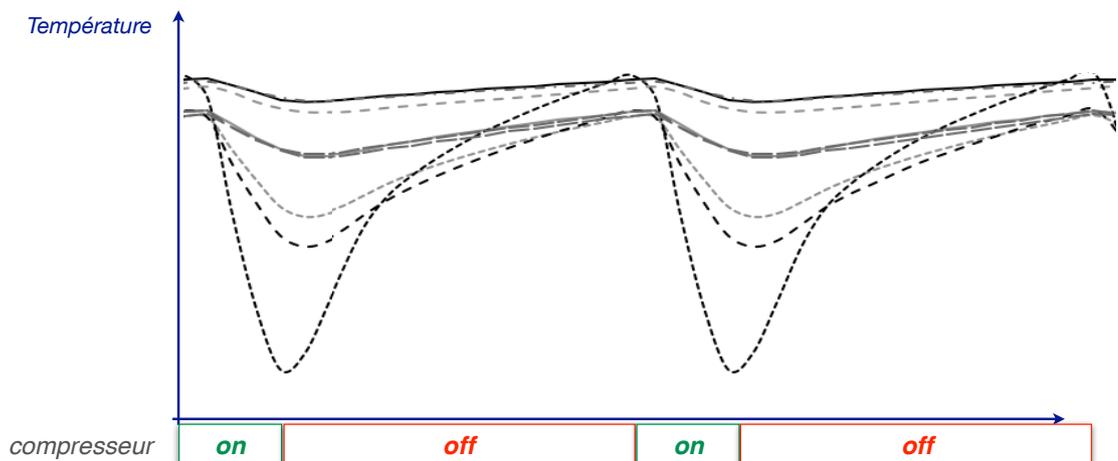
- Pour refroidir, on exploite le changement d'état d'un fluide frigorigène dans un échangeur (évaporateur)
 - Pour un frigo classique, l'échangeur est généralement sur la paroi du fond
 - Pour faire varier la température, on agit sur la pression dans le circuit du fluide frigorigène
- Pour obtenir la température désirée, il faut "réguler", ce qui est fait par mise en route / arrêt du compresseur



4

FONCTIONNEMENT D'UN RÉFRIGÉRATEUR

- La régulation entraîne que la température n'est pas **stable** (au cours du temps)
- L'air au repos étant un isolant, la température n'est pas **homogène** (dans l'espace)



