(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international

(43) Date de la publication internationale
29 décembre 2005 (29.12.2005)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2005/123257 A1

(51) Classification internationale des brevets[7] : B01L 3/00, B03C 1/00, 5/02, B01D 17/04, 17/06, 17/022

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2005/050404

(22) Date de dépôt international : 1 juin 2005 (01.06.2005)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0451089 2 juin 2004 (02.06.2004) FR

(71) Déposant *(pour tous les États désignés sauf US)* : **COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE** [FR/FR]; 31-33 rue de la Fédération, F-75752 PARIS 15ème (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants *(pour US seulement)* : **SARRUT, Nicolas** [FR/FR]; 140 rue Georges Maeder, F-38170 SEYSSINET-PARISET (FR). **JEANSON, Hubert** [FR/FR]; 40 clos Fleurs et Neige, F-38410 SAINT MARTIN D'URIAGE (FR).

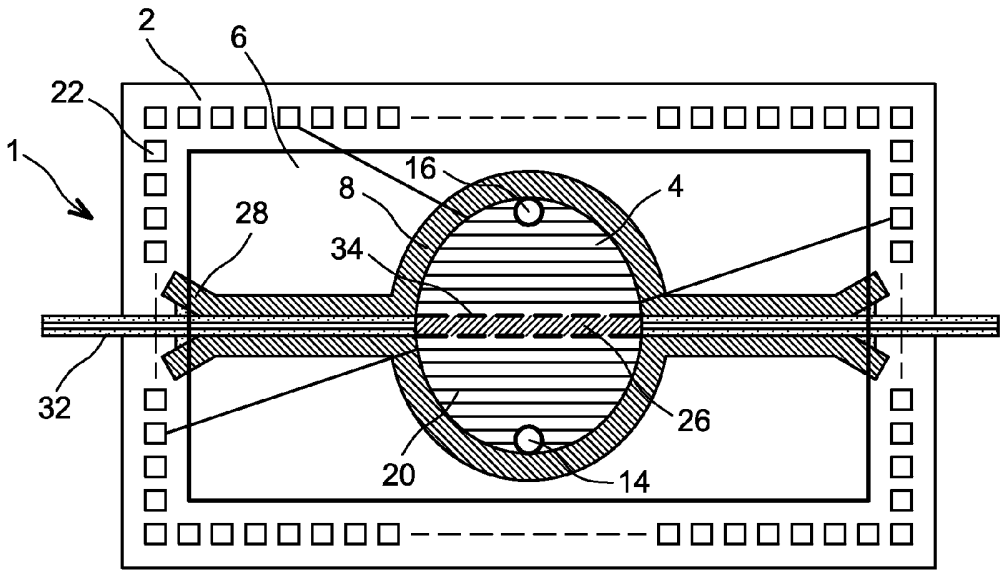
(74) Mandataire : **LEHU, Jean**; BREVATOME, 3, rue du Docteur Lancereaux, F-75008 PARIS (FR).

(81) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible)* : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: MICRODEVICE AND METHOD FOR SEPARATING AN EMULSION

(54) Titre : MICRODISPOSITIF ET PROCEDE DE SEPARATION D'EMULSION



(57) **Abstract:** The invention relates to an active method for decanting the dispersed phase in the continuous phase of an emulsion. According to said method, the repulsive forces created by an electric field are used on the drops constituting the dispersed phase. The electric field (E) scans the reservoir (4) containing the emulsion, enabling the dispersed phase to be concentrated in a determined region (26) of the reservoir (4), for the recovery and/or analysis of the same. The invention also relates to a device (1) for implementing the inventive method.

[Suite sur la page suivante]

WO 2005/123257 A1

SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible)* **:** ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— *avec rapport de recherche internationale*

— *avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues*

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) Abrégé : Pour décanter la phase dispersée dans la phase continue d'une émulsion, un procédé actif utilise 5 les forces de répulsion créées par un champ électrique sur les gouttes constitutives de la phase dispersée. Le balayage du réservoir (4) contenant l'émulsion par le champ électrique (E) permet de concentrer la phase dispersée en une zone déterminée (26) du réservoir (4), 10 afin de la récupérer et/ou de l'analyser. Un dispositif (1) permettant de mettre en oeuvre le procédé est également décrit.

MICRODISPOSITIF ET PROCEDE DE SEPARATION D'EMULSION

DESCRIPTION

DOMAINE TECHNIQUE

L'invention se rapporte à la séparation d'un fluide comprenant deux phases non miscibles. Plus particulièrement, l'invention concerne la décantation assistée pour des quantités minimes d'émulsion.

L'invention a pour principal objet un procédé de séparation comprenant le balayage par un champ électrique de l'émulsion, ainsi qu'un dispositif adapté à ce procédé.

ÉTAT DE LA TECHNIQUE ANTÉRIEURE

Les progrès en micro technologies ont conduit au développement de microcomposants visant à intégrer des protocoles biologiques ou chimiques, tant à des fins expérimentales que commerciales ; ces composants ont des fonctions diverses et sont connus sous les noms « Lab-on-Chip » (c'est-à-dire laboratoires sur puce), composants micro fluidiques (ou « microfluidic devices »), « µTAS » (pour « Micro Total Analysis Systems », c'est-à-dire systèmes de microanalyse complète),… De fait, la miniaturisation fait baisser les coûts de production de ce genre de dispositif et facilite l'intégration de protocoles biologiques ou chimiques nombreux et variés, permettant l'analyse, la détection, la production, entre autres fonctions, sur de petites quantités, parfois à hauts débits et avec de très bons rendements.

L'un des exemples concerne les transferts de masse au sein d'un liquide ou entre deux fluides (liquide ou gaz) : comme le temps caractéristique de diffusion moléculaire est proportionnel au carré des dimensions du système considéré, la miniaturisation ouvre des perspectives intéressantes pour la réalisation et l'analyse des échanges. Ainsi ont été développés des micro mélangeurs ou des micro agitateurs de solutions, dont le but est une homogénéisation rapide et efficace des solutions chimiques ou biologiques.

Par ailleurs, des « micro contacteurs » (du terme anglais « microcontactor ») ont été développés pour optimiser le transfert de masse entre deux phases fluides non miscibles (telles deux phases liquides ou une phase liquide et une phase gazeuse) : de fait l'interface entre les deux phases constitue une zone bien déterminée de transfert de masse, et le contact entre les différentes phases doit présenter, pour favoriser ces transferts, un rapport entre la surface de contact et le volume des phases maximum.

Les dispositifs peuvent servir à faire de l'extraction par solvant ; ils seront alors dénommés micro extracteurs.

Pour prendre en compte les effets de tension de surface propres aux systèmes multiphasiques, le plus souvent un micro contacteur permet de stabiliser les différentes interfaces, c'est-à-dire qu'il dispose d'un certains nombre d'éléments permettant de maîtriser leur forme et leur position. En effet, de la même manière qu'une goutte d'eau a

tendance à prendre, en l'absence d'autres interactions, une forme sphérique, les interfaces d'un système à deux ou trois phases adoptent une configuration visant à minimiser l'énergie de surface globale du système. A cette fin, selon l'état de la technique, la localisation des différentes phases liquides parcourant des canaux micro fluidiques est plus ou moins maîtrisée en réalisant des parois poreuses ou en traitant chimiquement certaines zones de ces canaux.

Au contraire des méthodes dites à stabilisation, une approche pour mettre en contact deux phases non miscibles, et donc favoriser un transfert de masse par exemple, est de les mélanger, de les « brasser », sans chercher dans un premier temps à maîtriser leur localisation dans le microsystème. Ainsi, certains auteurs proposent des dispositifs permettant de créer des émulsions homogènes (voir par exemple Haverkamp et coll. : « The potential of micromixers for contacting of disperse liquid phases », *Fresenius J Anal Chem* 1999, 364 : 617-624).

Eventuellement les deux phases sont séparées dans un second temps. Un dispositif adapté est proposé par exemple dans le document WO 01/89693, qui permet d'introduire séparément deux phases non miscibles dans deux canaux différents, d'en faire une émulsion dans une zone où les canaux s'entrelacent, ce qui permet le transfert de soluté entre les deux phases avec un très bon rendement théorique, puis de séparer et de récupérer les deux phases.

