Surveillance de la température dans les enceintes thermostatiques : utilisation(s) du témoin d'environnement

Blanquart B[1], Crétinon B. [2], Borel R.[3]

[1]*Indépendant, 40 Av. du Gal Leclerc, 54600 Villers les Nancy, France*
[2]*Indépendant, 63 bd Eugène Reguillon, 69100 Villeurbanne, France*
[3]*VIRBAC, 13ième rue LID BP27 06511 Carros Cedex, France*

Résumé. The control of the temperature in the thermostatic chambers is a major issue for accredited laboratories in chemistry and biology, and for pharmaceutical and healthcare facilities. Temperature monitoring devices allow to centralize the recording of temperatures and to define alarms for each chamber. However, there are still recurring issues in laboratories, regarding the metrological confirmation of the monitoring thermometer and the methods for defining relevant alarm settings. Methods proposed in the literature for the monitoring and internal methods are compared to evaluate their performance in detecting non-conformity of the chamber. By defining alarms equal to limits of temperature specifications, there is a very significant risk of non-detecting a non-conformity of the thermostatic chamber. To be efficient, alarms must be defined by taking into account the minimum and maximum *conventional* temperatures measured during characterization, described in FD V 08-601. This method is easy to apply and allows an efficient monitoring of the system {thermostatic chamber + control thermometer}, but requires the knowledge of the temperature indicator during the characterization of the chamber.

1 Introduction

La maîtrise de la température dans les enceintes thermostatiques est un sujet majeur pour les laboratoires d'analyse accrédités, en chimie, en biologie, pour les laboratoires pharmaceutiques et établissements de santé. Les méthodes de caractérisation de ces équipements sont décrites dans des documents normatifs depuis près de quinze ans [1, 2, 3] et sont mises en application dans le cadre de prestations accréditées depuis 1998. Par ailleurs, de nombreux instruments de surveillance de la température sont maintenant disponibles, avec des logiciels permettant de centraliser l'enregistrement des températures et définir des alarmes correspondant à chaque enceinte.

Cependant, il reste des questions récurrentes dans les laboratoires, au sujet du suivi de l'enceinte d'une part (comment s'assurer qu'une enceinte conforme lors de la caractérisation, équipée d'un thermomètre de contrôle, reste bien dans les spécifications au cours du temps ?) et concernant les modalités de confirmation métrologique du thermomètre d'autre part (est-il nécessaire de l'étalonner ? S'il est vérifié conforme à une spécification, comment établir cette spécification ?)

Enfin, un dernier sujet de questionnement porte sur l'exploitation des informations disponibles à l'issue des caractérisations et du suivi de l'enceinte, dans le but de définir une périodicité optimale de caractérisation.

Après une revue de la bibliographie sur le sujet et un état des lieux des pratiques rencontrées, nous proposons une comparaison des méthodes existantes. Cette comparaison porte sur les modes d'utilisation du témoin d'environnement et sa confirmation métrologique (vérification, étalonnage, absence d'étalonnage, permutation des thermomètres au cours du temps, etc.).

La détermination de la périodicité optimale de caractérisation, bien que de grande importance, sera évoquée dans la revue bibliographique mais ne sera pas développée.

2 Définitions

Le premier élément issu de la revue bibliographique et de la revue des pratiques est la nécessité de définir les termes utilisés et le jugement de la conformité. En effet, de multiples termes sont utilisés pour désigner les équipements destinés à la surveillance de l'enceinte. La définition de la conformité d'une enceinte est également nécessaire.

[a] Email de correspondance de l'auteur : bertrand.blanquart@gmail.com

2.1 Conformité d'une enceinte

La conformité de l'enceinte à une spécification est établie à l'issue d'une caractérisation, au cours de laquelle les températures sont mesurées dans un espace de travail défini par un nombre réduit de sondes thermométriques, pendant une durée supposée être représentative du fonctionnement de l'enceinte, avec des instruments (thermomètres, sondes, etc.) soumis à des erreurs de justesse et de fidélité.

Les règles de conformité décrites dans les référentiels de caractérisation FD X 15-140 et FD V 08-601 [1,2] s'appuient sur la notion de « *température conventionnelle* », dont la définition est donnée dans la référence [2]. En un point donné de la caractérisation, la température conventionnelle est la température moyenne sur la durée de la caractérisation, augmentée ou diminuée de son incertitude de mesure. L'incertitude de mesure est définie en annexe D du fascicule FD X 15-140 ; elle tient compte des composantes instrumentales et de la stabilité des mesures lors de la caractérisation, qui reflète la stabilité de l'enceinte [1].

La notion de conformité est absente de la méthode décrite dans la norme NF EN 60068-3-5 [3], mais la conformité peut être établie en appliquant les principes du guide ISO 98.4 [4], en s'appuyant sur l'incertitude de mesure évaluée selon la norme NF EN 60068-3-11 [5]. Dans son mode le plus simple et le plus répandu, la conformité sera alors établie sur la base de l'équivalent d'une température conventionnelle (température mesurée, augmentée ou diminuée de son incertitude de mesure) ; seul le calcul de cette dernière sera un peu différent.

La démonstration de la maîtrise de la température dans les enceintes repose sur le maintien de la conformité de l'enceinte au cours du temps. Cette conformité de l'équipement est, logiquement, définie par la conformité établie, sur un volume de travail défini, lors des caractérisations successives (les températures conventionnelles doivent rester dans les limites spécifiées). Au delà de la détection d'une excursion provisoire des températures hors des spécifications, le suivi quotidien de l'équipement a pour objectif d'anticiper une non conformité de l'équipement.

La surveillance de la conformité de l'enceinte au cours du temps, en dehors des phases de caractérisation, est peu décrite dans la documentation. En effet, à l'exception du fascicule de documentation FD V 08-601, dont un paragraphe est spécifiquement dédié à la surveillance quotidienne des enceintes, les documents relatifs à la caractérisation des enceintes climatiques [1, 3, 6, 7] ne traitent pas la surveillance de l'enceinte par l'utilisateur.

Notons que cette définition de la conformité « *équipement* » parait logique pour une enceinte d'essais ; elle peut paraître surprenante pour les enceintes destinées à la conservation de produits, où l'on s'attend à une exigence de conformité « *produit* ». Cependant, à de rares exceptions près (dont certains contrôles dans le domaine alimentaire ou environnemental), les exigences de conservation des produits sont exprimées sous forme d'une exigence relative à la température de l'environnement et non par une exigence portant sur la température du produit lui-même. La conformité « *produit* » passe donc, le plus souvent, par une conformité « *équipement* ».

2.2 Indicateur d'environnement

L'**indicateur d'environnement** est un « *équipement associé au système de régulation affichant les paramètres internes de l'enceinte (température et/ou humidité relative)* » [1].

Cet indicateur (ou afficheur) fait partie intégrante de l'enceinte et n'est pas dissociable de celle-ci. L'indicateur d'environnement n'est pas considéré comme un instrument indépendant, mais comme un composant de l'enceinte. Un étalonnage initial est parfois réalisé à la construction de l'enceinte, dans le cadre du réglage du système de régulation, mais l'étalonnage périodique individuel de ce composant n'est pas requis et n'est jamais réalisé.

