Maîtrise des enceintes thermostatiques dans les laboratoires : le début des difficultés ?

Bertrand Blanquart^{1,a}, Bernard Créton²

¹ Consultant, 40 avenue du Général Leclerc, 54600 Villers les Nancy, France

² Consultant, 63 Bd Eugène Réguillon, 69100 Villeurbanne, France

Abstract. Dans les laboratoires d'essai ou d'analyse, la maîtrise de la température est nécessaire pour la conservation des produits ou des échantillons, ou pour la réalisation de l'essai ou de l'analyse elle-même. Les performances des enceintes thermostatiques (réfrigérateurs, congélateurs, étuves, etc.) doivent être évaluées, en particulier dans les laboratoires accrédités. Il existe plusieurs méthodes pour réaliser les caractérisations, d'une part, et pour le suivi dans le temps d'autre part. Les méthodes de caractérisation décrites dans les référentiels (FD X 15-140, NF EN CEI 60068-3, etc.) ont initialement été rédigées à l'intention des chambres d'essais environnementaux, dans l'industrie et dans les applications pharmaceutiques. Ces méthodes, et les pratiques en usage dans les laboratoires accrédités sur cette prestation, sont adaptées à des enceintes présentant un certain niveau de performance. L'adaptation de ces méthodes à des enceintes thermostatiques de stockage requiert des équipements et des compétences, et conduit à des opérations métrologiques longues : *"plus l'enceinte est performante, plus il sera aisé de la caractériser ; moins elle est performante, plus il est complexe, donc coûteux, de la caractériser proprement"*. Le coût des caractérisations n'est donc pas à rapporter au prix d'achat des enceintes concernées, mais à mettre en regard des risques associés à une absence de maîtrise des températures, pouvant se solder par une perte ou une dégradation des produits stockés, ou par une altération de la qualité des résultats d'analyse ou d'essai.

1 Introduction

Dans les laboratoires d'essai ou d'analyse, le contrôle de la température est nécessaire pour la conservation des réactifs ou des échantillons (avant ou après analyse), ou pour la réalisation des essais eux-mêmes, quand ces derniers demandent d'être réalisés à une température particulière. Les équipements utilisés sont des réfrigérateurs, congélateurs, fours, incubateurs, etc. Ces équipements, qualifiés d'*"enceintes thermostatiques"*, sont parfois critiques pour l'obtention du résultat et/ou pour la qualité de ce dernier. Une évaluation des performances de ces équipements doit donc être effectuée pour déterminer leur aptitude à l'emploi, lors de la mise en place de l'équipement et au cours de son utilisation. Les spécifications sur les températures à respecter sont données, dans de nombreux cas, par les référentiels liés à l'activité, en s'inspirant parfois des températures spécifiées pour des activités proches. Par exemple, une plage de $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ est souvent définie pour la conservation des réactifs, mais aussi pour la conservation de médicaments. Pour l'utilisateur de l'enceinte thermostatique, se pose la question de *"comment s'assurer des performances de cet équipement"*, à la fois pour répondre aux exigences des référentiels et pour

optimiser la gestion de l'équipement, c'est à dire assurer la réponse à ces exigences, avec des risques et un coût maîtrisés. S'ils ne sont pas toujours aisés à quantifier préalablement à l'achat d'une enceinte, les postes de coût sont par contre relativement faciles à identifier : achat, entretien et maintenance, consommation énergétique (un même congélateur maintenu à -25°C consomme plus d'énergie qu'à -20°C) et coût des opérations métrologiques, qu'elles soient réalisées en interne ou sous-traitées. Par contre, les risques d'une mauvaise connaissance des températures dans l'enceinte sont plus difficiles à évaluer dans un contexte général, car ils dépendent avant tout de la nature des produits stockés dans l'enceinte. Le risque est parfois limité à un retard dans la remise des résultats d'analyse, mais peut aller jusqu'à une perte importante de produits ou de résultats d'analyse ou d'essai, avec des conséquences financières sans rapport avec le coût d'achat de l'équipement lui-même.

