



(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
09.04.2003 Bulletin 2003/15

(51) Int Cl.7: **B08B 3/08**

(21) Numéro de dépôt: **01810960.3**

(22) Date de dépôt: **03.10.2001**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

• **Rychen, Philippe**
68640 Muespach-le-Haut (CH)
• **Haenni, Werner**
2034 Peseux (CH)

(71) Demandeur: **C.S.E.M. CENTRE SUISSE
D'ELECTRONIQUE ET DE MICROTECHNIQUE
SA**
2007 Neuchâtel (CH)

(74) Mandataire: **Gresset, Jean**
GLN
Gresset & Laesser Neuchâtel
Puits-Godet 8A
2000 Neuchâtel (CH)

(72) Inventeurs:
• **Perret, André**
2206 Les Geneveys-sur-Coffrane (CH)

(54) **Système de nettoyage de pièces**

(57) L'invention concerne un procédé de nettoyage de pièces (12,14) souillées par des résidus organiques, caractérisé en ce qu'il consiste à se doter d'un électrolyte de lavage et à effectuer ensuite, de manière cyclique et jusqu'à élimination complète des résidus, les opérations :

- d'activation de l'électrolyte par oxydation dans une cellule électrochimique (24), puis
- de mise en contact de l'électrolyte activé avec les pièces.

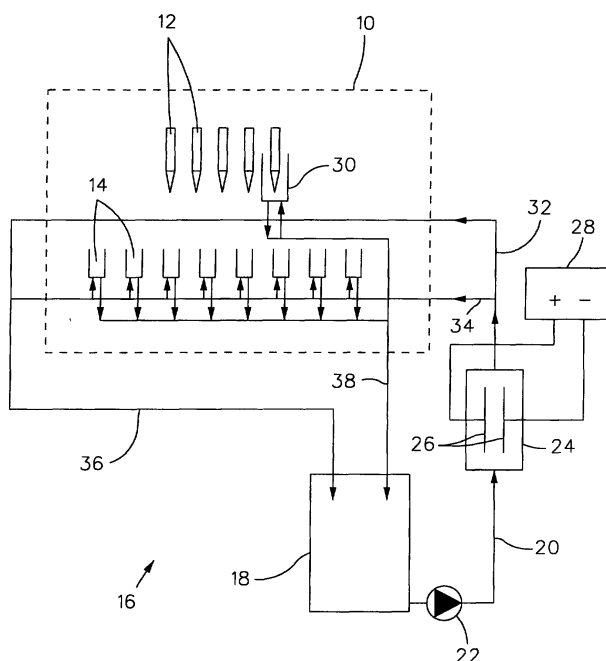


Fig.1

Description

[0001] La présente invention concerne un procédé de nettoyage de pièces souillées par des matières organiques résiduelles. Elle trouve une application particulièrement intéressante pour le nettoyage d'un automate d'analyse chimique, dispositif bien connu qui prélève par succion des échantillons de liquide dans une plaque de titrage au moyen de seringues et va les déverser dans des cuvettes d'analyse.

[0002] La présente invention concerne aussi une installation mettant en oeuvre le procédé ci-dessus pour le nettoyage d'un automate d'analyse.

[0003] Les analyses chimiques actuelles demandent une telle précision, surtout dans le domaine des basses concentrations, que les molécules résiduelles fixées sur les parois des seringues et des cuvettes suffisent à provoquer des contaminations croisées, ce qui est particulièrement grave pour les analyses médicales.

[0004] Les procédés actuels de nettoyage mettent en oeuvre un lavage par des solutions acides, basiques et/ou alcooliques et des rinçages à l'eau déminéralisée. Il est aussi possible d'utiliser une solution de type Deconex activée par ultrasons puis rincée à l'eau déminéralisée. Mais ces méthodes ne permettent pas toujours d'obtenir une propreté suffisante, vu l'abaissement des seuils de détection des analyses.

