Optimisation des performances des pompes péristaltiques grâce aux données d'un débitmètre de liquide à haute résolution

Auteurs

Dr. Tobas Jonsson, CEO, Diduco AB, Umeå, Sweden, Dr. Neelam Akram, Research Intern, Diduco AB, Umeå, Sweden, et Anders Grahn, Chairman & Founder, Biotech Fluidics AB, Onsala, Sweden.

Résumé

Ce travail met en évidence la manière dont les dispositifs modernes de surveillance en continu des débits de liquide aident les laboratoires à optimiser les performances des systèmes de pompage. Plus précisément, nous avons utilisé un débitmètre de liquide à haute résolution pour caractériser diverses configurations d'une pompe péristaltique alimentant en réactifs un suppresseur à membrane à régénération chimique ; ce dernier était intégré à un système de chromatographie anionique destiné à la détermination des sept anions inorganiques courants : fluorure, chlorure, nitrite, bromure, nitrate, phosphate et sulfate.

La pompe péristaltique générant des variations de débit significatives, nous avons pu conclure que le paramètre prédisant le mieux l'impact d'une configuration de pompe donnée sur le bruit de fond de la mesure chromatographique était la pulsation du débit, calculée comme la variabilité crête à crête sur une période de deux minutes. Il était ainsi possible d'éviter aisément les configurations de pompe les moins performantes en enregistrant simplement des données de débit à haute résolution, sans avoir à réaliser l'analyse chromatographique complète.

Introduction

Les pompes péristaltiques sont intéressantes pour le dosage continu ou intermittent de réactifs liquides grâce à leur conception simple, qui évite tout contact du liquide avec des éléments autres que le tube de la pompe. Toutefois, ces pompes génèrent intrinsèquement des pulsations de débit susceptibles d'affecter l'exactitude et la précision des procédés auxquels elles sont raccordées. Ces pulsations dépendent de paramètres tels que la taille et le nombre de galets comprimant le tube, ainsi que le diamètre et le positionnement du rotor. Ces facteurs sont déterminés par la conception de la pompe et varient donc selon les marques et les modèles. Pour obtenir un débit volumique donné, l'utilisateur peut modifier le diamètre intérieur et le matériau du tube ainsi que la vitesse de rotation, autant d'éléments susceptibles d'influencer également le comportement des pulsations.

Dans les systèmes d'analyse chimique, notamment en chromatographie liquide, les pompes péristaltiques peuvent servir à alimenter en continu divers dispositifs de réaction post-colonne. Il est toutefois difficile d'évaluer isolément l'impact de la configuration de la pompe sur la précision analytique d'un instrument donné. Cela peut conduire à des conditions d'analyse sous-optimales et entraîner une augmentation du bruit de fond, réduisant ainsi la précision globale de l'analyse et limitant les limites de détection et de quantification atteignables.

Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé des données à haute résolution provenant d'un débitmètre de liquide bidirectionnel portatif [1] **(voir figure 1)** pour évaluer l'effet de différents tubes de pompe sur les pulsations de débit, tout en maintenant un débit volumique moyen constant. Ces mêmes configurations de pompe ont ensuite été utilisées pour alimenter en réactif un suppresseur à membrane à régénération chimique [2], employé lors de la détection par conductivité après séparation par chromatographie ionique de sept anions inorganiques courants (fluorure, chlorure, nitrite, bromure, nitrate, phosphate et sulfate). La séparation a été réalisée avec un éluant carbonate-bicarbonate, dans des conditions répondant généralement aux critères définis par les méthodes officielles US EPA 300.1A, DIN/EN/ISO 10304-1 et ASTM D4327-17.

Les données de débit à haute résolution enregistrées nous ont permis d'établir une corrélation entre le comportement des pulsations de la pompe péristaltique et les niveaux de bruit de fond chromatographique. Nous avons ainsi pu proposer un protocole de test simple pour évaluer rapidement l'adéquation des différentes configurations et éviter les montages les plus problématiques.

Expérimentation

Des données de débit d'eau ultrapure à haute résolution ont été enregistrées pendant deux minutes, avec un pas d'échantillonnage de 78 ms, à l'aide d'un débitmètre de liquide AB-40010 Biotech [1] étalonné à l'eau. La pompe utilisée était une pompe péristaltique simple à 4 galets (Shenchen LabS3 Minipump01), actionnée à différentes vitesses de rotation et équipée de tubes en élastomère thermoplastique de quatre tailles différentes, afin d'obtenir un débit moyen de 1 mL/min lors de chaque essai. Nous avons utilisé quatre types de tubes PharMed BPT présentant une épaisseur de paroi identique (1/16 po) mais des diamètres intérieurs variables (1/16, 3/32, 1/8 et 3/16 po), correspondant respectivement aux tailles normalisées n° 14, 19, 16 et 25. Tous les tubes étaient neufs et avaient été utilisés moins d'une heure avant les essais. Le débit moyen a été calculé en faisant la moyenne de tous les points de données recueillis durant la période d'enregistrement, et l'écart-type relatif (ETR) a été déterminé à partir de ces mêmes points. La pulsation du débit a été définie comme la différence entre la valeur maximale et la valeur minimale observées sur l'ensemble des données des deux minutes, selon une méthode analogue à celle utilisée pour calculer le bruit analytique en chromatographie en phase liquide.