La connaissance des performances de l'enceinte, au cours du temps, demande :

- dans un premier temps, de définir sans ambiguïté le mesurande (*grandeur d'intérêt*) auquel s'appliquent les spécifications, puis les caractéristiques pertinentes pour mesurer la performance de l'enceinte ;

^abertrand.blanquart@gmail.com

- dans un deuxième temps, de mettre en place une méthode robuste permettant d'établir cette performance de manière opérationnelle et reproductible.

2 Grandeur d'intérêt

La grandeur d'intérêt, en particulier pour les enceintes de stockage, semble être *a priori* la température des produits stockés dans l'enceinte. Cette température dépend des échanges thermiques entre le produit et son environnement, par les trois modes de transfert que sont la conduction, la convection et le rayonnement. La température du produit dépend donc de la température de son environnement immédiat, mais aussi de la qualité des échanges thermiques (par les trois modes) et de la nature des résistances thermiques liées au conditionnement du produit. Sous l'angle théorique, si l'environnement thermique est complètement stable et homogène, la température de l'ensemble du produit s'établit à la température de son environnement et la nature du produit lui-même n'intervient pas. En pratique, la vitesse d'évolution de la température du produit dépendra de son inertie thermique et des échanges thermiques avec l'environnement, donc elle sera fortement influencée par la nature et l'épaisseur des matériaux constitutifs du produit lui-même et de son conditionnement (épaisseurs de carton, plastique, etc.).

Les préconisations relatives à la maîtrise des températures des produits ne peuvent pas tenir compte de l'ensemble infini des combinaisons possibles de matériaux ; elles ne se rapportent donc pas à la température du produit lui-même, mais, le plus souvent, à la *température de l'environnement* dans lequel se trouve le produit [1].

Au cours du cycle de vie du produit, depuis l'étude de sa stabilité jusqu'à la conservation en vue de son utilisation, le produit est stocké dans des enceintes différentes, de volumes et de performances différentes, dans des conditionnements ou sur-conditionnements éventuellement différents.

Du point de vue de la conception de l'enceinte, celle-ci est destinée à maintenir un environnement à une température spécifiée, ce qui *devrait* permettre de maintenir le produit à la température considérée. Au cours de la vie de l'enceinte (conception, réception et utilisation "*en routine*"), la caractéristique qu'il est possible de mesurer de manière reproductible, quelle que soit la nature des produits qui seront conservés dans l'enceinte, est la température de l'air environnant le produit. Les périodes de transport constituent une exception puisque généralement, par souci de réduire les coûts de transport, les produits sont conditionnés "*au plus serré*", sans circulation d'air. Pour ces phases spécifiques, et relativement courtes de manière générale, au cours desquelles les modes de transfert d'énergie dans l'environnement immédiat du produit sont essentiellement liés à la conduction thermique, des études spécifiques sont conduites en tenant compte du type de produit et du type de conditionnement [2].

L'utilisateur est souvent tenté de considérer que les variations de température du produit seront moindres que

les variations de température de son environnement. Il faut cependant considérer que lors de l'étude de stabilité, c'est bel et bien la température de l'environnement qui a été mesurée. L'étude de l'influence de la température de l'environnement sur la température du produit lui-même ou sur les altérations éventuelles des caractéristiques du produit relève de l'étude spécifique à chaque produit et ne peut être traitée qu'en ayant, au préalable, la connaissance de la température de l'environnement. Les températures à respecter au cours des phases de transport, même si elles sont mesurées – pour ces phases spécifiques – au plus près du produit, sont définies à l'issue d'études de stabilité réalisées "*dans l'air*". Dans ces phases spécifiques, l'amortissement des variations de température par les matériaux constitutifs du conditionnement du produit, et par le produit lui-même, est mis à profit pour limiter les excursions de température à l'extérieur des limites spécifiées. Cet amortissement est quantifié dans une configuration spécifique, *reproductible*, du produit et de son environnement thermique.

