Diminution des incertitudes d'étalonnage dans l'air grâce à un boîtier d'égalisation thermique

REIFENBERG Jean Marc¹, RIOUT Erwann¹, LEROY Alain¹

¹ Etablissement Français du sang Pyrénées Méditerranée 392, avenue du Professeur Jean Louis Viala
34 184 Montpellier Cedex 4, France.

^a Email de correspondance de l'auteur : jean-marc.reifenberg@efs.sante.fr

Résumé. Du fait des exigences réglementaires sur la traçabilité des conditions de transport des produits sanguins labiles et des échantillons, les enregistreurs de température autonomes représentent une part prédominante du parc de thermomètres de l'EFS. La majorité de ces instruments de mesure n'étant pas étanche, ils ne peuvent, en l'état, être étalonnés qu'en milieu aérien, dans des enceintes thermostatiques dédiées à cet usage. Les incertitudes d'étalonnage dans l'air sont, selon les cas, 4 à 8 fois plus importantes qu'en milieu liquide. Ainsi, elles contribuent significativement au bilan global d'incertitudes, et peuvent être à l'origine des déclarations de non-conformité aux spécifications prédéfinies, du seul fait des moyens des laboratoires de métrologie.

Le laboratoire d'étalonnage et d'essais de Montpellier à l'EFS Pyrénées Méditerranée (EFS-PYM) s'est engagé, depuis plusieurs années dans une démarche de diminution des incertitudes d'étalonnage dans l'air. Dans un premier temps, des essais ont été effectués en diminuant le volume du milieu de comparaison. Du fait de la nécessité de conserver un espace de travail compatible avec le volume d'activités, les résultats n'ont pas permis d'améliorer significativement les incertitudes d'étalonnage.

L'EFS PYM s'est ensuite orienté vers l'utilisation d'un boîtier d'égalisation thermique (conçu par la société Waranet Solutions) équipé d'une ventilation tangentielle encastrable dans les enceintes d'étalonnage et muni d'un statif pour les enregistreurs. Un cahier des charges dimensionnellement adapté à notre matériel a été élaboré, avec pour objectif d'améliorer les performances des enceintes en termes de stabilité et d'homogénéité, tout en limitant les effets d'inertie pouvant allonger significativement les programmes d'étalonnage. Deux enceintes différentes ont été ainsi testées. Différents essais ont été effectués afin de satisfaire le compromis entre l'amélioration des performances thermiques, et une charge de travail en adéquation avec les besoins de production. Les résultats issus de la caractérisation des milieux de comparaisons ainsi modifiés révèlent une diminution significative des incertitudes d'étalonnage (plus de la moitié par rapport aux incertitudes sans boîtier d'égalisation thermique). L'inertie du milieu avec boîtier est par conséquent plus importante que sans boîtier, mais reste acceptable. Les résultats révèlent aussi une bonne reproductibilité des performances, tout en maintenant une cadence d'étalonnage compatible avec les besoins.

Ces résultats sont très prometteurs, et devraient permettre de réduire le taux d'enregistreurs de températures non conformes, en particulier dans la gamme de températures négatives.

1. Introduction

1.1. Contexte de l'étude

Le laboratoire de métrologie de l'EFS Pyrénées Méditerranée (EFS PYM), localisé à Montpellier, réalise des étalonnages et des essais au service des activités médico techniques réparties dans les régions Midi Pyrénées et Languedoc Roussillon. En 2014, 63% de son activité était consacrée à la métrologie des températures (caractérisation et vérification des enceintes thermostatiques, étalonnages des chaînes de mesures de température), prestations pour lesquelles le laboratoire est accrédité depuis quelques années ; 31% de l'activité restante concerne les appareils volumétriques (pipettes), 6 % porte sur d'autres catégories d'équipements (grandeurs : temps & fréquence, masse).

La majorité des instruments soumis aux étalonnages en température est composée d'enregistreurs autonomes utilisés dans les activités de délivrance et de distribution des Produits Sanguins Labiles (PSL) vers les établissements de santé. Ces instruments n'étant pas étanches, les étalonnages sont effectués en milieu aérien dans des enceintes thermostatiques dédiées à cet usage.

Les incertitudes d'étalonnage, en milieu liquide comme en milieu aérien, sont calculées sur la base des recommandations du fascicule de documentation FD 07-028 [1]. Les incertitudes minimales dites « réelles », liées aux seuls moyens du laboratoire, sont sensiblement majorées en incertitudes dites « forfaitaires ». Cela permet d'anticiper sur une dérive des performances des thermomètres étalons et des générateurs de températures qui aurait pu échapper aux dispositions de surveillance, avec un impact potentiel sur les résultats d'étalonnages, préjudiciable pour les utilisateurs.

