

La Lyophilisation

La lyophilisation, ou séchage à froid, est un procédé qui permet de retirer l'eau contenue dans un produit congelé afin de le rendre stable à la température ambiante et ainsi faciliter sa conservation en évitant son oxydation.

La lyophilisation est utilisée dans de nombreux domaines comme l'agro alimentaire, la pharmacie, la chimie, de plus en plus a des fins d'analyses environnementales, les matériaux nouveaux et bien d'autres encore a l'avenir.

De part les plages de températures dans lesquelles se déroulent les phases du cycle, elle permet de conserver les propriétés physiologiques du lyophilisat pour les matrices biologiques.

Cette technique utilise dans une première phase dite de lyophilisation primaire, le phénomène de sublimation qui est de passage direct de l'eau (ou d'autres solvants) de la phase solide a la phase vapeur. Ensuite pour réduire encore si nécessaire la teneur en eau, il est possible de prolonger la lyophilisation en réduisant encore la pression déjà très faible et en chauffant d'avantage le produit déjà presque sec. Il se produit alors une désorption qui permet d'arracher les molécules d'eau (ou de solvant) encore liées au produit à lyophiliser. La lyophilisation est donc une opération complexe, comprenant plusieurs facteurs majeurs. La congélation d'une part qui fixe la structure du produit final (et conditionne aussi la phase suivante de sublimation) et la dessiccation primaire et secondaire d'autre part qui assureront la qualité de conservation du lyophilisat.

Concrètement un lyophilisateur est constitué d'une chambre étanche dans laquelle est placée la charge a lyophiliser. Cette chambre contient des étagères ou des plateaux qui supportent la charge. Ces plateaux peuvent être inertes, ils peuvent chauffer pour apporter les calories nécessaires a la sublimation, ils peuvent aussi refroidir pour assurer la congélation initiale dans le lyophilisateur, qui dans le cas inverse doit impérativement être menée dans un congélateur externe. Cette chambre contient ou est reliée à un piège froid qui assurera la condensation des vapeurs d'eau ou de solvants issus de la sublimation. Le tout est relié à une ou plusieurs pompes a vide dont le but est d'éliminer de la chambre, lors de la mise sous vide initiale, les gaz incondensables par le piège, c'est à dire essentiellement l'azote et l'oxygène contenus dans la chambre après le chargement.



Le cycle se déroule de la façon suivante :

Tout d'abord la charge est congelée à pression atmosphérique, soit à l'extérieur dans un congélateur, soit sur les étagères du lyophilisateur qui doivent alors pouvoir refroidir. Cette phase de congélation permet d'amener l'eau à l'état solide de glace.

Ensuite lorsque la charge est entièrement congelée, le piège froid est démarré et sa température descend puis l'enceinte est mise sous vide par la pompe à vide ce qui permet de vider les gaz incondensables sur le piège comme l'azote et l'oxygène de l'air. Lorsque la pression dans l'enceinte descend en dessous de la tension de vapeur de la glace de la charge sur les étagères, la sublimation de cette glace commence. Cette sublimation a besoin de calories pour se produire. Ces calories sont donc prises sur le produit lui-même dont la température baisse. Sur les lyophilisateurs munis d'étagères chauffantes, la chauffe de ces étagères assure l'apport de ces calories qui sinon sont prises au milieu extérieur, principalement par le rayonnement infrarouge de la température ambiante, mais aussi véhiculées par les quelques molécules de vapeur d'eau présentes dans l'enceinte et qui assurent un transfert efficace de ces calories. A ce stade, la vitesse de progression de la lyophilisation est dictée par l'afflux plus ou moins important de ces calories. Ainsi il est possible que les étagères soient à +40°C alors que le produit peut être à -40°C tout en étant posé dessus. Le contrôle de la température des produits soumis à la sublimation peut être fait minoritairement par la régulation de la chauffe des étagères mais il est surtout influencé par le niveau de vide dans l'enceinte. Plus le vide est bas, plus les produits sont froids. Ainsi une régulation du niveau de vide (de la pression) dans l'enceinte permet de contrôler efficacement la température de la charge en cours de lyophilisation et l'apport des calories. A cet effet plusieurs dispositifs existent, la plupart d'entre eux consistent en l'injection de gaz, air ou gaz neutre sec dans l'enceinte pour moduler le vide. Mais il est aussi possible soit d'isoler la pompe à vide, soit de jouer sur la température du piège. En lyophilisation primaire, il y a

donc intérêt, pour accélérer la lyophilisation, à appliquer un vide pas trop bas, la limite étant de ne pas faire monter la température de la charge au-dessus de sa température de fusion au quel cas la charge fondrait et se mettrait à mousser. Le flux de vapeur issu de la sublimation représente un débit volumique très important, en regard de la pression très faible régnant dans l'enceinte. Ainsi la pompe à vide seule ne pourrait absorber cet afflux massif de vapeur. La fonction du piège froid est donc de condenser les vapeurs issues de la sublimation. Donc une fois que le volume d'air initial présent dans l'enceinte a été évacué par la pompe à vide, c'est uniquement le piège froid qui fait office de pompe à vide, la pompe à vide externe doit donc uniquement évacuer les gaz incondensables introduits par le dispositif de régulation du vide c'est à dire un débit très faible. D'autre part, autant il faut fournir des calories pour sublimer la glace, autant il faut en évacuer pour condenser la vapeur d'eau en glace. Le piège froid doit donc avoir une puissance supérieure à la puissance fournie au produit pour le sublimer.

Enfin, lorsque la plus grosse partie de l'eau contenue dans le produit a été évacuée par la sublimation, celle-ci diminue puis s'arrête, la température de la charge en cours de lyophilisation tend alors à rejoindre celle des étagères. C'est à ce moment que la lyophilisation primaire est terminée et que commence la lyophilisation secondaire. Dans certaines applications, notamment pour les produits biologiques actifs, il n'est pas souhaitable d'avoir un taux d'humidité résiduelle trop bas qui dégraderait les propriétés du produit. Dans ces cas-là, la lyophilisation secondaire n'est pas souhaitable. En revanche, si l'on désire diminuer encore le taux d'humidité alors il faut prolonger le cycle par une troisième phase dite de lyophilisation secondaire. Au cours de cette phase, il va y avoir évacuation d'une grande partie de l'eau liée chimiquement au produit. Pour ce faire, 3 facteurs entrent en jeu. Tout d'abord il est utile de chauffer le produit autant qu'il peut le tolérer de façon à ce que l'agitation moléculaire favorise la rupture des liaisons avec l'eau. Souvent le produit sec tolère une température supérieure au produit humide. Ensuite, le niveau de vide doit être baissé pour favoriser l'évaporation. À ce stade, l'apport de calories nécessaire a fortement baissé et le rôle de la pression de vapeur comme transmetteur de calories est beaucoup moins utile, il est donc préférable d'avoir un vide très profond, rendu possible par le flux plus faible de vapeur d'eau. Enfin le facteur temps est aussi très influent. Plus le cycle se prolonge plus le taux d'humidité diminue mais dans ce cas un compromis est à trouver car les dernières fractions d'eau coûtent beaucoup de temps.

En fin de lyophilisation il est possible de casser le vide avec un gaz neutre sec comme l'azote. Ainsi les molécules d'azote prennent la place des molécules d'eau manquantes ce qui diminue la réhydratation. Il est aussi possible de boucher les flacons dans la chambre, soit sous vide soit sous gaz neutre sec à l'aide d'un dispositif de bouchage interne qui provoque

l'empilage des étagères les une sur les autres pour provoquer la descente de bouchons fendus adaptés préalablement pré insérés sur les flacons.