Ainsi, même si la grandeur d'intérêt de l'utilisateur semble être la température du produit, la grandeur qui présente un intérêt réel, car c'est sur elle que s'appuient la définition des valeurs limites d'une part et la détermination des performances des enceintes d'autre part, est la température de l'air dans l'enceinte. Les méthodes de caractérisation des performances des enceintes sont donc naturellement orientées pour répondre à cet objectif, et uniquement à cet objectif.

3 Fonctionnement des enceintes

Pour maintenir le volume d'air à une température désirée, inférieure ou supérieure à la température ambiante, l'enceinte thermostatique échange de l'énergie avec son environnement. La quantité d'énergie à échanger dépend donc du gradient entre la température ambiante et la température désirée dans l'enceinte, et des résistances thermiques qui s'opposent aux échanges (parois isolantes). Les systèmes thermiques permettant d'extraire de l'énergie (réfrigérateurs, congélateurs) fonctionnent par cycles thermodynamiques, et conduisent à une variation cyclique de la température dans l'enceinte (avec une phase de refroidissement "rapide" lors de la mise en route du groupe froid, et une remontée en température plus lente à l'arrêt du groupe froid). Pour les températures supérieures à l'ambiante, l'apport d'énergie par résistance électrique permet une régulation plus fine avec des cycles de chauffage plus courts. Dans un environnement à température stable et avec une charge thermique constante, la température dans l'enceinte évolue de manière cyclique. En pratique, ces cycles sont perturbés par les variations de la "*charge thermique*" que sont la température ambiante du laboratoire, la charge interne de l'enceinte, les apports par ouverture de porte, etc.

Dans le volume de l'enceinte elle-même, les échanges d'énergie sont assurés par un échangeur, placé sur l'une des parois (souvent, la paroi du fond). L'homogénéisation de la température de l'air est essentiellement assurée par convection, naturelle ou

forcée, et dans une moindre mesure par le rayonnement des parois.

Ainsi, à un instant donné, la température en chacun des points du volume de l'enceinte n'est pas rigoureusement identique, et la température en un point donné n'est pas constante au cours du temps. Mesurer la température de l'air dans l'enceinte revient donc à enregistrer simultanément la température en plusieurs points du volume de travail, sur une durée définie.

4 Caractérisation des enceintes

4.1 Méthodes de référence

Les méthodes de référence pour la caractérisation des enceintes sont décrites dans plusieurs normes et fascicules de documentation [3, 4]. A l'exception des normes spécifiques aux fours, les enceintes concernées historiquement par ces référentiels sont les enceintes d'essais, la plupart du temps ventilées, supposées généralement de forme parallélépipédique, sans parois internes ni compartiments ou tiroirs, vides ou "*faciles à vider*". Ces enceintes sont généralement situées dans un laboratoire, lui-même climatisé ou présentant des amplitudes de température réduites. Ces enceintes sont donc soumises à de faibles variations de la charge thermique externe, à l'absence de charge thermique interne, ou à une charge simulée par un spécimen reproductible, et à un nombre réduit d'ouvertures de porte.

Les enceintes de stockage se différencient des enceintes de test par la présence d'étagères, de grilles, de parois, de compartiments, de tiroirs et bien évidemment par la présence d'une charge. Cette charge n'est pas constante au cours du temps, tant en quantité qu'en disposition, et l'enceinte connaît des ouvertures de porte dictées par les impératifs liés à l'utilisation des produits stockés dans l'enceinte. De plus, selon les modèles, elles sont plus ou moins ventilées, et en fonction de la charge, la répartition de l'air dans l'espace où sont placés les produits se fait différemment dans le temps, voire difficilement dans certaines zones.

Le fonctionnement d'une enceinte d'essais est donc, par nature, beaucoup plus reproductible que le fonctionnement d'une enceinte de stockage.