L'opération qui permet d'établir une relation entre la température de l'enceinte et la température affichée par cet indicateur est le relevé de l'erreur d'indication, tel que défini dans le fascicule FD X 15-140 [1] :

$$\Delta\theta_{in} = \theta_{in} - \theta_{air} \qquad (1)$$

où

- θ_{in} est la température moyenne de l'indicateur, pendant la caractérisation ;
- θ_{air} est la température moyenne de l'air, pendant la caractérisation.

Dans les documents internationaux, cette opération de détermination de l'erreur d'indication est parfois qualifiée d'« *étalonnage de l'enceinte* » [6, 7]. Dans ce cas, l'incertitude associée à la détermination de la température moyenne de l'air (θ_{air}) obtenue lors de « l'étalonnage » tient compte de l'homogénéité et de la stabilité de l'enceinte [5].

2.3 Thermomètre de contrôle

Les enceintes ne sont pas toutes pourvues d'un indicateur d'environnement et, quand elles en sont pourvues, il n'est pas forcément possible de communiquer l'information à une gestion centralisée. Dans de nombreux cas, la surveillance de la température dans l'enceinte est assurée par un thermomètre indépendant de l'enceinte, ajouté par le fournisseur de l'enceinte ou, le plus souvent, par l'utilisateur lui-même. Ce thermomètre peut être un thermomètre numérique, dont la valeur est relevée manuellement sur une fiche de suivi, ou communiquer par liaison filaire ou radio avec un système de gestion centralisée, dans lequel des alarmes peuvent être définies.

La position de ce thermomètre peut être définie (il est mécaniquement fixé en un lieu défini de l'enceinte) ou laissée libre (par exemple, il est posé sur une étagère).

Dans ce dernier cas, il peut être déplacé, volontairement ou involontairement.

La description de cet instrument est absente des documentations internationales, qui ne mentionnent que l'*indicateur d'environnement* tel que défini en 2.2 [4, 5]. Par contre, il a plusieurs appellations dans les documents français relatifs à la caractérisation des enceintes :

Selon la référence [1], le **témoin d'environnement** est « *une « chaîne de mesure indépendante du système de régulation* ». Dans la référence [2], il est qualifié de **témoin de température** ou **thermomètre de contrôle** (« *thermomètre indépendant du système de régulation* »).

Dans la suite de l'article, nous proposons d'utiliser le terme « *thermomètre de contrôle* » pour désigner ce thermomètre, indépendant du système de régulation de l'enceinte.

Si la prestation est réalisée selon le fascicule FD V 08 601, dont le domaine d'application est *a priori* limité aux enceintes utilisées en microbiologie alimentaire, l'écart de contrôle peut être déterminé lors de la caractérisation et fourni dans le rapport de caractérisation. L'écart de contrôle est défini par [2] :

$$\Delta\theta_{ctr} = \theta_{m\,ctr} - \theta_{sp} \qquad (2)$$

où

- $\theta_{m\,ctr}$ est la valeur moyenne de la température de contrôle, pendant la caractérisation ;
- θ_{sp} est la température désirée ou spécifiée, pendant la caractérisation.

Si la caractérisation est réalisée selon le fascicule FD X 15-140, l'erreur d'indication de l'équation (1) n'est définie, *stricto sensu*, que pour l'indicateur d'environnement (et non pour le témoin d'environnement). L'erreur d'indication n'est donc pas définie pour un thermomètre « *de contrôle* », ajouté par l'utilisateur dans une enceinte. La connaissance de l'erreur d'indication étant cruciale pour la maitrise de l'enceinte, comme on le verra par la suite au paragraphe 4, la définition de l'erreur d'indication peut être étendue au témoin d'environnement. Cette extension de la définition de l'erreur d'indication n'est cependant possible que si le témoin d'environnement remplit exactement la même fonction que l'indicateur [8] :

- il est positionné à un poste fixe (éventuellement choisi par l'utilisateur) ;
- il est associé de manière permanente et exclusive à une enceinte définie.

Cette définition exclut en particulier tout déplacement ou changement périodique du thermomètre de contrôle, puisque celui-ci n'est plus considéré comme un instrument indépendant, mais comme un composant indissociable de l'enceinte.

Par contre, la définition de l'amortissement du témoin (par immersion dans un liquide ou par calcul de moyenne) est laissée à l'appréciation de l'utilisateur.

3 Exigences et pratiques

Les exigences et recommandations de la bibliographie sont présentées, complétées par le retour d'expérience dans plusieurs laboratoires d'analyse (chimie, biologie, biologie médicale) et dans l'industrie (principalement pharmaceutique), pour décrire les réponses apportées aux questions suivantes :

- la position et le nombre de thermomètres de contrôle ;
- les performances requises ;
- les modes de confirmation métrologique (type et périodicité) ;
- les règles de définition des alarmes.

L'échantillon d'utilisateurs d'enceintes questionnés sur le sujet n'autorise pas une étude statistique des réponses, mais permet de retenir les réponses les plus courantes.

3.1 Rôle du thermomètre de contrôle

Pour la plupart des interlocuteurs, le thermomètre constitue un moyen de suivre l'enceinte et de détecter des anomalies de fonctionnement, provisoires ou à plus long terme. En cas d'excursion des températures hors des valeurs d'alarme, des mesures sont prises afin de rendre l'enceinte conforme. Le cas échéant, si l'enceinte est une enceinte de stockage, les produits sont provisoirement déplacés dans une autre enceinte. Si c'est une enceinte d'essais, elle est rendue inopérante et d'autres enceintes équivalentes doivent être utilisées pour la réalisation des essais. Dans tous les cas, une analyse est menée afin de déterminer les actions à engager par rapport aux produits ou résultats éventuellement non conformes.

3.2 Position et utilisation du thermomètre de contrôle

La position et le mode d'utilisation du thermomètre de contrôle sont rarement définis dans la littérature et dépendent souvent des conditions opérationnelles rencontrées par les utilisateurs. Elles dépendent en particulier du volume de l'enceinte et de l'ancienneté de la pratique de supervision des enceintes au sein du laboratoire.

Le suivi de la température de l'équipement est généralement réalisé en un point unique, défini en fonction des résultats de la caractérisation (a priori non proche du thermostat) [10]. Pour les enceintes de grandes dimensions (chambres froides), plusieurs thermomètres de contrôle sont parfois mis en place, en s'appuyant sur les résultats de la caractérisation pour définir les points critiques. Par contre, pour les étuves, il est fréquent d'insérer un thermomètre dans le volume de travail, en fonction de la place laissée disponible par la charge de l'étuve.

Pour les réfrigérateurs d'officine, la mise en place de deux capteurs au minimum, positionnés aux points critiques du volume utile, comme le point le plus chaud et le point le plus froid, est recommandée [10] mais rarement mise en pratique. Dans cette configuration, il

n'est pas indiqué comment exploiter les lectures de chaque thermomètre par rapport aux limites spécifiées.

Après mise en place du(des) thermomètre(s), le « *suivi* » (ou la « *surveillance* ») consiste en un enregistrement des données, avec une période souvent comprise entre 5 et 15 minutes, et une gestion des alarmes. En l'absence d'enregistrement continu, le minimum requis est un relevé quotidien des températures minimales et maximales [10].