Les points les plus importants pour le choix d'un lyophilisateur sont :

- La surface utile disponible qui permet, pour une même masse de charge a lyophiliser de réduire l'épaisseur a laquelle il est possible de disposer cette charge. Sachant que la sublimation progresse en "front" depuis la surface vers les profondeurs de la charge. La vapeur d'eau issue des couches profonde doit donc traverser tout le produit sec au-dessus d'elle avant de sortir. Il y a donc beaucoup a gagner, en terme de temps de cycle et de taux d'humidité résiduelle finale, a réduire au maximum l'épaisseur de la charge. A titre d'exemple 1 cm sur 1m² représente 10 litres.
- La température du piège. En effet le niveau de vide dans un lyophilisateur est fixé par 2 paramètres, les performances de la pompe a vide et surtout la température a laquelle le piège froid permet de maintenir la glace. Le vide limite est limité par la tension de vapeur a la surface de la glace du piège. Si la glace n'est pas assez froide, alors la glace de piège se sublime à son tour et le niveau de vide remonte pour atteindre un nouvel équilibre. Ainsi plus le piège est froid, plus il est possible de stocker d'épaisseur de glace avant d'atteindre en surface de la glace une température telle que la tension de vapeur ne limite le vide. D'autre part, certains solvant présent en quantités plus ou moins importante impose une température minimale pour pouvoir être condensés.
- La capacité du piège, qui donne la quantité de glace qu'il est possible de stocker. Cette capacité de glace représente donc la quantité maximale d'eau ou de solvant qu'il sera possible de retirer de la charge a chaque cycle de lyophilisation. La capacité du piège détermine donc la masse de produit qu'il sera possible de lyophiliser a chaque cycle. Elle est en principe adaptée à la surface de chargement disponible sur les étagères. Ce paramètre de capacité est donné par la taille du piège, sa température et sa géométrie qui est très importante pour permettre la meilleure répartition possible de la glace sur toute sa surface et éviter son bouchage.

CRIOS



Le lyophilisateur Crios est un produit simple d'utilisation et très performant.

De -50 °C à -80 °C. De 2 à 3 Litres de volume de piégeage.

Le lyophilisateur Crios allie performance et économie. Ce modèle d'entrée de gamme est équipé en standard de 9 robinets manifolds et d'une chambre de sublimation de 300 mm de diamètre, munie d'un plateau de 260 mm. Il peut être équipé de 4 plateaux chauffants, de 3 sondes produits, d'une régulation de pression de sublimation.

Il est également possible d'y adapter une chambre de sublimation de 400 mm de diamètre munie de plateaux chauffants ou non de 350 mm. Cette chambre est alors équipée de 12 robinets.

De part sa technologie, le lyophilisateur de paillasse -50°C Crios répond aux facteurs déterminant de la lyophilisation, à savoir : le froid dans le piège, le chauffage et le vide. De ces trois points dépend le succès de l'opération et la qualité du produit.

Points forts

Piège -50°C.

0,053 à 0,1 m² de surface d'exploitation par plateaux.

Les plateaux chauffants permettant la chaleur nécessaire à la sublimation des produits (optionnel).

Possibilité de réguler le niveau de vide par vanne d'aspiration (optionnel)

Possibilité de bouchage sous vide pour lyophilisation en Vial

Volume du piège important de 2 à 4 litres brut suivant modèle.

3 sondes de température produits pour le suivi, la sécurité de la lyophilisation et l'optimisation du temps.

Évaporateur serpentin en acier inox 316. Dégivrage rapide par aspersion d'eau.

Orifice d'écoulement pour faciliter de dégivrage du piège.

Affichage digital, avec la température du piège, des plateaux, et des produits.

Affichage lumineux de l'alarme température, filtre et vide.

COSMOS

Cosmos le lyophilisateur de paillasse a piège séparé.



Piège -80 °C.

Piège séparé capacité 3Kg de glace.

Le lyophilisateur Cosmos est la version du lyophilisateur Crios mais équipé d'un piège séparé.

La chambre de sublimation est séparée du piège par une vanne manuelle qui permet de contrôler la fin de lyophilisation. Ce modèle est équipé en standard de 9 robinets manifolds et d'une chambre de sublimation de 300 mm de diamètre, munie d'un plateau de 260 mm. Il peut être équipé de 4 plateaux chauffants, de 3 sondes produits, d'une régulation de pression de sublimation.

Il est également possible d'y adapter une chambre de sublimation de 400 mm de diamètre munie de plateaux chauffants ou non de 350 mm. Cette chambre est alors équipée de 12 robinets.

De part sa technologie avec piège séparé, et vanne d'isolation entre chambre de sublimation et piège le lyophilisateur de paillasse -80°C Cosmos répond aux facteurs déterminant de la lyophilisation, à savoir : le froid dans le piège, le chauffage et le vide. De ces trois points dépendent la réussite de l'opération et la qualité du produit.

Points forts

Piège -80°C. Température nécessaire pour obtenir dans la cuve un vide optimum en vue de faciliter l'extraction de l'humidité résiduelle du produit et permettant de fixer des solvants non aqueux. Permet aussi d'augmenter la quantité de glace condensable dans le piège.

Capacité du piège de 3Kg de glace.

0,053 à 0,1 m² de surface d'exploitation par plateaux.

Les plateaux chauffants apportant la chaleur nécessaire à la sublimation des produits (option).

Régulation du niveau de vide par vanne d'aspiration (option).

Volume du piège important avec 4 litres brut et accès direct sans restriction des vapeurs.

Évaporateur serpentin en acier inox 316.

3 sondes produits pour le suivi, la sécurité de la conduite de la lyophilisation et l'optimisation du temps (option).

Possibilité de bouchage sous vide pour lyophilisation en vials.

Dégivrage rapide par aspersion d'eau.

Orifice de vidange en face avant et accès aisé lors du nettoyage.

Affichage digital, avec la température du piège, des plateaux, et des produits.

Affichage lumineux de l'alarme température, filtre et vide.

Programmation des seuils d'alarmes par touches sensibles, pratiques et conviviales.

Cryotec vous propose aussi différentes options

Logiciel de supervision.

Plateaux chauffants ou non en diamètre 260 mm et 350 mm.

Verreries, flacons.

Bouchage sous vide.

Vannes d'isolation et régulation de pression.

3 sondes produits type PT1000.

Robinets...

COSMOS 20K

Lyophilisateur avec piège séparé de forte capacité .



Piège -80 °C.

Piège séparé grande capacité.

Le lyophilisateur Cosmos 20K est la version du lyophilisateur Cosmos de paille mais équipé d'un piège de capacité de 20 kilos de glace et dégivrage par gaz chauds. La chambre de sublimation est séparée du piège.

Ce modèle est équipé en standard de 12 robinets manifolds et d'une chambre de sublimation de 400 mm de diamètre, munie de 1 à 6 plateau de 350 mm. Il peut être équipé de plateaux chauffants, de 3 sondes produits, d'une régulation de pression de sublimation.

Description du Cosmos 20k



Points forts

Le lyophilisateur Cosmos 20k est un lyophilisateur à plateaux chauffants électriques de forte capacité. En effet, il est équipé d'un piège de grande capacité, d'un volume total de 40 litres permettant de stocker 20 kg de glace.

