



TE / VSC – SCC
Laboratoire de Chimie



Domaine : Chimie analytique	EDMS : 2716850 N° VSC-SCC : 20220310
Requérant : Anton Dimitrov EP/UCM - 162692	Date de réception : 02.2022
Objet de la demande: <i>Vérification de la présence de solvant de nettoyage résiduel dans des flexibles inox installés dans les systèmes de gaz RPC de l'expérience CMS</i>	
Analyses et rapport réalisés par : Benoit Teissandier	

L'expérience CMS a contacté le Laboratoire de chimie suite à un dysfonctionnement de deux détecteurs RPC. En effet, lors de la mise en fonction en caveau expérimentale en 2022, deux détecteurs présentent des dysfonctionnements lorsqu'ils sont alimentés par les systèmes de gaz prévus à cet effet.

En 2019, CMS a apporté au Bat. 107 des flexibles en acier inoxydable de 18 m de long pour les faire nettoyer. Ce nettoyage a été réalisé avec la machine Firbimatic qui utilise le solvant Dowclene 1601. Ces flexibles présentent une géométrie complexe à sécher.

Une piste plausible qui expliquerait ce dysfonctionnement des détecteurs RPC pourrait être la contamination du mélange gazeux par la présence résiduelle du solvant de nettoyage dans ces flexibles.

Composition et caractéristiques techniques du solvant Dowclene utilisé pour le nettoyage

Fiche de données de sécurité CE



Nom commercial : DOWCLENELM™* 1601 Cleaning Fluid

3.2 Mélanges

Composants dangereux

N°	Dénomination de la substance	Indications complémentaires	
	N° CAS / CE / Index / REACH	Classification (CE) 1272/2008 (CLP)	Concentration
			%
1	3-butoxy-2-propanol		
	5131-66-8 225-878-4 603-052-00-8 01-2119475527-28	Eye Irrit. 2; H319 Skin Irrit. 2; H315	>= 70,00 - < 90,00 % en poids
2	Butoxy-1-propanol		
	15821-83-7 605-138-0 - -	Eye Irrit. 2; H319 Skin Irrit. 2; H315	< 5,00 % en poids



Le solvant est composé principalement de 3-Butoxy-2-propanol et de Butoxy-1-propanol.

Avec une plage d'ébullition autour de 170 °C et une faible pression de vapeur (1 mbar), ce solvant peut présenter des difficultés à sécher dans le cas de pièces avec une géométrie complexe et/ou des retentions.

Les flexibles en acier inoxydable installés à CMS possèdent les caractéristiques d'une pièce délicate à sécher.



