

# **GUIDE TECHNIQUE D'ACCRÉDITATION**

## **CARACTÉRISATION ET VÉRIFICATION DES ENCEINTES THERMOSTATIQUES ET CLIMATIQUES / DES FOURS / DES BAINS THERMOSTATÉS**

**LAB GTA 24**

Révision 02



## SOMMAIRE

<b>1. OBJET DU GUIDE .....</b>	<b>5</b>
<b>2. REFERENCES .....</b>	<b>5</b>
<b>3. DOMAINE D'APPLICATION .....</b>	<b>6</b>
<b>4. MODALITE D'APPLICATION.....</b>	<b>6</b>
<b>5. SYNTHESE DES MODIFICATIONS .....</b>	<b>6</b>
<b>6. NOMENCLATURE DES ESSAIS ET EXPRESSION DES PORTEES D'ACCREDITATION.....</b>	<b>6</b>
<b>7. REVUE DE DEMANDE ET REVUE DE CONTRAT.....</b>	<b>9</b>
<b>8. ENCEINTES THERMOSTATIQUES ET CLIMATIQUES.....</b>	<b>10</b>
8.1. DOMAINE D'APPLICATION .....	10
8.2. ÉQUIPEMENT SOUMIS A ESSAIS .....	10
8.2.1. <i>Enceinte thermostatique</i> .....	10
8.2.2. <i>Enceinte climatique</i> .....	10
8.2.3. <i>Autres types d'enceintes</i> .....	10
8.3. MOYENS DE MESURE .....	11
8.3.1. <i>Vitesse de l'air</i> .....	11
8.3.2. <i>Humidité relative</i> .....	11
8.3.3. <i>Température</i> .....	11
8.4. PRESENTATION DES CARACTERISTIQUES MESUREES.....	12
8.4.1. <i>En régime établi</i> .....	12
8.4.2. <i>En régime transitoire</i> .....	13
8.5. ESTIMATION DES INCERTITUDES DE MESURE.....	13
8.5.1. <i>Définition</i> .....	13
8.5.2. <i>Incertitudes liées aux instruments de mesure</i> .....	14
8.5.3. <i>Incertitude associée à l'équipement en essai</i> .....	14
8.5.4. <i>Évaluation des incertitudes sur site</i> .....	15
8.5.5. <i>Présentation du bilan des incertitudes</i> .....	15
8.6. DECLARATION DE CONFORMITE.....	16
8.6.1. <i>Généralités</i> .....	16
8.6.2. <i>Règles de conformité et jugement</i> .....	16
8.6.3. <i>au § 9 : incertitudes de mesure de la température provenant des résultats de mesure et de l'annexe A tableau A1 ;</i> .....	17
8.6.4. <i>au § 10 : incertitudes de mesure de l'humidité relative provenant des résultats de mesure et de l'annexe A tableau A2</i> .....	17
8.6.5. <i>Règles en limite de portée</i> .....	18
<b>9. FOURS.....</b>	<b>19</b>
9.1. DOMAINE D'APPLICATION .....	19
9.2. ÉQUIPEMENTS SOUMIS A ESSAIS .....	19
9.3. MOYENS DE MESURE .....	19
9.3.1. <i>Généralités</i> .....	19
9.3.2. <i>Critères applicables aux instruments de mesure utilisés</i> .....	19
9.4. PRESENTATION DES CARACTERISTIQUES MESUREES.....	19
9.5. ESTIMATION DES INCERTITUDES.....	20
9.6. DECLARATION DE CONFORMITE .....	20
9.7. ARCHIVAGE LIE AUX ENREGISTREMENTS ELECTRONIQUES .....	20
<b>10. BAINS THERMOSTATES .....</b>	<b>20</b>
10.1. DOMAINE D'APPLICATION .....	20
10.2. ÉQUIPEMENTS SOUMIS A L'ESSAI .....	20
10.3. MOYENS DE MESURE .....	20
10.4. PRESENTATION DES CARACTERISTIQUES MESUREES.....	20
10.5. ESTIMATION DES INCERTITUDES.....	20
10.6. METHODE .....	21
10.7. PRESENTATION DES RESULTATS .....	21

<b>11.</b>	<b>PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES.....</b>	<b>21</b>
11.1.	REALISATION DES ESSAIS .....	22
11.2.	TRAITEMENT PROPOSE .....	23
<b>12.</b>	<b>RECOMMANDATIONS POUR LES MESURES SUR SITE .....</b>	<b>24</b>
12.1.	LE PERSONNEL .....	24
12.1.1.	<i>Qualification du personnel.....</i>	<i>24</i>
12.1.2.	<i>Surveillance de la qualification du personnel .....</i>	<i>24</i>
12.2.	TRAÇABILITE DES MESURES SUR SITE .....	24
12.2.1.	<i>Paramètres d'influence.....</i>	<i>24</i>
12.2.2.	<i>Moyens d'essai .....</i>	<i>25</i>
<b>13.</b>	<b>PARTICULARITES SUR LA PRESENTATION DES RESULTATS.....</b>	<b>25</b>
13.1.	ÉTABLISSEMENT D'UN RAPPORT D'ESSAI .....	25
13.2.	DECLARATION DE CONFORMITE .....	26
<b>14.</b>	<b>ANNEXES.....</b>	<b>27</b>
14.1.	ANNEXE 1 – CIL : JUSTIFICATION DU TRAITEMENT PROPOSE POUR L'INTERPRETATION DES RESULTATS.....	27
14.2.	ANNEXE 2 – EXEMPLE DE TRAITEMENT D'UNE COMPARAISON IMPLIQUANT TROIS LABORATOIRES.....	29

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

## AVANT PROPOS

Les recommandations de ce guide s'appliquent dans le cadre des caractérisations des moyens de génération de température et d'humidité décrits ci-dessous :

- les enceintes, avec ou sans circulation d'air forcée, utilisées à la pression atmosphérique, destinées :
    - à réaliser des essais dans un environnement thermostatique ou climatique ;
    - au stockage de produits dans des conditions d'environnement maîtrisées ;
  - les fours ;
  - les bains thermostatés.
- Enceintes thermostatiques et climatiques : celles-ci sont à régulation de la température (thermostatique) ou de la température et de l'humidité (climatique). En adéquation avec la normalisation en vigueur, le domaine d'application s'établit comme suit :
    - Pour la caractérisation en température :  $- 100^{\circ}\text{C} < \theta < + 600^{\circ}\text{C}$ .
    - Pour la caractérisation en humidité relative de l'air :  
 $0 \% \text{ HR} < U_w < 100 \% \text{ HR}$  pour une température de  $0^{\circ}\text{C} < \theta < 100^{\circ}\text{C}$ .
  - Fours : ceux-ci sont principalement utilisés pour le traitement thermique (ce document traite uniquement de l'uniformité et de la stabilité de température). Le domaine d'utilisation classique s'étend de  $400^{\circ}\text{C}$  à  $1\ 500^{\circ}\text{C}$ .
  - Bains thermostatés : ceux-ci sont utilisés comme moyens d'essais dans des laboratoires ou en milieu industriel, avec un liquide caloporteur dont la nature dépend du domaine de température. La caractérisation s'entend donc pour un couple {bain ; liquide}, où la nature et l'état du liquide doivent être décrits.

### NOTES :

Les normes décrivant les méthodes de caractérisation et vérification des enceintes d'une part, et des fours d'autre part, sont distinctes.

Il n'existe pas de norme décrivant la méthode de caractérisation d'un bain thermostaté au jour de la rédaction de ce document. Ce guide propose donc de présenter les principaux axes de réflexion sur les méthodes de caractérisation de ces équipements.

## 1. OBJET DU GUIDE

La norme NF EN ISO/CEI 17025 définit les prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'analyses, d'essais et d'étalonnages.

En ligne avec l'annexe B de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent Guide Technique d'Accréditation (GTA) présente un état des lieux des bonnes pratiques dans le domaine de la caractérisation et la vérification des enceintes thermostatiques et climatiques, des fours et des bains thermostatés et établit des recommandations résultant de l'application de cette norme aux domaines de compétences recensés aux chapitres 8, 9 et 10.

Ce guide ne se substitue pas aux exigences et/ou normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est libre d'appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement aux exigences de ces documents.

## 2. REFERENCES

En plus des documents contractuels du Cofrac, il est recommandé d'utiliser la liste non exhaustive des documents ci-dessous. Le laboratoire, s'il le souhaite, peut utiliser d'autres méthodes dérivées ou d'autres références, ou appliquer ses propres méthodes, dès lors qu'il justifie son choix et qu'il valide les méthodes.

- LAB GTA 08 - Guide Technique d'Accréditation en Température
- LAB GTA 17 - Guide Technique d'Accréditation en Hygrométrie
- FD X 15-140 - Mesure de l'humidité de l'air - Enceintes climatiques et thermostatiques - Caractérisation et vérification
- NF EN 60068 - 3 - 5 - Essais d'environnement - Document d'accompagnement et guide - Confirmation des performances des chambres d'essai en température
- NF EN 60068 - 3 - 6 - Essais d'environnement - Document d'accompagnement et guide - Confirmation des performances des chambres d'essai en température et humidité
- NF EN 60068 - 3 - 7 - Essais d'environnement - Document d'accompagnement et guide - Mesures dans les chambres d'essai en température pour les essais A et B (avec charge)
- NF EN 60068 - 3 - 11 - Essais d'environnement - Document d'accompagnement et guide - Calcul de l'incertitude des conditions en chambres d'essai climatiques.
- FD V08 - 601 - Microbiologie des aliments - Enceintes thermostatiques - Caractérisation, vérification et suivi quotidien.
- L06-450 Série aérospatiale - Installations de traitement thermique - Exigences relatives à la pyrométrie
- AMS 2750 - Spécifications des matériaux aérospatiaux, Pyrométrie
- ASTM A991/A 991M-98 - Standard Test Method for Conducting Temperature Uniformity Surveys of Furnaces Used to Heat Treat Steel Products
- Guide ASTE - Humidité agent d'environnement - Définitions, effets, moyens de mesures et d'essais, valeurs d'essais
- Document AFNOR (MTL-II-10-40) : Métrologie appliquée – métrologie des températures et humidité – Article II-10-40 : Méthodes et moyens d'essai utilisés en laboratoires et en milieu industriel : Caractérisation et vérification d'enceintes thermostatiques et climatiques

- Guide ISO 98-3 (JCGM 100) - Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure
- Document EA 4-02 – Evaluation of the Uncertainty of Measurement In Calibration

En complément des documents cités ci-dessus, des documents spécifiques à certains domaines d'activités pourront également être consultés en fonction des besoins (séries IGC, DMP, SFSTP, etc.).

