



Confirmation des spécifications des étuves par les mesures d'homogénéité

Auteur: Tim Tröndle, Responsable du Laboratoire de Physique, Testo Industrial Services GmbH.

Contact : Memmert GmbH + CoKG - Gabriele Hartmann - Tél. : + 49 (0)9122 925 135 - ghartmann@memmert.com

Les spécifications techniques fournies par les fabricants d'étuves et d'incubateurs relatives à la stabilité et à l'homogénéité des températures ne permettent pas toujours d'avoir des données fiables sur le comportement du régulateur lors de la phase de montée en température. Pour lever le doute, le prestataire de service homologué Testo Industrial Services a testé une étuve UFP 500 Memmert. L'étuve a ainsi obtenu d'excellents résultats aux températures de 50°C, 150°C et 250°C avec des régimes de brassage de 0 à 100%.

De plus en plus de fabricants d'étuves et d'incubateurs vantent dans leurs spécifications techniques la conformité de leurs essais à la norme DIN 12880 rendue plus rigoureuse en 2007. Or ces mesures sont ponctuelles et ne permettent pas toujours d'en déduire le comportement d'un régulateur sur un appareil pendant une période prolongée.

Pour la reproductibilité des processus sur le long terme, la fiabilité de la stabilité des températures et la justesse du régulateur constituent une base essentielle dans le travail d'une étuve au quotidien. Dès la publication de la norme actualisée 12880:2007-05, le laboratoire de calibrage homologué Testo a effectué des mesures sur l'étuve UFP 500 Memmert pour en vérifier la conformité. Les mesures ont démontré que pour des spécifications très proches données par les fabricants, l'homogénéité et la stabilité des températures pouvaient présenter des écarts considérables, à la fois en phase de mise en température que lors du plateau stabilisé sur une période d'observation prolongée. Un certain nombre d'appareils présents sur le marché demanderaient à être optimisés, à la fois pour le système de chauffage et la régulation.

Renforcement des exigences de la norme DIN 12880:2007-05

En cours d'année 2007, les exigences du protocole d'essai de la norme DIN 12880:2007-05 ont été étendues aux étuves et incubateurs. Au lieu des neuf points de mesures précédents, la norme exige à présent 27 points de mesure pour les appareils d'un volume intérieur supérieur à 50 litres pour déterminer la stabilité et l'homogénéité des températures.

La deuxième modification importante de la norme DIN 12880:2007-05 est également destinée à séparer à l'avenir le bon grain de l'ivraie. Jusqu'ici, le critère principal pour

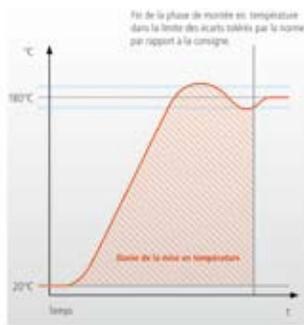


Fig 1 : Détermination de la durée de montée en température d'une étuve à titre d'exemple à 180°C selon la norme 12880:2007-05

une étuve ou un incubateur résidait dans la puissance nominale qui conditionnait la rapidité de la montée en température et le refroidissement. Sans toutefois prendre en considération le temps nécessaire aux oscillations thermiques avant le plateau de stabilité. Selon la nouvelle norme, les données relatives à la durée de la montée en température, au refroidissement, à la récupération sont définies à partir du moment où la température relevée au centre du caisson de travail de l'étuve ou de l'incubateur est maintenue durablement à la valeur comprise dans la fourchette des écarts tolérés par la norme.

Comportement lors de la mise en régime et régulation

La société Testo Industrial Services GmbH est le partenaire tout indiqué pour les mesures de l'homogénéité des températures. Ce prestataire de services indépendant est un des rares établissements homologués pour effectuer les mesures sur les étuves chauffantes et climatiques. L'étuve Memmert UFP 500 a obtenu d'excellents résultats pour l'ensemble des mesures effectuées à différentes combinaisons de températures de consignes et de régimes de brassage. Un challenge particulièrement difficile se situe dans l'obtention d'une homogénéité stable avec turbine de brassage à l'arrêt. Comme les couches d'air chaud ont tendance à monter, le chauffage et la régulation doivent être parfaitement et finement accordés de manière à assurer des échanges thermiques permanents par convection naturelle sur l'ensemble du caisson intérieur. La figure 2 démontre l'exemplarité de la répartition homogène

