

LYOPHILISATEUR PILOTE DE PAILLASSE

Piège – 85°C



SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr



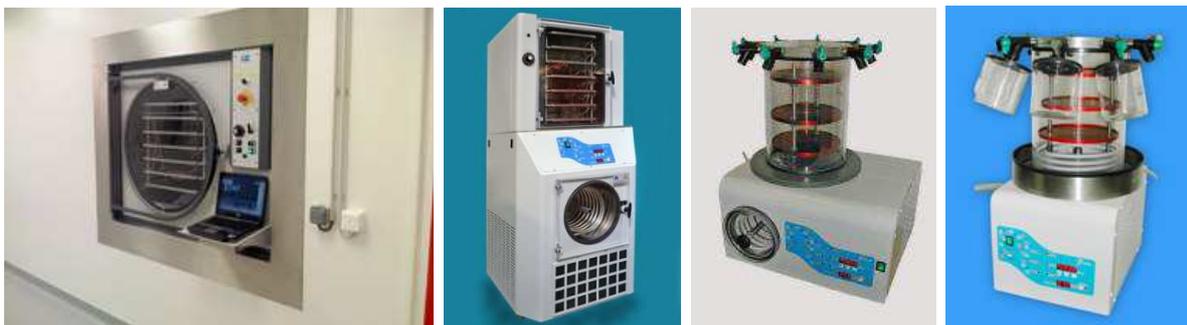
Concepteur et vecteur de l'innovation technologique, CRYOTEC développe la technique de la production des basses températures depuis plus de 30 ans. Le département lyophilisateur a été créé en 1995 et constitue à l'heure actuelle l'activité principale de notre société. L'étroite collaboration engagée par CRYOTEC avec les utilisateurs a permis d'élaborer du matériel adapté aux besoins des laboratoires et des centres de recherche dans des domaines aussi divers que la pharmacie, les biotechnologies, l'environnemental, l'agroalimentaire, les matériaux nouveaux.

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 ainsi faciliter sa conservation ou adapter ces propriétés physiques tout en conservant ces principes actifs.

La lyophilisation est donc une opération complexe, comprenant plusieurs facteurs majeurs. La congélation d'une part et la dessiccation d'autre part.

Les phases les plus importantes sont: la température du piège, le niveau de vide lié à la température du piège, et la régulation du chauffage et du vide pendant la Lyophilisation .

Piège -85°C : Température nécessaire pour obtenir dans la cuve un vide optimum en vue de faciliter l'extraction de l'humidité résiduelle du produit. La pression dans l'enceinte est déterminante dans le déroulement du processus de lyophilisation



SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr

CHAPITRE I : DESCRIPTIF TECHNIQUE

PIEGE – 85°C : 3KG :



- Piège à -85°C par système à deux étages frigorifiques.
- Volume total : 6 Litres .
- Capacité de glace : 3 Kg. A -85°C
- Pouvoir de piégeage : 2.5 Kg par 24H.
- Serpentin en acier inox 316L. ou sur demande piège lisse.
- Compresseur étage Basse pression (serpentin) : 525W à -35°C 18CC.
- Compresseur étage haute pression : 1080W à 0°C 18CC.
- Liaison piège-chambre de sublimation de Diamètre 25mm avec vanne d'isolation manuelle.
- Dispositif de dégivrage rapide par inversion de cycle frigorifique.
- Vanne de vidange latérale.

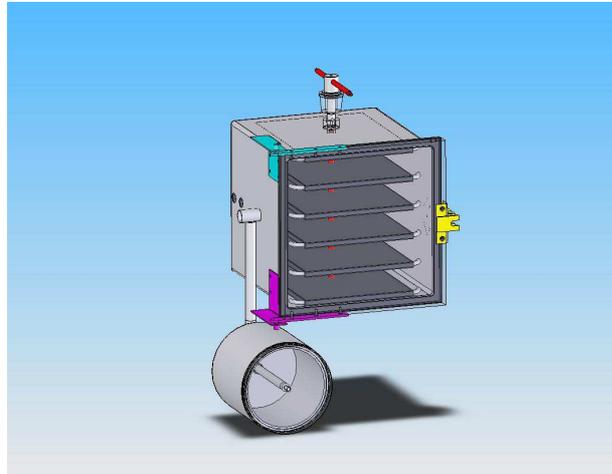
SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr

- Porte en METACRYCATE épaisseur 20mm entièrement transparente. Porte acier inox avec oculus en option pour process chimie.