Du fait des biais d'homogénéité et de stabilité du milieu de comparaison, les incertitudes d'étalonnage minimales en milieu air (U forfaitaire $_{(k=2)}$: 0,4 °C) sont significativement plus importantes qu'en milieu liquide (U forfaitaire $_{(k=2)}$: 0,08 °C). Elles représentent une quote-part significative du bilan d'incertitudes, ce qui génère parfois des déclarations de non-conformité d'enregistreurs de température, notamment dans la gamme négative où les corrections informatiques de justesse sont moins efficaces [2].

1.2. Objectifs de l'étude

Afin de limiter ce risque, le laboratoire de métrologie a inscrit parmi ses plans d'amélioration l'objectif de diminuer les incertitudes d'étalonnage en milieu aérien. Pour cela, en collaboration avec la société Waranet Solutions qui a conçu ce dispositif, il a été décidé de faire fabriquer deux boîtes avec pour ambition de diminuer les biais d'homogénéité et de stabilité du milieu de comparaison aérien, à l'instar des blocs d'égalisation thermique utilisés par certains

laboratoires pour diminuer les incertitudes d'étalonnage en milieu liquide.

2. Le boîtier d'égalisation thermique

2.1. Le cahier des charges

La conception du dispositif doit permettre d'améliorer les caractéristiques thermiques du milieu (homogénéité, stabilité), tout en maintenant la capacité de production du laboratoire. Pour cela, la charge (nombre d'enregistreurs étalonnés simultanément), et les durées de stabilisation du milieu de comparaison modifiées, ne doivent pas impacter significativement l'activité.

D'un point de vue pratique, le concept consiste à insérer dans les enceintes d'étalonnage un dispositif fermé et ventilé, équipé d'une porte rabattable pour agencer préalablement, dans le volume intérieur, les instruments à étalonner.

La première étape a consisté à concevoir un prototype en carton adapté à nos enceintes ébauchant les dimensions et principales fonctionnalités de ce boîtier, et à repérer les principales contraintes en termes de praticabilité.

Ce prototype a permis d'enrichir l'expression des besoins, et d'identifier plus finement les paramètres pouvant influencer les performances thermiques et ergonomiques du dispositif final en fonctionnement. Un cahier des charges exhaustif et précis a ainsi été rédigé pour la création de ce boîtier d'égalisation thermique, prenant en compte notamment :

- Les dimensions du dispositif, avec prise en compte du volume intérieur des enceintes utilisées et de la distance aux parois pour le maintien d'un niveau de ventilation suffisant autour du boîtier.
- Le type de matériau.
- Le positionnement, les caractéristiques et réglages du système de ventilation à l'intérieur du dispositif, sa source d'alimentation, la possibilité de le changer aisément en cas de panne.
- La praticabilité pour le positionnement des instruments à étalonner en prenant en compte la nécessité de maintenir la circulation de l'air à l'intérieur du dispositif.
- La possibilité d'introduire des sondes de travail pour la caractérisation thermique du milieu de comparaison, et des sondes étalons pour les étalonnages, de dimensions spécifiées.

2.2. Le dispositif

Le dispositif se présente sous la forme d'une boîte parallélépipédique, non hermétique, élaborée en plexiglass avec des parois mesurant 1 cm d'épaisseur. Il est percé d'orifices permettant de positionner en cartographie des sondes de la centrale d'acquisition pour la caractérisation du milieu de comparaison, et de sondes étalon pour les

étalonnages. Il est équipé d'un ventilateur tangentiel alimenté par un moteur placé à l'extérieur du dispositif (Figure 1).

Figure 1 : Boîtier d'égalisation thermique : vue d'ensemble

Une porte sur charnière permet d'introduire dans le volume intérieur les instruments à étalonner préalablement positionnés sur un statif adapté et encastrable dans le boîtier (Figure 2).

Figure 2 : Boîtier d'égalisation thermique : mode d'emploi

2.3. Méthode de caractérisation

Des essais préliminaires ont permis de perfectionner les réglages du système de ventilation, pour des performances thermiques optimales en termes de stabilité et d'homogénéité. La caractérisation du milieu de comparaison a consisté à cartographier en température le milieu air dans le boîtier d'égalisation

à l'aide d'une centrale d'acquisition SA32 (AOIP) munies de capteurs Pt 100 4 fils, aux températures suivantes : -35 °C, 4 °C, 45 °C et 90 °C (Figure 3).

