

Sécurité et appareil de préparation des gaz à froid

par M^{lle} J. TONNELAT,
Professeur honoraire, Paris.

Ce travail a été effectué en collaboration avec les enseignants du Service de Formation des Maîtres en chimie de l'Université Paris-7. Nous tenons à leur exprimer nos plus vifs remerciements.

I. INTRODUCTION.

Cet article concerne un certain type d'appareil permettant de préparer divers gaz, par exemple l'hydrogène, l'acétylène, l'oxygène à partir de l'oxylythe ou du peroxyde de sodium pur. Il y a naturellement des variantes suivant les propriétés, et par conséquent les risques, du gaz préparé et des produits chimiques utilisés.

Nous ne considérerons ici que le montage de l'appareil fait avec le maximum de précautions. Il n'est malheureusement pas toujours possible d'opérer de cette manière faute de moyens matériels et financiers dans certains collèges et dans certains lycées. Ce qui ne favorise pas la formation à la sécurité chez les élèves, quel que soit leur âge.

On peut diminuer les risques en prenant la précaution d'opérer avec de très petites quantités de produits et avec un matériel miniaturisé (B.U.P. n° 613, avril 1979).

Mais cela ne saurait remplacer un appareil correctement monté permettant de diminuer les risques encourus, et d'en supprimer certains. Naturellement, c'est avec ce dernier appareil que l'on fera l'expérience de cours devant les élèves.

II. L'APPAREIL DE PREPARATION DES GAZ A FROID.

Nous chercherons à mettre en évidence les *facteurs potentiels* d'accidents et les moyens de prévention que l'on retrouvera dans toutes les préparations de gaz à froid.

Rappelons que les *facteurs potentiels d'accidents* sont beaucoup plus importants que les *facteurs réels* d'accidents grâce aux précautions prises. Nous allons donc passer en revue beaucoup plus de facteurs potentiels d'accidents que de facteurs réels.

On utilise :

- des objets en verre : flacons, cuve à eau, tubes à dégagement ;
- des bouchons ;
- des petits tuyaux en caoutchouc ou en plastique (pour relier les tubes à dégagement entre eux).

1. Possibilités d'accident avec des objets en verre.

Le verre est à la fois fragile et rigide. D'où des facteurs potentiels d'accident.

a) Lorsqu'un objet en verre casse, il se forme fréquemment des éclats *de très petite taille et très acérés*. Ceux-ci peuvent provoquer de *sérieuses blessures*.

Lorsqu'on met la paume de la main sur la partie courbe d'un tube à dégagement pour introduire l'une de ses extrémités dans le trou d'un bouchon, cette partie courbe casse en donnant de très petits éclats qui peuvent pénétrer profondément dans la paume de la main, et même atteindre des tendons indispensables pour la flexion des doigts.

Lorsqu'on tient un tube en S ou un tube à boules à pleine main, à la fois par plusieurs parties rectilignes, les parties courbes cassent en projetant de très petits éclats acérés dangereux pour l'œil.

On évite facilement ces accidents corporels en tenant toujours un tube à boules ou un tube en S par sa partie rectiligne et près de l'extrémité introduite dans un bouchon ; de même pour les tubes rectilignes à entonnoir et les tubes à dégagement. Ils sont toujours tenus par la partie rectiligne et près de l'extrémité introduite dans un trou de bouchon.

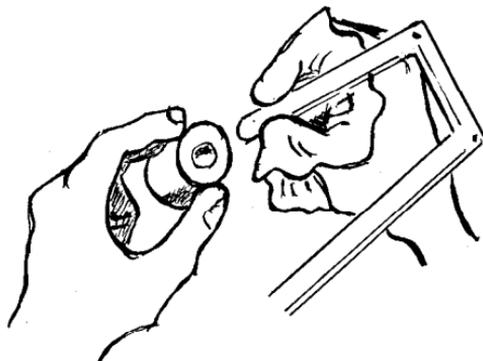


Fig. 1. — Extrait de la brochure ED 490, « sécurité dans les manipulations scientifiques à l'usage des élèves débutants des lycées ».

