

Discussion sur la méthodologie de mapping thermique des enceintes thermostatiques

INTRODUCTION

Parmi les paramètres critiques des process couramment utilisés, on retrouve la gestion de la température en bonne place. En effet, celle-ci possède un grand impact sur les caractéristiques biologiques, chimiques et physico-chimiques des matériaux et produits. C'est pourquoi il est important de maîtriser ce facteur afin de maintenir la qualité du produit.

A cette fin, le mapping thermique est utilisé pour caractériser le fonctionnement et le suivi d'une enceinte thermostatique et doit être bien pensé lors de sa réalisation. Les normes et les guidances disponibles fournissent un élément de réponse, bien qu'elles aient été développées à l'origine pour les chambres d'essais.

Les équipements à température contrôlée ont un fonctionnement technique simple mais pouvant se révéler complexe dans leur approche de qualification. Cette complexité peut être due à un manque de connaissance du process impliqué (quantité et nature des produits stockés) ou encore des performances de l'équipement (capacité de refroidissement, maintenance, mode de refroidissement, dégivrage, ...) et de la précision de mesure des outils de monitoring utilisés.

Il est fait ici le choix de discuter du paramètre température des enceintes thermostatiques. Les notions d'hygrométrie ne seront pas abordées dans ce document.

2. CONSIDÉRATIONS TECHNIQUES

Par « enceinte thermostatique », nous incluons les équipements de type chambre froide/chaude, chambre ambiante (+15°C - +35°C), réfrigérateurs, congélateurs, incubateurs, zone de stockage, ... La définition de ces deux mots étant importante, nous nous attarderons dessus.

L'enceinte se caractérise par sa capacité à maintenir l'environnement à l'intérieur de celle-ci à des conditions définies (la température dans ce cas). Sa configuration ayant une influence sur les conditions intérieures, sa conception doit prendre en compte les spécificités de l'utilisation. L'enceinte échangeant de l'énergie avec son environnement, l'isolation des parois (sol et plafond compris) constitue le premier paramètre à prendre en considération.

Un second paramètre est la dimension de l'enceinte.



Figure 1 : Chambre froide positive composée d'une enceinte et comprenant un groupe de froid

Outre l'aspect concernant le stockage et le process en lui-même, l'enceinte doit être propice à une homogénéisation de la température, c'est-à-dire à une uniformité de la température dans le volume disponible. Par exemple, un équipement disposant d'une hauteur importante se retrouvera confrontée à une stratification thermique pouvant atteindre plusieurs degrés Celsius de différence entre le plafond et le sol en l'absence de convection forcée. La disposition des accès a également son rôle à jouer car les différentes ouvertures sont autant de chemins préférentiels pour l'échange de chaleur. Une proximité entre le volume de travail et les accès pouvant mener à une chute ou une hausse de température en dehors des seuils de tolérance.

Les systèmes thermiques quant à eux ont pour objectif le maintien actif de la température de l'enceinte. Dans un environnement aux conditions stable, on observe un comportement cyclique de la température. Pour un système extrayant l'énergie (réfrigérateur, congélateur), la mise en route du groupe de froid amène une chute rapide de la température, qui remonte ensuite plus lentement une fois ledit groupe à l'arrêt (échange avec l'environnement extérieur par convection, conduction ou rayonnement). Le système thermique doit être conçu pour compenser la charge thermique dans l'enceinte. Cette charge thermique est déterminée par l'air intérieur mais également par la charge interne (ce qui y est stocké), les ouvertures des accès, le rayonnement des parois, ...

Les échanges d'énergie peuvent être réalisés via plusieurs technologies qui ne seront pas décrites ici mais qui possèdent 3 paramètres

importants dans la caractérisation d'une enceinte : la température de sortie, la vitesse et la direction du flux.

L'objectif premier d'une enceinte thermostatique est la maîtrise de la température du produit. Cette température est conditionnée par l'échange thermique du produit avec son environnement immédiat par conduction, convection ou rayonnement. La nature et la quantité de produit ainsi que son conditionnement modifient l'inertie thermique du produit et sa vitesse d'échange avec l'environnement. En considérant cela, les combinaisons possibles atteignent un nombre tel qu'une caractérisation fiable et reproductible de l'enceinte sur base de la température du produit n'est pas envisageable.