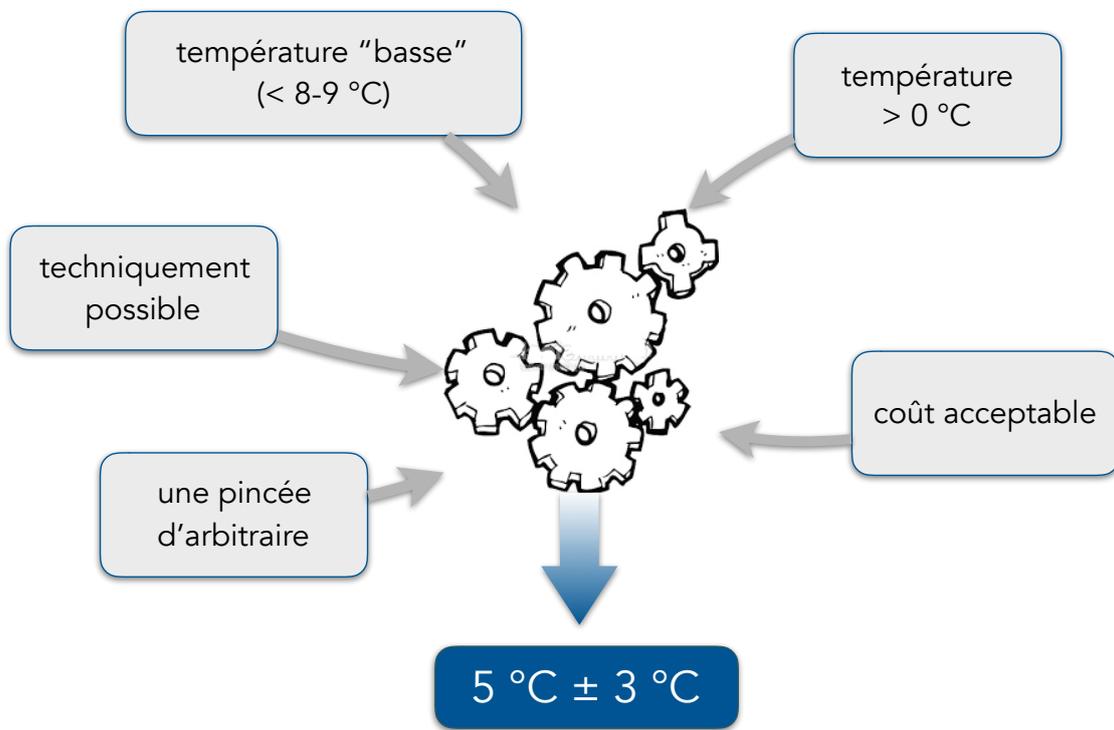
5

SPÉCIFICATION

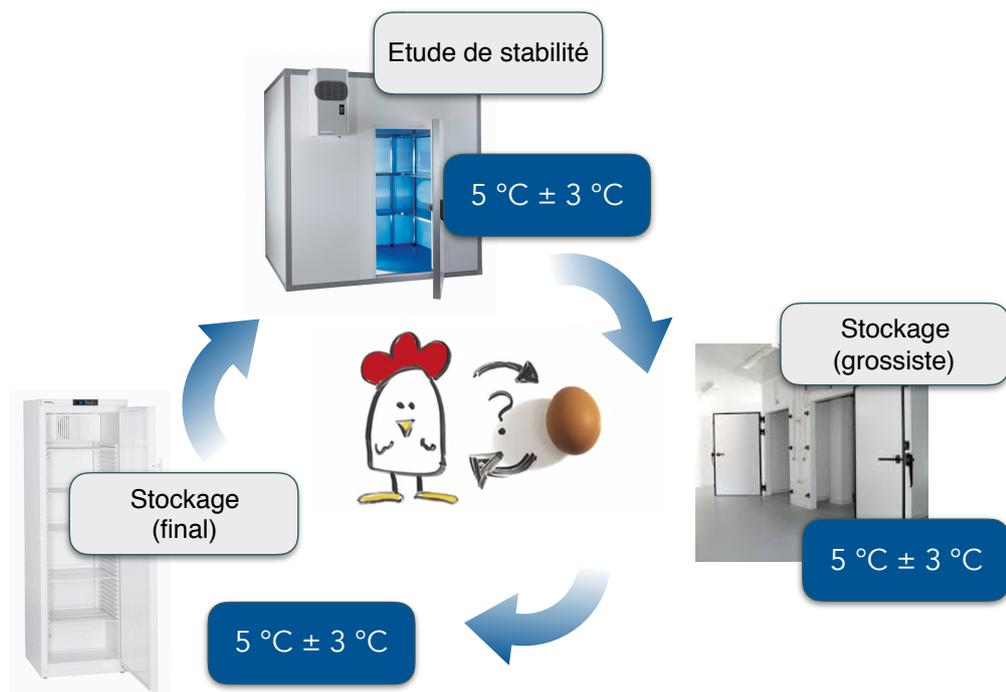
- Pour obtenir une température plus **stable**, on peut jouer sur la durée des cycles de fonctionnement (déclencher plus souvent)
- Pour obtenir une température plus **homogène**, on peut ajouter une ventilation
 - ⚠ *Ces solutions technologiques augmentent le coût de fabrication*
- Dans tous les cas, on ne peut pas définir une spécification **unique** (ex. 5 °C ; -18 °C) mais on définit une spécification par une **plage de température** (ex. " $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ ", " $\leq -18\text{ °C}$ ")

6

POURQUOI $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$?



POURQUOI $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ POUR L'ENCEINTE ?

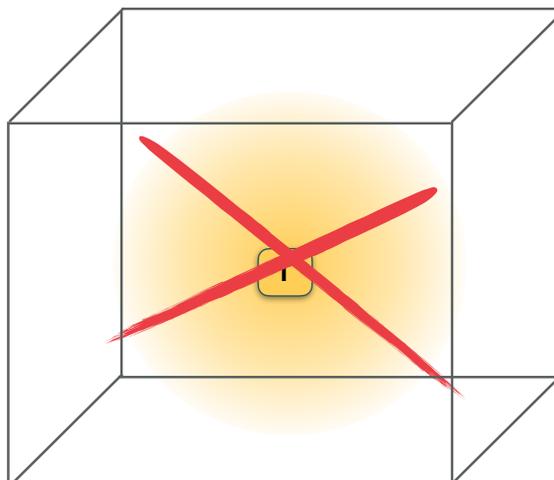


- Spécifications ? (exemple $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$)
- Caractérisation et conformité d'une enceinte ?
- Raccordement métrologique d'un thermomètre ?

