

# ÉTUDE DE CONDITIONS DE CONSERVATION D'ECHANTILLONS D'EAU PENDANT LE TRANSPORT

**Action IB01 « Appui aux donneurs d'ordre,  
surveillance milieux »**

**Auteurs : Céline FERRET et Bénédicte LEPOT**

Décembre 2012

Programme scientifique et technique  
Année 2012

Note de synthèse



## Contexte de programmation et de réalisation

---

Cette note a été réalisée dans le cadre du programme d'activité AQUAREF, au titre de l'action 5 (programmation : 12.4, AQUAREF I-B-01) « Appui aux donneurs d'ordre, surveillance milieux » pour l'année 2012.

Auteur (s) :

*Céline FERRET*  
INERIS  
*celine.ferret@ineris.fr*

*Bénédicte LEPOT*  
INERIS  
*benedicte.lepot@ineris.fr*

---

Vérification du document :

*Jean Philippe GHESTEM*  
BRGM  
*jp.ghestim@brgm.fr*

*Sophie LARDY*  
LNE  
*sophie.lardy-fontan@lne.fr*

## Les correspondants

---

Onema : Emilie BREUGNOT, [emilie.breugnot@onema.fr](mailto:emilie.breugnot@onema.fr)

Référence du document : C.FERRET, B.LEPOT - Étude des conditions de préservation des échantillons pendant le transport- Rapport AQUAREF 2012- 55 p. DRC-12-126816-13691A

<b>Droits d'usage :</b>	<i>Accès libre</i>
Couverture géographique :	<i>International</i>
Niveau géographique :	<i>National</i>
Niveau de lecture :	<i>Professionnels, experts</i>
Nature de la ressource :	<i>Document</i>

## PRÉAMBULE

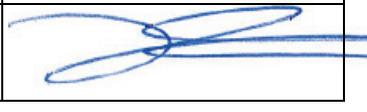
Le présent rapport a été établi sur la base des informations fournies à l'INERIS, des données (scientifiques ou techniques) disponibles et objectives et de la réglementation en vigueur.

La responsabilité de l'INERIS ne pourra être engagée si les informations qui lui ont été communiquées sont incomplètes ou erronées.

Les avis, recommandations, préconisations ou équivalent qui seraient portés par l'INERIS dans le cadre des prestations qui lui sont confiées, peuvent aider à la prise de décision. Etant donné la mission qui incombe à l'INERIS de par son décret de création, l'INERIS n'intervient pas dans la prise de décision proprement dite. La responsabilité de l'INERIS ne peut donc se substituer à celle du décideur.

Le destinataire utilisera les résultats inclus dans le présent rapport intégralement ou sinon de manière objective. Son utilisation sous forme d'extraits ou de notes de synthèse sera faite sous la seule et entière responsabilité du destinataire. Il en est de même pour toute modification qui y serait apportée.

L'INERIS dégage toute responsabilité pour chaque utilisation du rapport en dehors de la destination de la prestation.

	<b>Rédaction</b>	<b>Vérification</b>	<b>Approbation</b>
<b>NOM</b>	Bénédicte LEPOT/ Céline FERRET	Eva LEOZ	Nicolas ALSAC
<b>Qualité</b>	« Chimie, Métrologie, Essais » Direction des Risques Chroniques	Responsable de l'Unité « Chimie, Métrologie, Essais » Direction des Risques Chroniques	Responsable de Pôle « Caractérisation de l'Environnement » Direction des Risques Chroniques
<b>Visa</b>			

<b>1</b>	<b>CONTEXTE</b> .....	<b>7</b>
<b>2</b>	<b>MOYENS MIS EN ŒUVRE POUR LA REALISATION DES ESSAIS</b> .....	<b>9</b>
2.1	Enceinte climatique .....	9
2.2	Enregistreurs de température .....	9
2.3	Sélection des glacières et des blocs eutectiques .....	9
<b>3</b>	<b>DEROULEMENT DES ESSAIS</b> .....	<b>11</b>
3.1	Recherche d'une zone dans l'enceinte climatique .....	11
3.2	Impact du positionnement de l'enregistreur.....	11
3.2.1	Glacières à utilisation limitée .....	12
3.2.2	Glacières réutilisables .....	15
3.2.3	Synthèse des résultats obtenus.....	19
3.3	Tests de saisonnalité .....	19
3.4	Essais réels .....	24
3.4.1	Journée Terrain bio-essai étude prospective 2012 (profil hiver France) 24	
3.4.2	Comparaison interlaboratoire HAP DCE Compatible 2010.....	25
3.4.3	Comparaison interlaboratoire OTC DCE Compatible 2012 .....	26
<b>4</b>	<b>CONCLUSION</b> .....	<b>27</b>
<b>5</b>	<b>ANNEXES</b> .....	<b>29</b>



# **1 CONTEXTE**

L'assurance qualité a considérablement fait progresser la qualité des résultats des analyses de laboratoire, au cours des 15 dernières années. Les travaux d'AQUAREF sur l'échantillonnage contribuent actuellement à améliorer l'harmonisation des conditions d'échantillonnage(s) et leur adéquation. Le laps de temps pendant lequel les échantillons sont confiés par les équipes de prélèvement à un prestataire de transport, avant leur livraison au laboratoire d'analyse, fait partie intégrante de la chaîne de la qualité des données. Il importe donc que les prescriptions de conservation pendant le transport, et les moyens de contrôles associés, soient pertinentes dans les différentes situations qui peuvent être rencontrées, liées à l'éloignement géographique<sup>1</sup> et à la saisonnalité.

AQUAREF a proposé en 2012 de mener une étude sur l'impact du positionnement de l'enregistreur dans l'enceinte et sur le suivi de la température dans différentes enceintes réfrigérées exposées à des cycles climatiques, continentaux ou représentatifs des conditions des DOM.

Ce document présente tout d'abord les moyens mis en œuvre pour la réalisation des essais, puis décrit le déroulement des essais en présentant les étapes réalisées :

- recherche d'une zone de travail dans l'enceinte ;
- étude de l'impact de la position de l'enregistreur au sein de l'enceinte ;
- réalisation de tests de saisonnalité ;
- présentation de résultats obtenus lors d'essais réels.

Pour conclure, l'analyse des résultats permet de tirer les premiers enseignements sur les conditions de conservation d'échantillons d'eau pendant leur transport et de proposer les suites à donner à cette étude.

---

<sup>1</sup> GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX AQUATIQUES Module spécifique DOM Transport et Acheminement des échantillons en provenance des DOM - [http://www.aquaref.fr/system/files/u599/MOD\\_DOM\\_V3.pdf](http://www.aquaref.fr/system/files/u599/MOD_DOM_V3.pdf)



## **2 MOYENS MIS EN ŒUVRE POUR LA REALISATION DES ESSAIS**

### **2.1 ENCEINTE CLIMATIQUE**

Les essais ont été réalisés dans l'enceinte climatique (M-CE-18200) qui est située à l'INERIS. Cette enceinte, d'une capacité de 50 m<sup>3</sup>, permet de réaliser des essais dans des conditions contrôlées de température. Elle a été caractérisée en avril 2006 par le CETIAT, organisme accrédité COFRAC essais, sur les 4 points de température suivants : -10°C, 0°C, 20°C et 40 °C.

### **2.2 ENREGISTREURS DE TEMPERATURE**

L'étude réalisée en 2010 (DRC-11-112048-00070A) a montré que les thermomètres enregistreurs étaient le moyen le plus adapté pour contrôler la température des échantillons depuis le prélèvement jusqu'à la réception au laboratoire.

Ce type d'enregistreurs de température « EBRO EBI 20T-1 » a donc été mis en œuvre afin de suivre l'évolution de la température dans l'enceinte climatique et dans les glacières. Avant leur utilisation, ces enregistreurs ont été étalonnés auprès d'un organisme accrédité (TESTO), en octobre 2011.

### **2.3 SELECTION DES GLACIERES ET DES BLOCS EUTECTIQUES**

Une sélection de matériels disponibles sur le marché a été réalisée par l'INERIS en février 2012.

Ces matériels devaient répondre au plus grand nombre de critères parmi ceux cités ci-dessous :

- permettre de conserver les échantillons entre +2°C et +8°C pendant 48 heures,
- être équipés d'un nombre suffisant de blocs eutectiques contenant un fluide permettant une longue restitution du froid,
- être fabriqués avec un matériau résistant à l'humidité pour une utilisation sur le terrain (si possible),
- être lavables afin d'être réutilisables (si possible),
- être munis de systèmes de calage pour éviter la casse (si possible),
- avoir une capacité permettant d'accueillir au maximum 8 litres d'échantillons (afin d'éviter que le personnel ne se blesse),
- avoir un prix d'achat raisonnable pour pouvoir être utilisés par le plus grand nombre d'organismes.

Au terme de cette recherche, plusieurs types de glacières ont été identifiés comme répondant aux exigences.

Le Tableau 1 ci-après présente les glacières retenues pour l'étude :

Tableau 1 : Description des catégories de glacières

Critères	Glacières à utilisation limitée (1)		Glacières réutilisables	
Matériaux de structure	Carton		Plastique	
Température de conservation des échantillons (préconisations fournisseur)	SOFRIGAM 6 places De +2 à +8°C de 1 à 2 jours	SOFRIGAM Sofribox® De +2 à +8°C de 1 à 4 jours	LA BOITE ISOTHERME Glacière 30 L De +2 à +8°C 24 heures	SOFRIGAM Plasibox® (2) De +2 à +8°C de 1 à 48 heures
Résistant à l'humidité ?	Non		Oui	
Lavable ?	Non		Oui	
Nombre de blocs eutectiques	4	8	1	6
Type de blocs eutectiques	Rigid Snowgam® 10/0 Gel bleu	Rigid Snowgam® 10/0 Gel bleu	GN 1/3 COOL -3°C	Rigid Snowgam® 10/0 Gel bleu
Présence de système de calage ?	Oui		Non pour la glacière 30 L Oui pour la plasibox® (non utilisé lors des essais)	
Prix approximatif des glacières contenant les blocs eutectiques nécessaires	Environ 100€	Environ 60 €	Environ 60 €	Environ 300 €

(1) Glacières utilisées dans le cadre d'envoi de matériaux d'essai (CIL<sup>2</sup>) ou de l'étude prospective

(2) Glacières utilisées dans le cadre de l'étude prospective DOM.

La liste des glacières sélectionnées est la suivante :

**Glacières à réutilisation limitée :**

- Glacière carton 6 places SOFRIGAM<sup>3</sup> (utilisée dans le cadre des CILs)
- Sofribox® 6 places SOFRIGAM (utilisée lors de l'étude prospective)

**Glacières réutilisables :**

- Glacière 30 litres LA BOITE ISOTHERME<sup>4</sup> (utilisée lors de prélèvements pour la surveillance des milieux)
- Glacière Plasibox® SOFRIGAM (utilisée lors de l'étude prospective DOM)

Toutes ces glacières ainsi que les blocs eutectiques correspondants ont été mis en œuvre en respectant les conditions d'utilisation préconisées par les fournisseurs (type, nombre et conditionnement des blocs eutectiques).

<sup>2</sup> CIL = Comparaison Interlaboratoires

<sup>3</sup> <http://www.sofrigam.fr/>

<sup>4</sup> <http://www.laboiteisotherme.com/>

### 3 DEROULEMENT DES ESSAIS

#### 3.1 RECHERCHE D'UNE ZONE DANS L'ENCEINTE CLIMATIQUE

Cet essai a été réalisé à des températures comprises entre -10°C et +43°C afin de vérifier la conformité de l'enceinte par rapport à l'étude réalisée en 2006 et de définir une zone d'emplacement pour tester les glacières. Cette plage de température a été retenue au regard d'un rapport de l'OMS qui précise que les conteneurs utilisés pour le transport de sang doivent être testés entre +20°C et +43°C<sup>7</sup>. La température basse (-10°C) a été choisie pour simuler les températures pouvant être rencontrées en France en hiver.

Pour cela, 15 enregistreurs de température miniatures ont été placés à différentes hauteurs et dans différentes zones de l'enceinte climatique afin de couvrir tout l'espace.

Un programme de température a été établi afin de pouvoir tester l'enceinte climatique sur l'ensemble de la plage de température étudiée (Voir Tableau 2 et Annexe 1.).

Tableau 2 : Programmation de l'enceinte climatique M-CE-18200  
- Essai positionnement des glacières

Palier	Durée (h)	Température (°C)
1	4	20
2	4	10
3	4	-10
4	4	15
5	4	43
6	4	20
7	4	10
8	4	20

L'exploitation des résultats a permis de définir la zone de l'enceinte la plus homogène et stable en température pour la réalisation des essais (Voir Annexe 2).

La suite du rapport présente les études d'impact du positionnement de l'enregistreur dans la glacière ainsi que l'étude sur la saisonnalité.