3.3 Performances et confirmation métrologique du thermomètre de contrôle

Les températures mesurées sont dans des gammes très classiques en thermométrie, qui *a priori* ne posent pas de difficultés en termes de performances métrologiques, tant au niveau des équipements que des moyens d'étalonnage. Sur les températures considérées, des incertitudes d'étalonnage de quelques centièmes de degré Celsius sont accessibles si l'instrument est immergeable. S'il ne l'est pas, des incertitudes d'étalonnage de 0,15 °C à 0,20 °C (k=2) sont relativement courantes.

Les exigences sur le thermomètre de contrôle sont souvent assez larges. Par exemple, pour le froid positif :

- Le décret 2002-478 (réfrigérateurs à usage domestique) indique que, sur l'étendue de -2°C à + 15°C, le thermomètre doit avoir un échelon inférieur ou égal à 0,5 °C et une EMT de ± 1°C, avec une inertie d'au moins 30 secondes [11].
- Pour les réfrigérateurs d'officine, la recommandation est d'étalonner le thermomètre régulièrement, sans indication de la périodicité recommandée. Le certificat d'étalonnage du thermomètre doit indiquer que la « *marge d'erreur de la chaîne de mesure* » est inférieure à ± 1°C [10].

En chaud comme en froid (positif ou négatif), l'exigence métrologique proposée par la section Santé Humaine du Cofrac s'appuie sur la « *règle du quart* », illustrée par l'exemple d'un réfrigérateur. Dans ce cas, avec une spécification de ± 3 °C pour le réfrigérateur :

« *l'incertitude d'étalonnage* (U_{et}) [du thermomètre de contrôle] *doit être inférieure au quart de l'EMT, soit ici 3/4 = 0,75 °C, c'est-à-dire,* $U_{et} \leq$ *1/4 EMT* » [9].

Cette règle de conformité est surprenante en raison de sa formulation, axée sur l'incertitude d'étalonnage et semblant ne pas tenir compte de l'erreur de justesse, alors que les règles de conformité courantes portent prioritairement - et naturellement - sur l'erreur de justesse, avec prise en compte de l'incertitude associée [12, 13]. Cette formulation de la règle de conformité est cependant éclairée par le texte de la note de bas de page du SH GTA 01 (page 28). Cette note indique que la correction d'étalonnage doit être appliquée (l'erreur de justesse est donc considérée comme nulle, seule reste l'incertitude d'étalonnage dans l'expression de la conformité).

On observe cependant que l'application de la correction d'étalonnage, si elle ne pose pas de difficultés d'un point de vue théorique, n'est pas toujours effectuée en pratique par les utilisateurs, en particulier si le parc d'instruments est important. En effet, l'application correcte d'une correction individuelle pour chaque thermomètre, avec parfois la nécessité d'exploiter plusieurs points d'étalonnage pour définir la correction, n'est pas des plus simples à mettre en pratique sur un parc important. A juste titre, les utilisateurs préfèrent éviter l'application d'une telle correction et choisissent souvent, dans ce but, la déclaration de conformité à une EMT.

Les exigences sur les performances métrologiques sont souvent assorties, de manière implicite ou explicite, de recommandations ou d'exigences relatives à l'étalonnage ou à la vérification des équipements, en particulier sur la périodicité de ces opérations.

Pour la section Santé Humaine du Cofrac, si le thermomètre considéré est assimilé à un thermomètre « *de travail »,* il doit être « *raccordé métrologiquement* » avec une périodicité conseillée d'un an [9]. La notion de raccordement métrologique est définie ainsi : *« lorsqu'il est pertinent et possible, le raccordement métrologique consiste en un étalonnage auprès d'un laboratoire accrédité ou en interne (avec dans ce cas, avec les mêmes exigences que celles applicables aux laboratoires d'étalonnage selon la norme NF EN ISO/CEI 17025)* » [14].

L'étalonnage est supposé être réalisé de manière « *maîtrisée* », ce qui implique au minimum d'utiliser un thermomètre étalon (lui-même étalonné) et un générateur caractérisé (four, bain thermostaté, enceinte dédiée à l'étalonnage), dans le cadre de procédures établies. Afin de réduire les incertitudes d'étalonnage, un étalonnage par immersion dans un liquide est souvent préconisé.

Le thermomètre de contrôle est parfois étalonné sur place, en tenant compte de sa position, à la température spécifiée de l'enceinte [15]. Cependant, les modalités pratiques de cet étalonnage sur site ne sont pas précisées par les auteurs et il n'est pas possible de déterminer si cette opération correspond réellement à un étalonnage au sens du Vocabulaire International de Métrologie, à un relevé de l'erreur d'indication ou encore à une autre opération.

3.4 Définition des alarmes

L'intérêt premier du thermomètre de contrôle est de définir des valeurs d'alarmes permettant de déclencher, à bon escient, une intervention sur l'enceinte. Selon les situations, l'intervention pourra consister en un déplacement du contenu vers une autre enceinte (conformité produit), un réglage ou une réparation de l'enceinte. L'intervention sera généralement suivie d'une nouvelle caractérisation (afin de vérifier le retour à la conformité de l'équipement).

Pour définir ces alarmes, les pratiques des utilisateurs sont très nombreuses :

- définition des alarmes aux valeurs de spécification de l'enceinte elle-même ;
- définition des alarmes en tenant compte d'une

bande de garde arbitraire ;
- définition des alarmes avec prise en compte de l'EMT du thermomètre de contrôle ou avec prise en compte d'une dérive admissible pour le thermomètre de contrôle (avec application des corrections d'étalonnage) ;
- définition des alarmes en exploitant le résultat de caractérisation afin de définir la position « optimale » du thermomètre de contrôle ;
- définition des alarmes en exploitant le relevé d'indication ou l'écart de contrôle.

Enfin, si le thermomètre de contrôle n'est pas amorti (par exemple par son immersion dans un liquide), une temporisation pour le déclenchement des alarmes est parfois définie, afin par exemple d'éviter des déclenchements intempestifs lors des ouvertures de porte.

Le seul document mentionnant explicitement la définition des alarmes du thermomètre de contrôle est le fascicule FD V 08-601, dans lequel un calcul de la dérive maximale admissible de l'enceinte est proposé :

$$D_{inf} = \left(\theta_{sp} + EMT_{min}\right) - \theta_{c\,min} \qquad (3)$$

$$D_{sup} = \left(\theta_{sp} + EMT_{max}\right) - \theta_{c\,max} \qquad (4)$$

où

- D_{inf} et D_{sup} sont respectivement la dérive inférieure et la dérive supérieure admissibles,
- θ_{sp} est la température spécifiée (température désirée)
- EMT_{min} et EMT_{max} sont les valeurs de l'EMT
- $\theta_{c\,min}$ est la température conventionnelle minimale ;
- $\theta_{c\,max}$ est la température conventionnelle maximale.

Note : les notations sont celles du FD V 08-601. Dans l'expression (3), EMT_{min} est une valeur négative. Par exemple, pour un réfrigérateur 5 °C ± 3 °C, EMT_{min}=-3 °C et EMT_{max} = +3 °C.