Reproduit avec l'autorisation gracieuse de l'I.N.R.S.

b) Un récipient ébréché, une baguette ou un tube à dégagement non bordé peuvent provoquer des coupures

On utilisera toujours des récipients en bon état, des baguettes et des tubes à dégagement bordés.

c) Un récipient fêlé peut laisser suinter à l'extérieur un liquide corrosif et provoquer des brûlures corrosives.

Un récipient fêlé, un tube à dégagement fêlé, peuvent laisser échapper dans l'atmosphère un gaz toxique et provoquer des intoxications.

On utilisera toujours des objets en verre en bon état.

(Remarquons en passant que ces recommandations sont valables chaque fois que l'on utilise des objets en verre et pas seulement pour la préparation d'un gaz à froid).

2. Possibilités d'accident pendant la production de gaz.

Nous n'envisagerons ici que les phénomènes qui peuvent se produire quels que soient les produits chimiques utilisés.

a) Stabilité insuffisante de l'appareil.

Des tubes à dégagement très hauts font notablement remonter le centre de masse de l'ensemble de sorte qu'un choc, même léger, provoque le basculement et/ou la chute de tout l'appareil. D'où possibilité d'éclats de verre, avec blessures. Les produits chimiques se répandent alors ou sont projetés : d'où possibilité de brûlures corrosives et/ou d'intoxications.

Il est recommandé d'utiliser des tubes à dégagement d'une hauteur relativement faible, ce qui réduit notablement ce risque.

b) Surpression excessive.

Le gaz ne peut se dégager sur la cuve à eau que s'il existe, à l'intérieur de l'appareil, une légère surpression par rapport à la pression atmosphérique du moment.

Cette surpression ne doit jamais être telle qu'elle provoque le départ d'un bouchon, en particulier celui du flacon-réacteur, ni à plus forte raison l'explosion de ce dernier si le bouchon résiste.

Il peut y avoir diverses causes à la surpression :

— formation tumultueuse du gaz :

La réaction de production s'est emballée, avec parfois formation d'une mousse abondante qui monte dans le flacon-réacteur et peut boucher le tube à dégagement ;

— tube à dégagement bouché par des traces de produits solides ou liquides provenant d'une expérience antérieure. Nettoyage insuffisant ;

— tube à dégagement aplati dans la courbure :

La section du tube utilisable par le gaz est si faible que l'écoulement de celui-ci en est très ralenti. Il arrive quelquefois que la partie aplatie soit fermée : le gaz ne peut plus sortir du tout ;

Lorsque les deux tubes en verre ne sont pas au contact l'un de l'autre à l'intérieur du tuyau de jonction (caoutchouc ou plastique), celui-ci laisse un passage trop étroit ou nul. Il est en effet dilaté sur les deux tubes de verre et s'affaisse entre eux. Montage à rectifier.

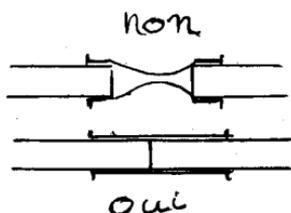


Fig. 2

Humidifier le tuyau souple intérieurement et les deux tubes à dégagement extérieurement pour faciliter le glissement et mettre réellement au contact les deux tubes en verre.

Pour assurer la sécurité pendant l'expérience, il est donc nécessaire de surveiller la pression intérieure et ses fluctuations.

On utilisera un *dispositif manométrique*, par exemple un tube à entonnoir sans robinet ou un tube en S ou un tube à boules.

On pourra *séparer un flacon* des autres : les tuyaux de jonction (caoutchouc ou plastique) seront en bon état et, en particulier, glisseront assez facilement sur les deux tubes de verre qu'ils réunissent.

Un appareil producteur de gaz doit *toujours comporter* une possibilité de *sortie* de ce dernier lorsque la pression interne dans l'appareil devient trop grande. Donc, au moins une *fermeture dite hydraulique* (eau ou mercure).