#### 3.2 IMPACT DU POSITIONNEMENT DE L'ENREGISTREUR

Le but de ces tests est de déterminer si le positionnement de l'enregistreur de température dans la glacière a un effet sur les températures relevées. Pour cela, chaque glacière a été remplie avec des blocs eutectiques et des flacons d'un litre en verre vides. Ces conditions d'essai permettent d'étudier l'évolution de la température à l'intérieur de la glacière due aux seules variations de la température extérieure, sans tenir compte de l'inertie apportée par les volumes d'eau.

##### Préparation des glacières

Le nombre de flacons utilisés était fonction de la capacité de la glacière.

De même, le type, le nombre de blocs eutectiques et leur conditionnement étaient fonction des préconisations du fournisseur.

Les enregistreurs de température « EBRO EBI 20T-1 » présentés au § 2.2 étaient capables de mémoriser jusqu'à 40000 mesures. Ils ont été programmés pour relever une mesure de température par minute, soit environ 3200 données recueillies au maximum.

<sup>7</sup> La chaîne du froid pour le sang – guide pour la sélection et l'acquisition du matériel et des accessoires [http://www.who.int/bloodsafety/processing/9789242545791\\_fre.pdf](http://www.who.int/bloodsafety/processing/9789242545791_fre.pdf)

Les enregistreurs ont été positionnés selon les emplacements suivants :

*A minima* :

- 4 en bas aux 4 coins de la glacière (représentés en bleu)
- 4 en haut aux 4 coins de la glacière (représentés en vert)
- 1 au milieu de la glacière (représentés en orange)

Selon la configuration de la glacière, des enregistreurs supplémentaires ont pu être intégrés, ils seront représentés en rouge.

Pour chaque glacière testée des figures représentant la disposition des enregistreurs et des blocs eutectiques sont présentées par la suite.

### Déroulement des essais

Les différents types de glacières ont été exposés au programme de température présenté dans le Tableau 2, dans l'enceinte climatique, dans la zone définie précédemment.

### Traitement des résultats

Pour chaque palier, les périodes de stabilisation des températures ont été définies. A partir de celles-ci, pour chaque palier et pour chaque emplacement, les mesures suivantes ont été calculées :

- La moyenne de l'ensemble des valeurs relevées représentée sous forme d'histogramme,
- L'écart type autour de la moyenne de l'ensemble des valeurs relevées représenté sous forme de barres d'erreurs.

Ces données sont représentées sous forme de graphiques ci-après.

## 3.2.1 Glacières à utilisation limitée

### 3.2.1.1 GLACIERE 6 PLACES SOFRIGAM

#### Préparation de la glacière

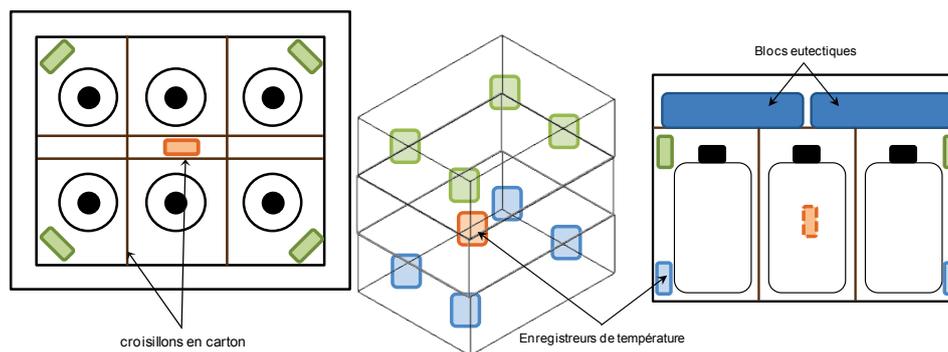
Les caractéristiques principales de cette glacière ainsi que les préconisations d'usage du fournisseur sont regroupées dans le Tableau 3 ci-dessous :

Tableau 3 : Caractéristiques de la glacière 6 places SOFRIGAM

	Volume	Nombre de blocs eutectiques	Présence calage ?	Préconisation conditionnement blocs eutectiques	Conditionnement blocs eutectiques
<b>Glacière 6 places SOFRIGA M</b>	6 flacons de 1 litre	4	Oui	Au moins 24 heures à -5°C	24 heures à -26°C

Six flacons en verre vides ont été introduits dans la glacière : un flacon par compartiment. Les 9 enregistreurs ont été activés et positionnés conformément à la Figure 1. Les 4 blocs eutectiques ont été posés sur l'intercalaire en carton au dessus des flacons.

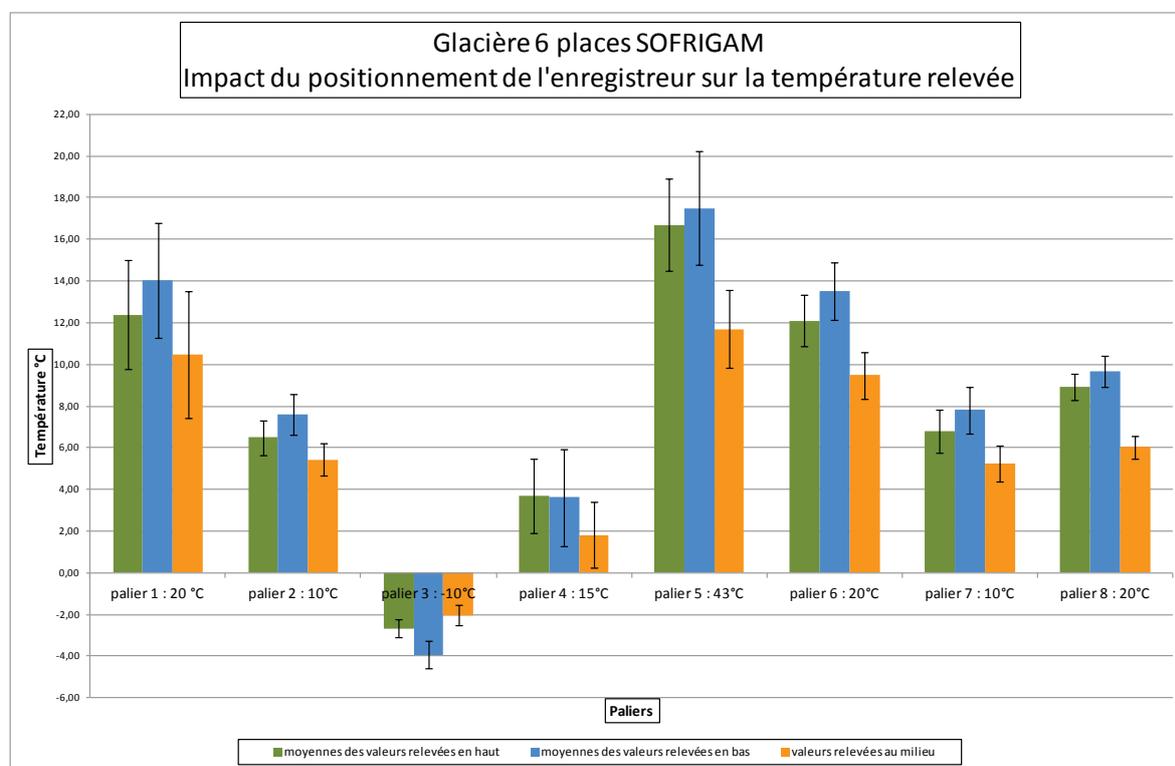
Figure 1 : Configuration de la glacière 6 places SOFRIGAM



## Résultats et interprétation

La Figure 2 présente les résultats obtenus lors des essais sur la glacière 6 places SOFRIGAM.

Figure 2 : Glacière 6 places SOFRIGAM – Impact du positionnement de l'enregistreur sur la température relevée



Il n'y a pas de remarque particulière concernant la dispersion des valeurs. Elle oscille entre 0,5°C et 3°C autour de la moyenne.

On constate que pour l'ensemble des paliers, les moyennes des valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en haut ou en bas sont assez proches et significativement égales (écart maximum = 1,66°C pour le palier 1). En revanche, quel que soit le palier étudié, on observe toujours un écart plus important entre les valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en haut ou en bas et celles relevées par l'enregistreur positionné au milieu de la glacière (écart maximum = 5,8°C pour le palier 5).

Ces écarts peuvent s'expliquer notamment par le fait que l'enregistreur positionné au milieu de la glacière est emprisonné dans des croissillons en carton, qui est un isolant thermique.

Ces résultats montrent que dans le cas de la glacière 6 places SOFRIGAM, les emplacements recommandés sont indifféremment en haut ou en bas dans un des coins de la glacière. Par contre, le positionnement de l'enregistreur au milieu de la glacière (emprisonné dans du carton) est à proscrire.

### 3.2.1.2 SOFRIBOX® 6 PLACES SOFRIGAM

#### Préparation de la glacière

Les caractéristiques principales de cette glacière ainsi que les préconisations d'usage du fournisseur sont regroupées dans le Tableau 4 ci-dessous :

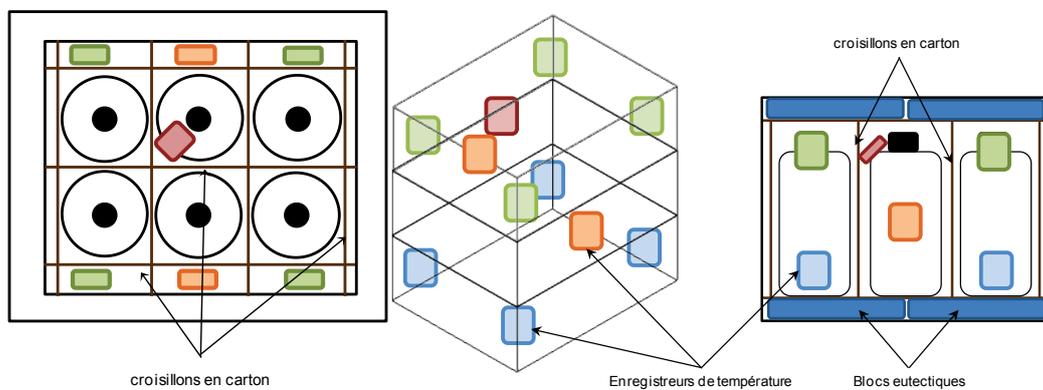
Tableau 4 : Caractéristiques de la glacière Sofribox® 6 places SOFRIGAM

	Volume	Nombre de blocs eutectiques	Présence calage ?	Préconisation conditionnement blocs eutectiques	Conditionnement blocs eutectiques
<b>Sofribox® 6 places SOFRIGA M</b>	6 flacons de 1 litre	8	Oui	Au moins 24 heures à -5°C	24 heures à -20°C

Six flacons en verre vides ont été introduits dans la glacière, un par compartiment. Les 11 enregistreurs ont été activés et positionnés conformément à la Figure 3. La configuration de la glacière ne permettait pas de disposer des enregistreurs au milieu. Il a été décidé de placer 2 enregistreurs au centre, le long des parois externes et 1 enregistreur au milieu de la glacière mais posé sur un flacon (manque d'espace).

Les 8 blocs eutectiques ont été placés : sous les flacons (4) et au-dessus (4).

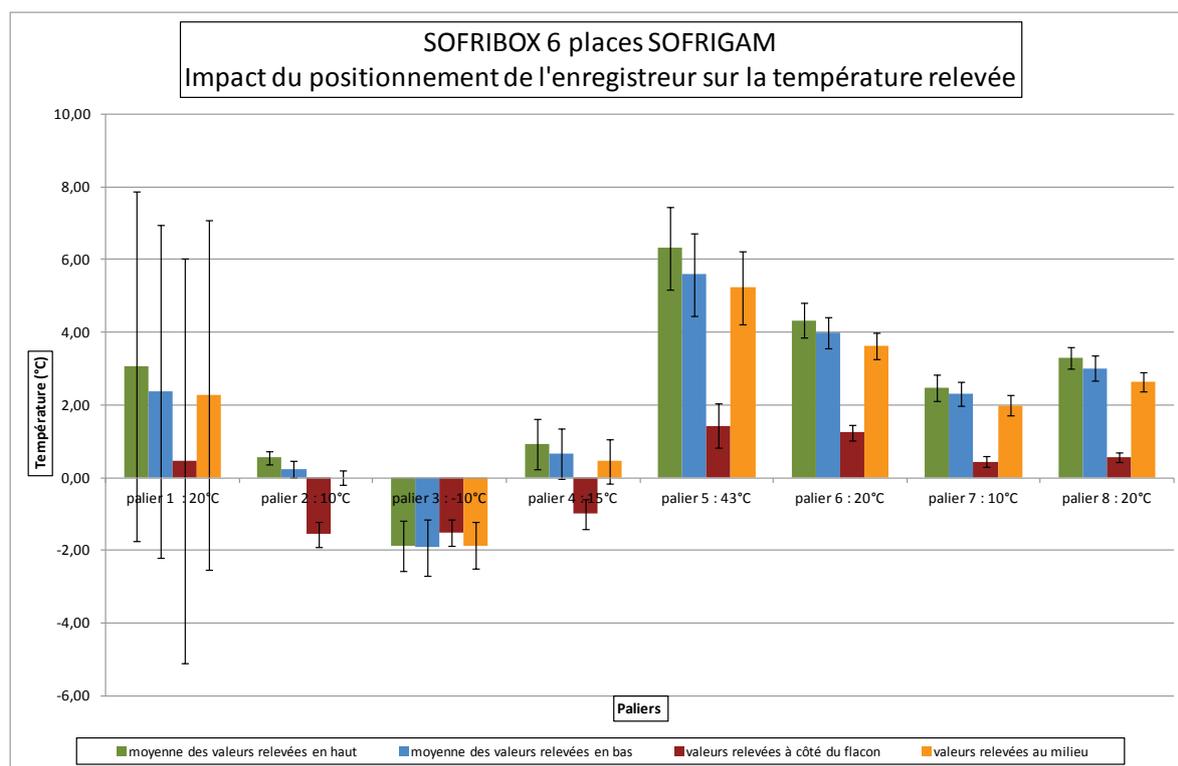
Figure 3 : Configuration de la sofribox® 6 places SOFRIGAM



#### Résultats et interprétation

La figure 4 présente les résultats obtenus lors des essais sur la sofribox® 6 places SOFRIGAM.

