

Objet

Cette procédure concerne l'approvisionnement en azote liquide et les règles de sécurité devant être respectées lors de cette intervention.

Domaine d'application

Cette procédure s'applique à tous les utilisateurs d'azote liquide.

Précision

Cette procédure vise à informer les personnes utilisant l'azote sous sa forme liquide. Elle précise le fonctionnement de la citerne azote principale, située à côté du liquéfacteur, et des unités de transfert mobile (réservoirs auto-pressurisé, Dewar) et sur les dangers liés à l'approvisionnement en azote liquide.

Documents associés

- Instruction I-HSE-CHI-02 - Soutirage d'azote liquide
-

Documents de référence

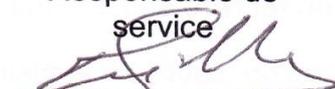
- AFSSET - Risques liés à l'utilisation d'azote liquide dans le cadre des activités d'AMP.
- Fiche de données de sécurité (FDS) azote réfrigéré - Air liquide.

Historique

- Création le 03/09/2013

Diffusion

- Publication sur intranet
- Courriel aux utilisateurs concernés
- Envoi postal aux clients

	REDACTION	APPROBATION	
Date :	03/09/2013	04.10.2013	4.9.2013.
Nom :	AUGER Damien	FRAILLON Nicolas	M. BICHOT-BOULANGER
Fonction :	Animateur HSE	Responsable de service	Directrice Générale des Services
Visa :			

Définitions

Réservoir auto-pressurisé : Contenant sous pression spécialement conçu pour les liquides cryogéniques, pourvu de robinet pour le remplissage et la distribution, ainsi que d'une soupape régulatrice de pression (valve de sécurité) munie d'un disque de sécurité (opercule) servant de dispositif de protection de secours.

Dewar : Contenant non pressurisé, à enveloppe à vide isolant (bouteille thermos) et pourvu d'un bouchon non étanche empêchant l'air et l'eau d'entrer, mais laissant s'échapper du gaz en cas de pression excessive.

Gaz inerte : Gaz qui ne réagit pas chimiquement avec d'autres matières.

Liquide cryogénique : Gaz liquéfié par abaissement de température et par compression.

Point d'ébullition : Température à laquelle une substance passe de l'état liquide à l'état gazeux.

Responsabilités

Le service HSE s'assure de l'implantation, la diffusion et la révision de la présente procédure et des documents associés (instruction I-HSE-CHI-02, signalétique).

Les responsables d'unité de recherche veillent à ce que les utilisateurs aient à disposition et portent les Équipements de Protection Individuelle (EPI) lors des manœuvres d'approvisionnement en azote liquide. Une formation sur l'approvisionnement en azote liquide définissant la procédure de remplissage des réservoirs et les risques associés devra préalablement leur avoir été délivrée.

L'état des réservoirs et EPI doit être contrôlé avant chaque remplissage par les utilisateurs. Toute anomalie doit être immédiatement signalée aux personnes en charge de la sécurité (Assistant de Prévention, Ingénieur Sécurité, service HSE ou Direction) et l'approvisionnement interrompu jusqu'à ce que les conditions de sécurité soient rétablies.

Les agents en charge de l'exploitation du réservoir principal d'azote liquide (tour à azote du bât. D) s'assurent du bon état de fonctionnement des équipements de distribution et de sécurité. Si un dysfonctionnement apparaît, ils condamnent l'accès au point de remplissage et avertissent les personnes chargées de la sécurité.

Ces agents sont également chargés de gérer le remplissage du réservoir principal par un fournisseur extérieur. Cette prestation fait l'objet d'un Protocole de Sécurité. A ce titre, ils tiennent également à jour un registre de consommation en azote liquide.

Tous les utilisateurs ont la responsabilité d'appliquer les règles décrites dans cette procédure.