Figure 3 : Boîtier d'égalisation thermique placé dans une enceinte thermostatique (avec sondes pour caractérisation)

Cette caractérisation a été réalisée dans des conditions de charge équivalentes à 20 enregistreurs de type Warito Logger® (société Waranet Solutions), agencés en quinconce sur un axe support, les éléments sensibles étant tous orientés de manière identique vers la source de ventilation et l'étalon (Figure 4). Les essais ont été effectués sur l'ensemble du volume utile de deux modèles différents d'enceintes : MK 53 (BINDER) et SU 641 (ESPEC).

Figure 4 : Agencement de la charge sur le statif du milieu de comparaison dans le boîtier

La méthode de la double pesée a été appliquée : elle consiste, après une durée au moins égale à celle d'un étalonnage, à intervertir les sondes de chaque coin selon les quatre diagonales du volume caractérisé. Le calcul des biais d'homogénéité permet ainsi de s'affranchir des incertitudes d'étalonnage des sondes.

La stabilité du milieu (écart entre la valeur maximale et la valeur minimale) a été calculée en chaque point. Les valeurs maximales d'homogénéité et de stabilité, ont été retenues dans le bilan d'incertitudes calculé selon le document FD 07-028 [1].

Afin de rendre les résultats plus robustes, deux campagnes de caractérisation rapprochées, aux mêmes consignes de température, ont été réalisées à 6 mois d'intervalle environ.

2.4. Résultats

L'inertie du dispositif entraîne un allongement significatif des durées de stabilisation. Par exemple, un étalonnage aux consignes 26 °C, 0 °C, -30 °C et 26 °C avec boîtier d'égalisation thermique dure quasiment deux fois plus longtemps (15h30) que sans boîtier (08h40).

Le tableau ci-dessous synthétise les résultats des essais de caractérisation :

Synthèse	Enceinte ESPEC (-35 °C à +90 °C)		Enceinte BINDER (-35 °C à +45 °C)	
	N° 1	N° 2	N° 1	N° 2
Homogénéité	0,12	0,10	0,10	0,09
Stabilité	0,04	0,04	0,04	0,03
U (k=2)	0,14	0,12	0,12	0,11

Tableau 1: Synthèse des résultats

Les valeurs d'homogénéité et de stabilité, dans l'enceinte ESPEC, sont proches dans toute la gamme, y compris aux températures extrêmes. A contrario, dans l'enceinte BINDER, les incertitudes dans la gamme de températures au-delà de +45 °C se révèlent équivalentes, avec ou sans boîtier d'égalisation.

En deçà de 45 °C, quelle que soit l'enceinte utilisée, l'expérimentation révèle, de manière répétable, une diminution significative des incertitudes réelles (de 0,11 °C à 0,14 °C), versus 0,35 °C sans boîtier d'égalisation thermique.

3. Conclusion et perspectives :

L'augmentation des durées de stabilisation ne constitue pas un obstacle insurmontable pour les activités d'étalonnage. Les enceintes thermostatiques, les thermomètres étalons et les instruments soumis aux étalonnages sont programmables. Il est donc possible d'organiser et d'optimiser l'activité, en y intégrant des étalonnages de nuit, pour répondre au besoin.

D'un point de vue des performances thermiques, l'objectif est atteint. Dans la gamme [-35 °C + 45

°C], qui encadre la majorité des étalonnages courants, le dispositif permet d'améliorer significativement les incertitudes dans des conditions de charge compatibles avec les objectifs de productivité. La diminution du volume utile à l'intérieur du boîtier d'égalisation thermique est une autre piste à investiguer pour diminuer encore plus les incertitudes.

En tout état de cause, en l'état des travaux, il est donc envisageable à moyen terme de réduire les incertitudes forfaitaires à 0,30 °C dans un premier temps, voire même, à la lueur d'un retour d'expérience qu'il conviendra de valider, jusqu'à 0,20 °C.

Références

1. Fascicule de documentation FD X07-028 : Procédure d'étalonnage et de vérification des thermomètres - Estimation des incertitudes sur les mesures de température (octobre 2002).
2. J.M. Reifenberg, E. Riout, A. Leroy, S. Begue. Métrologie à l'EFS : de la production à la raison. *Transf. Clin. et Biol.* **21** 132 - 138 (2014).