Le problème posé par ce procédé utilisant un mélange plus ou moins homogène initial est celui de

la séparation des deux phases de l'émulsion. En effet, même en chimie classique, la décantation est toujours une étape lente et imparfaite, si bien qu'au bout d'un temps donné et parfois très long, il reste toujours des traces de phase dispersée dans la phase continue, ce qui peut être problématique pour certaines applications. Dans les microsystèmes, plus ou moins plans, cette étape est d'autant plus délicate que les effets de capillarité prédominent à cause des faibles dimensions des canaux et réacteurs (1-100 µm) et qu'on ne peut pas toujours utiliser la pesanteur. Ainsi, le plus souvent, toute décantation passive est impossible.

Il est donc nécessaire de prévoir une assistance à la décantation, c'est-à-dire à la séparation des deux phases d'une émulsion.

EXPOSÉ DE L'INVENTION

L'invention propose un procédé actif, c'est-à-dire avec apport d'énergie, de séparation de la phase dispersée et de la phase continue d'une émulsion, ainsi qu'un dispositif adapté, qui permettent de pallier les inconvénients mentionnés plus haut.

Selon l'un des aspects de l'invention, après avoir été introduite dans une cavité micro fluidique plane, c'est-à-dire dont la dimension transversale (à l'usage souvent selon une verticale) est très petite devant ses dimensions latérales (horizontales de façon usuelle), l'émulsion est soumise à un balayage en champ électrique qui déplace latéralement les gouttes de la phase dispersée, la séparant ainsi de la phase continue.

De fait, lorsqu'elles sont soumises à un champ électrique, les gouttes d'une phase dispersée peuvent subir une force répulsive, et se trouver ainsi en lévitation à l'équilibre ; ceci est particulièrement avantageux lorsque le champ électrique est transversal (vertical). Si en plus, on réalise un balayage en champ électrique de la cellule plane contenant l'émulsion, les gouttes sont déplacées parallèlement au plan de la cellule de séparation, perpendiculairement à la direction du champ électrique si celui-ci garde sa direction, pour se concentrer dans une zone dite de collection.

Sous l'un de ses aspects, l'invention concerne donc un procédé de séparation d'une émulsion contenant une phase dispersée dans une phase continue. Le réservoir contenant la solution est balayé par un champ électrique vers une zone de collection où la phase dispersée se concentre. Avantageusement, l'application d'une autre force répulsive prédéterminée au niveau de la zone de collection permet d'y faire coalescer la phase dispersée concentrée.

De façon préférée, le champ électrique est créé par l'activation sélective et séquentielle de paires d'électrodes situées sur deux faces opposées du réservoir où est placée l'émulsion à séparer. Par exemple, le balayage d'un champ électrique est réalisé grâce à un réseau d'électrodes tapissant l'une des deux faces intérieures du réservoir et d'au moins une contre électrode tapissant la face opposée, de préférence ces faces étant les faces latérales (horizontales lors d'une utilisation classique). Le champ électrique,

perpendiculaire à ces deux faces, est déplacé parallèlement à celles-ci en activant de manière sélective et successivement une ou plusieurs électrodes données, c'est-à-dire en y appliquant un potentiel différent de celui de la contre électrode.

La vitesse de balayage dépend de la nature de l'émulsion et de la taille du réservoir.

Un autre objet de l'invention est de proposer un dispositif adapté à un tel procédé de séparation. Le dispositif selon l'invention comprend un réservoir pour l'émulsion dont deux parois opposées comprennent des réseaux d'électrodes, avantageusement sur toute la surface du réservoir. Sous une forme préférée, les électrodes sur l'une des parois sont des pistes parallèles et/ou l'autre réseau est constitué d'une seule électrode. Le dispositif est de préférence quasi plan, avec les surfaces opposées distantes de 10 µm à 500 µm, en particulier 100 µm à 300 µm, et peut être intégré à tout microsystème existant.

Les électrodes du dispositif selon l'invention peuvent être activées sélectivement par paires, de façon à créer un champ électrique traversant le réservoir et localisé dans la partie du volume définie par l'espace compris entre les paires d'électrodes activées. Ce champ électrique se déplace par rapport aux parois du dispositif, vers une zone dite de collection, par activations successives des paires d'électrodes ; avantageusement, le champ électrique est perpendiculaire à tout instant aux parois opposées. La phase dispersée de l'émulsion peut donc suivre le déplacement du champ électrique et se

condenser au niveau d'une zone de collection du réservoir. Le dispositif selon l'invention est connecté à des moyens permettant l'activation sélective des électrodes.

Avantageusement, la zone de collection du réservoir est délimitée de manière physique par des parois poreuses et/ou de manière chimique par un traitement localisé d'au moins une de ses parois permettant d'obtenir une mouillabilité préférentielle de la phase dispersée.

Des moyens peuvent être localisés au niveau de la zone de collection afin par exemple de récupérer la phase dispersée qui s'y est concentrée et/ou de l'analyser.

BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS

Les figures annexées permettront de mieux comprendre l'invention, mais ne sont données qu'à titre indicatif et ne sont nullement restrictives.

Les figures 1a, 1b, 1c montrent des exemples de réalisation d'un dispositif selon l'invention.

Les figures 2a, 2b, 2c présentent un mode de réalisation d'un dispositif selon l'invention.

Les figures 3 et 4 représentent schématiquement le déplacement des gouttes dispersées au sein de la phase continue lors du balayage du champ électrique.

Les figures 5a, 5b, 5c montrent un exemple de réalisation du procédé selon l'invention.

EXPOSÉ DÉTAILLÉ DE MODES DE RÉALISATION PARTICULIERS

Une émulsion entre deux fluides est constituée d'une phase dispersée au sein d'une phase continue ; la phase dispersée est classiquement sous forme de gouttes sphériques d'un des fluides.

Classiquement et tel que décrit dans la littérature, l'expression de la force diélectrique s'exerçant sur une sphère diélectrique immergée dans un milieu et soumise à un champ électrique uniforme est donnée par : $\langle F(t)\rangle = 2\pi\varepsilon_0\,\varepsilon_m\,r^3\,\mathbf{Re}[f_{CM}]\nabla(\sqrt{\langle E\rangle})^2$ avec

- ε_0, ε_m, ε_p : constantes diélectriques du vide, du milieu et du matériau constituant la particule sphérique ;
- $f_{CM} = (\varepsilon_p^* - \varepsilon_m^*)/(\varepsilon_p^* + 2\varepsilon_m^*)$: facteur de Clausius-Mossotti, où ε_p^* et ε_m^* ($\varepsilon_{p,m}^* = \varepsilon_{p,m} - j\sigma/(\varepsilon_0\omega)$) sont les permittivités complexes de la particule sphérique et du milieu, σ étant leur conductivité et ω la fréquence angulaire ;
- $Re[f_{CM}]$: partie réelle du facteur de Clausius-Mossotti ;
- <E> : valeur moyenne du champ électrique.

Ainsi, si $Re[f_{CM}] > 0$, la particule sphérique est soumise à une force positive dite de lévitation. Or, à haute fréquence ($\omega \to \infty$), la permittivité complexe tend vers la constante diélectrique ($\varepsilon_{p,m}^* \to \varepsilon_{p,m}$).

Donc, si $\omega \to \infty$, $Re[f_{CM}] > 0 \Leftrightarrow \varepsilon_p > \varepsilon_m$: en travaillant à haute fréquence, on peut déplacer les gouttes d'une phase dispersée, en les mettant en lévitation par une force répulsive, si cette phase est

constituée d'un matériau polarisable avec une permittivité supérieure à celle du milieu. Cette condition est de fait réalisée dans des systèmes d'émulsion de type gouttes d'huile ou d'hydrocarbure (dodécane) en phase aqueuse.

Par ailleurs, si en outre on réalise un balayage du champ électrique E, les gouttes en lévitation suivent le champ et donc, si le champ électrique E garde la même première direction en étant déplacé orthogonalement à cette première direction, les gouttes sont déplacées dans une deuxième direction perpendiculaire à la première direction du champ. La phase dispersée se concentre donc par un déplacement au sein de la phase continue des gouttes la constituant.

L'invention se propose d'utiliser ce principe pour la séparation active d'une phase dispersée au sein d'une phase continue, avantageusement dans le cadre de microsystèmes.

A cette fin, un dispositif de séparation d'émulsion a été développé, tel qu'illustré par exemple sur les figures 1a et 1b, où il est représenté en vue de dessus. Les termes « vertical », « horizontal », « inférieur » et « supérieur » se réfèrent à une utilisation classique du dispositif selon l'invention ; ces notions, relatives et nullement limitatives, seront utilisées afin de ne pas alourdir inutilement la description.

