

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :

2 960 452

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national :

10 54209

⑤1 Int Cl⁸ : B 01 J 19/00 (2006.01), B 01 J 4/00

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 31.05.10.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 02.12.11 Bulletin 11/48.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : CORNING INCORPORATED — US.

⑦2 Inventeur(s) : LAVRIC DANIELA et TANGUY
RONAN.

⑦3 Titulaire(s) : CORNING INCORPORATED.

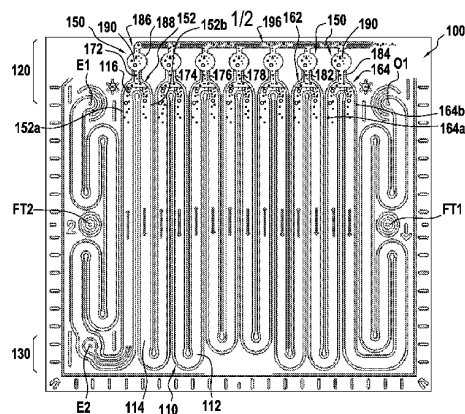
⑦4 Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

⑤4 DISPOSITIF FORMANT MICROREACTEUR EQUIPE DE MOYENS DE COLLECTE ET D'EVACUATION IN SITU
DU GAZ FORME ET PROCEDE ASSOCIE.

⑤7 L'invention concerne un dispositif formant microréac-
teur.

Ce dispositif formant microréacteur (100) comprend un microcircuit (110) définissant une micro-chambre (112) de réaction contenant un milieu réactionnel et liquide (114), dans lequel se produit une réaction chimique générant du gaz (116), et est caractérisé en ce que le dispositif (100) est disposé sensiblement verticalement ou incliné, définissant une partie haute (120) et une partie basse (130) de la micro-chambre, et en ce qu'il comprend en partie haute (120) dudit microcircuit des moyens (150) de collecte et d'évacuation in situ du gaz formé lors de la réaction.

Ce dispositif réalise la séparation du gaz formé in situ.



FR 2 960 452 - A1



La présente invention concerne essentiellement un dispositif formant microréacteur disposé sensiblement verticalement ou incliné comprenant en partie haute des moyens de collecte et d'évacuation *in situ* du gaz formé lors d'une réaction en milieu liquide et un procédé de
 5 séparation in situ du gaz formé.

Etat de la technique

Lors de réactions chimiques en milieu liquide dans des microréacteurs, il se produit souvent comme sous-produit du gaz, par
 10 exemple du gaz carbonique ou CO₂ dans le cadre de réactions chimiques telles que décarboxylation dans une condensation de Claisen ; de l'azote dans la réaction de Sandmeyer de composés biazos ou dans la réaction Balz-Schiemann, dans la production d'arylfuorures, ou encore dans le cadre de réactions d'isocyanates et de thioisocyanates.

15 Diverses méthodes ont été proposées pour séparer et éliminer le gaz à partir du liquide comme par exemple :

- a) une méthode de dégazage avec un film ou une membrane de séparation comme décrite, par exemple, dans
 20 US 6 342 092 ; US 2009/0 90 215 A1 ; US 2009/208 790 A1 ; US 2009/0 162 864 A1 ; US 2009/0 143 251 permettant soit le passage du gaz, soit du liquide ;
- b) une méthode de dégazage utilisant un adsorbant ayant une capacité d'absorption du gaz ou du liquide, voir par exemple
 EP 1 080 771 ; US 2006/0 249 020, ou encore US 6 652 ... ;
- 25 c) une méthode de dégazage par décompression, voir par exemple WO 2008/155 175 ; EP 2 089 131 ; US 2009/0 159 537 ; US 2009/0 145 167 ;
- d)** une méthode de dégazage par chauffage, voir par exemple
 TW 2006/19 586 ;
- 30 e) une méthode de dégazage par des méthodes mécaniques comme des séparateurs inertes ou centrifuges tels qu'une méthode utilisant un cyclone, par exemple
 WO 2007/94 727 ; WO 2009/929 022 ; US 2009/0 242 481 ;
 EP 1 068 990 ; US 6 036 749 ; US 5 976 227 ;
 35 US 3 849 095 ; US 2009/0 100 811 ; US 2009/0 050 121 ;

f) et une méthode de piégeage, par exemple EP 2 024 052 ;
US 6 830 735.

