

Mode d'emploi

Lyophilisateur pilote FreeZone® Triad™

Modèles

7400030

7400040

Pour recevoir d'importantes mises à jour sur nos produits, enregistrez-vous en ligne sur www.labconco.com/productreg.html
Ou renvoyez la carte jointe et recevez **gratuitement** **LabbyWear™** !



Mascotte Labconco,
Labby the LABster



Labconco Corporation
8811 Prospect Avenue
Kansas City, MO 64132-2696, USA
800-821-5525, 816-333-8811
Fax 816-363-0130
E-Mail Labconco@labconco.com
Page Internet www.labconco.com

Lite attentivement ce mode d'emploi avant d'utiliser l'appareil.

SOMMAIRE

| | |
|--|----|
| CHAPITRE 1 : INTRODUCTION | 1 |
| Processus de lyophilisation | 1 |
| Vitesses de lyophilisation | 2 |
| Capacité de lyophilisation | 3 |
| Échantillons contenant des substances volatiles | 3 |
| CHAPITRE 2 : PREPARATION NECESSAIRE | 5 |
| Alimentation électrique | 5 |
| Choix de l'emplacement | 5 |
| Choix de la pompe à vide | 6 |
| CHAPITRE 3 : MISE EN PLACE | 7 |
| Déballage du lyophilisateur Triad | 7 |
| Composants du lyophilisateur Triad | 8 |
| Installation du lyophilisateur Triad | 8 |
| Orientation des composants et connexion des tuyaux | 8 |
| Échappement de la pompe à vide | 9 |
| Raccordement électrique | 9 |
| Résistance chimique des composants du lyophilisateur | 9 |
| Règles de sécurité pour l'utilisation de solvants | 10 |
| CHAPITRE 4 : INSTRUCTIONS D'UTILISATION | 12 |
| Commandes du lyophilisateur Triad | 13 |
| Liste de contrôle avant utilisation | 14 |
| Réglage du ballast de la pompe à vide | 14 |
| Fonctionnement du lyophilisateur Triad | 15 |
| Paramétrage | 15 |
| Réglage du niveau de vide opérationnel | 17 |
| Utilisation du contrôle manuel | 18 |
| Utilisation du contrôle automatique | 19 |
| Programmation | 20 |
| Démarrage du cycle de lyophilisation | 21 |
| Modification des paramètres d'un programme en cours de cycle | 22 |
| Arrêt du cycle de lyophilisation | 22 |
| Surveillance du fonctionnement du système | 23 |
| Congélation d'échantillon | 23 |
| Chargement de l'étagère | 23 |

| | |
|--|-----------|
| Lyophilisation dans la chambre | 23 |
| Mode manuel avec échantillons pré-congelés | 23 |
| Mode manuel avec échantillons non congelés | 24 |
| Mode automatique avec échantillons pré-congelés | 24 |
| Mode automatique avec échantillons non congelés | 24 |
| Bouchage de flacons | 25 |
| Mise à l'atmosphère / sous gaz inerte | 25 |
| Lyophilisation avec robinets | 26 |
| Dégivrage | 27 |
| Alarmes | 28 |
| Variations de température du système | 28 |
| Variations de température du condenseur | 28 |
| Vide | 28 |
| Compteur horaire de service de la pompe à vide | 28 |
| Consigne de température d'étagère | 28 |
| Coupure de courant | 28 |
| Inclinaison du plateau | 29 |
| | |
| CHAPITRE 5 : ENTRETIEN DU LYOPHILISATEUR | 30 |
| | |
| CHAPITRE 6 : UTILISATION DE LA CONNEXION RS232 | 32 |
| Raccordement à l'ordinateur pour interface ordinateur | 32 |
| | |
| CHAPITRE 7 : RESOLUTION DES PROBLEMES | 35 |
| Système de vide | 35 |
| Pompe à vide | 35 |
| Joints, tuyaux, connexions, robinets | 36 |
| Mode diagnostic | 37 |
| Fonctionnement du module de réfrigération | 39 |
| Remplissage du système de liquide | 39 |
| Précautions à prendre avec le liquide caloporteur | 41 |
| Procédures de premiers secours pour le liquide caloporteur | 41 |
| | |
| CHAPITRE 8 : MODIFICATIONS DE L’AFFICHAGE DU LYOPHILISATEUR | 42 |
| Modification de l'affichage | 42 |
| | |
| ANNEXE A : COMPOSANTS DU LYOPHILISATEUR | 44 |
| | |
| ANNEXE B : DIMENSIONS DU LYOPHILISATEUR | 46 |
| | |
| ANNEXE C : CARACTERISTIQUES DU LYOPHILISATEUR | 47 |
| Caractéristiques électriques | 47 |
| Conditions ambiantes | 47 |
| | |
| ANNEXE D : ACCESSOIRES DU LYOPHILISATEUR | 48 |
| | |
| DECLARATION DE CONFORMITE | 54 |

Chapitre 1

Introduction

Félicitations pour avoir acheté un lyophilisateur pilote Labconco FreeZone® Triad™, conçu pour les lyophilisations en laboratoire. Le réfrigérant utilisé dans le système de réfrigération est sans CFC et ne nuit donc pas à l'environnement. L'appareil est simple à installer et à entretenir. Une attention et une maintenance assidues de ce produit lui confèreront de nombreuses années de fonctionnement fiable.

Processus de lyophilisation

La lyophilisation est une procédure importante dans la préparation d'échantillons et la conservation et le stockage de produits biologiques, pharmaceutiques et alimentaires. Parmi les nombreuses méthodes de dessiccation, la lyophilisation (cryodessiccation) est particulièrement adaptée aux substances sensibles à la chaleur. En plus des préparations alimentaires (par ex. café, plats cuisinés), la lyophilisation a été intensivement utilisée dans le développement de produits pharmaceutiques (par ex. les antibiotiques) et la conservation de produits biologiques (par ex. protéines, plasma, virus et lignées cellulaires). La nature non-destructive de ce processus a été démontrée par le maintien de la viabilité des virus et microorganismes lyophilisés.

La lyophilisation est une procédure dans laquelle l'eau ou un autre solvant est extraite d'une matière congelée en convertissant l'eau congelée directement en vapeur sans formation intermédiaire d'eau liquide. La base de ce processus de sublimation implique l'absorption de chaleur par l'échantillon congelé pour vaporiser la glace ; une pompe à vide pour extraire la vapeur d'eau de la surface de l'échantillon ; le transfert de la vapeur d'eau vers un condenseur ; et la solidification par le condenseur de la vapeur d'eau. En résumé, le processus de lyophilisation est un équilibre entre la chaleur absorbée par l'échantillon pour vaporiser la glace et la chaleur extraite par le condenseur pour convertir la vapeur d'eau en glace.

Vitesses de lyophilisation

L'efficacité du processus de lyophilisation dépend de la taille, de la surface et de l'épaisseur de l'échantillon, de la température du condenseur et du vide obtenu, du point eutectique et de la concentration en solutés de l'échantillon. Il est important de se souvenir de ces facteurs pour utiliser efficacement le lyophilisateur. Une liste de matières choisies et de leur durée de lyophilisation approximative est donnée dans le tableau 1 pour référence.

Tableau 1

| Température de sécurité et temps de séchage pour les matériaux choisis | | | |
|---|----------------------------|------------------------------|------------------|
| Matériau de 10 mm d'épaisseur | Température de sécurité °C | Température du condenseur °C | Heures (environ) |
| Lait | -5 | -40 | 10 |
| Urée | -7 | -40 | 10 |
| Plasma sanguin | -10 à -25 | -40 | 16 |
| Sérum | -25 | -40 | 18 |
| Vaccine | -30 à -40 | -50 | 22 |
| Vaccin antigrippal | -30 | -50 | 24 |
| Tissu humain | -30 à -40 | -50 | 48 |
| Tissu végétal | -50 | -80 | 60 |

* Les quantités d'échantillon totales dépendent des capacités des différents lyophilisateurs Triad.

Jusqu'à la limite de surcharge du système, plus la surface de l'échantillon est grande, plus la lyophilisation sera rapide. A l'inverse, pour une surface donnée, plus l'échantillon est épais et plus la lyophilisation sera lente. Ceci est dû au fait que la chaleur de sublimation est généralement absorbée d'un côté de l'échantillon congelé et doit traverser la couche congelée pour vaporiser l'eau à l'autre surface. De plus, l'échantillon étant congelé, la vapeur d'eau doit traverser la couche de matière sèche. Plus l'échantillon est épais, plus le risque d'effondrement de la couche sèche est grand, ce qui ajoute à la diminution de la vitesse de lyophilisation.

La surface et l'épaisseur de l'échantillon peuvent généralement être négligées lorsque chaque échantillon contient uniquement quelques millilitres. Cependant, pour des volumes plus importants, les échantillons doivent être congelés en couche mince pour maximiser la surface et minimiser l'épaisseur de l'échantillon. Le volume du récipient de lyophilisation doit être de 2 ou 3 fois celui de l'échantillon.

Pour pouvoir lyophiliser, la glace doit être extraite de l'échantillon congelé par sublimation. C'est ce que permettent le condenseur et la pompe à vide. Le condenseur, qui doit être au moins 15 à 20°C plus froid que la température d'eutectique (température de fusion) de l'échantillon, piège les vapeurs sous forme de glace. Comme la pression de vapeur au niveau du condenseur est inférieure à celle de l'échantillon, le déplacement de la vapeur d'eau se fait de l'échantillon vers le condenseur.

Le processus de diffusion de vapeur étant très lent dans les conditions atmosphériques normales, un vide poussé est essentiel pour maintenir une vitesse efficace. Dans de nombreuses applications, le maintien d'un vide de 0,133 mBar ou moins est conseillé.

La vitesse de lyophilisation est directement proportionnelle à la pression de vapeur et la pression de vapeur dépend de la température eutectique et de la concentration en solutés de l'échantillon. Par exemple, une solution de chlorure de sodium et d'eau lyophilise à une vitesse plus lente que l'eau pure. La température eutectique de la solution de chlorure de sodium est d'environ -21°C et à cette température, la pression de vapeur est d'environ $1/16^{\circ}$ de celle de l'eau à 0°C . Bien que la température eutectique ne dépende pas de la concentration en chlorure de sodium, la pression de vapeur de l'eau diminue lorsque la concentration en chlorure de sodium augmente. Ceci est dû au fait que lorsque la concentration en soluté augmente, une surface moins importante de l'échantillon congelé est occupée par de l'eau. En général, la plupart des solutions ou échantillons biologiques montre une température eutectique de -10° à -25°C . Cependant, si l'échantillon contient un sucre simple tel que le glucose ou s'il s'agit d'un échantillon animal ou végétal, la température eutectique peut baisser jusqu'à -30° ou -50°C .

Capacité de lyophilisation

Le volume d'échantillon pouvant être lyophilisé en une fois dépend des facteurs décrits plus haut et de la taille et de la conception du lyophilisateur. Avec n'importe quel appareil donné, la capacité est basée sur la surface de l'échantillon, la température eutectique et la concentration de l'échantillon, et sur la vitesse et la quantité de chaleur transférée à l'échantillon congelé. Parmi ces facteurs, la température eutectique est le plus important dans la détermination de la quantité d'échantillon pouvant être lyophilisée en une seule fois, surtout en cas d'utilisation de flacons. Ceci vient du fait que, lorsque la température eutectique diminue, la pression de vapeur diminue mais la vitesse d'absorption de chaleur par l'échantillon ne change pas. Ceci tend à faciliter la fusion de l'échantillon, ce qui conduit à une augmentation sensible de la pression de vapeur et finalement à une surcharge du condenseur et de la pompe à vide. Les échantillons présentant une température eutectique de -20°C ou inférieure doivent être placés dans le lyophilisateur un flacon à la fois pour que le système puisse revenir à la normale avant de lui ajouter un nouvel échantillon. Si le vide ne se rétablit pas, la capacité du lyophilisateur a été dépassée et il faut retirer l'échantillon.

Si un problème se pose avec un type particulier d'échantillon lorsqu'il est placé sur le lyophilisateur, essayer de diluer l'échantillon avec plus d'eau ou isoler l'extérieur du flacon pour diminuer la vitesse d'absorption de chaleur.

Échantillons contenant des substances volatiles

Dans certains cas, le solvant présent dans l'échantillon à lyophiliser peut contenir des composants volatils tels que l'acétonitrile, le méthanol, l'acide acétique, l'acide formique ou la pyridine. En plus de l'effet de ces substances sur la température eutectique, elles peuvent augmenter la pression de vapeur à la surface de l'échantillon. De plus, comparées à l'eau, ces substances nécessitent une absorption moins importante de chaleur pour la sublimation. De ce fait, les échantillons contenant des substances volatiles ont une tendance plus importante à fondre, surtout lorsqu'elles sont placées dans des flacons ou si elles sont exposées à la température ambiante. Si un échantillon contenant une substance volatile tend à fondre lorsqu'il est placé sur le lyophilisateur, la dilution de l'échantillon avec plus d'eau peut aider à conserver l'échantillon congelé. Par exemple, une solution 0,2 M d'acide acétique est plus facile à congeler qu'une solution 0,5 M.