Exemple de géométrie d'un flexible inox

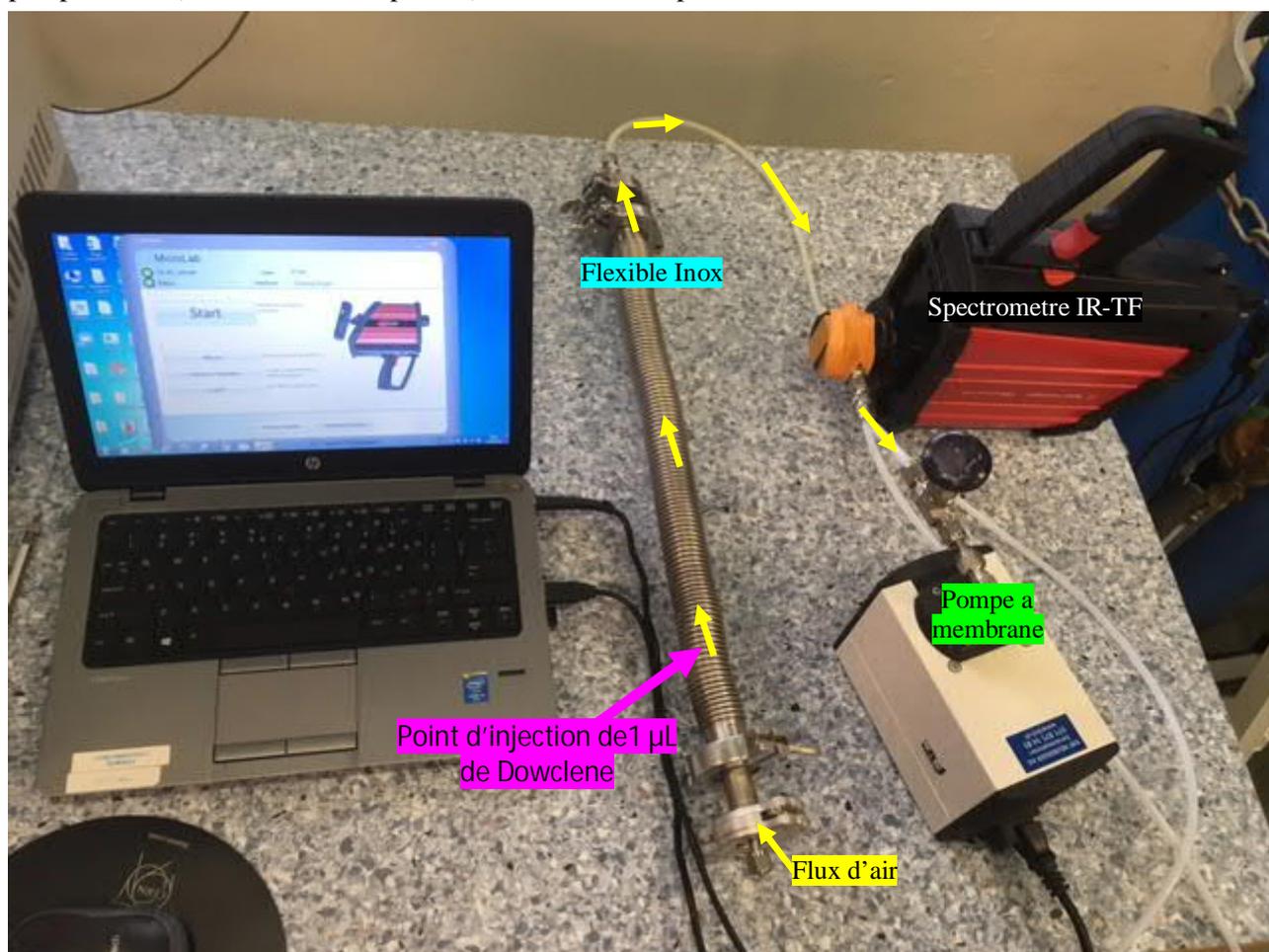
Principales propriétés physiques

Densité, g/cm ³ (20 °C)	0,88
Plage d'ébullition, °C	170 – 175
Point de congélation, °C	< -75
Pression de vapeur, hPa (20 °C)	1,1
Solubilité dans l'eau, % poids	6,3
Point d'éclair, °C	63
Température d'autoinflammation, °C	242
Limite inférieure d'explosivité, vol. % dans l'air	1,1
Limite supérieure d'explosivité, vol. % dans l'air	8,4
Viscosité, mPa · s (20 °C)	3,2
(48 °C)	1,5
Tension superficielle, mN/m (25 °C)	26,1
Chaleur latente de vaporisation, J/g	280
Chaleur spécifique, kJ/kg.K (25 °C)	2,0
Concentration de vapeur saturante dans l'air, g/m ³ (20 °C)	6,1

Développement d'une méthode capable de détecter le solvant Dowclene en phase gazeuse

Un montage en laboratoire a été réalisé afin de simuler la présence du solvant Dowclene dans un flexible inox et vérifier la possibilité de le détecter par deux techniques analytiques : la spectrométrie IR-TF et la spectrométrie de masse avec un Sniffer.

1 µl de solvant liquide a été injecté dans le flexible inox, puis un flux gazeux généré par une pompe à vide (ou de l'azote comprimée) a entraîné les vapeurs de solvant vers les instruments de mesure.