Par ailleurs, des références documentaires propres aux grandeurs mesurées (en particulier la température et l'humidité relative) sont citées dans les guides techniques d'accréditation relatifs à ces grandeurs.

### 3. DOMAINE D'APPLICATION

Le présent guide technique s'adresse :

- à l'ensemble des laboratoires accrédités ou candidats à une accréditation dans le domaine de la caractérisation et la vérification des enceintes thermostatiques et climatiques, fours et des bains thermostatés ;
- aux laboratoires accrédités en essais ou en analyses réalisant leurs propres caractérisations et vérifications en interne ;
- aux évaluateurs techniques du Cofrac, et constitue en outre une base d'harmonisation à leur usage ;
- aux membres des instances du Cofrac (Comité de section, Commission d'Accréditation Physique - Mécanique) ;
- aux membres de la structure permanente du Cofrac.

### 4. MODALITE D'APPLICATION

Le présent document est applicable à compter du **15 Juillet 2017**.

### 5. SYNTHÈSE DES MODIFICATIONS

Les modifications apportées sont indiquées par une marque de révision en marge gauche du document.

Ces modifications concernent la reformulation de l'expression des portées d'accréditation, telles que définies dans le document LAB REF 08. Elles touchent uniquement la forme des dénominations des portées d'accréditation et ne modifient pas le champ de compétence revendiqué.

### 6. NOMENCLATURE DES ESSAIS ET EXPRESSION DES PORTEES D'ACCREDITATION

L'expression de la compétence d'un organisme est décrite dans sa portée d'accréditation. Le mode retenu pour exprimer la portée d'accréditation des laboratoires permet de préciser, par domaine de compétence technique, le niveau de flexibilité de l'accréditation auquel le laboratoire concerné postule.

Les éléments nécessaires pour l'expression des portées d'accréditation ainsi que les définitions des niveaux de flexibilité (type FIXE, type FLEX1, type FLEX2 et type FLEX3) sont décrits dans le document LAB REF 08.

**NOTE** : dans le cadre de portées de type FIXE, FLEX 1 et FLEX2, le laboratoire a la possibilité d'adapter un certain nombre d'éléments (augmenter le nombre de capteurs et adapter leur position, etc.), en fonction du type d'enceinte caractérisée (par exemple, une armoire frigorifique

ou un congélateur équipé de tiroirs). Dans ces situations, le laboratoire s'attachera à porter une attention particulière à la pertinence de ses choix techniques, en veillant notamment à ne pas dégrader la qualité de la prestation. Ces adaptations seront précisées dans la revue de contrat et validées par le client.

Le modèle ci-dessous (cf. tableau 1) permet de décrire explicitement la portée, en tenant compte des éléments suivants :

- type d'équipement soumis à l'essai (enceinte thermostatique, local climatique, four, bain thermostaté, etc.) ;
- nature de l'essai (exemples : caractérisation et vérification d'enceintes climatiques, de fours de traitement thermique, de bains) ;
- caractéristiques ou grandeurs mesurées avec le domaine associé (exemple : température de -70°C à +225°C) ;
- référence de la méthode (exemple : FD X 15-140) ;
- principe de la méthode (exemple : mesure de l'humidité de l'air à l'aide d'un hygromètre à condensation) ;
- moyens de mesure/d'essais utilisés (centrale de mesure, sonde à résistance, etc.) ;
- incertitude élargie (mention recommandée) ;
- prestations sur site client (S) et/ou en laboratoire (L).

#### Expression de la portée d'accréditation pour une demande de type **FIXE** ou **FLEX1**:

DOMAINE / Sous-domaine / Famille							
Objet soumis à l'essai	Nature de l'essai	Caractéristiques ou grandeurs mesurées	Référence de la méthode (*)	Principe de la méthode	Moyens de mesure utilisés	Incertitude élargie (**)	Prestations sur site client (S) et/ou en laboratoire (L)
							S / L

**Tableau 1 : Modèle de portée d'accréditation**

(\*) Le type de flexibilité est précisé sous le tableau.

Pour une flexibilité de type **FIXE** ou **FLEX1**, les phrases suivantes apparaîtront :

- « Portée **FIXE** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en respectant strictement les méthodes mentionnées dans la portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées » ;
- « Portée flexible **FLEX1** : le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais / étalonnages / échantillonnages en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures ».

(\*\*) L'incertitude mentionnée est la composante instrumentale liée aux moyens de mesure employés. Les composantes liées à l'enceinte en essai (homogénéité, stabilité, etc.) seront éventuellement utilisées pour exprimer l'incertitude finale.

**NOTE 1** : Pour une portée de type **FIXE**, la date de parution de la norme pour laquelle le laboratoire est accrédité sera nécessairement précisée.

Un exemple de portée est présenté dans le tableau 2.

**NOTE 2** : Les unités retenues sont respectivement « °C » pour la température et « % HR » pour l'humidité relative.

ÉQUIPEMENTS INDUSTRIELS ET PRODUITS D'INGÉNIERIE / Enceintes climatiques / Essais de performance ou d'aptitude à la fonction							
Objet soumis à l'essai	Nature de l'essai	Caractéristiques ou grandeurs mesurées	Référence de la méthode (*)	Principe de la méthode	Principaux moyens de mesure	Incertitude élargie (**)	Prestation sur site client (S) et/ou en laboratoire (L)
Enceintes thermostatiques		Température (de - 40°C à + 220°C)	FD X 15-140 : mai 2013 § 8.5 ; § 8.6 ; § 8.7 et § 8.8	Mesure par comparaison à des sondes de température Volume inférieur à 2 m <sup>3</sup>	Centrale de mesure associée à des sondes à résistance	± 0,2 °C	S
		Détermination de l'écart de consigne, de l'erreur d'indication, de l'homogénéité et de la stabilité de l'environnement					
Enceintes climatiques	Caractérisation et vérification	Humidité (> 5 % à < 95 % HR, pour une température de 0°C à 100°C)	FD X 15-140 : mai 2013 § 10.4 ; § 10.5 et § 10.6	Mesures par comparaison à un hygromètre et à des sondes de température	Température : centrale de mesure associée à des sondes à résistance  Humidité : hygromètre à condensation	± 0,2 °C ± 2 %HR	S
		Détermination de l'écart de consigne, de l'erreur d'indication, de l'homogénéité et de la stabilité de l'environnement					
Bain thermostaté	Caractérisation et vérification	Température (de -30°C à +100°C) Détermination de l'écart de consigne, de l'homogénéité et de la stabilité du bain thermostaté	Méthode interne Référence MET-15-002	Mesure par comparaison à des sondes de température	<b>CENTRALE D'ACQUISITION ASSOCIEE A DES SONDES A RESISTANCE</b>	± 0,15°C	S
		Détermination de la vitesse de variation dans le bain thermostaté					
		Temps de récupération après perturbation (immersion d'un corps, coupure électrique)					
Enceintes de traitement thermique		Température (de +500°C à +1300°C)	L06-450 :1994	Mesure par comparaison à des capteurs de température	Centrale d'acquisition associée à des couples thermoélectriques	± 1°C	S
		Détermination de l'écart de consigne					
		Détermination de la stabilité de l'environnement	AMS 2750 : 2005				
		Détermination de l'homogénéité de l'environnement					

(\*)Portée FIXE : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en respectant strictement les méthodes mentionnées dans la portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées (\*\*) L'incertitude mentionnée est la composante instrumentale liée aux moyens de mesure utilisés. Les composantes liées à l'enceinte en essai (homogénéité, stabilité, etc.) seront utilisées pour exprimer l'incertitude finale.

**Tableau 2 : Exemple de portée de type FIXE**

### Expression de la portée d'accréditation pour une demande de type FLEX2 :

Pour une flexibilité de type FLEX2, l'exemple présenté ci-dessous permet de décrire explicitement la portée, en tenant compte des éléments précisés sous le tableau.

Objet	Caractéristiques ou grandeurs mesurées	Principe de la méthode (*)
Enceintes climatiques	Température Humidité Vitesse omnidirectionnelle	Mesure par comparaison à des sondes de référence

**Tableau 3 : Exemple de portée générale de type FLEX2**

(\*)Portée de type FLEX2 : Le laboratoire est reconnu compétent pour adopter toute méthode reconnue dans le domaine couvert par la portée générale.

Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les essais dans le domaine décrit dans la portée générale. Il peut, dans ce domaine, adopter et mettre en œuvre toute méthode normalisée ou assimilée, utilisant les compétences reconnues au moment de l'évaluation. Il lui appartient d'établir sa capacité à maîtriser et mettre en pratique la méthode retenue. L'organisme tient à disposition sa portée détaillée (qui peut être écrite conformément aux tableaux 1 et 2 précédents) des essais et/ou méthodes entrant dans le cadre de son accréditation.

**NOTE** : les flexibilités de type FLEX3 ne sont pas, à ce jour, demandées dans ce domaine. Toutefois, le COFRAC peut être sollicité à cet effet et une étude de faisabilité en collaboration avec le laboratoire sera initiée. La portée générale serait écrite de manière similaire à celle prévue en flexibilité FLEX2. La portée détaillée tenue à jour par le laboratoire inclurait alors également les méthodes internes adaptées/développées par le laboratoire. Ce dernier en aura assuré la validation préalablement (cf. document COFRAC LAB REF 08).

## 7. REVUE DE DEMANDE ET REVUE DE CONTRAT

En lien avec le §4.4 de la NF EN ISO/CEI 17025, les éléments suivants sont à intégrer le cas échéant dans la revue de demande:

- la description des équipements à caractériser avec des informations sur le volume utile à considérer ;
- le programme de caractérisation et les spécifications dans le cas d'une vérification ;
- le ou les référentiels de caractérisation ;
- la présence ou non de charges inertes ou de charges dissipatives dans l'enceinte ;
- les conditions ambiantes de l'environnement de l'équipement client à caractériser ;
- les modes de fonctionnement de l'équipement à caractériser (réglages d'entrée d'air, dégivrage automatique, plusieurs compresseurs, ouverture de porte, coupure électrique, tests de vitesse de variation, etc.) ;
- les modalités d'intervention dans le cas de modifications de l'essai liées à une non-conformité (réglage de consigne, diminution de volume, dysfonctionnement, etc.) ;
- le domaine d'accréditation, avec les volumes maximum et minimum caractérisables ;
- les incertitudes instrumentales du laboratoire et le domaine d'utilisation des équipements de mesure.