CARACTÉRISATION D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

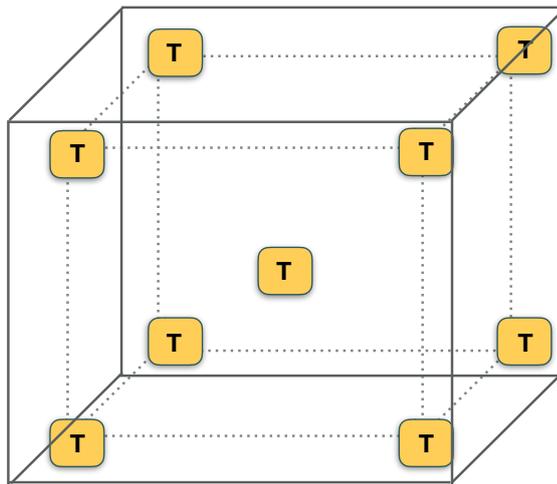
- Objectif : mesurer la température de **l'environnement (air)** du produit pour ensuite pouvoir déclarer la conformité aux spécifications

⚠ Problème : un thermomètre ne mesure que sa propre température, il ne peut pas "intégrer" la température dans un volume autour de lui !



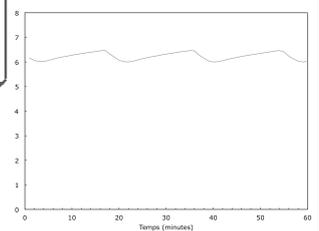
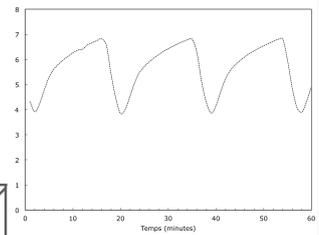
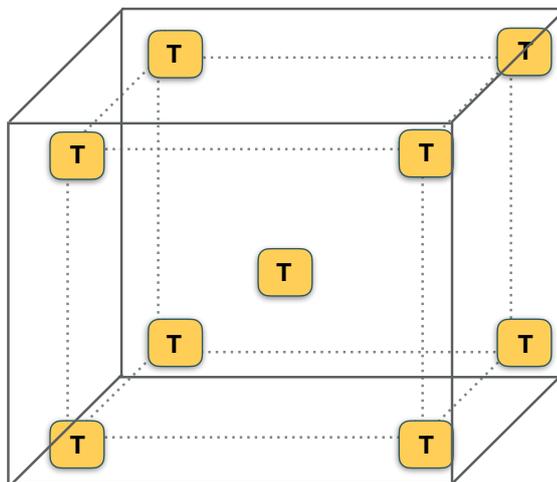
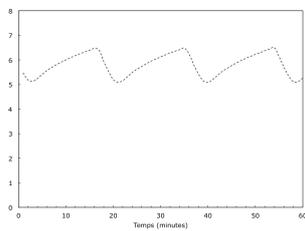
CARACTÉRISATION D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

- ⚠ Minimum 9 sondes pour un compartiment ($< 2 \text{ m}^3$ et $l_{\text{max}} < 3 \text{ m}$)
- ⚠ Distance minimale entre sondes de température et les parois



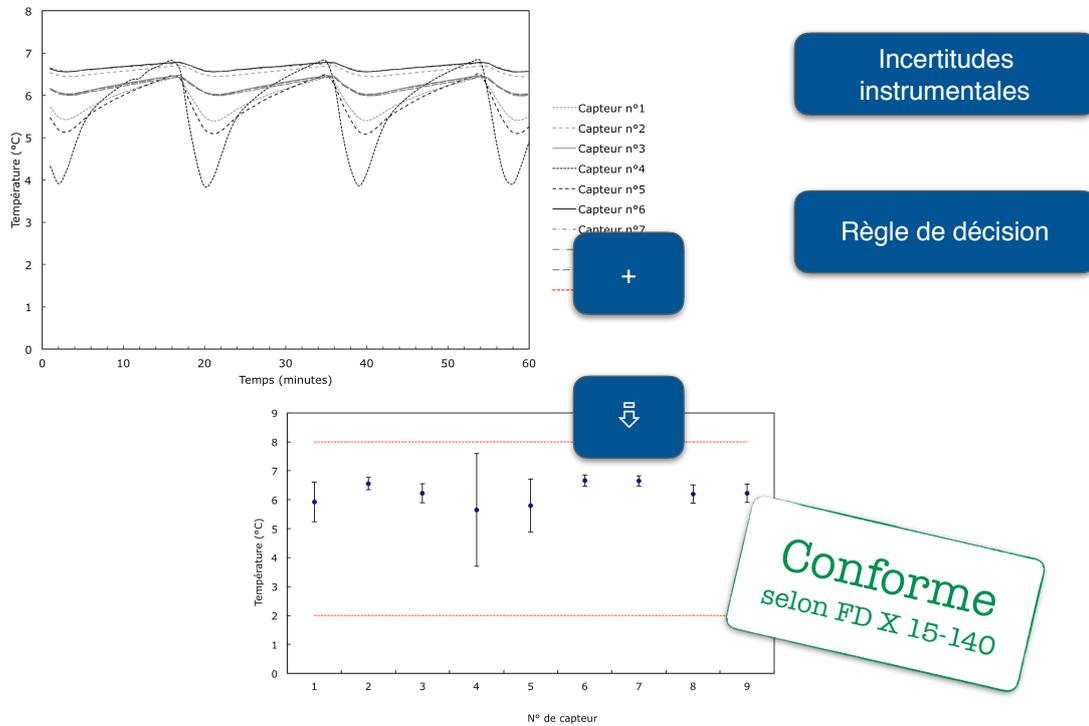
CARACTÉRISATION D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