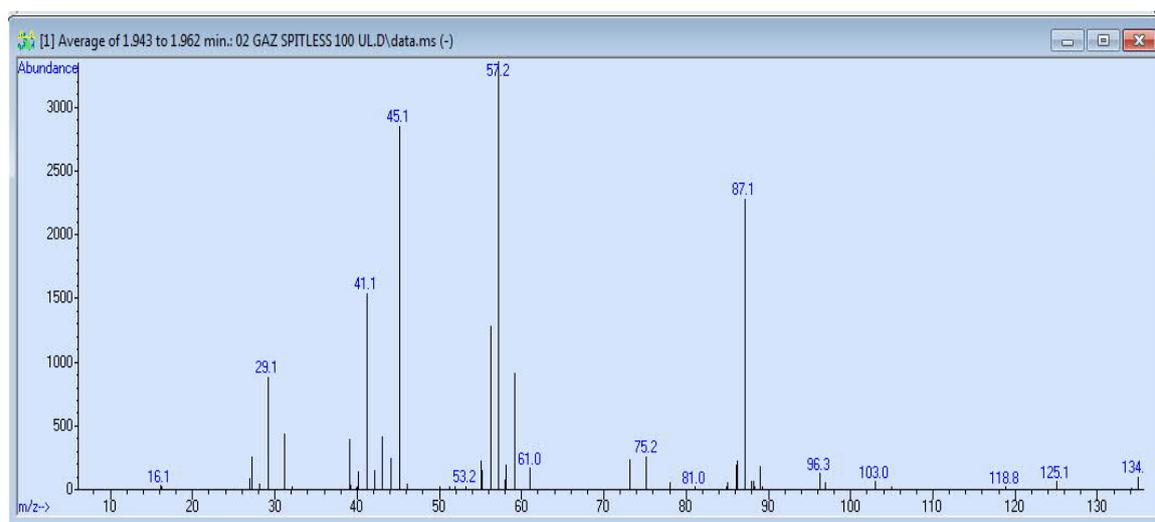


Essais de détection par spectrométrie de masse

L'instrument utilisé est un « sniffer » spectromètre de masse Ecotec E3000 qui est utilisé dans les expériences du CERN pour détecter les fuites de liquides réfrigérants (Ex : C_3F_8 , C_6F_{14} , R134a).



Au préalable une analyse GC-MSD a été réalisée afin d'obtenir le spectre de masse (ci-dessous) du composant principal du solvant Dowclene (3-Butoxy-2-propanol).



A partir de ce résultat, les masses 45 et 57 ont été sélectionnées dans l'instrument Inficon E3000 pour faire la détection du Dowclene en phase gaz.

Observations et résultats obtenus lors de cet essai :

Le solvant étant relativement lourd et assez peu volatil, il semble rester « piégé » dans le capillaire de transfert entre le point de prélèvement (pistolet) et le spectromètre de masse (instrument). Cela donne beaucoup d'instabilité sur le signal mesuré et un temps de réponse anormalement long (plusieurs secondes). Le Dowclene est détectable par cette méthode, mais la mesure n'est pas des plus adaptées dans ce cas précis.

Essais de détection par spectrométrie IR-TF

Pour plus de détail sur cette technique et sur l'instrument utilisé cliquer [« ici »](#)

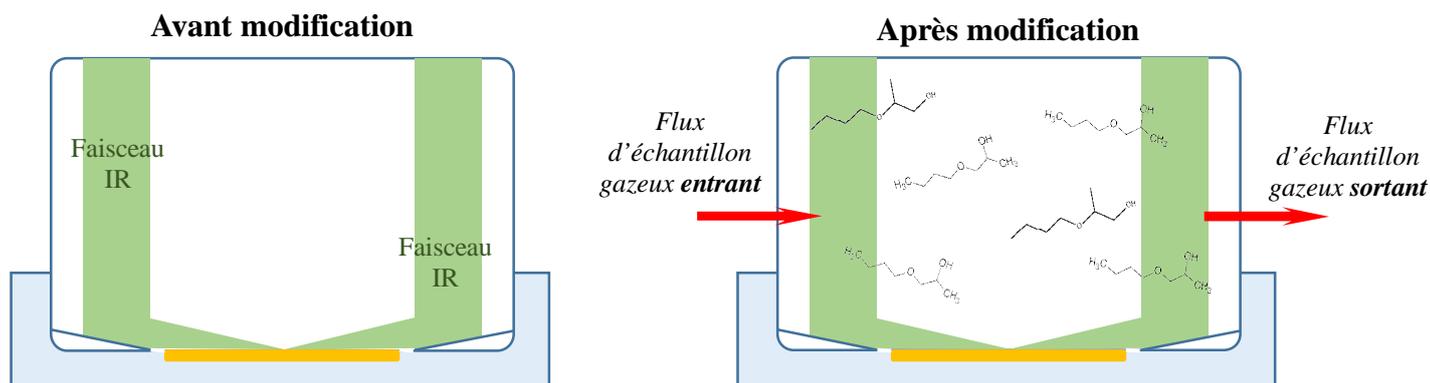
L'instrument utilisé lors de ces essais est un Agilent Exoscan 4100.



Module de mesure par Angle rasant 82°



La cellule de mesure par angle rasant a été modifiée pour en faire une cellule de mesure en phase gazeuse. Deux trous ont été percés et des tubes d'alimentation ont été fixés afin de faire circuler le mélange gazeux à l'intérieur.



Observations et résultats obtenus lors de cet essai :

Le spectromètre IR-TF détecte quasi instantanément la présence du solvant Dowclene dans le flux gazeux. Le spectre est clairement défini (cf. Fig.1) et il est similaire à celui de la base de données NIST (cf. Fig.2).

