

# Un appareil pour dessécher sous vide

PAR

Raf. RESSELER.

---

Il y a quelques années, Gavrilov et Nys (1) ont attiré ici l'attention sur la dessiccation dans le vide. Ils ont décrit un appareil, pour la dessiccation à températures ordinaires et basses, pouvant rendre des services dans le pays et dans la colonie.

Depuis la technique du vide s'est perfectionnée à ce point et les résultats obtenus par la dessiccation sont devenus tellement encourageants, que le problème mérite d'être réexaminé.

Les résultats obtenus dépendent principalement de la technique employée et surtout de l'appareillage. Depuis quelques années, nous avons étudié l'appareillage et la technique de dessiccation. Nous voulons vous résumer succinctement les résultats obtenus. L'appareil que nous décrirons plus loin, tout comme celui des auteurs précités, est basé sur le principe de Watt. Aussi nous nous bornerons à ne citer que les appareils basés sur ce même principe.

Le premier appareil pour la dessiccation dans le vide fut construit par Otto von Guericke (2) vers 1660. La première application biologique fut réalisée en 1896 par Martin (3), en desséchant du sérum. Son appareil était formé par une simple bouteille, chauffée à 40°, raccordée à un réfrigérant refroidi dans de l'eau glacée. Le vide était obtenu au moyen d'une trompe à eau.

Burrows et Cohn (4) ont modifié l'appareillage de Martin en ce sens qu'il leur permit de sécher des quantités plus grandes.

Les appareils ont été développés au fur et à mesure du perfectionnement des moyens techniques mis à la disposition des chercheurs.

Actuellement l'appareillage a atteint un degré de perfectionnement tel qu'on peut considérer le problème comme résolu.

Les grands appareils modernes sont surtout dus à Flosdorf et Mudd (5) et à Elser, Thomas et Steffen (6). Ils ont réalisé un appareillage qui permet le travail de laboratoire ainsi que le travail semi-industriel. Camus (7), Knox (8), Bauer et Pickels (9), Greaves et Adair (10), Kunkele (11), Kaiser (12), et Bucher (13), ont aussi collaboré au développement de l'appareillage pour la dessiccation sous vide.

Nous avons également réalisé un appareil basé sur le principe de Watt. Il se distingue cependant des appareils mentionnés ci-devant, par différentes caractéristiques sur lesquelles nous voulons attirer votre attention.

Les résultats qu'on pourra attendre d'un appareil dont la construction ne dépend que d'une série d'essais pour trouver une solution empirique, ne seront que dérisoires. Pour avoir un résultat tangible il faut qu'un calcul mathématique soit à la base de sa construction. Seule cette méthode

permettra de réaliser un appareil dont on pourra d'avance prévoir les résultats et garantir le rendement.

Nous avons déjà attiré l'attention sur ce calcul préliminaire dans une publication antérieure (14).

Nous nous bornerons ici à résumer quelques principes qui sont à la base de la construction de notre appareillage pour la dessiccation sous vide.

Pour que les éléments biologiques conservent leur vitalité et leurs propriétés spécifiques, il faut que la dessiccation s'opère dans un temps aussi court que possible et à basse température. Pour y arriver il faut que l'appareillage réponde aux exigences suivantes :

- 1) n'employer que des canalisations d'un diamètre élevé;
- 2) réduire au minimum le trajet à parcourir par les gaz;
- 3) avoir les éléments de l'appareil disposés de telle manière à ce que le trajet des gaz soit une droite;
- 4) permettre de faire la dessiccation et la fermeture des récipients sous un vide très poussé;
- 5) travailler à basses températures.

Nous donnerons tout d'abord une description sommaire de l'appareil tel qu'il est installé à l'Institut de Médecine Tropicale à Anvers.

Nous reviendrons ensuite sur les 5 points indiqués ci-devant, afin d'examiner à quel point compte en a été tenu pour réaliser notre montage.

La figure I donne un schéma du montage général de l'appareil.