Informations générales – Mesures préventives

L'azote est un gaz inerte à température et pression constantes. En abaissant la température à la pression atmosphérique, l'azote devient un liquide cryogénique. Sous des conditions normales de pression, le point d'ébullition de l'azote est de -196°C . Une telle température et le fait que l'azote se retrouve sous sa forme la plus concentrée entraînent des dangers pour les utilisateurs.



Très basse température

DANGER Lorsque le liquide cryogénique entre en contact avec la peau, il peut provoquer des gelures («brûlures par le froid»). Des gelures sur une grande surface de la peau peuvent être mortelles.

SECOURS En cas d'engelure, évitez de toucher ou frotter la partie gelée, car elle peut être très fragile. Réchauffer la zone affectée avec de grandes quantités d'eau tiède (ne pas utiliser pas d'eau chaude). Si la peau présente des cloques ou si les yeux ont été touchés, consulter immédiatement un médecin.

PREVENTION - Lors de la manipulation de l'azote liquide (ex. remplissage de réservoirs), un équipement de protection individuelle (vêtement sec couvrant tout le corps, chaussures fermées, gants, lunettes de protection ou écran facial) doit être porté.



Ces équipements de protection individuelle (EPI) doivent être portés lors des opérations d'approvisionnement mais également lors des manipulations à l'intérieur des laboratoires. Il revient à chaque groupe de recherche de prévoir l'achat de tels équipements.

- Les réservoirs cryogéniques contenant de l'azote liquide doivent être transportés de façon à ce qu'ils ne puissent ni subir de chocs ni se renverser, ils doivent être arrimés pour chaque transport.

- Le matériel destiné à un contact direct avec l'azote liquide doit être fabriqué en matériau résistant aux basses températures (ex. acier inoxydable, cuivre, aluminium). Les matériaux organiques comme le bois, le plastique ou le caoutchouc sont inappropriés.



Pression

DANGER

L'azote liquide absorbe inévitablement de la chaleur dans son environnement et passe à l'état gazeux. L'évaporation de l'azote liquide dans une enceinte confinée génère une augmentation de pression importante. Si la pression ne peut pas être relâchée, la partie concernée de l'installation risque d'exploser.

PREVENTION

- Les Dewars doivent être uniquement fermés avec un couvercle ou un bouchon perméable au gaz afin d'éviter toute surpression dans le réservoir, tout en permettant d'éviter l'écoulement et les projections d'azote liquide. Ces réservoirs doivent être uniquement remplis par écoulement de l'azote liquide sans pression.

- Les réservoirs cryogéniques, adaptés à une surpression interne, comportent une identification spécifique. Ils sont en général remplis au moyen d'une conduite vissée. La pression d'admission avec laquelle le liquide est conduit ne doit pas dépasser la pression de service maximale autorisée.

- L'eau (l'humidité) ne doit pas pénétrer dans le réservoir cryogénique, de façon à ce qu'il ne se produise aucune obturation de conduite par la formation d'un bouchon de glace.

- Tout élément de conduite contenant de l'azote liquide et pouvant être obturé à chaque extrémité et permettant de ce fait le confinement de l'azote liquide, doit être muni d'une soupape de sécurité.



Manque d'oxygène

DANGER

1 L d'azote liquide produit par évaporation 700 L d'azote gazeux.

L'enrichissement de la concentration de l'azote dans l'air par évaporation significative d'azote liquide provoque une diminution de la concentration en oxygène. Si la concentration d'oxygène tombe au-dessous de 17%, ce que les organes sensoriels humains ne peuvent détecter, il s'en suit rapidement un risque d'évanouissement suivi d'un risque d'asphyxie.

PREVENTION

- Les zones qui contiennent des réservoirs cryogéniques remplis d'azote liquide doivent comporter une ventilation suffisante. Les ouvertures d'arrivée et d'évacuation de l'air ne doivent pas être obstruées. Une installation de ventilation forcée avec des flux d'admission et d'évacuation spécifiques ainsi

qu'un dispositif automatique de détection du manque d'oxygène avec alarme sont recommandés.