Le technicien vérifie s'il y a cohérence entre le constat fait sur site en présence de l'équipement à caractériser et les éléments décrits dans la revue de demande.

La revue de contrat permet au technicien sur site d'adapter l'essai, dans le cas d'une modification par rapport à la revue de demande. Toute modification sera formalisée et validée par le client (par exemple, si la charge présente dans l'enceinte n'est pas représentative d'un environnement caractérisable, ou si la distance aux parois "standard" ne peut pas être respectée).

## 8. ENCEINTES THERMOSTATIQUES ET CLIMATIQUES

### 8.1. Domaine d'application

Caractérisation et vérification d'enceintes thermostatiques ou climatiques suivant les référentiels normatifs ci-dessous (liste non exhaustive) :

- FD X 15-140 ;
- FD V08-601 ;
- NF EN 60068-3-5, NF EN 60068-3-6, NF EN 60068-3-7 et NF EN 60068-3-11.

### 8.2. Équipement soumis à essais

Lorsque les enceintes sont régulièrement utilisées avec le même type de charge, il est préconisé lors de la revue de contrat de définir la configuration dans laquelle l'enceinte se trouve lors de sa caractérisation (de préférence avec la charge usuelle, en termes de quantité et de position, plutôt qu'à vide).

Dans le cas d'enceintes de stockage (réfrigérateur, armoire frigorifique, congélateur, etc.), qui sont généralement utilisées avec des charges souvent variables, il est important de définir dans la revue de contrat le positionnement des charges lors de la caractérisation et de s'assurer que celles-ci ne perturbent pas l'équilibre thermique assuré par le flux d'air.

La revue de contrat a donc un rôle important, conditionnant le nombre et la mise en place des capteurs. Le laboratoire doit veiller à enregistrer toutes les informations nécessaires.

#### 8.2.1. Enceinte thermostatique

Les enceintes couramment caractérisées en température sont :

- les enceintes ventilées et non ventilées ;
- les congélateurs (coffres et armoires) ;
- les réfrigérateurs et armoires frigorifiques ;
- les étuves ;
- les incubateurs ;
- les zones de stockage ou d'essai à température contrôlée ;
- etc.

#### 8.2.2. Enceinte climatique

Le domaine très étendu des essais préconisés par les normes, recommandations, directives, cahiers des charges, conduit à l'existence d'une grande variété d'enceintes climatiques, mettant en œuvre différents procédés de génération d'humidité.

Les enceintes couramment caractérisées en température et humidité relative sont :

- les enceintes ventilées ;
- les zones de stockage ou d'essai à température et humidité contrôlées.

#### 8.2.3. Autres types d'enceintes

Il existe d'autres types d'enceintes, pour des applications spécifiques, ne rentrant pas dans le cadre des documents normatifs actuels : les enceintes sous vide, haute pression, pollution industrielle, etc. Les méthodes de caractérisation de ces moyens ne sont pas décrites dans ce document ; elles pourront faire l'objet de méthodes internes, développées par les laboratoires candidats à l'accréditation, dans le cadre ou hors du champ d'application du présent guide.

### 8.3. Moyens de mesure

#### 8.3.1. Vitesse de l'air

Quel que soit son principe de mesure, l'anémomètre utilisé en enceinte sera omnidirectionnel, discret et de faible temps de réponse (par exemple, l'anémomètre thermique omnidirectionnel, parfois appelé à boule chaude ou à sphère chaude).

A ce jour, il n'existe pas de documentation technique reconnue explicitant ces instruments.

#### 8.3.2. Humidité relative

Les principaux types d'hygromètres utilisés pour la détermination de l'humidité relative dans les enceintes sont :

- l'hygromètre à condensation ;
- l'hygromètre à variation d'impédance ;
- le psychromètre.

Ces moyens de mesure sont explicités dans le document LAB GTA 17 et dans les normes afférentes.

#### 8.3.3. Température

Les principaux types de capteurs thermométriques utilisés pour la caractérisation et vérification des enceintes sont :

- les thermomètres à résistance de platine (généralement utilisées jusqu'à 400°C) ;
- les couples thermoélectriques (généralement utilisés au-delà de 400°C).

Ces moyens de mesure sont explicités dans le document LAB GTA 08 et dans les normes afférentes.

D'autres capteurs peuvent être utilisés pour la caractérisation. Dans tous les cas, la cohérence entre leurs caractéristiques et les besoins est demandée. En particulier, quels que soient les capteurs utilisés :

- les incertitudes de mesure prendront en compte les spécificités des capteurs (intrinsèques, utilisation) et seront compatibles avec les besoins des clients ;
- le temps de réponse des capteurs dans l'air sera évalué afin de s'assurer qu'il est adapté au phénomène observé, en particulier vis à vis de la période de régulation et/ou vis à vis de la caractéristique temporelle des événements observés lors de la caractérisation : ouverture de porte, variation de température, coupure secteur, spécimens, etc.
  - En régime établi : la détermination de l'amplitude de la régulation est affectée par le temps de réponse du capteur (voir § 4.2 de la norme NF EN 60068-3-5 et § 13 du FD X 15-140).
  - En régime transitoire :
    - Température :

le temps de réponse du capteur de température sera évalué afin de vérifier sa compatibilité avec la vitesse de variation spécifiée de la température. Le temps de réponse limite les vitesses maximales qu'il est possible de mesurer (à titre informatif, se référer à l'annexe C de la norme FD V 08-601 et la prescription ASTM E644).
    - Humidité relative :
      - lorsque l'humidité relative est calculée, le temps de réponse à prendre en compte est celui de l'instrument le plus lent ;
      - l'appréciation des variations de la température et de l'humidité relative peut se faire par une méthode directe (par exemple en utilisant un hygromètre à variation d'impédance déterminant directement l'humidité relative).

### 8.3.3.1. Capteurs à résistance de platine

Les capteurs les plus couramment utilisés sont de type Pt 100 (100  $\Omega$  à 0°C). Leurs caractéristiques sont données par exemple dans la norme NF EN 60751.

### 8.3.3.2. Couples thermoélectriques

Les capteurs les plus couramment utilisés sont de :

- type T Cuivre/ Cuivre-Nickel
- type J Fer / Cuivre-Nickel
- type K Nickel-Chrome / Nickel-Aluminium
- type N Nicrosil-Nisil

Leurs caractéristiques sont données dans les normes NF EN 60584-1, NF EN 61515 et AMS 2750.

Dans l'évaluation de l'incertitude de mesure, il convient de prendre en compte, par des essais ou par l'exploitation de sources bibliographiques :

- l'influence de la température de l'environnement sur l'électronique associée au capteur et sur la ligne de mesure par rapport aux conditions d'étalonnage ;
- l'influence de l'environnement électromagnétique de l'enceinte sur le signal mesuré ;
- l'influence de l'hétérogénéité du fil sur l'ensemble de la ligne de mesure placée à l'intérieur de l'enceinte et plus particulièrement dans les zones à fort gradient de température.

## 8.4. Présentation des caractéristiques mesurées

En préambule, il est important de préciser que les recommandations métrologiques liées aux caractéristiques mesurées sont indiquées dans les guides techniques d'accréditation en température (LAB GTA 08) et en hygrométrie (LAB GTA 17).

Les principaux paramètres présentés ci-dessous sont issus de la normalisation. Les méthodes associées pour leur évaluation sont également précisées dans les normes associées (ex : FD X 15-140, NF EN 60068-3-11, etc.) notamment en terme de durée du mesurage, nombre de mesures, emplacement des capteurs, etc.

### 8.4.1. En régime établi

Les principaux paramètres mesurés en régime établi sont les suivants :

- homogénéité ;
- stabilité ;
- écart de consigne (le cas échéant ; voir NOTE 2) ;
- erreur d'indication : il s'agit de la différence entre la valeur moyenne de **l'indicateur d'environnement** et la valeur moyenne de chaque paramètre d'environnement mesuré dans l'espace de travail (FD X 15 140).

#### NOTE 1 :

- **L'indicateur d'environnement** est un équipement associé au système de régulation de l'enceinte, affichant les paramètres internes de l'enceinte (température et/ou humidité relative), comme défini dans le FD X 15 140 ;
- **le témoin d'environnement** est un instrument indépendant du système de régulation de l'enceinte, associé à l'équipement ou ajouté par l'utilisateur (par exemple pour gérer des alarmes). Ce témoin d'environnement, destiné au suivi de l'enceinte au cours du temps par rapport aux critères d'acceptation fixés et pour une utilisation donnée, est positionné à **un poste fixe** choisi par l'utilisateur et est associé de **manière permanente et exclusive** à une enceinte définie ;
- **l'erreur d'indication du témoin d'environnement** est déterminée de la même façon que pour l'indicateur d'environnement et ne fait pas l'objet d'une ligne de portée spécifique. Le rapport de résultats ne doit pas présenter d'ambiguïté sur la définition de(s) erreur(s) d'indication

présentée(s) dans le rapport (indicateur ou témoin d'environnement, avec le cas échéant l'identification de l'équipement utilisé et sa position dans l'enceinte) ;

- **déterminer l'erreur d'indication ne constitue pas un étalonnage, mais contribue à la surveillance des performances de l'enceinte ;**
- le suivi de l'indicateur d'environnement (ou thermomètre de contrôle) permet d'apprécier la dérive éventuelle d'une enceinte, par exemple selon la FDV 08-601.

**NOTE 2 :** Si le réglage de consigne n'est pas gradué en température, il n'est pas possible de définir la notion « d'écart à la consigne » conformément aux référentiels. Un rapport peut toutefois être émis sans donner de résultat sur ce paramètre.

#### 8.4.2. En régime transitoire

Il s'agit de tout autre état que le régime établi. Les définitions ci-dessous sont issues du fascicule FD X 15-140.

##### 8.4.2.1. Vitesse de variation non contrôlée

C'est la caractéristique de l'aptitude de l'enceinte à passer d'une valeur d'un ou de plusieurs paramètres à une autre dans un intervalle de temps sans que celui-ci fasse l'objet d'une consigne autre que celle de la valeur finale du paramètre.

##### 8.4.2.2. Vitesse de variation contrôlée

Cela correspond à la caractéristique de l'aptitude de l'enceinte à passer d'une valeur d'un ou de plusieurs paramètres à une autre dans un intervalle de temps programmé (par une vitesse de variation ou par un intervalle de temps et un écart de température ou d'hygrométrie).

##### 8.4.2.3. Dépassement transitoire

C'est la différence entre la valeur extrême indiquée en régime transitoire et la valeur indiquée en réponse à un échelon spécifié de la grandeur mesurée.