Le dispositif 1 de séparation, ou décantation, est disposé dans le cas d'un microsystème sur un support 2. Il comprend un réservoir, ou chambre d'émulsion, 4 destiné à recevoir la solution composée

au moins d'une phase dispersée dans une phase continue. La chambre d'émulsion 4 est délimitée par une paroi inférieure (dans le cadre représenté constituée par le support 2) sur une première surface, par une paroi supérieure issue d'un capot 6 du dispositif 1 sur une deuxième surface, ainsi que par des parois latérales 8. La forme de chacune des premières et deuxième surfaces peut être quelconque, mais avantageusement, elles se superposent.

Le réservoir d'émulsion 4 est muni d'un orifice d'entrée de l'émulsion. Il peut s'agir, tel que représenté sur la figure 1a, d'un canal d'entrée 10 horizontal, que l'on peut par exemple coupler à un capillaire 12. On peut également prévoir une entrée selon la direction transversale par le capot 6 : la figure 1b présente ainsi un orifice d'accès 14 localisé sur la paroi supérieure du réservoir 4, dans lequel une pipette peut par exemple être placée pour injection. Avantageusement, le réservoir 4 est par ailleurs muni d'un évent 16 qui facilite son remplissage. Suivant l'utilisation du dispositif 1, un canal de sortie 18 pour la phase continue de l'émulsion peut également être prévu ; le canal de sortie 18 peut être très large (par exemple 1 mm), car il peut constituer une sortie vers une poubelle. Par ailleurs, en fin de procédé, la phase liquide peut aussi être évacuée par la tranche du composant.

Les deux modes de réalisation sont bien entendu illustratifs, et toute combinaison entre ces divers éléments est possible, ainsi que des géométries et localisations différentes.

Un réseau de premières électrodes 20 « tapisse » la première paroi du réservoir, c'est-à-dire que la surface définie par le réseau 20 contient la première surface de la chambre d'émulsion 4. Tel que représenté, les premières électrodes 20 peuvent être de différentes formes. De préférence, elles sont constituées de pistes longitudinales parallèles traversant le réservoir 4 comme sur la figure 1b. Avantageusement, les électrodes 20 sont imbriquées les unes dans les autres, par exemple par un profil en dents de scie, tel que schématisé sur la figure 1c, quelle que soit la configuration, « en damier droit » (figure 1a), parallèle (figure 1b), ou autre.

Par ailleurs, un réseau de deuxièmes électrodes est localisé sur le capot 6 du dispositif, au niveau de la deuxième surface. Avantageusement, une seule deuxième électrode, ou contre électrode, (voir figure 2a) recouvre tout ou partie de la deuxième surface du réservoir d'émulsion 4.

Chaque électrode du réseau 20 est connectée électriquement par une piste intégrée à une reprise de contact 22, qui est accessible depuis l'extérieur par un fil 24 et localisée par exemple sur le support 2, par exemple par soudure de fils d'or.

Lors de leur déplacement et du processus de décantation, tel qu'expliqué plus loin, les gouttes de phase dispersée de l'émulsion s'accumulent dans une zone de la chambre d'émulsion 4, dite zone de collection 26 ; cette zone de collection 26 est parallèle à la direction des électrodes dans le cas où il s'agit d'électrodes longitudinales du réseau 20. En

règle générale, au vu du balayage du champ électrique, la zone 26 où les gouttes s'accumulent présente une surface longitudinale de largeur réduite sur les parois supérieure 6 et inférieure 2, et traversant le réservoir 4 de part en part.

Avantageusement, l'une au moins des première ou deuxième parois 2, 6 a été traitée en surface au niveau de la zone de collection 26 afin de permettre à la phase dispersée de mouiller, préférentiellement à la phase continue, cette paroi à cet endroit, et ainsi de s'immobiliser dans la zone de collection 26.

En regard de la zone de collection 26 et sur les parois latérales 8, deux entités de guidage 28 sont munies chacune d'une entrée évasée afin de faciliter l'insertion de composants.

Il est possible par exemple d'insérer, voire de coller, dans les entités de guidage 28 des fibres optiques 30 connectées à un appareil de détection optique comme un spectrophotomètre. A tout instant, les fibres optiques 30 permettent ainsi une lecture de l'absorbance du liquide présent dans la zone de collection 26 et donc son analyse. Un système de lecture intégré pourrait aussi permettre de faire de la détection électrique.

Si la collection de la phase dispersée est souhaitée, il est possible de placer dans les guides 28, à la place ou en complément des fibres optiques 30, des capillaires 32. Une fois la phase dispersée rassemblée dans la zone de collection 26 selon le procédé décrit plus loin, une surpression appliquée sur

l'une ou l'autre des entrées des capillaires 32 permet de véhiculer la phase collectée vers l'autre capillaire, et ainsi de la récupérer en sortie. Par exemple, on poussera la phase collectée en injectant de l'air dans l'un des deux capillaires.

Des moyens de stabilisation pour écoulement diphasique le long de la zone de collection 26, par exemple une paroi poreuse 34, peuvent faciliter le processus de récupération en guidant la phase dispersée collectée selon une direction privilégiée. Les autres éléments de stabilisation présentés dans la littérature peuvent aussi être utilisés, par exemple un rainurage du support 2 au niveau de la zone de collection 26.

Avantageusement, l'ensemble de la structure fluidique est de géométrie bidimensionnelle, c'est-à-dire que l'épaisseur du réservoir 4, de l'éventuelle entrée 10 et des canaux de guidage 28 (à savoir la hauteur des parois 8, 34) est largement inférieure aux dimensions du dispositif 1 dans un plan parallèle à la première ou la deuxième paroi, par exemple une hauteur h (voir figure 2a) de parois de 10 µm à 500 µm, pour une surface de réservoir 4 sur les première et/ou deuxième parois de l'ordre du mm^2 voire du cm^2.

Il est à noter que les dispositifs présentés, ainsi que leurs alternatives issues par exemple de combinaisons différentes entre les éléments décrits ci-dessus, peuvent être intégrés ou assemblés à tout microsystème existant, en particulier à n'importe quel dispositif de « fabrication » d'émulsion tels que connus de l'art antérieur (voir par exemple Haverkamp et coll., *Fresenius J Anal Chem* 1999, 364 : 617-624).

On pourra alors faire efficacement de l'extraction liquide/liquide entre la phase dispersée et la phase continue de l'émulsion dans un premier temps, puis récupérer ou analyser l'une ou les deux phases grâce au dispositif de séparation 1 selon l'invention.

Un dispositif selon l'invention peut être réalisé selon toute méthode connue. Avantageusement, les techniques classiques en microélectronique sont utilisées. Ainsi par exemple, tel qu'illustré sur les figures 2a-2c, la première paroi, ou paroi inférieure, qui comprend également le support 2, est réalisée en verre ou silicium ; le support 2 peut être d'une longueur L de l'ordre du centimètre, pour une largeur l de quelques millimètres et une épaisseur e de 500 µm par exemple.

Un réseau d'électrodes 20, par exemple en or, est réalisé, par exemple par photolithographie. Avantageusement, dans le cas d'électrodes longitudinales telles que sur la figure 1b, les électrodes ont une longueur telle qu'elles traversent le réservoir 4, une largeur l_1 de l'ordre de 3 µm à 50 µm, et sont espacées d'une distance d_1 inférieure à 10 µm.

Selon les conductivités respectives de la phase continue et de la phase dispersée, il peut être avantageux que l'émulsion ne soit pas en contact avec les électrodes. Une couche d'isolant électrique 36 peut ainsi être déposée sur les électrodes 20 et le support 2. Cette étape peut consister en un dépôt de SiO_2 par PECVD (pour « Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition » ou dépôt plasma chimique en phase vapeur),

avec un dégagement des reprises de contact 22 vers les plots par photolithographie. L'isolant 36 peut également être un polymère, tel que par exemple le parylène déposé en phase vapeur après la réalisation des parois 8, 34, ou du Téflon™ liquide déposé à la tournette avant l'assemblage du dispositif 1.

Les parois latérales 8 de la chambre d'émulsion 4 peuvent être en résine épaisse, du type SU8™, déposée par photolithographie, tout comme les entités de guidage 28. De préférence, le réservoir 4 a une surface de l'ordre du millimètre ou du centimètre carré, avec une épaisseur E des parois latérales 8 de l'ordre de 50 à 300 µm. A cette étape, il est possible également de déposer les parois poreuses 34 de la zone de collection 26 ; avantageusement, ces parois 34 ont une épaisseur E' de quelques microns, et les pores sont également séparées par une distance d de quelques microns ; la taille des pores dépend des phases à séparer, c'est-à-dire de la taille des gouttes de phase dispersée dans la phase continue, mais peut être aussi de l'ordre de quelques microns.

