

## Sécurité au laboratoire

### Les différents aspects du séchage sous vide des solvants inflammables

Le séchage de substances contenant des solvants peuvent générer des mélanges explosifs, et constitue par conséquent une procédure à risque. Un exemple typique est le séchage de produits chimiques ou pharmaceutiques. Lorsque des solvants organiques sont utilisés pour la préparation d'échantillons, des mélanges inflammables peuvent prendre feu à certaines températures. Bien que les échantillons soient séchés sous vide à une température sélectionnée avec soin, l'objectif principal est d'empêcher la concentration critique de vapeurs de solvants. Le risque de blessures aux utilisateurs doit toujours être évité ! Binder GmbH, en collaboration avec les autorités compétentes de sécurité (BG-Chemie : Association professionnelle de la Chimie allemande) et des experts du Centre de recherche PTB (Institut de physique et métrologie allemand), a développé un équipement dédié à ces applications. Sa conception constitue la base de travail dans la mise au point de projets de normes sur le séchage de solvants.

Lors d'un séchage sous vide, il faut à la fois considérer les sécurités actives et les sécurités passives. Ces deux niveaux de sécurité doivent être correctement appliqués afin d'éliminer tout danger potentiel dès le début du séchage. Les mesures actives de sécurité sont mises en place pour éviter toute concentration trop importante de vapeur de solvants, et les éléments de sécurité passifs doivent être aussi intégrés. Ces derniers seraient automatiquement activés si jamais une explosion survenait, en raison d'une utilisation incorrecte et malgré les fonctions de surveillances intégrées et les circuits de sécurité électroniques. Une protection adéquate du personnel du laboratoire est absolument indispensable dans ces procédures. Plusieurs systèmes de sécurité, indépendants, et même redondants, doivent donc être prévus pour assurer une sécurité maximale.

Tout d'abord, l'équipement doit être conçu de telle sorte qu'aucune source potentielle de déclenchement d'explosion ne soit présente dans la chambre intérieure de séchage. De plus, les vapeurs contenant des solvants ou des traces de solvants doivent être complètement isolées des parties du matériel contenant les éléments de chauffage ou l'électronique. Toutes ces parties de l'étuve doivent être hermétiquement closes. Une atmosphère sous gaz inerte autour du contrôleur électronique est aussi recommandée. Par exemple, dans les étuves de séchage sous vide Binder de la série VDL, un capteur de pression (intégré en standard dans la chambre intérieure) surveille le niveau de vide et n'autorise le déclenchement du chauffage que lorsqu'un vide inférieur à 125 mbar a été atteint.

Dans le cas peu probable où une explosion se déclencherait, en raison d'une utilisation incorrecte et malgré les mesures de précaution, alors des mécanismes éprouvés de protection doivent être prévus. Un hublot en verre de sécurité et monté sur un système flexible est donc fortement recommandé pour absorber le choc dynamique et faire aussi office de grande soupape de sécurité. Dans les étuves VDL de Binder, le hublot de sécurité en polycarbonate protège contre les éclats de verre causés par des explosions ou des implosions. Un double joint de porte est aussi un élément de sécurité important dans la protection contre les mélanges de

solvants inflammables. Le joint intérieur doit être composé d'un matériau spécifique ignifugé qui empêchera les flammes d'atteindre l'extérieur. Il s'agit d'une sécurité supplémentaire Assurant une protection maximale aux utilisateurs.

Un autre aspect important est de s'assurer que l'équipement répond à toutes les exigences de la réglementation ATEX, qui est applicable depuis le 1er Juillet 2003. Dans la plupart des applications, les matériels de séchage sous vide sont placés en zone N. Cependant, ils opèrent parfois en Zone EX II. Les étuves Binder de la série VDL sont utilisables dans ces deux configurations, même en zone EX II 3G.

Lors du séchage de composés hautement oxydants, un critère fondamental est que l'étuve de séchage doit être conçue avec des matériaux ayant une grande stabilité. Un acier inoxydable de haute résistance peut aussi être utilisé pour éviter un vieillissement prématuré du matériel dû à une oxydation forte. En fonction de l'application, on choisira soit un joint de porte en silicone soit un joint Viton® (résistant à l'acide).

Parce que la chaleur ne peut pas être transmise aux échantillons par convection thermique en raison du vide, l'énergie nécessaire à l'évaporation doit être distribuée de façon homogène et précise aux échantillons par un contact direct. En théorie, trois méthodes existent :

- des micro-ondes
- des étagères équipées d'un chauffage électrique
- des étagères conductrices de chaleur

Lors de travaux sur des échantillons contenant des solvants, l'expérience pratique montre que les étagères conductrices de chaleur sont préférables. Les étagères équipées de chauffage électrique ne conviennent pas en raison du risque potentiel d'étincelles. Quant aux micro-ondes, elles conduisent à des températures non homogènes et une surchauffe de certains échantillons. Pour cette raison seules les étagères conductrices de chaleur conviennent à toutes les exigences de sécurité.

Pour un bon séchage sous vide, une distribution uniforme de la température dans toute la chambre intérieure de l'étuve est nécessaire. Ceci évite notamment la formation de points froids dans la chambre, à l'origine de la condensation. La chambre de préchauffage APT.Line™ brevetée permet cette distribution homogène. Une jaquette d'air assure la distribution homogène de la température sur toutes les parois de la chambre. Le système perfectionné de racks à expansion transfère uniformément l'énergie des parois vers les échantillons. L'efficacité de ce transfert de chaleur lors du séchage, c'est-à-dire du support vers l'échantillon, peut être paramétré individuellement par l'utilisateur. Ceci peut aussi être optimisé en utilisant des contenants dont la forme et le matériau seront appropriés. Une bonne conductivité thermique de ces éléments et un bon contact avec le support sont effectivement importants. La chambre de préchauffage APT.Line™, associée aux racks à expansion, assure des conditions de séchage uniformes dans tout l'espace intérieur. Ceci crée l'environnement le plus favorable pour une reproductibilité maximale et un traitement des échantillons conséquent, même en

pleine charge. Une distribution optimale de la température demande une technologie de chauffage évoluée mais aussi des contrôles électroniques de haute technologie. Des contrôles électroniques modernes permettent de garantir le processus, même lors de courtes coupures d'électricité qui arrivent parfois lors de cycles de séchage sur la nuit, le séchage étant automatiquement relancé lorsque le courant est rétabli. De nombreuses options sont aussi disponibles : un module pour installer ergonomiquement et confortablement le groupe de pompage, l'affichage de la température de l'échantillon par sonde PT 100, l'affichage digital de la température, et les données nécessaires pour les dossiers de qualifications. Chez Binder, nous avons développé un concept de sécurité adapté qui correspond aux exigences des utilisateurs et des récentes normes de sécurité, tout en maintenant nos performances et qualité habituelles.