D'où la nécessité d'un **tube en S** ou d'un **tube à boules** ou d'un **tube à entonnoir sans robinet** pour le flacon-réacteur.

S'il y a plusieurs flacons laveurs, l'un d'eux au moins comportera un **tube manométrique** en plus des deux tubes assurant la circulation du gaz.

c) *Dépression dans le flacon-réacteur.*

Un léger ralentissement de la réaction productrice du gaz suffit à provoquer une *dépression* interne qui peut devenir un *facteur potentiel d'accident*.

Deux phénomènes peuvent se produire :

— le reflux de la solution du premier flacon laveur dans le flacon-réacteur :

On peut avoir une réaction brutale du liquide contenu dans ce premier flacon laveur avec les produits du flacon-réacteur. Cette réaction intempestive entraîne une surpression brutale, avec explosion possible du flacon-réacteur.

Il est très important de piéger la solution du premier flacon laveur en intercalant un flacon dit « de *sécurité* » ou « de *garde* » entre celui-ci et le flacon-réacteur. En cas de dépression dans ce dernier, il retiendra la solution du flacon laveur, évitant ainsi tous les risques mentionnés au paragraphe précédent ;

— le reflux du liquide contenu dans le tube en S ou dans le tube à boules et en assurant la fermeture :

La diminution de hauteur du liquide dans un tube à entonnoir sans robinet ne présente pas ce risque.

Le liquide mis dans le tube en S ou dans le tube à boules (généralement eau ou mercure) peut présenter des risques de réaction brutale avec les produits contenus dans le flacon-réacteur comme les produits des flacons laveurs. Rappelons que l'eau est utilisée pour la préparation de l'oxygène à partir de l'oxylithe ou du peroxyde de sodium pur et pour la préparation de l'acétylène à partir du carbure de calcium.

Avant de choisir entre l'eau et le mercure, regardons d'abord le déplacement d'un liquide dans un tube à boules ou un tube en S. Nous prendrons comme exemple celui qui est représenté fig. 3. Il présente l'avantage de ne pas avoir de porte-à-faux comme les tubes en S, les deux boules étant placées symétriquement par rapport à l'axe représenté par les parties rectilignes. Cette disposition assure un meilleur équilibre au flacon-réacteur.

Nous prenons bonne note de la *dénivellation de 3 cm* indiquée sur le dessin.

Supposons qu'on utilise de l'eau.

Si on en met *uniquement* dans la partie courbe réunissant les deux boules par le bas, toute cette eau peut refluer entièrement dans l'une des boules sans la remplir. Dans ces conditions, une dépression dans le flacon-réacteur ne risque pas de provoquer l'arrivée de l'eau sur l'oxylithe ou le carbure de calcium ;

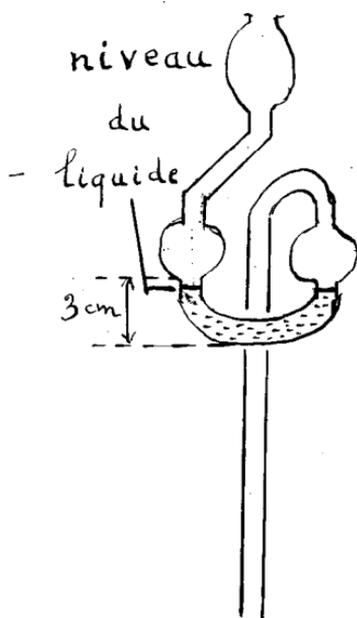


Fig. 3

on évite donc une accélération brutale de la réaction entraînant une surpression tout aussi brutale.

Regardons maintenant ce qui peut se passer lors d'une *surpression* interne de 4 cm d'eau : le gaz peut *sortir* par le tube à boules (ou le tube en S) de sorte qu'il n'est pas possible de le recueillir.

En augmentant la quantité d'eau pour empêcher le gaz de sortir en fonctionnement normal, on risque le reflux de l'eau dans le flacon-réacteur en cas de dépression : les bulles d'air arrivant dans la boule (celle de droite sur le dessin) provoquent des projections dans le tube descendant, et donc l'arrivée d'eau dans le flacon-réacteur.