Chapitre 2

Préparation nécessaire

Avant d'installer le lyophilisateur pilote Triad, l'utilisateur doit vérifier que l'emplacement d'installation est horizontal et suffisamment solide. Une source de raccordement électrique doit se trouver à proximité du site d'installation.

Lire attentivement ce chapitre pour obtenir des informations sur :

- l'alimentation électrique nécessaire ;
- le choix de l'emplacement ;
- le choix de la pompe à vide.

Se reporter à l'Annexe C : Caractéristiques du lyophilisateur pour consulter les besoins électriques et les conditions ambiantes, les caractéristiques et les exigences.

Alimentation électrique

Le lyophilisateur pilote Triad nécessite une prise de courant dédiée. Cette prise doit être équipée d'un coupe-circuit ou d'un fusible de 20 A pour tous les modèles. Le cordon d'alimentation des modèles 230 V est équipé d'une fiche NEMA 6-20P. Si elle ne correspond pas à la prise disponible, retirer cette fiche et la remplacer par une fiche agréée du type convenable.

Choix de l'emplacement

Installer le lyophilisateur pilote Triad dans un endroit permettant une circulation d'air sans obstacle autour de l'appareil. Cet air refroidit le système de réfrigération. Le système de réfrigération aspire l'air par le côté gauche et le rejette par le côté droit. Respecter un minimum de 7,5 cm (3") entre l'arrière et les deux côtés du lyophilisateur pilote Triad et les parois les plus proches. Tout obstacle à la circulation de l'air pendant le fonctionnement peut affecter les performances de l'appareil. Installer le lyophilisateur Triad sur un plan de travail ou une table capable de supporter un poids supérieur à 185 kg (400 lbs).

Consulter l'annexe B : Dimensions du lyophilisateur pour les schémas.

Choix de la pompe à vide

L'utilisateur doit fournir la pompe à vide. Une pompe à vide permettant d'obtenir un débit de 144 l/m et une pression finale de 0,0002 mBar convient à la plupart des échantillons. Le raccord d'admission sur la pompe à vide doit correspondre à un tuyau de vide de 3/4" (19 mm) Ø int, qui est fourni avec le lyophilisateur. Nous conseillons d'équiper la pompe à vide d'un filtre d'échappement pour minimiser la nébulisation de vapeurs d'huile provenant de la pompe.

Le niveau de vide opérationnel peut être réglé sur le lyophilisateur. Plus le réglage de pression est élevé, plus le risque d'émission d'huile est élevé.

La pompe à vide doit être équipée d'une fiche IEC inverse. Ceci permet de brancher la pompe à vide dans la prise sur le panneau arrière du lyophilisateur. Voir l'annexe D : Accessoires du lyophilisateur Triad pour les pompes à vides disponibles auprès de Labconco.

Chapitre 3

Mise en place

Le site d'installation du lyophilisateur Triad étant correctement préparé, l'utilisateur est prêt à déballer, inspecter, installer et tester le lyophilisateur.

Lire ce chapitre pour savoir comment :

- déballer et déplacer le lyophilisateur ;
- installer le lyophilisateur ;
- utiliser en toute sécurité les solvants avec le lyophilisateur.

Déballage du lyophilisateur pilote Triad

Déballer soigneusement le lyophilisateur et vérifier l'absence de dommage consécutif au transport. Si le lyophilisateur est endommagé, prévenir immédiatement le transporteur et conserver le colis intact pour que le transporteur puisse l'inspecter.

Le lyophilisateur pilote pèse plus de 181 kg (400 lbs.). La caisse est prévue pour être soulevée par un chariot élévateur mécanique ou manuel. Pour soulever manuellement le lyophilisateur, prévoir au moins quatre (4) personnes et respecter les conseils de sécurité de levage.

Si le lyophilisateur a été endommagé pendant le transport, l'utilisateur doit déposer une réclamation directement auprès du transporteur.

Les règles de la United States Interstate Commerce Commission préconisent que la plainte doit être transmise au transporteur dans les quinze (15) jours après la livraison. Labconco Corporation et ses distributeurs ne sont pas responsables des dégâts survenus pendant le transport.

Ne pas renvoyer d'article sans autorisation préalable ; les retours non autorisés ne seront pas acceptés.

Ne pas jeter la boîte ni les matériaux d'emballage du lyophilisateur avant d'avoir inspecté tous les composants et installé et testé le lyophilisateur.

Composants du lyophilisateur pilote Triad

Identifier le lyophilisateur livré dans le tableau ci-dessous. Vérifier que les composants énumérés sont présents et ne sont pas endommagés.

Si un ou plusieurs composant(s) est (sont) manquant(s), contacter immédiatement Fisher Scientific Bioblock.

| Référence | Description du produit |
|-----------|--|
| 7400030 | Lyophilisateur pilote Triad – 230 V, 50 Hz |
| 7400040 | Lyophilisateur pilote Triad – 230 V, 60 Hz |

Plus les éléments suivants :

| Référence | Qté | Description du composant |
|-----------|-----|-------------------------------|
| 7373300 | 1 | Manuel d'instructions |
| 1342100 | 1 | Cordon d'alimentation – 230 V |
| 7373436 | 1 | Tuyau |
| 1488800 | 2 | Collier de serrage |
| 1291000 | 1 | Fiche femelle IEC |

Installation du lyophilisateur pilote Triad

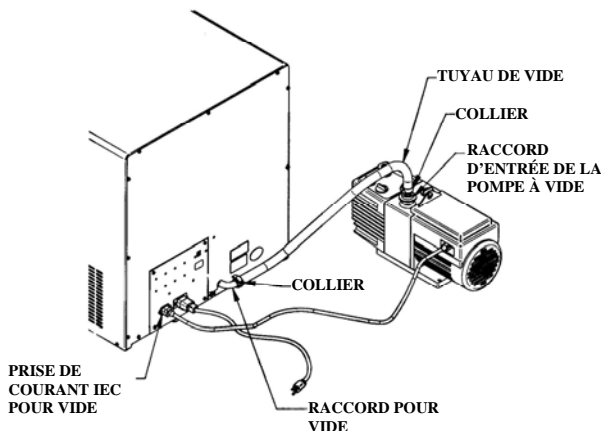
Orientation des composants et connexion des tuyaux

Laisser un minimum de 7,5 cm (3") entre l'arrière du lyophilisateur et la paroi la plus proche et entre les côtés du lyophilisateur et les parois les plus proches. Tout obstacle au passage d'air à travers l'appareil pendant son fonctionnement peut altérer ses performances.

Installer la pompe à vide à proximité du raccord de vide à l'arrière de l'appareil. Fixer le tuyau fourni sur le raccord à l'aide du collier de serrage fourni. Fixer l'autre extrémité du tuyau au raccord d'entrée de la pompe à vide. Fixer avec le collier de serrage fourni. Le tuyau peut être coupé à la longueur désirée pour obtenir des courbes larges sans coudes.

Raccorder le cordon d'alimentation de la pompe à vide sur la prise à l'arrière de l'appareil. Si le cordon de la pompe à vide n'est pas équipé d'une fiche femelle IEC, remplacer l'extrémité du cordon par la fiche IEC femelle fournie avec l'appareil (référence 1291000).

Figure 1



Échappement de la pompe à vide

Si une matière quelconque placée dans le lyophilisateur est susceptible de libérer des gaz dangereux après chauffage, l'échappement de la pompe à vide doit être relié à une hotte ou un autre système d'extraction.

Raccordement électrique

Connecter le cordon d'alimentation dans la prise à l'arrière du lyophilisateur pilote et connecter l'autre extrémité dans une prise de courant appropriée.

Le lyophilisateur est à présent installé et doit être testé pour s'assurer que le système ne fuit pas. Fermer la porte, mettre en marche la réfrigération du lyophilisateur et attendre que la température du condenseur atteigne -40° ou moins ; ceci peut prendre 20 à 30 minutes. S'assurer que la commande de bouchage est en position "RAISED" (*soulevé*) et que la commande d'aération est sur la position "CLOSED" (*fermée*). Démarrer la pompe à vide et surveiller le manomètre. Le vide doit atteindre 0,133 mBar en 30 minutes et doit atteindre un vide final de 0,040 mBar ou moins dans les 18 heures. S'il est impossible d'atteindre 0,040 mBar, consulter la section Résolution des problèmes de ce manuel.

Résistance chimique des composants du lyophilisateur

Le lyophilisateur pilote FreeZone[®] Triad est conçu pour résister chimiquement à la plupart des composants communément utilisés dans les procédures de lyophilisation. Cependant, par nécessité, le lyophilisateur est composé de différents matériaux, dont certains peuvent être attaqués et dégradés par certains produits chimiques. Le degré de dégradation dépend de la concentration et de la durée d'exposition.

Certains des composants principaux du lyophilisateur susceptibles de subir des dégradations sont :

| Composant | Matériau | Acides | | Tampons | | | | Solvants | | | | | |
|-----------------------------------|---------------------|--------------------|----------------|-------------------------------|---------------------|---------------------|---------|--------------|--------------------------|-------------|---------|-----------------------------|----------|
| | | Acide acétique 20% | Acide formique | TFA = Acide trifluoroacétique | Chlorure de calcium | Phosphate de sodium | Acétone | Acétonitrile | Tétrachlorure de carbone | Cyclohexane | Dioxane | Méthyl t-Butyl Éther (BTBE) | Pyridine |
| Tige de robinet | Acétal (Delrin) | C | D | D | D | | D | | | | | | |
| Porte | Acrylique | | | D | | | D | D | D | | | | |
| Tuyaux, joints & corps de robinet | Néoprène | C | D | D | | | C | C | D | D | D | C | D |
| Col de flacon, tuyau de vidange | Caoutchouc silicone | | C | D | | D | | | D | D | D | C | D |
| Chambre & raccords | Acier inoxydable | | | | | C | | | | | | | |

C = Dégradation modérée ; usage limité

D = Dégradation importante ; usage peu fréquent conseillé ; lavage soigneux et immédiat nécessaire.

-
- La plupart des composés courants utilisés en lyophilisation, s'ils pénètrent dans la pompe à vide, dégradent l'huile et endommagent la pompe.
 - Les sucres et les protéines ont généralement un effet négatif minime sur la plupart des matériaux de construction.

En cas d'utilisation dans le lyophilisateur de composants néfastes aux matériaux de construction, il est impératif de nettoyer soigneusement l'appareil après utilisation.

- Les composants en caoutchouc et en plastique ayant été exposés à des composants produisant des dégâts doivent être retirés et rincés à l'eau.
- Vérifier régulièrement l'huile de la pompe à vide. La changer si elle est trouble, contient des particules ou est décolorée. La durée de vie utile de l'huile de la pompe à vide peut être prolongée si la pompe continue à fonctionner après une lyophilisation. Ceci permet de purger les contaminants de l'huile chaude. Cela doit se faire avec l'entrée de la pompe à vide bloquée pour empêcher l'air de traverser librement la pompe. L'utilisateur doit ainsi fermer tous les robinets d'échantillons sur un lyophilisateur propre et sec et mettre la pompe à vide en marche. Si la pompe fonctionne à un niveau de vide faible (> 10 mBar), l'huile peut être expulsée de la pompe, provoquant des dégâts.

Des pièges secondaires optionnels sont disponibles pour aider à prolonger la durée de vie de la pompe à vide. Installer ces pièges entre le lyophilisateur et la pompe. Contacter Fisher Scientific Bioblock pour aider à choisir le bon piège pour l'application désirée.

Avec une maintenance correcte, le lyophilisateur fonctionnera pendant des années. La garantie sur les pièces affectées sera annulée si la maintenance a été manifestement négligée. Pour toute question concernant l'utilisation de composants particuliers avec le lyophilisateur, contacter AVANTEC au 03 88 66 67 24 ou par courriel : infos@avantec.fr

Règles de sécurité pour l'utilisation de solvants

AVERTISSEMENT

Les solvants utilisés dans le lyophilisateur peuvent être inflammables ou dangereux pour la santé. Faire très attention et éloigner les sources d'inflammation des solvants. En cas d'utilisation de solvants inflammables ou dangereux pour la santé, diriger l'échappement de la pompe à vide vers une hotte d'aspiration.

Manipuler avec précautions les matières dangereuses comme les bases ou acides forts, les substances radioactives et les composés organiques volatils et les nettoyer rapidement en cas de souillure. Si un échantillon est renversé dans le condenseur, nettoyer immédiatement en respectant les procédures des FDS pour éviter d'endommager l'équipement.

REMARQUE : différentes réglementations européennes, fédérales, nationales ou locales peuvent régir l'élimination des substances utilisées avec cet équipement. Tous les utilisateurs de cet appareil doivent prendre connaissance des réglementations en vigueur sur le site d'utilisation concernant l'élimination des déchets dans l'eau, l'air et sur la terre et doivent se conformer à ces réglementations.

Chapitre 4

Instructions d'utilisation

Lire ce chapitre pour savoir comment :

- Comprendre l'affichage.
- Utiliser les commandes.
- Connecter les échantillons.