Il semble que la spectrométrie infrarouge soit la méthode la mieux adaptée pour mettre en évidence la présence de solvant résiduel de type Dowclene dans des pièces complexe en général mais également dans les flexibles inox de l'expérience CMS. En effet, il s'agit d'une technique portable et disponible au CERN, sélective pour un type de contamination, sensible à des faibles niveaux de détection (niveau du ppm), rapide (quelques secondes), et relativement simple à mettre en œuvre dans la cave expérimentale de CMS.

Fig. 1 : Analyses IR-TF des traces du solvant Dowclene dans le flux gazeux

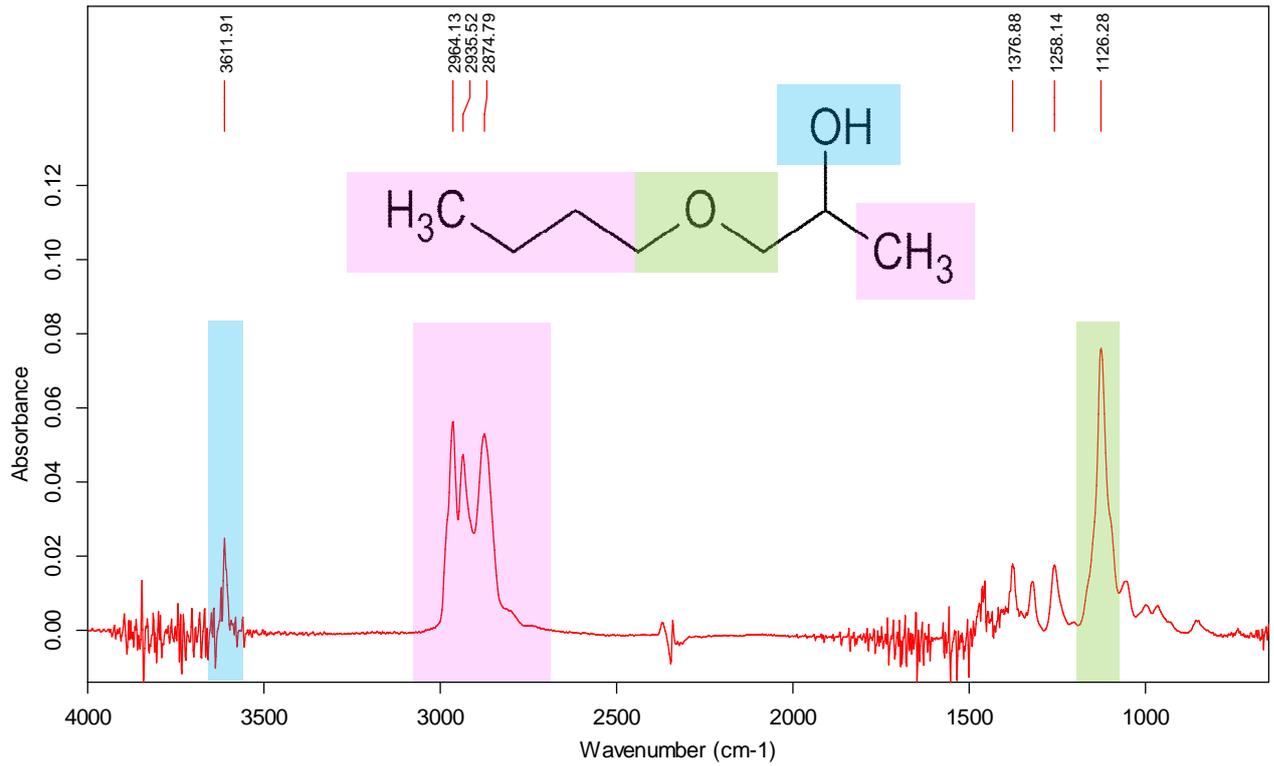
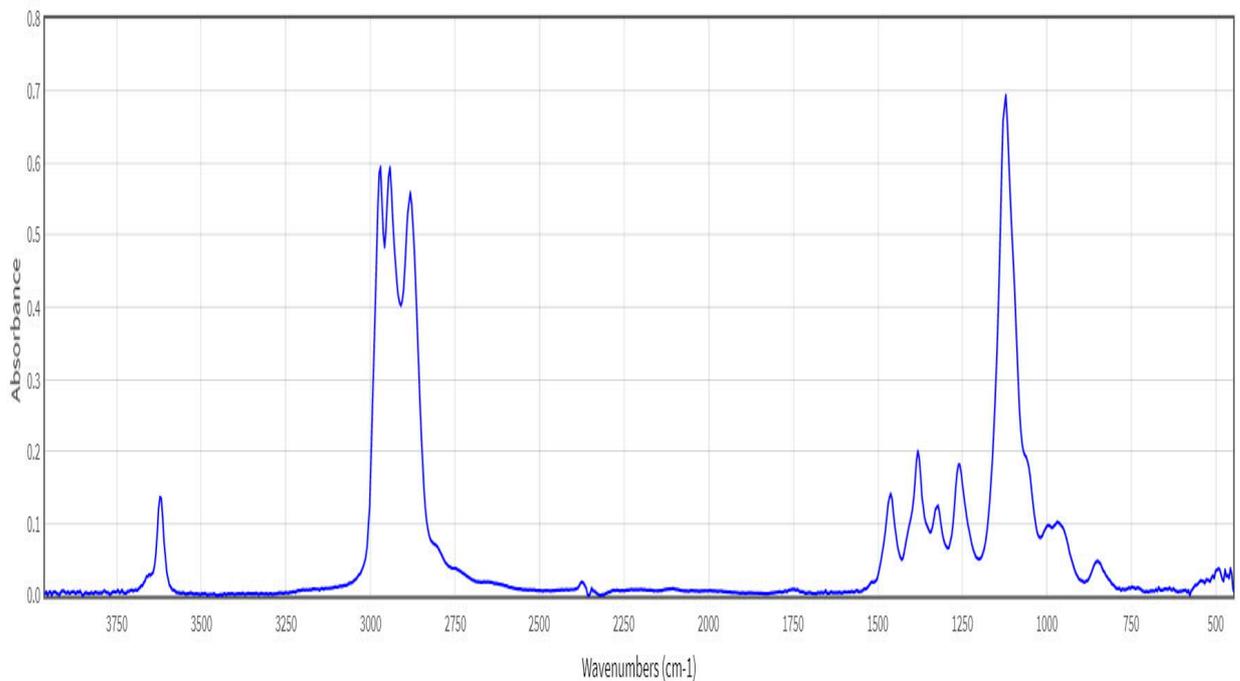