L'installation frigorifique à 2 étages permet d'atteindre des températures de -85°C . Elle est basée sur 2 compresseurs de forte puissance qui permettent de condenser facilement 7 kg de glace en 24 heures. Ce piège est pourvu d'un dispositif de dégivrage par gaz chaud (inversion du cycle frigorifique) qui autorise un dégivrage très rapide, indispensable sur des pièges à -80°C de forte capacité. Une tubulure permet de recueillir facilement les eaux de condensation.

Le piège est séparé de la chambre de sublimation, il est disposé horizontalement et il est muni d'une porte en PMMA de 30 mm d'épaisseur entièrement transparente qui permet de visualiser facilement la charge du condenseur. Le piège séparé permet de ne pas perturber la lyophilisation des plateaux proche du piège, comme c'est le cas dans un lyophilisateur de paillasse classique. Il est aussi possible de congeler une partie de la charge à lyophiliser dans le piège, grâce à un tiroir qui peut y être inséré.

La chambre de sublimation est dimensionnée en conséquence. Elle est de forme cylindrique verticale en PMMA, entièrement transparente, d'un diamètre de 400 mm et d'une hauteur de 400 mm en standard. Cette chambre est couverte par une coiffe, également en PMMA, munie de 12 robinets manifolds pour la lyophilisation en coquille. Ces robinets sont disposés radialement pour éviter les contaminations croisées.

Dans cette chambre sont installés des plateaux cylindriques de diamètre 350 mm soit une surface de 1000 cm^2 par plateaux. Ces plateaux peuvent être chauffants, dans ce cas, ils sont équipés d'une résistance film de 150 W qui permet une chauffe homogène. Ils sont bien entendu régulés en température par la centrale électronique de conduite de la lyophilisation et possèdent chacun une sécurité thermique interne. Le piège permet d'installer jusqu'à 6 plateaux chauffants.

Nous vous proposons aussi des coupelles circulaires en aluminium anodisées pour la lyophilisation en "vrac" sur les plateaux. Ces coupelles sont usinées pour assurer une excellente planéité indispensable au bon transfert thermique plateau/coupelle qui, seul, autorise une sublimation efficace.

De par sa conception simple et rationnelle ce lyophilisateur est adapté à une utilisation intensive. Pour répondre à vos attentes, il est donc équipé d'un dispositif de régulation de la pression de sublimation et de 3 sondes produit qui permettent d'adapter cette pression et la chauffe plateaux à la température produit souhaitée, afin d'obtenir le meilleur compromis entre vitesse de lyophilisation et stress du produit.

Ce lyophilisateur, de par les capacités exigées, impose un placement au sol. Néanmoins installé sur de solides roulettes, il est facile à insérer dans un laboratoire. En effet, sa largeur est de 720 mm, sa profondeur de 760 mm, quant à sa hauteur de 1455 mm en haut de la cloche, elle permet un chargement à hauteur aisée. De plus, la chambre a été conçue en deux parties, de façon à ne pas exiger d'effort pour la retirer. Le couvercle muni de ces 12 robinets est simplement posé sur la chambre cylindrique.

LYOPHILISATEUR PILOTE DE PAILLASSE



Le lyophilisateur pilote de paillasse offre toutes les fonctions et la flexibilité d'un lyophilisateur pilote avec l'encombrement d'un lyophilisateur de paillasse.

Il est équipé de 1 à 5 plateaux thermo statés par fluide caloporteur de -60 à +60 °C plus 1 plateau de rayonnement.

Chaque plateau présente une surface de 0,1 m².

Son piège d'une capacité de 3 à 4 kg de glace est refroidi à -85 °C pour permettre de piéger des solvants non aqueux et d'atteindre des pressions très basses en lyophilisation secondaire.

Version spéciale équipée d'une sonde de vide capacitive type MKS BARATRON en plus de la PIRANI standard. Il est muni de 3 sondes produits pour permettre plus de précision dans l'élaboration des recettes. Il peut être équipé d'un système manuel de bouchage sous vide.

Le piège peut être séparé de la chambre de sublimation par une vanne d'isolation.

Le lyophilisateur pilote de paillasse est un appareil qui offre les services et les fonctionnalités d'un lyophilisateur pilote avec la taille d'un lyophilisateur de paillasse. Il possède également des étagères réglées en température de -60°C à $+60^{\circ}\text{C}$ dans lesquelles circule un fluide caloporteur. Il est équipé d'un piège séparé de la chambre de sublimation refroidi par un système frigorifique à 2 étages à une température finale de -85°C . Une vanne manuelle permet d'isoler le piège de la chambre de sublimation.

Il existe aussi une version plus économique dans laquelle le piège est intégré dans la chambre de sublimation. La chambre de sublimation est de forme rectangulaire d'une largeur de 375 mm, d'une hauteur de 410 mm et d'une profondeur de 420 mm. Elle est équipée d'une à 5 étagères de 280 mm de large par 360 mm de profondeur soit 1000 cm^2 plus une étagère de rayonnement supérieure. Le lyophilisateur est piloté via une carte de contrôle interne avec une supervision PC qui lui confère la même souplesse de fonctionnement et la même facilité d'utilisation que celle du lyophilisateur pilote. Il peut être équipé d'un système manuel de bouchage sous vide pour la lyophilisation en flacons ou en Viaux.

Il est possible d'équiper le lyophilisateur PILOTE de PAILLASSE d'une seconde sonde de pression de type capacitive MKS BARATRON de façon à disposer de la même précision de mesure que sur les lyophilisateurs de production de grande capacité. Cette disposition permet d'améliorer la facilité de transposition des recettes élaborées sur cet équipement pilote à des lyophilisateurs capables de traiter des lots beaucoup plus importants.

D'autre part la lecture la sonde pirani basée sur la conduction thermique étant sensible à la nature du gaz, celle ci est influencée par la présence de vapeur d'eau. La sonde capacitive mesure uniquement l'effort mécanique, elle est donc insensible à la nature du gaz dont elle mesure la pression. En fin de lyophilisation primaire, la comparaison des 2 mesures de vide permet aussi de juger de la diminution de l'évaporation et de la possibilité de passer en lyophilisation secondaire.

Points forts

Piège à -85°C par système frigorifique à 2 étages. Ce piège très froid permet des pressions de sublimation très basses lors de la dessiccation secondaire, en vue de faciliter l'extraction de l'humidité résiduelle;

Refroidissement et chauffage des étagères par circulation d'huile silicone permettant l'apport des calories nécessaires à la lyophilisation. La température des étagères peut varier de -60°C à $+60^{\circ}\text{C}$. La chambre de sublimation est rectangulaire (largeur de 375 mm, hauteur de 410 mm et profondeur de 420 mm) elle est équipée d'une porte en méthacrylate entièrement transparente permettant de suivre la lyophilisation visuellement;

Régulation de pression dans la cuve de sublimation par fuite calibrée pilotée;

Le lyophilisateur peut être équipé d'un dispositif de bouchage manuel sous vide ou sous gaz neutre. De cette façon il n'y a plus d'air présent dans les flacons lors du bouchage ce qui améliore la conservation;

Système de dégivrage du piège par inversion de cycle. Le piège passe en chauffe pour dégivrer rapidement la masse de glace accumulée. En effet une quantité importante de calories est indispensable pour faire fondre la glace à -80°C qui est présente dans le piège. Seul un apport important de chaleur peut le permettre afin de raccourcir le temps de cycle;

Possibilité d'encastrer le lyophilisateur pour l'installer en salle blanche. Dans ce cas l'ouverture du piège est inversée;

Dimensions réduites : largeur de 620 mm, hauteur de 780 mm, profondeur de 520 mm et poids de 100 kg.