- ⚠ Minimum 30 minutes ou au moins 2 cycles (.. ou 3)



VÉRIFICATION D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

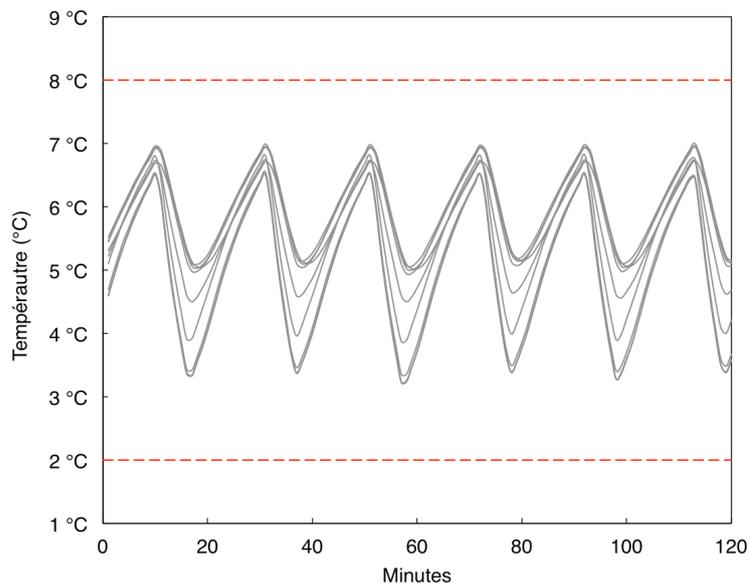
► Objectif : déclarer la conformité à la spécification



13

VÉRIFICATION D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

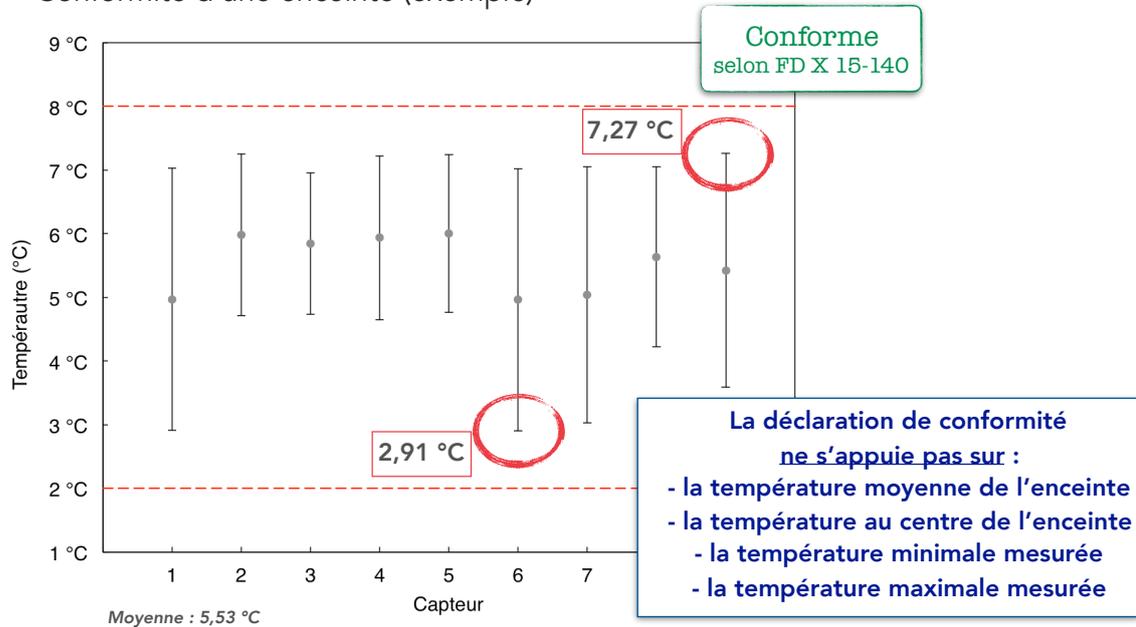
• Conformité d'une enceinte (exemple)