##### 8.4.2.4. Temps de récupération

Le temps de récupération est la durée nécessaire pour que l'environnement retrouve les valeurs d'environnement en régime établi ou dans l'intervalle des EMT après un événement tel que ouverture de porte, coupure de courant, etc. (l'enceinte étant initialement dans les conditions de régime établi).

### 8.5. Estimation des incertitudes de mesure

#### 8.5.1. Définition

Une mesure est accompagnée de l'unité et de l'incertitude de mesure, qui indique le degré de connaissance de la grandeur mesurée.

Les incertitudes proviennent de l'identification et de la quantification de l'ensemble des facteurs susceptibles d'influencer le résultat du mesurage (cf. §9.2 du LAB REF 02).

Ce chapitre concernant l'estimation des incertitudes s'inspire du "Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure" (Guide ISO 98-3 ou JCGM 100), des documents FD X 07-028 pour la température et FD X 15-120 pour l'humidité. Il n'exclut pas l'application formelle desdits documents de référence. De la même manière, les laboratoires peuvent adopter la démarche présentée dans le document EA 4-02 et ses compléments.

### 8.5.2. Incertitudes liées aux instruments de mesure

Les méthodes d'estimation sont décrites en détail dans les normes et guides techniques d'accréditation correspondants pour la température et l'humidité :

- température : fascicule FD X 07-028 et guide COFRAC LAB GTA 08 ;
- humidité : fascicule FD X 15-120 et guide COFRAC LAB GTA 17.

Pour la vitesse d'air, il n'existe pas de documentation technique reconnue.

### 8.5.3. Incertitude associée à l'équipement en essai

Les méthodes d'évaluation des incertitudes de mesures associées à la caractérisation de l'équipement (homogénéité, stabilité, etc.) sont décrites dans les documents FD X 15-140, NF EN 60068-3-11 et FD V08 – 601.

D'autres paramètres, tels que le rayonnement des parois, la vitesse d'air, le temps de réponse des capteurs ou encore la présence de charges représentatives (« spécimens »), peuvent influencer les mesures et impacter la détermination des incertitudes associées à la caractérisation.

#### 8.5.3.1. Effet du rayonnement des parois

Le rayonnement des parois influence la température de tous les objets situés dans l'enceinte, à la fois les capteurs de température utilisés pour la caractérisation et éventuellement les charges contenues dans l'enceinte, avec des effets différents selon leurs caractéristiques propres.

Les paramètres à prendre en compte :

La contribution du rayonnement à la température d'équilibre de l'objet dépend :

- de la température des parois de l'enceinte et de l'objet ;
- des caractéristiques géométriques des parois de l'enceinte et de l'objet ;
- de la nature des matériaux constitutifs des parois de l'enceinte et de l'objet ;
- de la position relative de l'objet par rapport aux parois (distance, orientation) ;

Les capteurs de température et les spécimens étant des objets de caractéristiques et de positions différentes, l'influence du rayonnement sur chacun d'eux est différente.

Quantification de l'erreur de mesure associée :

La mesure de la température des charges contenues dans l'enceinte ne fait pas partie du programme de caractérisation, mais l'effet du rayonnement des parois sur les capteurs de température constitue une source d'erreur de mesure de la température de l'air. Selon les cas, cette erreur de mesure peut être tout à fait négligeable ou au contraire prépondérante.

Pour quantifier cette erreur de mesure, il est nécessaire de mesurer le rayonnement des parois dans l'enceinte considérée et de déterminer l'erreur de mesure associée, spécifique aux capteurs de température mis en œuvre, à leur distance aux parois, à leur orientation et à la température considérée.

Une quantification correcte de cette influence, afin de la prendre en compte dans le bilan des incertitudes de mesure, requiert donc une détermination expérimentale conséquente. Pour cela, le programme de caractérisation demandé par l'utilisateur de l'enceinte devrait comporter la détermination du rayonnement et de la vitesse d'air. La composante d'incertitude associée au rayonnement pourra alors être déterminée à l'aide des résultats expérimentaux obtenus sur l'enceinte considérée. Cependant, selon le type d'enceinte utilisé (enceintes à compartiments, par exemple), cet essai peut être difficile à réaliser.

Une alternative est de déterminer la composante d'incertitude par des essais réalisés sur une enceinte similaire, dans des conditions semblables en termes de température de fonctionnement, de charge, d'équipements de mesure, etc.

En l'absence de ces déterminations, si l'incertitude associée n'est pas prise en compte dans le bilan des incertitudes de mesure de la température de l'air, cela devra être explicitement indiqué dans le rapport de résultats.

Dans tous les cas, pour limiter les effets de parois de l'enceinte, une distance minimale de 5 cm (entre la paroi et le capteur) est recommandée pour toutes les enceintes y compris celles de volume inférieur à 1 m<sup>3</sup> (NF EN 60068-3-5, applicable également pour le FD X 15 140).

#### 8.5.3.2. Effet de la vitesse de l'air

C'est un paramètre complexe à mesurer, qui dépend notamment du taux d'occupation de l'enceinte et de la manière dont le volume est occupé. Sa mesure en présence de spécimen est très difficile, l'une des difficultés pour mesurer la vitesse de l'air étant de connaître la direction du flux d'air (un anémomètre omnidirectionnel est nécessaire).

Si la vitesse de l'air est donnée à titre indicatif dans le rapport d'essai en tant que « condition d'essai » (par exemple dans le cas de la norme NF EN 60068-3-7), l'incertitude associée n'est pas à prendre en compte.

Par contre, si la vitesse de l'air fait l'objet de la caractérisation (par exemple §12 du FD X 15-140), il convient que l'incertitude soit estimée et indiquée dans le rapport.

**NOTE** : La norme NF EN 60068-3-7 impose le mesurage de vitesse de l'air sur la charge comme condition d'essai. Cette norme s'applique pour les chambres d'essais en température avec présence de charges ; cette mesure ne peut être considérée comme optionnelle, contrairement au §12 du FD X 15-140.

Les laboratoires n'effectuant pas ce mesurage sont renvoyés vers la norme NF EN 60068-3-5 qui demande, pour les essais de performance en température non réalisables à vide, de signaler qu'il n'est pas possible de vider totalement l'enceinte.

#### 8.5.4. Évaluation des incertitudes sur site

Il est recommandé que la procédure d'évaluation des incertitudes de mesures sur site et de leur dégradation en fonction de l'environnement soit fournie dans la documentation technique. Des exemples d'essais représentatifs de l'activité du laboratoire, dans le cadre du projet d'accréditation, sont souhaités.

L'environnement correspond ici aux conditions ambiantes en essai de l'électronique de mesure de l'instrumentation du laboratoire.

#### 8.5.5. Présentation du bilan des incertitudes

Il convient que le laboratoire fasse apparaître, pour chaque méthode, dans la documentation technique :

- la liste des composantes d'incertitude identifiées (même celles qui seront estimées négligeables ultérieurement) et le modèle de mesure au sens du document EA 4-02 ;
- la méthode employée pour affecter une valeur à chacune des composantes. Si l'explication nécessite un développement important, il peut être renvoyé en annexe de la documentation technique.

Des exemples sont présentés dans la norme NF EN 60068-3-11 § 9 et § 10.

## 8.6. Déclaration de conformité

### 8.6.1. Généralités

La vérification a pour objet de comparer les résultats obtenus lors de la caractérisation avec des spécifications de l'enceinte et de conclure quant à la conformité ou à la non-conformité de l'enceinte pour chacune des spécifications.

Les spécifications ou exigences spécifiées peuvent porter sur les paramètres suivants (noté  $x_{air}$  dans la suite du document) :

- température de l'air ;
- humidité relative de l'air ;
- vitesse de variation en température ;
- vitesse de l'air ;
- effet du rayonnement des parois.

Ces spécifications peuvent être exprimées sous la forme d'EMT (voir § 3.24 du FD X 15-140), symétriques par rapport à une valeur désirée, ou sous la forme d'une limite unique (par exemple : température inférieure à  $-70^{\circ}\text{C}$  pour un congélateur dont la température désirée est  $-80^{\circ}\text{C}$ ).

Si l'équipement en essai est détecté comme non conforme avant la rédaction du rapport de vérification, le client peut décider de remettre l'équipement en conformité, par exemple par un réglage de consigne, une modification de l'espace de travail, etc. Les opérations réalisées pour la mise en conformité sont alors réalisées et validées par l'utilisateur de l'enceinte et consignées par écrit dans un amendement de la revue de contrat, afin d'établir les différences de configuration de l'équipement en essai entre la première caractérisation et la suivante. A la suite de l'opération de mise en conformité, un nouvel essai de vérification est conduit pour pouvoir statuer sur la conformité. Les résultats de caractérisation avant et après l'opération de mise en conformité doivent être consignés dans le rapport (ou dans deux rapports distincts clairement identifiés).

### 8.6.2. Règles de conformité et jugement

En l'absence de règle de conformité spécifique définie par le client et formalisée lors de la demande, la conformité d'une enceinte est établie selon les règles suivantes :

- Vérification selon le fascicule FD X 15-140 :

La règle de conformité est définie dans le fascicule FD X 15-140 : l'enceinte est déclarée conforme si, pour chaque paramètre spécifié, la moyenne de toutes les mesures  $x_{mj}$  de chaque capteur et son incertitude élargie  $U_{mj}$  associée appartient à l'intervalle des EMT situé autour de la valeur spécifiée<sup>1</sup> :

$$\forall j=1 \text{ à } N, (x_{mj} \pm U_{mj}) \in [x_{co} - EMT_{min} ; x_{co} + EMT_{max}]$$

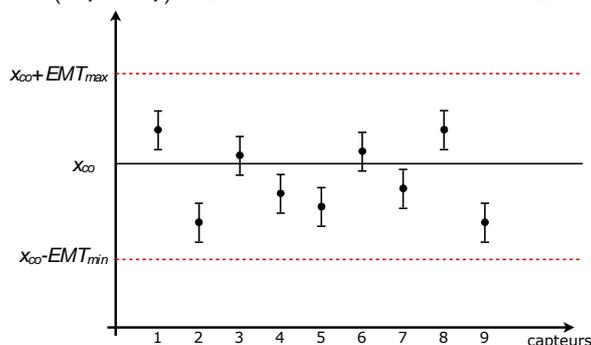


Figure 1 - Exemple d'enceinte conforme selon le fascicule FD X 15-140

<sup>1</sup> Voir § 15.2 du FD X 15-140

- Vérification selon la norme NF EN 60068-3 :

La règle de conformité n'est pas formellement définie dans la norme NF EN 60068-3-11.