Ne pas utiliser le lyophilisateur pilote d'une façon non précisée par le fabricant (voir Annexe C : Caractéristiques du lyophilisateur). La protection électrique peut être altérée en cas de mauvaise utilisation.

Commandes du lyophilisateur Triad

Le panneau de commandes du lyophilisateur pilote Triad est représenté avec une description de ses fonctions.

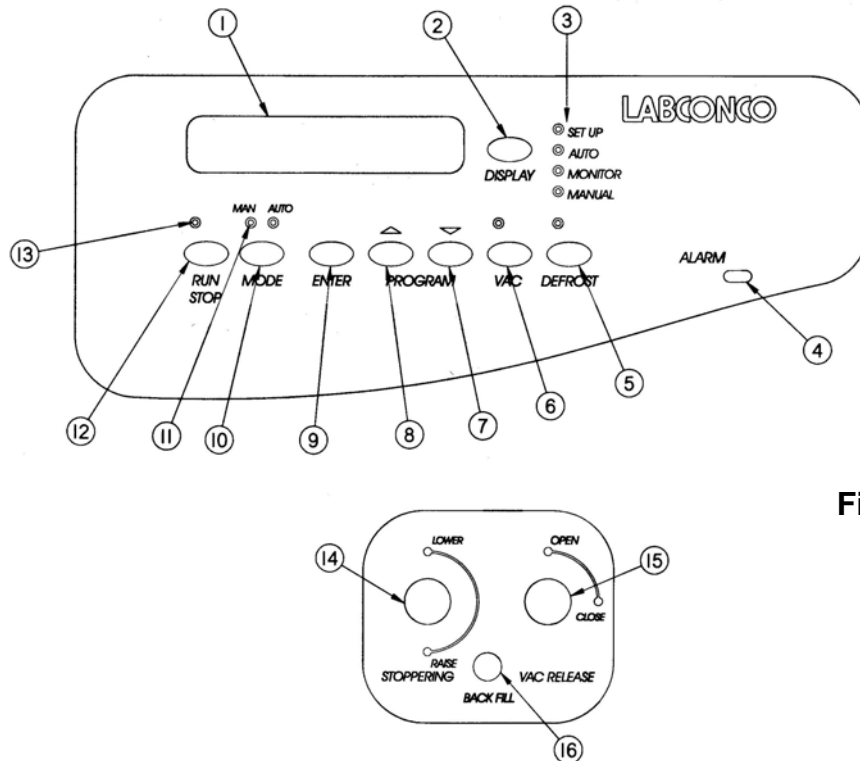


Figure 2

1. **Affichage** : affiche toutes les données de programmation et de fonctionnement nécessaires. Propose des aides à la programmation.
2. **Touche d'affichage DISPLAY** : change le format d'affichage en le faisant passer des écrans "monitor" (*surveillance*) à "auto" à "manual" (*manuel*) à "set up" (*paramétrage*).
3. **Indicateurs d'affichage SET UP, AUTO, MONITOR, MANUAL** : un INDICATEUR vert indique quel "écran" d'affichage est visualisé.
4. **Indicateur ALARM** : l'INDICATEUR rouge indique qu'une alarme système est déclenchée.
5. **DEFROST** : utilisée pour démarrer ou arrêter manuellement l'opération de dégivrage.
6. **VAC** : utilisée pour démarrer ou arrêter manuellement la pompe à vide.
7. **PROGRAM ↓** : utilisée en programmation pour diminuer une consigne.
8. **PROGRAM ↑** : utilisée en programmation pour augmenter une consigne.
9. **ENTER** : utilisée en programmation pour saisir une consigne sélectionnée dans la mémoire.
10. **MODE** : sélectionne le mode fonctionnement – manuel ou automatique.
11. **MAN/AUTO** : l'INDICATEUR vert indique si la commande est réglée pour fonctionner en mode automatique ou manuel.

-
12. **RUN/STOP** : initialise le démarrage ou l'arrêt de la lyophilisation.
 13. **Indicateur marche/arrêt** : l'INDICATEUR vert est allumé en permanence lorsque la lyophilisation est en cours et s'éteint lorsqu'un cycle est arrêté avec la touche Run/Stop (marche/arrêt). L'INDICATEUR vert clignote lorsqu'une lyophilisation est en cours et qu'une coupure de courant survient.
 14. **STOPPERING** : commande la levée et l'abaissement du plateau de bouchage. Le mécanisme fonctionne uniquement lorsque la chambre est sous vide. Surveiller étroitement le bouchage pendant la manipulation de cette commande.
 15. **Aération (mise à l'atmosphère)** : ventile la chambre pour permettre l'ouverture de la porte. Permet également d'injecter un gaz dans la chambre lorsqu'une alimentation en gaz est correctement raccordée au raccord d'inertage.
 16. **Inertage** : possibilité de raccorder un réservoir de gaz régulé à ce raccord pour permettre l'introduction de gaz dans la chambre après lyophilisation. Le raccord accepte un tuyau de 1/8" (3 mm).



AVERTISSEMENT

L'utilisation d'oxyde d'éthylène dans ce lyophilisateur pour le décontaminer est déconseillée du fait de ses propriétés dangereuses et corrosives.

17. **Commutateur d'alimentation** : met le lyophilisateur Triad SOUS ou HORS tension (non représenté). Situé du côté gauche du bâti.

Liste de contrôle avant utilisation

Respecter la liste de contrôle suivante avant chaque utilisation du lyophilisateur :

1. Essuyer l'intérieur de la chambre avec un chiffon doux ou du papier absorbant pour retirer tout débris ou trace d'humidité.
2. Vérifier le tuyau de vidange du bac de récupération pour s'assurer qu'il ne contient pas d'humidité et que le bouchon de vidange est correctement en place.
3. À l'aide d'un chiffon doux non pelucheux ou de papier absorbant, essuyer le joint de la porte pour retirer toute trace de saleté ou de contamination pouvant provoquer une fuite de vide. **L'application de graisse à vide n'est pas nécessaire sur le joint de la porte.**
4. Vérifier que chaque robinet échantillon est fermé ou est en position "vent" (*aération*). Voir Figure 4 (page 26).

Réglage du ballast de la pompe à vide

La plupart des pompes à vide sont équipées d'un ballast d'air. La lyophilisation nécessite un vide poussé. Par conséquent, nous conseillons de fermer le ballast d'air pendant le fonctionnement du lyophilisateur Triad.

Remarque : si le ballast d'air reste ouvert pendant une période de fonctionnement prolongée, l'huile peut être pompée hors de l'échappement entraînant une panne de la pompe.

Fonctionnement du lyophilisateur pilote Triad

Paramétrage

Le vide peut être affiché en mBar, Pascal (Pa) ou Torr et la température peut être affichée en °F ou en °C. La durée de fonctionnement du système de réfrigération et de la pompe à vide peut être surveillée et l'utilisateur peut régler le niveau de vide de fonctionnement. Pour configurer le lyophilisateur, mettre sous tension avec le commutateur d'alimentation. Appuyer sur la touche DISPLAY (*affichage*) jusqu'à ce que l'indicateur SET UP (*paramétrage*) s'allume.

L'écran affiche :

| | | |
|---------------|----|------|
| VACUUM UNITS: | | |
| MBar | Pa | Torr |

Unité de vide :

- Appuyer sur ou jusqu'à ce que l'unité désirée clignote.
- Appuyer sur ENTER (*entrée*).

L'écran affiche :

| | |
|-------------------|-----|
| VACUUM SET POINT: | |
| XXXX | YYY |

Consigne de vide :

Où YYY est l'unité sélectionnée ci-dessus.

- Appuyer sur ou jusqu'à ce que le niveau de vide opérationnel désiré s'affiche. Se reporter aux conseils de "Réglage du niveau de vide opérationnel".
- Appuyer sur ENTER.

L'écran affiche :

| | |
|--------------------|----|
| TEMPERATURE UNITS: | |
| ^C | ^F |

Unité de température :

- Appuyer sur ou jusqu'à ce que l'unité désirée clignote.
- Appuyer sur ENTER.

L'écran affiche :

| |
|-------------------------|
| REFRIG TOTAL HOUR: XXXX |
| SERVICE HOUR: XXXX |

Heures totales de réfrigération :

Heures depuis la dernière maintenance :

- Appuyer sur ENTER (*entrée*) pour ne pas remettre les heures de service (heures de fonctionnement depuis la dernière maintenance) à zéro.

Appuyer en continu pendant 5 secondes sur pour remettre les heures de service à zéro. Ceci permet de garder une trace du temps de fonctionnement du système de réfrigération depuis sa dernière maintenance.

L'écran affiche :

| | |
|----------------------------------|---|
| REFRIGERATION TOTAL HOURS: XXXX: | |
| RESET SERVICE HOUR: ? | X |

Heures totales de réfrigération : Réinitialiser heures de service ?

Appuyer sur ENTER.

L'écran affiche :

| | |
|---------------------------|--|
| VACUUM TOTAL HOURS: XXXX: | |
| SERVICE HOUR: XXXX | |

Heures totales de vide : Heures depuis la dernière maintenance :

- Appuyer sur ENTER pour ne pas remettre les heures de service à zéro.

Appuyer en continu pendant 5 secondes sur pour remettre les heures de service à zéro. Ceci permet de garder une trace du temps de fonctionnement de la pompe à vide depuis sa dernière maintenance.

L'écran affiche :

| | |
|---------------------------|---|
| VACUUM TOTAL HOURS: XXXX: | |
| RESET SERVICE HOUR: ? | X |

Heures totales de vide : Réinitialiser les heures de service ?

Appuyer sur ENTER.

L'écran affiche :

| | |
|---------------------------|---------|
| RS-232 TRANSMISSION RATE: | |
| 10 | SECONDS |

Intervalle de transmission RS-232 :

- Appuyer sur ou jusqu'à ce que l'intervalle désiré s'affiche. Le temps entre les transmissions de données peut être réglé sur un intervalle de 10, 30, 60, 300 ou 600 secondes.

Appuyer sur ENTER.

L'écran affiche :

| | | |
|---------------|----|------|
| VACUUM UNITS: | | |
| MBar | Pa | Torr |

Unité de vide :

- L'utilisateur peut à tout moment appuyer sur la touche DISPLAY (*affichage*) pour sélectionner une fonction différente.

Réglage du niveau de vide opérationnel

L'utilisateur peut régler manuellement le niveau de vide pour optimiser la lyophilisation. Normalement, la vitesse de sublimation augmente (pression plus élevée). Pour bien démarrer, régler le si le vide est moins poussé sur un niveau permettant de maintenir la température de l'échantillon à environ 10°C plus froid que la température eutectique. Ajuster le niveau de vide pour différentes conditions de lyophilisation. Les facteurs à prendre en compte sont la façon dont sont lyophilisés les échantillons (avec étagère chauffée ou verrerie fixée aux robinets du manifold), la volatilité de l'échantillon lui-même, la taille de l'échantillon et l'énergie thermique délivrée à l'échantillon. Lorsque la commande du vide est réglée sur un vide moins poussé, la capacité de charge en glace par le condenseur peut diminuer.

Le tableau ci-dessous contient des conseils de réglage du lyophilisateur Triad. Il donne la température de pré-congélation et les niveaux de vide. L'utilisateur doit déterminer les protocoles exacts pour les échantillons particuliers à lyophiliser.

| Matériau | Température de solidification/eutectique | Température de pré-congélation | Consigne de vide |
|------------------|--|--------------------------------|---------------------|
| Bactéries, Virus | -40°C et plus froid | -50°C et plus froid | 0,404 mBar et moins |
| Lait | -5 à -13 | -15 à -23 | 1,65 à 0,77 |
| Moisissures | -40 et plus froid | -50 et plus froid | 0,04 et moins |
| Tissu végétal | -25 à -50 | -35 à -60 | 0,22 à 0,01 |
| Tissu humain | -30 à -40 | -40 à -50 | 0,12 à 1,04 |
| Plasma sanguin | -10 à -25 | -20 à -35 | 1,03 à 0,22 |
| Vaccin | -30 à -40 | -40 à -50 | 0,12 à 0,04 |

Utilisation du contrôle manuel

L'utilisateur peut choisir entre 3 modes de fonctionnement manuel : « Pre-freeze » pré-congélation », IN FLAEHN », en flacon et « SET POINT TEMP » température d'étagère contrôlée. Le réglage sur Pré-congélation permet à la température de l'étagère de congeler les échantillons en dessous de -55°C pour obtenir une température de "Froid Maxi" d'environ -75°C . Le réglage sur Flacons est utilisé pour lyophiliser des échantillons pré-congelés en utilisant les robinets du côté gauche de l'appareil. Ce mode ne comprend pas de régulation de la température de l'étagère. En cas d'utilisation du réglage de la Température de consigne contrôlée de l'étagère, la température de l'étagère est maintenue sur la consigne sélectionnée entre -55°C et 50°C . Utiliser ce mode pour la lyophilisation d'échantillons sur l'étagère. Il est également possible d'ajouter un flacon aux robinets dans ce mode.