Répartition des températures à 50°C, régime de la turbine de brassage à 0%

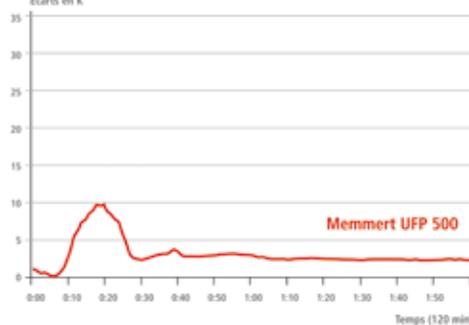


Fig 2: Ecarts en K sur 120 min à 50°C et régime de brassage à 0%

Répartition des températures à 250°C, régime de la turbine de brassage à 100%

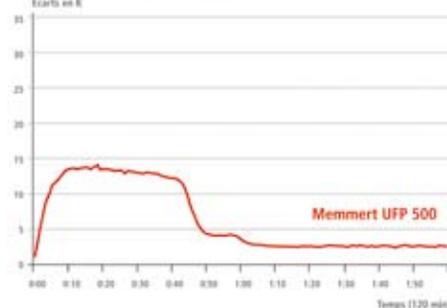


Fig 3: Ecarts en K sur 120 min à 250°C et régime de brassage à 100%

des températures sur l'étuve Memmert UFP 500 sur une période de 120 minutes à 50°C et régime de la turbine de brassage à 0%. La courbe rouge trace les écarts des points de mesure les plus éloignés pour l'ensemble des 27 relevés.

Les températures oscillant en amplitudes excessives sont absolument à éviter dans les étuves et les incubateurs, en particulier si les chargements sont de nature sensible. Si la turbine de brassage est activée pour accélérer les échanges thermiques à l'intérieur du caisson de travail, le chauffage et la technologie de régulation devront être accordés de telle manière que les températures montantes et descendantes ne puissent osciller qu'à l'intérieur d'une fourchette de tolérance très étroite. Les appareils dotés de simples résistances annulaires sont susceptibles de toucher ici leurs limites. La figure 3 démontre de façon éloquent que l'étuve Memmert UFP500, avec son système de chauffage périphérique de grande surface et ses deux zones de chauffe

régulées indépendamment, maintient la consigne stabilisée de façon extrêmement homogène sur une période de 120 min, à une température de 250°C avec la turbine de brassage à plein régime.

L'homogénéité de la température est déjà tout à fait remarquable lors de la phase de montée préliminaire. La courbe en rouge indique la différence des écarts entre les températures les plus hautes et les plus basses relevées sur le total des 27 points de mesure uniformément répartis à l'intérieur du caisson de travail.

Avec la nouvelle norme 12880:2007-05, les étuves et les incubateurs sont sortis grands vainqueurs avec l'excellent niveau de précision de leur régulation et la stabilité de leur température. Elle prouve en outre qu'il est parfaitement judicieux de développer, comme Memmert le pratique depuis des années, des systèmes de chauffe et des technologies de réfrigération directement adaptées aux spécificités de chaque appareil. Et les résultats sont au rendez-vous.

Perfectionnement des courbes DSC

NETZSCH Gerätebau GmbH - Contact France : Thierry Choucroun – Sales Manager - Tél: +33 4 7933 1353
thierry.choucroun@netzsch.com - www.netzsch-thermal-analysis.com

La Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) est une méthode qui détermine la différence de flux de chaleur entre un échantillon et une référence. Pourtant, un regard plus précis sur la courbe obtenue montre clairement que le comportement de la température et les caractéristiques des pics affichés ne sont pas le reflet réel du comportement de l'échantillon. C'est parce que la courbe DSC ne contient pas seulement les informations désirées provenant de l'échantillon, mais elle est également déformée par des informations provenant de l'instrument. Si le contact thermique est faible, un échantillon aura besoin de plus de temps pour fondre (pic large et petit) que si le contact thermique est bon (pic mince et grand). La pente des signaux mesurés est fonction de la résistance thermique, R. Le signal de flux de chaleur mesuré en DSC

reflète non seulement la chaleur relâchée (ou consommée) par l'échantillon, mais également la chaleur dépendante du transfert de chaleur de l'instrument.

Obtenir des résultats DSC non déformés avec le Mode Tau-R de NETZSCH

Dans le but de corriger cette distorsion, NETZSCH a développé le "Mode Tau-R". L'influence de l'instrument sur la forme du pic peut être maintenant éliminée mathématiquement. Cela procure une information non déformée concernant l'échantillon et le processus prenant place durant une transformation de phase. Un pic fin dans une courbe DSC est une amélioration obtenue grâce au Mode Tau-R: Le signal montre une pente raide sur le versant gauche et redescend immédiatement à zéro après

avoir atteint son maximum. L'optimisation des conditions avec cette option logicielle

améliore la confiance dans l'évaluation des températures de pic et onset.