Pour produire le vide primaire, nous employons une pompe rotative à moteur Cenco-Hyvac. Celle-ci se trouve dans une enceinte fermée où il y a toujours une dépression de 30 mm. d'eau. Ceci pour empêcher que les vapeurs de mercure, qui pourraient être aspirées par la pompe, n'intoxiquent le personnel. Cette dépression est obtenue grâce à un ventilateur qui refoule à l'extérieur les gaz s'échappant de la pompe à moteur.

La pompe à moteur est raccordée à la pompe à diffusion de vapeurs de mercure par intermédiaire d'un réservoir tampon. Le but de ce dernier est de neutraliser les secousses d'aspiration de la pompe à moteur, absorber les poussées de la pompe à mercure et servir d'accumulateur d'air. Aussi y absorbe-t-on les faibles quantités d'humidité qui ont pu passer la pompe à mercure et qui formeraient une mousse avec l'huile de la pompe à moteur.

Comme pompe à diffusion de vapeur de mercure nous employons une pompe modèle B de la Firme Leybold. Elle est caractérisée par une ouverture de 32 mm, une vitesse d'aspiration de 10 litres seconde à un vide  $10^{-3}$  mm Hg et pouvant produire un vide plus bas que  $10^{-6}$  mm Hg.

Le vide de l'appareil est contrôlé au moyen d'une jauge de Mac-Leod pour des pressions jusqu'à  $10^{-3}$  mm Hg et au moyen d'un Mol. Vacuûmètre d'après Gaedé pour des pressions allant jusque  $10^{-7}$  mm Hg.

La pompe à mercure est surmontée d'un réfrigérant pour empêcher les vapeurs de mercure de pénétrer dans l'appareillage. Les températures de refroidissement sont de  $-75^{\circ}$  à  $-195^{\circ}$  d'après le vide qu'on désire obtenir.

Ce réfrigérant est placé sur le côté pour empêcher les gouttelettes de mercure condensées de retomber dans la pompe. Ces gouttelettes s'oxydent lors de la rentrée d'air. Cet oxyde peut entraver la bonne marche de la pompe à mercure (15).

A ce réfrigérant sont connectés les sécheurs.

Les sécheurs (fig. II) sont constitués d'un tube extérieur avec deux rodages normalisés, un mâle l'autre femelle, pour permettre le montage en série de deux, trois ou plusieurs pièces. Ceci permet la dessiccation de 10, 20, 30 ou plus de récipients en une seule opération.

A l'intérieur de chaque sécheur se trouve un tube, à deux tubulures sortant par le tube extérieur et qui sert de condenseur pour l'eau des produits à sécher.

Ce tube est refroidi à  $-75^{\circ}$  ou à  $-195^{\circ}$  d'après les vides qu'on désire obtenir. Chaque sécheur porte 10 tubes robinets pour l'ajustage de 10 récipients.

L'emploi de sécheurs, avec condenseur individuel permet l'accouplement en série de plusieurs appareils, sans augmenter la distance à parcourir par la vapeur d'eau. Le rôle de la pompe est réduit à l'entretien du vide. La perte en vitesse d'aspiration normale, de 10 % par mètre de tube, est réduite à 3 ou 4 % grâce aux diamètres de 70 mm des tubes des sécheurs et de 65 mm pour les rodages. L'allongement de l'appareil n'influence pas, pour ainsi dire, le temps de dessiccation.

Les récipients, contenant les produits à sécher, sont raccordés aux robinets des sécheurs au moyen de tubes en caoutchouc spécial pour vide.

Pour le travail à des vides de  $10^{-3}$  mm Hg nous employons des robinets en pyrex ordinaire à voies de 10 mm; pour le travail à des vides jusque  $10^{-4}$  mm Hg nous employons des robinets spéciaux pour vides à fermeture à mercure; pour les vides plus poussés encore nous employons des sécheurs sans robinets avec ajustage direct par tubes soudés.

Toutes les parties en verre sont fabriquées en verre pyrex. Les rodages et les robinets sont fermés au moyen d'« Apesion Fett ».