Fig. 2 : Spectre IR-TF (NIST Database) du 1-butoxy-2-propanol (phase gazeuse)



Tests additionnels de sélectivité de la mesure par IR-TF en phase gazeuse :

Lors de la mesure sur site à CMS et malgré une purge d'air sec ou d'azote du circuit à analyser, des traces du mélange gazeux RPC (CH_2FCF_3 / SF_6 / C_4H_{10}) pourraient être présentes dans le mélange gazeux et interférer l'analyse de traces du Dowclene. Afin de vérifier l'influence de ces potentielles interférences, le mélange RPC a été injecté dans le flexible en acier inoxydable afin d'enregistrer son spectre IR-TF (Fig. 3).

La superposition spectrale IR-TF du mélange RPC et du solvant Dowclene (Fig. 4) montre qu'il est possible de mesurer la présence de Dowclene en suivant la bande d'absorption de la fonction éther (R-O-R') à 1129 cm^{-1} . Aucune absorbance n'est visible sur le spectre du mélange RPC à cette longueur d'onde spécifique.

Fig. 3 : Analyses IR-TF du mélange gazeux RPC

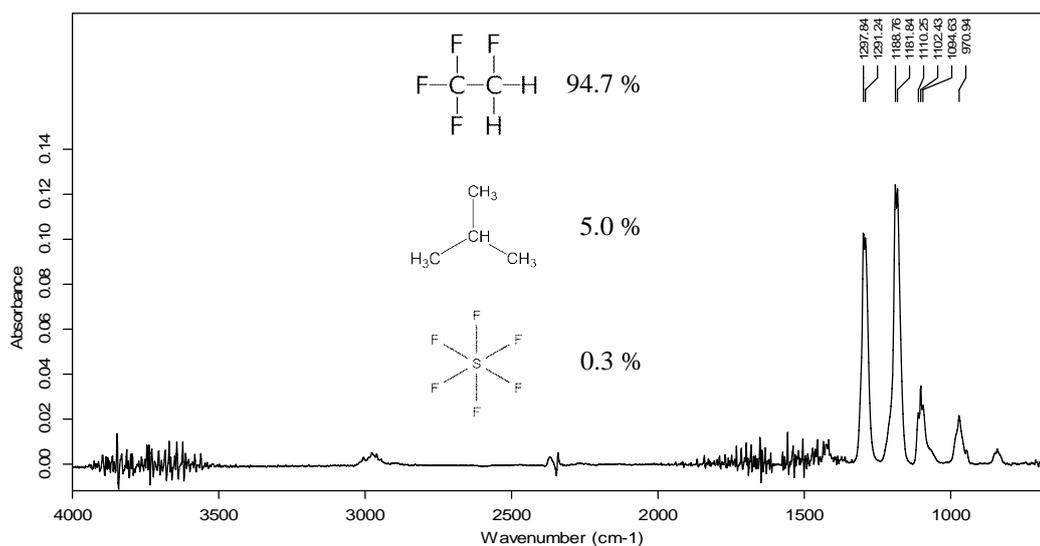
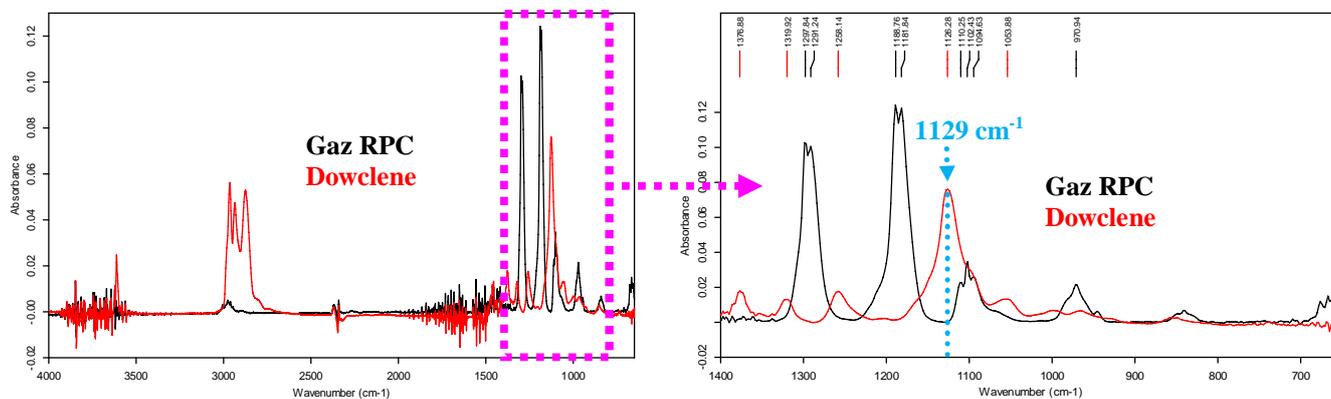


Fig. 4 : Superposition spectrale IR-TF du mélange gazeux RPC et du Dowclene