L'interprétation qui découle des éléments de la norme est la suivante : l'enceinte est déclarée conforme si la valeur moyenne du paramètre  $x_{air}$ , augmentée ou diminuée de l'incertitude associée  $U(x_{air})$ , appartient à l'étendue des erreurs maximales tolérées :

$$(x_{air} \pm U(x_{air})) \in [x_{co} - EMT_{min} ; x_{co} + EMT_{max}]$$

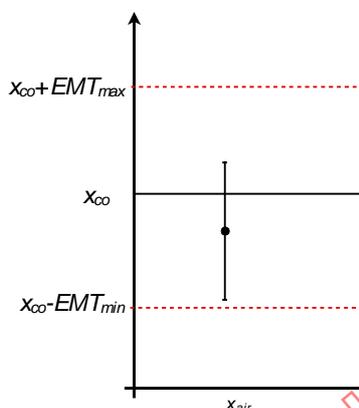


Figure 2 - Exemple d'enceinte conforme selon l'équation proposée pour la norme NF EN 60068-3-11

Le document NF EN 60068-3-11 décrit le calcul de l'incertitude  $U(x_{air})$  associée à la détermination de la température ou de l'humidité relative de l'air :

**8.6.3. au § 9 : incertitudes de mesure de la température provenant des résultats de mesure et de l'annexe A tableau A1 ;**

**8.6.4. au § 10 : incertitudes de mesure de l'humidité relative provenant des résultats de mesure et de l'annexe A tableau A2.**

L'incertitude  $U(x_{air})$  est obtenue par :

$$U(x_{air}) = 2 \cdot \sqrt{u_c^2 + s_{j,max}^2 + s_d^2 + \frac{s_R^2}{N \cdot n}}$$

Avec :

- $u_c$  : composante "instrumentale" de l'incertitude, c'est-à-dire associée aux instruments utilisés pour les mesures de température ou d'humidité relative ;
- $s_{j,max}$  : dispersion maximale autour des valeurs moyennes calculées, en température et humidité relative, pour chaque sonde (écart type) ;
- $s_d$  : dispersion sur la détermination de la température ou de l'humidité relative de l'air, en prenant l'écart-type le plus défavorable des valeurs instantanées mesurées ou calculées ;
- $s_R$  : écart-type de l'ensemble des mesures ;
- $N$  : nombre de capteurs utilisés ;
- $n$  : nombre de mesures par capteur.

**NOTE 1 :** cette incertitude est légèrement différente du terme  $U(x_{air})$  calculé dans le fascicule de documentation FD X 15-140, dans lequel le calcul de la dispersion sur la détermination de la température ou de l'humidité relative de l'air réalisé en régime établi prend en compte l'écart-type des valeurs moyennes des mesures, alors que pour la norme NF EN 60068-3-11, il s'agit de l'écart-type de la série de mesures la plus défavorable.

**NOTE 2 :** les exemples de calculs présentés dans la norme NF EN 60068-3-11 ne prennent en compte que 8 sondes ; en effet, ces calculs sont issus de la norme NF EN 60068-3-7 qui est une norme d'essai d'environnement avec un spécimen bien défini. Or, concernant les enceintes de stockage (réfrigérateurs, congélateurs, étuves, etc.), il ne paraît pas approprié de prendre en compte les recommandations de cette norme pour le choix du nombre de sondes à positionner dans l'enceinte, mais plutôt celles des normes NF EN 60068-3-5 (température) et NF EN 60068-3-6 (humidité relative), aussi bien à vide qu'en charge (minimum 9 capteurs pour des volumes inférieurs à 2 m<sup>3</sup> et 15 capteurs pour des volumes compris entre 2 m<sup>3</sup> et 20 m<sup>3</sup>).

**NOTE 3 :** la norme NF EN 60068-3-11 indique deux descriptions différentes de l'homogénéité (appelée "gradient" dans les normes NF EN 60068-3, -5 et -6) : celle du chapitre 3.13 d'une part et celle des chapitres 9.1 (température) et 10.2 (humidité relative) d'autre part. Ces deux définitions peuvent conduire à deux interprétations différentes des résultats de la caractérisation. Pour le jugement de conformité, on prendra en compte la définition du chapitre 9.1 pour la température et celle du chapitre 10.2 pour l'humidité relative (pour aboutir à la formule présentée ci-avant).

**NOTE 4 :** quel que soit le référentiel utilisé, les règles décrites ci-dessus pourront être adaptées pour traiter le cas d'une spécification portant sur une valeur limite unique (exemple : température inférieure à - 70°C pour un congélateur dont la température désirée est - 80°C).

#### **8.6.5. Règles en limite de portée**

Au niveau de la revue de demande, la température visée doit être incluse dans la portée accréditée. Par ailleurs, les instruments utilisés doivent avoir une plage de fonctionnement plus large que les températures mesurées.

Si les températures mesurées sont hors de la portée d'accréditation, elles peuvent être mentionnées dans le rapport d'essai en étant identifiées en tant que telles.

Dans tous les cas, les laboratoires sont invités à se reporter au LAB REF 02 concernant l'émission des rapports sous accréditation et les déclarations de conformité.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

## 9. FOURS

Le principe de caractérisation des fours est comparable à celui des enceintes thermostatiques, avec toutefois des exigences spécifiques, décrites précisément dans les normes relatives au domaine d'application.

### 9.1. Domaine d'application

La vérification sur site de fours peut être effectuée selon la liste non exhaustive suivante :

- L06-450 : Installation de traitement thermique  
La présente norme expérimentale remplace la RF Aéro 901.20 pour tout ce qui concerne la pyrométrie des installations de traitement thermique. Les recommandations de la RF Aéro 901.20 restent valides pour les autres sujets qu'elle traite.
- AMS2750 : Aerospace Material Specification, pyrometry.

Dans le principe, les normes FD X 15-140, NF EN 60068-3-5, NF EN 60068-3-6, NF EN 60068-3-7 et NF EN 60068-3-11 peuvent être adaptées à la caractérisation et vérification des fours. Il convient cependant que le laboratoire s'assure auprès de l'utilisateur que l'application dérivée de ces référentiels est en accord avec ses contraintes.

### 9.2. Équipements soumis à essais

Les principaux types de fours caractérisés sont (liste non exhaustive):

- les fours à moufle ;
- les fours à passage ;
- les fours à cloche.

Les classes des fours sont fondées sur les exigences minimales d'uniformité et de stabilité de température dans l'espace et dans le temps.

Les types d'instrumentation sont fondés sur les classes et les volumes des fours.

Les fréquences des contrôles d'uniformité de température dépendent de la classe du four et du type d'instrumentation associé.

Il convient que la revue de contrat soit explicite sur ces éléments.

### 9.3. Moyens de mesure

#### 9.3.1. Généralités

- cf. § 9.3.2
- L'utilisation de couples thermoélectriques en métaux nobles est impérative pour les températures supérieures à 1200 °C.

#### 9.3.2. Critères applicables aux instruments de mesure utilisés

Des prescriptions particulières relatives à l'utilisation des étalons de référence, étalons de travail et instruments dédiés aux caractérisations sont définies dans la norme AMS 2750. Elles dépendent du type de thermocouple et de la fréquence d'utilisation.

### 9.4. Présentation des caractéristiques mesurées

Les principales définitions des caractéristiques mesurées sont disponibles dans les normes applicables dans le domaine (cf. § 9.1), et concernent en particulier l'exactitude de l'instrumentation en température des fours caractérisés et l'homogénéité des températures à l'intérieur de l'espace de travail.

## **9.5. Estimation des incertitudes**

Voir § 9.5. La politique du document Cofrac LAB REF 02 s'applique ; voir en particulier le paragraphe 9.2.3.2.2.

## **9.6. Déclaration de conformité**

La conformité des fours peut être prononcée selon les normes en vigueur dans le domaine ou sur la base de spécification en accord avec le client. Par exemple, des classes sont définies dans les référentiels L06-450 et AMS2750.

Il est à noter que dans les référentiels L06-450 et AMS2750, les incertitudes ne sont pas prises en compte dans l'évaluation de la conformité de l'installation.

## **9.7. Archivage lié aux enregistrements électroniques**

Des exigences particulières en matière de dématérialisation des données sont décrites dans le document AMS 2750.

# **10. BAINS THERMOSTATES**

## **10.1. Domaine d'application**

La caractérisation des bains thermostatés ne fait pas l'objet de documents normatifs. Elle peut être effectuée selon une méthode interne s'inspirant des normes utilisées pour la caractérisation des enceintes thermostatiques dans l'air, en tenant compte des spécificités des liquides utilisés et des performances attendues des bains (stabilité et homogénéité) dans le choix des équipements de mesure.

En général, les bains thermostatés destinés à l'étalonnage de capteurs ne relèvent pas du domaine d'application car ils présentent des performances incompatibles avec les méthodes et outils de caractérisation considérées.

Les recommandations concernant la caractérisation des milieux de comparaison destinés aux étalonnages sont disponibles dans le fascicule de documentation FD X 07-028.

## **10.2. Équipements soumis à l'essai**

Il s'agit principalement de bains chauffés ou refroidis, munis d'un système de régulation de la température, utilisés comme générateurs de conditionnement de produit dans des laboratoires d'essais, d'analyses ou d'application industrielle (par exemple, conservation d'éprouvettes de béton ou mortier suivant NF EN 12390-2). Ces bains peuvent être de volumes très variables (de quelques litres à plusieurs m<sup>3</sup>).

## **10.3. Moyens de mesure**

Voir § 9.3.2.

## **10.4. Présentation des caractéristiques mesurées**

Voir § 9.4.

## **10.5. Estimation des incertitudes**

Voir § 9.5.

## 10.6. Méthode

En l'absence de méthode normative, la méthode est interne au laboratoire et, à ce titre, doit être validée. Le nombre de capteurs et leur emplacement sera judicieusement choisi en fonction du volume et de la technologie du bain (en particulier, le mode d'agitation et le mode de chauffage/refroidissement du liquide) de manière à observer les gradients les plus forts dans l'espace de travail déterminé par l'utilisateur. Il convient que la revue de contrat et la procédure intègrent ces éléments techniques.

Pour les bains de forme et de dimensions standards chez ses clients, le laboratoire définira dans une procédure les dispositions en termes de nombre de capteurs utilisés en fonction du volume du bain, avec leur implantation dans l'espace de travail, en prenant en considération les fuites thermiques des capteurs.