Figure 4 : Sofribox® 6 places SOFRIGAM  
Impact du positionnement de l'enregistreur sur la température relevée



On constate des dispersions importantes des valeurs relevées pour le palier 1. Cela est dû à une descente très rapide de la température interne. Sur l'ensemble des valeurs relevées par tous les enregistreurs pour le palier 1, la température chute de 18,1°C à -3,7°C en 1 heure. Ceci démontre déjà la capacité réfrigérante de cette glacière.

Pour l'ensemble des paliers, les moyennes des valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en haut, en bas ou au centre sont relativement proches et significativement égales (écart maximum = 1,08°C pour le palier 5).

En revanche, on observe un écart plus important entre les valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en haut, en bas ou au centre et celles relevées par l'enregistreur positionné à côté du flacon (écart maximum = 4,88°C pour le palier 5).

Les enregistreurs positionnés en haut et sur le flacon sont disposés à égale distance des blocs eutectiques disposés en haut de la glacière. Ces écarts peuvent s'expliquer par le fait que l'enregistreur est en contact direct avec le flacon en verre.

Ces résultats montrent que dans le cas de la glacière sofribox® 6 places SOFRIGAM, les emplacements recommandés sont indifféremment en haut ou en bas dans un des coins de la glacière. Par contre le positionnement de l'enregistreur directement sur le flacon est à proscrire.

### 3.2.2 Glacières réutilisables

#### 3.2.2.1 GLACIERE 30 LITRES LA BOITE ISOTHERME

##### Préparation de la glacière

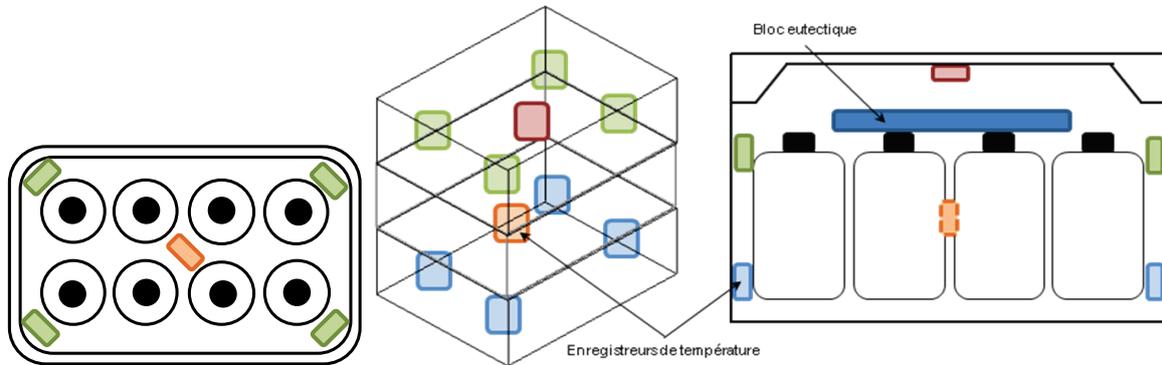
Les caractéristiques principales de cette glacière ainsi que les préconisations d'usage du fournisseur sont regroupées dans le Tableau 5 ci-après.

Tableau 5 : Caractéristiques de la glacière 30 litres LA BOITE ISOTHERME

	Volume	Nombre de blocs eutectiques	Présence calage ?	Préconisation conditionnement blocs eutectiques	Conditionnement blocs eutectiques
<b>Glacière 30 litres LA BOITE ISOTHERME</b>	8 flacons de 1 litre	1	Non	Au moins 24 heures à -18°C	24 heures à -20°C

Huit flacons en verre vides ont été introduits directement dans la glacière, qui n'est pas compartimentée. Le couvercle étant creux, un 10<sup>ème</sup> enregistreur y a été scotché. Les 10 enregistreurs ont été activés et positionnés conformément à la Figure 5. Le bloc eutectique a été posé sur les flacons.

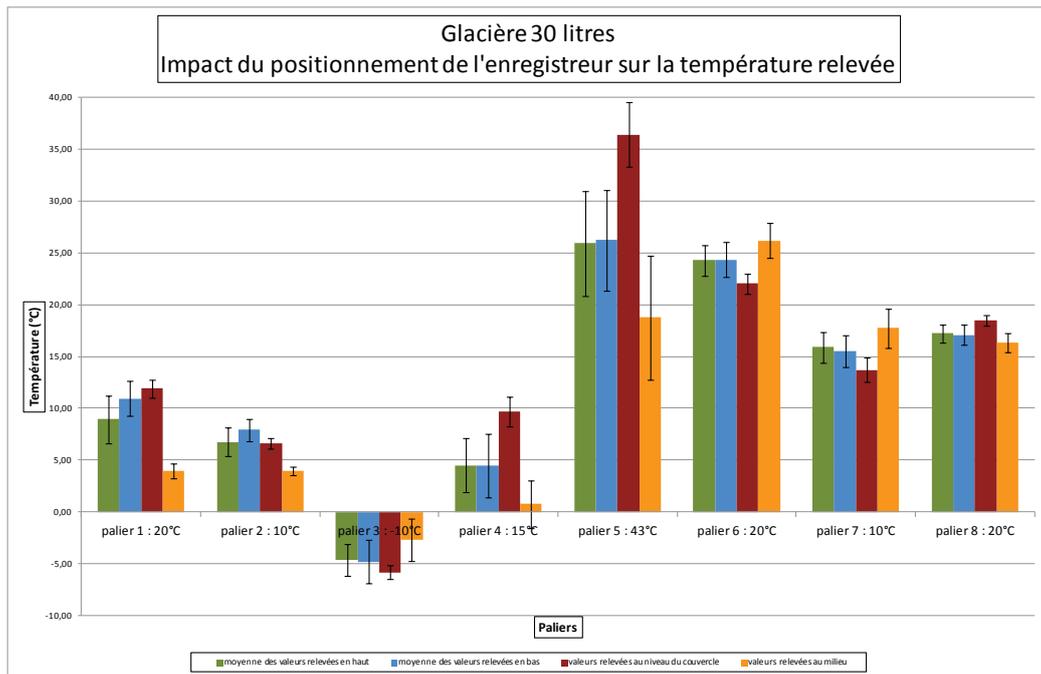
Figure 5 : Configuration de la Glacière 30 litres LA BOITE ISOTHERME



## Résultats et interprétation

La Figure 6 représente les résultats obtenus lors des essais sur la glacière 30 litres LA BOITE ISOTHERME.

Figure 6 : Glacière 30 litres  
Impact du positionnement de l'enregistreur sur la température relevée



Il n'y a pas de remarque particulière concernant la dispersion des valeurs.

On constate que pour l'ensemble des paliers, les moyennes des valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en haut ou en bas sont significativement égales (écart maximum = 2,03°C pour le palier 1).

En revanche, on observe des écarts plus importants entre :

- les valeurs relevées par les enregistreurs disposés en haut ou en bas et celles relevées par l'enregistreur positionné au milieu de la glacière (écart maximum = 7,43°C pour le palier 5), pour cinq paliers sur 8,
- les valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en haut ou en bas et celles relevées par l'enregistreur positionné dans le couvercle de la glacière (écart maximum = 10,5°C pour le palier 5),

Ces écarts s'expliquent notamment par le fait que :

- l'enregistreur placé dans le milieu de la glacière est positionné juste en-dessous du bloc eutectique, il bénéficie de ce fait directement de ses capacités réfrigérantes,
- l'enregistreur placé dans le couvercle de la glacière est positionné au-dessus du bloc eutectique, il subit plus les variations de la température extérieure.

Les emplacements les plus représentatifs de la température interne de la glacière sont en haut ou en bas dans un des coins de la glacière. La position de l'enregistreur au milieu ou dans le couvercle de la glacière est à proscrire.

### 3.2.2.2 GLACIERE PLASIBOX® SOFRIGAM

#### Préparation de la glacière

Les caractéristiques principales de cette glacière ainsi que les préconisations d'usage du fournisseur sont regroupées dans le Tableau 6 ci-dessous :

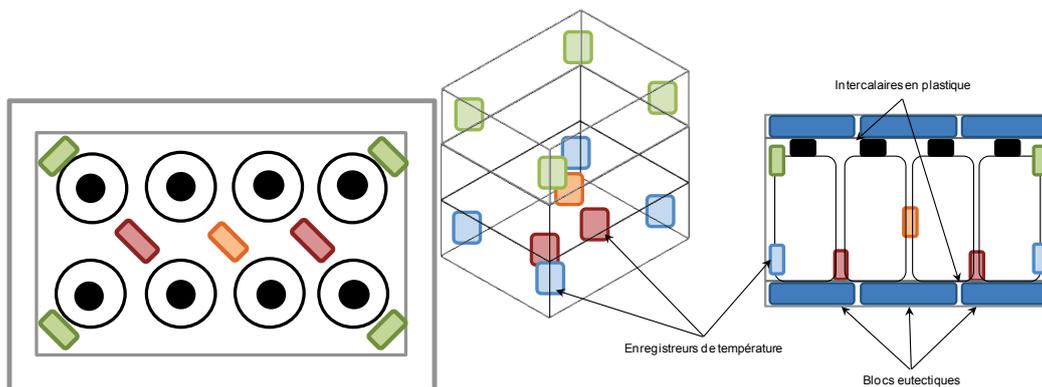
Tableau 6 : Caractéristiques de la glacière Plasibox® 6 places SOFRIGAM

	Volume	Nombre de blocs eutectiques	Présence calage ?	Préconisation conditionnement blocs eutectiques	Conditionnement blocs eutectiques
<b>Plasibox® SOFRIGA M</b>	8 flacons de 1 litre	6	Non	Au moins 24 heures à -5°C	24 heures à -20°C

Huit flacons en verre vides ont été introduits dans la glacière. Elle n'est pas compartimentée. Deux enregistreurs supplémentaires ont été rajoutés volontairement. Ils ont été disposés entre les flacons (espace suffisant) sur le fond de la glacière, ils reposent directement sur l'intercalaire en plastique. Les 11 enregistreurs ont été activés et positionnés conformément à la Figure 7.

6 blocs eutectiques ont été placés dans la glacière : 3 sous les flacons et 3 au-dessus.

