



Comprendre les technologies d'évaporation et de concentration Partie 2 – Derniers développements technologiques

Dr. Induka Abeysena & Rob Darrington

Genevac Ltd, Ipswich, Royaume-Uni - www.genevac.com

Le second volet de ce document expose les dernières innovations dans le domaine des pompes, pièges à froid et condenseurs utilisés dans les techniques d'évaporation et de concentration décrites dans la première partie.

Introduction

La connaissance du processus d'évaporation et des facteurs qui l'influencent, y compris la sélection minutieuse d'une pompe à vide, d'un piège à froid et d'un condenseur, ainsi que l'attention portée au contrôle de la pression, sont essentiels pour obtenir un système équilibré qui garantit une élimination et une récupération optimale des solvants.

Pompes à vide

Les systèmes d'évaporation sous vide, notamment les lyophilisateurs et les concentrateurs centrifuges, requièrent une source de vide, qui peut prendre la forme d'une pompe d'aspiration à robinet (venturi), d'une pompe à vide traditionnelle ou d'une pompe à sec de nouvelle génération.

L'utilisation des pompes d'aspiration à robinet décline en raison de son impact négatif sur l'environnement, à savoir une importante consommation d'eau et la condensation de la vapeur de solvant dans l'eau. Ce qui pollue. Les pompes à vide traditionnelles offrent une excellente performance en atteignant des pressions inférieures à 0,02 mbar avec un débit élevé. Toutefois, l'huile minérale utilisée

pour lubrifier les ailettes des pompes est salissante et, au fil du temps, peut être dégradée par les vapeurs de solvants, ce qui peut nuire à ses performances. Les nouvelles pompes à vide munies d'un diaphragme sont très fiables et résistent aux solvants. Leur niveau de vide limite s'élevant à 1 ou 2 mbar, elles sont parfaitement adaptées aux solvants volatils, mais pas au séchage des solvants à point d'ébullition élevé ou à la lyophilisation, car leur niveau de vide est insuffisant.

Les nouvelles pompes sèches à spirales ne requièrent ni fluide de pompage ni lubrifiant, et sont adaptées aux systèmes d'évaporation et de concentration. Les pompes sèches à spirales (Figure 1) offrent également une excellente performance jusqu'à des pressions de 0,07 mbar à débit élevé, demandant peu d'entretien et ont un impact réduit sur l'environnement par rapport aux pompes à vide ou à robinet traditionnelles.

Pièges à froid et condenseurs

Les pièges à froid et les condenseurs permettent de récupérer le solvant éliminé par les systèmes de concentration ou d'évaporation. Le piège à froid ne doit pas entraver le débit de vapeur, doit être facile à nettoyer et empêcher le solvant de pénétrer dans la pompe à vide. En plus, un piège à froid efficace offre une excellente récupération des solvants et accélère le processus d'évaporation en apportant du vide par cryopompage. L'évaporation des solvants produit une importante expansion du volume, de l'ordre de 20 000 fois. Lorsque les vapeurs se condensent de nouveau en liquide dans le piège à froid, la réduction du volume tire du vide.

Généralement, un piège à froid se compose d'un récipient en acier



Figure 1 – Pompe à spirales

inoxydable et de serpentins de refroidissement placés sur l'extérieur, il est positionné sur le parcours de la vapeur, entre le concentrateur et la pompe à vide, et réfrigéré à une température inférieure à 0°C par un compresseur à gaz. Bien qu'efficaces, ces pièges à froid sont difficiles à vider. Pour éliminer le solvant condensé, en particulier l'eau qui se transforme en glace, ces pièges à froid doivent être dégivrés avant d'être vidés, ce qui augmente le temps d'immobilisation du système. Pour éliminer ce problème, certains systèmes utilisent des flacons en verre, qui sont placés dans des récipients en acier inoxydable. A la fin du processus de concentration, le récipient contenant le condensat peut être retiré et remplacé par un nouveau récipient. Toutefois, la réfrigération efficace du flacon en verre dépend d'une huile de silicone assurant le transfert thermique entre le récipient en acier inoxydable et le flacon, ce qui rend l'extérieur du flacon glissant et dangereux à manipuler. Par conséquent, cette méthode est peu utilisée.

Les problèmes associés à la décongélation et aux flacons glissants peuvent être éliminés par les évaporateurs simples. Les évaporateurs rotatifs, par exemple, récupèrent le solvant éliminé à l'état liquide dans un flacon en verre, à l'aide de condenseurs en verre réfrigérés à l'aide d'eau de refroidissement ou de glace sèche. Le principe du condenseur Graham a récemment été appliqué aux pièges à froid. Ces nouveaux pièges à froid à compresseur à gaz, tels que le Speed Trap™ de miVac (Figure 2), sont dotés de serpentins froids suspendus sur le parcours de la vapeur. Ainsi, les solvants se condensent sur les serpentins et sont récupérés directement à l'état liquide dans un récipient en verre isolé, situé dans la partie avant du piège. Ces pièges à froid disposent d'une puissance de condensation jusqu'à 50% supérieure par rapport aux anciens systèmes, et offrent une meilleure récupération des solvants sans eau de refroidissement ni glace sèche. En outre, le récipient en verre est facile à retirer, ce qui permet de rapidement évacuer les solvants et d'immédiatement le replacer sans attendre le dégivrage du système.