Les méthodes de référence, utilisées actuellement pour la caractérisation des enceintes, définissent des valeurs minimales de nombre de capteurs et de durée d'enregistrement adaptées au cas *le plus simple* d'une enceinte performante, vide, parallélépipédique, sans variation de charge. L'application à des réfrigérateurs ou congélateurs requiert des adaptations du nombre et de la position des capteurs, qui dans les référentiels sont laissées à la libre interprétation du métrologue en fonction du contexte : type d'enceinte, volume, présence de tiroirs, ouvertures de porte, etc. Ces adaptations portent en particulier sur le nombre et le type de sondes, sur leur position et sur la durée d'enregistrement.

4.2 Nombre et position des sondes

Le nombre minimal de sondes pour obtenir une image de la température dans un volume est déterminé en considérant que, sur une distance courte, les températures entre deux points sont comprises entre les températures des deux points. Ce raisonnement, valable pour des courtes distances, conduit à définir un nombre minimal de 8 sondes (les 8 sommets du parallélépipède) pour une enceinte vide de volume inférieur à 2 m³. Une neuvième sonde, au centre, est préconisée dans les référentiels [3,4].

La position des "*points chauds*" et des "*points froids*" de l'enceinte est amenée à évoluer au cours du temps, pour partie en fonction de la qualité de l'enceinte, et pour partie en fonction de la charge à l'intérieur de l'enceinte, qui est amenée à évoluer en composition, en volume et en disposition à l'intérieur de l'enceinte. En effet, le rangement du contenu de l'enceinte obéit à des critères d'organisation des utilisateurs, et ne répond pas, généralement, à un critère d'optimisation des échanges thermiques. Il n'y a d'ailleurs aucune garantie que le point réellement le plus chaud du volume de travail (ou le point le plus froid) soit situé en l'un des points mesurés ; seule une exploration avec un nombre de sondes plus élevé permettrait de le déterminer, au cas par cas.

La présence de parois, de grilles, d'étagères, de tiroirs, de compartiments, conduit naturellement à un nombre plus élevé de sondes que les neuf points du programme de base, si l'on veut obtenir une "*cartographie*" correcte des températures. Le terme de cartographie, souvent utilisé pour décrire la caractérisation, est cependant trompeur. En effet, il laisse penser à une répartition figée des températures dans l'espace, avec éventuellement une variation temporelle identique pour tous les points. En réalité, la température de l'air fluctue à la fois dans l'espace et dans le temps et il n'est pas intéressant de la représenter par une "*photographie*" instantanée, mais plutôt par une superposition des états sur une période donnée. Cette représentation s'apparente ce que l'on obtiendrait en superposant, sur une même image, des photographies de baigneurs évoluant dans un plan d'eau, prises à intervalle régulier sur une période de plusieurs heures. Cette image ne correspondra pas à une carte précise des baigneurs, car ceux-ci se déplacent au cours de la baignade, mais donnera plutôt une image de la densité de baigneurs (*les températures*) dans la zone de baignade, qui devrait *a priori* faire apparaître une densité plus grande dans la zone de baignade surveillée (*volume de travail*).

Avec l'objectif de réaliser des mesurages reproductibles d'une caractérisation à la suivante, il est nécessaire de définir avec rigueur le nombre et la position des sondes, mais également de s'assurer que ces sondes ne modifient pas le mesurande de manière trop importante.

4.3 Type de sondes

Les sondes doivent être discrètes et présenter un temps de réponse court au regard des variations de température dans l'enceinte. Si une certaine atténuation des variations est recherchée pour le témoin d'environnement, de

manière à éviter de trop fréquents déclenchements d'alarme en cas d'ouverture de porte par exemple, il n'en est pas de même lors de la caractérisation. En effet, une caractérisation satisfaisante doit permettre de déterminer les excursions de température de l'air liées à la régulation de l'enceinte. La grandeur d'intérêt est la température de l'air, et non une température filtrée par un objet "tiers".