[0005] La présente invention a pour but de fournir une technique de nettoyage capable d'éliminer toute trace de résidu d'un automate d'analyse.

[0006] De façon plus précise, l'invention concerne un procédé de nettoyage d'une pièce souillée par des résidus organiques, caractérisé en ce qu'il consiste à se doter d'un électrolyte de lavage, et à effectuer ensuite, de manière cyclique et jusqu'à élimination complète des résidus, les opérations :

- d'activation de l'électrolyte par oxydation dans une cellule électrochimique, puis
- de mise en contact de l'électrolyte activé avec la pièce à nettoyer.

[0007] De façon avantageuse, l'électrolyte est une solution neutre ou légèrement acide d'un sel de sulfate.

[0008] L'invention concerne également un système de nettoyage d'un récipient, mettant en oeuvre le procédé ci-dessus, caractérisé en ce qu'il comporte :

- une cellule électrochimique permettant l'activation par oxydation de l'électrolyte de lavage, et
- des moyens pour faire circuler l'électrolyte en circuit fermé de la cellule au récipient puis de celui-ci à la cellule.

[0009] Dans ce cas, un réservoir pour l'électrolyte de lavage est préférablement placé entre le récipient et la cellule.

[0010] L'invention concerne aussi un système de nettoyage d'un objet mettant en oeuvre le même procédé, caractérisé en ce qu'il comporte :

- une cellule électrochimique permettant l'activation par oxydation de l'électrolyte,
- une cuvette de lavage destinée à recevoir l'objet, et
- des moyens pour faire circuler l'électrolyte de lavage en circuit fermé de la cellule à la cuvette puis de celle-ci à la cellule.

[0011] Dans ce cas, un réservoir pour l'électrolyte de lavage est préférablement placé entre la cuvette et la cellule.

[0012] De préférence, la cellule est du type monopolaire ou bipolaire et ses électrodes sont revêtues de diamant dopé.

[0013] L'invention sera mieux comprise à la lumière de la description qui va suivre, faite en regard de la figure unique annexée, sur laquelle on a représenté un automate d'analyse 10 qui fait intervenir des aiguilles d'injection 12 et des cuvettes d'analyse 14. Cet automate est avantageusement du type "Lisa 500 Plus" commercialisé par HYCEL Diagnostics. Il ne sera donc pas décrit plus en détail.

[0014] Le système de nettoyage 16 selon l'invention permet, à la fin d'un cycle d'analyse, de nettoyer les aiguilles 12 et les cuvettes 14, souillées par des matières organiques résiduelles.

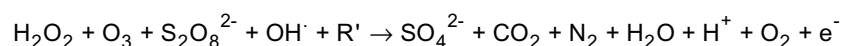
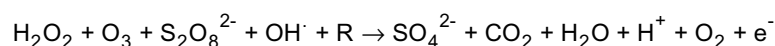
[0015] Le système 16 comporte une cuve réservoir 18 qui contient initialement une solution neutre ou légèrement acide d'un sel de sulfate, le cation étant choisi de manière à ne pas influencer les analyses. La cuve 18 est reliée par un conduit 20, à travers une pompe 22, à l'entrée d'une cellule électrochimique 24, monopolaire ou bipolaire, munie d'électrodes en, ou revêtues de, diamant dopé 26 reliées à un générateur de tension 28. Cette cellule est avantageusement du type décrit dans la demande de brevet EP 00810147.9.

[0016] La sortie de la cellule 24 est reliée, d'une part, par un conduit 32, au fond d'une cuvette de nettoyage 30 des aiguilles 12 et, d'autre part, par un conduit 34, au fond des cuvettes d'analyse 14. Des électrovannes permettent de diriger le liquide issu de la cellule 24 soit vers les cuvettes 30 et 14, soit directement vers la cuve réservoir 18 par un conduit 36. Chaque cuvette est munie d'un trop-plein et de moyens pour collecter le liquide évacué et l'envoyer à la

cuve réservoir 18 par un conduit 38. L'ensemble de ces éléments fait partie de l'automate d'analyse 10. Ils ne seront donc ni décrits ni représentés en détail.