La paroi supérieure 6, ou capot, en verre comme le Pyrex™ ou en plastique comme le polycarbonate, est choisie avantageusement de forme similaire au support 2 mais de taille légèrement inférieure, afin de permettre un accès facile aux reprises de contact 22, comme illustré sur les figures 2. Les reprises de contact 22 sont fabriquées de manière connue et peuvent avoir des dimensions de l'ordre de 100 à 500 µm.

Parallèlement au traitement du support 2, le capot 6 subit également un dépôt de la contre

électrode 38, par exemple en ITO (« Indium Tin Oxide » ou oxyde d'étain d'indium) par photolithographie. L'éventuelle isolation électrique 40 est assurée par un dépôt de parylène, de Téflon™, ou de SiO_2, *etc.* voire d'un mélange. La surface 42 sur cette deuxième paroi de la zone de contact 26 est traitée, par exemple par un composé fluoré, comme le polytétrafluoroéthylène (ou Téflon™), déposé en phase vapeur ou liquide et localisé par photolithographie : ce traitement permet un mouillage préférentiel de la phase dispersée lors de la séparation.

Selon le mode de réalisation présenté, la zone de contact 26 traverse le réservoir 4 selon un diamètre, et a une largeur l' de l'ordre d'une dizaine jusqu'à quelques centaines de microns.

Le substrat 2 et le capot 6 sont ensuite assemblés, par exemple par sérigraphie de colle 44 au niveau des parois 8, pour former un dispositif 1 selon l'invention.

Il est à noter que la surface traitée 42, peut être localisée sur la première paroi 2, voire sur les deux support 2 et capot 6. De même, il est possible de réaliser les parois latérales 8 et/ou poreuses 34 sur le capot 6 lors de la formation de ce dernier.

Ensuite, suivant l'utilisation, on peut insérer dans les entités de guidage 28 des capillaires 32 de collection, qui peuvent avoir un diamètre de l'ordre 10 à 500 µm. Ils peuvent être collés après insertion dans les parois de guidage 28, formées avantageusement en même temps que les parois latérales 8 de la chambre de collection 4.

Les reprises de contact 22 sont ensuite connectées, par l'intermédiaire des fils 24 notamment, à des moyens pour activer de façon sélective les électrodes 20, 38. Avantageusement, la contre électrode 38 sur le capot 6 est mise à un potentiel, et des moyens (non illustrés) activent les premières électrodes 20 séquentiellement en leur appliquant un potentiel différent, ce qui crée un champ électrique E orienté dans le sens de la hauteur et qui se déplace perpendiculairement aux premières électrodes. De façon préférée, le potentiel est appliqué séquentiellement à des électrodes adjacentes, de façon à avoir un effet de balayage du champ électrique E.

Un exemple d'application séquentielle pour un balayage est donné sur les figures 3 et 4. Schématiquement, huit premières électrodes 20a-20h parallèles sont représentées, entre une première électrode 20a éloignée et une première électrode 20g proche de la zone de collection 26. Les deuxièmes électrodes (non représentées ; ici dans un plan parallèle et au dessus du plan de la feuille) sont à un potentiel positif ; le champ électrique E est donc ascendant dans le sens de la feuille. Le champ électrique E est réalisé de sorte qu'il reste perpendiculaire à la feuille (c'est-à-dire par exemple que la deuxième électrode recouvre toute la surface des électrodes 20a-20g, ou qu'il y a huit deuxièmes électrodes configurées de la même façon que les premières). Ces restrictions sont bien sûr illustratives et données pour ne pas compliquer inutilement les explications qui suivent.

Ainsi, selon la figure 3, si on met lors de l'étape (i) une première électrode 20b à un potentiel négatif, les gouttes d'émulsion 46, soumises aux forces diélectrophorétiques créées par le champ électrique E, se localisent au niveau de cette électrode 20b. Ensuite, on désactive l'électrode 20b pour activer l'électrode suivante 20c : étape (ii). Le champ électrique E est donc légèrement déplacé, dans le cadre de la figure vers le bas, et la goutte 46 tend à se diriger vers l'électrode activée 20c. Ce processus est répété en désactivant et activant les premières électrodes adjacentes : on note au niveau de l'étape (iii) que, lors du balayage du champ électrique E, la goutte 46 s'est déplacée jusque l'électrode 20e en direction de la zone de collection 26.

La figure 3 représente un balayage du champ électrique E en activant successivement les électrodes 20 dans le sens vers une zone de collection 26. Cependant, il est possible de moduler le déplacement du champ électrique E et le nombre d'électrodes activées simultanément, notamment pour tenir compte de la taille des gouttes 46 de l'émulsion.

Si on considère des premières électrodes 20 de largeur l_1, typiquement quelques microns à quelques dizaines de microns, espacées d'une distance d_1 de quelques microns, en les activant successivement une à une, il est en effet possible de véhiculer des gouttes de diamètre $l_1 + \Delta l < 2l_1$. Pour déplacer des gouttes plus grosses, par exemple de diamètre $2l_1 + \Delta l$, on peut activer les électrodes deux à deux tel que représenté

sur la figure 4. Pour des gouttes de diamètre $nl_1 + \Delta l$, on activera les électrodes n à n…

Le processus décrit dans les figures 3 et 4 peut être répété : une fois l'électrode d'arrivée 20g activée, c'est-à-dire en fait l'électrode, ou paire d'électrodes, localisée plus ou moins au niveau de la zone de collection 26, il est possible de revenir activer l'électrode de départ 20a. Suivant la force du champ électrique E, la distance séparant les électrodes de départ et d'arrivée, la vitesse de balayage, et le traitement de surface 42 au niveau de la zone de collection 26, les gouttes 46 concentrées au niveau de la zone de collection 26 y restent ou n'en bougent que légèrement. De toute façon, le gradient de concentration de la phase dispersée 46 au sein de la phase continue reste accru par rapport au gradient initial, et il s'accentue au fur et à mesure du balayage.

Pour éviter une trop forte redistribution des gouttes lors du retour du champ électrique « loin » de la zone de collection 26, il est possible d'activer en permanence une ou plusieurs électrodes localisées sous la zone de collection 26 et d'y produire une force répulsive intense, afin par exemple de regrouper toutes les gouttes vers une même paroi de la zone de collection 26.

Selon la géométrie de la chambre d'émulsion 4 et surtout la localisation de la zone de collection 26, il est possible également d'activer les premières électrodes 20 symétriquement par rapport à cette dernière. Ainsi par exemple pour un dispositif

similaire à celui de la figure 1b, on peut avoir le procédé de séparation présenté sur la figure 5.

Le réservoir 4 est d'abord rempli par une émulsion homogène, c'est-à-dire que la deuxième phase est dispersée sous forme de gouttes dans la première phase continue de façon régulière : figure 5a.

Par l'activation des électrodes, comme décrit précédemment, la phase dispersée se concentre au niveau de la zone de collection 26, ici formant un diamètre du réservoir 4 : figure 5b. Une fois les gouttes 46 de la phase dispersée déplacées dans la zone de collection 26, on peut appliquer sur l'ensemble de celles-ci une force répulsive importante, par un champ électrique E par exemple d'amplitude plus élevée ou d'une durée plus longue, pour favoriser leur mouillage avec la paroi 42 traitée chimiquement d'une part, puis des gouttes 46 entre elles d'autre part : on peut ainsi aller jusqu'à la coalescence des gouttes pour obtenir une deuxième phase continue, non miscible à la première phase continue de l'émulsion. En effet, en exerçant une pression sur les gouttes 46 pendant un temps suffisamment long, le film d'interface entre les gouttes « s'échappe » et les gouttes coalescent.

En fin de protocole, la zone de collection 26 est complètement remplie de deuxième phase, rendue de préférence continue. Par ailleurs, la deuxième phase initialement dispersée ne se trouve quasiment que dans la zone de collection 26 ; suivant le rapport du volume initial de la phase dispersée sur le volume de collection, on peut parvenir au résultat qu'aucune goutte 46 ne reste dans la première phase continue.