- (1) Mettre le commutateur d'alimentation sur MARCHE. L'affichage s'allume.
- (2) Appuyer sur la touche DISPLAY (*affichage*) jusqu'à ce que l'indicateur MANUAL (*manuel*) s'allume. Ceci affiche l'écran d'affichage manuel avec la température de consigne préalablement saisie ou le mode opérationnel.

| |
|--------------------------------------|
| SET POINT TEMP -30°C |
|--------------------------------------|

Température de consigne

La température est affichée dans l'unité ($^{\circ}\text{F}$ ou $^{\circ}\text{C}$) sélectionnée dans Paramétrages.

L'utilisateur peut régler la température pour réguler l'étagère entre $+50^{\circ}\text{C}$ et -55°C par incréments de 1°C . Pour pré-congeler des échantillons en dessous de -55°C , régler la température sur "Pre-Freeze" (*pré-congélation*). Pour lyophiliser les échantillons à l'aide des robinets, modifier la température de consigne pour "In-flask" (*en flacons*).

- (3) Pour modifier la consigne ou le mode de fonctionnement, appuyer sur la touche d'AUGMENTATION ou de DIMINUTION pour afficher la température de consigne ou le mode désiré.
- (4) Appuyer sur ENTER (*entrée*). Si ENTER n'est pas actionné dans les 10 secondes, la consigne revient au paramètre préalablement saisi.
- (5) Appuyer sur la touche MODE jusqu'à ce que l'indicateur manuel s'allume.
- (6) Appuyer sur la touche RUN/STOP (*marche/arrêt*). L'indicateur RUN/STOP s'allume et le système de réfrigération et / ou de chauffage démarre.
- (7) Si le vide est nécessaire, appuyer sur la touche VAC (*vide*). Ne pas lancer le vide avec des échantillons non congelés dans la chambre.
- (8) Pour modifier la température de consigne au milieu d'un cycle, répéter les étapes 2, 3 et 4. Le système s'ajuste sur la nouvelle consigne de température.
- (9) Pour surveiller le fonctionnement du système, appuyer sur DISPLAY jusqu'à ce que l'indicateur Monitor (*surveiller*) s'allume. L'affichage indique simultanément la température d'étagère (SHLF), du condenseur (COL) et de l'échantillon (SAMP). Si la sonde de température n'est pas branchée dans sa prise jack, l'affichage de température SAMP indique "- -". En mode de pré-congélation, l'affichage (COL) indique "- -". En mode Flacons, l'affichage (SHLF) indique "- - -".

Le numéro de segment indique toujours “M” en mode de fonctionnement manuel. Les numéros de segment sont utilisés uniquement en mode automatique pour identifier les parties du cycle programmé. Les températures et le vide sont affichés dans les unités sélectionnées dans la procédure de paramétrage. Au-dessus de 5,0 mBar, l’affichage du vide indique “HIGH” (*pression élevée*).

| | | |
|----------|-------------|--------------|
| SHLF=XXX | SAMP=XXX °C | |
| COL= XXX | SEG =M | VAC = HIGH m |

| | |
|------|--|
| SHLF | Température de l’étagère |
| SAMP | Sonde échantillon (en absence de sonde, l’affichage indique “-”) |
| C | °C |
| F | °F |
| COL | Température du condenseur |
| SEG | Indique le segment actif, en phase de rampe ou de plateau. |
| M | Mode manuel |
| VAC | Niveau de vide du système |
| m | mBar |
| P | Pascal |
| T | Torr |

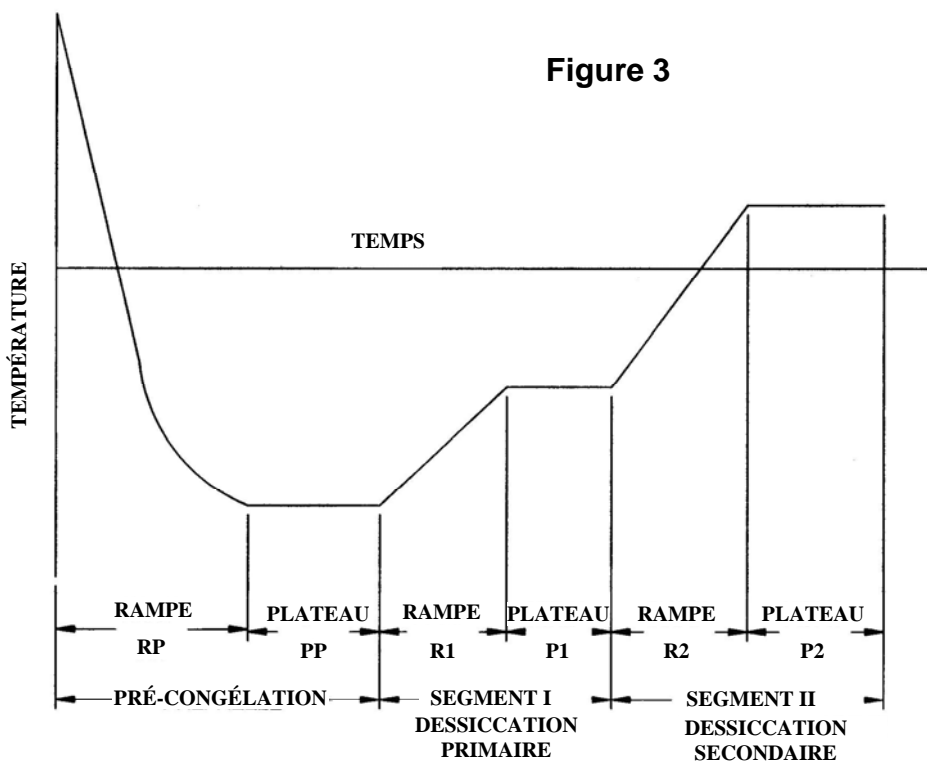
- (10) Pour arrêter, appuyer sur la touche RUN/STOP (*marche/arrêt*), ce qui coupe le système de réfrigération et le chauffage. Pour arrêter tout le système, mettre le commutateur d’alimentation sur OFF (*arrêt*).

Utilisation du contrôle automatique

Le lyophilisateur Triad est équipé d’un régulateur permettant de programmer la température en utilisant un maximum de 6 segments différents. Le premier segment est la Pré-congélation avec réglage automatique de “Max Cold” (*froid maxi*) et une durée modulable de 0, 3 à 99,9 heures ou en marche continu. Les 5 segments supplémentaires sont constitués d’une fonction rampe de température et d’une fonction plateau de température. 5 programmes de 6 segments chacun peuvent être enregistrés. Un des cinq peut être sélectionné en appuyant sur la touche DISPLAY (*affichage*) jusqu’à ce que l’indicateur AUTO s’allume. Appuyer sur les touches HAUT/BAS pour sélectionner le programme désiré, puis appuyer sur ENTER (*entrée*). L’affichage change pour indiquer les paramètres de ce programme. La rampe permet d’augmenter ou de diminuer la température de l’échantillon à n’importe quelle vitesse dans les limites des capacités des systèmes de chauffage et de refroidissement du lyophilisateur Triad.

Le lyophilisateur Triad sans échantillon sur l’étagère est capable de refroidir à une vitesse d’environ 0,5°C/minute de 50°C à 0°C, 0,25°C/minute de 0°C à –55°C et peut chauffer d’environ 3°C/minute. Le maintien de n’importe quelle température peut être réglé de +50°C à –55°C par incréments de 1°C. La durée des plateaux est réglée en heures.

Lorsque la température désirée est atteinte, la fonction de plateau maintient cette température pendant la durée programmée. La régulation par microprocesseur possède une mémoire intégrée pour le dernier programme saisi pour permettre de répéter un protocole à l'identique en appuyant simplement sur la touche RUN (*exécuter*). Un programme type à 3 segments est représenté sur la Figure 3.



Programmation

Le lyophilisateur Triad peut enregistrer jusqu'à 5 programmes numérotés de 1 à 5. Ces 5 programmes, une fois paramétrés, seront gardés en mémoire. Pour programmer un cycle, sélectionner le numéro du programme à utiliser et saisir les paramètres comme suit.

Mettre le commutateur d'alimentation sur ON (*marche*). Appuyer sur la touche DISPLAY (*affichage*) jusqu'à ce que l'indicateur AUTO s'allume.

REMARQUE : les valeurs utilisées dans cet exemple sont indiquées comme référence uniquement.

Le "P" sur l'affichage clignote et le numéro de programme à exécuter s'affiche. Pour sélectionner un programme différent, appuyer sur les touches HAUT ou BAS pour modifier le numéro de programme (Programmes 1 à 5). Lorsque le programme désiré est affiché, appuyer sur ENTER (*entrée*).

L'écran affiche les derniers paramètres saisis pour ce programme.

| | | | | | | |
|------|-------|------|-----------|----------------|--------------|--------------|
| P1 | SEG 1 | RAMP | 00.0°C/MN | <i>P1</i> | <i>SEG 1</i> | <i>RAMPE</i> |
| HOLD | -34°C | | TIME 00.0 | <i>PLATEAU</i> | <i>-34°C</i> | <i>TEMPS</i> |

Si un des paramètres a été modifié, appuyer sur la touche ENTER (*entrée*) pour enregistrer la nouvelle valeur. Si la touche ENTER n'est pas actionnée dans les 10 secondes après le dernier réglage de paramètre, la valeur revient à la valeur précédemment enregistrée. Le nom du paramètre clignotant indique le paramètre qui sera modifié. Une simple pression sur ENTER permet de passer au paramètre suivant.

Lorsque le cycle AUTO RUN (*cycle automatique*) est démarré, il est possible de modifier les paramètres des segments dont le numéro est supérieur au segment en cours. Seuls les paramètres du programme sélectionné peuvent être modifiés. Pour modifier un programme différent, l'utilisateur doit arrêter le système et sélectionner le programme désiré.

Démarrage du cycle de lyophilisation

Lorsque les cycles désirés ont été programmés, appuyer sur la touche MODE pour sélectionner AUTO. Appuyer sur la touche RUN/STOP (*marche/arrêt*) pour démarrer le programme en cours. L'indicateur RUN/STOP s'allume. L'affichage du système change et passe en mode MONITOR (*surveillance*).

Pendant le segment de pré-congélation, l'affichage sera le suivant :

| | |
|---------------|-------------------|
| P1 SHLF = -70 | SAMP= -70°C |
| COL = --- | SEG = PR VAC = hi |

| | |
|----------|--|
| P1 | Programme sélectionné |
| SHLF | Température étagère |
| SAMP | Température échantillon (en absence de sonde, l'affichage indique ---) |
| °F ou °C | Unité de température |
| COL | Aucune température affichée |
| SEG | Mode pré-congélation R(Rampe) H(Plateau) |
| VAC | La pression du système est supérieure à 5 mBar |

Pendant la phase de rampe du segment en cours, l'affichage indique :

| | |
|---------------|---------------------|
| P1 SHLF = -55 | SAMP= -55°C |
| COL = -85 | SEG = 1R VAC = .03M |

| | |
|----------|--|
| P1 | Programme sélectionné |
| SHLF | Température étagère |
| SAMP | Température échantillon (en absence de sonde, l'affichage indique ---) |
| °F ou °C | Unité de température |
| COL | Température du condenseur |
| SEG | Indique quel segment est actif et en phase de Rampe (R) |
| VAC | Pression du système |
| M | MBar |
| P | Pascal |
| T | Torr |

Pendant une phase de plateau du segment en cours, l'affichage alterne entre les 2 écrans suivants :

| | |
|---------------|----------------------|
| P1 SHLF = -55 | SAMP= -55°C |
| COL = -85 | SEG = 1H VAC = .030M |

| | |
|---------------|----------------------|
| P1 SHLF = -55 | SAMP= -55°C |
| COL = -85 | TR = 4.6 VAC = .030M |

| | |
|------|---|
| P1 | Programme sélectionné |
| SHLF | Température étagère |
| SAMP | Température échantillon (en absence de sonde, l'affichage indique ---) |
| COL | Température du condenseur |
| SEG | Indique quel segment est actif et en phase de plateau (H) |
| TR | Indique le temps restant pour ce segment. Si le temps est 10,0 heures ou plus, le temps s'affiche en 1/10 heures. Si le temps est inférieur à 10,0 heures, le temps s'affiche en 1/100 heures. Si la durée de plateau à été programmée sur indéfinie, l'affichage indique INDF. |
| VAC | Niveau de vide du système |
| M | MBar |
| P | Pascal |
| T | Torr |

Modification des paramètres d'un programme au milieu d'un cycle

- (1) Appuyer sur la touche DISPLAY (*affichage*) pour passer à l'écran de surveillance. Noter le segment en cours d'exécution.
- (2) Appuyer sur la touche DISPLAY pour passer à l'écran Auto.
- (3) En appuyant sur la touche Haut, saisir un numéro de segment suivant le segment en cours. Le segment en cours ne peut pas être modifié pendant le fonctionnement du système. Appuyer sur ENTER (*entrée*).
- (4) Modifier selon ses désirs.
- (5) Appuyer sur ENTER.