Par ailleurs, avec des effets de filtrage temporel différents les uns des autres, l'utilisation de thermomètres présentant des temps de réponse différents conduit inévitablement à un manque de reproductibilité de la caractérisation. A défaut d'imposer un type unique de thermomètres pour toutes les caractérisations, les référentiels recommandent de respecter un critère minimal visant à avoir des temps de réponse équivalents d'une caractérisation à une autre, adaptés aux variations de la température de l'air.

4.4 Durée d'enregistrement

Les méthodes de caractérisation des enceintes d'essais définissent généralement une durée minimale de 30 minutes ou de deux cycles de régulation. Il est évident que la détection de la présence de deux cycles complets demande d'observer un nombre de cycles plus élevé, et constitue un minimum pour obtenir une image correcte des températures.

A titre d'illustration, les cycles de régulation d'un réfrigérateur professionnel sont représentés sur la figure 1 ; ces cycles sont d'une vingtaine de minutes.

Figure 1. Enregistrement des températures dans un réfrigérateur professionnel

Sur la durée totale de deux heures d'enregistrement, le réfrigérateur n'est pas conforme, en raison de la température du capteur n°1 (figure 2).

Figure 2. Conformité des températures en chacun des points du volume de travail (traitement selon le FD X 15-140, avec une composante instrumentale de l'incertitude-type $u_c(\theta) = 0,1$ °C).

En considérant une composante instrumentale de l'incertitude de $\pm 0,2$ °C ($k=2$) et en appliquant le traitement selon le fascicule FD X 15-140 sur trente minutes seulement, ce qui semble conforme à une lecture rapide du référentiel *mais ne l'est pas puisque cela ne couvre pas suffisamment de cycles*, la conformité évolue en fonction de la plage horaire choisie. La température moyenne de la sonde n° 1, sur 30 minutes, est représentée sur la figure 3 avec son intervalle d'incertitude (traité selon le FD X 15-140).

Figure 3. Moyenne du capteur n°1 avec l'incertitude associée (traitement selon FD X 15-140)

On observe que les échantillons n° 20 à 25 et 61 à 65 par exemple (zones cerclées de bleu sur la figure 3), aboutiraient à déclarer l'enceinte conforme, *alors qu'elle ne l'est pas*. Il est donc indispensable d'enregistrer les mesures sur une durée suffisamment longue pour éviter une sensibilité du résultat à la plage horaire choisie.

4.5 Conclusion

Pour être reproductible et remplir son objectif de connaissance de la température de l'air dans l'enceinte, la caractérisation doit être conduite avec des capteurs de température suffisamment discrets et rapides, en nombre suffisant pour avoir une image correcte des températures possibles dans le volume de travail ; la position des sondes doit être définie au cas par cas, en fonction de la présence de tiroirs ou compartiments, et enregistrée avec rigueur. La durée d'enregistrement doit être également adaptée ; la durée minimale est d'autant plus longue que

les cycles de l'enceinte sont longs. Une description de la charge, en termes de nature, de volume et de disposition dans l'enceinte, est également nécessaire.

Une connaissance satisfaisante des températures dans une enceinte de stockage pose donc plus de difficultés que dans une enceinte d'essais, ce qui conduit à décrire le paradoxe de la caractérisation des enceintes sous la forme suivante : *"plus l'enceinte est performante, plus il sera aisé de la caractériser ; moins elle est performante, plus il est complexe, donc coûteux, de la caractériser proprement"*.

5 Suivi des enceintes

5.1 Utilisation de l'indicateur d'environnement

Au regard de la complexité de mise en œuvre des caractérisations, il est évident que ces dernières ne peuvent être réalisées très souvent. La surveillance du fonctionnement de l'enceinte est généralement assurée par un indicateur de "suivi", thermomètre positionné dans l'enceinte elle-même, soit par le constructeur, soit par l'utilisateur lui-même, par exemple dans le cadre d'une GTC. L'étalonnage du thermomètre de suivi, appelé *"témoin d'environnement"* dans certaines références, répond à deux objectifs :

- s'assurer de la cohérence des résultats obtenus avec d'autres thermomètres, par le rattachement au S.I. ;
- déterminer son erreur de justesse.