Dans les documents EP 1 527 804 et US 2009/0 90 215 A1, la
séparation du sous-produit gazeux est réalisée de manière continue dans
5 un tuyau externe ayant une partie de section plus grande. Le dispositif de
séparation gaz-liquide est installé entre les unités d'un procédé multi-
étapes, dans une section intermédiaire d'une tuyauterie droite qui est
réalisée de manière à présenter une longueur suffisante pour terminer la
réaction précoce, et qui passe continuellement le liquide réactionnel à la
10 seconde unité de mélange depuis la première unité de mélange, et qui
enlève continuellement le gaz sous-produit généré par la procédure de
réaction précoce (voir figure 2 de ce document).

Dans le document WO 2009/054 176, des gaz inertes et des
vapeurs non condensées éventuels sont évacués en continu d'un
15 condenseur par des ouvertures réalisées dans un canal central, voir figure
3.

Il est aussi connu par le document US 7,604,781 B2 un appareil
à microcircuit réactionnel capable de séparer des phases et des méthodes
de séparation l'utilisant dans lequel la zone de séparation 510 s'élargit
20 avant de rencontrer un élément de coalescence 508 formé par exemple
par des fibres, de la mousse (colonne 11, lignes 6 à 10 de ce document).
Cette zone de séparation, qui peut contenir une plaque de séparation 515
(colonne 11, lignes 9-11), est disposée à la fin de l'appareil, avant la
sortie, ce qui constitue une solution technique différente de l'invention
25 décrite ci-après.

Il est encore connu par le document US 2009/0 282 978 un
séparateur microfluidique pour des séparations multi-phases à base de
membranes, voir notamment la figure 3.

Il est enfin connu par le document US 6,637,463 un circuit de
30 fluide microfluidique comprenant une pluralité de passages d'écoulement
qui se subdivisent, voir figures 1 à 8. Ce circuit comprend une structure
microfluidique pour séparer les bulles de gaz d'un liquide comprenant une
chambre d'extraction en communication de fluide avec une chambre de
drainage, le fluide voyageant dans la chambre d'extraction vers la
35 chambre de drainage dans une première direction avec un système de

réservoirs supérieurs et de réservoirs inférieurs de conception et de fabrication complexes.

Buts de l'invention

- 5 La présente invention a pour but principal de résoudre le nouveau problème technique consistant en la fourniture d'un dispositif formant un microréacteur capable de séparer le gaz généré par une réaction dans un milieu liquide *in situ*, ou vice versa.
- 10 La présente invention a encore pour but de résoudre ce nouveau problème technique selon une solution qui permette une collecte *in situ* continue du gaz formé lors de la réaction ainsi qu'un enlèvement *in situ* continu du gaz sous-produit lors de la réaction dans le milieu liquide, ou vice versa.
- 15 La présente invention a encore pour but de résoudre le nouveau problème technique consistant en la fourniture d'une nouvelle structure de dispositif formant un microréacteur permettant une séparation de gaz du milieu liquide réactionnel selon une conception simple, permettant de conserver essentiellement la structure du dispositif formant un microréacteur, peu coûteuse, utilisable à l'échelle industrielle
- 20 et commerciale.

Résumé de l'invention

- La présente invention résout pour la première fois l'ensemble des problèmes techniques énoncés ci-dessus d'une manière simple, peu coûteuse, utilisable à l'échelle industrielle et commerciale.
- 25 Ainsi, selon un premier aspect, la présente invention fournit un procédé de séparation *in situ* du gaz formé dans un dispositif formant microréacteur comprenant un microcircuit définissant une micro-chambre de réaction contenant un milieu réactionnel et liquide, dans lequel se produit une réaction chimique générant ledit gaz, caractérisé en ce qu'on
- 30 dispose ledit dispositif sensiblement verticalement ou incliné, en définissant ainsi une partie haute et une partie basse de la micro-chambre, et en ce qu'on prévoit en partie haute dudit microcircuit des moyens de collecte et d'évacuation *in situ* du gaz formé lors de la réaction.
- 35 Selon un mode de réalisation particulier, le microcircuit comprend au moins un ou plusieurs coudes supérieurs et ce procédé est

caractérisé en ce qu'on dispose les moyens de collecte précités au voisinage d'au moins un dit coude, en particulier au voisinage de chaque coude, pour la collecte et l'évacuation *in situ* et en continu du gaz formé.