- Les réservoirs cryogéniques remplis d'azote liquide peuvent être transportés dans des véhicules lorsque :
 - Ils sont autorisés pour le transport par route.
 - Ils sont arrimés et assurés contre les chocs ou le renversement dans le véhicule.
 - L'espace de chargement est ouvert ou muni d'une ventilation et séparé du conducteur (en aucun cas placé dans la cabine du conducteur).

Approvisionnement en azote liquide au niveau du réservoir principal

Pour l'approvisionnement, l'utilisation et le transport de l'azote liquide, on utilise des contenants à isolation thermique spécialement conçus pour résister à des variations rapides et à des différences extrêmes de température. Deux types de contenants sont utilisés pour les liquides cryogéniques : les Dewars (bidons à col ouvert) et les réservoirs auto-pressurisés (bidons à col fermé).

Le remplissage de l'azote liquide dans les réservoirs cryogéniques doit être surveillé en permanence.

Déroulement de l'opération :

- Se présenter au bureau du responsable du réservoir d'azote liquide et demander la clé pour entrer dans la zone d'approvisionnement. Laisser la porte ouverte pendant le remplissage. En dehors des heures d'ouverture et en l'absence des personnes en charge du réservoir d'azote liquide, pénétrer dans la zone d'approvisionnement à l'aide du digicode (1254).
- Mettre les lunettes de sécurité et les gants de protection azote liquide.
- Prendre le tuyau d'approvisionnement métallique correspondant au mode de remplissage choisi (automatique ou manuel) et au réservoir à remplir (Dewar ou réservoirs auto-pressurisé) et le tenir en orientant l'embout du tuyau vers le sol.
- Ouvrir la vanne de l'unité de transfert du réservoir principal en tournant dans le sens antihoraire si manuel ou enclenchant le bouton vert si automatique et laisser circuler le gaz dans le tuyau jusqu'à l'apparition de fumées blanches. Cette étape permet de refroidir la tuyauterie avant de procéder au remplissage du réservoir.
- Fermer la vanne et procéder à l'étape 1 ou 2 selon le type de réservoir à remplir.

1. Réservoir de type Dewar

- Insérer l'extrémité du tuyau d'approvisionnement dans le réservoir à remplir. Tenir solidement.
- Ouvrir la vanne de l'unité de transfert en tournant plusieurs fois la vanne dans le sens antihoraire si *mode manuel*. Si *mode automatique*, insérer la canne et enclencher le bouton vert puis le bouton « Ouverture » du tableau de contrôle « réserv.2 » ; le voyant EV s'allume. Une fumée blanche sera générée lors du remplissage du réservoir. Cette fumée blanche empêche souvent l'utilisateur de déterminer le niveau d'azote liquide dans le contenant.
- Lorsque le réservoir est rempli à moitié, les risques d'éclaboussures sont plus fréquents. Pour prévenir ces éclaboussures, il faut diminuer la pression d'azote liquide en fermant partiellement la vanne de l'unité de transfert (uniquement possible en *mode manuel*).
- Lorsque le réservoir contient le volume désiré, fermer complètement la vanne de l'unité de transfert et déposer le tuyau d'approvisionnement sur son support (en *mode manuel*). En *mode automatique*, le remplissage s'arrête automatiquement lorsque le réservoir est plein ; le voyant « LN2 » s'allume.
Replacer délicatement le pistolet sur son support. Fermer votre contenant.
- Reposer les gants et lunettes de sécurité.
- Sortir le réservoir (interdiction de laisser des bidons vides ou pleins sur place).
- Refermer la porte d'accès à la zone.
- Retourner la clé au responsable du réservoir.
- Compléter le registre d'approvisionnement en précisant la date, le nom de l'utilisateur et la quantité prélevée. (Document à déposer dans la boîte aux lettres prévue à cet effet si absence de personnel).