Figure 1. Le débitmètre de liquide ayant fourni les données de débit à haute résolution

Le système d'analyse par chromatographie ionique se composait d'un appareil Metrohm 761 Compact IC équipé de son détecteur de conductivité et d'un suppresseur à membrane Xenoic® XAMS [2] ; une pompe péristaltique Shenchen (préalablement caractérisée) y acheminait une solution d'acide sulfurique 10 mM dans de l'eau ultrapure, à un débit moyen de 1 mL/min. Une soupape de décharge (100 psi) était placée entre la colonne et le suppresseur, et toutes les liaisons étaient constituées de tubes en PEEK d'un diamètre interne de 0,25 mm. L'éluant utilisé était une solution de bicarbonate de sodium (1,7 mM) et de carbonate de sodium (1,8 mM) dans de l'eau ultrapure (résistivité > 18,2 MΩ), délivrée à un débit de 1,0 mL/min ; la séparation a été réalisée sur une colonne Shodex IC SI-90-4E (250 x 4 mm) avec injection de volumes d'échantillon de 20 µL. Des solutions étalons mixtes d'anions — contenant du fluorure (2 ppm), du chlorure (3 ppm), du nitrite (5 ppm), du bromure (10 ppm), du nitrate (10 ppm), du phosphate (15 ppm) et du sulfate (15 ppm) dans de l'eau ultrapure — ont été préparées à partir de solutions mères commerciales d'anions simples à 1000 mg/L. Les données de conductivité ont été enregistrées à une fréquence de 10 Hz ; chaque analyse durait 20 minutes, la période suivant l'élution de tous les anions (à partir de la 14e minute) étant utilisée pour extraire 3 jeux de données de deux minutes afin de calculer le bruit de fond corrigé de la dérive. 3 injections consécutives ont été réalisées pour chaque configuration de pompe péristaltique, soit un total de neuf jeux de données de bruit par montage.

La correction de la dérive du bruit de fond chromatographique a été effectuée en déterminant la pente du signal au cours de la fenêtre d'enregistrement de deux minutes, puis en normalisant le signal par rapport à cette pente avant de calculer le bruit. Par analogie avec la pulsation du flux, le bruit chromatographique a été défini comme la différence entre la valeur maximale et la valeur minimale des données au sein de la fenêtre d'enregistrement de deux minutes. Les valeurs de dérive ont été calculées à partir de la pente observée sur 6 minutes puis extrapolées à une heure ; elles peuvent donc être surestimées.

Résultats et discussion

Détermination des débits

Les données de débit recueillies, résumées dans la **figure 2a,** mettent en évidence des pulsations importantes du liquide pompé, à des intervalles correspondant au nombre de passages de galets par unité de temps. Un phénomène particulièrement notable était l'apparition répétée d'un bref reflux avec les plus grands diamètres de tuyau ; cet effet semblait plus marqué avec le tuyau de taille n°16, doté d'un diamètre intérieur de 1/8 pouce (3,2 mm). Toutes les données présentées ont été enregistrées avec des tuyaux de pompe neufs, car nous avions constaté qu'un tuyau légèrement usé tendait à accentuer le reflux. Ce phénomène lié au vieillissement était le plus prononcé avec le tuyau de taille n°16, pour lequel nous avons enregistré des pics de reflux dépassant -3 mL/min **(voir figure 2b)**.

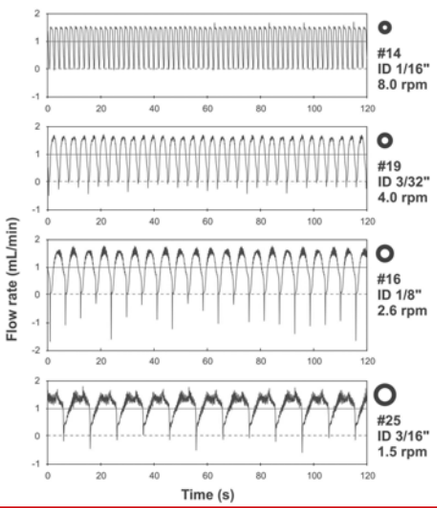

Figure 2a. Données de débit à haute résolution recueillies pendant deux minutes pour chaque configuration de pompe péristaltique. La ligne rouge continue indique le débit volumétrique moyen de consigne de 1 mL/min dans chaque cas, et la ligne rouge en pointillés met en évidence la valeur de débit nul, en deçà de laquelle le flux de liquide était inversé