[0017] En fonctionnement, pour procéder à une opération de nettoyage, la solution de lavage, par exemple du sulfate de sodium, stockée dans la cuve réservoir 18, est amenée par la pompe 22 à la cellule électrochimique 24, où elle est activée par oxydation, le sulfate réagissant pour donner des ions persulfate ($S_2O_8^{2-}$), de l'ozone (O_3), du peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et des radicaux hydroxyles ($OH\cdot$) connus pour oxyder tout type de molécules organiques.

[0018] L'électrolyte de lavage ainsi activé alimente en permanence les cuvettes d'analyse 14 et la cuvette de nettoyage 30 dans laquelle sont plongées tour à tour les aiguilles 12. Les résidus organiques R adsorbés sur les parois des cuvettes et des aiguilles se trouvent alors attaqués par les oxydants de l'électrolyte activé et dégradés selon les équations d'oxydation de principe suivantes :



dans lesquelles R est un résidu non azoté et R' est un résidu azoté.

[0019] Les produits finaux de la dégradation des résidus ne posent aucun problème de recyclage. En effet, CO_2 , O_2 et N_2 sont des gaz et s'échappent donc naturellement dans l'atmosphère. Par ailleurs, l'eau et les sulfates (SO_4^{2-}) sont entraînés vers la cuve réservoir 18 par le conduit 36 et seront oxydés dans la cellule 24 lors du prochain cycle en ozone et en peroxyde d'hydrogène à partir de l'eau et en persulfate à partir des sulfates, participant ainsi à un nouveau lavage.

[0020] Le procédé de nettoyage selon l'invention permet d'atteindre, au niveau des parois des aiguilles d'injection et des cuvettes d'analyse, des concentrations en molécules organiques résiduelles bien inférieures aux seuils de détection des appareils d'analyse courants. Le procédé permet en outre un fonctionnement en continu du système et le recyclage de l'électrolyte de lavage.

[0021] On notera que, pour des raisons évidentes de différence des volumes mis en jeu, la totalité du liquide de lavage mis en mouvement ne participe pas à la réaction chimique qui réalise effectivement le nettoyage. Ainsi, l'électrolyte demeuré à l'état activé retourne directement au réservoir 18 par le conduit 36 pour participer au cycle suivant.

[0022] La durée de vie des radicaux hydroxyles produits dans la cellule 24 étant extrêmement courte, le fonctionnement cyclique et continu du système permet d'assurer que l'activation précède immédiatement le lavage et de travailler toujours avec un électrolyte fraîchement activé. L'opération est prolongée le temps nécessaire au nettoyage complet des aiguilles d'injection 12 et des cuvettes d'analyse 14. Les molécules organiques, partiellement oxydées lors d'un passage sur les cuvettes et/ou les aiguilles, sont acheminées dans le circuit, où elles seront totalement oxydées (en CO_2 , N_2 , H_2O , etc.) lors d'un passage ultérieur dans la cellule 24.

[0023] On notera que, selon une variante de l'invention, la cellule électrochimique 24 pourrait être placée dans la cuve 18.

[0024] L'invention a été décrite en faisant référence à son application au nettoyage d'un automate d'analyse. Mais il va de soi qu'elle peut être utilisée pour le nettoyage de n'importe quels autres récipients ou pièces souillés par des traces de matières organiques.

Revendications

1. Procédé de nettoyage d'une pièce (12,14) souillée par des résidus organiques, **caractérisé en ce qu'il** consiste à se doter d'un électrolyte de lavage et à effectuer ensuite, de manière cyclique et jusqu'à élimination complète desdits résidus, les opérations :

- d'activation dudit électrolyte par oxydation dans une cellule électrochimique (24), puis
- de mise en contact de l'électrolyte activé avec ladite pièce.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** ledit électrolyte est une solution neutre ou légèrement acide d'un sel de sulfate.