En se basant sur la définition de l'enceinte thermostatique, qui est le maintien de la température du produit à une valeur déterminée, il devient évident que le paramètre caractérisé sera la température de l'air autour du produit. De plus, la validation de l'influence de la température sur chaque produit (comprenant sa stabilité) ne peut être réalisée que sur base de la connaissance fiable de la température de l'air l'environnant.

3. APPROCHE MÉTHODOLOGIQUE

C'est la mesure de la température de l'air qui va nous intéresser dans ce cas. Elle sera mesurée par des sondes de mapping (préalablement étalonnées) qui seront réparties dans le volume de travail. Avant de décrire la méthode de disposition des sondes, il est nécessaire d'introduire les notions de volume de travail et de température cible.

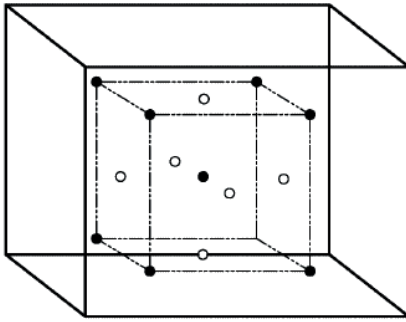
Le volume de travail, aussi appelé volume utile, est le volume utilisé pour stocker et traiter de la matière (matière première ou produit). Ce volume doit être définis en fonction de l'utilisation de l'enceinte. En effet, il n'est pas opportun de multiplier les sondes de température sur des zones qui ne seront pas utilisées pour du stockage ou du process, avec le risque de non-conformité que cela comporte. Par exemple, en cas de stockage de doubles palettes dans une chambre froide, le volume de travail sera le volume possédant une hauteur maximale équivalente à la hauteur maximale des palettes. Une bonne connaissance des besoins et des requis est donc nécessaire pour la qualification de l'équipement. Ce volume sera utilisé aussi bien pour

la qualification à vide (0% d'encombrement, équipements fixes dans leur position finale), ainsi qu'en charge (100% de l'encombrement maximal autorisé par le process).

Dans ce volume de travail, les sondes permettront de mesurer une température et son maintien dans une plage définie (dans le cas d'une utilisation mono-température). Cette plage est souvent définie par les référentiels (par exemple, $+5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ pour les chambres froides permettant la conservation de certains vaccins). Cependant, une approche plus efficace est de définir cette plage en fonction des données de stabilités du matériau stocké. Il est par exemple inutile de stocker des tenues de laboratoire non stériles à une température « ambiante » de $+25^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ strict, pouvant entraîner des déviations en cas d'excursions de température, une investigation sur un impact potentiel et éventuellement une inspection des autorités.

Dans le cas d'un équipement multi-température avec plusieurs plages d'utilisation, il est nécessaire que la caractérisation s'assure de couvrir l'entièreté de la plage d'utilisation. La guidance FD X 15-140 demande dans ce cas une caractérisation pour 3 températures de consignes : un point situé à chaque valeur extrême et un point intermédiaire.

La disposition des points de mapping thermique doit permettre de caractériser l'enceinte avec une précision suffisante. Il est évident que l'augmentation du nombre de sonde va amener une meilleure résolution dans la « cartographie » thermique. Il revient à l'utilisateur de définir le nombre de sondes maximal à utiliser en fonction de ses besoins et de ses requis. Le nombre minimum de sondes dépend du volume de travail. Dans le cas d'une enceinte vide de forme simple d'un volume inférieur à 2m^3 , le nombre minimum sera de 9 sondes disposées dans chaque coin du parallélépipède et une au centre. Entre 2m^3 et 20m^3 , ce nombre est augmenté à 15 sondes, les 6 sondes supplémentaires étant positionnées au centre des surfaces délimitant l'espace de travail. Il est recommandé de ne pas positionner ces sondes en contact direct avec les parois, les guidances proposant une distance de 1/10ème de chacune des dimensions intérieures. Cependant, dans le cas des grands volumes, cette distance peut être réduite en considérant une distance suffisamment importante pour éviter l'influence des parois par convection ou rayonnement.