En s'appuyant sur les températures conventionnelles extrêmes $\theta_{c\,min}$ et $\theta_{c\,max}$, cette définition de la dérive maximale admissible n'a pas pour objectif premier d'éviter des excursions provisoires de température au-delà des spécifications, mais bien de s'assurer du maintien de la conformité de l'enceinte au cours du temps. Les variations à court terme du thermomètre de contrôle sont supposées amorties, par l'immersion dans un liquide ou par la prise en compte d'une moyenne glissante sur une période définie (le fascicule n'indique pas de limite à la période de calcul de la moyenne).

Les préconisations du fascicule FD V 08-601 sont mises en œuvre dans plusieurs entreprises et laboratoires, dont un organisme de santé, qui a publié son retour d'expérience [16]. Dans cet organisme, les caractérisations sont réalisées en interne, par une équipe accréditée selon l'ISO 17025 sur le référentiel FD X 15-140.

L'objectif de l'organisme est de définir une stratégie d'optimisation de la périodicité des caractérisations sur un parc important, avec des enjeux de santé publique. Avant déploiement de la méthode de calcul de la dérive sur l'ensemble du parc (plus de 500 enceintes), une phase d'expérimentation a été réalisée, à partir de Janvier 2009, sur 26 enceintes bénéficiant initialement d'une caractérisation annuelle [16].

A l'issue de la phase d'expérimentation, la méthode a été déployée sur l'ensemble du parc. Un examen annuel des dérives enregistrées est réalisé pour chaque enceinte individuellement et un report de la caractérisation est éventuellement décidé, selon les modalités suivantes [17] :

- Avant toute modification de la périodicité, le calcul de dérive est complété par un examen visuel de l'enceinte et de son environnement ;
- Tout déplacement de la sonde de surveillance [*thermomètre de contrôle*], tout ajustage ou tout changement de système rend incompatible l'utilisation du calcul de dérive ;
- La limite maximale du report est fixée à 5 ans ;
- Au moindre doute, la caractérisation est effectuée.

Après plusieurs années de pratique, sous réserve de respecter les règles d'application, la méthode a été jugée robuste et apte à détecter les dérives inacceptables de l'enceinte. La méthode portant sur l'ensemble {enceinte + sonde de surveillance}, elle permet également de détecter une dérive de cette sonde, indépendamment de la dérive de l'enceinte. D'après les auteurs, « *un simple constat de l'absence de dérive de l'ensemble permet de s'affranchir […] d'étalonnages périodiques* » du thermomètre de contrôle [16].

Notons cependant que l'application de la méthode demande impérativement que l'écart de contrôle soit relevé pendant la caractérisation et exploité pour la définition des alarmes.

Le thermomètre de contrôle étant ici défini en une position fixe au cours du temps, cette démarche d'exploitation de l'écart de contrôle est en tout point similaire à l'exploitation de l'erreur d'indication, pratique répandue depuis les années 2000 dans un certain nombre de secteurs industriels, pour les enceintes climatiques professionnelles équipées d'indicateur. L'exploitation de cet indicateur demande que, lors de la caractérisation, les valeurs soient relevées sur un nombre suffisant de cycles, afin d'obtenir une moyenne représentative par rapport à la régulation de l'enceinte (en particulier, la moyenne des valeurs maxi et mini au cours de la caractérisation n'est pas suffisante).

3.5 Conclusion

De cette revue des exigences et des pratiques, il apparaît des différences importantes dans le suivi des enceintes :

- le thermomètre de contrôle est étalonné périodiquement ou non ;

- les performances métrologiques du thermomètre de contrôle sont prises en compte, ou non, dans la définition des alarmes ;
- le rapport de caractérisation est pris en compte, ou non, dans la définition des alarmes ;
- le relevé de l'erreur d'indication, ou de l'écart de contrôle, est pris en compte ou non.

Il apparaît également que le seul document définissant une méthode normative, reconnue, est le fascicule FD V 08-601. D'autres méthodes, développées en interne aux entreprises, sont appliquées mais n'ont pas fait jusqu'alors l'objet de publications.

4 Comparaison des modes d'utilisation du thermomètre de contrôle

4.1 Présentation de l'exemple

Pour illustrer les éventuels risques de ne pas détecter une non conformité de l'enceinte, nous proposons de nous appuyer sur l'exemple d'un réfrigérateur (ou d'une chambre froide) caractérisé en 9 points et considéré *conforme* à l'issue de la vérification (spécification : 5 °C ± 3 °C).

4.1.1 Données de l'exemple

Les résultats de caractérisation sont donnés dans le tableau 1. L'enregistrement temporel et les moyennes par capteur, avec les intervalles correspondant aux incertitudes définies dans l'annexe D du FD X 15-140, sont représentés respectivement figure 1 et figure 2 (ces graphiques sont classiquement fournis dans les rapports de résultats fournis par les prestataires accrédités).

L'homogénéité est l'écart entre les températures conventionnelles minimale et maximale [1], elle est ici égale à 4,36 °C, tandis que la stabilité est de 1,02°C (capteur présentant le plus grand des écarts-types). La température moyenne du thermomètre de contrôle, pendant la caractérisation, est de 5,41 °C.

La température moyenne de l'enceinte est de 5,53 °C ; la température moyenne du point le plus froid (pendant la caractérisation) est de 4,96°C et la température moyenne du point le plus chaud est de 6,00 °C.

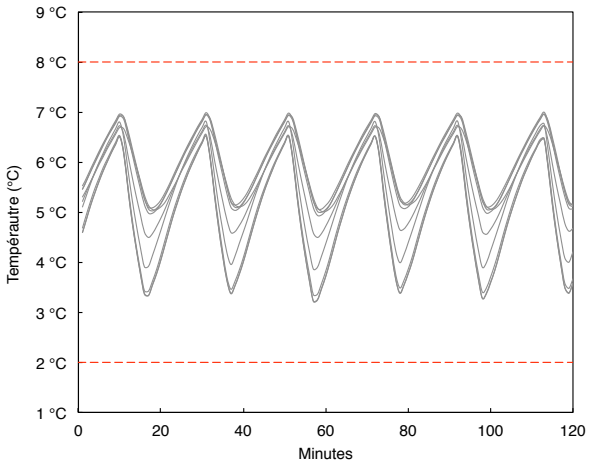

Figure 1. Enregistrement temporel des températures dans l'enceinte (9 points, deux heures d'enregistrement)

La composante instrumentale de l'incertitude est de 0,2 °C (k=2). La température conventionnelle minimale est de 2,91 °C (points n°1 et n°6). La température conventionnelle maximale est de 7,27 °C (point n°9).