Examinons maintenant de plus près si l'appareil, tel qu'il vous a été décrit, satisfait, et dans quelle mesure, aux principes fondamentaux précédents. Sa conception répond-elle aux conditions essentielles de la théorie en la matière ?

### I. — *Emploi de canalisations d'un diamètre élevé.*

La résistance intérieure des molécules n'est pas directement influencée par la pression. La résistance extérieure l'est d'autant plus (16, 17, 18, 19).

Cette résistance peut, à des pressions basses, atteindre une valeur telle que les molécules peuvent être retenues par les parois. De ce chef le déplacement des molécules se trouverait arrêté; ce qui empêcherait l'obtention d'un vide plus poussé et contrarierait le déplacement des gaz.

Dans notre appareil les diamètres ont été augmentés pour les canalisations jusqu'à 70 mm et pour les rodages jusqu'à 65 mm. L'ouverture de la pompe étant de 32 mm, ces diamètres élevés réduisent très sensiblement les pertes dues aux frottements par suite de la résistance extérieure des gaz.

## II. — Réduction au minimum du trajet à parcourir par les gaz.

La perte en vitesse d'aspiration des gaz est proportionnelle à la distance à parcourir. Du fait d'augmenter le diamètre des canalisations, de manière à lui donner une valeur plus élevée que le diamètre de sortie de la pompe, on réduit la perte normale de 10 %, à 4 % et même à 3 %.

Ceci n'empêche qu'on ait tout intérêt à réduire la longueur du trajet. En effet, il suffit de vous signaler que le volume en vapeur d'eau, qui doit être déplacé pour sécher 10 grs d'eau à un vide de  $10^{-3}$  mm Hg atteint le chiffre formidable de 9.680.000 litres.

Notre appareil résout la difficulté en mettant le réfrigérant pour la condensation des vapeurs d'eau, non à l'extérieur et à quelques distance des récipients contenant les produits à dessécher, mais bien à l'intérieur des rampes auxquelles on attache ces récipients.

Cette disposition porte la surface refroidie directement en face des produits à sécher. Le chemin que la vapeur d'eau doit parcourir est de ce fait réduit au minimum.

Ce montage permet également d'obtenir une distribution régulière de la vapeur d'eau sur la surface froide du condenseur, ce qui en augmente l'efficacité.

D'autre part, il réduit de beaucoup les pertes de frigories du réfrigérant, ce qui se traduit en une consommation plus réduite de produits frigorifiques.

## III. — Disposition des éléments de l'appareil de façon à réduire à une droite le trajet des gaz.

Ceci est d'une importance capitale. Les coudes peuvent réduire de 25 % la vitesse d'aspiration de la pompe, ce qui se traduit en un temps de séchage d'autant plus long.

Dans notre montage, nous avons déjà insisté sur ce point, les produits à dessécher se trouvent directement en face du condenseur. La vapeur d'eau n'a qu'à parcourir un trajet très court et rectiligne.

## IV. — Finir la dessiccation et fermer les récipients sous vide poussé.

On a pu démontrer, que la conservation des éléments et produits biologiques est proportionnelle au degré de dessiccation de la matière et à la teneur en oxygène des gaz dans les récipients contenant les produits desséchés.

On n'a aucun moyen pour mesurer directement l'humidité restante dans les récipients. Le vide obtenu étant fonction du degré de dessiccation du produit; la mesure du vide peut nous renseigner indirectement, sur le degré de dessiccation.

Les appareils actuellement employés travaillent pour la plupart sous un vide de l'ordre de  $10^{-1}$  mm Hg à  $10^{-2}$  mm Hg.

Notre appareil est construit pour obtenir des pressions de l'ordre de  $10^{-4}$  mm Hg et plus basses.

V. — *Travailler à basses températures.*

Généralement on se contente de travailler à des températures d'environ  $-75^{\circ}$ , obtenues au moyen de glace carbonique et d'éther, d'alcool ou d'acétone.

Cette température limite le travail à un vide de  $10^{-3}$  mm Hg.

Pour travailler à des pressions plus basses il faut abaisser la température des condenseurs. A cet effet nous employons de l'azote liquide à  $-195^{\circ}$ .

