

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 619 920**

②1 N° d'enregistrement national :

**88 10539**

⑤1 Int Cl<sup>4</sup> : G 01 N 21/78.

①2

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 29 juillet 1988.

③0 Priorité : DE, 1<sup>er</sup> septembre 1987, n° P 37 29 079.7.

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 9 du 3 mars 1989.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : DRAGERWERK AKTIENGESELLSCHAFT.  
— DE.

⑦2 Inventeur(s) : Rainer Bommer.

⑦3 Titulaire(s) :

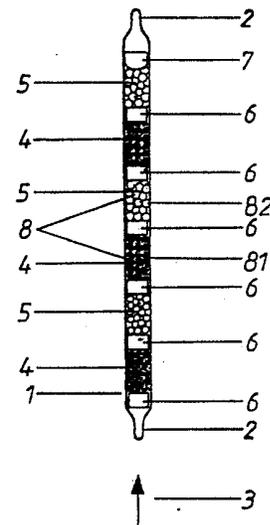
⑦4 Mandataire(s) : Cabinet Germain & Maureau.

⑤4 Tube à essai colorimétrique avec zone de traitement préalable et zone indicatrice.

⑤7 Un tube à essai colorimétrique avec une charge poreuse qui comporte une zone indicatrice munie d'un indicateur, laquelle est précédée d'une zone de traitement préalable qui porte une substance de traitement préalable avec laquelle la substance à détecter forme des produits qui engendrent un changement de teinte dans la zone indicatrice, doit être amélioré de façon que sa plage indicatrice soit élargie à des concentrations supérieures de substance à détecter, et de façon que la substance à détecter puisse accéder à une indication colorimétrique même si la première substance de traitement préalable est épuisée.

A cet effet, il est prévu que la charge 8 soit constituée d'une succession de plusieurs zones de traitement préalable 4 et zones indicatrices 5 alternées.

Application à la détection de gaz.



2 619 920 - A1

**Tube à essai colorimétrique****avec zone de traitement préalable et zone indicatrice**

La présente invention concerne un tube à essai colorimétrique avec une charge poreuse qui comporte un zone indicatrice munie d'un indicateur, à laquelle est associée une zone de traitement préalable qui porte une substance de traitement préalable avec laquelle la substance à déceler forme des produits qui engendrent un changement de teinte dans la zone indicatrice.

Dans les tubes à essai dans lesquels la teinte de l'indicateur présent dans la zone indicatrice n'est pas directement modifiée par la substance à déceler, on place avant la zone indicatrice une zone de traitement préalable qui forme avec la matière à déceler des produits qui engendrent un changement de teinte de l'indicateur. Un tube à essai de ce type est par exemple décrit dans le brevet allemand DE-28 55 648.

Selon ce document, il est prévu pour déceler des aérosols d'hydroxyde de sodium et/ou d'oxyde de calcium une zone de traitement préalable qui est imprégnée de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . L'imprégnation forme avec les aérosols du  $\text{NH}_3$  qui engendre un changement de teinte dans la couche indicatrice consécutive, laquelle est imprégnée d'un acide et de bleu de bromphénol.

Un autre tube à essai connu, pour déceler la présence d'hydrogène, comporte une zone de traitement préalable qui est muni d'un catalyseur au palladium, qui forme avec l'hydrogène à déceler et l'oxygène de l'air de la vapeur d'eau, laquelle engendre un changement de teinte dans la couche indicatrice imprégnée de dioxyde de sélénium et d'acide sulfurique (document allemand : "Prüfröhrchen-Taschenbuch" -petit manuel des tubes à essai-, Drägerwerk AG, Lübeck, mai 1985, page 160).

La formation des produits dans la zone de traitement préalable s'effectue quantitativement, de sorte que le gain est déterminé d'une part par la composition stoechiométrique de la substance de traitement préalable et d'autre part par l'efficacité du catalyseur. Si la quantité de substance à déceler dépasse la capacité de la substance de traitement préalable, la partie excédentaire de substance à déceler passe dans la couche indicatrice, sans pouvoir contribuer à son changement de teinte. La conséquence en est un résultat de mesure erroné. D'autre part, le catalyseur utilisé peut être "intoxiqué" par une charge excessive de substance à déceler, de sorte que son efficacité diminue, voire cesse totalement. La conséquence en est que le catalyseur laisse la substance à déceler traverser la zone de traitement préalable sans être modifiée, de sorte que le changement de teinte consécutif

dans la zone indicatrice n'est pas obtenu. A nouveau, le résultat de mesure est ainsi faussé.

La présente invention a pour but d'améliorer un tube à essai colorimétrique du type mentionné en introduction de façon que sa plage  
5 indicatrice soit élargie à des concentrations supérieures de substance à déceler, et de façon que la substance à déceler fournie puisse accéder à une indication colorimétrique même si la première substance de traitement préalable est épuisée.