Dans ce modèles les étagères sont mobiles sur 4 colonnes en inox et fixées chacune par 4 goupilles bêta facilement amovibles. Ainsi il est possible en cas de changement de taille du chargement d'écarter plus les étagères pour loger des chargements plus haut. Chaque étagères pèse environ 2Kg ce qui les rend facile a déplacer, d'autant plus que cette manipulation est occasionnelle. Il est aussi possible de les déplacer pour faciliter l'accès lors des nettoyages.

Concernant l'espace disponible en hauteur maximum en empilant les étagères vers le bas il est pour le modèle a piège séparé de :

352mm avec 3 étagères utiles. (0,3m²)

320mm avec 4 étagères utiles. (0,4m²)

304mm avec 5 étagères utiles. (0,5m²)

280mm avec 6 étagères utiles. (0,6m²)

Si les étagères sont réparties uniformément, l'espace disponible entre deux étagères est de :

116mm avec 3 étagères utiles. (0,3m²)

80 mm avec 4 étagères utiles. (0,4m²)

60 mm avec 5 étagères utiles. (0,5m²)

56 mm avec 6 étagères utiles. (0,6m²)



Caractéristiques

Surface de lyophilisation:

1000 cm² par étagère (largeur de 280 mm, profondeur de 360 mm et épaisseur de 15 mm) .

En standard 3 étagères utiles et une étagère supérieure de rayonnement soit une surface utile de 3000 cm². Possibilité d'installer jusqu'à 6 tagères soit 0.6 m²; Etagères en inox 304L ou 316L.

Plage de température des étagères:

de -60°C à +60°C.

Piège Froid:

Piège 3kg de glace en standard. Température finale de -85°C Piège séparés de la chambre de sublimation par une vanne ou intégré en bas de la chambre de sublimation. Puissance de piégeage 2Kg/24h, 3Kg sur demande .Système de dégivrage du piège par gaz chauds (inversion de cycle).

Type de chambre de sublimation:

Chambre rectangulaire en inox 304L ou 316L sur demande

Dispositif de bouchage sous vide ou sous atmosphère de gaz neutre sur demande.

LYOPHILISATEUR PILOTE COMPACT



Le lyophilisateur PILOTE COMPACT offre toutes les fonctions et la flexibilité d'un lyophilisateur pilote de 0,6 m² dans un encombrement réduit.

Il est équipé de 6 plateaux thermo statés par fluide caloporteur de -60 à +60 °C plus 1 plateau de rayonnement.

Chaque plateau présente une surface de 0,1 m². et leur écartement facilement modifiable est de 70mm s'il sont répartis uniformément.

Son piège d'une capacité de 15 kg de glace est refroidi à -85 °C pour permettre de piéger des solvants non aqueux et d'atteindre des pressions très basses en lyophilisation secondaire.

Il est muni de 3 sondes produits pour permettre plus de précision dans l'élaboration des recettes.

Il peut être équipé d'un système manuel de bouchage sous vide.

Le piège est séparé de la chambre de sublimation via une courte tubulure 80mm et une vanne d'isolation pneumatique DN80 peut être installée.

Le lyophilisateur pilote compact est un appareil qui offre les services et les fonctionnalités d'un lyophilisateur pilote doté d'une surface utilisable de 0,6m² et un piège 15Kg de glace à -85°C tout en ayant une grande compacité. Il possède des étagères réglées en température de -60°C à +60°C dans lesquelles circule un fluide caloporteur. Il est équipé d'un piège séparé de la chambre de sublimation refroidi par un système frigorifique à 2 étages à une température finale de -85°C. Une vanne d'isolation pneumatique de forte section DN80 peut être installée. l'évacuation des calories dégagées par le circuit frigorifique est assurée par un condenseur a air, pas besoin d'eau de refroidissement.

. La chambre de sublimation est de forme rectangulaire d'une largeur de 375 mm, d'une hauteur de 550 mm et d'une profondeur de 420 mm. Elle est équipée d'une à 6 étagères de 280 mm de large par 360 mm de profondeur soit 1000 cm² plus une étagère de rayonnement supérieure. ces étagères sont mobiles et leur écartement est de 70mm utilisables si elle sont disposées équidistantes. Leur écartement peut très facilement être modifié par un simple déplacement de goupilles de façon a ménager un espace supérieur entre certaines d'entre elles pour pouvoir lyophiliser dans des contenants plus hauts. Le lyophilisateur est géré via une carte de contrôle interne via un logiciel de pilotage de lyophilisation développé en interne par CRYOTEC depuis de nombreuses années qui lui confère la même souplesse de fonctionnement et la même facilité d'utilisation que celle du lyophilisateur pilote. Il peut être équipé d'un système manuel de bouchage sous vide pour la lyophilisation en flacons ou en vials.



[Détails](#)

Le lyophilisateur PILOTE COMPACT a été développé pour augmenter les capacités de piégeage de notre modèle PILOTE DE PAILLASSE. en portant cette capacité de 3 à 15Kg tout en restant refroidis à -85°C .

D'autre part, la hauteur de la chambre a été augmentée de façon à pouvoir loger 6 étagères de $0,1\text{m}^2$ chacune plus une supérieure de rayonnement plus en cohérence avec la capacité du piège. Ces étagères offrent un écartement de 70mm entre elles si elles sont réparties toutes avec le même écartement. Il est possible très facilement de modifier cet écartement grâce à un dispositif de positionnement par goupilles. Ce modèle adopte donc la chambre du Pilote de Paillasse rallongée avec un piège séparé de forte capacité situé en dessous. Une vanne d'isolation de type papillon en DN80 (diamètre d'ouverture 80mm) peut être positionnée entre le piège et la chambre pour sauvegarder la charge en cas de coupure électrique en fin de lyophilisation ou pour permettre des mesures de remontée de pression pour permettre d'évaluer la fin de lyophilisation. Cette option nécessite une alimentation en air comprimé à faible débit

Notre modèle PILOTE COMPACT. Il est équipé d'une chambre de sublimation rectangulaire et il peut être équipé de une à 6 étagères de $0,1\text{m}^2$ chacune soit $0,6\text{m}^2$ pour 6 étagères. Une étagère supplémentaire de rayonnement est toujours prévue au dessus de la chambre de sorte que toutes les étagères sont traitées thermiquement de la même façon. Ces étagères sont refroidies et chauffées par un circuit de fluide caloporteur silicone comme sur les lyophilisateurs de production. Ils peuvent être refroidis à -60°C et chauffés à $+60^{\circ}\text{C}$. La chambre est équipée d'un circuit de régulation de la pression de sublimation par injection de gaz incondensables.

La pression de sublimation est un facteur essentiel de la recette de lyophilisation. En effet lors de la lyophilisation primaire le transfert des calories indispensables à la sublimation (700 Calories par Gramme de glace sublimée) est freiné en cas de vide trop profond. Ces calories sont apportées par la chauffe des étagères qui ne sont en contact avec les produits à lyophiliser que par une surface très restreinte, due à la déformation inévitable des récipients contenant les produits et ce, malgré l'excellente planéité des étagères. Cette planéité est un gage de qualité pour un lyophilisateur. A cette fin un orifice de raccordement est prévu en façade pour pouvoir recevoir, soit simplement une entrée d'air ambiant, soit un filtre absolu pour filtrer l'air entrant, soit une entrée de gaz neutre sec détendu à la pression atmosphérique (azote) qui permet éventuellement d'inertiser la chambre en fin de lyophilisation avec ce gaz neutre.