14

VÉRIFICATION D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

- Conformité d'une enceinte (exemple)



15

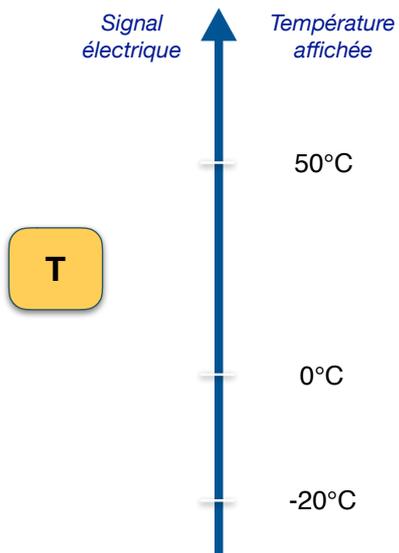
- Spécifications ? (exemple 5 °C ± 3 °C)
- Caractérisation et conformité d'une enceinte ?
- Raccordement métrologique d'un thermomètre ?

16

RACCORDEMENT MÉTROLOGIQUE D'UN THERMOMÈTRE

► Un thermomètre... ne "sait" pas ce qu'il mesure !

- Le constructeur réalise un **ajustage**, pour que la température affichée corresponde à *peu près* à la température physique correspondante



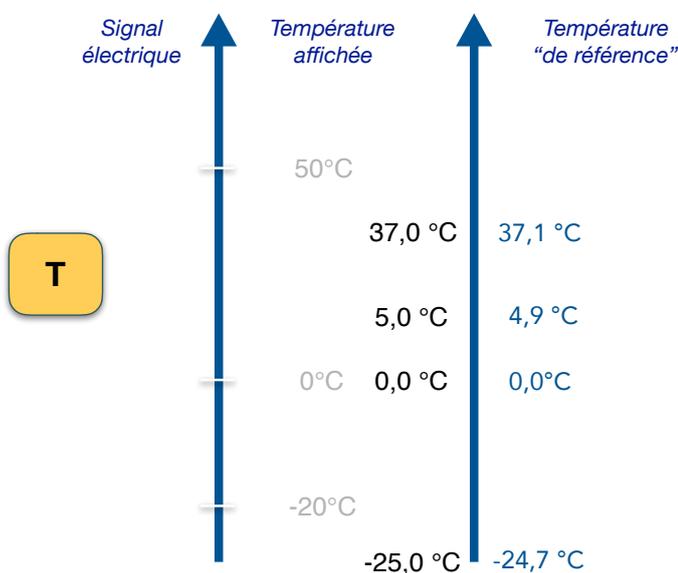
Les valeurs de température pour l'ajustage sont choisies par le constructeur en fonction de la plage de température, de la technologie de l'instrument, des possibilités de réglage de l'instrument.

Courbe théorique / par lot / avec ou sans étalonnage individuel

RACCORDEMENT MÉTROLOGIQUE D'UN THERMOMÈTRE

► Etalonnage

- Comparer l'indication du thermomètre avec une température de référence reconnue au niveau international



Les valeurs de température d'étalonnage sont définies par l'utilisateur.