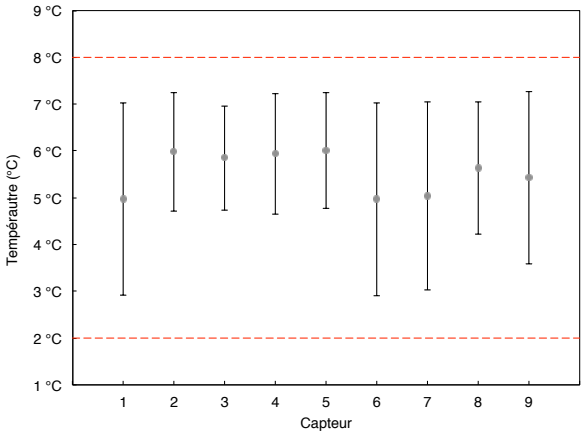

Figure 2. Moyennes temporelles et incertitudes associées (selon FD X 15-140)

Tableau 1. Résultats de la caractérisation (exprimés en °C)

Position	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**
Moyenne (°C)	4,97	5,98	5,85	5,94	**6,00**	**4,96**	5,04	5,63	5,43
Ecart-type (°C)	1,02	0,63	0,55	0,63	0,61	1,02	1,00	0,70	0,91
U_{cj} (k=2) (°C)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
U_{mj} (k=2) (°C)	2,06	1,27	1,11	1,29	1,24	2,06	2,01	1,41	1,84
Temp. conventionnelle max. (°C)	7,03	7,25	6,96	7,22	7,24	7,02	7,05	7,05	**7,27**
Temp. conventionnelle min. (°C)	**2,91**	4,71	4,74	4,65	4,76	**2,91**	3,03	4,22	3,59

Remarquons sur cet exemple que :

- la température moyenne de l'enceinte n'est pas la température de la position centrale dans l'enceinte ;
- la température moyenne de l'enceinte n'est pas le milieu de l'intervalle défini par les températures conventionnelles extrêmes.

Ces deux remarques sont généralisables à de nombreuses enceintes. On peut d'ores et déjà en déduire un premier résultat : le suivi de la température moyenne de l'enceinte, affectée d'un intervalle symétrique correspondant à l'homogénéité de l'enceinte, ne permet pas d'assurer la surveillance de la conformité.

4.1.2 Dérive admissible

Le paramètre permettant de suivre la conformité de l'enceinte est la dérive de l'enceinte, dont les limites maximales sont calculées par les équations (3) et (4) [2], rappelées ici :

$$D_{inf} = \left(\theta_{sp} + EMT_{min}\right) - \theta_{c\,min} \quad (3)$$

$$D_{sup} = \left(\theta_{sp} + EMT_{max}\right) - \theta_{c\,max} \quad (4)$$

Dans l'exemple, l'enceinte reste conforme tant que sa dérive reste dans l'intervalle [-0,91 °C ; + 0,73 °C] :

$$D_{inf} = (5 - 3) - 2{,}91 = -0{,}91\ °C \quad (5)$$

$$D_{sup} = (5 + 3) - 7{,}27 = +0{,}73\ °C \quad (6)$$

4.1.3 Cas traités

Parmi toutes les configurations possibles rencontrées chez les utilisateurs, nous choisissons les cas suivants :

Cas n°1 : le thermomètre de contrôle est conforme à une EMT de ± 0,75 °C, il est positionné dans le volume de travail de l'enceinte, en une position qui n'est pas strictement définie (il peut se « promener » dans l'enceinte au gré des chargements/déchargements de l'enceinte, voire être remplacé par un modèle équivalent), les alarmes sont définies à 2 °C et 8 °C, le rapport de caractérisation n'est pas exploité.

Cas n°2 : le rapport de caractérisation est exploité pour tenir compte de l'homogénéité dans la définition des alarmes ; le thermomètre de contrôle est positionné en un point de la caractérisation. Le thermomètre de contrôle est vérifié conforme à une EMT de ± 0,75 °C.

Cas n°3 : le thermomètre de contrôle est étalonné et sa correction d'étalonnage est appliquée, il est positionné dans le volume de travail de l'enceinte, en l'un des points de la caractérisation (exploitation du rapport de caractérisation).

Cas n°4 : le thermomètre de contrôle est positionné dans l'enceinte, en une position définie et fixe (aucune modification de sa position en utilisation), cette position et l'erreur d'indication (ou l'écart de contrôle) sont fournies dans le rapport de caractérisation. L'exploitation est menée selon les préconisations du FD V 08-601.

Cas n° 4 bis : à l'issue de la caractérisation, l'utilisateur ne dispose pas de l'erreur d'indication (ou l'écart de contrôle) mais souhaite appliquer les préconisations du FD V 08-601.

Cas n°5 : exploitation du thermomètre de contrôle dans le cas d'une caractérisation selon NF EN 60068-3-5.

4.2 Calcul des températures conventionnelles extrêmes ou définition des alarmes associées au thermomètre de contrôle

Pour chacun des cas présentés ci-dessus, on cherche à déterminer les risques de ne pas détecter une dérive anormale, conduisant l'enceinte à s'écarter de la conformité. Pour cela, on calcule les températures conventionnelles extrêmes que l'on pourrait obtenir dans l'enceinte en fonction des alarmes définies, ou on calcule les valeurs d'alarme permettant de conserver l'enceinte conforme.

Ces calculs reposent sur les hypothèses suivantes : tous les points de l'espace de travail dérivent en moyenne de façon identique ; les valeurs des températures de contrôle sont représentatives d'un régime établi et les écarts constatés lors des caractérisations initiales, à vide et en charge, se conservent dans le temps (en l'absence de modifications constructives de l'enceinte et dans les mêmes conditions de caractérisation) [2]. Pour vérifier ces hypothèses, des caractérisations à vide et en charge sont nécessaires. Pour les enceintes de petit volume (réfrigérateurs, étuves), les performances sont très sensibles à la charge et à la circulation de l'air. Une définition très stricte du mode de remplissage est indispensable, indiquant le volume maximal de la charge par rapport au volume utile, et la répartition de la charge dans l'enceinte.

4.2.1 Cas n°1 – Thermomètre vérifié, position non définie

Dans ce premier scénario, l'utilisateur n'exploite pas le résultat de la caractérisation. Nous supposons ici que, lorsque l'utilisateur met le thermomètre en place dans l'enceinte, il cherche à le positionner en un point dont la température correspond à la température désirée de l'enceinte (5 °C), ou en tout cas qu'il sera alerté par une température très différente de 5 °C (la température moyenne de l'enceinte n'est pas au milieu géométrique de l'enceinte). Ici, s'il est exempt d'erreur de justesse, le thermomètre peut afficher une température proche de 5 °C s'il est placé, par exemple, à proximité des points 1, 6 ou 7.

En tenant compte de l'erreur de justesse du thermomètre, il existe un nombre infini de positions dans l'enceinte auxquelles le thermomètre de contrôle peut afficher une température proche de 5 °C alors que les

températures conventionnelles extrêmes sont respectivement de 7,27 °C et 2,91 °C.

Si l'enceinte dérive au cours du temps, quand le thermomètre de contrôle affiche une valeur de 8 °C, la température conventionnelle maximale extrême est :

$$\theta_{c\,max(8)} = 7{,}27 + 3 = 10{,}27\ °C \quad (7)$$

De même lorsque le thermomètre affiche 2 °C :

$$\theta_{c\,min(2)} = 2{,}91 - 3 = -0{,}09\ °C \quad (8)$$

Pour la clarté des calculs, nous conservons ici une résolution de 0,01 °C dans les calculs. Afin de simplifier l'approche calculatoire, et dans le but de comparer les méthodes, nous calculons ici des valeurs limites « *extrêmes* », sans évaluer la probabilité associée.