Il est possible en cas de changement de taille des flacons d'écarter plus les étagères pour loger les flacons plus haut. Chaque étagères pèse environ 2Kg ce qui les rend facile a déplacer, d'autant plus que cette manipulation est occasionnelle. Il est aussi possible de les déplacer pour faciliter l'accès lors des nettoyages.

Concernant l'espace disponible en hauteur maximum en empilant les étagères vers le bas il est de :

420mm avec 6 étagères utiles. (0,6m²)

Si les étagères sont réparties uniformément, l'espace disponible entre deux étagères est de: 70 mm avec 6 étagères utiles. (0,6m²)

Ce lyophilisateur est équipé d'un piège séparé de la chambre de lyophilisation. Le piège est refroidi à -85°C par un système frigorifique à 2 étages en cascade. dont la puissance permet de piéger 8Kg de glace par 24H la capacité totale du piège étant de 15Kg. Ce piège est pourvu d'un dispositif de dégivrage par gaz chaud (inversion du cycle frigorifique) qui autorise un dégivrage très rapide, indispensable sur des pièges à -80°C de forte capacité. Une tubulure permet de recueillir facilement les eaux de condensation. La porte du piège ainsi que de la chambre sont verticale et entièrement transparentes. Ce lyophilisateur est équipé d'un dispositif de dégivrage du piège par gaz chaud (inversion cycle frigorifique) indispensable sur les pièges à -80°C de forte capacité , avec ce dispositif le dégivrage est relativement rapide et ce limite a 1/2 h pour 10Kg de glace.

De par sa conception simple et rationnelle ce lyophilisateur est adapté à une utilisation intensive. Il est donc équipé d'un dispositif de régulation de la pression de sublimation et de 3 sondes produit qui permettent d'adapter cette pression et la chauffe plateaux à la température produit souhaitée afin obtenir le meilleur compromis entre vitesse de

lyophilisation et stress du produit.

Ce lyophilisateur de par les capacités exigées impose un placement au sol. Néanmoins installé sur de solides roulettes il est facile à insérer dans un laboratoire. En effet sa largeur est de 720mm, sa profondeur de 800mm quant à sa hauteur de 1700mm en haut de la chambre elle permet un chargement à hauteur aisée.

Le cycle de lyophilisation est piloté par un ordinateur portable fourni grâce à un logiciel développé par CRYOTEC depuis de nombreuses années et qui équipe nos appareils les plus performants.

La mesure de pression est confiée à une sonde de type Pirani usuelle sur ce type de lyophilisateur. Néanmoins il est possible d'utiliser une sonde capacitive de type MKS BARATRON qui offre une précision nettement plus élevée sur une plage 0µbar – 1,33mBar. D'autre part, les cartes de contrôle interne peuvent aussi être remplacées par un automate SIEMENS type S7 200 ou maintenant S7 1200 très populaires dans le milieu industriel.



Le coût de fonctionnement du lyophilisateur pilote compact se limite à sa consommation électrique. Sa puissance absorbée est inférieure à 4000W lors du refroidissement initial et inférieure à 2000W ensuite ce qui présente un coût dérisoire en regard de la valorisation du produit lyophilisé.

Le lyophilisateur PILOTE COMPACT existe également en version avec porte en acier inox 316L pour la chambre et le piège.

Les deux portes sont dans ce cas équipées d'un oculus éclairé de 100mm de diamètre pour suivre l'évolution des produits en cours de lyophilisation.



Caractéristiques

Poids :	310 Kg
Positionnement :	mobile sur roulettes
Alimentation électrique :	230V AC 12A Max
Surface de lyophilisation :	0,6 m ²
Dimension étagères :	
Largeur :	280mm
Profondeur :	360mm
Epaisseur :	15mm
Type étagères :	A circulation de fluide Caloporteur très faible viscosité .
Températures limite étagères :	de -60°C à +60°C
Etagère supérieure de rayonnement :	OUI
Espace disponible en hauteur maximum en empilant les étagères vers le bas :	450mm avec 6 étagères chambre 550mm
Espace disponible en hauteur maximum en répartissant les étagères de façon égale :	70 mm avec 6 étagères chambre 550mm
Capacité du piège :	15Kg de glace.

Puissance frigorifique du piège : 8Kg de glace/24H.
Gaz Etage HP : R404A
Gaz Etage BP : R170
Evacuation des calories par condenseur a air. (pas besoin d'eau de refroidissement)
Piège séparé de la chambre de lyophilisation par tubulure DN80.
Type dégivrage : Gaz chaud
Pompe a vide : 12M3/H Bi-étagée 5µBars ou 21M3/H
Régulation de pression de sublimation : par vanne d'injection
Niveau sonore : < 70db à 1m

Modèle PILOTE COMPACT



Nous proposons également une version plus économique de notre modèle PILOTE COMPACT. il s'agit du PILOTE COMPACT E qui est une variante de notre modèle standard équipée d'étagères a chauffe électrique directe sans refroidissement. Ces étagères ne nécessitant pas de flexibles inox pour être alimentées en fluide caloporteur sont plus larges et permettent donc d'utiliser toute la surface de la chambre rectangulaire soit 0,15m² par étagères. Chacune d'entre elle est chauffée par une résistance électrique de 200w. leur hauteur est aussi ajustable.

Ces étagères sont au nombre de 4 plus une de rayonnement au dessus. La chambre est moins haute, elle est identique au modèle PILOTE DE PAILLASSE avec une hauteur de 410mm au lieu de 550 et permet un écartement entre étagères de 70mm. les étagères sont facilement amovibles s'ii y a besoin de plus de place.

Ce type de lyophilisateur est adapté aux utilisations simples de lyophilisation comme le séchage avant broyage, le chargement frontal est plus aisé que sur les modèles a chambres cylindriques qu'il faut soulever.

Caractéristiques

Poids :	255 Kg
mobile sur roulettes	
Alimentation électrique :	230V AC 12A Max
Surface de lyophilisation :	0,6 m ²

Dimension étagères :

Largeur : 370mm

Profondeur : 410mm

Epaisseur : 12mm

Type étagères : A chauffe électrique sèche

Températures limite étagères : chauffe seule réglée jusqu'à +60°C

Etagère supérieure de rayonnement OUI

Espace disponible en hauteur maximum en empilant les étagères vers le bas :

300mm avec 4 étagères chambre 410mm

Espace disponible en hauteur maximum en répartissant les étagères de façon égale

70 mm avec 4 étagères chambre 550mm

Etagères amovibles avec connecteurs affleurant

Capacité du piège : 15Kg de glace.

Puissance frigorifique du piège : 8Kg de glace/24H.

Gaz Etage HP R404A

Gaz Etage BP R170

Evacuation des calories par condenseur a air. (pas besoin d'eau de refroidissement)

Type dégivrage Gaz chaud

Pompe a vide 12M3/H Bi-étagée 5µBars

Régulation de pression de sublimation par vanne isolation pompe a vide.

Niveau sonore < 70db à 1m

LYOPHILISATEUR PETITE PRODUCTION



Le lyophilisateur petite production permet le traitement de petit lots en offrant une surface utile de 1.8 m²

Ce lyophilisateur a été conçu de façon à réduire son coût de fabrication et son encombrement tout en conservant la qualité et la fiabilité requise pour permettre une utilisation intensive de routine.