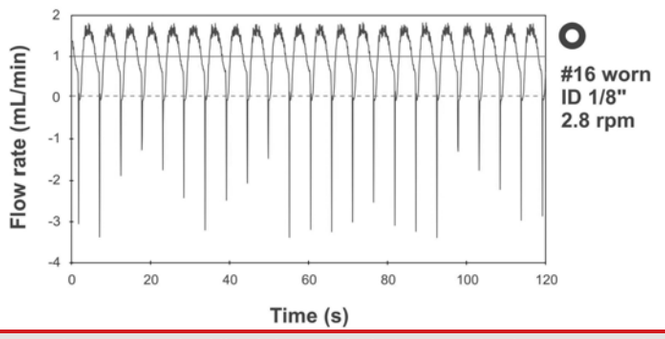

Figure 2b. Données de débit à haute résolution enregistrées avec un tube de pompe usé. La vitesse de rotation a été légèrement ajustée pour maintenir le débit volumétrique moyen à 1,0 mL/min. Toutes les autres conditions sont identiques à celles de la figure 2a.

Ces mesures confirment que le reflux momentané propre aux pompes péristaltiques contribue de manière significative aux pulsations, ce qui concorde avec les calculs théoriques publiés [3]. Nous estimons donc que les pulsations plus marquées observées avec le tuyau n° 16 résultaient probablement d'une combinaison particulièrement défavorable entre la taille du rotor, la vitesse de rotation, le diamètre des galets et le diamètre intérieur du tuyau.

Afin de quantifier les variations de débit, nous avons calculé l'écart-type relatif (ETR) du débit **(voir tableau 1)**. L'ETR du débit a révélé une variation minimale pour le tuyau n° 25, tandis que les autres présentaient des valeurs assez similaires. Par ailleurs, nous avons déterminé l'amplitude des pulsations de débit, définie comme la variation maximale observée sur la durée d'enregistrement de deux minutes (voir tableau 1). Les valeurs de pulsation les plus faibles ont été relevées pour le tuyau n°14 (diamètre intérieur le plus réduit), suivi du tuyau n°25 (diamètre intérieur le plus large).

Pump tubing	Inner diamete	Rotor rpm	Mean flow (mL/min)	Flow RSD	Flow pulsation	Noise (nS/cm)
#14	1/16"	8.0	1.027	53%	169%	1.75
#19	3/32"	4.0	1.058	48%	238%	2,29
#16	1/8"	2.6	1.034	54%	333%	2.67
#25	3/16"	1.5	1.137	31%	209%	1.74
None	-	0	-	-	-	1.49

Tableau 1. Résumé des données enregistrées concernant la variabilité du débit et le bruit chromatographique lors de l'utilisation des différentes configurations de pompe péristaltique

Performances de l'analyse chromatographique

Les quatre configurations de la pompe péristaltique ont ensuite été utilisées dans un système de chromatographie ionique pour l'analyse des sept anions inorganiques courants dans l'eau, dans des conditions répondant généralement aux critères des méthodes officielles. La pompe péristaltique avait pour rôle d'acheminer une solution d'acide sulfurique dilué destinée à la régénération chimique en continu d'un suppresseur à membrane. Il convient de noter qu'aucune tentative n'a été faite pour optimiser le rapport signal/bruit en faisant varier la concentration de l'acide ou son débit ; toutefois, les conditions ont été définies de manière à garantir que le flux d'acide (20 µmol/min) soit suffisant pour échanger le flux d'ions sodium présents dans l'éluant (5,4 µmol/min) au sein du suppresseur.

Des injections de solutions étalons ont été réalisées, et le bruit de fond corrigé de la dérive a été enregistré une fois tous les pics élués, comme l'illustre la **figure 3**. Avec aucune des configurations testées, les profils de pulsation caractéristiques de la pompe péristaltique n'ont pu être détectés sur les chromatogrammes enregistrés, probablement en raison de l'effet d'amortissement exercé par les tubulures de raccordement et le suppresseur. La dérive est restée inférieure à ±0,1 µS/cm/h pour toutes les configurations de pompe, et l'intensité du signal s'est révélée très stable (< ±3 %, valeur déterminée pour le sulfate).