- Selon un autre mode de réalisation particulier, ce procédé est
- 5 caractérisé en ce que l'on intègre les moyens de collecte et d'évacuation du gaz formé au dispositif formant micro réacteur .

- Selon encore un mode de réalisation particulier, ce procédé est caractérisé en ce qu'on prévoit que chaque coude comprend au moins une ouverture communiquant avec les moyens de collecte qui sont conformés
- 10 pour former un prolongement supérieur du circuit en partie haute.

- Selon un autre mode de réalisation particulier, ce procédé est caractérisé en ce qu'on prévoit que au moins certains des coudes, et en particulier tous les coudes, comprennent un prolongement supérieur, lesdits prolongements communiquant entre eux par une conduite
- 15 commune d'évacuation du gaz formé lors de la réaction.

- Selon une variante de réalisation particulière, ce procédé est caractérisé en ce qu'on prévoit que le prolongement supérieur comprend une partie évasée définissant une chambre de collecte et de séparation du gaz du milieu réactionnel liquide.
- 20 Selon une caractéristique particulière, ce procédé prévoit que la chambre de collecte et de séparation présente une forme sensiblement sphérique.

- Selon un autre mode de réalisation particulier, selon lequel les coudes sont définis par un bras amont de circulation de fluide et un bras
- 25 aval de circulation de fluide, le procédé est caractérisé en ce qu'on réalise le bras amont de circulation de fluide pour qu'il comprenne une paroi amont opposée au coude en continuité avec une paroi amont du prolongement des moyens de collecte et d'évacuation précités du gaz formé lors de la réaction.

- 30 Selon encore un mode de réalisation particulier, ce procédé est caractérisé en ce qu'on prévoit que la conduite commune d'évacuation du gaz formé lors de la réaction présente une section allant en augmentant en direction aval du dispositif.

- Selon un autre mode de réalisation particulier, ce procédé est
- 35 caractérisé en ce qu'on prévoit que la conduite commune précitée d'évacuation du gaz formé lors de la réaction présente également une

paroi supérieure comprenant des sections arrondies en arceau, deux sections arrondies successives définissant une partie pointue faisant face sensiblement aux ouvertures précitées communiquant avec les moyens de collecte précités.

- 5 Selon un mode de réalisation particulier, ce procédé est encore caractérisé en ce qu'on prévoit que les moyens de collecte du gaz précités comprennent une chambre ayant une section de largeur plus large que le microcircuit précité au niveau du coude précité.

- 10 Selon encore un mode de réalisation particulier, ce procédé est caractérisé en ce qu'on réalise au moins un traitement de la surface du microcircuit, au moins au niveau de chaque coude supérieur précité, pour rendre cette surface hydrophobe ou organophobe de sorte que le milieu réactionnel liquide n'adhérera pas ou sensiblement pas à celle-ci.

- 15 Selon un autre mode de réalisation particulier, ce procédé est caractérisé en ce qu'on prévoit que la paroi commune à deux coudes successifs comprend au moins un déflecteur dans sa partie supérieure ayant pour fonction d'intercepter au moins en partie les gouttes entraînées par la phase gazeuse dans la région de naissance de celles-ci.

- 20 Selon une variante de réalisation particulière, ce procédé est caractérisé en ce qu'on réalise le déflecteur pour présenter une forme sensiblement en champignon ou une forme de fonction similaire.

- Selon un deuxième aspect, la présente invention fournit un dispositif formant_microréacteur comprenant un microcircuit définissant une micro-
 25 chambre de réaction contenant un milieu réactionnel et liquide, dans lequel se produit une réaction chimique générant du gaz, caractérisé en ce que le dispositif est disposé sensiblement verticalement ou incliné, définissant une partie haute et une partie basse de la micro-chambre, et en ce qu'il comprend en partie haute dudit microcircuit des moyens de
 30 collecte et d'évacuation *in situ* du gaz formé lors de la réaction.