Notre appareil est spécialement prévu pour le travail à  $-75^{\circ}$  au moyen de glace carbonique et à  $-195^{\circ}$  au moyen d'azote liquide. Le refroidissement à  $-195^{\circ}$  nous a permis d'obtenir des vides allant jusqu'à  $10^{-5}$  mm Hg.

De la température des condenseurs dépend en premier lieu le temps de dessiccation et surtout la température de congélation des produits à dessécher.

Cette dernière est d'une importance capitale pour la dessiccation de certains virus.

L'appareillage décrit ci-devant nous a permis d'obtenir les résultats suivants :

L'appareil monté avec un sécheur à robinets, évacué à un vide de 0,1 mm Hg, a tenu ce vide, la pompe étant arrêtée, pendant 36 heures sans bouger.

Le vide maximum obtenu sans charge est de  $1,1 \cdot 10^{-5}$  mm Hg, avec charge de  $1,6 \cdot 10^{-5}$  mm Hg. Le montage sans robinets nous a permis d'atteindre un vide de  $1,8 \cdot 10^{-6}$  mm Hg.

Le temps nécessaire pour la dessiccation de

10 × 1 c.c. est de 35 minutes,

2 c.c. est de 50 minutes,

5 c.c. est de 75 minutes,

10 c.c. est de 90 minutes.

Les sécheurs tels qu'ils ont été décrits conviennent très bien pour la dessiccation de 10 × 20 c.c. de liquide. Cette quantité peut être augmentée à condition de donner au sécheur des dimensions en rapport.

Pour la dessiccation de quantités plus grandes nous avons modifié le réfrigérant. Le condenseur que nous employons est du type vertical à ajustage individuel par coude à grand rayon. Chaque condenseur est prévu pour la dessiccation de 5 ou 10 fois 500 c.c. de liquide. L'ajustage en série de plusieurs condenseurs permet la dessiccation de plusieurs litres à la fois. Ces condenseurs sont en métal, vu la grande quantité de glace qu'ils doivent contenir. Ce dispositif nous a permis de dessécher des ampoules de 500 c.c. de sérum en 18 à 24 heures.

Nous saisissons volontiers cette occasion, pour vous rappeler brièvement les résultats déjà obtenus au moyen de la technique de dessiccation.

La dessiccation et la conservation des souches bactériologiques à sec, est actuellement un problème résolu. Presque toutes les bactéries, et parmi elles, les plus sensibles ont déjà été essayées. Ces essais ont été

couronnés de succès. Jusqu'à présent on a pu vérifier que leur vitalité subsiste après 22 ans de conservation à sec. Non seulement la vitalité des bactéries est entretenue par ce procédé, mais cette technique assure également une conservation de leurs propriétés biologiques et de leur virulence.

Inutile de vous dire que cette méthode marque un grand progrès dans les techniques bactériologiques. Les repiquages réguliers des souches sont devenus inutiles. Grâce à la technique du vide nous avons d'ores et déjà toutes garanties de pouvoir entretenir les souches pendant une période très longue à l'abri de toute contamination.

Ce mode d'entretien est actuellement en vigueur à l'Institut de Médecine Tropicale. Elle donne d'excellents résultats. Par le même procédé nous entretenons également, et ce depuis 18 mois, une souche de spirilles.

On a également pu conserver des toxines et des antigènes bactériologiques. Nous avons déjà, dans des publications antérieures (20, 21, 22) attiré l'attention sur la possibilité d'employer des bacilles séchés et tués comme antigène dans les réactions de Widal.

La conservation à l'état sec de levures et de champignons a donné également de bons résultats.

Quant à la conservation à l'état sec de protozoaires, tous les essais entamés par nous et par d'autres auteurs ont, à quelques exceptions près, échoué. D'autre part, les essais entrepris pour la conservation des antigènes de trypanosomes, pour le diagnostic de la trypanosomiase par réaction de déviation du complément, ont été couronnés de succès.