Tableau 2. Températures conventionnelles extrêmes - cas 1

Cas n°1	Alarme	Température conventionnelle
Maxi	8 °C	10,27 °C
Mini	2 °C	-0,09 °C

Ce mode de surveillance conduit donc à un risque très élevé de ne pas détecter une non conformité de l'enceinte avant la caractérisation suivante.

4.2.2 Cas n°2 – Thermomètre vérifié, position définie et exploitée

Si la position du thermomètre est définie, fixe au cours du temps, il est nécessaire d'établir la relation entre la température en ce point et les températures conventionnelles minimale et maximale en cours de caractérisation. Une solution, mise en pratique par plusieurs laboratoires utilisateurs, est de positionner le thermomètre de contrôle en un point de la caractérisation (le point central est souvent privilégié, mais un autre point est parfois choisi).

Si le thermomètre est positionné au point froid (point n°1 dans l'exemple) : sans tenir compte de l'erreur de justesse du thermomètre, quand ce dernier affiche 4,96 °C, la température conventionnelle minimale est 2,91 °C. Logiquement, si l'on définit une alarme à 2 °C pour le thermomètre placé au point froid (point n°6), la température conventionnelle minimale sera égale à :

$$2 - (4{,}96 - 2{,}91) = -0{,}05\ °C \quad (9)$$

Quel que soit le point choisi pour positionner le thermomètre de contrôle, il faut donc impérativement tenir compte de l'écart entre la température de ce point et les températures conventionnelles extrêmes.

Supposons que le thermomètre de contrôle est positionné au point n°5, point central de la caractérisation. Lors de la caractérisation, la température moyenne en ce point est de 6,00 °C. S'il est exempt d'erreur de justesse, le thermomètre placé en ce point indique donc 6,00 °C quand la température conventionnelle maximale est de 7,27 °C et la température minimale conventionnelle est de 2,91°C. Les alarmes pertinentes devraient alors être fixées à 6,73 °C et 5,09 °C. Si l'on tient compte de l'erreur de justesse et que la seule information disponible est la conformité du témoin à une EMT, alors il conviendrait de retrancher cette EMT (± 0,75 °C) des bornes de l'intervalle défini pour les alarmes. Il vient un intervalle [5,84 °C ; 5,98 °C], dont l'étendue est donc passée de 1,64 °C à 0,14 °C. Dans cet exemple, l'intervalle est mathématiquement calculable, car l'étendue de l'intervalle de dérive est supérieure à l'étendue de l'EMT. Quand ce n'est pas le cas, on aboutit à un intervalle dont la valeur de la borne inférieure est supérieure à la borne supérieure (!).

L'intervalle de dérive admissible et l'EMT du témoin étant de même ordre de grandeur, il existe un risque non négligeable :

- de ne pas détecter une non conformité de l'enceinte, si l'on ne tient pas compte de l'EMT dans la définition des alarmes ;
- de définir des alarmes trop restrictives (donc déclencher intempestivement des alarmes), si l'on tient compte de l'EMT.

4.2.3 Cas 3 – Thermomètre étalonné, position définie et exploitée

A partir du cas précédent, il est possible de définir des valeurs d'alarmes plus « *cohérentes* », en appliquant la correction d'étalonnage du thermomètre. Il faut cependant prévoir de réduire l'intervalle de *dérive de l'enceinte* en tenant compte, au minimum, de l'incertitude d'étalonnage et de la *dérive du thermomètre* (déterminée par des étalonnages successifs).

En supposant, dans l'exemple, une incertitude d'étalonnage de 0,15 °C et une dérive maximale du thermomètre de 0,15 °C, alors l'intervalle de dérive admissible de l'enceinte sera réduit de l'incertitude élargie tenant compte au minimum de ces deux contributions.

La situation est un peu améliorée par rapport au cas n°2, mais la mise en œuvre correcte est plus délicate car elle demande d'une part l'application de la correction propre à chaque thermomètre, et d'autre part l'évaluation de l'incertitude comportant *a minima* les composantes d'étalonnage, de dérive et de résolution du thermomètre de contrôle.

4.2.4 Cas 4 – Définition des alarmes en appliquant le fascicule FD V 08-601

A partir des dérives admissibles et de la valeur du thermomètre de contrôle pendant la caractérisation, les valeurs d'alarme à définir peuvent être calculées avec les équations (9) et (10). Ces valeurs sont qualifiées de « *limites de suivi* » dans l'annexe D de la référence [2] :

$$L_{inf} = \theta_{m\,ctr} + D_{inf} \quad (10)$$

$$L_{sup} = \theta_{m\,ctr} + D_{sup} \quad (11)$$

Où $\theta_{m\,ctr}$ est la valeur moyenne de la température de contrôle au cours de la caractérisation.

Les valeurs d'alarme calculées pour l'exemple figurent dans le tableau 7 (on a gardé ici une résolution de 0,01 °C pour la compréhension des calculs, mais le fascicule FD V 08–601 indique une résolution de 0,1 °C)

Tableau 3. Alarmes permettant d'assurer la conformité / Cas 4

Cas 4	Alarme définie
Maxi	5,41+0,73=6,14 °C
Mini	5,41-0,90=4,51 °C

En développant les expressions (9) et (10), on écrit :

$$L_{inf} = \theta_{m\,ctr} + \left(\theta_{sp} + EMT_{min}\right) - \theta_{c\,min} \qquad (12)$$

$$L_{sup} = \theta_{m\,ctr} + \left(\theta_{sp} + EMT_{max}\right) - \theta_{c\,max} \qquad (13)$$

Les informations nécessaires pour calculer ces deux limites sont donc : la température spécifiée, l'EMT, les températures conventionnelles (min. et max.) et la valeur du thermomètre de contrôle au cours de la caractérisation. L'erreur de justesse du thermomètre reste inconnue, mais elle est prise en compte dans l'écart de contrôle, de même que l'écart d'homogénéité. Si l'enceinte est munie d'un indicateur, la même formule peut être appliquée en exploitant l'erreur d'indication.

Comme indiqué dans le paragraphe 9.4 du fascicule FD V 08-601, ces limites de suivi concernent la conformité du système {enceinte + thermomètre de contrôle}. En cas de sortie hors des limites définies, « *un examen des causes possibles de cette anomalie doit être fait. [L'anomalie] peut avoir pour origine, entre autres, un défaut de fonctionnement de l'enceinte ou du thermomètre de contrôle et peut conduire à une nouvelle caractérisation de l'enceinte ou à une vérification du thermomètre de contrôle.* » [2].

4.2.5 Cas 4 bis

Nous cherchons ici à exploiter un thermomètre de contrôle vérifié (ou étalonné), positionné dans l'enceinte, mais dont on n'a pas relevé la température lors de la caractérisation. Pour cela, on revient au cas précédent, mais sans connaître le terme $\theta_{m\,ctr}$ (température moyenne du thermomètre de contrôle pendant la caractérisation). Une estimation de ce terme peut être réalisée à partir de la température de contrôle relevée lors de l'installation du thermomètre de contrôle dans l'enceinte, indépendamment de la caractérisation, par le modèle simplifié suivant (modèle ne tenant pas compte de la résolution du thermomètre) :

$$\theta'_{m\,ctr} = \theta_{ctr,i} + \epsilon_{justesse} + \epsilon_{homogénéité} \qquad (14)$$

où

- $\theta_{ctr,i}$ est la température affichée sur le thermomètre de contrôle lors de son installation (à l'issue de la caractérisation).
- $\epsilon_{justesse}$ est l'erreur de justesse du thermomètre de contrôle ;
- $\epsilon_{homogénéité}$ est l'écart spatial de température dans l'enceinte, pour les températures moyennes (on suppose que le thermomètre de contrôle est suffisamment amorti pour ne pas ressentir les fluctuations périodiques dues à la régulation de l'enceinte en fonctionnement standard).