- Selon un mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que le microcircuit comprend au moins un ou plusieurs coudes supérieurs et en ce que les moyens de collecte précités sont situés au voisinage d'au moins un dit coude, en particulier au voisinage de
 35 chaque coude, pour la collecte et l'évacuation *in situ* et en continu du gaz formé.

Selon un autre mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que les moyens de collecte d'évacuation du gaz formé sont intégrés au dispositif.

- 5 Selon encore un mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que chaque coude comprend au moins une ouverture communiquant avec les moyens de collecte qui sont conformés pour former un prolongement supérieur du circuit en partie haute.

- 10 Selon un autre mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que au moins certains des coudes, et en particulier tous les coudes, comprennent un prolongement supérieur, lesdits prolongements communiquant entre eux par une conduite commune d'évacuation du gaz formé lors de la réaction.

- 15 Selon une variante de réalisation particulière, ce dispositif est caractérisé en ce que le prolongement supérieur comprend une partie évasée définissant une chambre de collecte et de séparation du gaz du milieu réactionnel liquide.

Selon une caractéristique particulière, la chambre de collecte et de séparation présente une forme sensiblement sphérique.

- 20 Selon un autre mode de réalisation particulier, selon lequel les coudes sont définis par un bras amont de circulation de fluide et un bras aval de circulation de fluide, le dispositif est caractérisé en ce que le bras amont de circulation de fluide comprend une paroi amont opposée au coude en continuité avec une paroi amont du prolongement des moyens de collecte et d'évacuation précités du gaz formé lors de la réaction.

- 25 Selon encore un mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que la conduite commune d'évacuation du gaz formé lors de la réaction présente une section allant en augmentant en direction aval du dispositif.

- 30 Selon un autre mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que la conduite commune précitée d'évacuation du gaz formé lors de la réaction présente également une paroi supérieure comprenant des sections arrondies en arceau, deux sections arrondies successives définissant une partie pointue faisant face sensiblement aux ouvertures précitées communiquant avec les moyens de collecte précités.

- 35 Selon un mode de réalisation particulier, ce dispositif est encore caractérisé en ce que les moyens de collecte du gaz précités comprennent

une chambre ayant une section de largeur plus large que le microcircuit précité au niveau du coude précité.

Selon encore un mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que la surface du microcircuit, au moins au niveau de
5 chaque coude supérieur précité, est traitée pour être hydrophobe ou organophobe de sorte que le milieu réactionnel liquide n'adhérera pas à celle-ci.

Selon un autre mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que la paroi commune à deux coudes successifs
10 comprend au moins un déflecteur dans sa partie supérieure ayant pour fonction d'intercepter au moins en partie les gouttes entraînées par la phase gazeuse dans la région de naissance de celles-ci.

Selon une variante de réalisation particulière, ce dispositif est caractérisé en ce que le déflecteur présente une forme sensiblement en
15 champignon ou une forme de fonction similaire.

Dans le cadre de l'invention, on entend par les termes «disposé sensiblement verticalement ou incliné » que le dispositif peut être disposé verticalement, ou dans une position proche de la position verticale, ou encore dans une position inclinée par rapport à l'horizontale, de manière à
20 favoriser la montée, donc la séparation, des bulles de gaz générées dans le milieu liquide réactionnel.

D'autres buts, caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront clairement à partir de la description explicative qui va suivre faite en référence à plusieurs modes de réalisation de l'invention, actuellement préférés, donnés simplement à titre d'illustration, et qui ne
25 sauraient donc en aucune façon limiter la portée de l'invention.

DESCRIPTION DES FIGURES

30 - La figure 1 représente un premier mode de réalisation d'un dispositif formant microréacteur selon la présente invention de séparation continue de gaz-liquide, disposé ici sensiblement verticalement, en coupe axiale longitudinale;

- la figure 2 représente un deuxième mode de réalisation d'un
35 dispositif formant microréacteur selon la présente invention de séparation

continue de gaz-liquide, disposé également sensiblement verticalement, en coupe axiale longitudinale ;

- la figure 3 représente un troisième mode de réalisation d'un dispositif formant microréacteur selon la présente invention de séparation
5 continue de gaz-liquide, disposé encore sensiblement verticalement, en coupe axiale longitudinale; et

- la figure 4 représente un quatrième mode de réalisation d'un dispositif formant microréacteur selon la présente invention, disposé encore sensiblement verticalement, en coupe axiale longitudinale.