Pour les cas plus complexes ou moins fréquents (très grands volumes, bains industriels à usage spécifique, etc.), ces éléments seront précisés lors de la revue de contrat.

## 10.7. Présentation des résultats

Sur le rapport d'essai, le laboratoire précisera les caractéristiques du fluide utilisé :

- la nature du liquide ;
- les conditions d'utilisation ;
- le niveau de remplissage ;
- l'indication de la vitesse d'agitation (le cas échéant).

## 11. PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES

Conformément aux préconisations du § 5.9 de la norme NF EN ISO/CEI 17025, il convient que le laboratoire apporte des éléments établissant la qualité des résultats d'essais en participant périodiquement à des comparaisons interlaboratoires, et qu'il exploite les résultats de celles-ci.

En l'absence de programmes de comparaison organisés, par des organismes tiers, pour les essais de caractérisation des enceintes, il est recommandé que les laboratoires planifient des comparaisons, et organisent ou participent à des comparaisons (bilatérales ou plus) pour chaque grandeur mesurée (température, humidité) :

- avant la demande initiale ;
- au cours du cycle d'accréditation ;
- pour une demande d'extension majeure.

Dans le cas d'une demande d'extension mineure, celle-ci ne remettant pas en cause les méthodes et équipements du laboratoire, ce dernier peut démontrer la maîtrise sans recourir à une comparaison.

Afin de faciliter l'interprétation des comparaisons, il est recommandé que trois laboratoires au moins y participent (les comparaisons bilatérales constituent une alternative acceptable, s'il est difficile de trouver plusieurs laboratoires pour un domaine d'essai donné).

Ces comparaisons ont pour objet d'évaluer l'aptitude des laboratoires à mettre en œuvre la méthode d'essai normalisée (FD X 15-140, NF EN 60068-3) ou une méthode interne directement adaptée de ces documents, en considérant que les équipements de mesure sont suivis métrologiquement, que les logiciels ont été validés, que les incertitudes de mesure ont été quantifiées de manière correcte et que ces trois points ont fait l'objet d'une évaluation par d'autres moyens que des comparaisons.

Les principaux éléments que ces comparaisons peuvent permettre d'évaluer, sont :

1. la reproductibilité de la mise en œuvre sur le terrain : choix des sondes et de la position des sondes, choix de la période d'enregistrement, etc.
2. la cohérence des équipements de mesure utilisés (types de capteurs, incertitudes, temps de réponse, etc.)

Dans le cas idéal, une comparaison réalisée séparément par les différents laboratoires, sur une enceinte reproductible, permettrait de vérifier principalement le point 1, décrit ci-dessus, tandis qu'une comparaison simultanée permettrait d'analyser le point 2. Dans la pratique, il n'est pas toujours possible que les différents intervenants puissent réaliser cette double prestation.

En raison des diversités des domaines couverts par les différents laboratoires accrédités, le laboratoire est invité à planifier les comparaisons de manière à couvrir sa portée d'accréditation, en tenant compte des spécificités telles que les fours, les bains, etc.

Il est recommandé de réaliser des comparaisons "non simultanées" (chaque laboratoire réalise la caractérisation de l'équipement en l'absence des autres participants). Si une comparaison est réalisée avec une instrumentation simultanée de l'enceinte par les laboratoires participants, un traitement des résultats "en aveugle" par les laboratoires sera privilégié, depuis l'étape de détection du régime établi jusqu'à l'édition du rapport.

Pour répondre au mieux aux objectifs des comparaisons, les préconisations pour la réalisation des essais d'une part et leur interprétation d'autre part sont définies ci-dessous.

### **11.1. Réalisation des essais**

Les laboratoires participants (avec idéalement un laboratoire pilote) définissent le type d'enceinte, le nombre de points de consigne et les valeurs de consigne en fonction de leurs besoins spécifiques.

- Dans le but d'évaluer efficacement leurs pratiques, il est recommandé que les caractérisations soient réalisées séparément (*et non pas simultanément*) par les laboratoires participants.
- Afin d'assurer des conditions comparables dans l'enceinte utilisée pour la comparaison :
  - L'enceinte choisie est stable, de caractéristiques connues ;
  - L'enceinte utilisée est munie d'un régulateur performant, possédant une indication et une consigne en température (pour une enceinte thermostatique) et/ou en humidité (pour une enceinte climatique), afin de limiter les problèmes de reproductibilité de la machine, liés aux arrêts et démarrages. À défaut, les participants s'assureront que le réglage de l'enceinte est identique pour les caractérisations réalisées par chacun de participants ;
  - Les caractérisations par les laboratoires participants sont réalisées dans un délai réduit ;
  - En présence d'une charge (charge réelle ou spécimen), celle-ci est identique pour tous les laboratoires participants, et décrite de manière détaillée dans le protocole de comparaison puis dans le rapport de comparaison.  
Afin d'éviter toute influence d'une évolution de la charge, il est préférable que l'enceinte soit vide.
  - Les participants ont la responsabilité de s'assurer du fonctionnement correct et reproductible de l'enceinte, en observant en particulier l'absence de givre ou de glace, l'absence de cycles de dégivrage, etc.
- Afin de permettre un traitement pertinent des résultats :
  - L'espace de travail ainsi que le nombre de capteurs à installer sont précisés au préalable et communiqués aux laboratoires participants. Le cas échéant, les positions approximatives des sondes sont définies (en particulier dans le cas d'une enceinte contenant des tiroirs ou des tablettes) ;
  - La période d'enregistrement est fixée dans le protocole de la comparaison, elle est de 30 minutes au moins et comprend au moins 3 cycles entiers de régulation de l'enceinte (avec scrutation au maximum toutes les minutes) ;
  - Les laboratoires participants ont des composantes instrumentales de l'incertitude de

mesure du même ordre de grandeur ;

- Dans tous les cas, il est suggéré que les traitements des données (détermination du régime établi, calcul des moyennes, etc.) soient réalisés par chaque participant de manière indépendante et non concertée (même si l'instrumentation a été réalisée en simultané dans l'enceinte), avant d'être fournis au pilote de la comparaison.

## 11.2. Traitement proposé

Le traitement proposé comporte cinq étapes, présentées dans le tableau 4 ci-après. Ce traitement peut être réalisé quelle que soit la méthode de caractérisation mise en œuvre par les laboratoires (ce traitement n'est pertinent que si tous les laboratoires participants utilisent la même méthode).

Si une ou plusieurs des étapes conduisent à une analyse des causes (4<sup>ème</sup> colonne du tableau 4), les laboratoires participants doivent réaliser les actions nécessaires et démontrer les preuves de leur efficacité, par les moyens adaptés (validations internes complémentaires, réalisation d'une nouvelle comparaison, etc.).

**NOTE** : si la comparaison implique 3 laboratoires ou plus, les écarts normalisés sont calculés pour chaque paire de laboratoires.

Étape	OBJECTIF	METHODE PROPOSEE	<i>Analyse détaillée des causes par les laboratoires participants dans le cas où : ...</i>
1	Examen de la cohérence de la répartition des températures et humidités relatives	Observation du graphique par sonde	<i>... les zones chaudes et les zones froides ne sont pas identiques.</i>
2	Examen de la cohérence du jugement de conformité	Comparaison des conformités établies par les laboratoires	<i>... les conformités déclarées ne sont pas identiques.</i>
3	Examen de la cohérence des résultats par capteur	Calcul de l'écart normalisé entre les températures moyennes de chaque capteur. Le calcul de cet écart normalisé est réalisé avec la <u>formule n°1</u>	<i>... il existe au moins une valeur de j telle que <math>E_{n,j} &gt; 1</math> ou <math>E_{n,j} &lt; -1</math></i>
4	Examen de la cohérence de la température et de l'humidité relative de l'air	Calcul de $\theta_{air}$ et de $U_{w air}$	<i>... les valeurs moyennes des différents laboratoires ne sont pas cohérentes entre elles.</i>
5	Conclusion globale		

**Tableau 4 : Traitement proposé**

En complément des étapes proposées, les laboratoires peuvent également comparer les écarts observés par les laboratoires participants pour l'écart de consigne d'une part et pour l'erreur d'indication d'autre part.

**Formule n° 1** : Écart normalisé des valeurs de chaque capteur (on suppose qu'un même indice j correspond à la même position de capteur de tous les laboratoires participants), formule utilisée à l'étape n°3 :

$$E_{n,j} = \frac{\bar{x}_{j,labo\ n^{\circ}1} - \bar{x}_{j,labo\ n^{\circ}2}}{2 \cdot \sqrt{u^2_{cj,labo\ n^{\circ}1} + \frac{s^2_{j,labo\ n^{\circ}1}}{n_{labo\ n^{\circ}1}} + u^2_{cj,labo\ n^{\circ}2} + \frac{s^2_{j,labo\ n^{\circ}2}}{n_{labo\ n^{\circ}2}}}}$$

Où

- $x_j$  est la température ou l'humidité relative moyenne d'un point de mesure dans l'enceinte ;
- $u_{cj,labo\ n^{\circ}1}$  est la composante "instrumentale" de l'incertitude-type de mesure de la température au point j, pour le laboratoire n°1 (id entique à la définition du FD X 15-140) ;
- $u_{cj,labo\ n^{\circ}2}$  est la composante "instrumentale" de l'incertitude-type de mesure de la température au point j, pour le laboratoire n°2 ;
- $s_{j,labo\ n^{\circ}1}$  est l'écart-type des mesures fournies par le laboratoire n°1 ;
- $s_{j,labo\ n^{\circ}2}$  est l'écart-type des mesures fournies par le laboratoire n°2 ;
- $n_{labo\ n^{\circ}1}$  est le nombre de mesures fournies par le laboratoire n°1 ;
- $n_{labo\ n^{\circ}2}$  le nombre de mesures du laboratoire n°2 (a priori,  $n_{labo\ n^{\circ}1} = n_{labo\ n^{\circ}2}$ , voir détail en annexe 1).

**NOTE** : dans le calcul de cet écart normalisé, deux composantes sont introduites pour chaque laboratoire : la composante instrumentale d'une part et l'incertitude sur la valeur moyenne à chaque emplacement d'autre part (cette formulation de l'incertitude est intentionnellement différente de la formule proposée dans la FD X 15-140 pour le calcul de  $U_{mj}$ ), voir la justification en annexe.

## 12. RECOMMANDATIONS POUR LES MESURES SUR SITE

### 12.1. Le personnel

#### 12.1.1. Qualification du personnel

Il appartient au laboratoire de démontrer la compétence des opérateurs sur site, particulièrement en ce qui concerne l'interprétation de l'impact des grandeurs d'influence.