Il est possible de récupérer la deuxième phase, c'est-à-dire la phase initialement dispersée, par exemple par injection d'un fluide sous pression par le premier capillaire 32 : figure 5c. Le fluide va déplacer les gouttes 46, ou la phase constituée par elles, vers le deuxième capillaire et vers un réservoir de collection 48, notamment dans le cas où des parois poreuses 34 assistent le guidage. Il est également possible, tel que précisé plus haut, d'analyser *in situ* cette phase.

A titre d'exemple, on peut séparer une émulsion à 5-20 µm (diamètre des gouttes) de dodécane dans une solution aqueuse ; dans ce cas, le traitement de surface de la zone de collection 26 peut être un composé fluoré déposé en phase vapeur ou liquide. L'émulsion de dodécane est injectée dans une chambre de séparation de hauteur h = 100 µm disposant d'électrodes de 20 µm de largeur l_1. Les champs électriques E imposés sont de l'ordre de 100-1000 V/cm à une fréquence de 0,1 à 1 MHz. La vitesse de déplacement des gouttes est de l'ordre de 20 µm/s.

L'invention peut être appliquée à tout micro laboratoire pour la biologie ou la chimie réalisant de l'extraction par solvant. De telles extractions peuvent être utilisées pour analyser des liquides (eau par exemple) et notamment y détecter certaines espèces chimiques présentes sous forme de traces. Après une première étape d'extraction d'une ou plusieurs espèces chimiques de la phase continue d'une émulsion vers sa phase condensée, la séparation des deux phases peut être obtenue rapidement pour une

éventuelle analyse ou un retraitement chimique de l'une ou des deux phases.

REVENDICATIONS

1. Dispositif (1) de séparation d'une émulsion contenant une phase dispersée (46) dans une phase continue comprenant :

un réservoir d'émulsion (4) délimité entre une première paroi (2) et une deuxième paroi (6) opposée à la première, le réservoir (4) ayant une première surface sur la première paroi et présentant une zone de collection (26) ;

un réseau d'une pluralité de premières électrodes (20) fixé à la première paroi (2) au niveau de la première surface du réservoir d'émulsion (4), la surface définie par le réseau (20) comprenant la première surface ;

un réseau de deuxièmes électrodes (38) fixé à la deuxième paroi (6) ;

des moyens pour activer des paires de premières et deuxièmes électrodes de façon sélective pour créer un champ électrique (E) se déplaçant dans le réservoir (4) par rapport à la zone de collection (26).

2. Dispositif selon la revendication 1 dans lequel le réseau de premières électrodes est composé d'électrodes (20) longitudinales disposées parallèlement entre elles et traversant le réservoir d'émulsion (4).

3. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 2 dans lequel l'une des première ou

deuxième parois au moins a été traitée en surface au niveau de la zone de collection (26).

4. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3 comprenant des parois poreuses (34) délimitant latéralement la zone de collection (26).

5. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 4 dans lequel le réservoir (4) a une deuxième surface sur la deuxième paroi et le réseau de deuxièmes électrodes (38) définit une surface comprenant la deuxième surface.

6. Dispositif selon la revendication 5 dans lequel le réseau de deuxièmes électrodes comprend une seule deuxième électrode (38).

7. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 6 dans lequel le réservoir (4) est délimité par des parois latérales (8) entre les première et deuxième parois.

8. Dispositif selon la revendication 7 dans lequel au moins une paroi latérale (8) comprend des moyens de guidage (28) débouchant dans la zone de collection (26).

9. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 8 dans lequel l'une des parois (6, 8) du réservoir (4) comprend des moyens (10, 14,

18) pour injecter la phase continue de l'émulsion dans le réservoir (4) ou l'en éjecter.

10. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 9 comprenant des moyens d'analyse (30) au niveau de la zone de collection (26).

11. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 10 comprenant des moyens (32) pour faire circuler la phase dispersée et localisés au niveau de la zone de collection (26).

12. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 11 dans lequel les moyens pour activer les paires d'électrodes sont adaptés pour activer les électrodes de façon à ce que le champ électrique (E) soit perpendiculaire à la première paroi (2).

13. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 12 dans lequel les moyens pour activer les paires d'électrodes sont adaptés pour créer un champ électrique (E) se déplaçant perpendiculairement à une direction définie par la zone de collection (26).

14. Procédé de séparation d'une émulsion contenant une phase dispersée (46) dans une phase continue et contenue dans un réservoir (4) comprenant un balayage, vers une zone de collection (26), du réservoir (4) par un champ électrique (E) et une

concentration de la phase dispersée (46) dans la zone de collection (26).

15. Procédé selon la revendication 14 dans lequel le réservoir (4) comprend des premières et deuxièmes électrodes (20, 38) localisées sur deux parois opposées (2, 6) du réservoir (4), le champ électrique (E) étant créé par l'activation sélective de paires de premières et deuxièmes électrodes.

16. Procédé selon la revendication 15 dans lequel des paires d'électrodes sont juxtaposées et parallèles à une direction de la zone de collection (26), entre une paire d'électrodes (20a, 38) éloignée et une paire d'électrodes (20g, 38) proche de la zone de collection (26), et dans lequel le balayage comprend le déplacement du champ électrique (E) par la succession des étapes suivantes : l'application d'un premier champ électrique entre une première paire d'électrodes, la suppression du premier champ électrique, l'application d'un deuxième champ électrique entre une deuxième paire d'électrodes juxtaposée à la première paire d'électrodes en direction de la zone de collection (26).

17. Procédé selon la revendication 16 dans lequel le déplacement du champ électrique (E) entre la paire d'électrodes proche (20a, 38) et la paire d'électrodes éloignée (20g, 38) de la zone de collection (26) est répété.

18. Procédé selon l'une des revendications 14 à 17 comprenant une étape dans laquelle la zone de collection (26) est soumise à un champ électrique (E) intense de façon à ce que la phase dispersée subisse une coalescence.

19. Procédé selon l'une des revendications 14 à 18 comprenant en outre une étape de récupération de la phase dispersée après sa concentration.

20. Utilisation d'un dispositif selon l'une des revendications 1 à 13 dans un procédé selon l'une des revendications 14 à 19.