2. Réservoirs auto-pressurisé

- Brancher le tuyau d'approvisionnement en azote liquide au robinet de remplissage (liquide) du réservoir à remplir, en vissant l'écrou de serrage à l'aide d'une clé à molette.
- + Branchement du capteur (tête) sur l'évent si remplissage *automatique*.
- Ouvrir la vanne de l'évent du réservoir à remplir au maximum.
- Ouvrir la vanne de remplissage (liquide) du réservoir à remplir au maximum.
- Ouvrir la vanne de remplissage de l'unité de transfert en tournant plusieurs fois dans le sens antihoraire afin de commencer le remplissage si *mode manuel*. Si *mode automatique*, enclencher le bouton vert puis le bouton « Ouverture » du tableau de contrôle « réserv.1 » ; le voyant « EV » s'allume.
- Vérifier le niveau de remplissage à l'aide de la jauge du réservoir à remplir.
- Lorsque le réservoir est plein, fermer la vanne de remplissage (liquide) du réservoir à remplir, puis la vanne de l'unité de transfert du réservoir principal et enfin la vanne de l'évent. En *mode automatique*, le remplissage s'arrête automatiquement lorsque le réservoir est plein ; le voyant « LN2 » s'allume.
- Attendre le dégel de l'écrou de serrage du tuyau d'approvisionnement puis le dévisser lentement à l'aide de la clé à molette, afin de permettre au gaz de s'échapper de manière progressive.
- Déposer délicatement le tuyau d'approvisionnement sur son support.
- Reposer les gants et lunettes de sécurité.
- Sortir le réservoir (interdiction de laisser des bidons vides ou pleins sur place).
- Refermer la porte d'accès à la zone.
- Retourner la clé au responsable du réservoir.
- Compléter le registre d'approvisionnement en précisant la date, le nom de l'utilisateur et la quantité prélevée. (Document à déposer dans la boîte aux lettres prévue à cet effet si absence de personnel).

Transport

Pour tous les transports « intra-muros », les réservoirs doivent être posés verticalement sur des chariots appropriés et arrimés.

Pour les transferts d'azote aux étages des bâtiments, il est obligatoire d'être au minimum 2 personnes et d'utiliser les monte-charge/ascenseurs. Le réservoir rempli d'azote liquide doit être envoyé par une personne située au rez-de-chaussée et réceptionné par une deuxième personne située à l'étage concerné. De plus, ces personnes veilleront à ce qu'aucune personne n'accède à l'ascenseur pendant ce transfert.

Pour le transport par route de réservoirs cryogéniques, sont à prendre en compte :

- L'arrimage du chargement ;
- La ventilation ou l'ouverture de l'espace de chargement ;
- La présence d'un équipement de protection individuelle adapté ;
- Le respect du taux de remplissage autorisé.

Réservoirs cryogéniques fermés :

- Les réservoirs doivent être munis d'une soupape de sécurité ;
- Les dispositifs et soupapes de sécurité doivent être placés correctement pour le transport ;
- Avant le chargement, la pression doit avoir chuté (si nécessaire en la relâchant à l'air libre) ;
- Le contrôle périodique conforme à l'ADR doit être respecté.

Conteneurs cryogéniques ouverts (Dewar) :

- L'ouverture du réservoir doit être munie d'un dispositif respectant les normes de sécurité en vigueur (capuchon ou bouchon) perméable au gaz, mais permettant d'éviter l'écoulement ou les projections d'azote liquide.

Stockage

Les réservoirs cryogéniques ne doivent pas être stockés dans un espace confiné.

Les réservoirs doivent être rangés verticalement, dans un lieu abrité et bien ventilé.

Les Dewars doivent être fermés avec leur bouchon d'origine pour limiter l'évaporation et éviter la formation de glace.

Soutirage d'azote liquide

Le soutirage d'azote liquide fait l'objet d'une instruction (I-HSE-CHI-02) définissant la procédure à suivre pour remplir un récipient et les équipements de protection individuelle obligatoires.