Dans le cas d'une réaction avec l'eau pendant la production de gaz, on utilisera donc du mercure, ce qui réduira énormément la dénivellation pour une même surpression ou dépression dans le flacon-réacteur.

Avant de choisir l'eau ou le mercure, il faut évaluer l'ordre de grandeur de la surpression interne indispensable au bon fonctionnement de l'appareil :

- premier cas : la surpression nécessaire est supérieure à 3 cm d'eau ;
- deuxième cas : la surpression nécessaire est inférieure à 3 cm d'eau.

Premier cas : surpression supérieure à 3 cm d'eau :

Cela se produit obligatoirement lorsque le gaz est recueilli dans des éprouvettes à gaz sur la cuve à eau. La hauteur d'une éprouvette à gaz atteint au moins 10 cm, ce qui entraîne nécessairement une surpression de 10 cm d'eau pour que les bulles de gaz puissent monter dans l'éprouvette placée au-dessus de l'ouverture du tube à dégagement dans le cristalliseur.

Par conséquent, lorsqu'on opère de cette façon, on mettra du mercure dans le tube à boules (ou le tube en S). On remarquera que l'évaporation d'un liquide est d'autant plus faible que la surface d'évaporation est plus petite, toutes choses égales par ailleurs. En utilisant une pipette, on peut régler la quantité de mercure de manière que la surface libre à l'air se trouve dans la partie étroite en bas de la boule.

Il peut y avoir un autre cas de surpression supérieure à 3 cm d'eau lorsque le gaz formé doit obligatoirement traverser plusieurs flacons laveurs placés à la suite les uns des autres. En effet, dans chacun de ceux-ci, l'ouverture du tube d'arrivée du gaz se trouve à environ 1 cm ou 1,5 cm en dessous de la surface libre du liquide.

Avec deux flacons laveurs, la surpression nécessaire à la circulation du gaz sera de 2 ou 3 cm d'eau ; avec 3 flacons laveurs, elle sera de 3 ou 4,5 cm d'eau. On mettra donc du mercure dans le tube à boules (ou le tube en S) comme dans le cas précédent.

Deuxième cas : surpression inférieure à 3 cm d'eau :

On peut utiliser un *seul* flacon laveur avec une surpression de 1 cm d'eau. Si le gaz passe ensuite, par exemple, dans un tube chaud (ou un four électrique), la surpression totale nécessaire restera inférieure à 3 cm d'eau. On peut alors mettre de l'eau dans le tube à boules (ou le tube en S).

Par mesure de sécurité, dans les deux cas envisagés précédemment, il est recommandé de mettre de l'eau ou du mercure *uniquement* dans la partie courbe réunissant les deux boules par le bas, à l'aide d'une pipette automatique.

Avec de l'eau, le risque d'arrivée intempestive de celle-ci dans le flacon-réacteur en cas de dépression est extrêmement réduit.

Avec du mercure, le risque d'intoxication par ses vapeurs est très faible, la surface d'évaporation étant de petite dimension.

d) Echauffement important du flacon-réacteur.

En règle générale, les réactions faites dans des flacons sont exothermiques. Il y a donc un échauffement du flacon utilisé. L'élévation de température peut accélérer la réaction, d'où une surpression plus ou moins rapide (voir le paragraphe *b* ci-dessus). Il peut aussi arriver que l'appareil fonctionne longtemps, que sa température s'élève lentement et que la réaction soit finalement accélérée.

Pour éviter l'accélération intempestive de la réaction par suite d'échauffement, on peut placer le flacon-réacteur dans un cristallisoir dans lequel on mettra de l'eau froide en cas de nécessité.

3. Schéma de l'appareil.

Il s'agit ici d'un schéma de principe que l'on modifiera suivant les besoins expérimentaux en respectant les mesures de sécurité.