En raison de l'inhomogénéité des températures dans l'enceinte, la température du lieu où est positionné le témoin d'environnement n'est pas égale à la température moyenne de l'enceinte. L'écart entre les valeurs affichées par le témoin d'environnement et la température moyenne, relevé lors de la caractérisation de l'enceinte, est la somme algébrique de l'erreur liée à l'homogénéité et de l'erreur de justesse du témoin d'environnement. Sous l'hypothèse que l'erreur de justesse dérive peu au cours du temps, ce qui est une hypothèse acceptable pour un thermomètre utilisé à poste fixe, sur une courte plage de températures et en l'absence d'agression par des agents chimiques, alors il est possible de définir des valeurs d'alarme associées à la température indiquée par ce thermomètre.

Par exemple, dans une chambre froide dont la température spécifiée est $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, la température moyenne relevée dans l'enceinte (par exemple en suivant la norme NF EN 60068-3-5) est $4,3\text{ °C} \pm 1,7\text{ °C}$ et la température moyenne de l'indicateur relevée sur la même durée est $5,1\text{ °C}$. L'erreur d'indication est donc $+0,8\text{ °C}$. Pour tenir compte de l'homogénéité et de la stabilité de l'enceinte, les valeurs d'alarme associées à cet indicateur peuvent être définies à :

- Alarme basse : $2 + 0,8 + 1,7 = 4,5\text{ °C}$
- Alarme haute : $8 + 0,8 - 1,7 = 7,1\text{ °C}$

Ces valeurs d'alarmes sont associées à la température indiquée par le témoin d'environnement choisi par l'utilisateur, en supposant que sa position dans l'enceinte est fixe au cours du temps, qu'il soit installé par le fournisseur de l'enceinte ou par l'utilisateur.

Si la détermination de l'écart du témoin d'environnement est réalisée avec des thermomètres étalonnés, donc raccordés au S.I., et si la traçabilité de ce raccordement peut être établie, alors l'expression de l'erreur d'indication du témoin d'environnement dans le rapport de caractérisation permet de raccorder ce dernier au S.I., dans les conditions d'utilisation. Le raccordement au S.I. étant assuré, l'étalonnage du thermomètre n'est nécessaire que pour s'assurer de la validité de l'hypothèse d'absence de dérive au cours du temps. Pour que la détermination de la dérive soit pertinente, il convient de s'assurer que l'incertitude d'étalonnage est suffisamment faible. Cela conduit à privilégier, quand c'est techniquement possible, un étalonnage en bain ou en four plutôt qu'un étalonnage sur site ou en enceinte thermostatique, qui entraînent généralement des incertitudes d'étalonnage plus grandes, incompatibles avec l'objectif de quantification de la dérive.

5.2 Définition de la périodicité de caractérisation

La caractérisation permet de s'assurer que l'enceinte est restée conforme à des spécifications depuis la dernière caractérisation, donc de se rassurer sur le passé, et permet d'établir la confiance pour le fonctionnement futur. La définition de la périodicité de caractérisation doit tenir compte de ces deux éléments, en lien direct avec les possibilités éventuelles de détecter un dysfonctionnement par d'autres moyens.

L'enceinte d'une part et l'indicateur d'environnement d'autre part doivent être suivis au cours du temps, mais ils ne présentent pas les mêmes risques de dérive ou de dysfonctionnement. Le risque de dérive le plus fort est assurément au niveau de l'enceinte, en raison du nombre et de la nature des composants, en particulier pour les enceintes munies d'un groupe froid.

Si la périodicité est définie au regard du risque de dérive, la caractérisation de l'enceinte doit intervenir plus souvent que l'étalonnage du témoin d'environnement.