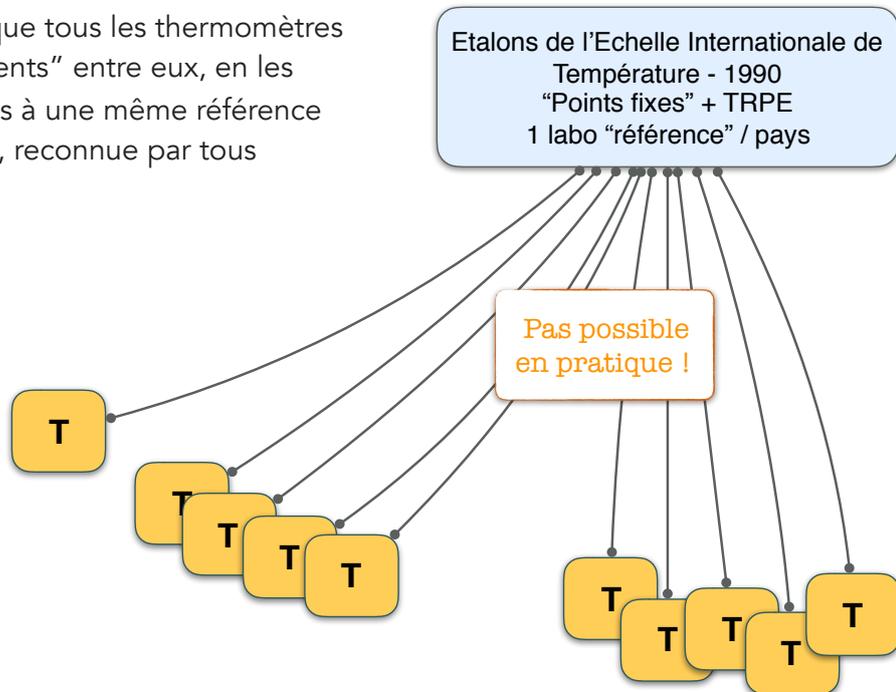
Etalonnage spécifique à chaque instrument

Un 2^{ème} ajustage peut être réalisé pour corriger le biais

RACCORDEMENT MÉTROLOGIQUE D'UN THERMOMÈTRE

► Traçabilité au "Système International"

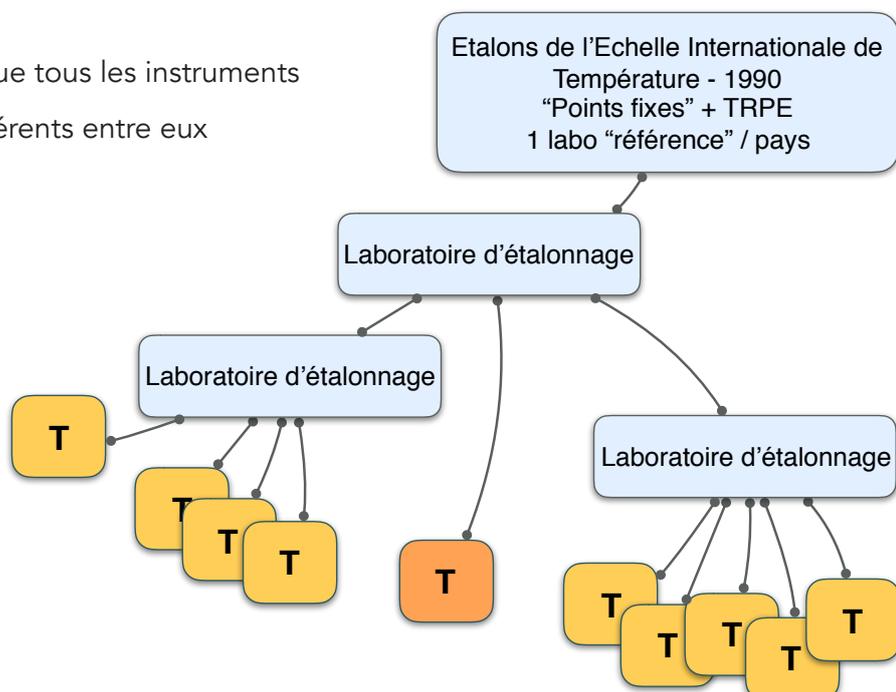
- On souhaite que tous les thermomètres soient "cohérents" entre eux, en les rattachant tous à une même référence internationale, reconnue par tous



RACCORDEMENT MÉTROLOGIQUE D'UN THERMOMÈTRE

► Traçabilité au S.I.

Assure que tous les instruments sont cohérents entre eux



RACCORDEMENT MÉTROLOGIQUE D'UN THERMOMÈTRE

- Pour être certain que le laboratoire d'étalonnage soit lui-même raccordé au S.I. et qu'il dispose des équipements, installations, compétences adéquates, (etc.), il est préférable de s'assurer qu'il travaille selon le référentiel **ISO/CEI 17025**