Conclusion des tests en phase laboratoire

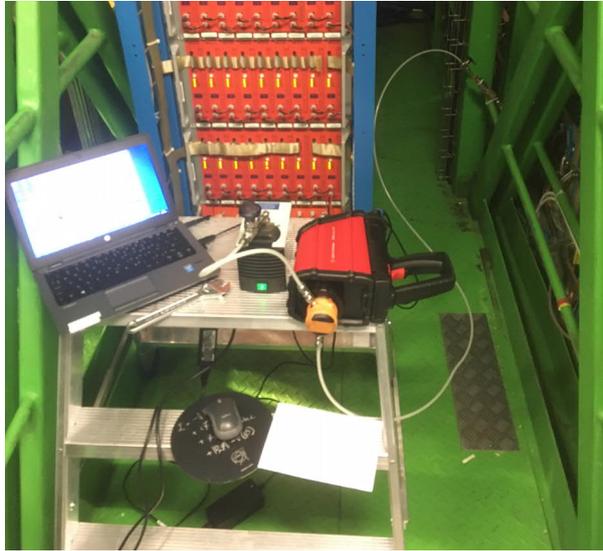
Le sniffer MS n'est pas adapté dans ce cas pour mesurer la présence de solvant Dowclene.

L'utilisation de la spectrométrie IR-TF pour détecter la présence de traces de solvant Dowclene dans le système de gaz des RPC de CMS est validée.

Mesures in situ (CMS) de la présence de Dowclene dans le système de gaz RPC

Les 23 et 24 février 2022, durant deux demi-journées, des mesures ont été réalisées dans la caverne expérimentale de CMS sur trois parties du système de gaz des RPC :

- 61 - Supply
- 66 - Supply
- 87 - Supply



Installation du matériel pour réaliser les analyses



Point de prélèvement dans la caverne de CMS

Résultats et conclusions:

Malgré les purges du système de gaz avec de l'azote, les mesures IR-TF réalisées sur les trois points de prélèvements à CMS montrent la présence de traces résiduelles de mélange gazeux RPC dans le réseau. Cette présence reste suffisamment faible pour permettre la détection de la présence de Dowclene à travers le pic d'absorbance à 1129 cm^{-1} .