Le procédé a assuré, déjà pendant plus d'un an et demi, une conservation inchangée. Le résultat contribuera beaucoup à la vulgarisation de l'application de cette réaction.

La technique du vide a également assuré une bonne conservation pour l'alexine et l'hémolysine pour les réactions de Bordet-Wasserman; pour les sérums agglutinants, antisérums et sérums pour le test des groupements sanguins; pour les réactifs biologiques tels que opsonines, lysines, anti-toxines, et produits sensibles (« Atopic-reagens ») dans le sérum de malades asthmatiques. L'injection intraveineuse de sérums desséchés est également entrée dans la pratique.

Dans l'étude des virus la dessiccation est un des moyens les plus sûrs pour l'entretien des souches.

Une bonne conservation a été signalée pour les enzymes, les bactériophages et les vaccins divers.

Mentionnons encore l'application de la technique de dessiccation dans le vide, dans un domaine moins bien connu, mais où elle donne d'excellents résultats, notamment en histologie et histochimie.

La technique du vide permettra d'étudier la vie latente des bactéries (23) et fournira des données précieuses aux bactériologistes pour la classification de certains représentants microbiologiques.

L'énumération que nous venons de faire, montre que la technique de dessiccation sous vide a déjà trouvé un vaste champ d'application. L'aide qu'elle apporte aux laboratoires s'étend de jour en jour. Nous sommes persuadés qu'après la guerre, quand les possibilités d'achat de matériel

seront devenues normales, la technique trouvera une application dans tous les laboratoires biologiques, industriels et de recherches.

Nous profitons de l'occasion pour attirer, une fois de plus, l'attention sur les grands services que la technique pourrait rendre à la colonie.

A cause des circonstances climatologiques et des grandes distances entre les laboratoires, la technique y sera plus précieuse encore qu'à la métropole; non seulement aux laboratoires, mais principalement aux médecins travaillant loin de ceux-ci, perdus dans la brousse, elle apportera une aide des plus précieuses.

Grâce à cette même technique, la collaboration entre les différents laboratoires deviendra plus intense. Elle réalisera aussi des rapports suivis et du plus haut intérêt au point de vue scientifique et pratique entre la colonie et la mère-patrie.

*Institut de Médecine Tropicale « Prince Léopold », Anvers.*

*Samenvatting.* — Een apparaat voor het drogen in het luchtledige is beschreven. Het apparaat is gebouwd volgens voorafgedane berekeningen en om te voldoen aan alle eischen gesteld bij het werken bij hoog-vacuüm. Het gebruik van afzonderlijke ingebouwde afkoelers wordt hierbij voorgesteld.

De uitslagen welke hierdoor-bekomen werden zijn uitstekend.

De droogtijd wordt daardoor sterk ingekort, wat ten goede komt aan de te drogen stof.

Verder wordt gewezen op de bekomen uitslagen en aangedrongen op de toepassing der droogtechniek in de Kolonie.

LITTERATURE.