- Capteur de température placé aux coins et au centre du volume délimité
- Capteur de température placé au centre des surfaces délimitées

Figure 2 : Position des sondes de mapping pour une enceinte vide de forme simple. Pour un volume inférieur à 2 m³, les 9 capteurs sont représentés par des points noirs. Pour un volume entre 2 et 20 m³, les 15 capteurs sont représentés par les points noirs et les points blancs (Source : FD X 15-140)

Pour les volumes supérieurs à 20 m³ et pour les formes complexes, le nombre et l'emplacement des capteurs doivent être discutés entre les différentes équipes et l'assurance qualité. Il convient néanmoins de considérer certains points clés comme intéressants à mapper.

Les premiers sont les flux d'air aux points de pulsion et d'extraction, au niveau du volume utile. Les systèmes thermiques récents disposent de systèmes de réglage des températures maximum et minimum, assurant une température respectant les plages d'utilisation. Le mapping des flux d'air émis par les groupes pulsion au niveau du volume utile permet cependant de s'assurer que la température correspond bien aux requis tandis que le mapping des flux d'air aux points d'extraction permet de s'assurer de la température de sortie de l'air de l'enceinte.

Les seconds types de points clés sont les mobiliers des enceintes et comprennent les étagères, les racks, les armoires, les tiroirs, etc... En raison de l'impact sur la circulation d'air (par exemple, une étagère chargée pouvant former un véritable mur pour les flux d'air), le mapping de ces zones est intéressant et permet de prendre en compte l'effet de la charge sur la circulation de l'air (tels que la formation de chemins préférentiels et de zones de stagnation). Ces zones peuvent être considérées comme des volumes de travail isolés où il est possible d'appliquer les règles reprises ci-dessus (8 ou 15 sondes selon le volume) afin de couvrir l'entièreté du mobilier. Dans le cas d'une largeur faible (< 1 m), il est possible de se limiter à 5 sondes positionnées

dans chaque coin alterné et au centre. Un point d'attention est la présence de matériau dissipant. Ces matériaux peuvent avoir une influence sur les sondes s'ils sont introduits à une température différente de la température de stockage. Le positionnement des sondes doit donc tenir compte de ces particularités du process.

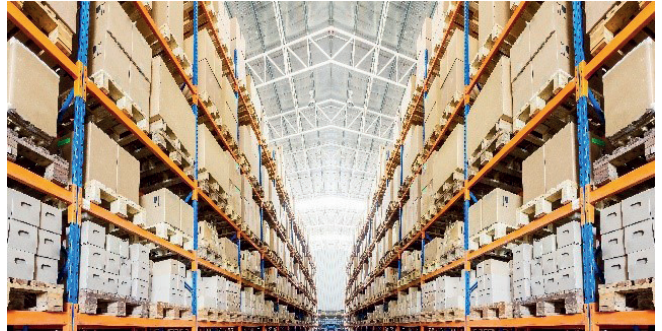


Figure 3: "Murs" de palettes impactant le flux d'air

Les troisièmes types de points clés sont les parois et les accès. La proximité d'une paroi exposée à une température extérieure avec un gradient important peut avoir une influence sur le volume intérieur (et par extension, le volume de travail) par conduction et convection. Théoriquement, les positions prévues par les guidances permettent de prendre en compte ce phénomène mais les sondes peuvent être multipliées si l'isolation des parois est insuffisante. Dans le cas d'une chambre froide positive ou négative, les isolations sont généralement suffisantes pour éviter l'effet de rayonnement, ce qui n'est pas le cas des chambres ambiantes. Un thermomètre à globe noir permet de caractériser l'effet du rayonnement des parois si un risque potentiel est évalué. Les accès sont quant à eux des ponts entre l'air extérieur et intérieur. Il est nécessaire de mapper ces accès en positionnant des sondes dans le flux d'air au niveau du volume intérieur afin d'évaluer l'impact de l'air extérieur sur le volume de travail. Il est inutile d'ajouter des sondes en dehors du volume utile et directement proche des accès, cela pouvant conduire à de « fausses » excursions et à une non-conformité de l'enceinte. Lors de la validation, un nombre d'ouverture prédéfini des accès doit être réalisé afin de tester l'influence de l'ouverture sur l'air intérieur. Ce nombre et leur durée doit être réalisée en fonction des besoins de l'utilisateur et il est conseillé à défaut de réaliser un minimum de 3 ouvertures d'une minute ou plus. Les portes de secours ne sont pas soumises aux ouvertures simulées, ces accès étant censés être uniquement utilisés en cas d'urgence.