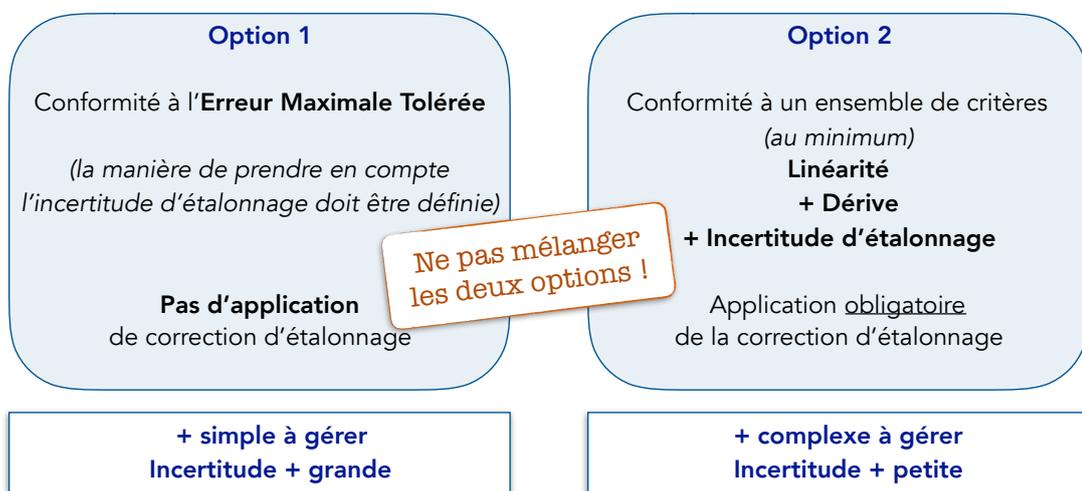
⚠ S'il est accrédité, la traçabilité au S.I. est évaluée lors des audits

- Pour tous les instruments de mesure, un étalonnage **initial** est indispensable
Les instruments vieillissent ... donc leurs performances évoluent au cours du temps ! Pour certains (la plupart), un étalonnage **périodique** est nécessaire

⚠ En l'absence d'exigence réglementaire, la périodicité d'étalonnage définie par l'utilisateur résulte d'une analyse "bénéfice / risque"

CONFIRMATION MÉTROLOGIQUE D'UN INSTRUMENT DE MESURE

- La confirmation métrologique est l'exploitation du rapport d'étalonnage pour confirmer que l'instrument répond à un besoin défini
 - pour un instrument de mesure, l'expression du besoin porte sur le **biais (erreur de justesse)**
- Le besoin peut être défini de deux manières différentes



- ✓ Spécifications ? (exemple $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$)
 - ✓ Caractérisation et conformité d'une enceinte ?
 - ✓ Raccordement métrologique d'un thermomètre ?
 - ✓ Confirmation métrologique d'un thermomètre
- ▶ Stratégie de surveillance d'une enceinte thermostatique

SURVEILLANCE D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

- En fonctionnement **nominal**, l'enceinte évolue peu et reste dans les valeurs observées lors de la caractérisation
- ▶ Pourquoi une enceinte sortirait elle des spécifications ?
- **évolution rapide** : porte mal fermée, porte ouverte trop souvent ou trop longtemps, panne d'alimentation électrique, panne de la régulation, etc.
 - **évolution lente** : perte de fluide frigo, usure compresseur, évolution de l'environnement, etc.

SURVEILLANCE D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

▸ La surveillance a plusieurs objectifs

Court terme = l'intérêt porte sur la conservation des produits

- Temps caractéristique : de quelques minutes à quelques heures

Actions curatives : alimentation de secours, stockage dans une autre enceinte, etc.

Long terme = l'intérêt porte sur l'équipement (enceinte)

- Temps caractéristique : de quelques jours à plusieurs années

Actions correctives ou préventives : réglage, maintenance, réparation, remplacement, etc.

SURVEILLANCE D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

▸ La sonde de surveillance

- ne mesure pas **LA** température de l'enceinte
 - puisque la température n'est pas homogène
- sert à détecter un écart % fonctionnement nominal
 - un amortissement est nécessaire pour filtrer les variations rapides liées aux cycles du régime nominal

- **Note** : d'un point de vue technique, si l'on veut assurer la conformité à la spécification $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, définir des alarmes à 2 °C et à 8 °C pour la sonde de surveillance **n'est pas efficace**