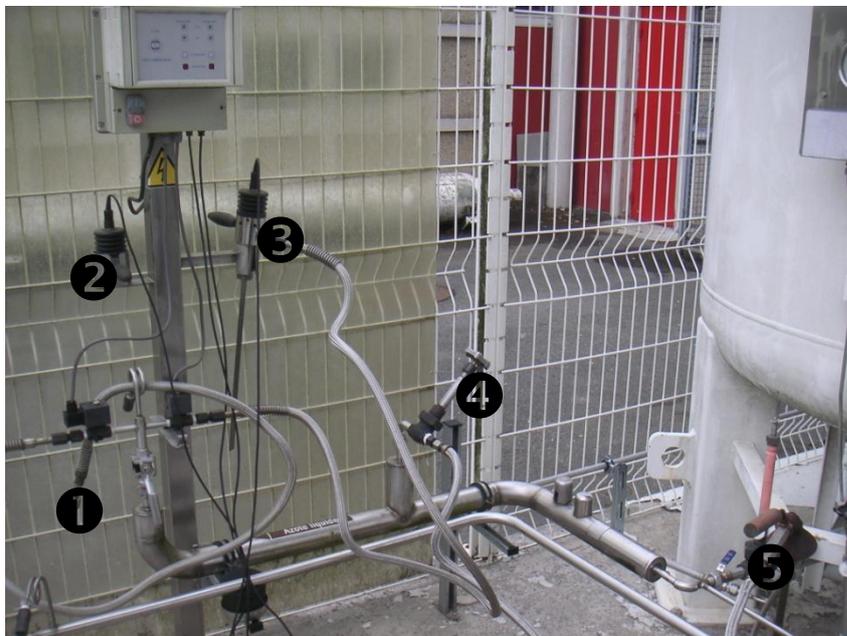
Annexes

- Annexe 1 : Photos des composantes du système d'approvisionnement en azote liquide.
- Annexe 2 : Photos des réservoirs pour azote liquide.
- Annexe 3 : Consignes de sécurité Air liquide.

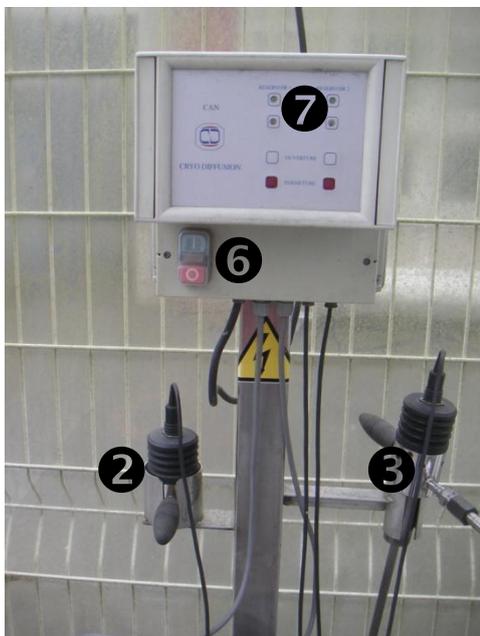
Annexe 1 : Photos des composantes du système d'approvisionnement en azote liquide



Réservoir principal



Unité de transfert



Commande de distribution automatique

- ❶ Tuyau pour remplissage automatique de réservoir auto-pressurisé
- ❷ Capteur (tête) à raccorder à l'évent pour remplissage automatique
- ❸ Canne pour remplissage automatique de Dewar
- ❹ Vanne pour remplissage manuel
- ❺ Tuyau et canne utilisée pour remplissage manuel
- ❻ Bouton marche/arrêt pour remplissage automatique
- ❼ Voyants EV et LN2 de contrôle du remplissage automatique (à gauche réserv. 1, à droite réserv. 2)