10

En référence à la **Figure 1**, la présente invention fournit un dispositif formant microréacteur 100 comprenant un microcircuit 110 définissant au moins une micro-chambre 112 de réaction contenant un milieu réactionnel liquide 114, dans lequel se produit une réaction
15 chimique générant du gaz 116.

Le microcircuit 110 peut comprendre au moins une première arrivée d'alimentation E1 d'au moins un premier milieu réactionnel liquide et au moins une deuxième arrivée d'alimentation E2 en un deuxième milieu réactionnel liquide ayant au moins un composant réagissant chimiquement
20 avec au moins un composant du premier milieu réactionnel liquide, la réaction chimique générant ledit gaz. Il peut s'agir ici de tous types de réactions chimiques bien connues de l'homme de l'art, comme expliqué en fin de description.

Le milieu réactionnel liquide est bien entendu évacué par au moins
25 une sortie O1.

Comme il est bien connu de l'homme de l'art, il peut aussi être prévu habituellement au moins une arrivée FT1 de fluide thermique alimenté à une température prédéterminée pour contrôler la réaction chimique, et soit à co-courant, soit à contre-courant du sens global de
30 circulation du milieu réactionnel liquide, comme bien représenté par les flèches notamment à la figure 1, ce fluide thermique étant évacué par au moins une sortie FT2.

Selon l'invention, ce dispositif est caractérisé en ce que le dispositif 100 est disposé sensiblement verticalement ou incliné, comme représenté,
35 définissant une partie haute 120 et une partie basse 130 de la micro-chambre, et en ce qu'il comprend en partie haute 120 dudit microcircuit

110 des moyens 150 de collecte, de séparation et d'évacuation *in situ* du gaz 116 formé lors de la réaction.

Selon un mode de réalisation particulier, ce dispositif 100 est caractérisé en ce que le microcircuit comprend au moins un ou plusieurs coudes supérieurs tels que 152, 154, 156, 158, 160, 162, 164 et en ce que les moyens de collecte 150 précités sont situés au voisinage d'au moins un dit coude, en particulier au voisinage de chaque coude, comme représenté, pour la collecte, la séparation et l'évacuation *in situ* et en continu du gaz 116 formé, comme bien compréhensible pour l'homme de l'art.

Selon un autre mode de réalisation particulier, ce dispositif 100 est caractérisé en ce que les moyens 150 de collecte, de séparation et d'évacuation du gaz formé sont intégrés au dispositif, comme représenté à la figure 1.

Selon encore un mode de réalisation particulier, ce dispositif 100 est caractérisé en ce que chaque coude 152, 154, 156, 158, 160, 162, 164 comprend au moins une ouverture 172, 174, 176, 178, 180, 182, 184, communiquant avec les moyens 150 de collecte qui sont conformés pour former un prolongement supérieur 186 du circuit en partie haute 120.

Selon un autre mode de réalisation particulier, ce dispositif 100 est caractérisé en ce que au moins certains des coudes, et en particulier tous les coudes, comprennent un prolongement supérieur tel que 186, lesdits prolongements communiquant entre eux par une conduite commune 196 d'évacuation du gaz 116 formé lors de la réaction.

Selon une variante de réalisation particulière, ce dispositif 100 est caractérisé en ce que le prolongement supérieur 186 comprend au niveau d'au moins un coude ou de chaque coude, comme représenté, une partie évasée 188 définissant une chambre 190 de collecte et de séparation du gaz 116 du milieu réactionnel liquide 114, communiquant de ce fait avec la chambre 112 du microcircuit 110.

Selon une autre caractéristique particulière, la chambre 190 de collecte et de séparation présente une forme sensiblement sphérique, comme représenté à la figure 1.