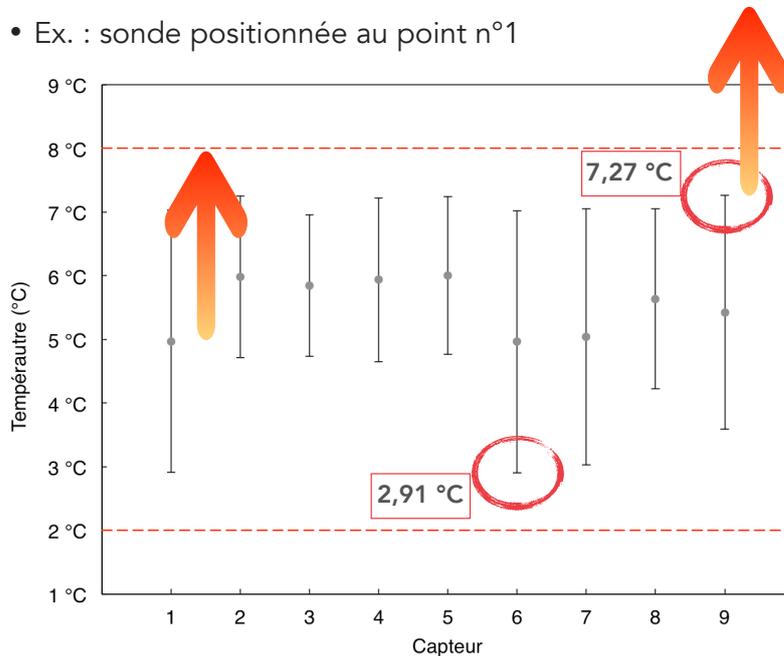
ni par rapport aux températures réelles dans l'enceinte

ni par rapport à la conformité de l'enceinte



SURVEILLANCE D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

- Ex. : sonde positionnée au point n°1



SURVEILLANCE D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

- Etude de 5 scénarios (Blanquart et al., CIM 2015)

	Description	Opérations réalisées par l'utilisateur	Performance % conformité de l'enceinte
n°1	Thermomètre conforme EMT $\pm 0,75$ °C Position non définie	<ul style="list-style-type: none"> Aucune 	Dispositif inefficace
n°2	Thermomètre conforme EMT $\pm 0,75$ °C Position définie	<ul style="list-style-type: none"> Le rapport de caractérisation est exploité pour définir la position du thermomètre 	Dispositif inefficace
n°3	Thermomètre étalonné Position définie	<ul style="list-style-type: none"> La position du thermomètre est définie La correction d'étalonnage est appliquée Le rapport de caractérisation est exploité 	Dispositif inefficace
n°4	Exploitation selon FD V 08-601	<ul style="list-style-type: none"> La position du thermomètre est définie (fixée) L'écart de contrôle est relevé (pendant la caractérisation) La dérive admissible est calculée 	Dispositif efficace
n°5	Caractérisation selon NF EN 60068-3-5 et NF EN 60068-3-11	<i>Une surveillance par un thermomètre de contrôle ne peut être réalisée qu'en appliquant le suivi de la dérive (voir cas n°4), avec un intervalle de dérive admissible extrêmement réduit</i>	Dispositif inefficace

SURVEILLANCE D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

► Conclusion

- Le dispositif le plus efficace pour la surveillance de la **conformité de l'enceinte** est l'application du FD V 08-601.

- surveillance de l'ensemble { enceinte + sonde }
- demande d'exploiter les valeurs de la sonde de surveillance observées **pendant la caractérisation**
- demande de ne pas déplacer ni échanger la sonde de surveillance
- demande une analyse régulière des tendances
- la gestion des alarmes "temps court" n'est pas complètement réglée

29

SURVEILLANCE D'UNE ENCEINTE THERMOSTATIQUE

► 3 points de vue différents

- ✓ 1 sonde fixe
- ! 2 fréquences d'intérêt
(2 outils de suivi différents ?)

Excursions temporaires de température

- ! Fréquence de scrutation et gestion des alertes



Conformité de l'enceinte (long terme)

- ! Position de la sonde + analyse de la tendance
- FD V 08-601

- ! Démontage/pas démontage
- ! Fréquence de caractérisation

"Exigences du référentiel"

- ! Etalonnage de la sonde 1/an
- + Conformité à EMT
- + Conformité enceinte

30

CONCLUSION

► Pour une surveillance efficace de l'enceinte

- Définir un dispositif de surveillance incluant **court terme** (produits) et **long terme** (surveillance de l'équipement)
 - Définir la fréquence de scrutation
 - Définir la fréquence d'analyse du suivi quotidien (long terme)
- Définir la position de la sonde
 - Dans tous les cas, elle doit être **fixe** (ou au moins à une position fixée)
 - Exploiter le **rapport de caractérisation**
- La confirmation métrologique initiale de la sonde est indispensable
 - Selon le dispositif de surveillance choisi, la confirmation métrologique périodique de la sonde seule est de moindre intérêt

31

Merci de votre attention !

Contact : bertrand.blanquart@gmail.com

32