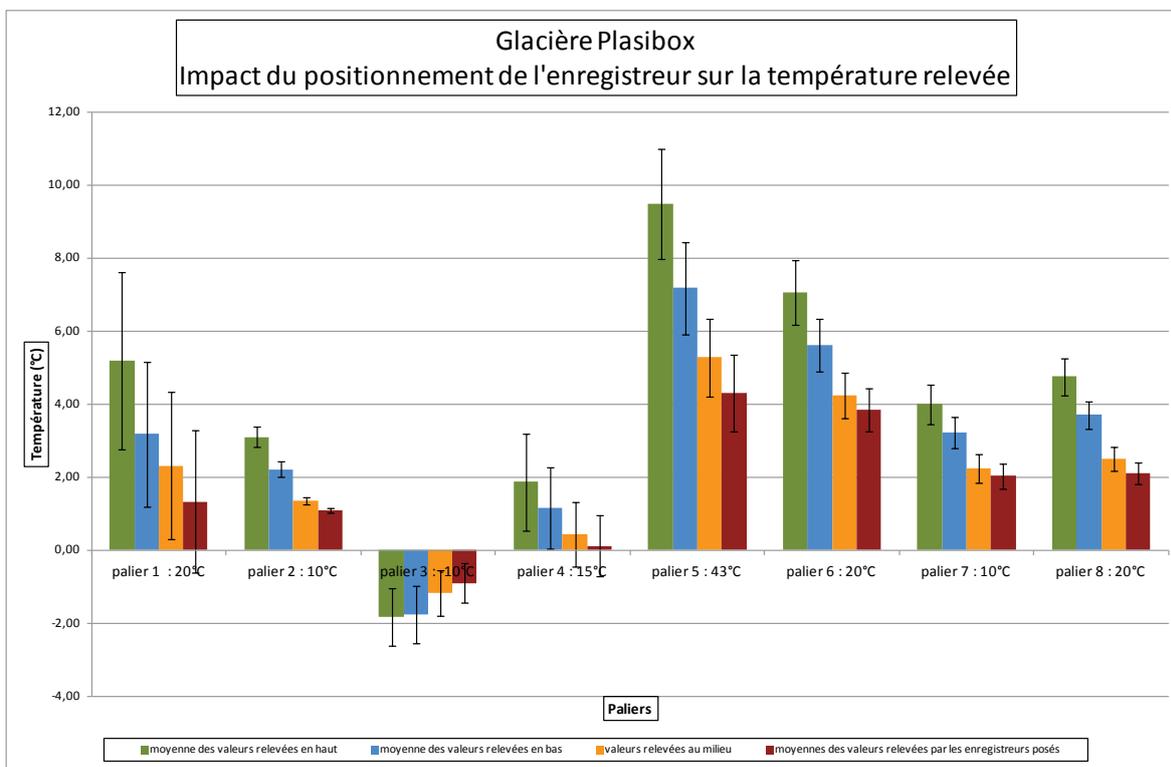
Figure 7 : Configuration glacière Plasibox® SOFRIGAM »



## Résultats et interprétations

La Figure 8 présente les résultats obtenus lors des essais sur la glacière Plasibox® SOFRIGAM.

Figure 8 : Glacière Plasibox® SOFRIGAM  
Impact du positionnement de l'enregistreur sur la température relevée



On constate des dispersions importantes des valeurs relevées pour le palier 1. Cela est dû à une descente très rapide de la température interne. Sur l'ensemble des valeurs relevées par tous les enregistreurs pour le palier 1, la température chute de 13,8°C à 0°C en 1h20. Ceci démontre déjà la capacité réfrigérante de cette glacière.

On observe :

- un écart important entre les valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en haut et ceux posés au fond de la glacière.
- pas d'écart significatif entre les valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en bas et celui positionné au milieu de la glacière.

A ce stade, il est difficile de préconiser un emplacement idéal.

Les essais réalisés en profil de température (§ 3.3) ont permis de mettre en évidence qu'il n'y a pas de différence significative entre les valeurs relevées par les enregistreurs positionnés en haut, au milieu ou en bas dans la glacière. L'enregistreur peut donc être positionné soit en haut, au milieu ou en bas dans la glacière. Toutefois, le positionnement de l'enregistreur directement dans le fond est à proscrire.

### 3.2.3 Synthèse des résultats obtenus

En vue de mesurer une température représentative des conditions ambiantes d'une glacière utilisée pour la conservation d'échantillons d'eau pendant leur transport jusqu'au laboratoire d'analyse, le positionnement de l'enregistreur de température est primordial.

Les essais ont mis en évidence que de manière générale et quel que soit le type de glacière utilisé, il ne faut pas placer l'enregistreur dans les positions suivantes :

- Dans le couvercle de la glacière (impact important de la température extérieure),
- Au milieu de parois en carton (effet isolant du carton),
- Directement sur un flacon en verre,
- A proximité d'un bloc eutectique (effet réfrigérant du bloc)

Ces positions correspondent à des conditions extrêmes et non représentatives de la température interne de la glacière.

### 3.3 TESTS DE SAISONNALITE

Les glacières précédemment testées ont été mises en situation de transport d'échantillons d'eau : elles ont été chargées avec des flacons remplis d'eau à une température définie, équipées de blocs eutectiques selon les prescriptions du fournisseur, d'un enregistreur de température positionné en tenant compte des essais précédents, puis exposées à différents cycles climatiques (été France, été DOM, hiver France, hiver DOM).

Deux durées d'essais ont été choisies en fonction de l'éloignement géographique. Ont été retenues :

- 24 heures pour les simulations de transport en France (pratiques préconisées par les donneurs d'ordre),
- 48 heures pour les simulations de transport dans les DOM<sup>8</sup>.

L'objectif de ces tests est de déterminer si les glacières ainsi équipées permettent ou non de maintenir une température interne comprise entre +2°C et +8°C pendant le transport des échantillons comme préconisé par la norme NF EN ISO 5667-3<sup>9</sup>.

#### Profils de température et température de l'eau

Les profils de température ont été sélectionnés en s'appuyant sur la norme NF S 99-700<sup>10</sup>. Quatre saisons ont été retenues et sont présentées dans le Tableau 7.

Des recherches documentaires ont été menées pour déterminer la température moyenne des cours d'eau en fonction des saisons. Il a été convenu d'appliquer les températures présentées dans le Tableau 7.

---

<sup>8</sup> GUIDE DES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES POUR LA SURVEILLANCE PHYSICO-CHIMIQUE DES MILIEUX AQUATIQUES Module spécifique DOM Transport et Acheminement des échantillons en provenance des DOM - [http://www.aquaref.fr/system/files/u599/MOD\\_DOM\\_V3.pdf](http://www.aquaref.fr/system/files/u599/MOD_DOM_V3.pdf)

<sup>9</sup> Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 3 : lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eau

<sup>10</sup> Emballages isothermes et emballages réfrigérants pour produits de santé – Méthode de qualification des performances thermiques

### **Préparation des glacières**

Les flacons ont été remplis avec de l'eau à la température définie dans le Tableau 7. Comme décrit précédemment, le nombre de flacons, le nombre et le type de blocs eutectiques ont été choisis en fonction des préconisations du fournisseur et de la taille de la glacière. Les enregistreurs ont été placés en tenant compte des résultats de l'essai précédent.

### **Déroulement des essais**

Chaque simulation de transport n'a été réalisée qu'une seule fois. La simulation a été réalisée dans des conditions particulières afin de refléter certaines conditions saisonnières :

- Température de l'eau prélevée fixe proche du « pire cas » (représentative d'un prélèvement été DOM  $\approx 26^{\circ}\text{C}$ ),
- Durée des essais :
  - 24 h pour les essais France,
  - 48 h pour les essais DOM

Le temps nécessaire à l'enceinte pour passer d'un palier de température à un autre, n'est pas compris dans ces durées. Ainsi, l'estimation du temps total est d'environ 28 heures pour les essais France et d'environ 53 heures pour les essais DOM.

Les quatre types de glacières ont été introduits dans l'enceinte climatique, dans la zone définie précédemment et exposés en même temps à chaque profil de température.

Tableau 7 : Profils de température et température d'eau testés

	Eté France			Eté DOM			Hiver France (1)			Hiver DOM			
Références	NF S 99-700 Annexe E N°ST-24-a Tableau E.1			NF S 99-700 Annexe F N°ST-48-a Tableau F.1			NF S 99-700 Annexe F N°ST-48-d Tableau F.4			NF S 99-700 Annexe F N°ST-48-c Tableau F.3			
Profils de température	Palier	Durée (h)	T°C (°C)	Palier	Durée (h)	T°C (°C)	Palier	Durée (h)	T°C (°C)	Palier	Durée (h)	T°C (°C)	
	1	3	22	1	3	22	1	3	15	1	3	15	
	2	4	30	2	4	28	2	4	5	2	4	10	
	3	9	25	3	9	22	3	9	9	3	9	12	
	4	8	30	4	8	28	4	2	-2	4	2	8	
					5	4	40	5	13	5	5	13	10
					6	3	28	6	9	9	6	9	12
					7	9	22	7	2	-2	7	2	8
					8	8	25	8	6	5	8	6	10
	Température de l'eau échantillonnée	Environ 15°C			Environ 26°C			Environ 5°C			Environ 26°C		
Durée du profil	24 heures			48 heures			48 heures			48 heures			

(1) Ce profil a été réalisé sur 48 heures, afin de simuler également un transport dans les DOM pour lesquels les températures sont basses en hiver (ex : Saint-Pierre et Miquelon)

## Traitement des résultats

Pour chaque profil de température, les résultats fournis représentent :

- La température mesurée dans l'enceinte climatique (en noir)
- Les valeurs relevées par l'enregistreur de la glacière 6 places SOFRIGAM (en rouge),
- Les valeurs relevées par l'enregistreur de la Sofribox® SOFRIGAM (en vert),
- Les valeurs relevées par l'enregistreur de la glacière 30 litres LA BOITE ISOTHERME (en orange),
- Les valeurs relevées par l'enregistreur de la Plasibox® SOFRIGAM (en bleu).

## Exploitation des résultats

L'ensemble des résultats de chaque simulation est présenté en annexe 3, 4, 5 et 6. Pour chaque profil et type de glacière, deux observations ont été réalisées :

- Le temps nécessaire pour atteindre la plage de température cible (entre +2°C et +8°C) à l'intérieur de la glacière,
- Une fois la plage de température cible atteinte, le maintien de la température jusqu'à la fin du profil.

La synthèse des résultats des tests de saisonnalité est présentée dans le Tableau 8.

## Conclusion

On observe pour l'ensemble des profils étudiés, que le temps nécessaire pour atteindre la plage de température cible (entre +2°C et +8°C), est plus ou moins long en fonction de la température de l'eau prélevée. Plus la température de l'eau est élevée, plus la durée est importante.

Le tableau 8 met en évidence que :

- Aucune glacière ne répond aux critères fixés pour l'ensemble des profils testés,
- Dans 3 cas sur 4, la glacière « 6 places SOFRIGAM » et la glacière 30 litres LA BOITE ISOTHERME ne permettent pas de répondre aux critères fixés,
- Dans 3 cas sur 4, la glacière Sofribox® SOFRIGAM répond aux critères fixés.

La performance de certaines glacières pourrait être améliorée en adaptant le nombre de blocs eutectiques, en les conditionnant différemment ou en utilisant des blocs eutectiques de composition différente.

**Tableau 8 : Synthèse des résultats obtenus lors des tests de saisonnalité**  
*Capacité des glacières à pouvoir maintenir une température à l'intérieur de la glacière comprise entre +2°C et +8°C pendant la durée du transport*

<b>Conditionnement des glacières</b>		<b>Été France</b> Echantillons d'eau à 15°C Durée du profil ≈ 28 heures	<b>Été DOM</b> Echantillons d'eau à 26°C Durée du profil ≈ 54 heures	<b>Hiver France</b> Echantillons d'eau à 5°C Durée du profil ≈ 53 heures	<b>Hiver DOM</b> Echantillons d'eau à 26°C Durée du profil ≈ 53 heures
Glacières à utilisation limitée	<b>6 places SOFRIGAM</b> 4 blocs eutectiques en haut 6 flacons de 1 litre	Plage cible jamais atteinte	Plage cible jamais atteinte	Plage cible atteinte en moins d'1 heure Température maintenue jusqu'à la fin du profil	Plage cible jamais atteinte
	<b>Sofribox® SOFRIGAM</b> 8 blocs eutectiques 4 en haut, 4 en bas 6 flacons de 1 litre	Plage cible atteinte en 2 heures Température maintenue jusqu'à la fin du profil	Plage cible atteinte en 11 heures Température maintenue jusqu'à la fin du profil	Plage cible atteinte en moins d'1 heure Température non maintenue jusqu'à la fin du profil	Plage cible atteinte en 11 heures Température maintenue jusqu'à la fin du profil
Glacières réutilisables	<b>30 litres LA BOITE ISOTHERME</b> 1 bloc eutectique 8 flacons de 1 litre	Plage cible jamais atteinte	Plage cible jamais atteinte	Plage cible atteinte en moins d'1 heure Température maintenue jusqu'à la fin du profil	Plage cible jamais atteinte
	<b>Plasibox® SOFRIGAM</b> 6 blocs eutectiques 3 en haut, 3 en bas 8 flacons de 1 litre	Plage cible atteinte en 13h Température maintenue jusqu'à la fin du profil	Plage cible atteinte en 15h Température non maintenue jusqu'à la fin du profil	Plage cible atteinte en moins d'1 heure Température non maintenue jusqu'à la fin du profil	Plage cible atteinte en 16h Température non maintenue jusqu'à la fin du profil
Résultats		Annexe 3	Annexe 4		Annexe 6

**Légende :**

- Glacière ne permettant pas d'atteindre la température cible dans les conditions de réalisation des tests et ne pouvant être adaptée
- Glacière dont la configuration peut être adaptée afin d'atteindre la température cible dans les conditions de réalisation des tests
- Glacière permettant d'atteindre la température cible dans les conditions de réalisation des tests