Pour ce faire, il est attendu qu'une procédure définissant les critères de qualification soit définie et que les enregistrements relatifs à cette disposition soient conservés. Une matrice de compétences (ou tout autre enregistrement équivalent) distinguant le personnel qualifié pour réaliser des prestations sur site (et sa localisation) sera utilisée.

#### 12.1.2. Surveillance de la qualification du personnel

Compte tenu de la spécificité des activités sur site, le laboratoire mettra en place un processus interne de surveillance technique (personnel, moyen, procédure, etc.) des prestations effectuées sur site.

### 12.2. Traçabilité des mesures sur site

#### 12.2.1. Paramètres d'influence

Il convient que le laboratoire définisse le domaine des conditions ambiantes dans lesquelles les prestations peuvent être réalisées.

Le laboratoire propose le domaine des conditions ambiantes dans lequel il intervient. Il prouve qu'il a les possibilités de mesurer ces conditions ambiantes et qu'il a caractérisé son instrumentation sur l'étendue des conditions d'ambiance revendiquée.

A titre d'exemple, ces paramètres peuvent être : la température, l'humidité, la pression atmosphérique, la tension d'alimentation des équipements et tout autre paramètre susceptible d'influencer le mesurage (CEM, vibration, etc.).

L'influence des paramètres d'ambiance sur le comportement des instruments utilisés sur site sera prise en compte dans l'incertitude de mesure.

### 12.2.2. Moyens d'essai

Les instruments utilisés dans le cadre d'un essai sur site font l'objet d'une confirmation métrologique (étalonnage périodique, étalonnage avant et après une campagne sur site, étalonnage adapté à la durée des campagnes, etc.) et suivent une procédure de surveillance mise en place par le laboratoire.

Il est souhaitable que ces instruments soient repérés comme des équipements de mesure transportables sur site et que les conditions particulières de transport soient décrites.

## 13. PARTICULARITES SUR LA PRESENTATION DES RESULTATS

### 13.1. Établissement d'un rapport d'essai

L'ensemble des informations contenues dans le rapport d'essai est décrit dans les paragraphes 5.10.1, 5.10.2 et 5.10.3 de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et dans le paragraphe 9.2.2.1 du LAB REF 02.

Les modalités d'usage de la marque Cofrac sont décrites dans le document GEN REF 11.

Dans le cadre d'une caractérisation, les éléments suivants sont requis dans le rapport d'essai :

- l'identification de l'enceinte avec sa marque (constructeur), son type, son numéro de série, son numéro d'identification interne le cas échéant ;
- l'identification du demandeur avec la dénomination administrative de l'entreprise, son adresse, le service demandeur au sein de l'entreprise ;
- le lieu de l'intervention (société avec son adresse), qui peut être différent du demandeur et l'identifiant unique du local ou de la salle où est installée l'enceinte ;
- les conditions d'environnement de l'essai (température, humidité, vibrations, pollution, perturbations électromagnétiques, etc.) ;
- les conditions de raccordement aux utilités de l'enceinte (électrique, eau, etc.) d'une part, et des instruments de mesure (électrique) d'autre part ;
- la date de réalisation de chaque essai ;
- la date de rédaction du rapport ;
- le signataire du rapport avec sa fonction ;
- la référence à la méthode de caractérisation (FD X 15-140, NF EN 60068-3-5, etc.) ;
- la référence à la procédure de caractérisation utilisée ;
- la localisation de l'espace de travail caractérisé par rapport au volume intérieur de l'enceinte ;
- le positionnement des capteurs instrumentant l'installation ;
- la description de la charge ;
- la position des événements, cheminées, ouïes et tout autre élément variable de la configuration de l'installation.
- la température et l'humidité désirées par le client ;
- la consigne de l'enceinte ;
- la valeur de l'indicateur d'environnement, s'il existe (interne et/ou externe) ;
- la valeur du témoin d'environnement, s'il existe, et son identification ;
- tous les résultats de mesure traités (tableaux de mesures ou courbes) ;
- les références du raccordement des moyens de mesure ;

- l'incertitude de mesure sur les résultats et l'incertitude instrumentale (selon la méthode de caractérisation);
- l'état des réglages (position des pièces mobiles, offset, décalage de la valeur de consigne, etc.) ;
- etc.

Cette liste ne se substitue pas aux exigences des normes.

Dans le cas d'un réglage de l'enceinte, les résultats avant réglage devront également être fournis. Deux rapports distincts peuvent être réalisés.

Dans le cas d'une caractérisation avec charge, le rapport devra détailler celle-ci : type d'objets, nombre, matériau, volume occupé, nature (en particulier si la charge est active ou si elle est susceptible de générer de l'énergie thermique, un écoulement, de l'humidité, etc.).

Dans le cas d'une vérification, le rapport ou le constat de vérification doit également comporter les mentions suivantes :

- les critères d'acceptation ;
- les écarts hors limites d'erreurs maximales tolérées des points vérifiés avant et après ajustage ;
- le jugement.

### **13.2. Déclaration de conformité**

Il est rappelé qu'une déclaration de conformité peut être incluse dans le rapport d'essai ou faire l'objet d'un document à part, que l'on appelle constat ou rapport de vérification (cf. LAB REF 02).

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

## 14. ANNEXES

### 14.1. Annexe 1 – CIL : Justification du traitement proposé pour l'interprétation des résultats

Cette annexe est purement informative et ne comporte aucune exigence, elle présente le raisonnement qui a conduit au traitement proposé au paragraphe 12.2 pour l'interprétation des comparaisons interlaboratoires.

Le traitement proposé se doit d'être simple (d'un point de vue mathématique) et correct d'un point de vue statistique ; dans l'idéal, il conduit à des interprétations sans équivoque et permet de définir un indicateur *performant*<sup>2</sup>. Ce traitement peut être appliqué à toute enceinte, qu'elle soit extrêmement stable et homogène, ou non (le traitement devrait rester cohérent dans les cas limites).

Le traitement s'appuie préférentiellement sur des données déjà calculées dans le cadre des résultats de la caractérisation, ou immédiatement disponibles, et si possible sans recourir à des données complémentaires.

Pour alléger les notations, le cas traité dans les paragraphes ci-dessous est celui de la température ; la méthode est identique pour l'humidité relative.

Quel que soit le référentiel de caractérisation, les données déjà *a priori* calculées ou rapidement disponibles sont :

- la température moyenne de l'enceinte ( $\theta_{air}$ ) ;
- les températures moyennes aux points de mesure ( $\theta_{mj}$ ) ;
- les incertitudes types de mesures ( $u_{cj}$ ) ;
- les écarts-types de stabilité ( $s_j$ ) ;
- l'incertitude  $U_{mj}$  ;
- le nombre  $N$  de sondes est défini, ainsi que le nombre de mesures par sonde ( $n$ ).

Pour fournir un indicateur simple à interpréter, le traitement de la CIL devrait s'appuyer sur le paramètre calculé le plus *global* possible, ce qui conduit à choisir la température moyenne  $\theta_{air}$ . De plus, le traitement proposé devrait, au regard des habitudes dans le domaine, s'appuyer sur un écart normalisé (d'autres indicateurs existent, mais celui-ci est le plus répandu en étalonnage de thermomètres, activité souvent pratiquée par les prestataires accrédités).

Cependant, l'exploitation du paramètre  $\theta_{air}$  soulève les difficultés suivantes pour le calcul d'un écart normalisé. En effet, l'incertitude associée à  $\theta_{air}$ , dans le FD X 15-140 comme dans la NF EN 60068-3 :

1. reflète en partie la performance du générateur (en homogénéité et en stabilité), qui n'est pas ici un paramètre d'intérêt ;
2. est souvent majorée par l'algorithme même de calcul (prise en compte des écarts-types max., etc.), ce qui conduirait à réduire artificiellement la valeur de l'écart normalisé.

**Conclusion** : la température moyenne de l'air  $\theta_{air}$ , avec son incertitude associée  $U(\theta_{air})$ , n'est pas un paramètre pertinent pour une CIL. En effet, l'incertitude est notablement surévaluée et intègre l'homogénéité du générateur, dont la détermination ne fait pas l'objet de la CIL.

Les paramètres calculés, non impactés par l'homogénéité, sont les  $\theta_{mj}$  (température moyenne à chaque position de l'espace de travail). Cependant, les incertitudes sur les  $\theta_{mj}$  proposées dans la norme ( $U_{mj}$ ) ne sont pas pertinentes pour la CIL, car elles reflètent la stabilité du générateur, dont la détermination n'est pas l'objectif premier de la CIL.

---

<sup>2</sup> Cet indicateur doit détecter des écarts dans la mise en œuvre de la méthode de caractérisation : s'il est toujours *favorable*, cet indicateur n'est pas performant.

Si la méthode de caractérisation est correctement mise en œuvre, le choix de la période de traitement des données assure une reproductibilité des résultats, indépendamment du cycle de régulation de l'enceinte.

Avec un nombre de cycles de régulation suffisamment élevé (minimum trois), la moyenne calculée ne devrait pas être sensible à la durée d'acquisition. La comparaison de deux moyennes temporelles est alors réalisée en tenant compte des écarts-types des moyennes ( $s_r/\sqrt{n}$ ) et des  $u_{c_j}$  :

$$u(\theta_{m_j}) = \sqrt{u_{c_j}^2 + \frac{s_j^2}{n}}$$

L'écart normalisé permettant de comparer la température mesurée en un même point du volume de travail, par deux prestataires différents, est la suivante (calculée pour chaque position  $j$ ) :

$$E_{n,j} = \frac{\bar{x}_{j,labo\ n^{\circ}1} - \bar{x}_{j,labo\ n^{\circ}2}}{2 \cdot \sqrt{u_{c_j,labo\ n^{\circ}1}^2 + \frac{s_{j,labo\ n^{\circ}1}^2}{n_{labo\ n^{\circ}1}} + u_{c_j,labo\ n^{\circ}2}^2 + \frac{s_{j,labo\ n^{\circ}2}^2}{n_{labo\ n^{\circ}2}}}}$$

**NOTE 1 :** les incertitudes  $u_{c_j}$  sont les composantes instrumentales, calculées selon les recommandations du fascicule FD X 15-140 ; elles peuvent être différentes pour chaque valeur de  $j$  (pour chaque capteur).