Selon l'invention, ce but est atteint par le fait que la charge est  
10 constituée d'une succession de plusieurs zones de traitement préalable et zones indicatrices alternées.

L'avantage de l'invention réside essentiellement dans le fait qu'à la suite de l'épuisement de la première zone de traitement préalable et par suite de l'arrêt du changement de teinte dans la première zone indicatrice  
15 associée à la zone précitée, la substance à déceler qui continue à être fournie passe dans la zone de traitement préalable suivante, dans laquelle sont à nouveau formés des produits qui engendrent un changement de teinte dans la zone indicatrice consécutive. Si cette deuxième zone de traitement  
20 préalable devait elle-aussi être épuisée, des zones de traitement préalable et des zones indicatrices supplémentaires consécutives peuvent engendrer l'indication correspondant à l'excédent résiduel de substance à déceler. Le montage successif, "en cascade", de plusieurs zones de traitement préalable et zones indicatrices permet de réduire considérablement l'erreur de mesure, involontaire et parfois indécélable, due à l'épuisement de substances de  
25 traitement préalable.

Selon un mode de réalisation simple de l'invention, il peut être prévu que la charge consiste en un substrat porteur granuleux, qui est imprégné par couches de la substance de traitement préalable et de l'indicateur. Le montage successif de plusieurs couches indicatrices, à chaque fois séparées  
30 par une couche de traitement préalable, engendre une indication de changement de teinte par paliers dans chaque couche indicatrice : lorsque la première couche de traitement préalable est épuisée et que l'indication de teinte dans la première couche indicatrice consécutive ne se modifie plus, la deuxième couche de traitement préalable prend en charge la formation des  
35 produits de réaction qui engendrent un changement de teinte dans la deuxième couche indicatrice consécutive. Ce processus peut s'allonger à volonté, selon le nombre des couches successives supplémentaires prévues.

L'indication globale du tube à essai est alors obtenue en additionnant les longueurs de changement de teinte individuelles dans les différentes couches indicatrices.

Les longueurs des différentes couches peuvent être adaptées aux exigences individuelles de chaque application. Il est notamment possible, en raccourcissant les longueurs de couches nécessaires, d'augmenter la résolution de l'indication. Il est particulièrement avantageux de réaliser la charge sous la forme un mélange de substrat poreux granuleux qui est imprégné pour une partie de la substance de traitement préalable et pour une autre partie de l'indicateur. On obtient ainsi un mélange de zone de traitement préalable et de zone indicatrice, qui apporte une augmentation de la sensibilité de décellement. Ce faisant, la zone de traitement préalable et la zone indicatrice sont réparties sur toute la longueur du tube à essai. La zone de changement de teinte progresse ainsi dans le sens de l'écoulement de la substance à déceler à travers le tube à essai, ce tant que du substrat porteur granuleux non épuisé est encore disponible.

Un tube à essai pourvu d'un tel mélange possède le grand avantage que le produit de réaction formé ne doit plus traverser une couche de traitement préalable plus ou moins longue pour atteindre la couche indicatrice, mais il peut au contraire atteindre l'indicateur dès qu'il est formé. La substance de traitement préalable et l'indicateur se trouvent en effet sur des grains directement voisins.

Un tel tube à essai permet en outre de faire s'écouler la substance à déceler par une extrémité comme par l'autre, sans qu'un sens préférentiel d'écoulement soit nécessaire. Cela permet d'éviter toutes erreurs de manipulation lors de l'utilisation.

Du points de vue de la technique de fabrication, il suffit pour un tel tube à essai de le charger du mélange en question.

On obtient une nouvelle augmentation de la sensibilité en réalisant la charge sous la forme d'un substrat porteur granuleux, qui est imprégné tant de la substance de traitement préalable que de l'indicateur. Le traitement préalable de la substance à déceler et l'indication colorimétrique ont alors lieu au même endroit dans l'espace, de sorte qu'il est possible d'obtenir une lecture plus précise, même si les quantités de substance transformées sont assez faibles.

Pour déceler la présence d'hydrogène, la substance de traitement préalable est opportunément du palladium, et l'indicateur de la zone

indicatrice un substrat porteur imprégné de violet cristallisé ( $C_{25}H_{30}ClN_3$ ) et de  $Mg(ClO_4)_2$ . En présence de quantités importantes d'hydrogène, le catalyseur au palladium est "intoxiqué" par l'eau formé, de sorte que son action catalysatrice est bloquée. L'hydrogène franchissant la première zone de traitement préalable est alors transformé dans le catalyseur au palladium consécutif, et décelé dans la zone indicatrice associée.