Arrêt du cycle de lyophilisation

1. A la fin du dernier segment programmé, le lyophilisateur s'arrête automatiquement. Le système de réfrigération, le chauffage et la pompe à vide restent en marche. L'affichage indique le Segment "E" (End = *fin*). Pour tout arrêter, appuyer sur la touche RUN/STOP (*marche/arrêt*).
2. Pour stopper avant la fin du dernier segment programmé, appuyer sur RUN/STOP. L'indicateur RUN/STOP s'éteint, ainsi que le système de réfrigération, le chauffage et la pompe à vide. L'affichage reste actif mais les fonctions de temps arrêtent de fonctionner.
3. Appuyer sur le commutateur d'alimentation pour éteindre tout le système.
4. Si le courant est coupé pendant le programme, le système reprend son fonctionnement après rétablissement du courant si la température du condenseur est en dessous de -30°C. L'appareil essaye alors de terminer le cycle programmé à partir du point atteint au moment de la coupure. Si la température du condenseur est supérieure à -30°C, le système ne reprend pas son fonctionnement. Les indicateurs RUN (*marche*) et ALARM (*alarme*) clignotent pour indiquer une coupure de courant pendant le déroulement du programme.

Surveillance du fonctionnement du système

Appuyer sur la touche DISPLAY (*affichage*) pour passer à l'écran de surveillance. L'affichage indique la température du condenseur, la température de l'étagère, la pression et la température des échantillons. Si aucune sonde d'échantillon n'est connectée, l'affichage de la température d'échantillon indique "--". Les températures et le vide sont affichés dans l'unité sélectionnée dans Paramétrages. Au-dessus de 5,0 mBar, l'affichage indique une pression "hi" (*élevée*).

L'utilisateur doit surveiller la température du serpentin réfrigérant du condenseur et la pression. Une température du condenseur ou des valeurs de pression plus élevées que prévues inhibent ou altèrent fortement le processus de lyophilisation.

Congélation des échantillons

Avant de pouvoir lyophiliser, les produits à déshydrater doivent être congelés dans un congélateur séparé ou sur l'étagère du lyophilisateur Triad. Pour pré-congeler les échantillons sur l'étagère dans le Triad, mettre sous tension avec le commutateur d'alimentation et régler les commandes pour refroidir l'étagère. Ceci peut se faire en réglant la température sur "pre-freeze" (*pré-congélation*) en mode manuel ou en programmant le segment de pré-congélation dans le mode automatique pour refroidir l'étagère et démarrer le vide après la fin du segment de pré-congélation. Si désiré, placer une sonde de température dans un flacon d'échantillon. Surveiller les températures de l'étagère et des échantillons en appuyant sur la touche DISPLAY jusqu'à ce que l'indicateur Monitor (*surveillance*) s'allume.

Chargement de l'étagère

Le mécanisme de bouchage est capable de générer une très grande force, ce qui peut endommager l'étagère ou le mécanisme. De ce fait, il est important de distribuer uniformément les flacons à sérum à boucher sur toute la surface de l'étagère. Pour boucher des flacons, toujours placer un flacon à chaque coin de l'étagère.

Lyophilisation dans la chambre

Appliquer la procédure suivante pour lyophiliser sur l'étagère à thermostaté dans la chambre à vide.

Mode manuel avec échantillons pré-congelés

1. L'affichage étant sur manuel, sélectionner la "température de consigne" désiré entre -55°C et 50°C .
2. Sélectionner le mode MAN.
3. Démarrer le système de réfrigération en appuyant sur "RUN/STOP" (*marche/arrêt*). Fermer la porte, mettre le vide en marche.
4. Lorsque la température du condenseur atteint -80°C et que la température d'étagère atteint la consigne désirée, couper la pompe à vide et casser le vide. Placer les échantillons congelés sur l'étagère. Fermer la porte et appliquer le vide.

Remarque : le système passe de la température ambiante au démarrage à -55°C en moins de 7 heures.

5. L'utilisateur peut modifier les consignes de température de l'étagère et de vide à tout moment pendant une lyophilisation manuelle.

Mode manuel avec échantillons non congelés

1. L'affichage étant réglé sur manuel, sélectionner "Set Point Temperature" (*température de consigne*) = Pre-Freeze (*pré-congélation*).
2. Régler le mode sur MAN.
3. Placer les échantillons non congelés sur l'étagère et fermer la porte. L'utilisateur peut placer la sonde échantillon dans l'échantillon.
4. Démarrer le système de réfrigération en appuyant sur "RUN/STOP" (*marche/arrêt*).
5. La température de l'étagère va descendre jusqu'à environ -75°C pour congeler l'échantillon.

Remarque : le démarrage du système à température ambiante prendra environ 6 heures pour congeler un plateau de 2 litres d'eau.

6. Lorsque l'échantillon est congelé, modifier la "Set Point Temperature" de l'étagère pour une température comprise entre -55°C et 50°C .
7. Mettre le vide en marche.
8. L'utilisateur peut modifier les consignes de température de l'étagère et de vide à tout moment pendant une lyophilisation manuelle.

Mode automatique avec échantillons pré-congelés

1. L'affichage étant réglé sur Auto, programmer la rampe désirée, la température et les temps de plateau pour chaque segment du programme. Régler la durée du segment "PREFREEZE" (*pré-congélation*) sur 0. Ceci permet au programme de démarrer au segment 1.
2. Régler le mode sur AUTO.
3. Démarrer le système de réfrigération en appuyant sur "RUN/STOP." Démarrer la pompe à vide.
4. Lorsque la température du condenseur atteint -80°C et que la température de l'étagère atteint la consigne réglée pour le segment 1, couper la pompe à vide et casser le vide. Mettre les échantillons congelés en place sur l'étagère. Fermer la porte et ré-appliquer le vide.

Mode automatique avec échantillons non congelés

1. L'affichage étant réglé sur Auto, programmer la rampe désirée, la température et les temps de plateau pour chaque segment du programme. Régler la durée du segment "PREFREEZE" entre 3 heures et "INDEF." Ceci permet à l'étagère de refroidir et de pré-congeler l'échantillon. Les échantillons doivent être entièrement congelés pendant la phase de "PRE FREEZE", sans quoi les échantillons seront abîmés et la pompe à vide pourra être endommagée lors du passage au segment 1.

-
2. Régler le mode sur AUTO.
 3. Placer les échantillons non congelés sur l'étagère et fermer la porte.
 4. Démarrer le système de réfrigération en appuyant sur "RUN/STOP" (*marche/arrêt*).

Bouchage de flacons

L'opération de bouchage (si désirée) a lieu lorsque le processus de lyophilisation est terminé et avant de casser le vide. Pour sceller des flacons, déplacer la commande Stoppering (*bouchage*) vers la position "LOWER" (*abaisser*). Ceci permet de gonfler le diaphragme au-dessus du plateau de bouchage, abaissant ainsi le plateau. Le plateau s'abaisse jusqu'à ce qu'il entre en contact avec les flacons sur l'étagère. Les bouchons en caoutchouc sont pressés dans les flacons. Surveiller le processus de bouchage en regardant à travers le porte de la chambre.

Lorsque tous les flacons semblent bouchés, déplacer la commande Stoppering (*bouchage*) vers la position "RAISE" (*soulever*). Ceci ouvre le diaphragme sur la pompe à vide, ce qui dégonfle le diaphragme. L'ouverture de la commande Vacuum Release (*mise à l'atmosphère*) dégonfle également le diaphragme de bouchage. La commande Stoppering peut être laissée en position "RAISE" en dehors du bouchage. Le mécanisme de bouchage est équipé d'un commutateur anti-basculement qui stoppe l'abaissement du plateau s'il penche de plus de 4° : si cela se produit, remettre la commande de bouchage en position "RAISE". Pour ne pas dégonfler le diaphragme et permettre au plateau de revenir en position haute. Identifier la cause du basculement avant de continuer.

Mise à l'atmosphère / inertage

Pour ouvrir la porte de la chambre, le vide doit être cassé. Pour casser le vide, déplacer la commande Vacuum Release (*mise à l'atmosphère*) sur la position "OPEN" (*ouverte*) et arrêter la pompe à vide en appuyant sur la touche VAC (*vide*). Le vide peut également être cassé plus rapidement en ouvrant un des robinets.

L'air pénètre dans la chambre à vide par l'orifice Back Fill (*inertage*). L'utilisateur peut ouvrir la porte de la chambre lorsqu'il n'entend plus le son de l'air à travers l'orifice d'inertage.

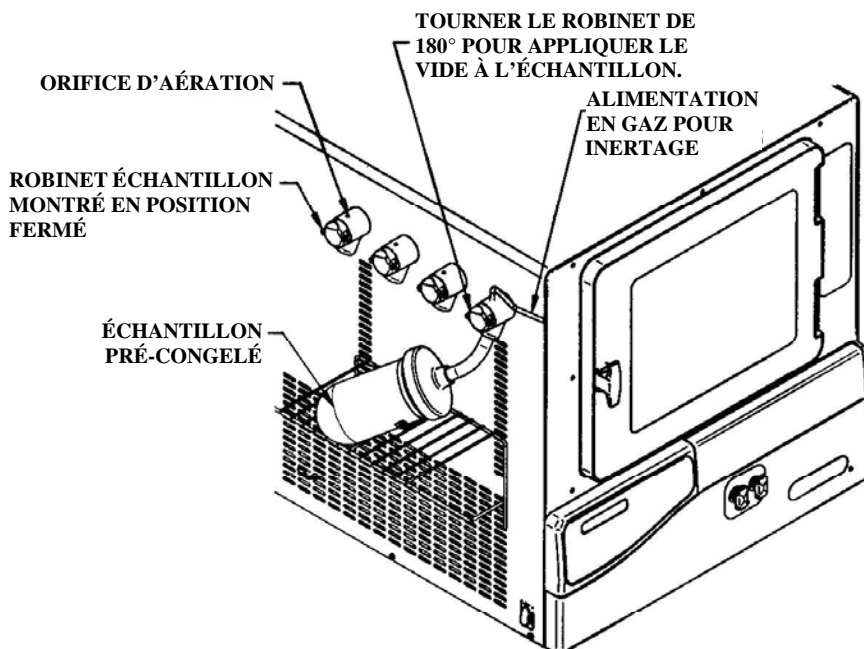
Pour remplir la chambre d'un gaz, raccorder une bonbonne du gaz désiré sur l'orifice Back Fill. Le raccord accepte des tubes 1/8" (3 mm). La bouteille de gaz doit être équipée d'un régulateur réglé sur 15 psi maximum 1 bar. Le gaz peut être mesuré avec la commande Vacuum Release et la pression de la chambre surveillée à l'aide du manomètre du lyophilisateur. Laisser la pompe à vide fonctionner quelques minutes pendant que le gaz pénètre pour permettre au gaz inerte d'envelopper l'échantillon lyophilisé. Lorsque la pompe à vide est coupée, l'air pénètre dans le système par la valve de mise à l'atmosphère située entre la pompe à vide et la chambre du condenseur.

Lyophilisation à l'aide des robinets

Appliquer la procédure suivante pour utiliser les robinets pour la lyophilisation :

1. Mettre en marche le lyophilisateur Triad. Sélectionner le mode manuel, régler la consigne de température sur "IN-FLASK" (*flacon*) et appliquer le vide.
2. Lorsque la température du condenseur est inférieure à -80°C et que le vide est inférieur à 0,133 mBar, connecter un flacon contenant l'échantillon pré-congelé sur un robinet du côté gauche du bâti à l'aide d'un adaptateur. Tourner la clef du robinet en plastique sur la position "VACUUM" (*vide*) pour ouvrir le robinet. Le biseau de la clef doit être positionné vers l'adaptateur du flacon pour appliquer le vide à l'échantillon (voir Figure 4).
3. Avant d'ajouter un autre échantillon, attendre que le vide dans le système revienne à la consigne du vide. Toutes les combinaisons de robinets et de tailles d'échantillons peuvent être utilisées en même temps pourvu que le vide du système et la température du condenseur restent suffisamment bas pour empêcher la décongélation de l'échantillon.
4. Lorsque tout le givre a disparu de la surface extérieure du flacon d'échantillon et qu'aucun point froid ne peut être détecté en manipulant le flacon, la dessiccation primaire est presque terminée. Pour être certain de la faiblesse du contenu final en humidité, sécher l'échantillon pendant plusieurs heures à partir de cet instant.

Figure 4



-
5. Pour retirer un récipient lorsque la lyophilisation est terminée, tourner la clef en plastique du robinet sur la position “VENT” (*aération*), ce qui ferme le robinet et aère le récipient. Si l'utilisateur désire utiliser un gaz inerte, raccorder la tubulure d'alimentation en gaz sur l'orifice d'aération sur le robinet avant de tourner la clef en plastique du robinet sur la position aération. Le récipient d'échantillon peut à présent être retiré. En position aération, le biseau de la clef du robinet doit pointer à l'écart de l'adaptateur du flacon.
 6. Les ampoules peuvent être scellées à la flamme lorsqu'elles sont connectées au robinet en utilisant un chalumeau. Faire attention à ne pas brûler le robinet. Nous conseillons de placer un matériau isolant entre le robinet et le chalumeau.