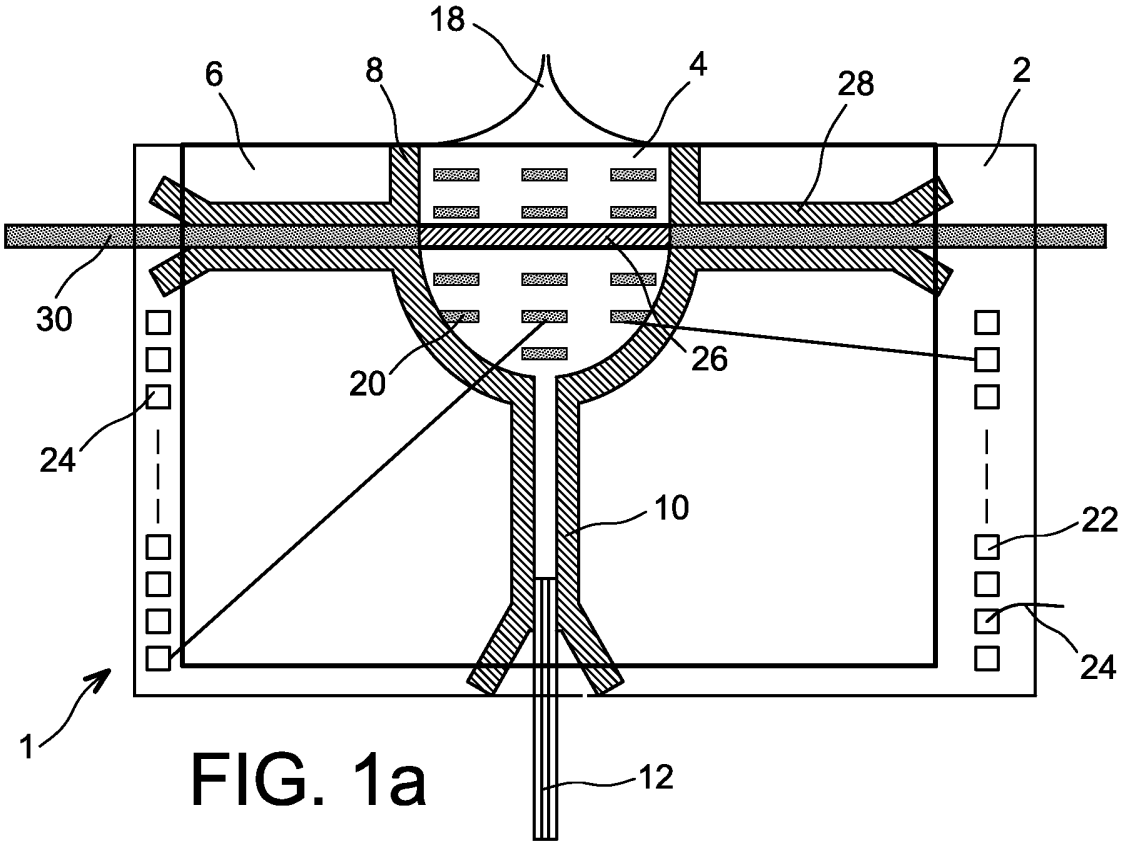


FIG. 1a

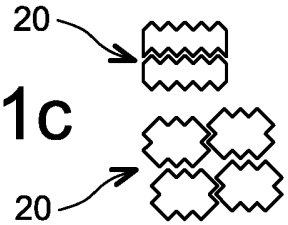
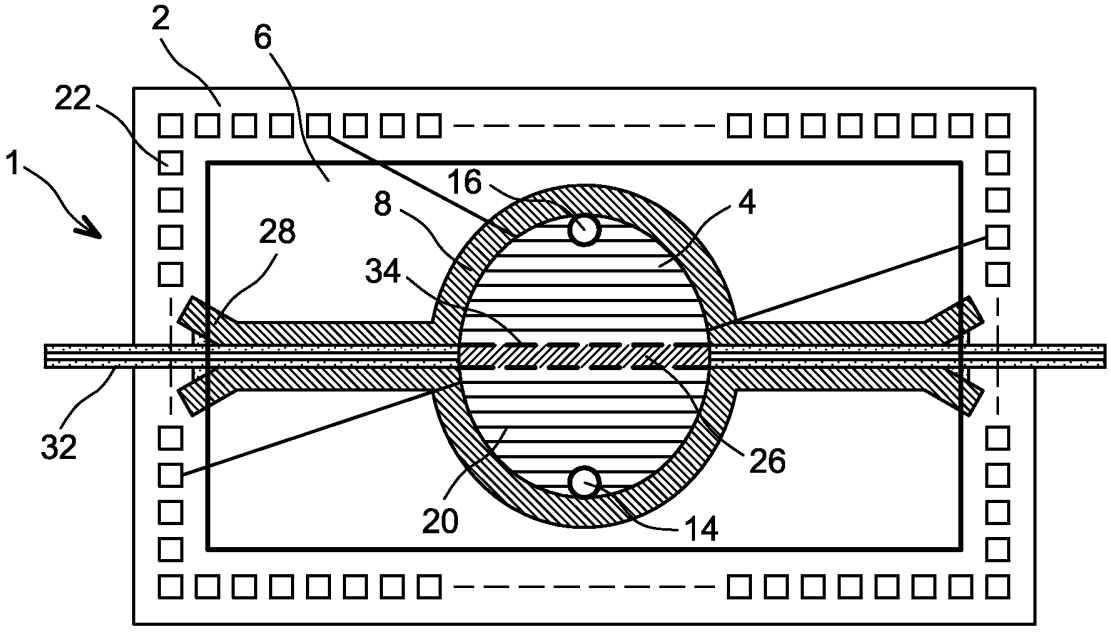