Si le thermomètre est vérifié conforme et installé dans l'enceinte sans position définie (comme dans le cas n°1) :

- $\epsilon_{justesse}$ est une variable aléatoire définie sur l'intervalle [-0,75 °C ; 0,75 °C], avec une distribution uniforme ;
- $\epsilon_{homogénéité}$ est une variable aléatoire définie sur l'intervalle [-1,04 °C ; 1,04 °C], avec une distribution que l'on peut supposer uniforme (en l'absence de connaissance plus approfondie).

La connaissance de $\theta'_{m\,ctr}$ est donc entachée d'une incertitude, que l'on peut obtenir par composition des variances ou par composition des distributions. Par composition des variances, on obtient :

$$u(\theta'_{m\,ctr}) = \sqrt{\left(0{,}75/\sqrt{3}\right)^2 + \left(1{,}04/\sqrt{3}\right)^2} \qquad (15)$$

Cela conduit à une incertitude élargie de l'ordre de 1,5 °C (k=2). Par composition des distributions par une méthode de propagation numérique (Monte-Carlo), ces dernières n'étant pas gaussiennes, on arrive à un résultat un peu différent, avec un intervalle de couverture à 95 % de [-1,4 °C; 1,4 °C]. Quelle que soit la méthode de quantification de l'incertitude, on obtient une incertitude nettement supérieure aux dérives admissibles. Il en résulte qu'on ne peut pas définir, par une règle simple, des valeurs d'alarme pertinentes et tenant compte de l'incertitude.

Une piste est alors de définir l'EMT du thermomètre de contrôle en fonction de la dérive admissible. La réduction de l'EMT à un quart de la spécification, selon des indications fréquentes en métrologie, porte alors sur la spécification de dérive et non sur l'EMT de l'enceinte. Cela conduit à définir l'EMT du thermomètre après la caractérisation et à tenir compte d'une dérive admissible qui n'est pas forcément symétrique. Dans l'exemple, l'EMT du thermomètre pourrait être de 0,73/4 ≃ 0,18 °C. Par voie de conséquence, cela conduit à choisir un laboratoire d'étalonnage dont l'incertitude d'étalonnage serait elle-même de 0,18/4 soit une incertitude d'étalonnage de l'ordre de 0,04 °C à 0,05 °C (k=2). De telles incertitudes d'étalonnage sont accessibles si le thermomètre est immergeable, mais ne le sont généralement pas dans le cas d'un étalonnage dans l'air.

Enfin, une dernière piste est d'étalonner le thermomètre et d'appliquer la correction d'étalonnage, puis de tenir compte de l'incertitude d'étalonnage et de dérive (comme dans le cas n°3) dans la restriction de l'intervalle des dérives admissibles.

En conclusion, si le relevé de l'indication du thermomètre de contrôle n'est pas effectué lors de la caractérisation, on arrive à une situation dans laquelle :

- le thermomètre a subi une confirmation métrologique (étalonnage ou vérification) ;
- l'enceinte est conforme à l'issue de la caractérisation ;
- mais il n'est pas possible de définir simplement des valeurs d'alarme pertinentes sur le thermomètre de contrôle permettant de garantir la conformité de l'enceinte au cours du temps.

4.2.6 Cas 5 – Exploitation au sens de la NF EN 60068-3-11

Les différentes parties de la norme NF EN 60068-3 (-5, -6, etc.) ne mentionnent pas d'opération de surveillance, mais la norme NF EN 60068-3-11 indique une méthode de calcul de l'incertitude associée à la température moyenne de l'enceinte, ce qui permet de définir une règle de déclaration de conformité tenant compte de l'incertitude (suivant en cela les préconisations et recommandations des référentiels d'accréditation [8,13]).

L'application de cette méthode aux valeurs de l'exemple conduit ici à déclarer la non conformité de l'enceinte thermostatique à l'issue de la caractérisation. En effet, la température moyenne mesurée est 5,53 °C ± 2,76 °C, la température conventionnelle minimale est 2,78 °C et la température conventionnelle maximale de 8,30 °C. Cette dernière est supérieure à la température maximale admissible.

Pour que l'enceinte soit conforme, il faudrait que la température moyenne soit ramenée à une valeur proche de 5 °C, ce qui demande un réglage très fin de la consigne, suivi d'une nouvelle caractérisation. Supposons que ce réglage soit effectué et plaçons nous dans le cas idéal : la marge laissée à une dérive éventuelle de la température moyenne de l'enceinte est donc de 0,24 °C de part et d'autre (3-2,76=0,24).

En supposant que l'enceinte a été réglée pour devenir conforme à l'issue de la caractérisation, la seule possibilité pour définir des alarmes pertinentes du thermomètre de contrôle est de revenir au cas 4, en exploitant la dérive maximale admissible de part et d'autre. En effet, si la position du thermomètre de contrôle dans l'enceinte et son erreur de justesse ne sont pas directement prises en compte dans l'écart de contrôle, il n'est tout simplement pas possible de définir des dérives maximales admissibles permettant de surveiller la conformité de l'enceinte au cours du temps.

On remarque cependant que l'intervalle de dérive admissible, qui est de 1,64 °C dans le cas n° 4, est ici réduit à 0,48 °C.

4.2.7 Synthèse des cas

La synthèse des différents cas est présentée dans le tableau 4.

Tableau 4. Synthèse des méthodes étudiées

Cas	**Description rapide** *(se reporter au cas pour plus de détail)*	**Opérations à réaliser par l'utilisateur**	**Performance**
n°1	**Thermomètre conforme, Enceinte conforme**	Aucune *(pas d'exploitation du rapport de caractérisation)*	**Pas de maîtrise de la température dans l'enceinte** *(le thermomètre de contrôle ne permet pas de détecter une non conformité de l'enceinte)*
n°2	Thermomètre conforme à « EMT enceinte / 4 » Position définie	Définir la position du thermomètre Exploiter le rapport de caractérisation	Des alarmes pertinentes ne peuvent pas être définies
n°3	Thermomètre étalonné Position définie	Définir la position du thermomètre Appliquer la correction d'étalonnage Exploiter le rapport de caractérisation	Risque élevé de générer des fausses alarmes.
n°4	**Exploitation selon FD V 08-601**	Définir la position du thermomètre Relever l'écart de contrôle (pendant la caractérisation) Calculer la dérive admissible	**Permet de détecter la dérive de l'ensemble {enceinte + thermomètre}**
n° 4 bis	Exploitation selon FD V 08-601 (sans relevé de l'écart de contrôle)	*Idem ci-dessus (sauf relevé de l'écart de contrôle)*	Des alarmes pertinentes ne peuvent pas être définies
n°5	Caractérisation selon NF EN 60068-3-5	*Si l'enceinte est conforme à l'issue de la caractérisation, 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 réduit*	

5 Conclusion

Cette étude permet de tirer les grandes lignes sur les utilisations du témoin d'environnement comme outil de suivi de la conformité d'une enceinte au cours du temps :

La conformité de l'enceinte est définie par sa conformité lors des caractérisations successives, selon des règles qui s'appuient sur les températures conventionnelles (minimale et maximale) :

- si les valeurs d'alarme sont définies égales aux spécifications, le risque que l'enceinte soit non conforme lors de la caractérisation suivante est très élevé ;
- l'utilisation de la valeur moyenne, augmentée ou réduite de l'homogénéité de l'enceinte, n'est généralement pas pertinente (sauf exception).