Une fois le plan de mapping réalisé, la durée d'enregistrement des sondes et la fréquence d'échantillonnage doit être définie. Concernant la durée d'enregistrement, celle-ci doit être suffisamment longue pour permettre de couvrir l'ensemble des activités de manière représentative et avec un haut degré de confiance. Il est vivement recommandé de détailler les bases scientifiques du raisonnement et sa pertinence dans le cadre de l'utilisation via une procédure et/ou un rationnel détaillé. Pour un frigo d'un volume inférieur à 2m³, une durée de 48h est adaptée pour une utilisation normale où toutes les activités sont simulées. Pour un entrepôt, la durée recommandée est de 168h. Cette durée permet de couvrir toutes les activités possibles de la semaine ainsi que l'éventuelle baisse d'activité du weekend. La fréquence d'échantillonnage dépend de la durée du mapping et des variations périodiques de l'enceinte. Cette fréquence doit également être justifiée dans un rationnel ou une procédure. La guidance FD X 15-140 recommande une fréquence d'un point minimum par minute pour une durée de 30 minutes. Dans le cadre des enceintes, une fréquence située entre 1 minute (incubateur) et 10 minutes (entrepôt) semble être un compromis acceptable.

4. CARACTÉRISATION

Une fois les résultats analysés au niveau homogénéité, stabilité, écart de consigne et/ou d'indication (Une proposition de calculs pour chaque paramètre est repris dans la guidance FD X 15-140 et la norme NF EN 60068-3-5), la question du choix des emplacements des sondes de monitoring se pose. S'agissant d'un processus dynamique, la position des points chauds et froids sont amenés à changer au cours du temps et selon l'encombrement et le positionnement de la charge. Il faut cependant souligner que plus l'enceinte est performante, moins elle sera complexe à caractériser.

Dans le cas le plus simple, une enceinte homogène avec des températures moyennes de chaque sonde située dans un intervalle de 1°C et un fonctionnement unique ne nécessitera qu'une seule sonde de monitoring. Cette sonde pourra être placée à l'emplacement disposant de la plus grande variabilité et idéalement, tiendra compte des valeurs mesurées pour la création des alarmes. Par exemple, pour une chambre froide +5°C ± 3°C disposant d'une température moyenne de 5,3°C ± 0,8°C et de sondes disposant d'une incertitude de ± 0,2°C, les alarmes

seraient fixées à 3°C et 7°C (selon la norme NF EN 60068-3-5).

Dans le cas d'une enceinte disposant de plusieurs modes de fonctionnement, d'un impact saisonnier et/ou d'une température non homogène (ensemble des moyennes non reprises dans un intervalle de 1°C), des points chauds et froids devront être définis pour chaque mode de fonctionnement (backup compris) et pour les encombrements minimums et maximums. En raison du nombre potentiellement important de sondes, une seule sonde peut couvrir plusieurs points chauds ou points froids. Classiquement, la température moyenne est utilisée pour déterminer les points critiques. Cependant, les températures maximales peuvent être utilisées pour tenir compte de situations déterminées. Les portes sont un bon exemple car en cas d'évènement imprévu (porte restée ouverte en hiver ou lors de canicule et durant un grand intervalle de temps), cela peut avoir un impact sur la température intérieure de l'enceinte. Le cas des systèmes de régulation se pose également, ceux-ci pouvant pulser de l'air à température supérieure ou inférieure à la plage de tolérance.

Lors de la rédaction des rapports de qualification, les différentes approches doivent être minutieusement documentées afin de permettre aux différentes parties prenantes de comprendre la démarche adoptée.

5. CAS PARTICULIERS

Dans le cadre de ce chapitre, trois cas particuliers seront traités.

I. Non-conformité de l'enceinte en raison de certaines zones particulières dépassant de la plage de température déterminée.