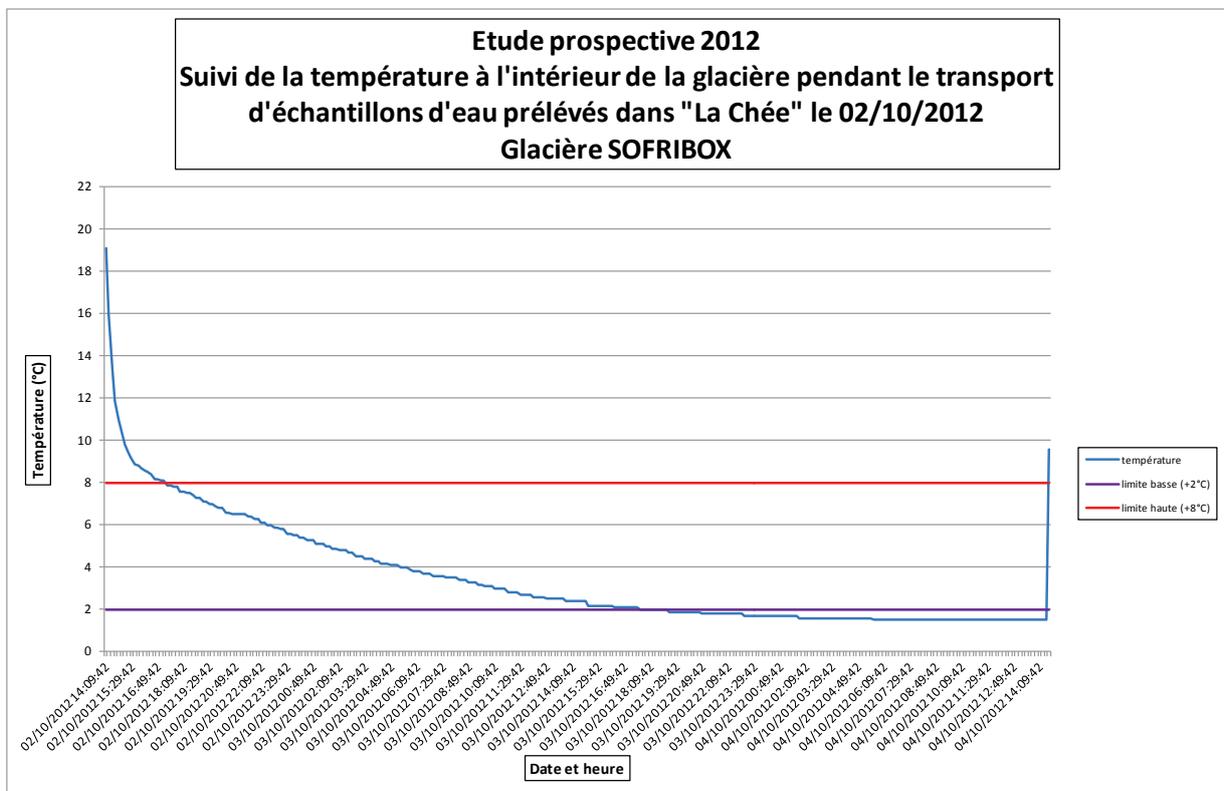
### 3.4 ESSAIS REELS

Un retour d'expérience sur des résultats obtenus sur certains essais réels réalisés depuis 2010 est présenté ci-dessous.

#### 3.4.1 Journée Terrain bio-essai étude prospective 2012 (profil hiver France)

Au cours de cette journée, des prélèvements d'eau ont été réalisés pour simuler le transport d'échantillons d'eau. Ils ont été effectués dans la rivière « La Chée », sur la commune de Merlaut (51), le 02/10/2012. Les conditions météorologiques et la température de l'échantillon se rapprochent des conditions des tests réalisés dans l'enceinte climatique de l'INERIS sur le profil hiver France. La Figure 9 présente le suivi de la température pendant le transport des échantillons.

Figure 9 : Etude prospective 2012  
Suivi de la température à l'intérieur de la glacière pendant le transport



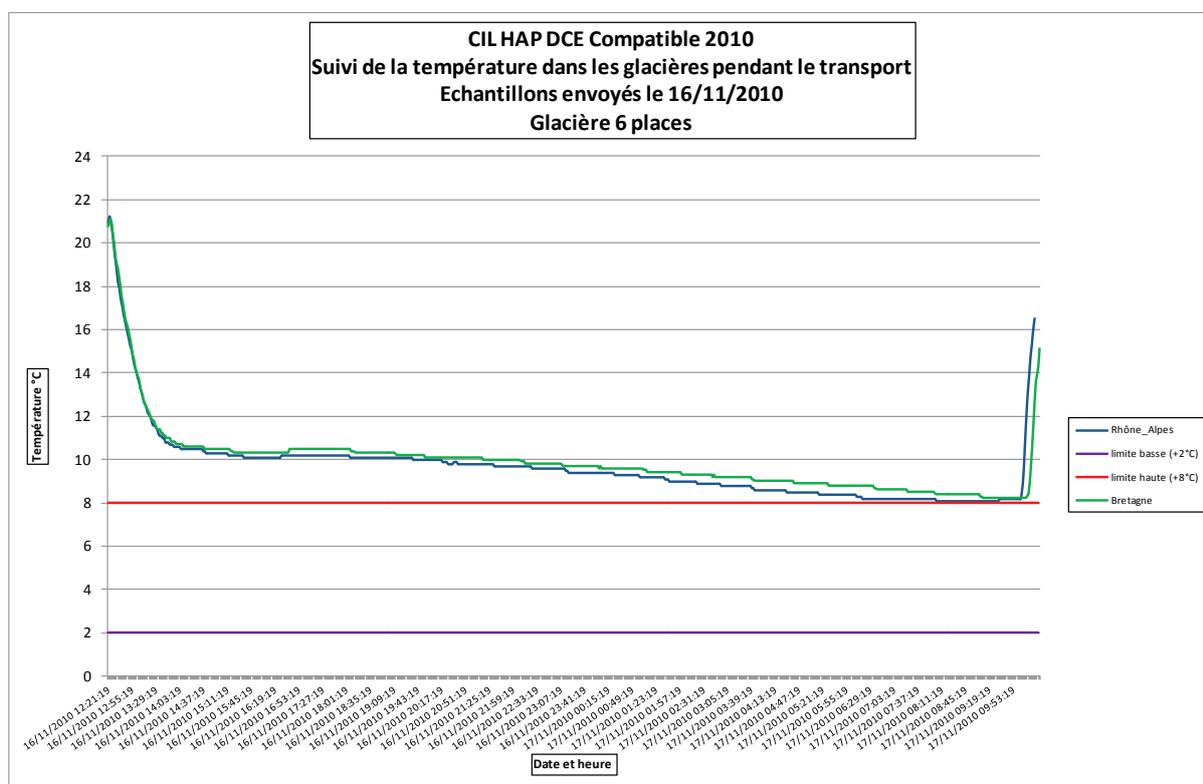
Comme pour les essais en laboratoire, la glacière SOFRIBOX® contenait 8 blocs eutectiques et 6 flacons d'un litre d'eau. Un enregistreur de température a été disposé au sein de la glacière en fin de prélèvement. Les résultats obtenus lors de cet essai réel confirment les résultats observés lors des essais effectués en laboratoire (tableau 5), c'est-à-dire que la température n'est pas maintenue entre +2°C et +8°C tout au long du transport, on enregistre des températures inférieures à +2°C, au bout de 29 heures.

La configuration de la glacière SOFRIBOX® lors d'une utilisation selon un profil de type « hiver France » doit être adaptée en retirant un ou deux blocs eutectiques afin de ne pas atteindre des températures à l'intérieur de la glacière inférieures à la limite basse (+2°C).

### 3.4.2 Comparaison interlaboratoire HAP DCE Compatible 2010

Lors de l'envoi des échantillons aux participants inscrits à la CIL HAP DCE Compatible de 2010, deux glacières 6 places SOFRIGAM étaient équipées de 4 blocs eutectiques et d'un enregistreur de température chargé de contrôler la température de l'enceinte pendant le transport. Ces glacières ont été envoyées dans deux régions différentes : une en Rhône-Alpes et une en Bretagne. Les matrices n'avaient pas été réfrigérées avant d'être préparées. La température extérieure était d'environ 8°C. Les conditions météorologiques se rapprochent des tests de saisonnalité réalisés dans l'enceinte climatique de l'INERIS sur le profil hiver France. Cependant, la température de l'échantillon qui était d'environ 16°C, est différente. La Figure 10 présente le suivi de la température pendant le transport des échantillons.

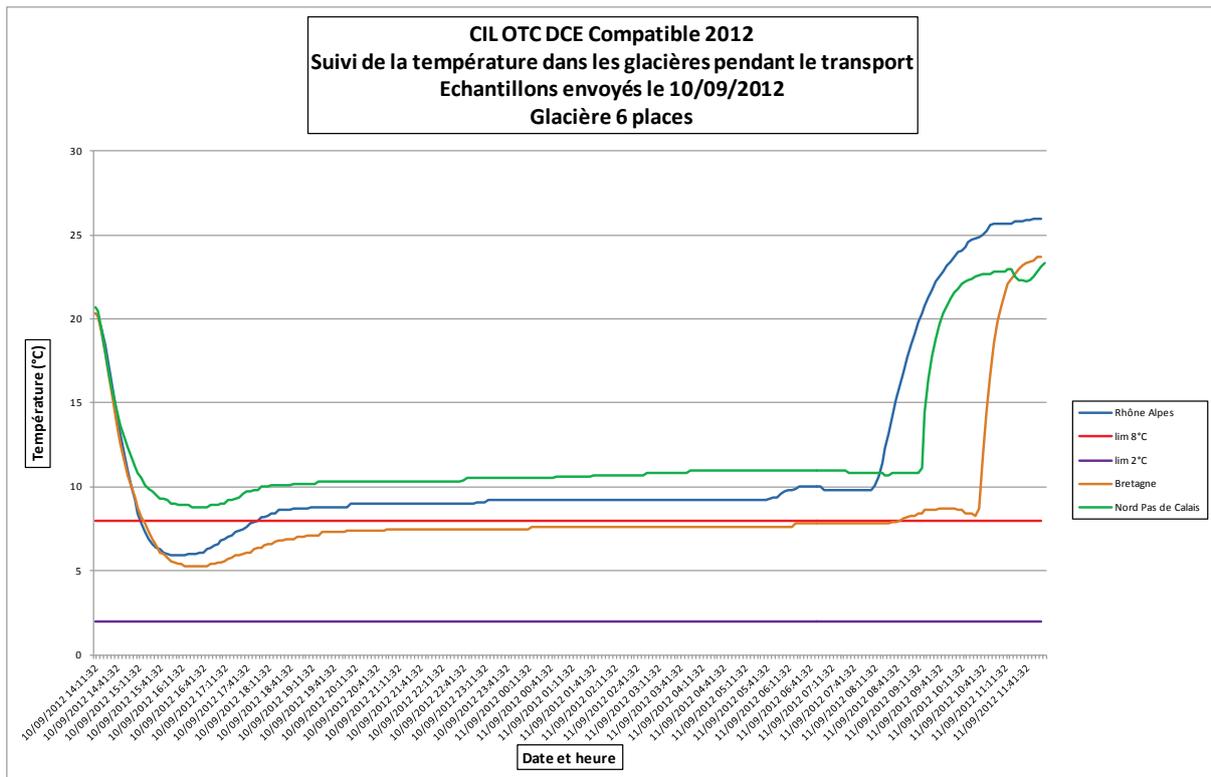
Figure 10 : CIL HAP DCE Compatible 2010 -  
Suivi de la température à l'intérieur de la glacière pendant le transport



### 3.4.3 Comparaison interlaboratoire OTC DCE Compatible 2012

Lors de l'envoi des échantillons aux participants inscrits à la CIL OTC DCE Compatible de 2012, trois glacières 6 places SOFRIGAM étaient équipées de 4 blocs eutectiques et d'un enregistreur de température chargé de contrôler la température de l'enceinte pendant le transport. Ces glacières ont été envoyées dans trois régions différentes : une en Rhône-Alpes, une en Bretagne et une dans le Nord-Pas-de-Calais. Les matrices ont été réfrigérées avant d'être préparées. La température extérieure était d'environ 25°C. Les conditions météorologiques se rapprochent des conditions des tests réalisés dans l'enceinte de l'INERIS sur le profil été France. La Figure 11 présente le suivi de la température pendant le transport des échantillons.

Figure 11 : CIL OTC DCE Compatible 2012  
- Suivi de la température à l'intérieur de la glacière pendant le transport



Les résultats obtenus lors de cet essai réel confirment les résultats observés lors des essais effectués en laboratoire. La configuration de la glacière 6 places lors d'une utilisation selon un profil de type « été France » ne permet pas de maintenir une température à l'intérieur de glacière comprise entre +2°C et +8°C, et ce malgré le fait d'avoir réfrigéré les matrices avant de les envoyer. Lorsque les températures extérieures correspondent à un profil « été France » il vaut mieux privilégier des modèles de glacières ayant une capacité réfrigérante plus importante (SOFRIBOX<sup>®</sup>, tableau 8).