Selon un autre mode de réalisation particulier, représenté à la **Figure 2**, pour lequel les mêmes chiffres de référence sont repris, les coudes 152, 154, 156, 158, 160, 162, 164 sont définis par un bras amont

152a, 154a, 156a, 158a, 160a, 162a, 164a de circulation de fluide et un bras aval 152b, 154b, 156b, 158b, 160b, 162b, 164b de circulation de fluide, et le dispositif est ici caractérisé en ce que le bras amont 152a, 154a, 156a, 158a, 160a, 162a, 164a de circulation de fluide comprend
 5 une paroi amont opposée au coude 152, 154, 156, 158, 160, 162, 164 en continuité avec une paroi amont telle que 200, 202, 204, 206, 208, 210, 212, du prolongement 186 des moyens 150 de collecte, de séparation et d'évacuation précités du gaz 116 formé lors de la réaction. autrement dit, l'ouverture précitée 172, 174, 176, 178, 180, 182, 184 est beaucoup plus
 10 grande, ici d'une dimension supérieure à la largeur du bras amont, grâce à la suppression de la partie inclinée amont du coude, comme cela se voit particulièrement bien en comparant les figures 2 et 1, en facilitant ainsi l'évacuation et la récupération du gaz 116.

Selon encore un mode de réalisation particulier, représenté à la
 15 **Figure 3**, pour lequel les mêmes chiffres de référence sont repris, ce dispositif est caractérisé en ce que la conduite commune 196 d'évacuation du gaz 116 formé lors de la réaction présente une section allant en augmentant en direction aval du dispositif, comme bien visible à la figure 3. La section S2 en aval peut par exemple être au moins le double de la
 20 section S1 en amont.

Selon un autre mode de réalisation particulier, représenté à la **Figure 4**, pour lequel les mêmes chiffres de référence sont repris, ce dispositif est caractérisé en ce que la conduite commune 196 précitée d'évacuation du gaz 116 formé lors de la réaction présente également une
 25 paroi supérieure comprenant des sections 198 arrondies en arceau, deux sections arrondies successives définissant une partie pointue 199 faisant face sensiblement aux ouvertures 172, 174, etc, précitées communiquant avec les moyens de collecte 150 précités.

Selon un mode de réalisation particulier, ce dispositif est encore
 30 caractérisé en ce que les moyens de collecte du gaz précités comprennent une chambre 190 ayant une section de largeur plus large que le microcircuit 110 précité au niveau du coude, tel que 152, précité.

Selon encore un mode de réalisation particulier, ce dispositif est caractérisé en ce que la surface du microcircuit, au moins au niveau de
 35 chaque coude supérieur précité, est traitée par des produits bien connus de l'homme de l'art pour présenter une surface hydrophobe ou

organophobe de sorte que le milieu réactionnel liquide n'adhérera pas ou sensiblement pas à celle-ci.

Selon un autre mode de réalisation particulier, représenté à la **Figure 4**, ce dispositif est caractérisé en ce que la paroi commune à deux
5 coudes successifs comprend au moins un déflecteur 220 dans sa partie supérieure ayant pour fonction d'intercepter au moins en partie les gouttes de milieu liquide entraînées par la phase gazeuse dans la région de naissance de celles-ci.

Selon une variante de réalisation particulière, ce dispositif 100
10 peut être encore caractérisé en ce que le déflecteur 220 présente une forme sensiblement en champignon, comme montré à la **Figure 4**; ou une forme de fonction similaire.

On comprend que grâce à l'invention, on met bien en oeuvre le procédé de séparation in situ du gaz formé lors de la réaction telle que
15 précédemment défini et de ce fait on enlève le gaz continuellement à partir du milieu réactionnel liquide à l'intérieur du microréacteur. Ainsi, la présence du gaz sous-produit n'affecterait pas de manière significative les transferts thermiques et la productivité par m^3 du réacteur sera augmentée. En effet, un coefficient de transfert thermique inférieur
20 conduirait à une température supérieure augmentant le risque de surchauffe locale, de formation de réactions secondaires non désirées et/ou la dégradation thermique physique des produits, qui peuvent conduire à des dépôts sur la surface, ce qui dégradera encore le coefficient de transfert thermique.