Cela peut être dû, par exemple, à la proximité d'un accès, comme un quai de chargement, ou d'un défaut de conception (stratification thermique d'un entrepôt ou défaut d'isolation). Il est possible dans ce cas d'adapter le volume de travail selon les conclusions de la qualification à l'aide d'un rationnel documenté, avec l'accord de l'assurance qualité. La zone d'exclusion ne permettra pas le stockage de matériau et devra être clairement identifiée sur le terrain, par exemple par l'intermédiaire de marquage au sol.

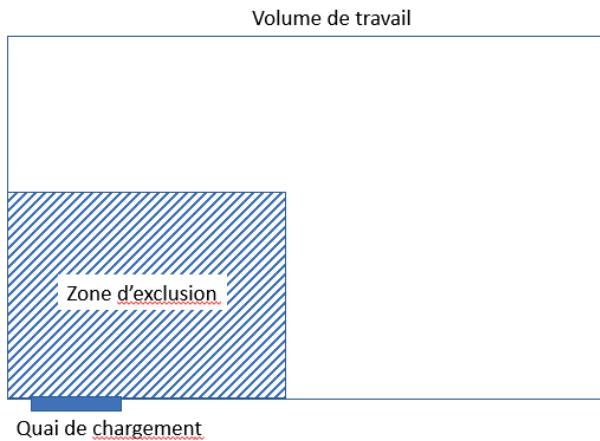


Figure 4 : Stockage adapté selon les conclusions de la qualification en raison de l'impact du quai de chargement sur le volume de travail

II. Produits possédant des tolérances différentes en termes de températures de stockage.

Cela pourrait être le cas d'un produit nécessitant une température de stockage stricte de $+5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ et d'un second produit moins sensible ne pouvant pas être congelé. Ici, il ne s'agit pas d'exclure complètement une zone mais plutôt d'en adapter sa plage de température en fonction des tolérances du produit. Le volume de travail pourra être ségrégué en deux zones distinctes (traitées indépendamment au niveau du monitoring). Pour reprendre l'exemple situé en figure 5, le produit moins sensible serait stocké dans la zone proche du quai possédant des limites d'alarme de $+2^{\circ}\text{C}$ et de $+20^{\circ}\text{C}$. La seconde zone permettra le stockage des produits plus sensibles avec des limites d'alarmes à $+2^{\circ}\text{C}$ et $+8^{\circ}\text{C}$. Cela permettra d'utiliser la zone proche du quai au lieu de l'exclure en raison des excursions hautes occasionnelles suites aux ouvertures des quais de chargement.

III. Utilisation de la zone élargie comme zone de mise à température d'un produit.

Lors du transfert d'un produit d'une température donnée vers une autre, ce type de zone élargie permet la mise en température d'un matériau avant stockage pour éviter l'impact sur les matériaux stockés à proximité, une excursion de température d'une sonde trop proche du matériau ou pour la préparation d'une phase process. Il convient de disposer d'un rationnel signé par l'assurance qualité et démontrant le non-impact produit sur base de données de stabilités.

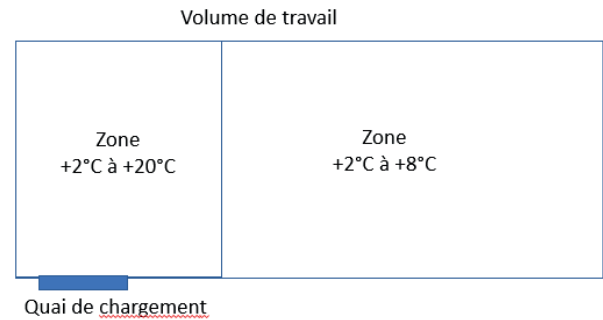


Figure 5: Stockage adapté selon les tolérances des produits stockés

6. RÉFÉRENCES

1. AFNOR. FD X 15 – 140. - Enceintes climatiques et thermostatiques: caractérisation et vérification. 2013.
2. Blanquart, Bertrand et Créton, Bernard. Maitrise des enceintes thermostatiques dans les laboratoires: le début des difficultés? s.l. : EDP sciences, 2013.
3. AFNOR. NF EN 60068-1 Essai d'environnement partie 1: généralités et guide. 1995.
4. AFNOR. 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. 2002.

Cédric Duhain Ir.

Qualification & Validation consultant