## **4 CONCLUSION**

Les glacières et les blocs eutectiques utilisés dans le cadre d'opérations de prélèvement doivent répondre aux exigences de la norme NF EN ISO 5667-3, à savoir pouvoir maintenir une température interne dans la glacière comprise entre +2°C et +8°C pendant la durée du transport (généralement 24 h pour la France, 48 h pour les DOM).

Les essais réalisés sur l'impact du positionnement de l'enregistreur ont mis en évidence que de manière générale et quel que soit le type de glacière utilisé, il ne faut pas positionner l'enregistreur dans le couvercle de la glacière, au milieu de parois en carton, directement sur un flacon en verre ou à proximité d'un bloc eutectique. La mesure de la température doit être effectuée loin de ces sources perturbantes.

La qualité des blocs eutectiques est primordiale : leur performance dépend de la capacité du fluide à restituer le froid dans le temps. Afin de garantir leur efficacité, ils doivent être conditionnés et utilisés conformément aux préconisations du fournisseur.

Lors de l'achat d'une glacière et des blocs eutectiques, il est recommandé de s'adresser à des professionnels et en aucun cas se fournir dans des magasins « grand public ». D'autre part, il est primordial de définir un cahier des charges à communiquer au fournisseur afin qu'il puisse proposer un matériel adapté au transport d'échantillons d'eau. Le principal critère à prendre en compte est la capacité de la glacière à pouvoir conserver les échantillons d'eau entre +2°C et +8°C pendant 48 heures, quelle que soit la température initiale de l'échantillon prélevé. D'autres critères, tels que ceux énoncés au § 2.3, peuvent également être pris en compte.

A réception, il est recommandé de vérifier que les critères définis dans le cahier des charges sont bien respectés. Pour cela, des contrôles sur la glacière ou le lot de glacière devront être réalisés en prenant en compte les conditions de transport habituellement mises en œuvre (saison, durée de transport).

Les essais de saisonnalité n'ont porté que sur quatre profils de température et ont été réalisés dans des conditions particulières (température de l'eau échantillonnée fixe). Ils ont montré que la température extérieure ainsi que la température de l'eau introduite dans la glacière impactent la capacité de la glacière à maintenir sa température interne entre +2°C et +8°C. Dans les conditions de réalisation des essais, aucune glacière ne répond aux critères fixés pour l'ensemble des profils testés.

Toutefois, dans certaines conditions, certaines glacières sont capables de maintenir une température interne entre +2°C et +8°C :

- 6 places SOFRIGAM en profil hiver France,
- Sofribox® SOFRIGAM en profils été France, été DOM et hiver DOM,
- 30 litres LA BOITE ISOTHERME en profil hiver France,
- Plasibox® SOFRIGAM en profil été France.

D'autres types de glacières testés, pourraient, selon les possibilités être adaptés (en faisant varier le nombre de blocs eutectiques, en les conditionnant différemment ou en utilisant des blocs eutectiques de composition différente) afin de pouvoir maintenir une température interne comprise entre +2°C et +8°C.

Pour les longs acheminements, il est possible d'avoir recours à du transport réfrigéré. Celui-ci devra également permettre de respecter les critères de température (température interne de l'installation comprise entre +2 et +8°C pendant le transport).

Les résultats observés lors des essais réels rejoignent les résultats des essais de saisonnalité réalisés en laboratoire. En effet, ils confirment que la capacité frigorifique des glacières dépend à la fois des conditions météorologiques lors du transport et de la température de la matrice prélevée introduite dans la glacière. Il est important d'adapter le type de glacière, le nombre et/ou la composition des blocs eutectiques (quand cela est possible) en fonction de ces conditions.

Il faut également préciser que les matériaux de calage permettant de protéger les flacons de la casse (flowpack, papier bulle...) n'ont pas été testés lors de cet essai. Ceux-ci pourraient avoir une influence sur la diffusion du froid dans l'enceinte réfrigérée.

Les futurs travaux sur ce sujet pourraient consister à :

- Tester d'autres configurations de glacières en faisant varier le nombre et/ou la composition des blocs eutectiques.
- Tester d'autres types de glacières en privilégiant des modèles réutilisables.
- Compiler les données issues de suivi de transports réels (laboratoires, préleveurs) afin de pouvoir comparer les différents moyens de conservation mis en œuvre.
- Confronter les résultats de cette étude aux résultats qui seront issus de quelques contrôles réalisés durant la campagne de l'étude prospective 2012 dans les DOM.
- Identifier les différents matériaux de calage existants en vue de les tester et de retenir les moins perturbants.
- Réaliser le même type d'étude pour le transport d'échantillons solides (sédiment, biote, passive samplers ...).
- Etudier l'impact de la température de prélèvements liquides et solides sur l'évolution de la température à l'intérieur de la glacière.

## 5 ANNEXES

<b>N°</b>	<b>Titre</b>	<b>Nombre de pages</b>
1	Programme essai positionnement des glaciers dans l'enceinte	1
2	Positionnement des glaciers dans l'enceinte - Résultats	3
3	Profil de température été France	1
4	Profil de température été DOM	1
5	Profil de température hiver France	1
6	Profil de température hiver DOM	1

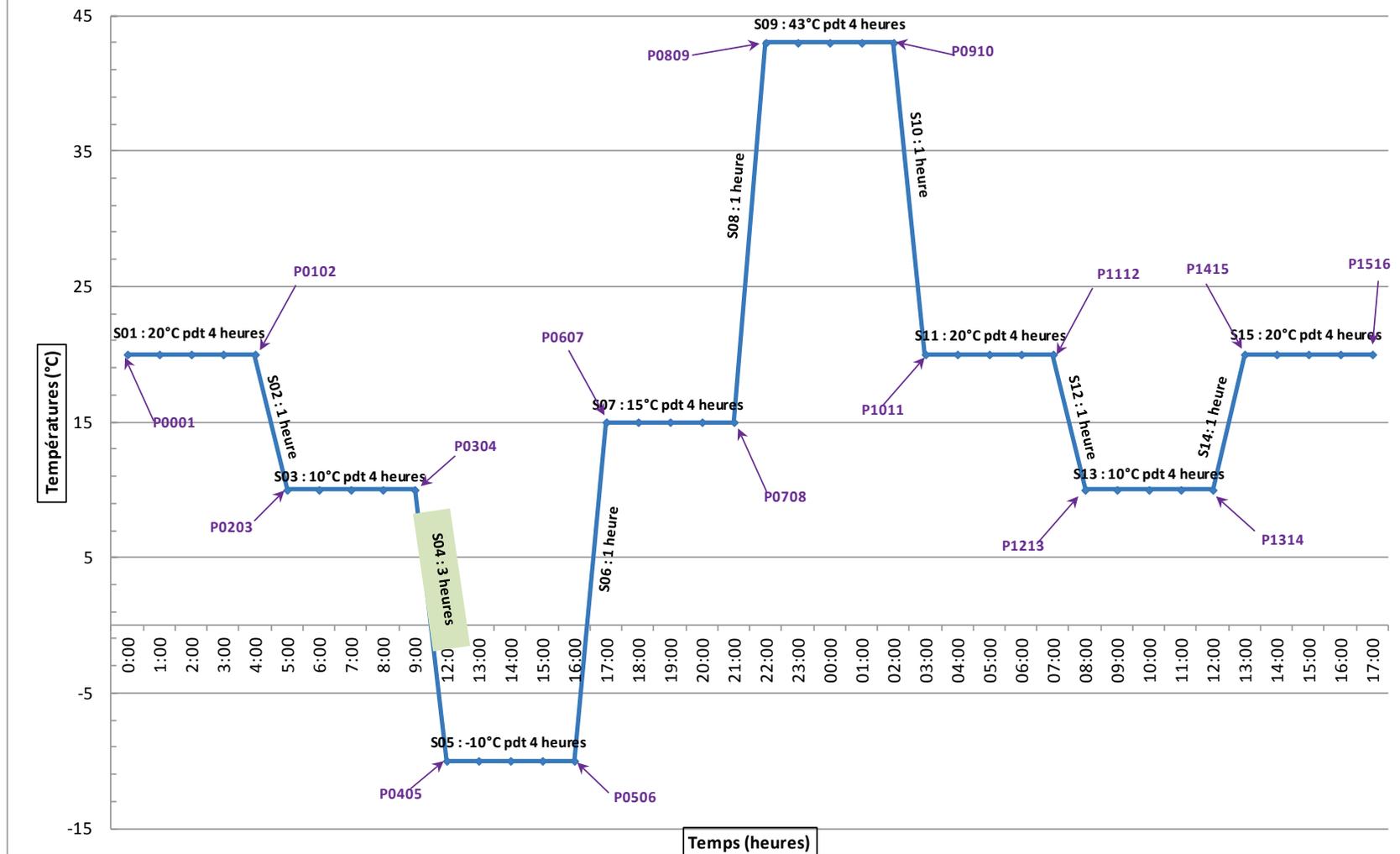


# **ANNEXE 1**

Programme essai positionnement des glaciers dans  
l'enceinte



## Programme Essai positionnement des glacières Grande Enceinte M-CE-18200

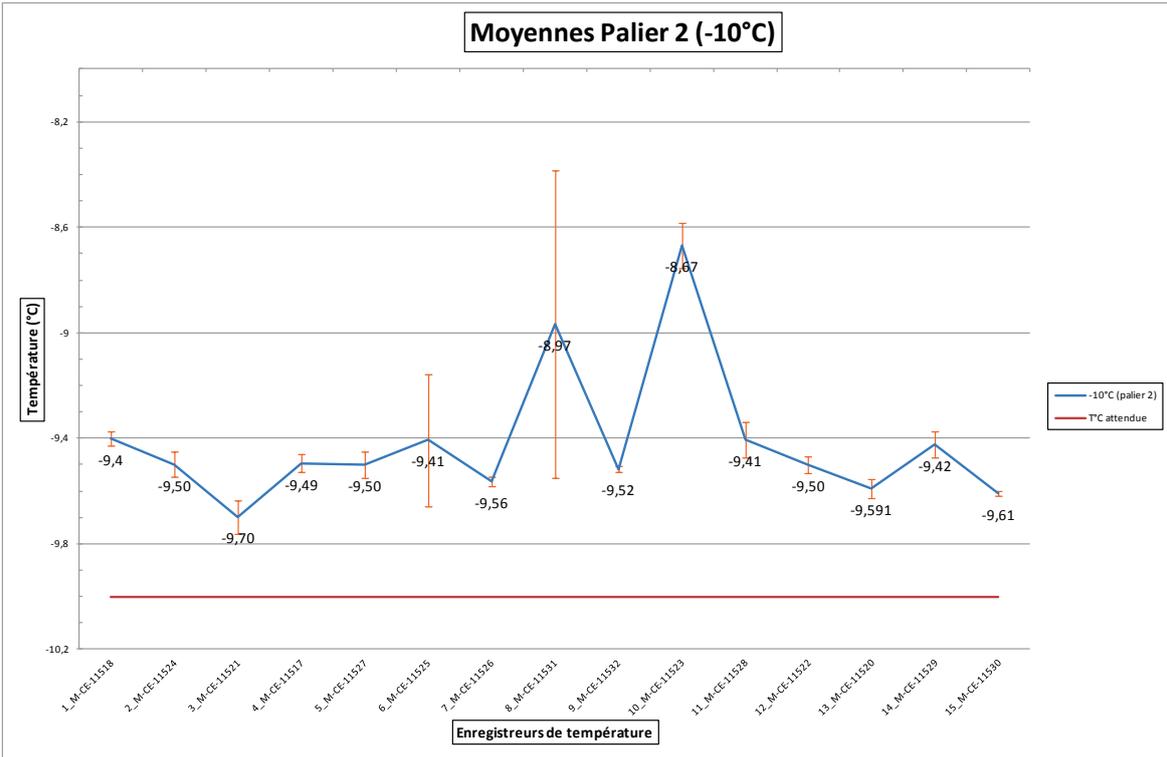
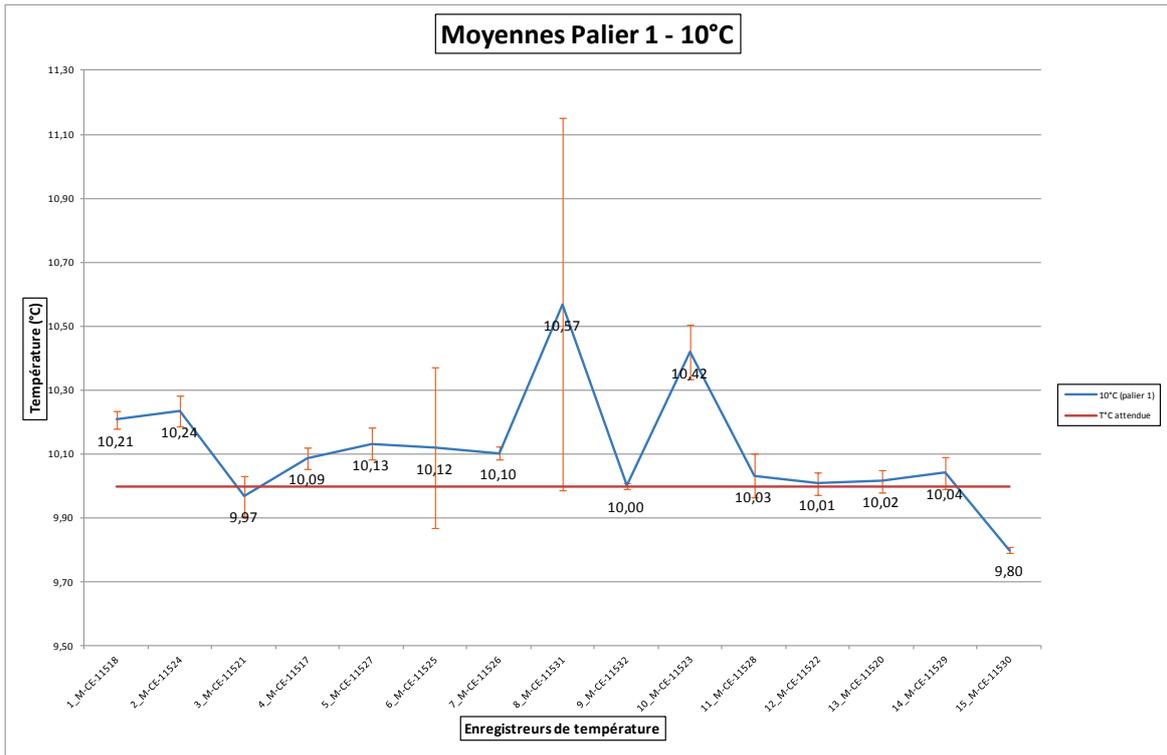