Pour être pertinentes, les valeurs définies pour les alarmes du thermomètre de contrôle doivent tenir compte :

- de l'écart entre la température du thermomètre à l'endroit où il est positionné et les températures conventionnelles extrêmes ;
- de l'erreur de justesse du thermomètre.

Pour ce faire, il est indispensable d'exploiter le rapport de caractérisation, même si le thermomètre de contrôle fait par ailleurs l'objet d'une confirmation métrologique indépendante (étalonnage ou vérification).

La méthode la plus robuste et la plus fiable consiste à exploiter le relevé de l'écart de contrôle (ou erreur d'indication, selon les cas), déterminé lors de la caractérisation. Cet écart tient compte à la fois de l'erreur liée à la position et de l'erreur de justesse du thermomètre. Le suivi de cette indication au cours du temps permet de détecter une non conformité de l'ensemble {enceinte + thermomètre de contrôle} ; cette méthode est documentée dans le FD V 08-601 et mise en application avec succès [15,16].

Une méthode alternative consiste à appliquer une correction d'étalonnage au thermomètre de contrôle, et définir les limites en tenant compte de la position du thermomètre. Une méthode dégradée de cette dernière, dans laquelle le thermomètre est vérifié conforme à une EMT, risque de conduire à des valeurs d'alarmes incohérentes (si l'EMT est trop grande par rapport à l'étendue de la dérive admissible de l'enceinte). En corollaire, si la démarche de définition des EMT de l'instrument est réalisée à partir de la dérive admissible, cela conduit à définir des EMT très petites sur le thermomètre de contrôle (la vérification de la conformité exige alors des incertitudes d'étalonnage très petites, excluant *a priori* les équipements non immergeables ou de résolution au dixième de °C).

Le rapport de capabilité de ¼, souvent cité en métrologie pour définir une exigence sur un équipement de mesure, peut être exploité, mais il faut l'appliquer à la dérive admissible (déterminée à l'issue de la caractérisation) et en aucune manière à l'EMT de l'enceinte (!).

Le relevé de l'erreur d'indication constitue un raccordement au S.I. suffisant pour la fonction « d'indicateur d'environnement », c'est à dire pour assurer le suivi de l'enceinte au cours du temps, sans pour autant constituer un étalonnage du thermomètre. Dans cette situation, le thermomètre de contrôle n'est pas considéré comme un instrument de mesure indépendant mais comme une partie de l'ensemble {enceinte + thermomètre}.

A l'issue de cette étude, des axes de réflexion restent à approfondir sur :

- l'influence de la position du thermomètre de contrôle sur la pertinence des alarmes (à l'intérieur du volume de travail ou non) ;
- le nombre de thermomètres de contrôle et leur gestion, dans les enceintes de grand volume ;
- l'amorti (par immersion dans un liquide tampon, par calcul de moyennes glissantes, etc.).

D'autres points restent en suspens, en particulier les hypothèses de travail formulées dans le fascicule FD V 08-601 : conservation des caractéristiques de l'enceinte au cours du temps, dérive identique de tous les points de l'enceinte.

Des éléments factuels pour répondre à ces questions, mais aussi pour mettre en évidence les performances de chaque méthode appliquée par les utilisateurs, demandent l'analyse du retour d'expérience, avec une mise en commun des données des utilisateurs. L'analyse sera facilitée par des caractérisations périodiques reproductibles et un suivi détaillé des opérations réalisées sur les enceintes (maintenances, réglages de consigne, etc.), ainsi que par une attention particulière au mode d'utilisation de l'enceinte (taux de remplissage, ouvertures de portes, etc.).

Références

1. FD X 15-140, Mesure de l'humidité de l'air - *Enceintes climatiques et thermostatiques : caractérisation et vérification*, AFNOR (2013)
2. FD V 08-601, *Enceintes thermostatiques - Caractérisation, vérification et suivi quotidien*, AFNOR (2005)
3. 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,* AFNOR (2002)
4. NF ISO/CEI Guide 98-4 *Incertitude de mesure - Partie 4 : rôle de l'incertitude de mesure dans l'évaluation de la conformité,* AFNOR (2013)
5. NF EN 60068-3-11, *Essais d'environnement - Partie 3-11 : documentation d'accompagnement et guide -*

Calcul de l'incertitude des conditions en chambres d'essais climatiques, AFNOR (2007)
6. Guideline DKD-R 5-7, *Calibration of climatic chambers,* DKD (2004, traduction anglaise de 2009)
7. Euramet CG-20 Calibration Guide, *Calibration of Temperature and/or humidity controlled enclosures*, Euramet, (2015)
8. LAB GTA 24, *Guide Technique d'Accréditation pour la caractérisation et la vérification des enceintes thermostatiques et climatiques, fours et bains thermostatés*, COFRAC (à paraître, septembre 2015)
9. SH GTA 01, Guide Technique d'Accréditation en biologie médicale, COFRAC (2015)
10. *Recommandations de gestion des produits de santé soumis à la chaine du froid*, Ordre des pharmaciens, 18 pages, (2009)
11. *Décret n° 2002-478 du 3 avril 2002 relatif aux réfrigérateurs à usage domestique, aux thermomètres et autres dispositifs destinés à indiquer la température dans ces appareils*, JORF n°84 du 10 avril 2002, page 6304
12. NF EN ISO 14253-1, *Spécification géométrique des produits (GPS) - Vérification par la mesure des pièces et des équipements de mesure - Partie 1 : règles de décision pour prouver la conformité ou la non-conformité à la spécification*, AFNOR (2013)
13. LAB REF 02, *Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF ENISO/CEI 17025*, COFRAC (2014)
14. SH REF 02, *Recueil des exigences spécifiques pour l'accréditation des laboratoires de biologie médicale selon la norme NF EN ISO 15189 : 2007*, COFRAC (2013)
15. Kramer M., *Qualification, calibration and maintenance of stability chambers*, ROCHE, Workshop Ghana (2009)
16. Reifenberg J.M., *Qualification et suivi des enceintes thermostatiques à l'Établissement français du sang*, Journées techniques du Collège français de métrologie « Vérification et performances des enceintes climatiques et thermostatiques » (2010).
17. Reifenberg J.M., Riout E., Leroy A., *Métrologie dans un laboratoire de biologie médicale: enjeux et difficultés*, Revue Francophone des Laboratoires, N°**461**, pp. 69- 76 (2014)