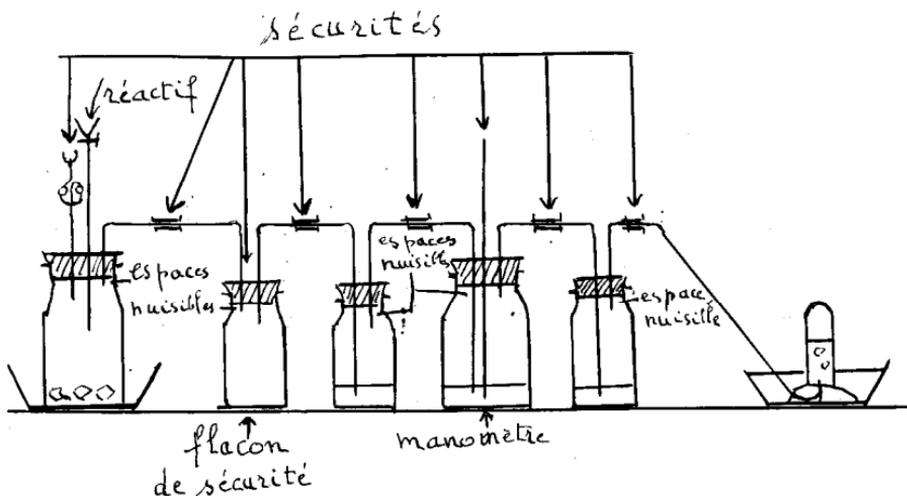


Fig. 4

Remarque importante sur le flacon de sécurité.

Nous tenons à attirer l'attention sur les longueurs des tubes à l'intérieur de ce flacon :

- le *tube d'arrivée* du gaz a son orifice près de la face inférieure du bouchon ;
- le *tube de sortie* du gaz a son orifice plus bas que l'orifice du *tube d'arrivée* du gaz.

C'est la disposition inverse de celle utilisée dans les flacons laveurs. On évite ainsi que le liquide du premier flacon laveur arrivant dans le flacon de sécurité ne pénètre dans le tube d'arrivée du gaz et de là dans le flacon-réacteur.

D'autre part, il est important que l' « *espace nuisible* » (*) compris entre la face inférieure du bouchon et l'ouverture du tube de sortie ne soit pas trop grand de manière à avoir un gaz avec une quantité d'air pratiquement négligeable. (Si l'on prépare un gaz pouvant former avec l'air un mélange explosif, cette remarque est extrêmement importante). Une dénivellation d'environ 1,5 cm entre les orifices des deux tubes est généralement suffisante.

III. CONCLUSION.

Comme il a été précisé dans l'introduction, cet article ne concerne que le montage de l'appareil de préparation des gaz à froid.

Certains risques propres à la manipulation de la verrerie ont été mentionnés ainsi que les précautions à prendre.

Rappelons que le verre est fragile, que sa cassure est coupante, que les éclats de verre sont dangereusement acérés. Ce qui peut entraîner des blessures, facilement évitables lorsque l'on prend quelques précautions dont certaines sont énumérées dans cet article.

D'autres facteurs potentiels d'accidents liés à la verrerie interviennent lorsque les conditions expérimentales sont différentes de celles de la préparation d'un gaz à froid.

Le tableau des facteurs potentiels d'accidents et des moyens de prévention, analogue à celui qui a été publié dans un précé-

(*) On appelle « *espace nuisible* » le volume compris entre les parois du flacon, la face inférieure du bouchon et, grosso-modo, le plan horizontal passant par l'ouverture du tube de sortie du gaz. Cet « *espace nuisible* » doit toujours être aussi petit que possible, l'air primitivement contenu dans cette zone étant évacué beaucoup plus lentement que celui du reste du flacon et en outre incomplètement.

dent article (B.U.P. n° 650, janvier 1983, p. 498), n'a pas été fait : il faut, en effet, tenir compte au cours du montage des facteurs potentiels d'accidents liés aux produits chimiques intervenant dans la préparation d'un gaz.

Il faut donc examiner un cas particulier et répertorier les risques dus aux produits chimiques en même temps que ceux dus à la verrerie et au montage de l'appareil. Un tableau complet peut alors être dressé et ce sera l'objet d'un prochain article.