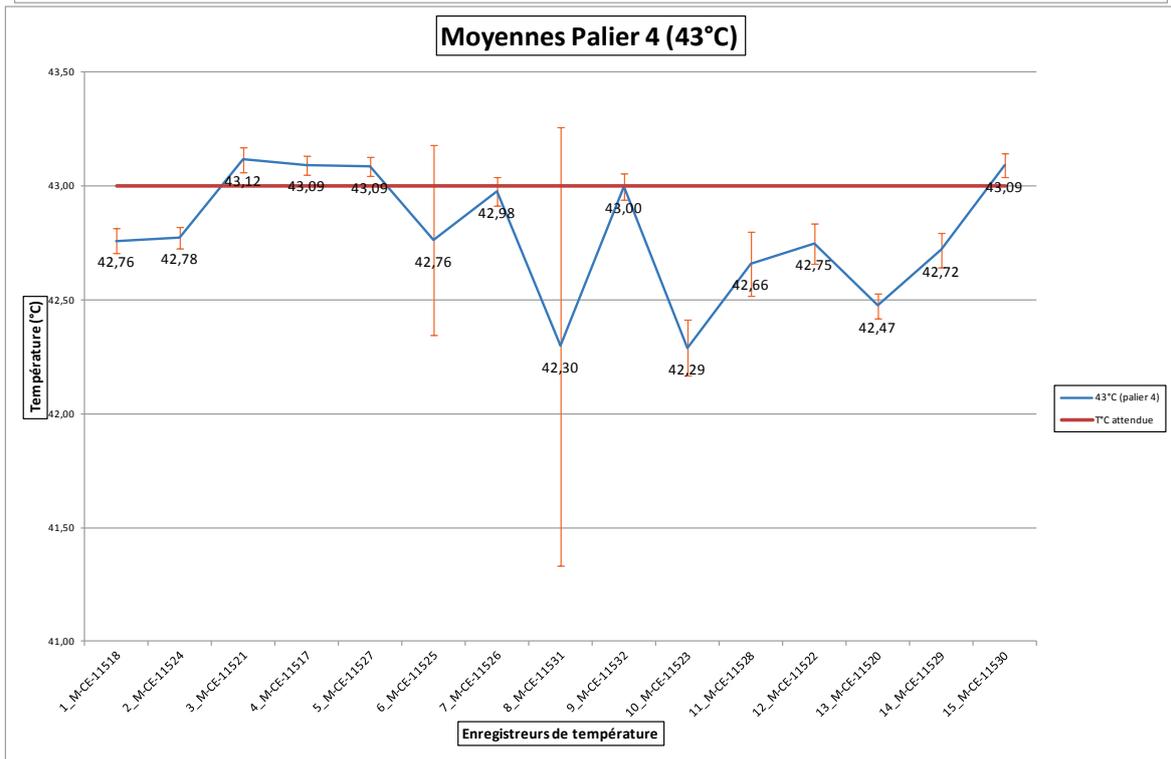
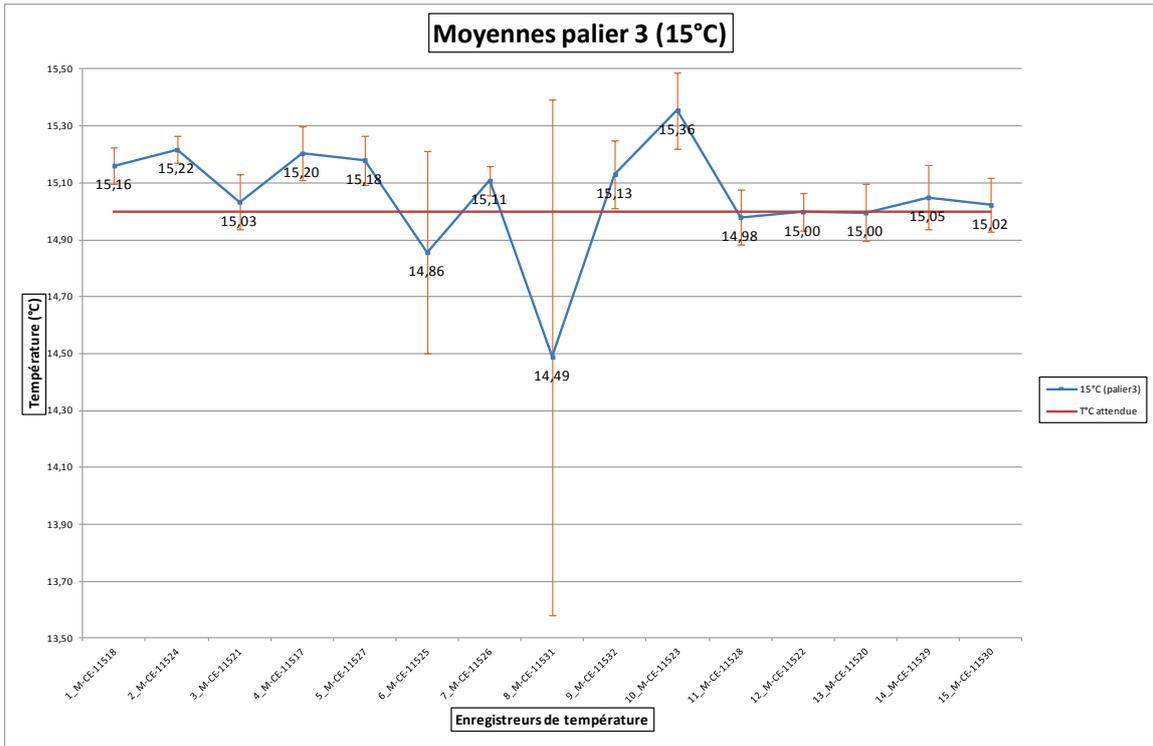


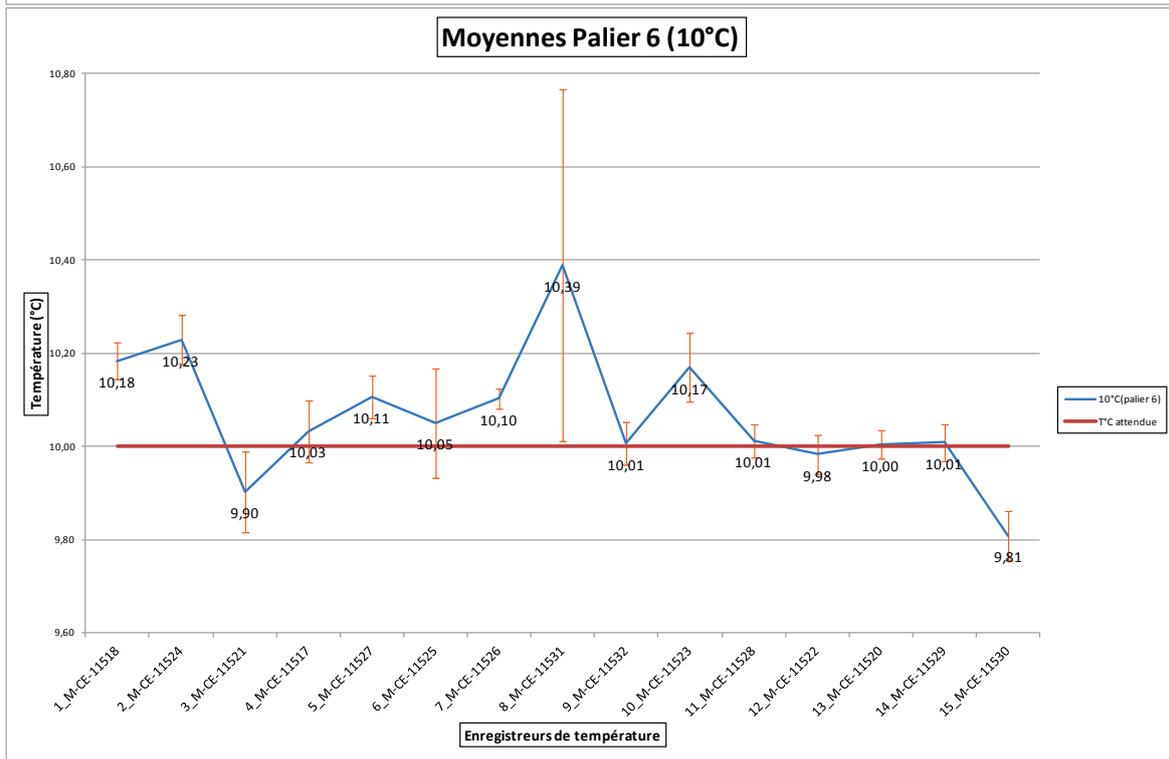
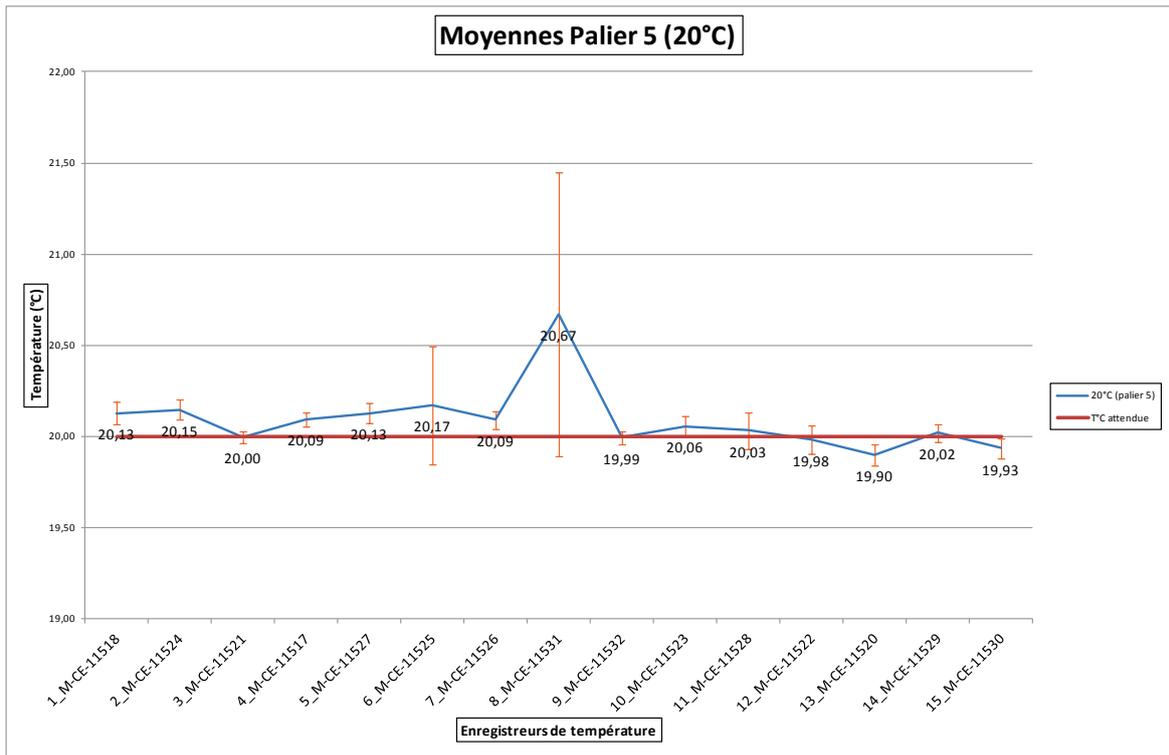
## ANNEXE 2