3. Système de nettoyage d'un récipient (14), mettant en oeuvre le procédé selon l'une des revendications 1 et 2, **caractérisé en ce qu'il** comporte :

EP 1 300 201 A1

- une cellule électrochimique (24) permettant l'activation par oxydation de l'électrolyte, et
- des moyens pour faire circuler l'électrolyte en circuit fermé, à l'état activé, de la cellule (24) au récipient (14) puis, à l'état non activé, de celui-ci à la cellule.

5 4. Système selon la revendication 3, **caractérisé en ce qu'il** comporte, en outre, un réservoir (18) pour l'électrolyte de lavage, placé entre le récipient (14) et la cellule (24).

5. Système selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** ladite cellule (24) est placée dans le réservoir (18).

10 6. Système de nettoyage d'un objet (12) mettant en oeuvre le procédé selon l'une des revendications 1 et 2, **caractérisé en ce qu'il** comporte :

- une cellule électrochimique (24) permettant l'activation par oxydation de l'électrolyte,
- une cuvette de lavage (30) destinée à recevoir ledit objet, et
- 15 - des moyens pour faire circuler l'électrolyte en circuit fermé de la cellule (24) à la cuvette (30) puis de celle-ci à la cellule.

7. Système selon la revendication 6, **caractérisé en ce qu'il** comporte, en outre, un réservoir (18) pour l'électrolyte de lavage, placé entre la cuvette de lavage (30) et la cellule (24).

20 8. Système selon l'une des revendications 3 à 7, **caractérisé en ce que** la cellule (24) comporte des électrodes (26) revêtues de diamant dopé.

9. Système selon l'une des revendications 3 à 7, **caractérisé en ce que** la cellule (24) est monopolaire.

25 10. Système selon l'une des revendications 3 à 7, **caractérisé en ce que** la cellule (24) est bipolaire.