LA CHAMBRE :

La chambre de sublimation réalisée en inox 304L ou 316L est équipée d'étagères thermostatées également en inox 304L ou 316L dans lesquelles circule un fluide caloporteur.

L'écart entre étagères peut être modifié individuellement par un système de goupilles. Si une grande hauteur est nécessaire alors il est possible d'empiler les étagères les une sur les autres la hauteur ainsi disponible est la suivante :

Concernant l'espace disponible en hauteur maximum en empilant les étagères vers le bas il est pour le modèle à 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 avec le piège séparé 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)

SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr



l'espace disponible en hauteur maximum en empilant les étagères vers le bas est pour le modèle a piège dans la chambre de :

266mm avec 3 étagères utiles. (0,3m²)

250mm avec 4 étagères utiles. (0,4m²)

234mm avec 5 étagères utiles. (0,5m²)

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

88mm avec 3 étagères utiles. (0,3m²)

62mm avec 4 étagères utiles. (0,4m²)

46mm avec 5 étagères utiles. (0,5m²)

Le fluide caloporteur est refroidi par un échangeur à plaque depuis le circuit frigorifique. Il est chauffé par une résistance électrique. La circulation de ce fluide est forcée par une pompe à faible dégagement thermique pour permettre d'atteindre des températures de congélation très basse. De cette façon, il est possible d'obtenir une très bonne homogénéité de température sur les étagère et entre étagères. Le circuit de refroidissement des étagères est équipé d'une électrovanne de régulation pour permettre un refroidissement progressif.

La chambre est équipée d'une étagère de rayonnement au dessus des autres pour que l'étagère utile la plus haute soit traitée thermiquement comme les autres . L'appareil possède en standard 3 sondes produit de type PT1000 dont les connecteurs sont affleurant à la surface de la chambre facilitant le nettoyage et la décontamination.

La pression de sublimation est régulée par un dispositif d'injection d'air ou de gaz neutre. Une micro vanne assure l'ouverture d'une fuite calibrée réglable. La modulation de la pression permet d'améliorer considérablement le transfert des calories des étagères vers les produits à lyophiliser ce qui augmente la vitesse de sublimation dans les mêmes proportions.

La mesure de pression est assurée par une sonde de type PIRANI, située directement dans la chambre de sublimation et non dans le piège ou sur les tubulures. De cette façon la précision de la recette est améliorée. Une seconde sonde Capacitive de type MKS BARATRON nettement plus précise peut être joutée en option. La sonde capacitive étant insensible à la nature du gaz, ce qui n'est pas le cas de la PIRANI. De ce fait la comparaison des 2 mesures permet d'apprécier la présence de vapeur d'eau.

La chambre est équipée d'une porte en METHACRYLATE entièrement transparente qui permet de suivre l'évolution de la charge. En option une porte inox munie d'un oculus éclairé peut être installée pour les process impliquant des solvants agressifs.

SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr



Descriptif :

- Chambre rectangulaire en inox 304L ou 316L :
Largeur : 375 mm
Hauteur : 410 mm
Profondeur : 420 mm
Volume brut : 64 Litres.
- Etagères en inox 304L ou 316L Largeur 280 mm Profondeur 360 mm épaisseur 16 mm
Chaque étagère est raccordée aux rampes d'alimentation par 2 flexibles qui permettent de modifier leurs écartements.
- Puissance de chauffe : 1000W.
- Plage de température étagères : -70°C à +50°C.
- Vitesse moyenne de montée et de descente en température : 1°C / Min.
- Taux de fuite à 0,1mBar : < 10µBar.L/s
- En option, port latéral permettant l'installation de rampes de robinets manifolds.

SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr



REGULATION CONTROLE ET AFFICHAGE :

De part sa conception basée sur la circulation d'un fluide caloporteur ce lyophilisateur peut appliquer des recettes complexes. Il est possible d'appliquer jusqu'à 10 rampes de congélation afin d'obtenir la meilleure structure finale du produit lyophilisé dans le temps le plus court. En effet à la fin de la congélation la structure est figée et elle ne changera plus jusqu'à la fin de la lyophilisation. Il est ensuite possible d'appliquer 10 rampes de chauffe pour la lyophilisation primaire pour préserver les qualités du produit et réduire la durée du cycle. Enfin la lyophilisation secondaire peut comporter jusqu'à 20 rampes de température et de pression. Cette lyophilisation secondaire peut être répétée plusieurs fois.

Le réglage du niveau de vide permet d'avoir un contrôle efficace sur la température des produits en cours de sublimation, elle assure la qualité du transfert des calories entre les étagères chauffantes et la charge à lyophiliser. Les sondes produit permettent de suivre les températures de la charge en cours de lyophilisation et évitent les fusions accidentelles si la température de fusion est approchée en provoquant un vide plus poussé, ou si le piège est surchargé en refroidissant les étagères. La régulation du niveau de vide est assurée par une vanne d'injection de gaz pilotée par le process et une fuite calibrée en aval de cette vanne. Tout le gaz introduit dans la chambre passe par un orifice unique situé à l'arrière du lyophilisateur aussi bien pour la régulation de vide que pour l'inertage final. Il est ainsi possible de raccorder, soit l'air ambiant, soit un filtre absolu, soit une alimentation en gaz neutre sec détendu comme l'azote. La pression est mesurée par une sonde de type PIRANI qui peut être complétée par une sonde capacitive nettement plus précise. La comparaison de la mesure des 2 sondes permet d'estimer la quantité de vapeur d'eau présente, donc la fin de lyophilisation.

SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr

Contrôleur électronique embarqué :



- de la température du piège.
- de la température des plateaux.
- de la température des produits.
- Alarmes sonores et visuelle sur seuils température et pression
- Contact sec d'alarme pour report extérieur.
- Possibilité de fonctionnement autonome ou pilotage et supervision direct par PC. Via une interface RS232. Ou USB
- Option automate SIEMENS S7 1200 interface ETHERNET.



Courbe typique de lyophilisation obtenue avec la gestion par PC

SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr

CONSTRUCTION :



- Electrovanne d'isolement (sécurité coupure de courant).
- Revêtement extérieur par poudrage électrostatique.
- Finition laqué. Fabrication française.
- Porte en méthacrylate (PMMA) ou acier avec oculus verre pour applications chimie.



SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr

OPTIONS :

Dispositif de bouchage manuel par vis sous vide.



Ce dispositif permet de boucher des vials équipés de bouchons en fin de lyophilisation.

Le bouchage se fait manuellement par rotation d'un levier situé au dessus de la chambre. L'étagère supérieure descend par l'intermédiaire de la vis et les bouchons prés insérés viennent en butée sur l'étagère inférieure. L'opérateur continue ensuite la rotation du levier jusqu'à enfoncement total des bouchons.

Le bouchage sous vide permet d'éviter la contamination du lyophilisat par l'air humide introduit dans la chambre lors du cassage du vide. Le bouchage peut aussi se faire après introduction dans la chambre d'un gaz neutre anhydre qui à le même effet que le vide tout en permettant un équilibre de la pression entre l'intérieur du vial et l'extérieur pour éviter l'introduction d'air suite à des fuites minimales éventuelles. Pour les doses injectables une légère dépression est maintenue dans le flacon pour favoriser l'entrée de l'eau après percement du bouchon par la seringue.

SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr

Option PC industriel tactile

Lors d'utilisation dans un milieu industriel ou pour éviter l'encombrement d'un PC portable il est possible d'utiliser un PC industriel tactile qui constitue une IHM plus pratique et plus robuste.