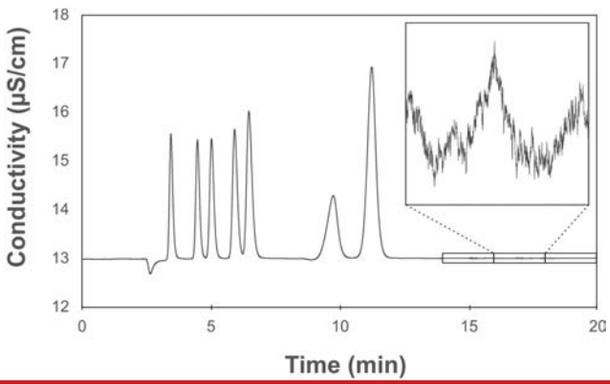

Figure 3. Analyse par chromatographie ionique des sept anions inorganiques courants à l'aide d'un suppresseur à membrane régénéré par de l'acide sulfurique dilué provenant de la pompe péristaltique, caractérisé au moyen du débitmètre à haute résolution. L'encart présente un agrandissement d'un extrait de l'une des trois sections de ligne de base ayant servi à déterminer le bruit analytique de chaque chromatogramme (ici 1,62 nS/cm)

Le bruit chromatographique calculé variait de manière marquée selon les différentes configurations de la pompe péristaltique, comme le résume le tableau 1. Le bruit était moins prononcé avec les configurations de pompe présentant la plus faible pulsation de débit ; toutefois, aucune corrélation claire n'a été observée entre l'écart-type relatif (RSD) du débit et le bruit chromatographique. Afin d'évaluer le bruit indépendamment de toute contribution de la pompe, nous avons également réalisé des analyses par chromatographie ionique pompe à l'arrêt (en exploitant ainsi la capacité d'échange d'ions intrinsèque du suppresseur). Il en a résulté une dérive plus prononcée (environ -0,4 µS/cm/h) et un bruit moyen de 1,49 nS/cm, indiquant que la pompe contribuait au bruit même dans ses configurations les plus favorables.

Pour illustrer visuellement le classement des différentes configurations de pompe selon leur contribution au bruit analytique, nous avons représenté ces données sous forme d'histogramme comportant trois classes : bruit inférieur à 2 nS/cm, compris entre 2 et 4 nS/cm, et supérieur à 4 nS/cm (**voir figure 4**). Il est apparu clairement que le diamètre de tube de pompe entraînant la plus forte pulsation de débit (à savoir le n°16) engendrait également le niveau de bruit analytique le plus élevé.

A l'inverse, les diamètres internes de tube les plus petit et le plus grand (n°14 et n°25, respectivement) ont conduit à la plus forte représentation dans les classes correspondant aux niveaux de bruit les plus faibles ; ces configurations ont par conséquent été retenues pour la suite des analyses par chromatographie ionique avec suppression.

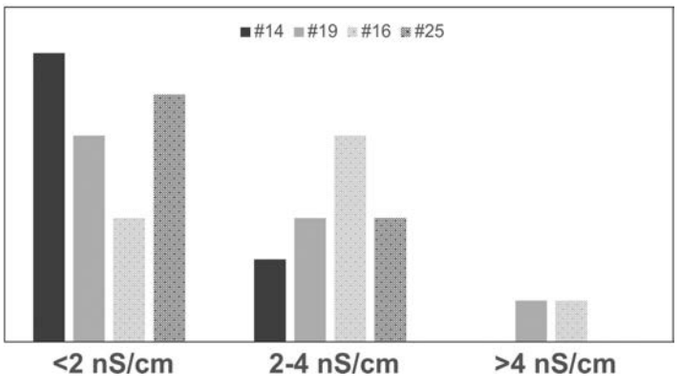

Figure 4. Histogramme du niveau de bruit analytique pour les quatre configurations différentes de tubes de pompe péristaltique.

Conclusions

L'enregistrement de données de débit à haute résolution a permis de caractériser et de comparer plusieurs configurations de la pompe péristaltique. Cela a permis d'éviter les conditions générant des pulsations de débit excessives et de sélectionner des paramètres de fonctionnement plus appropriés pour l'alimentation du système d'analyse chimique en réactifs. L'indicateur reflétant le mieux l'impact d'une configuration de pompe donnée sur le bruit analytique était la pulsation relative du débit, calculée comme la variation crête à crête sur une durée de deux minutes, tandis que l'écart-type relatif du débit présentait une faible corrélation.

Références

[1]. Biotech Liquid Flow Meters. https://biotechfluidics.com/sensors/biotech-liquid-flowmeter/ (accessed 2026-07-29).
[2]. XAMS Membrane Suppressor. https://diduco.com/products/ (accessed 2026-07-29).
[3]. P. Ferretti, C. Pagliari, A. Montalti, A. Liverani, "Design and development of a peristaltic pump for constant flow applications", Front. Mech. Eng., 9 (2023) 1207464.