Puissance de condensation

L'efficacité d'un piège à froid dépend davantage de la puissance de condensation que de la faible température du piège. Les pièges fonctionnant à très faible température (de -80°C à -100°C) utilisent souvent pratiquement toute la puissance disponible pour atteindre ces températures extrêmes. Ces systèmes sont efficaces pour la lyophilisation, qui est un procédé relativement lent, mais inappropriés comme pièges à froid pour la concentration rapide en raison de leur faible capacité de condensation. Les compresseurs à gaz

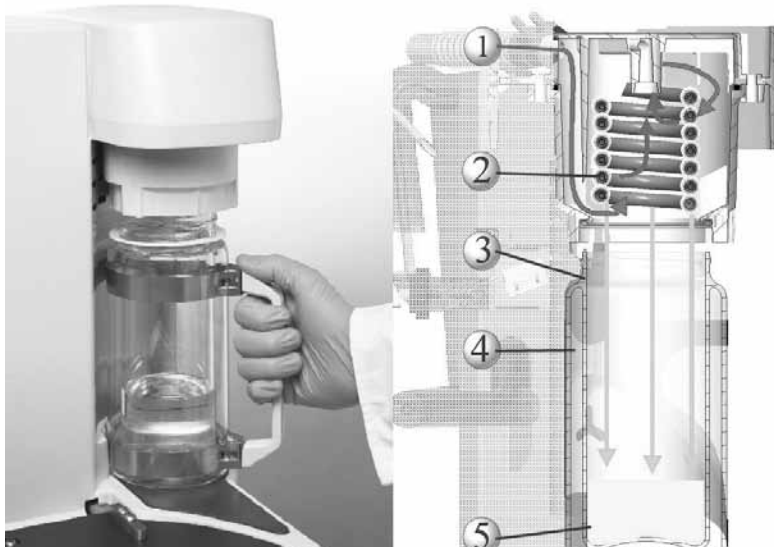


Figure 2 - Le miVac SpeedTrap

1. Entrée des vapeurs chaudes.
2. Serpentins de condensation/coques de glace.
3. Récipient de récupération en verre.
4. Isolation sous vide.
5. Solvant récupéré à l'état liquide



Contact :

Odémi SAS
6 Rue Brunner
77166 Grisy
Tél : 09 62 56 06 27
Fax : 01 60 02 58 45
Mail : odemi@orange.fr
Web : http://www.water.siemens.com/en/products/laboratory_water/



- Odémi, représentant exclusif en France de la marque SIEMENS WATER avec :
 - La gamme **UltraClear RO** destinée aux applications du laboratoire, pour des besoins pouvant aller de quelques litres à 350 l/h, d'eau pure et ultra pure.
 - En exclusivité les gammes **LaboSTAR** pour des besoins faibles en quantité.
 - La gamme **UltraClear**, dédiée aux laboratoires possédant de l'eau déjà purifiée et exigeant une qualité LA PLUS PURE.
 - La gamme **Protegra** pour les installations centralisées à haut débit de l'industrie et de l'hôpital.
- Odémi c'est aussi du service...
 - une **EQUIPE EXPERIMENTEE** de spécialistes de l'eau pure et ultra pure.
 - une **identification** de vos besoins,
 - des **solutions techniques** et économiques
 - un **SERVICE DE DEMINERALISATION**,
 - **régénérations** des résines quelque soit le contenant
 - **colonnes résistantes** à tous les environnements
 - **logistique personnalisée**.
 - un **SERVICE DE MAINTENANCE**,
 - **interventions préventives / curatives**
 - **contrats d'entretiens**
 - **contrôles qualité**

RETROUVEZ NOUS A FORUM LABO 2013 DU 4 AU 7 JUIN 2013 : STAND E 85

Eau Pure et Ultrapure pour labo et industrie
Distributeur exclusif **SIEMENS**



fournissent une puissance maximale de condensation à environ -20°C (Figure 3). En deçà, la puissance de condensation baisse rapidement. La performance optimale d'un piège à froid dépend donc du contrôle du point d'ébullition du solvant (-20°C ou plus), de façon à ce que le compresseur à gaz fonctionne à pleine puissance. Donc, pour optimiser la récupération des solvants dans un système à vide, il est essentiel de tenir compte du type de pompe à vide, du piège à froid, mais aussi d'avoir un contrôleur de pression et de connaître les solvants utilisés.

L'importance du contrôle de la pression

Le contrôle de la pression d'un système d'évaporation sous vide est essentiel pour (1) garantir un piégeage optimal des vapeurs ; (2) accélérer l'évaporation des mélanges complexes ; et (3) prévenir les pertes d'échantillon par sublimation.