30

35

40

45

50

55

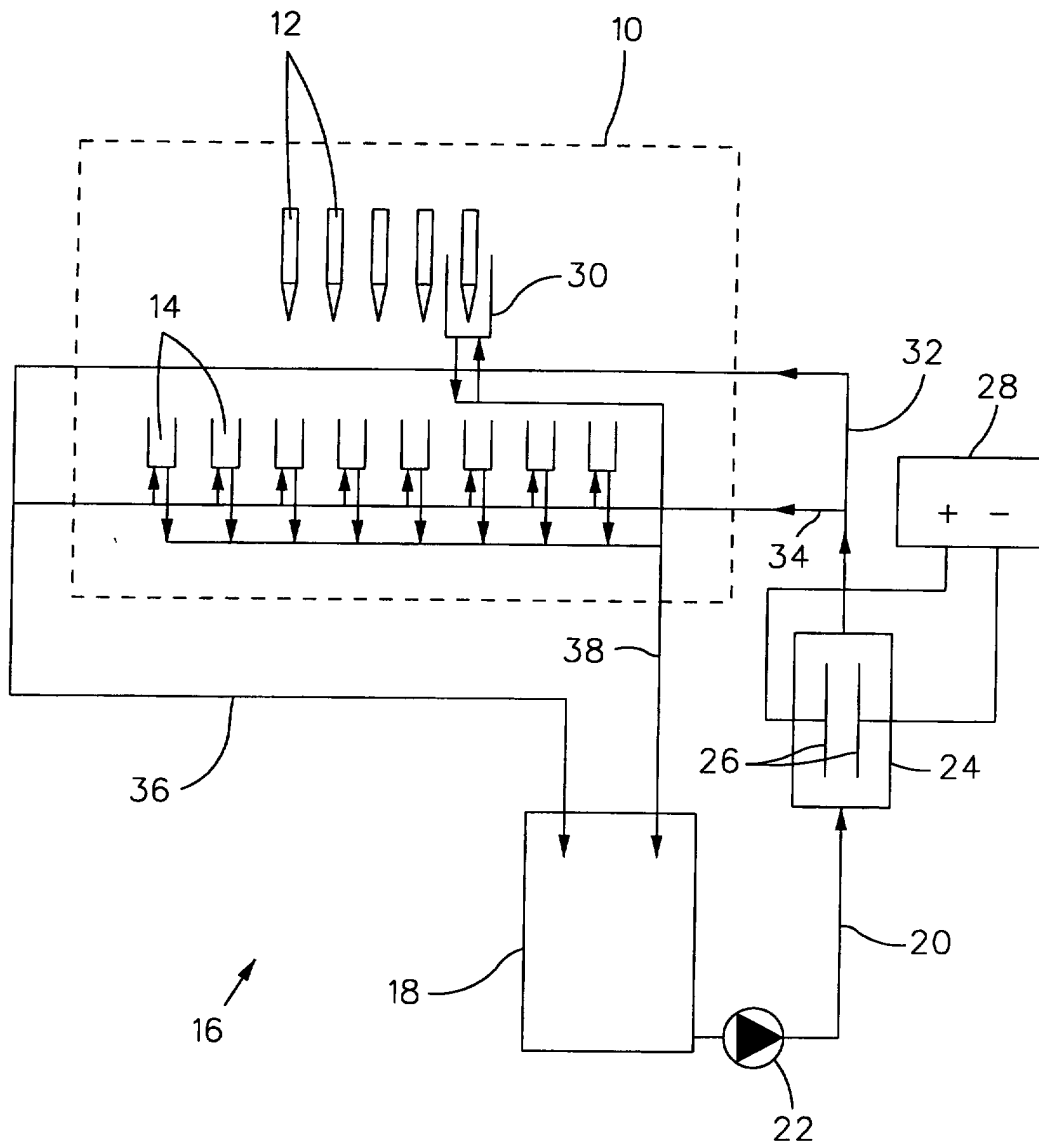


Fig.1



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 01 81 0960

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.7)
X	US 5 578 193 A (AOKI HIDEMITSU ET AL) 26 novembre 1996 (1996-11-26) * abrégé; figures 1,3 *	1,3-7,9	B08B3/08
Y	* colonne 3, ligne 36 - colonne 5, ligne 64 *	8,10	
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 013, no. 199 (C-594), 11 mai 1989 (1989-05-11) & JP 01 022249 A (MORITA MFG CO LTD), 25 janvier 1989 (1989-01-25) * abrégé * -& DATABASE WPI Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1998-512412 XP002191454 * abrégé *	1,3-7,9	
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 13, 30 novembre 1998 (1998-11-30) & JP 10 223588 A (SASAKURA ENG CO LTD), 21 août 1998 (1998-08-21) * abrégé * -& DATABASE WPI Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1998-151305 XP002191455 * abrégé *	1,2,6,7,9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7)
D,Y	EP 1 031 645 A (SUISSE ELECTRONIQUE MICROTECH) 30 août 2000 (2000-08-30) * abrégé; figure 1 *	8,10	B08B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 26 février 2002	Examineur Plontz, N
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 03 82 (P04002)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 01 81 0960

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

26-02-2002

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication		Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5578193	A	26-11-1996	JP	2859081 B2	17-02-1999
			JP	6260480 A	16-09-1994
			JP	2581403 B2	12-02-1997
			JP	7051675 A	28-02-1995
			CN	1092477 A	21-09-1994
			DE	69306542 D1	23-01-1997
			DE	69306542 T2	15-05-1997
			EP	0605882 A1	13-07-1994
			KR	9609070 B1	10-07-1996
JP 01022249	A	25-01-1989	JP	1821240 C	27-01-1994
			JP	5028141 B	23-04-1993
JP 10223588	A	21-08-1998	JP	3118201 B2	18-12-2000
EP 1031645	A	30-08-2000	FR	2790268 A1	01-09-2000
			EP	1031645 A1	30-08-2000
			US	6306270 B1	23-10-2001

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82