Dégivrage

Lorsque la lyophilisation est terminée, l'utilisateur doit retirer la glace qui s'est accumulée sur le serpentin réfrigérant. Le lyophilisateur Triad est équipé d'un dispositif de dégivrage rapide.

Appliquer la procédure suivante pour dégivrer le serpentin du condenseur :

1. Appuyer sur la touche DEFROST (*dégivrage*) sur le panneau de commande. L'indicateur de dégivrage au-dessus de cette touche s'allume. Laisser l'appareil fonctionner dans cet état jusqu'à ce que tout le condensat sur le serpentin soit dégivré. Arrêter le système en appuyant sur la touche RUN/STOP (*marche/arrêt*), ou il s'arrêtera automatiquement au bout de 3 heures.
2. Diriger le tuyau de vidange vers un récipient approprié pour récolter le condensat. Retirer le bouchon du tuyau de vidange.
3. Remettre le bouchon de vidange en place et retirer le bac de récupération pour jeter la glace et essuyer le pour sécher.
4. Appuyer sur la touche DEFROST ; l'indicateur s'éteint.
5. Essuyer tout excès de liquide à l'intérieur de la chambre à vide, remettre le bac de récupération en place.



ATTENTION

L'utilisation d'acide nécessite une neutralisation et un nettoyage immédiats après le dégivrage pour éviter d'endommager la chambre et le serpentin du condenseur.

Ne pas essayer de gratter la glace du serpentin pour ne pas l'endommager.

Ne jamais essayer de démarrer la pompe à vide en cas de présence de liquide dans la chambre du condenseur. Ceci endommagerait la pompe à vide.

Alarmes

Pendant la lyophilisation différents évènements peuvent survenir qui peuvent affecter le fonctionnement du lyophilisateur pilote Triad. Si un événement survient, l'indicateur d'alarme clignote et un bip sonore retentit.

Le bip sonore s'éteint tout seul automatiquement après 1 minute. L'alarme spécifique peut être identifiée en observant l'affichage. Les conditions "hors spécifications" suivantes déclenchent une alarme :

Variations de température de l'étagère

Lorsque la température de l'étagère s'est stabilisée pendant 20 minutes, et si la température de consigne manuelle ou la température de plateau automatique varie de plus de $\pm 2^{\circ}\text{C}$ (mesurée par le capteur de température d'étagère), l'indicateur Alarm (*alarme*) et "SHLF" (*étagère*) sur l'affichage clignotent jusqu'à la fin du cycle.

Variations de température du condenseur

Si la température s'élève au-dessus de -40°C pendant plus de 20 minutes, l'indicateur Alarm et le mot "COL" (*condenseur*) sur l'affichage clignotent jusqu'à la fin du cycle.

Vide

Lorsque la pression dans le système est basse et s'est stabilisée (variation $< 0,020$ mBar en 5 minutes) si le vide change de plus de 0,500 mBar, l'indicateur Alarm et le mot "VAC" (*vide*) sur l'affichage clignotent jusqu'à la fin du cycle.

Compteur horaire de service de la pompe à vide

Lorsque les heures de service de la pompe à vide depuis la dernière maintenance atteignent 1000 heures, les indicateurs Alarm et VAC clignotent en s'allumant pendant 3 secondes et en s'éteignant pendant 1 seconde. Lorsque le vide est coupé, l'indicateur VAC clignote en s'allumant pendant 1 seconde et en s'éteignant pendant 3 secondes. La remise à zéro des heures de service de la pompe à vide désactive l'alarme.

Consigne de température d'étagère

Si en mode Rampe la température du système se stabilise sans atteindre la température de consigne, la régulation passe au mode Plateau suivant. L'indicateur Alarm clignote et l'indicateur de programme "Px" clignote sur l'affichage jusqu'à la fin du cycle.

Coupure de courant

En cas de coupure de courant pendant l'exécution d'un cycle, les indicateurs Alarm et RUN/STOP (*marche/arrêt*) clignotent lorsque le courant est rétabli. Une fois le courant rétabli, la procédure continue comme programmée si la température du condenseur n'a pas dépassé -30°C . Appuyer sur Run/Stop pour éteindre les clignotements des alarmes.

Inclinaison du plateau

Si le plateau de bouchage penche de plus de 4° pendant le bouchage, le plateau s'arrête. L'affichage indique "SHELF UNEVENLY LOADED" (*étagère chargée de façon non uniforme*).

Chapitre 5

Entretien du lyophilisateur

Avec une utilisation normale, le lyophilisateur nécessite peu de maintenance. Cependant, nous conseillons de respecter le programme de maintenance suivant :

Si nécessaire :

1. L'utilisateur est responsable de la mise en œuvre de la décontamination appropriée en cas de renversement de matière dangereuse sur ou dans l'appareil. Cela peut se faire en essuyant les surfaces contaminées avec un chiffon doux trempé dans l'alcool. L'alcool peut provoquer des craquelures sur la porte en acrylique. Avant d'utiliser une méthode de nettoyage ou de décontamination autre que celles recommandées par Labconco, vérifier auprès de Labconco que la méthode envisagée n'endommagera pas l'appareil.
2. Nettoyer toute coulure ; retirer les liquides de la chambre.
3. Nettoyer la porte et le joint à l'aide d'un chiffon doux, d'une éponge ou d'une peau de chamois et d'un détergent ou savon doux non-abrasif.
4. Vérifier le niveau d'huile de la pompe à vide. Il doit se trouver entre MIN et MAX. Si le niveau d'huile est à moins de 25 mm (1 pouce) au-dessus de MIN, ajouter de l'huile jusqu'au niveau correct.
5. Si l'huile est trouble, décolorée ou contient des particules, vidanger la pompe et mettre de l'huile neuve.
6. L'utilisation d'acides nécessite un nettoyage et une neutralisation immédiats après une lyophilisation pour ne pas endommager l'appareil.
7. Après la lyophilisation de substances biologiques, il peut être nécessaire de décontaminer le système. Utiliser un décontaminant de surface pour nettoyer toutes les surfaces accessibles.

ATTENTION

Il est déconseillé d'utiliser de l'oxyde d'éthylène du fait de ses propriétés dangereuses et corrosives. Contacter Labconco pour plus d'informations.

Mensuel :

1. Les composants en caoutchouc du lyophilisateur peuvent se détériorer avec le temps et nécessiter un remplacement. La durée de vie utile des parties en caoutchouc dépend de leur utilisation et de l'environnement. Vérifier tous les tuyaux et joints en caoutchouc et les remplacer en cas de signe de durcissement, déformation permanente ou détérioration.
2. Nettoyer la porte en acrylique à l'aide d'un chiffon doux, d'une éponge ou d'une peau de chamois et d'un détergent ou savon doux et non abrasif.
3. Nettoyer les surfaces extérieures du bâti à l'aide d'un chiffon doux, d'une éponge ou d'une peau de chamois et d'un détergent ou savon doux et non abrasif. Il est également possible d'utiliser des produits de nettoyage et de polissage en vaporisateur sur les surfaces extérieures. Ne pas utiliser de solvants pour éliminer des taches des surfaces extérieures car ils peuvent endommager le revêtement.

Annuellement :

1. Tous les 12 mois, ou plus souvent si le lyophilisateur est utilisé dans un environnement poussiéreux, nettoyer le condenseur du système de réfrigération. A l'aide d'un aspirateur équipé d'une brosse, nettoyer le condenseur pour assurer un écoulement d'air correct pour obtenir des performances optimales.



Appuyer sur ou jusqu'à ce que l'intervalle de temps désiré s'affiche. Appuyer sur ENTER (*entrée*).

Le format du message transmis avec valeurs types est le suivant :

PROG = 1 SEG = 2R TRM = 17 COL = -85 SHLF = -55 SAMP = -55 VAC = 180

Où :

PROG = Programme
1 = Programme 1 est sélectionné
M = Mode manuel
S = Stop
SEG = Segment
2 = Segment 2 en cours
R = Rampe
H = Plateau
E = Fin
P = Pré-congélation
TRM = Temps restant pour le segment de plateau en cours, en heures
COL = Condenseur
-85 = Température du condenseur en °C
SHLF = Étagère
-55 = Température de l'étagère en °C
SAMP = Sonde échantillon
-55 = Température échantillon en °C
VAC = Vide
180 = Vide en microbar
999 = Fonction non active

Il existe plusieurs logiciels disponibles dans le commerce pouvant lire les données RS232 et saisir les données dans un programme d'ordinateur tel qu'un traitement de texte (pour créer un fichier texte) ou un tableur (pour tabuler et représenter graphiquement les données).

La suite du manuel décrit l'utilisation d'un ordinateur compatible IBM avec le logiciel Hyper Terminal™ (inclus dans les systèmes d'exploitation Windows® 95, 98, XP ou 2000) pour collecter les données RS232 à partir du lyophilisateur :

1. Vérifier que le lyophilisateur est correctement raccordé au port communication de l'ordinateur.
2. Ouvrir le logiciel Hyper Terminal™.
 - i) Utilisation de Windows® 95 ou 98 :
START/PROGRAMS/ACCESSORIES (*Démarrer / Programmes / Accessoires*)
 - ii) Utilisation de Windows® 2000 ou XP :
START/PROGRAMS/ACCESSORIES/COMMUNICATIONS (*Démarrer / Programmes / Accessoires / Communications*)

Lors de la première ouverture de Hyper Terminal™, une boîte de dialogue apparaît pour demander un code postal et un numéro de téléphone. Saisir les numéros appropriés et continuer.

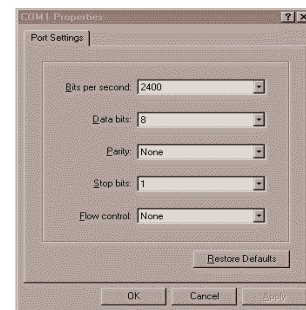
3. La boîte de dialogue “Connection Description” (*description de la connexion*) s’ouvre. Saisir un nom d’utilisateur et sélectionner une icône pour la nouvelle connexion. Cliquer sur “OK.”



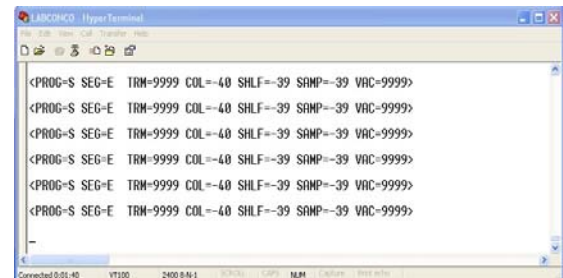
4. La boîte de dialogue “Connect To” (*connecter à*) s’ouvre. A l’aide de la flèche de défilement, sélectionner le port communication sur lequel le câble est connecté. Cliquer sur “OK.”



5. La boîte de dialogue “Com X Properties” (*propriétés Com X*) s’ouvre. Saisir les propriétés des données appropriées et cliquer sur “OK.”



6. Lorsque le lyophilisateur est mis sous tension, les données seront transmises et mises à jour sur l’intervalle de temps sélectionné par l’utilisateur.



Chapitre 7

Résolution des problèmes

Ce chapitre propose des solutions en cas de dysfonctionnement du lyophilisateur. Si les actions correctives conseillées ne résolvent pas le problème, contacter Avantec au 03 88 66 67 24 ou infos@avantec.fr pour obtenir une assistance.

Systeme du vide

Les lyophilisateurs FreeZone® Triad™ propres et secs et sans échantillon fixé doivent atteindre un vide de 0,133 mBar en 30 minutes et un vide final 0,040 mBar en 18 heures lorsque la réfrigération fonctionne. Si le lyophilisateur n'atteint pas un vide satisfaisant, effectuer les tests de maintenance suivants.

Pompe à vide

Vérifier tout d'abord que la pompe à vide fonctionne. Si elle ne fonctionne pas, vérifier le raccordement électrique du lyophilisateur au secteur puis vérifier les connexions électriques entre le lyophilisateur et la pompe à vide. Si la pompe à vide possède un commutateur d'alimentation, vérifier qu'il est en position Marche. Si le vide n'est pas satisfaisant lorsque la pompe à vide fonctionne, suivre les étapes ci-dessous :

1. Vérifier l'huile et s'assurer qu'elle est claire et propre. Si l'huile semble trouble ou contient des particules, remplacer l'huile de la pompe. Si l'huile est trop sale, il peut être nécessaire de vidanger plusieurs fois la pompe avec de l'huile propre. Pour vidanger la pompe, laisser fonctionner la pompe pendant 5 à 10 minutes pour chauffer l'huile. Vidanger l'huile et remplir d'huile propre. Recommencer si nécessaire.
2. Vérifier le niveau d'huile dans la pompe. Vérifier que la pompe est remplie jusqu'au niveau correct.
3. Vérifier les raccords des tuyaux de vide sur la pompe et le lyophilisateur et essayer de faire fonctionner l'appareil.