**NOTE 2 :** les nombres d'acquisitions  $n_{labo\ n^{\circ}1}$  et  $n_{labo\ n^{\circ}2}$  sont a priori identiques lors des essais réalisés dans le cadre de la CIL. S'ils sont différents (par exemple : sur une même durée de caractérisation, un laboratoire dispose d'une acquisition toutes les 30 secondes et un autre laboratoire toutes les 60 secondes), l'application de la formule reste possible.

Cette formule permet de calculer les écarts observés entre les résultats fournis par les deux prestataires, en chaque position des capteurs, en tenant compte de deux sources de variabilité :

- la composante instrumentale de l'incertitude ;
- l'échantillonnage de la valeur moyenne.

L'analyse des résultats de la comparaison demande un niveau de détail suffisant. En effet, plusieurs raisons concomitantes peuvent expliquer que l'écart normalisé  $E_{n_j}$ , calculé pour chaque position de sonde, soit supérieur à 1, comme par exemple :

1. l'incertitude  $u_{c_j}$  est sous-évaluée ;
2. la durée choisie pour la caractérisation ne permet pas d'assurer une convergence de la moyenne<sup>3</sup> ;
3. l'enceinte n'atteint jamais un régime suffisamment stable pour observer des cycles périodiques ;
4. les temps de réponse des capteurs sont différents, et la régulation de l'enceinte est asymétrique (cas des congélateurs et réfrigérateurs par exemple).

Si certaines valeurs d' $E_{n_j}$  sont inférieures à 1 et d'autres supérieures à 1 en valeur absolue, cela peut signifier que :

1. l'homogénéité de l'enceinte est mal déterminée en raison d'un positionnement des sondes différent entre chaque prestataire ;
2. l'homogénéité de l'enceinte n'est pas suffisamment reproductible ;
3. etc.

<sup>3</sup> Cela signifie qu'avec cette durée, le traitement réalisé à partir d'un même fichier présentera des divergences selon le choix de la période horaire choisie.

Les cas 3 et 6 sont des situations où la mauvaise qualité de l'enceinte empêche de conclure quant à l'aptitude des laboratoires. Les cas 1, 2 et 5 sont des situations qui reflètent une maîtrise incomplète de la méthode de caractérisation par les laboratoires.

Un second indicateur est l'équivalence de la décision de conformité (a priori, cet indicateur semble redondant avec le 1<sup>er</sup>, mais la conformité porte en fait sur les deux sondes extrêmes, et "oublie" les autres).

#### **14.2. Annexe 2 – Exemple de traitement d'une comparaison impliquant trois laboratoires.**

Cette annexe présente un exemple de traitement, dans lequel trois laboratoires ont caractérisé une même étuve à 100 °C (en neuf points), en différé, avec une durée d'enregistrement d'une heure.

Les valeurs moyennes relevées sur 60 minutes sont les suivantes, pour les positions repérées A à I.

Position	Températures moyennes (en °C)		
	Labo n°1	Labo n°2	Labo n°3
A	100,25	100,36	100,32
B	100,09	100,00	100,61
C	100,37	100,20	100,13
D	99,96	99,99	100,12
E	100,45	100,65	99,98
F	100,08	100,23	100,03
G	101,49	101,41	100,93
H	100,23	100,23	99,68
I	100,24	100,17	99,96

**Tableau 5 : Moyennes relevées sur 60 minutes pour 3 laboratoires exemples**

La composante instrumentale de l'incertitude est  $u_{cj} = 0,12$  °C pour le laboratoire n°1,  $u_{cj} = 0,08$  °C pour le laboratoire n°2 et  $u_{cj} = 0,09$  °C pour le laboratoire n°3.

Les stabilités sont les suivantes (écart-type des 60 mesures de chaque sonde).

Position	Ecart-type des 60 mesures (en °C)		
	Labo n°1	Labo n°2	Labo n°3
A	0,038	0,018	0,031
B	0,048	0,022	0,032
C	0,040	0,012	0,028
D	0,042	0,013	0,024
E	0,050	0,019	0,029
F	0,041	0,090	0,036
G	0,040	0,042	0,049
H	0,042	0,017	0,054
I	0,038	0,022	0,032

**Tableau 6 : Ecart-types de stabilité pour 3 laboratoires exemples**

**Étape n°1** : Examen de la cohérence de la répartition des températures (examen réalisé sur le graphique par sonde).

Les traits verticaux représentent le terme  $2 \cdot \sqrt{u_{cj,labo}^2 + \frac{S_{j,labo}^2}{n_{labo}}}$ , calculé à l'aide des incertitudes instrumentales définies ci-dessus et des écarts-types de stabilité du tableau 6.

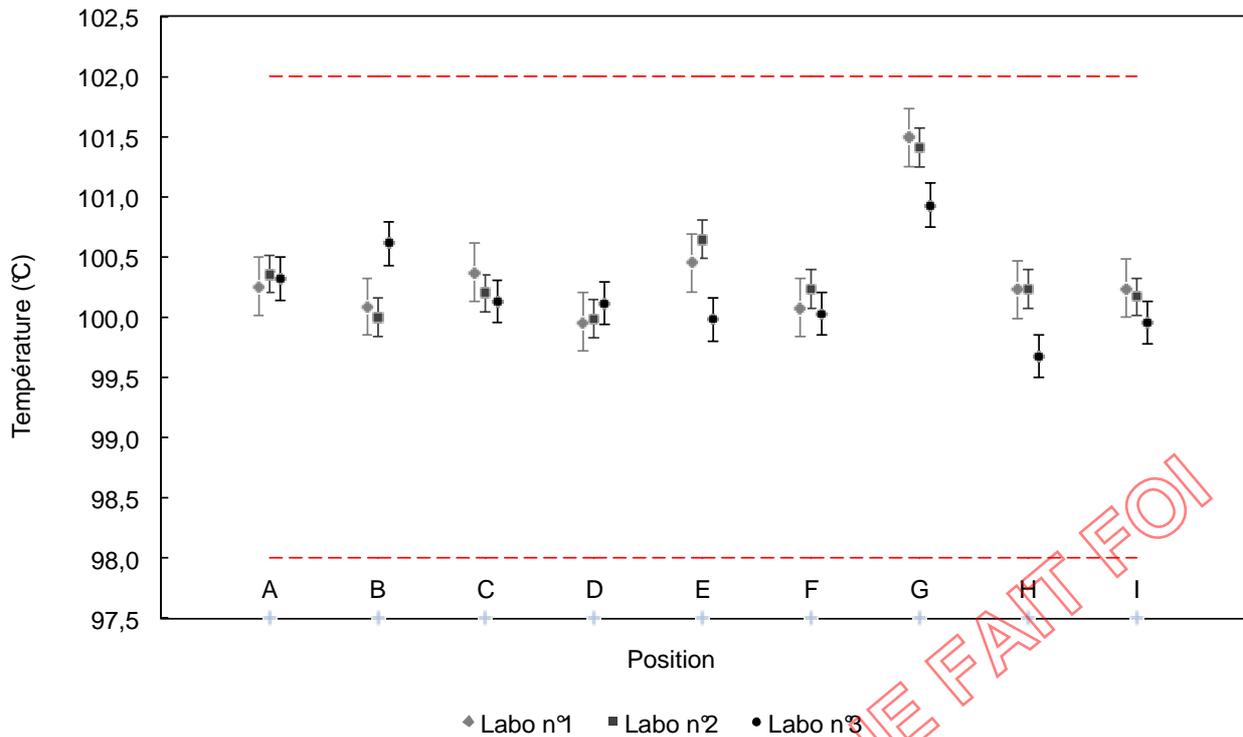


Figure 3 : Températures moyennes calculées à chaque position

La répartition des températures observées par les différents laboratoires est cohérente (zones chaudes et zones froides), avec des écarts visibles du laboratoire n°3 par rapport aux deux autres (positions B, E, G et H).

**Étape n°2** : Examen de la cohérence du jugement de conformité

L'EMT pour l'étuve considérée est  $\pm 2$  °C.

	Statut
Labo n°1	Conforme
Labo n°2	Conforme
Labo n°3	Conforme

Tableau 7 : Jugement de conformité pour les 3 laboratoires exemples

Sur ce critère, les trois laboratoires font une analyse équivalente.

**Étape n°3** : Examen de la cohérence des résultats du calcul des écarts normalisés par capteur

La durée retenue pour cette comparaison est d'une heure, avec une mesure par minute et par capteur, donc  $n = 60$  pour chaque labo.

	Labo n°2 - Labo n°1	Labo n°3 - Labo n°2	Labo n°3 - Labo n°1
Position	$E_n$	$E_n$	$E_n$
A	0,37	-0,17	0,22
B	-0,31	2,53	1,74
C	-0,59	-0,29	-0,80
D	0,09	0,54	0,52
E	0,69	-2,78	-1,56
F	0,52	-0,83	-0,17
G	-0,28	-1,99	-1,87
H	0,01	-2,28	-1,83
I	-0,25	-0,87	-0,93

Tableau 8 : Ecart normalisés par capteur entre chaque laboratoire

On observe des écarts normalisés élevés (en valeur absolue, nettement supérieurs à 1), lorsque le laboratoire n°3 est concerné par le calcul. Le laboratoire n°3 présente donc des résultats incohérents avec les deux autres, pour quatre sondes parmi les 9. L'analyse des signes des écarts normalisés indique un effet systématique négatif pour les sondes aux positions E, G et H, et de signe positif pour la position B, donnant ainsi des premières pistes pour la recherche des causes.

**Étape n°4** : Examen de la température moyenne  $\theta_{air}$

Les températures moyennes sont respectivement de 100,35 °C, 100,36 °C et 100,20 °C. Ces valeurs sont globalement cohérentes entre elles. Cependant, les écarts observés par le laboratoire n°3 engagent ce dernier à analyser plus en détail ses résultats.

**Étape n°5** : Conclusion globale

Les trois laboratoires présentent des résultats équivalents pour l'étape n°2 (conformité prononcée), mais des différences sont visibles en fonction de la position des capteurs (différences identifiées dans l'étape n°3 et dans l'étape n°1).

A la suite de cette comparaison, le laboratoire n°3 décide d'engager un plan d'action pour déterminer la cause des écarts qu'il obtient pour les capteurs utilisés aux positions **B**, **E**, **G** et **H** pour lesquels il se détache de manière significative des deux autres laboratoires.

Dans cet exemple, l'analyse ultérieure des enregistrements montrera que les causes des écarts sont liées à une inversion des positions **B** et **E**, et une mauvaise orientation des sondes aux positions **G** et **H**. Après identification des causes, il modifiera ses dispositions de manière à réduire les risques d'une mauvaise mise en place des sondes.

LA VERSION ELECTRONIQUE EST EN VOI