FIG. 1c

FIG. 1b



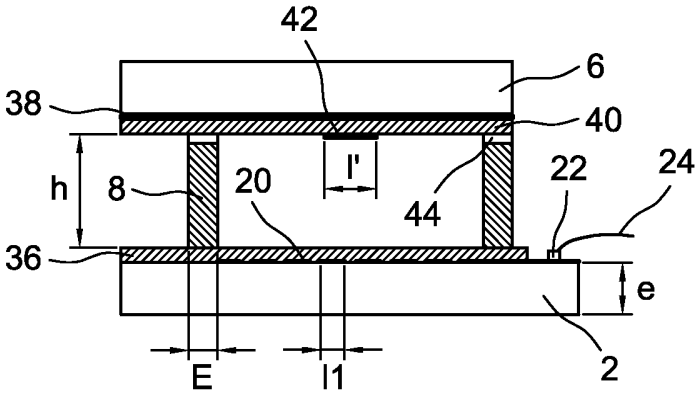


FIG. 2a

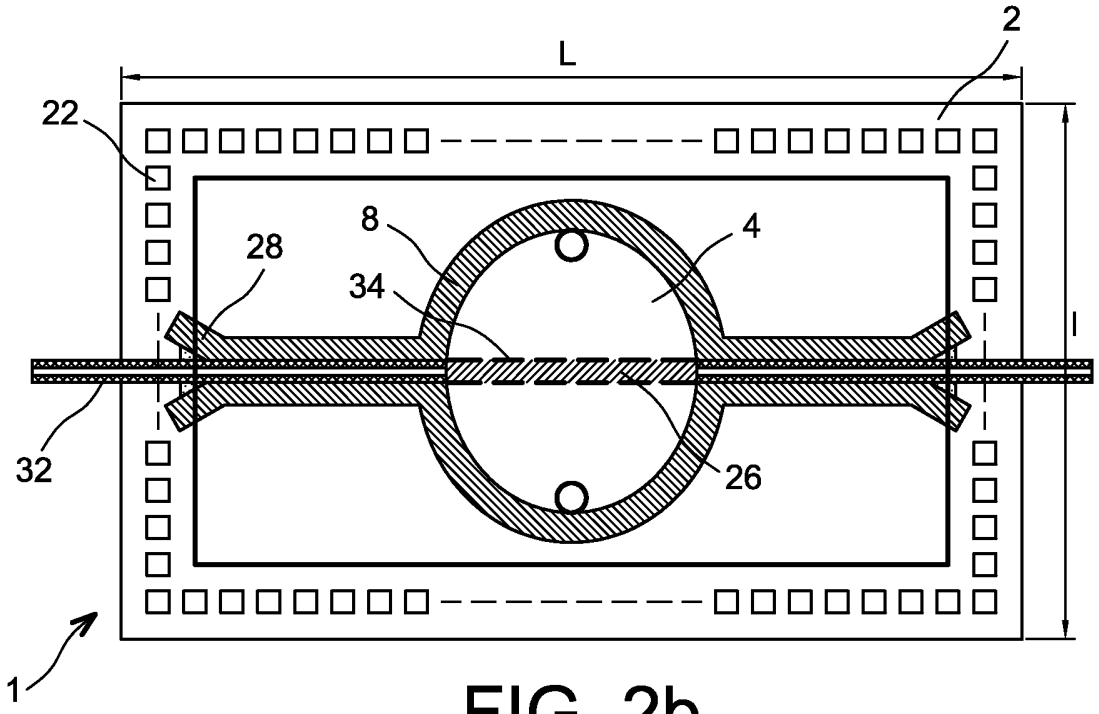


FIG. 2b

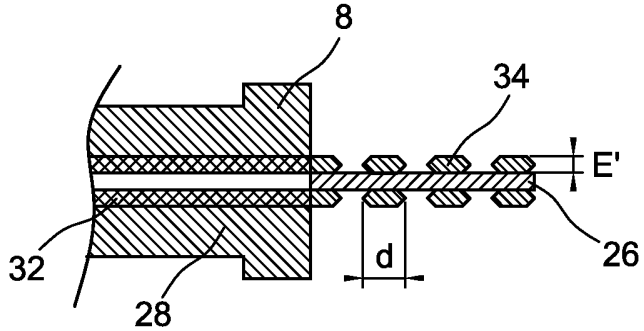


FIG. 2c

FIG. 4

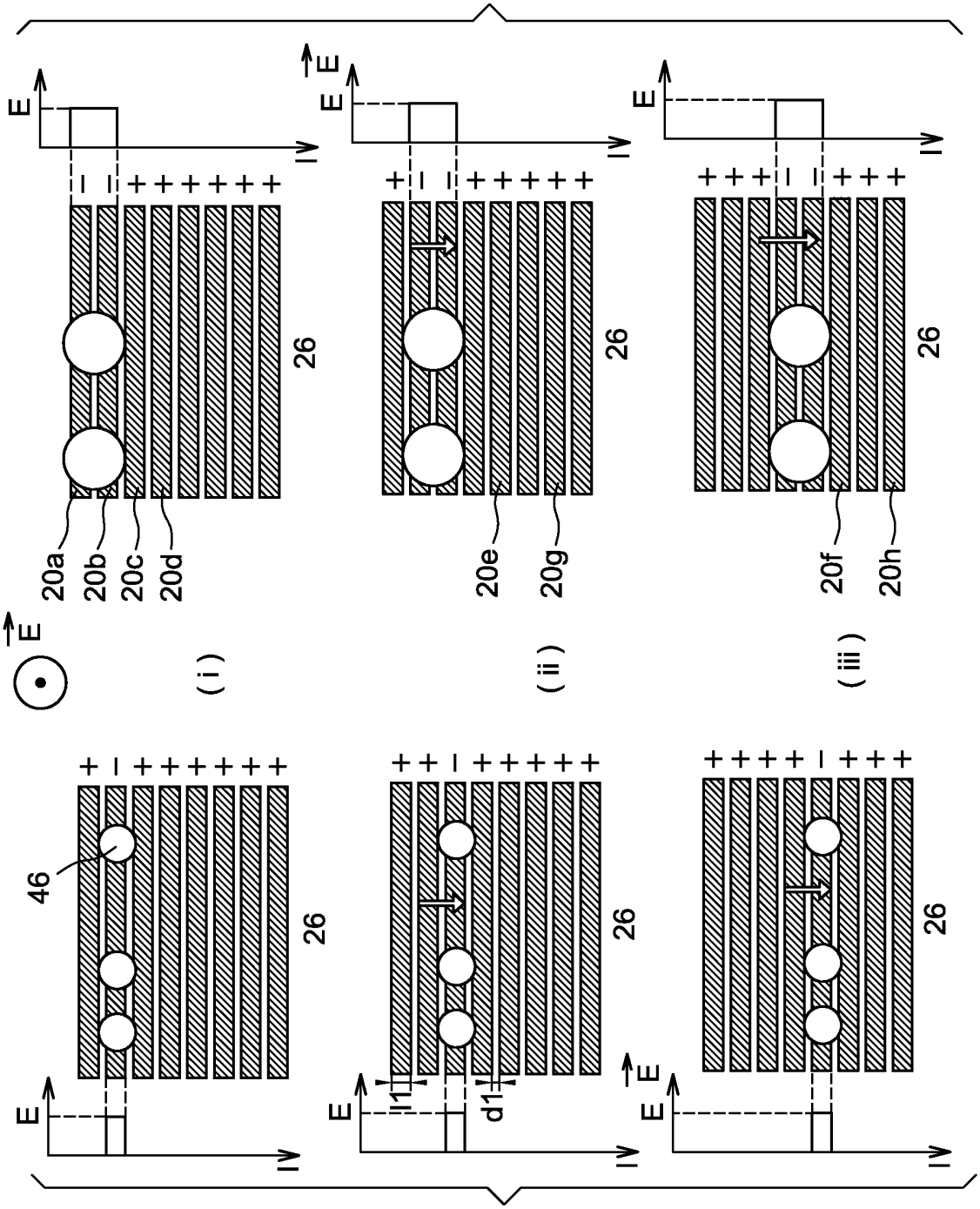


FIG. 3

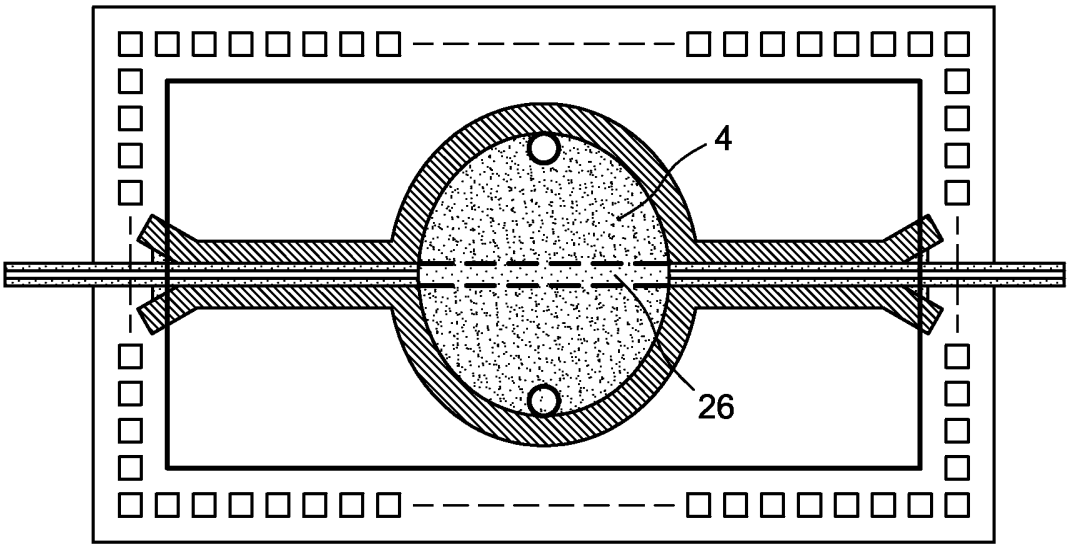


FIG. 5a

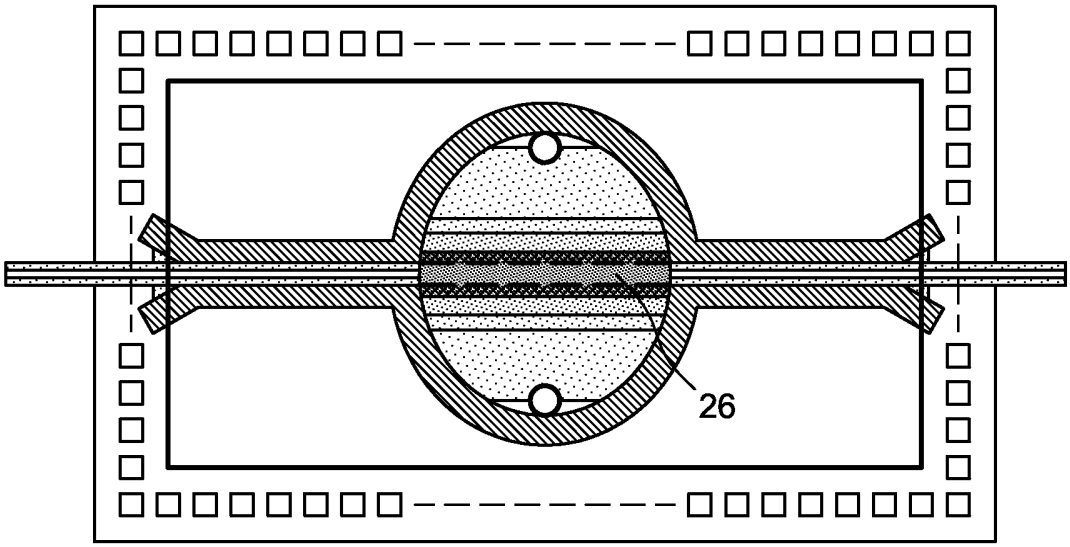


FIG. 5b

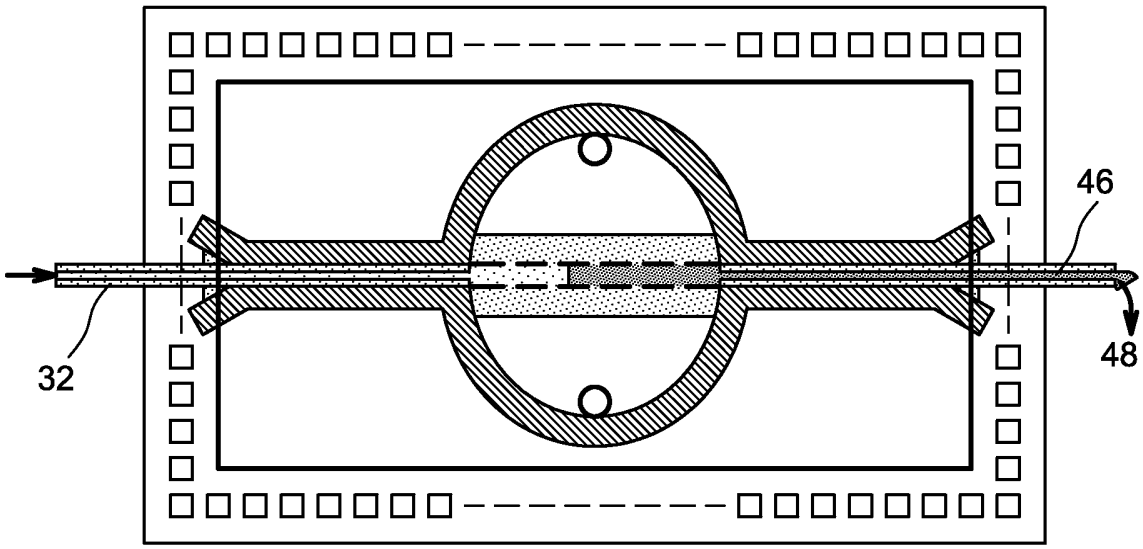


FIG. 5c

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR2005/050404

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 B01L3/00 B03C1/00 B03C5/02 B01D17/04 B01D17/06
B01D17/022