### Positionnement des glaciers dans l'enceinte - Résultats









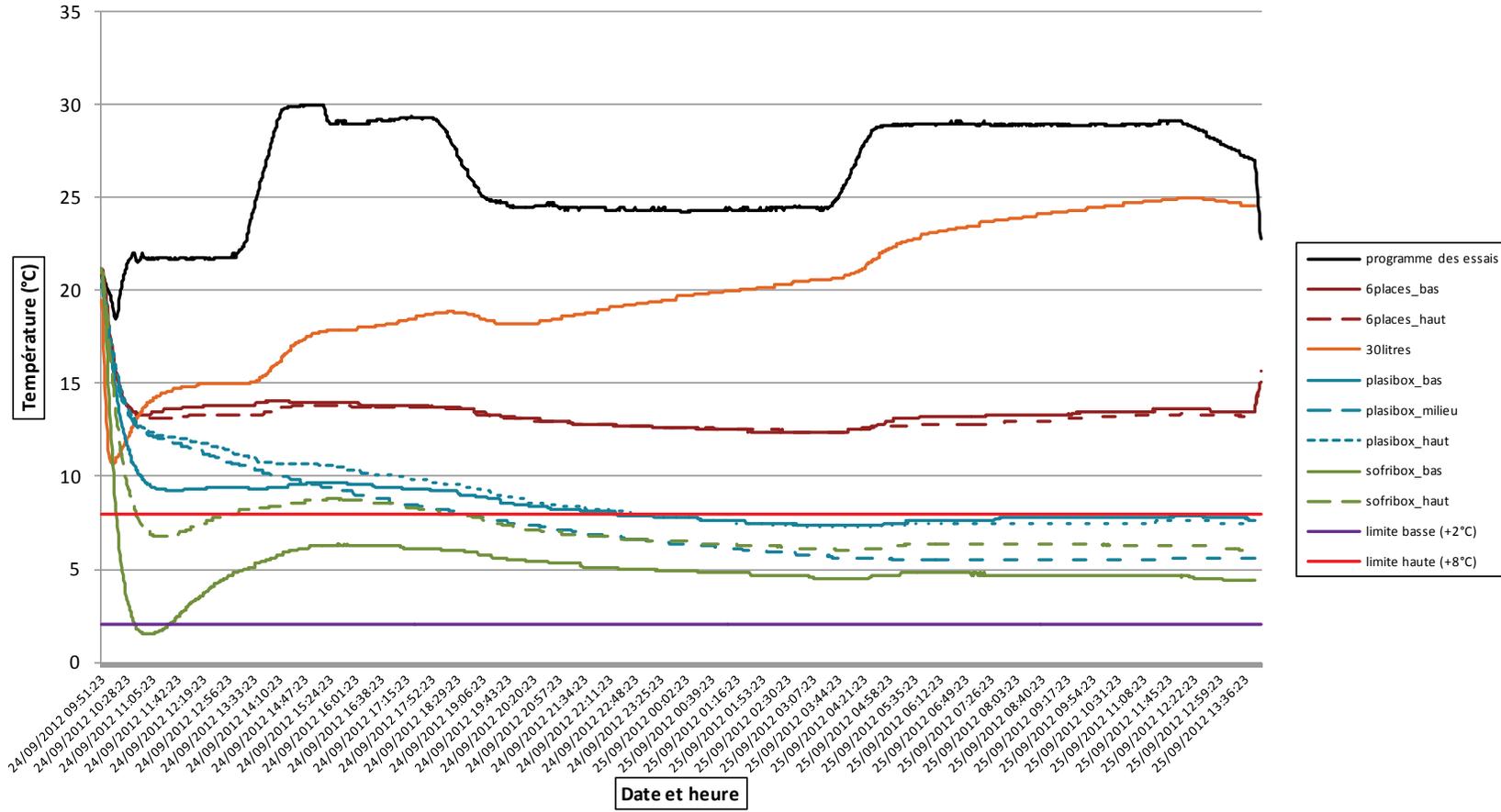


## **ANNEXE 3**

Profil de température été France



**Eté FRANCE - 24 heures - NFS 99-700 profil N°ST-24-a**  
**Courbe globale**  
**Température eau : environ 15°C**



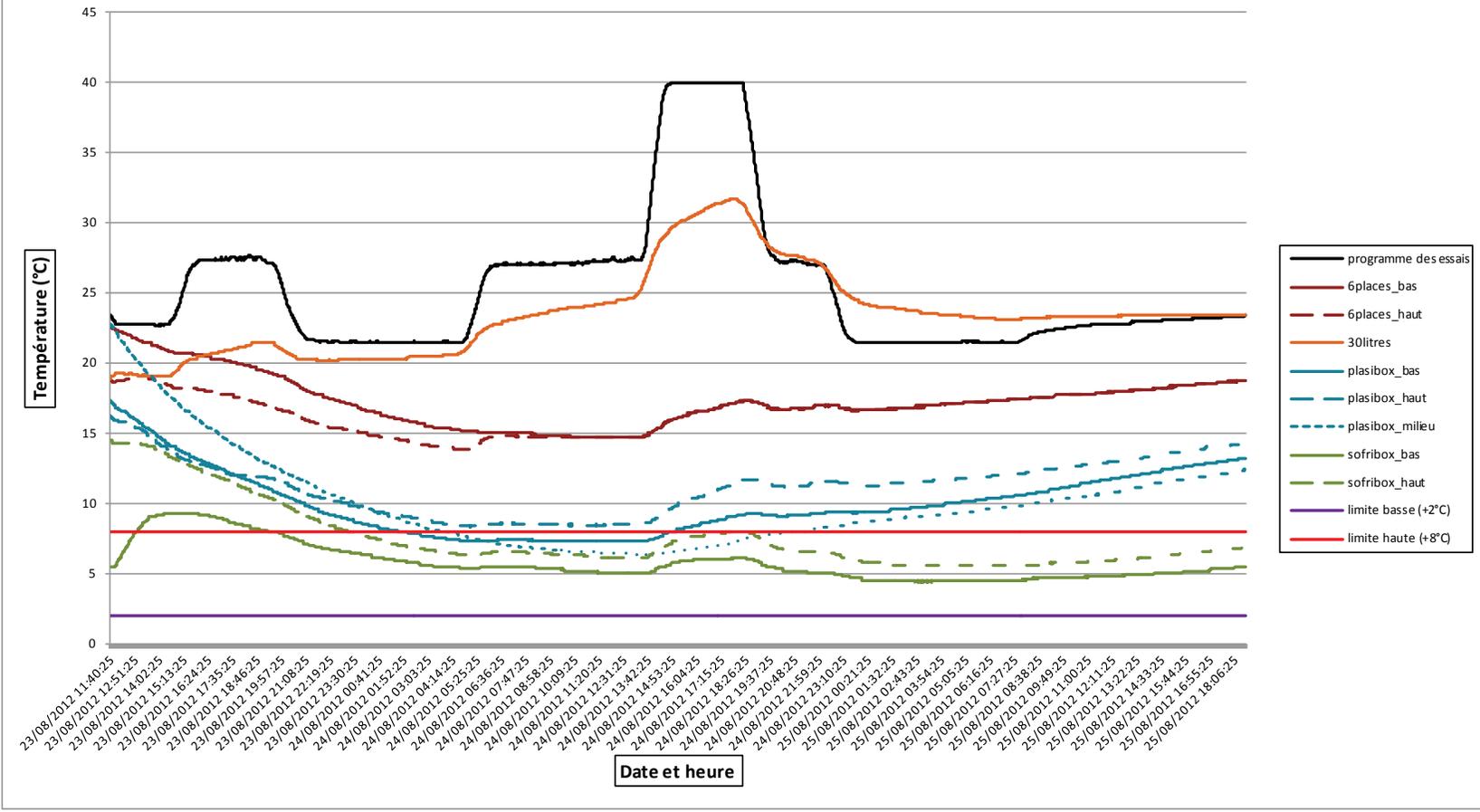


## **ANNEXE 4**

Profil de température été DOM



**Été DOM - 48 heures - NFS 99-700 profil N°ST-48-a**  
**Courbe globale**  
**Température de l'eau : environ 26°C**

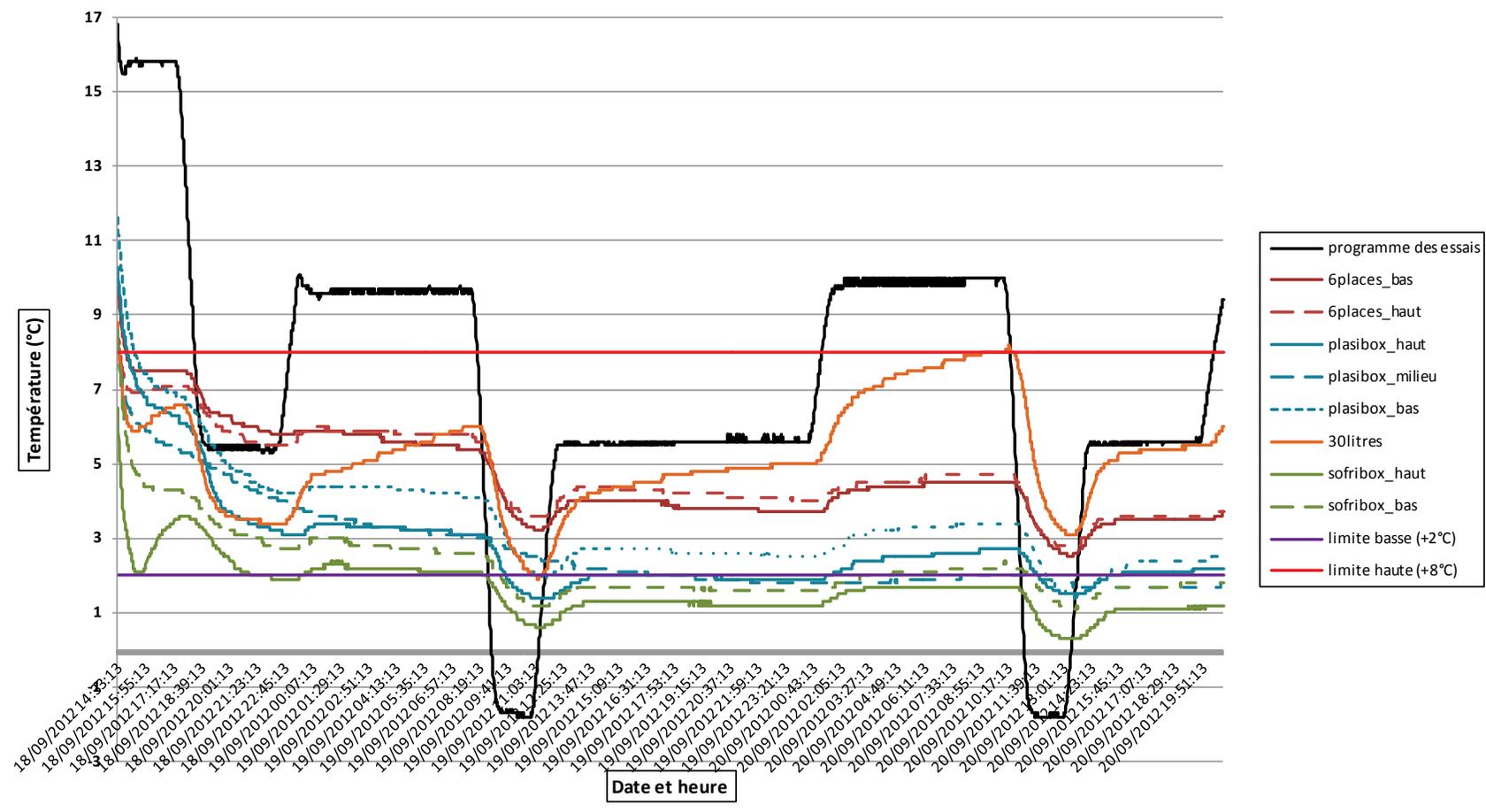




ANNEXE 5  
Profil de température hiver France



**Hiver France - 48 heures - NFS 99-700 Profil n°ST-48-d**  
**Courbe Globale**  
**Température eau : environ 5 °C**





ANNEXE 6  
Profil de température hiver DOM



Hiver DOM - 48 heures - NFS 99-700 profil N°ST-48-c  
 Courbe globale  
 Température eau : environ 26°C