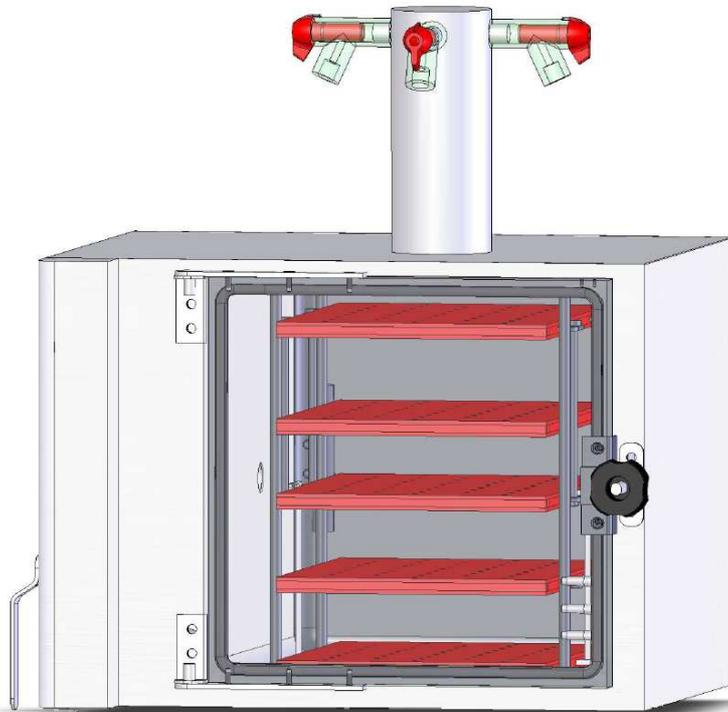
SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr

Rampe supérieure 4 robinets manifolds



Rampe en INOX 316L à adapter au dessus de la chambre de sublimation et contenant 4 robinets manifolds pour lyophilisation en coquille. Cette rampe peut recevoir des flacons de hauteur maximum 230mm.

Cette option est compatible avec l'option bouchage sous vide.

LOGICIEL DE PILOTAGE :

Le logiciel de pilotage permet d'utiliser le lyophilisateur comme un véritable lyophilisateur pilote. Il autorise l'application de recettes complexes, l'archivage des enregistrements et des événements.

Il est organisé sous forme de comptes utilisateurs et de logins ayant des droits différents. Les mots de passes sont régénérés régulièrement.

L'historique des manipulations de chaque utilisateur ainsi que tous les événements sont consignés dans des fichiers d'horodatage.

Les enregistrements sont stockés sous un numéro de lot.

En fin de cycle un rapport de lot est généré

SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr



Le logiciel possède également une connectivité Ethernet qui permet de suivre la lyophilisation via le réseau informatique interne ou via internet. Il peut aussi envoyer des mails et des SMS d'alarmes.

Des cycles de test de performances sont prévus de façon à contrôler la constance des paramètres appliqués

The screenshot shows the 'Conditions départ lyophilisation' (Start conditions) section of the software. It includes several control panels with numerical values and units:

- Conditions départ lyophilisation:** Temperature products (-40.0 °C), Temperature trap (-60 °C), Period number (5 mn), Partial vacuum (1000 mBar), and External freezing temperature (-30 °C).
- Lyophilisation Primaire:** Product temperature (55.0 °C), Initial product temperature (60.0 °C), Minimum start vacuum (1.995 mBar), and Primary lyophilization vacuum (0.251 mBar).
- Lyophilisation secondaire Periode N° 1:** Duration (0 jours, 3 heures, 0 minutes), Temperature (60.0 °C), and Vacuum (0.030 mBar).
- Fin de lyophilisation:** Options for 'Fin lyophilisation sous vide' or 'Fin lyophilisation sous atmosphère gaz neutre'.
- Paramètres cycle:** Number of cycles (1) and Cycle number (Initial).