De par ses dimensions, il permet d'être utilisé en lyophilisateur de production pour des lots de l'ordre de 20 Kilos .

Le lyophilisateur petite production standard est équipé de 6 étagères thermo statées par un fluide caloporteur de -60 à +60 °C ayant chacune une surface de 0,31 m².

3 sondes produits permettent de suivre l'évolution du chargement.

La chambre de sublimation est située en façade elle est fermée par une porte entièrement transparente qui permet de surveiller le chargement.

Le piège à -85 °C a une capacité de 20 kg de glace (possibilité d'adapter un piège plus important pour les grandes surfaces d'étagères). Il est situé dans le prolongement des étagères ce qui permet d'avoir un encombrement réduit tout en ayant un piège de volume important d'un diamètre de 800mm comme la chambre de lyophilisation. Il n'y a aucune restriction de diamètre entre la chambre et le piège. Cette disposition permet aussi la suppression de la vanne d'isolation ce qui réduit le coût.

Il peut être équipé d'un dispositif de bouchage sous vide ou gaz neutre. Le bouchage se fait dans ce cas grâce à un vérin et une centrale hydraulique qui permettent d'exercer la force importante nécessaire au bouchage d'une grande surface de flacons.

Le lyophilisateur pilote se décline aussi en version salle blanche. Dans ce cas il est équipé d'un

plastron encastré dans le mur de la salle blanche. Ce plastron encadre la porte entièrement transparente de la chambre de sublimation. Le piège est alors accessible à l'arrière de l'appareil.

La lyophilisation est un procédé qui permet de retirer l'eau contenue dans un produit, afin de le rendre stable à la température ambiante et de faciliter ainsi sa conservation. Ce procédé utilise le phénomène de sublimation pour conserver au produit son aspect initial. Les solvants contenus dans le produit (comme l'eau) passent directement de l'état solide à l'état gazeux en prélevant pour ce faire des calories aux étagères.

La lyophilisation est une opération complexe, comprenant plusieurs phases majeures :

la congélation qui détermine la structure du produit lyophilisé final;

la dessiccation primaire dont la bonne conduite permet de préserver sa qualité;

enfin la dessiccation secondaire qui permet en travaillant sous un vide plus bas et à une température plus élevée (le produit sec supporte souvent des températures plus élevées que le produit humide) d'obtenir des humidités résiduelles très basses.

Les caractéristiques importantes d'un lyophilisateur pilote sont donc :

la surface de lyophilisation;

la capacité de son piège qui doit être adaptée à la cette surface;

la température du piège en fin de lyophilisation qui permet de piéger les solvants non aqueux et d'obtenir des pressions très basses;

la régulation de température sur les étagères pendant la congélation;

et la lyophilisation qui permet d'optimiser la recette.

Un lyophilisateur de petite production est un lyophilisateur de taille réduite permettant de lyophiliser des lots sur une surface de 1.8 m². Il permet d'appliquer des recettes complexes comme sur le lyophilisateur pilote dont il a toutes les performances.

Ce lyophilisateur étant conçu de façon à en réduire le coût et l'encombrement, son piège se trouve dans la chambre de sublimation, dans le prolongement des étagères. Le piège est bien sûr équipé d'un dispositif de dégivrage rapide par gaz chaud avec inversion du cycle frigorifique. Il n'y a pas de restriction de diamètre entre le piège et la chambre. Le piège a donc également un diamètre de 800 mm comme la chambre de lyophilisation. La suppression de la vanne d'isolation entre chambre et piège permet de réduire le coût de fabrication.

Son circuit frigorifique est à deux étages en cascade avec deux compresseurs de marque BITZER semi hermétiques qui permettent des températures d'étagères de près de -70°C en congélation et -85°C sur le piège. L'évacuation des calories dégagées par le circuit frigorifique est assurée par un condenseur à air, pas besoin d'eau de refroidissement.



Points forts

Piège à -85°C par système frigorifique à 2 étages. Ce piège très froid permet des pressions de sublimation très basse lors de la dessiccation secondaire, en vue de faciliter l'extraction de l'humidité résiduelle;

Refroidissement et chauffage des étagères par circulation d'huile silicone permettant l'apport des calories nécessaires à la lyophilisation. La température des étagères peut varier de -70°C à $+60^{\circ}\text{C}$. La chambre de sublimation est cylindrique (diamètre de 800 mm et profondeur de 1000 mm) elle est équipée d'une porte en méthacrylate entièrement transparente permettant de suivre la lyophilisation visuellement;

Régulation de pression dans la cuve de sublimation par fuite calibrée pilotée;

Le lyophilisateur peut être équipé d'un dispositif de bouchage sous vide ou sous gaz neutre par vérin hydraulique. De cette façon il n'y a plus d'air présent dans les flacons lors du bouchage ce qui améliore la conservation;

Système de dégivrage du piège par inversion de cycle. Le piège passe en chauffe pour dégivrer rapidement la masse de glace accumulée. En effet une quantité importante de calories est indispensable pour faire fondre les 25 kg de glace à -80°C qui peuvent être présent dans le piège. Seul un apport important de chaleur peut le permettre afin de raccourcir le temps de cycle. De plus une quantité d'eau est introduite dans le piège pour améliorer le transfert thermique;

Possibilité d'encastrer le lyophilisateur pour l'installer en salle blanche. Dans ce cas l'ouverture du piège est inversée.



Caractéristiques

Surface de lyophilisation 0,31 m²par étagères (largeur de 500 mm et profondeur de 620 mm) .
En standard 6 étagères utiles et une étagère supérieure de rayonnement soit une surface utile de 1,8 m². Possibilité d'installer jusqu'à 12 étagères soit 3,7 m². Le piège dans ce cas est plus grand;
Piège 25 kg de glace en standard, température finale de -85°C;
Dispositif de bouchage sous vide ou sous atmosphère de gaz neutre sur demande.
Evacuation des calories par condenseur a air. (pas besoin d'eau de refroidissement)

Disponible en version encastrable pour salle blanche :



LYOPHILISATEUR DE PRODUCTION DE 9 À 26 M²



Les lyophilisateurs de production sont des appareils qui permettent de lyophiliser des lots très importants de produits conditionnés en flacons, vials ou en vrac.

Ils offrent donc une surface de lyophilisation beaucoup plus importante. Chaque étagère présente ici une surface utile de 1,9 m².

Le piège peut dans ce cas recevoir jusqu'à 300 kg de glace.

Le lyophilisateur de production doit donc être adapté précisément aux besoins.

La lyophilisation, ou séchage à froid, est un procédé qui permet de retirer l'eau contenue dans un produit, afin de le rendre stable à la température ambiante et de faciliter ainsi sa conservation. Ce procédé utilise le phénomène de sublimation pour conserver au produit son aspect initial. Les solvants contenus dans le produit (comme l'eau) passent directement de l'état solide à l'état gazeux en prélevant pour ce faire des calories aux étagères. La lyophilisation est une opération complexe, comprenant plusieurs phases majeures :

la congélation qui détermine la structure du produit lyophilisé final;

et la dessiccation dont la bonne conduite permet de préserver sa qualité. Un lyophilisateur de production est un appareil qui permet de lyophiliser des lots contenant une grande quantité de produits. Chaque charge du lyophilisateur présente donc une grande valeur. Cet appareil doit donc offrir une grande fiabilité et présenter des stratégies en cas d'apparition de défaut qui garantissent la sauvegarde du chargement.