Si les problèmes de vide persistent, essayer d'obtenir un deuxième manomètre capable de mesurer un vide de 0,010 mBar. Il est souvent utile de déterminer si la pompe à vide fonctionne correctement et si la mesure du capteur de vide est précise.

4. Isoler la pompe en déconnectant le tuyau de vide du lyophilisateur. Confiner la pompe en insérant le capteur de vide d'un manomètre secondaire dans l'extrémité du tuyau de vide et observer la mesure du vide obtenue. Vérifier que la pompe peut atteindre un vide limite de 0,010 mBar. Si une mesure de vide insatisfaisante est obtenue, il est probable que la pompe soit défectueuse et ait besoin d'être remplacée ou remontée.

Joint, tuyaux, connexions et robinets

1. Vérifier tous les robinets sur les côtés du bâti et s'assurer qu'ils sont tous fermés ou en position d'aération.
2. Vérifier l'absence de détérioration et de craquelure sur tous les tuyaux de vide.
3. Vérifier que toutes les connexions sont bien fixées et étanches.
4. Vérifier l'absence d'entaille et de craquelure sur le joint de la porte du lyophilisateur. Nettoyer les joints à l'aide d'un chiffon doux non pelucheux ou de papier absorbant.
5. Le condenseur et la chambre du lyophilisateur doivent être secs.
6. Pendant la vérification des robinets, appliquer autant de vide que possible. Lorsqu'une indication de vide s'affiche, secouer ou tourner les robinets et observer les indications du manomètre. Une fluctuation peut indiquer une fuite de vide potentielle. Si les robinets semblent en bon état, retirer les robinets et appliquer une fine couche de graisse à vide sur la tige et sur la surface d'étanchéité externe du corps du robinet, puis remettre le robinet en place. Si le robinet semble toujours être la source du problème, retirer le robinet et boucher le trou avec un bouchon en caoutchouc. Continuer à vérifier les autres robinets.

L'illustration ci-dessous montre comment installer un robinet sur la chambre.

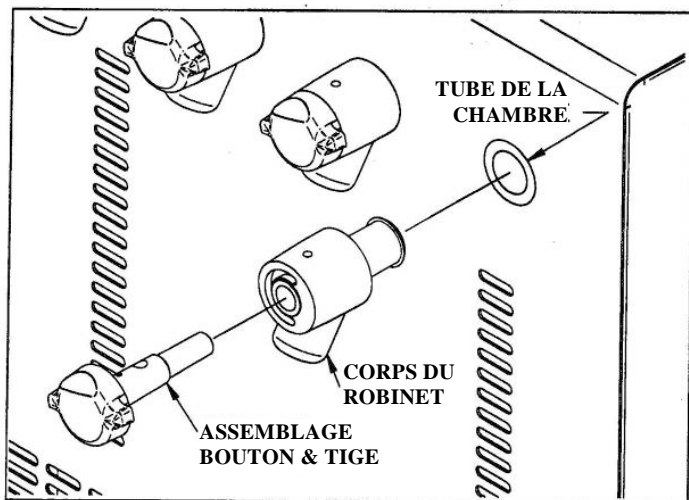


Figure 5

Mode diagnostic

En cas de problème avec le lyophilisateur Triad, un mode diagnostic est disponible. Utiliser ce mode pour diagnostiquer les problèmes en isolant les composants individuels du système pour vérifier leur fonctionnement. Le commutateur d'alimentation étant sur OFF (*arrêt*), appuyer sur la touche et mettre le commutateur d'alimentation sur ON (*marche*).

L'affichage indique :

DIAGNOSTIC MODE

Mode diagnostic

Appuyer sur .

L'affichage indique :

LEXSOL PUMP ON

Pompe Lexsol en marche

La pompe Lexsol se met en marche ou appuyer sur .

L'affichage indique :

LEXSOL AND VAC. PUMP ON

Lexsol et pompe à vide en marche

La pompe Lexsol, la pompe à vide et l'électrovanne de vide se mettent en marche ou appuyer sur .

L'affichage indique :

REFRIGERATION -- SHELF

Réfrigération -- Etagère

L'électrovanne de l'étagère s'ouvre et le système de réfrigération se met en marche ou appuyer sur .

L'affichage indique :

REFRIGERATION -- COLL

Réfrigération -- Condenseur

L'électrovanne du condenseur s'ouvre (l'électrovanne d'étagère se ferme). Le système de réfrigération reste en marche ou appuyer sur .

L'affichage indique :

REF + LEX PUMP

Réfrigération + pompe Lexsol

Le système de réfrigération reste en marche. La pompe Lexsol se met en marche ou appuyer sur .

L'affichage indique :

DEFROST

Dégivrage

L'électrovanne de dégivrage s'ouvre ou appuyer sur .

L'affichage indique :

VACUUM PUMP

Pompe à vide

Le système de réfrigération se coupe. La pompe à vide se met en marche ou appuyer sur .

L'affichage indique :

VAC VENT VALVE

Electrovanne d'aération

La pompe à vide se coupe. L'électrovanne de contrôle du vide se ferme ou appuyer sur .

L'affichage indique :

SHELF TILT VALVE

Vanne d'inclinaison de l'étagère

L'électrovanne de contrôle du vide s'ouvre. La vanne d'inclinaison de l'étagère se met en marche (s'ouvre) ou appuyer sur .

L'affichage indique :

HEATER ON

Chauffage en marche

Le chauffage se met en marche pendant 3 minutes ou appuyer sur .

L'affichage passe à l'écran de surveillance.

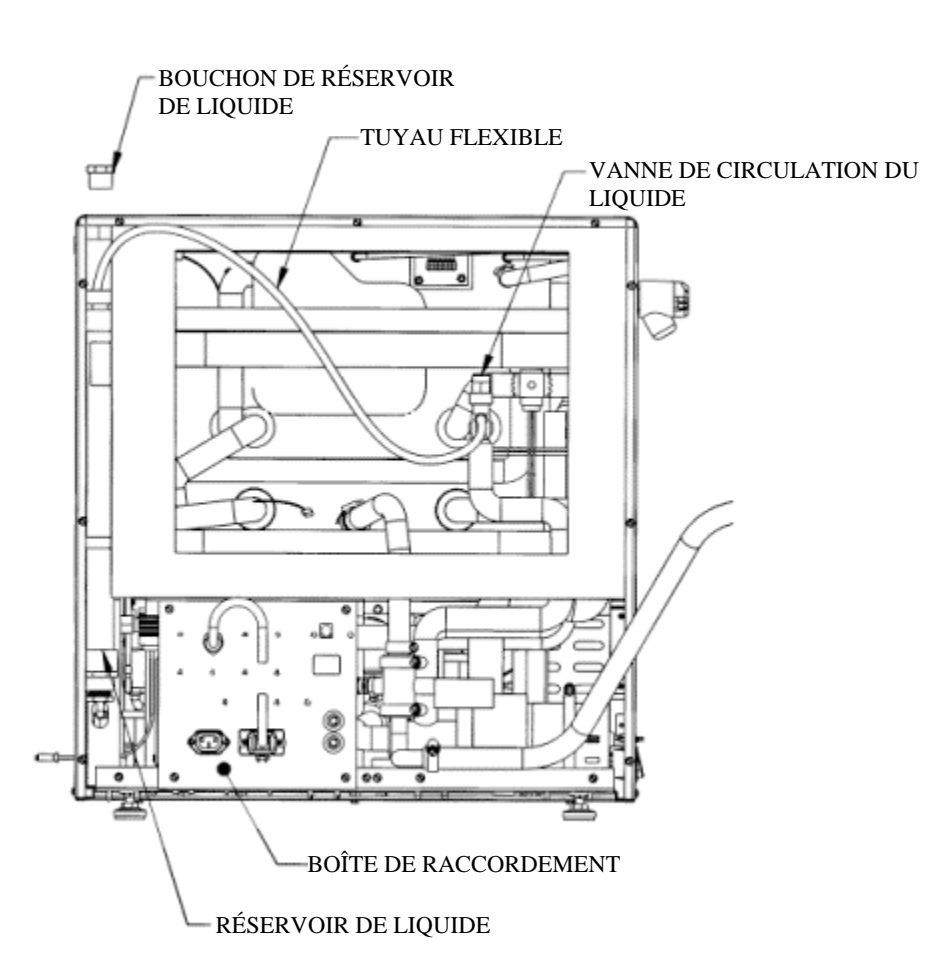
Fonctionnement du module de réfrigération

En mode de pré-congélation, en absence de chargement et avec une température ambiante de 20°C, le système de réfrigération du lyophilisateur peut atteindre une température d'étagère de -75°C ou moins en moins de 4 heures.

Si le module de réfrigération nécessite une réparation, merci d'appeler Avantec au 03 88 66 67 24. Les réparations doivent être effectuées uniquement par un technicien frigoriste compétent.

Remplissage du système de liquide

Figure 6



-
- (1) Déconnecter le cordon d'alimentation de la prise de courant.
 - (2) S'assurer que le commutateur d'alimentation est en position OFF (*arrêt*).
 - (3) Retirer le capot arrière pour exposer l'isolant en mousse marquée à l'arrière. Couper à travers la mousse le long des lignes tracées et retirer la découpe centrale.
 - (4) Retirer l'isolation et les deux bouchons de la vanne de circulation du liquide.
 - (5) Raccorder un tuyau flexible sur l'orifice exposé (orifice de service). L'orifice est un raccord mâle courbé de 3/8" (9,5 mm) x 45°.
 - (6) Retirer le bouchon du réservoir de liquide et placer l'extrémité opposée du tuyau dans le réservoir de liquide.
 - (7) Remplir le réservoir lentement pour permettre au liquide de s'écouler dans le système. Lorsque le système semble plein, se préparer à démarrer la pompe à circulation.
 - (8) Ouvrir la vanne de circulation de liquide en "abaissant complètement le siège" (tourner la tige de vanne supérieure complètement dans le sens horaire) pour diriger le liquide et le dériver dans le tuyau jusqu'au réservoir.
 - (9) Raccorder l'appareil à une source de courant approprié. Activer la pompe en mettant le commutateur d'alimentation sur la position ON (*marche*), tout en appuyant sur la touche . Pour démarrer l'écran de diagnostic, appuyer sur la touche . Le système de liquide fait circuler le liquide en le faisant passer dans le tuyau ajouté, purgeant ainsi l'air. Ajouter du liquide quand nécessaire pour garder du liquide dans le réservoir. Lorsque l'écoulement de liquide est établi, pencher tout le lyophilisateur de haut en bas. Observer le déplacement du liquide et répéter la procédure d'inclinaison en cas de présence de bulle. Remplir le réservoir jusqu'au niveau indiqué par l'étiquette.
 - (10) Mettre le commutateur d'alimentation sur la position OFF et déconnecter le cordon d'alimentation de la prise de courant.
 - (11) Fermer la vanne de circulation de liquide "siège en haut" (tourner la tige de vanne complètement dans le sens anti-horaire, pour fermer la dérivation liquide/tuyau).
 - (12) Retirer le tuyau. Remettre les bouchons en place sur la vanne et remettre en place l'isolation et les capots. Remettre le bouchon sur le réservoir.
 - (13) Remettre l'isolant en place et assurer l'étanchéité à l'air. Remettre en place le capot arrière.

Précautions à prendre avec le liquide caloporteur

Le nom et le fabricant du liquide sont :

Nom : LEXSOL 542
Fabricant : Santa Barbara Chemical Co.
927 Indio Muerto
Santa Barbara, CA 93140, USA
805-963-7793



AVERTISSEMENT

Le liquide caloporteur utilisé dans ce système est inflammable et dangereux. Traiter immédiatement toute fuite ou écoulement pour ne pas entraîner de blessures graves.

Précautions pour la manipulation et le stockage – Solvant sale : conserver conformément aux réglementations en vigueur. Serrer les bouchons et conserver dans un endroit frais.

Précautions en cas d'écoulement ou de fuite de matériau : contenir immédiatement toute coulure. Les écoulements peuvent être absorbés avec une matière absorbante, placés dans des récipients clos, étiquetés, stockés et éliminés correctement. Les personnes chargés de ce travail doivent porter des vêtements et un équipement de protection individuelle adéquats.

Élimination des solvants non-recyclables : éliminer conformément aux lois fédérales, européennes, nationales et locale sur la santé et l'environnement. Respecter les mêmes recommandations que pour éliminer du kérosène.

Procédures de premiers secours pour le liquide caloporteur

Contact avec les yeux : rincer immédiatement les yeux à l'eau claire pendant au moins 15 minutes. Si une irritation persiste, consulter un médecin.

Contact avec la peau : laver les endroits contaminés avec du savon et de l'eau. Retirer les vêtements et chaussures contaminés. Laver les vêtements avant réutilisation. Jeter les chaussures ne pouvant pas être décontaminées. Un avis médical peut être nécessaire.

Inhalation : sortir la victime à l'air libre. Si la respiration s'arrête, administrer la respiration artificielle. Consulter immédiatement un médecin si nécessaire.

Ingestion : consulter immédiatement un médecin. Ne pas faire vomir.