Les différentes mesures IR-TF (Fig. 5, 6 et 7) réalisées sur les trois points de prélèvements (« 61 – supply », « 66 – supply » et « 87 – supply ») permettent de conclure qu'aucune trace de solvant Dowclene n'a été détectée dans les circuits.

Ces mesures permettent de conclure qu'il n'y a pas de solvant de nettoyage Dowclene (utilisé au Bat.107) dans les systèmes de gaz testés à CMS.

Une analyse complémentaire pour vérifier de l'état de propreté d'un tube inox provenant du système de gaz de CMS a été réalisée au Laboratoire de chimie. Le spectre IR-TF (Fig. 8) des résidus d'extraction par du n-hexane montre que l'intérieur de ce tube en acier inoxydable est parfaitement propre et compatible avec les applications UHV.

Fig. 5 : Quelques exemples d'analyses IR-TF in situ du gaz présent dans le circuit « 61 – supply »

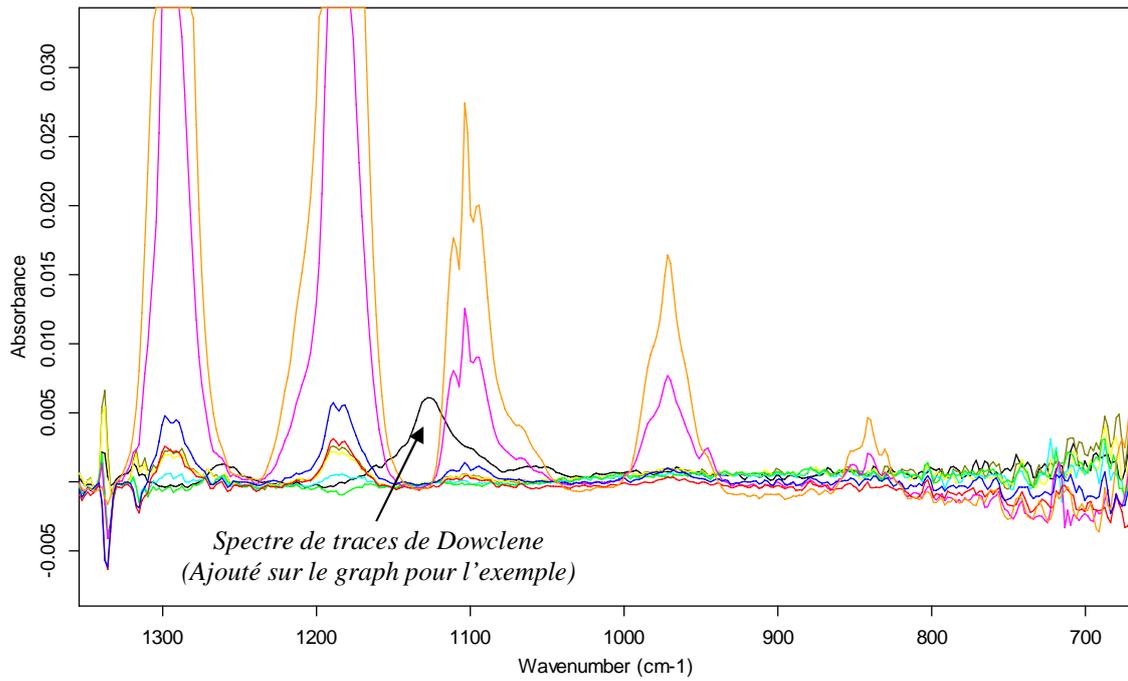


Fig. 6 : Quelques exemples d'analyses IR-TF in situ du gaz présent dans le circuit « 66 – supply »