1. Gavrilov, W. et Nys, J. — *Ann. Soc. Belg. Méd. Trop.*, 1939, 19, 155.
2. Otto von Guericke, O. — *Experimenta nova ut vacantur, Magdeburgica de vacuo spatio.* Amsterdam, 1627.
3. Martin, C. — *J. Path. Bact.*, 1896, 3, 507.
4. Burrows, G. H. et Cohn, E. J. — *J. Biol. Chem.*, 1918, 36, 587.
5. Flosdorf, E. W. et Mudd, S. — *J. Immunol.*, 1935, 29, 389.
6. Elser, W. J., Thomas, R. A. et Steffen, G. — *J. Immunol.*, 1935, 28, 433.
7. Camus, L. — *Compt. Rend. Soc. Biol.*, 1916, 68, 1010.
8. Knox, R. — *J. Path. Bact.*, 1939, 49, 467.
9. Bauer, J. et Pickels, E. — *J. Exp. Med.*, 1940, 71, 83.
10. Greaves, R. I. N. et Adair. — *J. Hyg.*, 1939, 39, 413.
11. Kunkle, F. — *Manch. Med. Wschr.*, 1936, p. 1530.
12. Kaiser, M. — *Centr. Bakt. I. Orig.*, 1937, 139, 405.
13. Bucher, R. — *Schweiz. Med. Wschr.*, 1942, p. 44.
14. Resselers, R. — *VI. Nat. Wetensch. Tijdschr.*, 1943, 25, 153.
15. Molthan, W. — *Zeitschr. Phys.*, 1926, 39, 1.
16. Gaede, W. — *Ann. Phys.*, 1913, 41, 289.
17. Molthan, W. — *Zeitschr. Techn. Phys.*, 1926, 7, 377.
18. Molthan, W. — *Zeitschr. Techn. Phys.*, 1926, 7, 452.
19. Molthan, W. — *Zeitschr. Techn. Phys.*, 1927, 8, 80.
20. Resselers, R. — *Ann. Belg. Ver. Trop. Gen.*, 1942, 22, 175.
21. Resselers, R. — *Ann. Belg. Ver. Trop. Gen.*, 1943, 23, 167.
22. Resselers, R. — *Ann. Belg. Ver. Trop. Gen.*, 1943, 23, 183.
23. Resselers, R. — *Biol. Jaarb. Antw.*, 1943, p. 142.

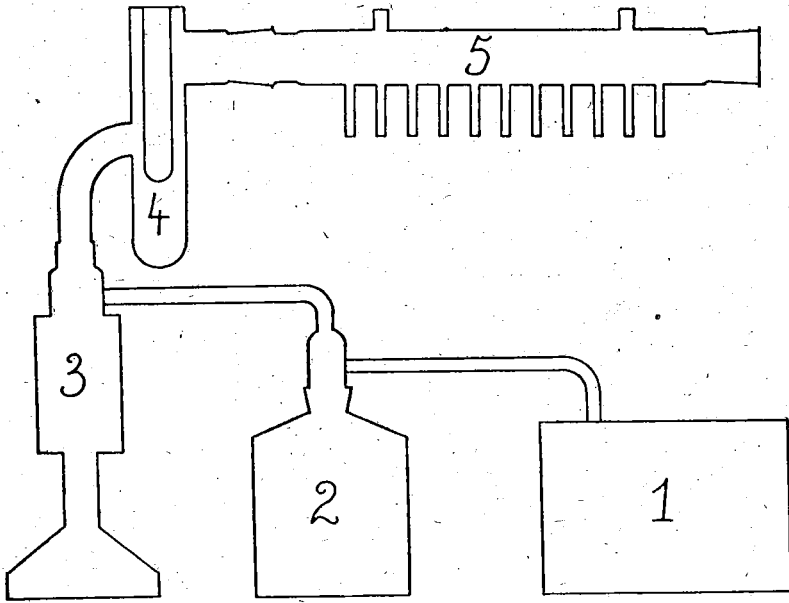


Fig. 1.

Schéma du montage général : 1) pompe rotative à moteur ; 2) réservoir tampon ; 3) pompe à diffusion de vapeurs de mercure ; 4) condenseur pour vapeurs de mercure ; 5) sécheur.

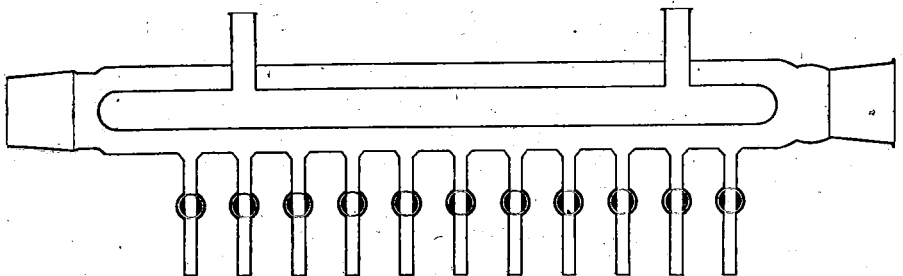


Fig. 2.

Schéma d'un sécheur pour dix récipients avec condenseur interne.