Les caractéristiques importantes d'un lyophilisateur de production sont donc :

la surface de lyophilisation;

la capacité de son piège qui doit être adaptée à cette surface;

la température du piège en fin de lyophilisation qui permet de piéger les solvants non aqueux et d'obtenir des pressions très basses en fin de lyophilisation; la régulation de

température sur les étagères pendant la congélation et la lyophilisation qui permet d'optimiser la recette et réduire sa durée le plus possible.

Points forts

Piège à -85°C par système frigorifique à 2 étages. Ce piège très froid permet des pressions de sublimation très basses lors de la dessiccation secondaire, en vue de faciliter l'extraction de l'humidité résiduelle;

Le piège est séparé de la chambre de sublimation par une vanne de 450 mm qui se referme en cas de perte de l'alimentation électrique. Les étagères passent alors en congélation tout en maintenant le niveau de vide. Le chargement est ainsi préservé et la lyophilisation peut se poursuivre lors du retour de l'alimentation;

Refroidissement et chauffage des étagères par circulation d'huile silicone permettant l'apport des calories nécessaires à la lyophilisation. La température des étagères peut varier de -60°C à $+60^{\circ}\text{C}$. La chambre de sublimation est rectangulaire (largeur de 1540 mm, hauteur de 1800 mm et profondeur de 1700 mm), elle est équipée d'une porte en acier inox d'une épaisseur de 200 mm munie d'un hublot de visualisations de l'état de la charge avec éclairage;

Le lyophilisateur peut être équipé d'un dispositif de bouchage sous vide ou sous gaz neutre par vérin hydraulique. De cette façon il n'y a plus d'air présent dans les flacons lors du bouchage ce qui améliore la conservation;

Système de dégivrage du piège par inversion de cycle. Le piège passe en chauffe pour dégivrer rapidement la masse de glace accumulée. En effet une quantité importante de calories est indispensable pour faire fondre les 200 kg de glace à -80°C qui peuvent être présent dans le piège. Seul un apport important de chaleur peut le permettre afin de raccourcir le temps de cycle. Le cycle de dégivrage prévoit une immersion du piège pour améliorer le transfert thermique et réduire le temps de dégivrage;

Système de pompage constitué d'un Rots 500 m^3/h suivi de 2 pompes à palettes bi-étagées en parallèle de 75 m^3/h chacune;

Les 2 pompes ne fonctionnent pas simultanément mais se relaient. Chaque pompe est équipée d'une vanne d'isolation qui permet de l'isoler en cas de défaillance.

Caractéristiques

Surface de lyophilisation de 1.87 m^2 par étagères (largeur de 1500 mm et profondeur de 1250 mm) . En standard 4 étagères utiles et une étagère supérieure de rayonnement soit une surface utile de 7.5 m^2 . Possibilité d'installer jusqu'à 14 étagères soit 26 m^2 avec un

dégagement de 80 mm entre étagères;

Puissance de chauffe jusqu'à 30 kW;

Capacité du Piège: 205 kg de glace en standard. Température finale de -85°C;

Piège axial cylindrique avec porte d'accès 1200 mm;

Dispositif de bouchage sous vide ou sous atmosphère de gaz neutre par vérin hydraulique sur demande;

Dispositif de pompage sécurisé à 2 pompes avec vannes d'isolation.

LYOPHILISATEUR PILOTE PCCPLS

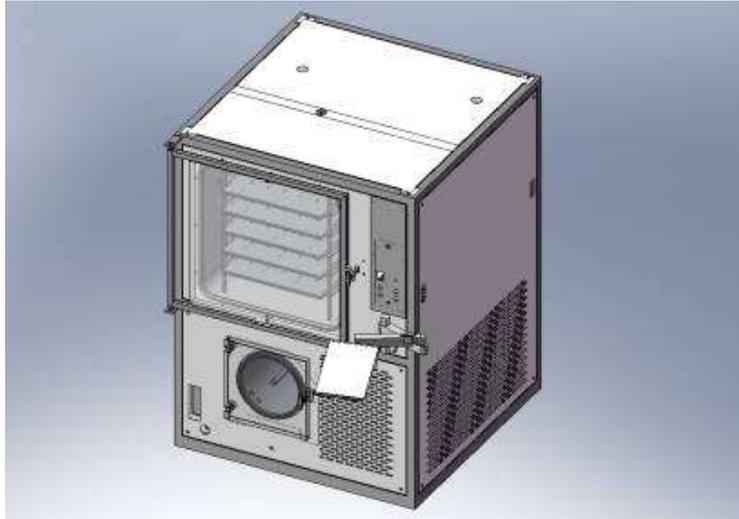


Lyophilisateur pilote PCCPLS

Le lyophilisateur Pilote LPCCPLS15 a été développé pour disposer d'une surface de lyophilisation maximale dans un encombrement extérieur le plus réduit possible de façon à être facilement implantable dans des locaux souvent très chargés. Il dispose aussi d'une architecture optimisée pour en faciliter la maintenance. Il propose une surface utilisable de 1,5 m² à 1,9m² qui permet de traiter des lots pilote de taille suffisamment grande pour être représentative du comportement de lots industriels. De plus le LPCCPLS a été pensé de façon à faciliter le nettoyage de la chambre de sublimation et du piège.

Le lyophilisateur Pilote LPCCPLS15 est conçu avec le piège séparé de la chambre de sublimation. La chambre et le pièges sont reliés par une vanne courte tubulure DN 100mm munie d'une vanne papillon DN100mm à commande pneumatique qui se ferme en cas de coupure d'alimentation électrique. Cette vanne a été spécialement conçue pour réduire le taux de fuite entre ces 2 faces et vers l'extérieur.

Ce lyophilisateur peut être proposé, soit en version carénée mobile, soit encastré en version salle blanche.

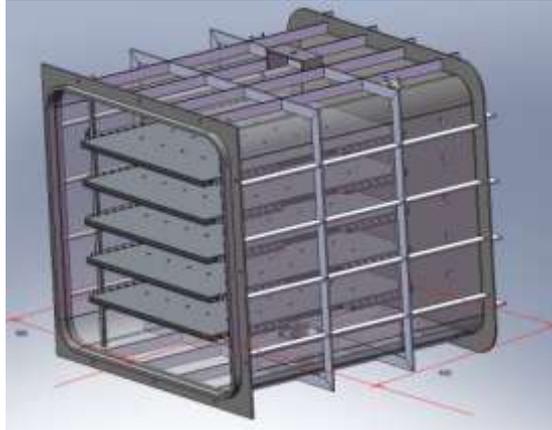


Le lyophilisateur Pilote LPCCPLS15 a été développé pour disposer d'une surface de lyophilisation maximale dans un encombrement extérieur le plus réduit possible de façon à être facilement implantable dans des locaux souvent très chargés. Il dispose aussi d'une architecture optimisée pour en faciliter la maintenance. Il propose une surface utilisable de 1,5 m² qui permet de traiter des lots pilote de taille suffisamment grande pour être représentative du comportement de lots industriels. De plus le LPCCPLS a été pensé de façon à faciliter le nettoyage de la chambre de sublimation et du piège.