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 B01D B01L B03C G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 582 701 A (GEIS ET AL) 10 December 1996 (1996-12-10) column 4, line 45 - column 5, line 41; claims 1-25; figures 1,2,5,8 column 6, line 19 - line 25 column 6, line 67 - column 7, line 22 column 9, line 18 - line 28	1,2,5-7, 9-13
X	US 6 492 175 B1 (MUELLER TORSTEN ET AL) 10 December 2002 (2002-12-10) column 3, line 24 - line 64; claims 1-19,21; figures 1,2,7-10 column 8, line 33 - column 9, line 58	1-5, 12-18,20
X	US 2001/017264 A1 (KLIPPEL NORBERT ET AL) 30 August 2001 (2001-08-30) claims 1-6; figure 1	1,5,7,8, 12-15, 19,20

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of box C.

[X] Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
28 October 2005	07/11/2005

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	de La Morinerie, B

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR2005/050404

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 294 063 B1 (BECKER FREDERICK F ET AL) 25 September 2001 (2001-09-25) column 20, line 46 - column 21, line 21; figures 1,2,4,5,8-10,9B,12; examples 2-4	14,18,19
A	US 6 149 789 A (BENECKE ET AL) 21 November 2000 (2000-11-21) column 7, line 4 - line 13; claims 1-7; figures 1,3-5,7,11-14,16	1,2,14
A	US 4 601 834 A (LARKAI SAMUEL K L ET AL) 22 July 1986 (1986-07-22) column 1, line 51 - column 2, line 13 column 3, line 33 - column 4, line 13; figures 1,3	1-20
A	US 5 454 472 A (BENECKE ET AL) 3 October 1995 (1995-10-03) figures 1,2	1-9, 11-15, 18-20
A	US 2002/179448 A1 (LAUKS IMANTS R) 5 December 2002 (2002-12-05) figures 4A-6C	1,14

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No
PCT/FR2005/050404

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5582701 A	10-12-1996	US 5374834 A	20-12-1994
		US 5479035 A	26-12-1995
US 6492175 B1	10-12-2002	DE 19859459 A1	29-06-2000
		WO 0037628 A1	29-06-2000
		EP 1141264 A1	10-10-2001
		JP 2002533081 T	08-10-2002
US 2001017264 A1	30-08-2001	BR 0006382 A	07-08-2001
		DE 19963351 A1	05-07-2001
		EP 1114664 A1	11-07-2001
		NO 20006568 A	28-06-2001
US 6294063 B1	25-09-2001	AT 266472 T	15-05-2004
		CA 2362114 A1	17-08-2000
		DE 60010666 D1	17-06-2004
		DE 60010666 T2	19-05-2005
		DK 1154856 T3	02-08-2004
		EP 1154856 A2	21-11-2001
		ES 2223480 T3	01-03-2005
		HK 1043691 A1	25-02-2005
		JP 2002536167 T	29-10-2002
		PT 1154856 T	29-10-2004
		WO 0047322 A2	17-08-2000
		US 2002036139 A1	28-03-2002
US 6149789 A	21-11-2000	NONE	
US 4601834 A	22-07-1986	CA 1176205 A1	16-10-1984
		DE 3176445 D1	22-10-1987
		EP 0051463 A2	12-05-1982
US 5454472 A	03-10-1995	DE 4127405 A1	25-02-1993
		DE 4143573 C2	04-07-1996
		WO 9303850 A1	04-03-1993
		EP 0599957 A1	08-06-1994
		JP 6509745 T	02-11-1994
		JP 3453136 B2	06-10-2003
US 2002179448 A1	05-12-2002	WO 02098554 A1	12-12-2002
		CA 2449388 A1	12-12-2002
		EP 1392427 A1	03-03-2004
		JP 2004537043 T	09-12-2004
		US 2003127333 A1	10-07-2003

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No
PCT/FR2005/050404

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 B01L3/00 B03C1/00 B03C5/02 B01D17/04 B01D17/06
B01D17/022

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 B01D B01L B03C G01N

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 5 582 701 A (GEIS ET AL) 10 décembre 1996 (1996-12-10) colonne 4, ligne 45 - colonne 5, ligne 41; revendications 1-25; figures 1,2,5,8 colonne 6, ligne 19 - ligne 25 colonne 6, ligne 67 - colonne 7, ligne 22 colonne 9, ligne 18 - ligne 28	1,2,5-7, 9-13
X	US 6 492 175 B1 (MUELLER TORSTEN ET AL) 10 décembre 2002 (2002-12-10) colonne 3, ligne 24 - ligne 64; revendications 1-19,21; figures 1,2,7-10 colonne 8, ligne 33 - colonne 9, ligne 58	1-5, 12-18,20
X	US 2001/017264 A1 (KLIPPEL NORBERT ET AL) 30 août 2001 (2001-08-30) revendications 1-6; figure 1	1,5,7,8, 12-15, 19,20

-/--

[X] Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

[X] Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particullèrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
28 octobre 2005	07/11/2005

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	de La Morinerie, B

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No
PCT/FR2005/050404

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 6 294 063 B1 (BECKER FREDERICK F ET AL) 25 septembre 2001 (2001-09-25) colonne 20, ligne 46 - colonne 21, ligne 21; figures 1,2,4,5,8-10,9B,12; exemples 2-4	14,18,19
A	US 6 149 789 A (BENECKE ET AL) 21 novembre 2000 (2000-11-21) colonne 7, ligne 4 - ligne 13; revendications 1-7; figures 1,3-5,7,11-14,16	1,2,14
A	US 4 601 834 A (LARKAI SAMUEL K L ET AL) 22 juillet 1986 (1986-07-22) colonne 1, ligne 51 - colonne 2, ligne 13 colonne 3, ligne 33 - colonne 4, ligne 13; figures 1,3	1-20
A	US 5 454 472 A (BENECKE ET AL) 3 octobre 1995 (1995-10-03) figures 1,2	1-9, 11-15, 18-20
A	US 2002/179448 A1 (LAUKS IMANTS R) 5 décembre 2002 (2002-12-05) figures 4A-6C	1,14

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No
PCT/FR2005/050404

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5582701 A	10-12-1996	US 5374834 A	20-12-1994
		US 5479035 A	26-12-1995
US 6492175 B1	10-12-2002	DE 19859459 A1	29-06-2000
		WO 0037628 A1	29-06-2000
		EP 1141264 A1	10-10-2001
		JP 2002533081 T	08-10-2002
US 2001017264 A1	30-08-2001	BR 0006382 A	07-08-2001
		DE 19963351 A1	05-07-2001
		EP 1114664 A1	11-07-2001
		NO 20006568 A	28-06-2001
US 6294063 B1	25-09-2001	AT 266472 T	15-05-2004
		CA 2362114 A1	17-08-2000
		DE 60010666 D1	17-06-2004
		DE 60010666 T2	19-05-2005
		DK 1154856 T3	02-08-2004
		EP 1154856 A2	21-11-2001
		ES 2223480 T3	01-03-2005
		HK 1043691 A1	25-02-2005
		JP 2002536167 T	29-10-2002
		PT 1154856 T	29-10-2004
		WO 0047322 A2	17-08-2000
		US 2002036139 A1	28-03-2002
US 6149789 A	21-11-2000	AUCUN	
US 4601834 A	22-07-1986	CA 1176205 A1	16-10-1984
		DE 3176445 D1	22-10-1987
		EP 0051463 A2	12-05-1982
US 5454472 A	03-10-1995	DE 4127405 A1	25-02-1993
		DE 4143573 C2	04-07-1996
		WO 9303850 A1	04-03-1993
		EP 0599957 A1	08-06-1994
		JP 6509745 T	02-11-1994
		JP 3453136 B2	06-10-2003
US 2002179448 A1	05-12-2002	WO 02098554 A1	12-12-2002
		CA 2449388 A1	12-12-2002
		EP 1392427 A1	03-03-2004
		JP 2004537043 T	09-12-2004
		US 2003127333 A1	10-07-2003