Le relevé des indications du témoin d'environnement, lors de la caractérisation, assure son raccordement au S.I. et permet de définir des alarmes pertinentes alors que son étalonnage seul ne remplit pas ce dernier objectif. Ainsi, la définition d'une périodicité pertinente doit tenir compte de l'enceinte et de l'indicateur d'environnement, et se baser sur le retour d'expérience acquis par l'utilisateur sur ces deux systèmes. Les référentiels de caractérisation ne définissent pas de périodicité, mais une période de six mois ou un an est généralement appliquée pour les enceintes d'essais. Pour les enceintes de stockage, les pratiques actuelles de l'industrie (en particulier industrie pharmaceutique, banques de sang, etc.) sont de définir une périodicité initiale de 12 mois, sur une ou deux périodes, puis – si l'enceinte montre une dérive faible – d'augmenter la période à 24 ou 30 mois, avec un suivi individualisé de chaque enceinte. Il n'existe pas, à l'heure actuelle, de retour d'expérience formalisé sur l'ensemble des types d'enceintes existantes, et le manque de recul sur des enceintes de stockage de type réfrigérateur ou congélateur

ne permet pas d'avoir une visibilité sur les risques associés à des périodicités dépassant 30 mois.

6 Conclusion

La maîtrise d'une enceinte repose sur des mesures reproductibles et sur des prises de décision (conformité/non conformité) effectuées à la lumière des enjeux et des risques. Une information approximative risque de conduire à une décision erronée, laissant croire à l'utilisateur que l'enceinte est conforme, alors que les produits ont été exposés de manière non maîtrisée à des températures non désirées.

Les opérations métrologiques qui permettent d'assurer la maîtrise des températures dans une enceinte sont, par nature, coûteuses. En effet, la caractérisation pertinente et reproductible d'un réfrigérateur ou d'un congélateur n'est pas une opération triviale. Pour être effectuée de manière cohérente avec les objectifs et les contraintes spécifiques aux enceintes de stockage, la caractérisation demande la mise en œuvre d'une méthode approfondie, inspirée des référentiels destinés aux enceintes d'essai. La définition du nombre de capteurs et de leur position, du type de capteurs, requiert des compétences et des équipements de mesure spécifiques, avec une durée d'intervention qui est nécessairement "longue". L'enregistrement de relevés de l'indicateur d'environnement est nécessaire pour une gestion rationalisée des alarmes associées, mais il n'est pas toujours possible d'automatiser cet enregistrement, ce qui mobilise alors une personne pour effectuer ces relevés lors de la période de caractérisation.

Le coût de ces opérations peut paraître prohibitif au regard du prix d'achat d'un réfrigérateur ou d'un congélateur. Cependant, il ne doit pas être comparé au coût d'achat de l'enceinte caractérisée, mais à celui induit par une mauvaise maîtrise des températures, qui peut se solder par une perte ou une dégradation des produits stockés, ou par une altération de la qualité des résultats d'analyse ou d'essai.

L'analyse des risques doit donc être conduite en fonction de ces coûts induits, afin de privilégier des caractérisations réalisées avec une période "courte" sur un nombre choisi d'enceintes stockant, par exemple, des produits réellement thermosensibles, plutôt que de longues périodes appliquées à un parc complet, comprenant des enceintes dont la criticité est moindre ou n'a pas été évaluée. L'évaluation de la criticité est donc un préalable indispensable à la détermination de la stratégie de caractérisation et de suivi des enceintes thermostatiques, et c'est bien là que commencent les difficultés.

Références bibliographiques

1. *Stability testing of new drug substances and products Q1A(R2)*, ICH harmonised tripartite guideline, Février 2013
2. NF S99-700 - *Emballages isothermes et emballages réfrigérants pour produits de santé - Méthode de*

qualification des performances thermiques, AFNOR, Octobre 2007

3. FD X15-140 *Mesure de l'humidité de l'air - Enceintes climatiques et thermostatiques - Caractérisation et vérification*, Mai 2013

4. 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*, Août 2002