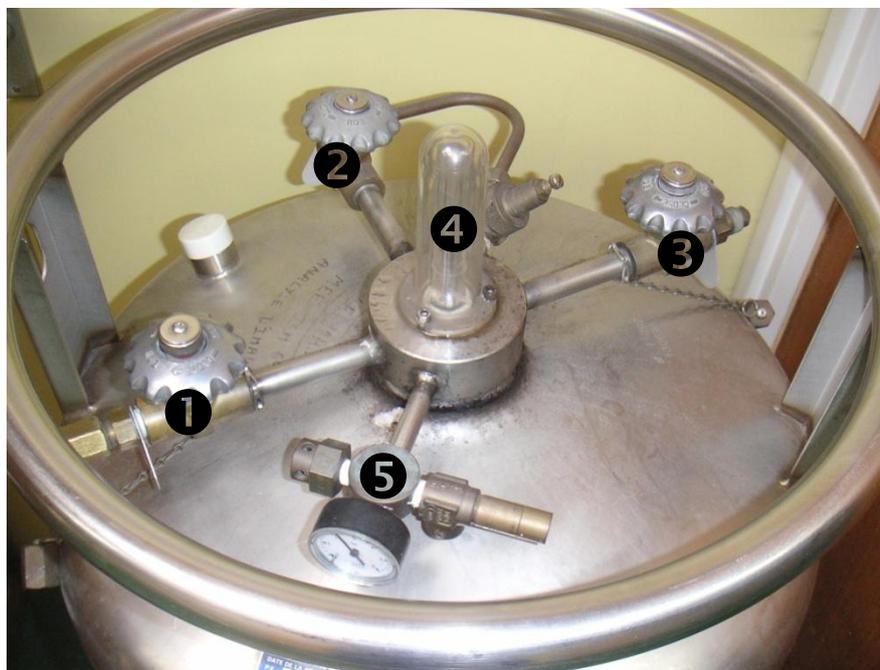
Annexe 2 : Photos des réservoirs pour azote liquide



Réservoir auto-pressurisé



Dewars



Vannes d'un réservoir auto-pressurisé

- ❶ Vanne de remplissage/soutirage liquide
- ❷ Vanne gaz pour mise sous pression
- ❸ Évent
- ❹ Jauge
- ❺ Manomètre + Soupape de sécurité

Annexe 3 : Consignes de sécurité Air liquide

Utilisez les Gaz en toute Sécurité

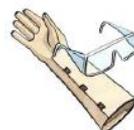
L'Azote Liquide

L'azote liquide est à -196°C et présente des risques de brûlure et d'asphyxie.



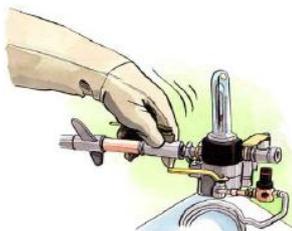
Equipez-vous

Utilisez toujours des **gants** et des **lunettes** de protection pour manipuler l'azote liquide.
Portez des vêtements et chaussures qui couvrent la peau



Manipulez avec précaution

Pour remplir votre récipient (transvasement):



Ouvrez **progressivement** la vanne.
Tenez ou fixez la canne de remplissage
Évitez les **projections** et **débordements**.
Versez **lentement** le liquide.

Ne respirez pas les **vapeurs** d'azote
Aérez la pièce.



Transportez sans risques

Arrimez les récipients et disposez-les dans un compartiment **séparé** et **aéré**.



Si vous transportez l'azote liquide dans un véhicule classique, limitez la quantité (**25 litres maxi**) et ventilez en ouvrant les vitres.

Stockez en toute sécurité



Ne stockez pas vos récipients dans une pièce confinée.

Rangez le récipient **verticalement**, dans un lieu abrité et **bien ventilé**.

Fermez-le avec son **bouchon d'origine** pour limiter l'**évaporation** et éviter la **formation de glace**.



Lisez les **consignes de Sécurité**