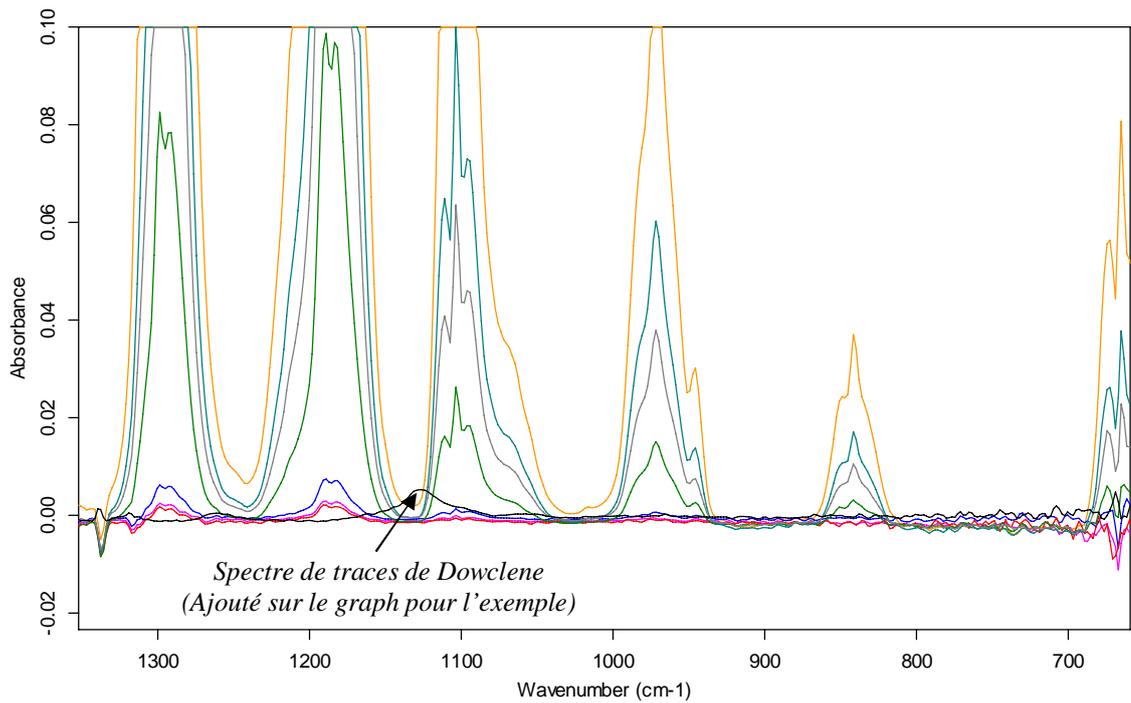


Fig. 7 : Quelques exemples d'analyses IR-TF in situ du gaz présent dans le circuit « 87 – supply »

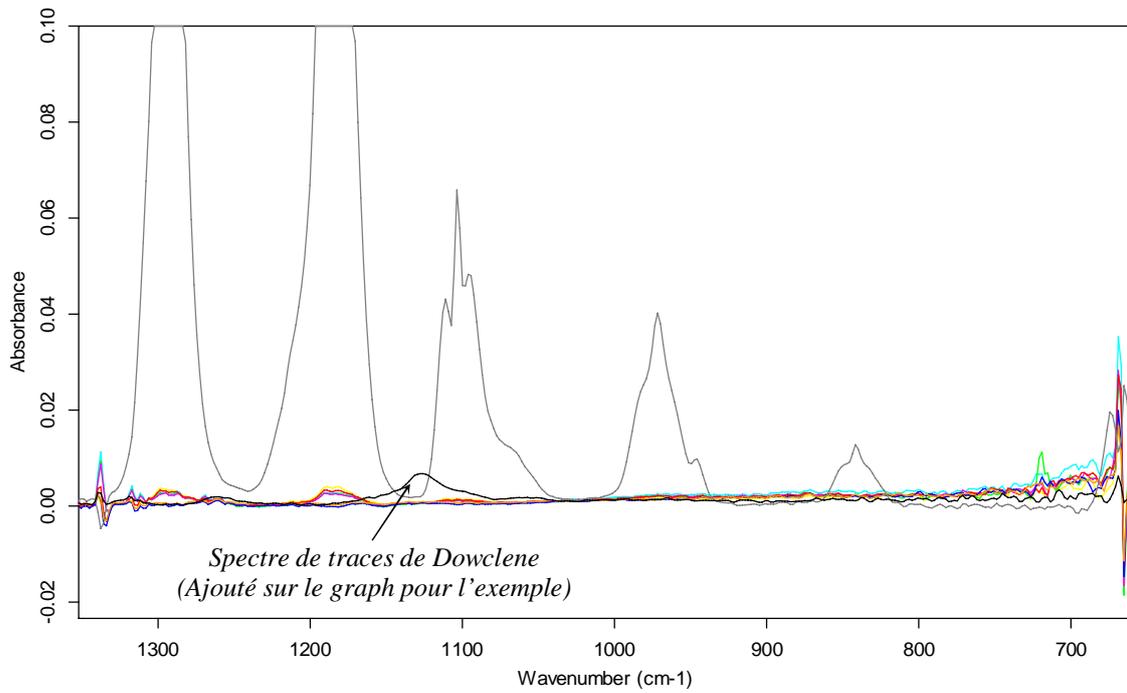


Fig. 8 : Spectre IR-TF des résidus d'extraction du tube en acier inoxydable
(L = 900 mm, D_{int.} = 14 mm)