Le lyophilisateur Pilote LPCCPLS15 est conçu avec le piège séparé de la chambre de sublimation. La chambre et le pièges sont reliés par une vanne courte tubulure DN 100mm munie d'une vanne papillon DN100mm à commande pneumatique qui se ferme en cas de coupure d'alimentation électrique. Cette vanne a été spécialement conçue pour réduire le taux de fuite entre ces 2 faces et vers l'extérieur. l'évacuation des calories dégagées par le circuit frigorifique est assurée par un condenseur a air, pas besoin d'eau de refroidissement.



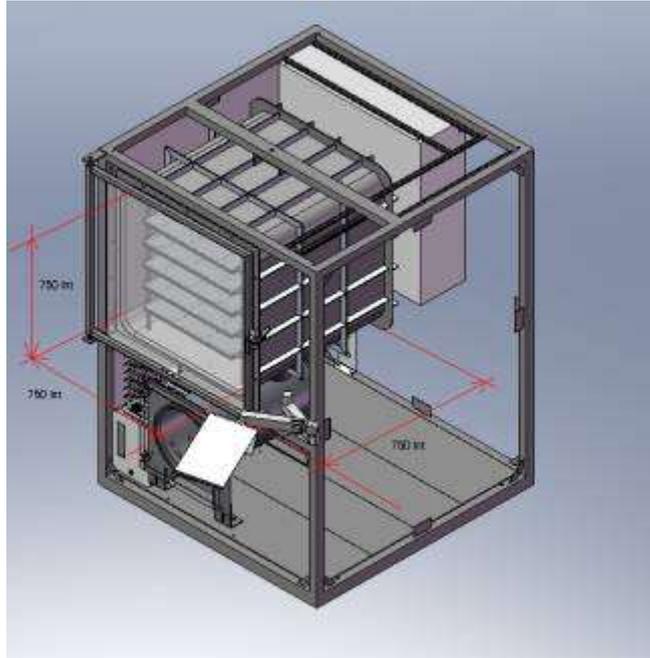
Pour améliorer l'utilisation du volume disponible une conception a cuve rectangulaire a été préférée a une cuve ronde. Cette disposition si elle améliore nettement le rapport surface utilisable / volume total impose néanmoins un solide nervurage de la chambre qui doit résister aux efforts exercés par la pression atmosphérique alors que sa forme de base ne s'y prête pas comme c'est le cas pour une cuve cylindrique.



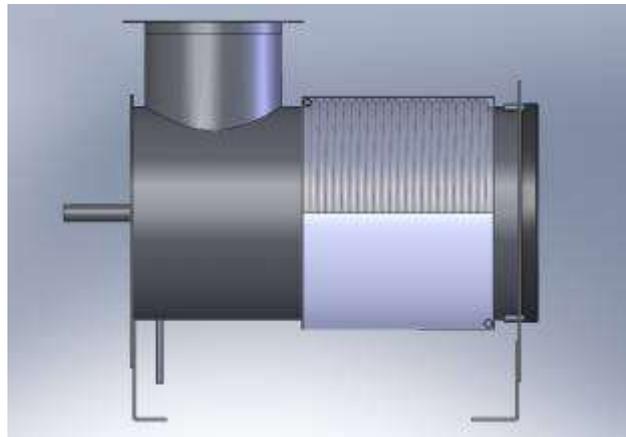
En revanche, l'accent a été mis sur l'accessibilité de toute la surface de la chambre en aménageant de larges espacements entre les étagères et la parois de la chambre. Dans le même soucis, les étagères ne sont plus raccordées aux collecteurs d'alimentation interne a la chambre par des flexibles onduleux comme traditionnellement . En effet les collecteurs d'alimentation en fluide caloporteur des étagères ont été déportés a l'extérieur de la chambre. Chaque des 6 étagère est donc reliée a ces collecteurs via 2 traversées de cloisons et 2 tubes lisses très faciles a nettoyer.

Pour faciliter le nettoyage ces étagères sont espacées entre elles de 90mm. La distance entre les parois extérieures verticales de la chambre et le bord des étagères est de plus de 100mm. L'écartement entre l' étagères supérieure et inférieure avec les parois horizontales de la chambre est quant à lui de 150mm. Ces larges espaces permettent un accès aisé à l'ensemble des 6 étagères lors du nettoyage

La chambre rectangulaire de lyophilisation présente un important volume intérieur de hauteur 750mm, Largeur 750mm, Profondeur 750mm. Soit un volume brut de 420 Litres.



Les connecteurs de sondes produits sont affleurant et intégrés dans la paroi de la chambre comme dans tous nos lyophilisateurs, ce qui évite la présence de fils à l'intérieur de la chambre et réduit au maximum les volumes morts inaccessibles. Le logiciel d'exploitation permet en outre de piloter la lyophilisation sans sondes produits si nécessaire.



Pour rester en cohérence avec la surface utile de lyophilisation de 1,5 m² ce lyophilisateur est équipé d'un piège à -85°C d'une capacité de 20Kg de glace.

L'intérêt du piège à -85°C réside en 2 points. D'une part la pression minimale dans la chambre de sublimation est dictée par la tension de vapeur à la surface de la glace du piège. Cette tension de vapeur dépend directement de la température de la glace du piège à sa surface. Il existe toujours un gradient de température le long de l'épaisseur de la calotte de glace du piège. Mais plus la température est basse sur la paroi du piège plus elle est basse à la surface de la glace pour la même épaisseur de glace, donc pour la même capacité du piège.

De la même façon avec un piège à -80°C il est possible de stocker beaucoup plus de glace avec la même température à la surface, donc avec le même vide limite qu'avec un piège à -55°C .

La recherche de la plus grande facilité de nettoyage nous a également conduit à adopter un piège de type lisse. L'avantage de cette architecture est donc une grande facilité de nettoyage mais aussi la rapidité du dégivrage et la possibilité d'extraire rapidement le pain de glace. L'inconvénient est une moins bonne conduction thermique qu'avec un évaporateur à serpentin interne et donc une température de surface moins basse.

Pour pallier à cet inconvénient, nous avons développé un piège à double enveloppe. Le serpentin de l'évaporateur est placé dans une double enveloppe épousant au plus près le diamètre du tube. Cette enveloppe concentrique au piège est remplie du même fluide caloporteur que celui qui circule dans les étagères. En revanche celui-ci ne circule pas, il est statique. Le faible volume de cette double chambre réduit l'inertie thermique du piège et le fluide améliore considérablement la conduction thermique vers la surface interne du piège et autorise une bien meilleure homogénéité de la température de surface. Cette répartition plus uniforme permet surtout une bonne distribution de la glace sur la surface du piège. Il se forme ainsi au fil du dépôt de glace une forme en venturi qui accélère les molécules d'eau au fur et à mesure que le piège se charge et évite ainsi une accumulation à l'entrée du piège qui peut conduire à un bouchage. Bien évidemment le piège est équipé d'un dispositif de dégivrage rapide par gaz chaud qui permet de provoquer un échauffement rapide du piège lors des dégivrages.

Le circuit frigorifique à 2 étages en cascade permet d'atteindre des températures limites du piège inférieures à -90°C et de descendre les étagères lors de la congélation à près de -70°C . Il existe aussi une version de ce lyophilisateur possédant un circuit frigorifique indépendant consacré uniquement au refroidissement des étagères ce qui permet d'appliquer des recettes de lyophilisation avec des températures d'étagères très basse entièrement indépendante de la charge du piège. Ceci peut être utile pour la lyophilisation de produits très thermosensibles comme l'ARN.

Le lyophilisateur LPCCPPLS15 peut être décliné en version soit entièrement autonome et mobile, soit en version encastrée type salle blanche.