The screenshot shows the 'Historique' (History) section of the software. It features a large graph area for data visualization and several monitoring panels on the right side:

- Historique:** A graph showing data over time with axes for pressure (mBar) and temperature (°C).
- Temp. Plateaux:** Real-time temperature readings for Plateau 1 (104.8 °C), Plateau 2 (104.8 °C), Plateau 3 (104.8 °C), and Piège (-60.0 °C).
- Pression:** Real-time pressure readings for Réel (0.000 mBar) and 1000 mBar.
- Temp. Produits:** Real-time temperature readings for Product 1 (104.8 °C), Product 2 (104.8 °C), Product 3 (104.8 °C), and A attendre (-40.0 °C).
- Temp. Piège:** Real-time trap temperature (104.8 °C).

SARL CRYOTEC

53 Allée de Lauzard - Parc d'Activités la Tour de Lauzard - 34980 St GELY du FESC

Tél. : + 33 (0)4 67 63 32 56 - contact@cryotec.fr

www.cryotec.fr

Caractéristiques techniques d'installation lyophilisateur PILOTE DE PAILLASSE

Dimension et poids	
Largeur	770mm
profondeur	660mm
hauteur	840mm
poids	150Kg
Répartition du poids	4 pieds diam. 40mm réglables en hauteur aux 4 coins
Utilités	
Alimentation électrique	230V monophasé 16A
Puissance max absorbée	2200W
Courant max	13A
Courant marche normale	7A
Protection différentielle	Non intégrée prévoir 30mA
Protection magnéto thermique	Non intégrée prévoir Courbe départ moteur
Courant de CC Moteur 1	18.6A
Courant de CC Moteur 2 (Départ moteur 1 et 2 décalés de 300S)	18.6A
Connectique alimentation électrique principale	Fiche secteur avec terre mâle sur câble 3G2.5HO7RNF longueur 2m
Connecteur alimentation électrique pompe a vide. (possibilité alimentation autonome)	Embase M CEE22
Alimentation air comprimé	Non utilisée
Alimentation gaz neutre process inertage et régulation de pression	Azote ou gaz neutre sec détendu pression atmosphérique. prévoir Détendeur -1 a +1 bars rel.
Débit gaz neutre process	100 Litres par cycle
Volume gaz process pour inertage	64 Litres
Connectique	Embase raccord rapide LEGRISLF3000 4mm pour tube polyurethane souple 4X0,8mm
Raccordement Pompe a vide	Type ISO KF DN16
Type tube raccordement	SPIRACIER LOO20 PVC Diam INT/EXT : 20mm/27m
Longueur tube raccordement	2M
Dispositif passage de cloison	Raccord double ISOKF DN16 sur tube inox 304L 1 tube raccordement souple de chaque côté.

Liaison PC de pilotage	
Connectique	SUBD9 Femelle a l'arrière
Type de port	RS232/USB
Longueur câble liaison standard (modifiable 6M Max.)	2M

Dégagement thermique	
Dégagement thermique maximum	2700w pendant la congélation (1 heure)
Dégagement thermique de routine	1500w

Position de l'orifice d'aspiration d'air de refroidissement du condenseur a air	A l'arrière en bas
Distance minimum entre l'arrière du lyophilisateur et la cloison	80mm

Pompe a vide (pompe sèche type nXDS EDWARDS en option)	
Type:	Pompe a palette a bain d'huile 2 étages
Débit	12M3/H
Vide limite	2µBars 0,2 Pascal
Modèle / Fabricant	RV12 EDWARDS
Filtre a brouillard refoulement	Oui Type EMF20 EDWARDS
Alimentation électrique	Monophasée 230V
Puissance absorbée	450W
Courant de CC au démarrage	17A
Courant marche stabilisée	3,4A
Calibre protection recommandé	5A Départ moteur
Connectique électrique	Embase IECEN60320 C13
Largeur	158mm
Profondeur	190mm
Hauteur (sans filtre brouillard)	261mm
Hauteur (avec filtre brouillard)	530mm
Poids	29Kg
Capacité en huile Min./max.	0,65 / 1 Litre
Raccordement aspiration	ISO KF DN25
Raccordement refoulement	ISO KF DN25