Le contrôle du point d'ébullition du solvant s'effectue par le contrôle de la pression afin d'obtenir un point d'ébullition à -20°C (voir ci-dessus). Comme décrit ci-dessus, un piège à froid à compresseur à gaz fonctionne alors à pleine puissance et piège les vapeurs plus efficacement. Enfin, les échantillons restent à une température basse, généralement privilégiée. Le fonctionnement à des températures plus élevées est possible, bien que plus lent puisque l'apport calorifique apporté aux échantillons sera plus faible. La congélation de l'échantillon n'est pas recommandée avec les concentrateurs, car elle ralentit l'évaporation, une augmentation de la pression est donc parfois conseillé pour atteindre un point d'ébullition adéquat. A titre d'exemple, l'eau gèle lorsqu'elle est évaporée à une pression inférieure à 6 mbar, la pression optimale pour la concentration de l'eau sera de 8 mbar et, à cette pression, l'eau bout à $+4^{\circ}\text{C}$.

Dans le cas des mélanges complexes (ex. : fractions de chromatographie liquide haute performance (HPLC)), où de l'eau et un solvant organique sont présents, le solvant organique doit être éliminé sans congeler l'eau pour ne pas ralentir l'évaporation, ce qui est possible par un contrôle approprié de la pression. Les principaux fabricants d'évaporateurs/de systèmes de concentration fournissent généralement des conseils techniques détaillés sur l'optimisation des ces applications spécifiques.

La plupart des échantillons peuvent devenir volatils dans des conditions appropriées. En général, plus une molécule est petite, plus elle se volatilise facilement, en particulier les molécules organiques. Un échantillon de faible poids moléculaire (inférieur à 300) et/ou extrêmement volatil (ex. : une molécule organique à chaînes linéaires comptant peu de groupes caractéristiques) peut se dégrader par sublimation pendant le processus d'évaporation. Un contrôle approprié de la pression permet de prévenir la sublimation. Il est également important d'arrêter le processus d'évaporation dès que les échantillons sont secs. Des dispositifs de contrôle ont été développés pour certains systèmes.

Résumé

Aujourd'hui, il existe de nombreux systèmes d'évaporation et de concentration adaptés aux diverses applications d'élimination des solvants. Une sélection appropriée de la pompe à vide et du piège à froid est essentielle pour garantir une évaporation et une concentration optimales. Les pompes offrant des niveaux de vide appropriés et des débits élevés sont recommandées. Des pièges à froid extrêmement efficaces permettent aujourd'hui d'accélérer le processus de concentration et de séchage tout en récupérant les solvants à l'état liquide, ce qui réduit l'impact sur l'environnement et supprime les longues procédures de décongélation.

À propos des auteurs

Le Dr. Induka Abeysena est Spécialiste des applications chez Genevac
Rob Darrington est Directeur des produits chez Genevac

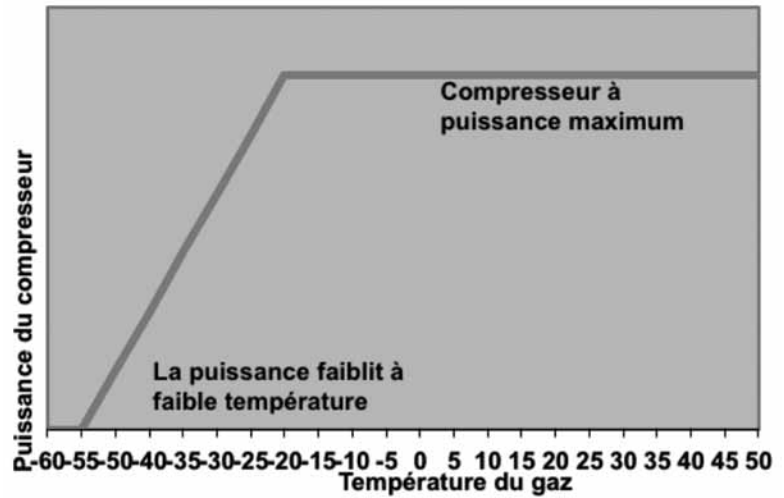


Figure 3 – Puissance du compresseur vs Température du gaz



Depuis plus de 40 ans, spécialiste des technologies de filtration pour la protection du personnel de laboratoire

Forum LABO BIOTECH
Stand Erlab C06-D07
4-7 JUIN 2013

La gamme captair

Hottes et armoires à filtration sans raccordement



Hottes à filtration, Sorbonnes à recirculation et Postes de pesées sécurisés



Armoires ventilées à filtration



Hottes PCR



Encintes à air propre



Système de filtration autonome pour armoires de sécurité

Votre protection par le spécialiste de la filtration

- ✓ Performances de sécurité garanties par la norme AFNOR NF X 15-211
- ✓ Technologie de filtration exclusive Flex
- ✓ Aucun raccordement aéraulique nécessaire
- ✓ Pas de rejet de polluants dans l'atmosphère
- ✓ Des économies d'énergie significatives
- ✓ Pas de planification, immédiatement opérationnelles
- ✓ Mobiles et relocalisables

Téléchargez le catalogue sur : www.captair.com

Erlab - Parc d'Affaires des Portes – BP403 - 27104 Val de Reuil Cedex - Tel : +33 (0) 2 32 09 55 80 - e-mail : ventes@erlab.net