Chapitre 8

Modification de l'affichage du lyophilisateur

Ce lyophilisateur pilote Triad a été soigneusement calibré et testé avant expédition. Cependant, dans certains cas, il peut être nécessaire d'ajuster l'étalonnage de l'affichage du vide ou de restaurer les réglages d'usine. Ces réglages peuvent être nécessaires après une intervention sur le lyophilisateur.

Une compensation peut être ajoutée à l'affichage du vide. Utiliser une référence précise traçable pour comparer les mesures.

La compensation du vide peut varier de $\pm 0,010$ mBar par incréments de 0,001 mBar.

Modification de l'affichage

Pour saisir une compensation ou pour restaurer tous les réglages d'usine, respecter les étapes suivantes :

- Appuyer sur la touche DISPLAY (*affichage*) jusqu'à ce que l'INDICATEUR SET UP (*paramétrage*) s'allume.
- Appuyer en continu sur la touche DISPLAY pendant 10 secondes.

L'affichage indique d'abord l'écran utilisé pour le réglage des paramètres en mode Auto puis passe à :

| |
|----------------------------------|
| PRODUCTION MENU MASTER RESET? |
|----------------------------------|

Menu de production
Réinitialisation générale ?

Pour restaurer tous les réglages d'usine, appuyer en continu sur la touche ENTER (*entrée*) pendant environ 5 secondes.

Cette procédure restaure :

L'unité de vide sur mBar

La compensation de vide sur 0 mBar

L'unité de température sur °C

Les heures de réfrigération depuis la dernière maintenance sur 0

Les heures totales de vide sur 0

Les heures de vide depuis la dernière maintenance sur 0

Les heures totales de réfrigération sur 0

L'intervalle de transmission RS232 sur 10 secondes

Après avoir terminé la réinitialisation générale, l'affichage repasse en mode de surveillance.

Si l'utilisateur ne veut pas restaurer tous les réglages d'usine, mais désire simplement ajuster la compensation du vide, appuyer brièvement sur DISPLAY (*affichage*) pour passer à l'écran suivant :

VACUUM OFFSET: 0 mBar

Compensation de vide : 0 mBar

Appuyer sur ou pour afficher la compensation désirée.
Chaque nombre représente une compensation de 0,001 mBar.

Appuyer sur DISPLAY pour faire passer l'écran à :

COLLECTOR TEMP. OFFSET: 0°C

*Compensation de température
du condenseur : 0°C*

Appuyer sur ou pour afficher la compensation désirée.
Chaque nombre représente une compensation de 1°C.

Appuyer sur DISPLAY pour faire passer l'écran à :

SHELF TEMP. OFFSET: 0°C

Ceci représente la sonde installée dans l'étagère. La température de cette sonde est affichée pendant la pré-congélation.

Compensation de température de l'étagère : 0°C

Appuyer sur ou pour afficher la compensation désirée.
Chaque nombre représente une compensation de 1°C.

Appuyer sur DISPLAY pour faire passer l'écran à :

LEXSOL TEMP. OFFSET: 0°C

Ceci représente la sonde installée sur le tube de Lexsol à l'arrière. La température de cette sonde est affichée sous "SHLF TEMP" (*température d'étagère*) pendant les séquences autres que PRE FREEZE.

Compensation de température Lexsol : 0°C

Appuyer sur ou pour afficher la compensation désirée. Chaque nombre représente une compensation de 1°C.

Appuyer sur DISPLAY pour faire passer l'écran à :

SAMPLE TEMP. OFFSET: 0°C

*Compensation de température
de l'échantillon : 0°C*

Appuyer sur ou pour afficher la compensation désirée.
Chaque nombre représente une compensation de 1°C.

Appuyer sur DISPLAY pour faire passer l'écran à :

PRODUCTION MENU: MASTER RESET?

*Menu de production :
réinitialisation générale ?*

Attendre environ 10 secondes et l'affichage indique par défaut les paramètres de fonctionnement.

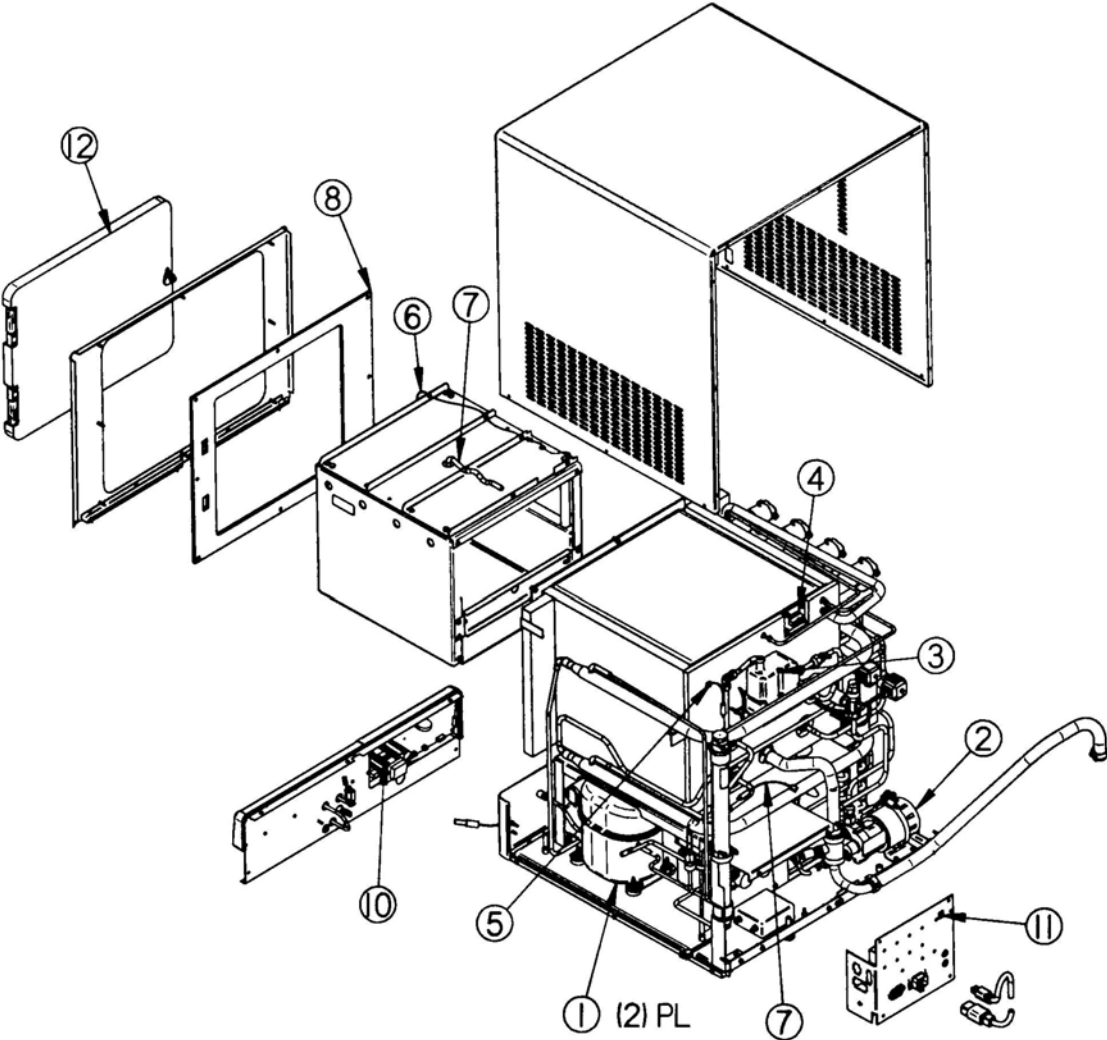
Annexe A

Composants du lyophilisateur

Les pages suivantes décrivent les composants du lyophilisateur pilote disponibles. Les pièces décrites sont les pièces de rechange les plus courantes. Si d'autres pièces sont nécessaires, contacter AVANTEC au 03 88 66 67 24 ou infos@avantec.fr.

| Article | Référence | Qtté | Description |
|---------|-----------|------------------|--|
| 1 | 7591801 | 2 | Compresseur 230V – 50 Hz |
| | 7591802 | 2 | Compresseur 230V – 60 Hz |
| 2 | 7501902 | 1 | Pompe Lexsol 230V |
| 3 | 7510901 | 1 | Chauffage 230V |
| 4 | 7754800 | 1 | Plaque de passage |
| 5 | 7515300 | 2 | Capteur de température – Condenseur Lexsol |
| 6 | 7372500 | 2 | Capteur de température – Échantillon/Étagère |
| 7 | 7765501 | 1 | Diaphragme |
| 8 | 7424100 | 1 | Joint de porte |
| 9 | 7766801 | 1 Gal. (3,785 L) | Liquide caloporteur (non montré) |
| 10 | 7395300 | 1 | Carte de circuit imprimé commandes |
| 11 | 7448000 | 1 | Carte de circuit imprimé RS232 |
| 12 | 7425500 | 1 | Assemblage de la porte |

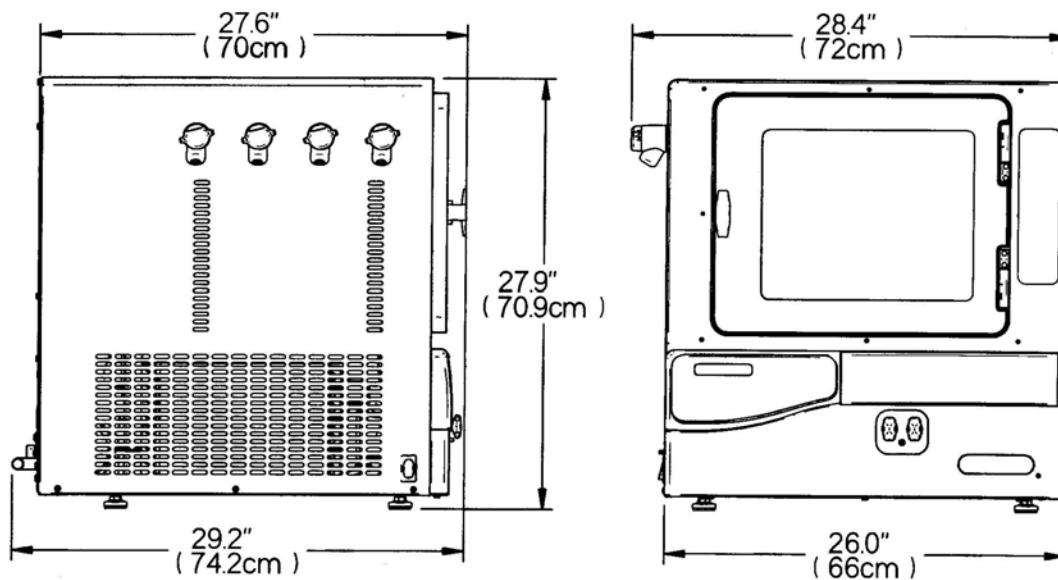
Figure 7



Annexe B

Dimensions du lyophilisateur

Figure 8



Capacité en bouteilles de sérum du lyophilisateur pilote Triad

| Taille | Réf. Labconco (100 pcs.) | Capacité étagère |
|--------|--------------------------|------------------|
| 2 ml | 7575010 | 391 |
| 3 ml | 7575210 | 441 |
| 5 ml | 7573010 | 233 |
| 10 ml | 7573210 | 196 |
| 20 ml | 7573410 | 121 |
| 30 ml | 7573610 | 86 |
| 50 ml | 7573810 | 64 |
| 100 ml | 7574010 | 42 |
| 125 ml | 7574210 | 36 |

Annexe C

Caractéristiques du lyophilisateur

Cette annexe contient les informations techniques concernant les caractéristiques électriques et les conditions ambiantes d'utilisation du lyophilisateur.

Caractéristiques électriques

| Référence | Description | Tension | | Fréquence | Phase | Ampérage |
|-----------|----------------------|----------|---------------------|-----------|-------|----------|
| | | Nominale | Gamme d'utilisation | | | |
| 7400030 | Lyophilisateur Triad | 230 | 198 - 254 | 50 | 1 | 12 |
| 7400040 | Lyophilisateur Triad | 230 | 187 - 253 | 60 | 1 | 12 |

Conditions ambiantes

- Utilisation en intérieur uniquement.
- Altitude maximale : 2000 mètres (6562 pieds).
- Gamme de température ambiante : 5° à 40°C (41° à 104°F).
- Humidité relative maximale : 80% pour des températures jusqu'à 31°C (88°F), diminuant linéairement jusqu'à une humidité relative de 50% à 40°C (104°F).
- Surtension transitoire conformément à la Catégorie d'Installation II (Catégories Surtension selon IEC 1010). Supporte les pics de tension temporaires sur la ligne d'alimentation CA pouvant atteindre 1500 V pour les modèles 115 V et 2500 V pour les modèles 230 V.
- Utilisé dans un environnement de Degré de Pollution 2 (c'est à dire les endroits où normalement seule une atmosphère non-conductrice est présente). Occasionnellement, cependant, une conductivité temporaire due à la condensation peut être attendue, conformément à IEC 664.