Un exemple de réalisation de l'invention est décrit plus en détails ci-après, à l'aide du dessin schématique annexé, dans lequel :

Figure 1 représente un tube à essai avec plusieurs zones de traitement préalable et zones indicatrices sur un substrat porteur granuleux ; et

Figure 2 représente une autre forme de réalisation d'un tube à essai, avec une charge poreuse constituée d'un mélange de substrat porteur avec substance de traitement préalable et avec indicateur.

La figure 1 représente un tube à essai 1 qui reçoit, entre ses pointes brisables 2, plusieurs zones de traitement préalable 4 et zones indicatrices 5 réalisées sous la forme de couches, disposées les unes à la suite des autres dans le sens de la flèche 3 d'écoulement à travers le tube. Chaque zone de traitement préalable 4 est suivie d'une zone indicatrice 5, et les différentes zones sont à chaque fois séparées entre elles par un élément de retenue poreux 6. La dernière zone indicatrice 5 dans le sens d'écoulement est fixée par un élément de pression élastique 7. La substance de traitement préalable 81 est appliquée sur un substrat porteur granuleux 8 ; elle est identifiée par le remplissage en noir dudit substrat. L'indicateur 82 se trouve dans les zones indicatrices 5, et il est imprégné sur le substrat porteur granuleux 8 (représenté par des grains blancs).

La figure 2 représente un tube à essai 11 qui contient entre ses pointes 2 une charge granuleuse du substrat porteur 8, qui est muni pour une partie de substance de traitement préalable 81 (substrat porteur 8 rempli en noir), et qui pour l'autre partie est imprégné de l'indicateur 82 (substrat porteur 8 en blanc).

## RENDICATIONS

1. Tube à essai colorimétrique avec une charge poreuse qui comporte un zone indicatrice munie d'un indicateur, à laquelle est associée une zone de traitement préalable qui porte une substance de traitement préalable avec laquelle la substance à déceler forme des produits qui engendrent un changement de teinte dans la zone indicatrice, caractérisé en ce que la charge (8) est constituée d'une succession de plusieurs zones de traitement préalable (4) et zones indicatrices (5) alternées.

2. Tube à essai colorimétrique selon la revendication 1, caractérisé en ce que la charge (8) consiste en un substrat porteur granuleux, qui est imprégné par couches de la substance de traitement préalable (81) et de l'indicateur (82).

3. Tube à essai colorimétrique selon la revendication 1, caractérisé en ce que la charge (8) consiste en un mélange de substrat poreux granuleux imprégné de la substance de traitement préalable (81) et de substrat poreux granuleux imprégné de l'indicateur (82).

4. Tube à essai colorimétrique selon la revendication 1, caractérisé en ce que la charge (8) consiste en un substrat porteur granuleux, qui est imprégné tant de la substance de traitement préalable (81) que de l'indicateur (82).

5. Tube à essai colorimétrique selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, pour déceler la présence d'hydrogène, la zone de traitement préalable est un substrat porteur muni de palladium comme substance de traitement préalable (81), et la zone indicatrice est un substrat porteur muni de violet cristallisé ( $C_{25}H_{30}ClN_3$ ) et de  $Mg(ClO_4)_2$  comme indicateur (82).

Fig. 1

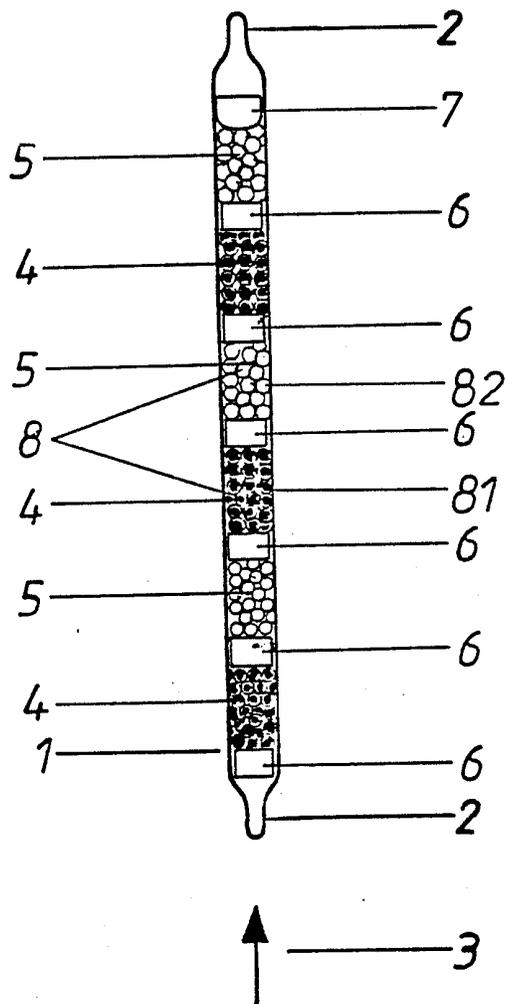


Fig. 2