En enlevant in situ le gaz, la productivité s'accroîtra, et ainsi il sera moins nécessaire d'utiliser de nombreux modules de fluides pour la même production. Autrement dit, la productivité par m^3 de réacteur sera augmentée. Etant donné que le débit d'écoulement du liquide alimenté est constant, la présence de gaz dans le microcircuit réactionnel augmenterait
30 la vitesse et diminuerait le temps de résidence. Ceci conduirait à la nécessité d'utiliser plus de modules micro-fluidiques pour obtenir la conversion finale recherchée. En outre, si le gaz sous-produit était séparé entre les modules de fluides, comme dans l'art antérieur, ceci ajouterait à la complexité du réacteur, en raison de l'emploi d'un récipient distinct
35 constituant un séparateur de gaz/liquide, avec les complications induites telles que perte de charge supplémentaire, connecteur métallique, etc.

Il en résulte que la présente invention est une solution astucieuse, non évidente pour un homme de l'art, qui améliore le procédé de fabrication sans à avoir à utiliser des éléments internes additionnels dans le module micro-fluidique.

5 Les modes de réalisation représentés aux figures 1 à 4 constituent une partie intégrante de la présente invention et toute caractéristique, qui apparaît être nouvelle par rapport à un état de la technique quelconque, est revendiquée en tant que telle dans sa forme et dans sa fonction générale.

10 On observera que grâce aux structures de dispositif représentées aux figures 1 à 4, il est possible d'alimenter des liquides et des gaz à basses vitesses et à vitesses élevées, les bulles de gaz formées quittent le microcircuit réactionnel et s'écoulent, en dépit de la faible largeur, par la conduite commune 190 réunissant la partie supérieure du
15 microcircuit réactionnel. Pour des débits d'écoulement plus élevés en gaz, la coalescence des bulles n'empêche pas l'évacuation du gaz, notamment en utilisant une conduite commune 196 de plus grande largeur et pouvant être évasée comme représentée à la figure 3.

Il en résulte qu'avec les modes de réalisation représentées aux
20 figures 1 à 4, par exemple, il a pu être obtenu des performances de séparations satisfaisantes de gaz du liquide à la fois à des débits faibles et élevés de gaz et de liquide.

L'invention permet ainsi de réaliser tout type de réaction dans un dispositif micro-fluidique 100.

25 Il a été décrit la séparation d'un gaz d'un milieu liquide, mais évidemment l'inverse est également possible dans ce même dispositif.

Comme précédemment indiqué, tout type de réaction chimique résultant en la formation d'un mélange d'une phase liquide et d'une phase gazeuse peut être réalisé avec le procédé et le dispositif selon l'invention.

30

REVENDEICATIONS

1. Procédé de séparation *in situ* du gaz (116) formé dans un dispositif formant microréacteur (100) comprenant un microcircuit (110) définissant
5 une micro-chambre de réaction (112) contenant un milieu réactionnel liquide (112) , dans lequel se produit une réaction chimique générant ledit gaz, caractérisé en ce qu'on dispose ledit dispositif sensiblement verticalement ou incliné, en définissant ainsi une partie haute (120) et une partie basse (130) de la micro-chambre (112) , et en ce qu'on prévoit en
10 partie haute (120) dudit microcircuit des moyens (150) de collecte et d'évacuation *in situ* du gaz (116) formé lors de la réaction.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le microcircuit (110) comprend au moins un ou plusieurs coudes supérieurs (tels que 152), ce
15 procédé est caractérisé en ce qu'on dispose les moyens (150) de collecte précités au voisinage d'au moins un dit coude, en particulier au voisinage de chaque coude, pour la collecte et l'évacuation *in situ* et en continu du gaz formé.
- 20 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on intègre les moyens (150) de collecte et d'évacuation du gaz formé au dispositif (100) formant micro réacteur .
4. Procédé selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce qu'on prévoit
25 que chaque coude (tel que 152) comprend au moins une ouverture (telle que 172) communiquant avec les moyens (150) de collecte qui sont conformés pour former un prolongement supérieur (186) du circuit en partie haute (120) .
- 30 5. Procédé selon la revendication 2, 3 ou 4, caractérisé en ce que qu'on prévoit que au moins certains des coudes, et en particulier tous les coudes, comprennent un prolongement supérieur (186), lesdits prolongements communiquant entre eux par une conduite commune (196) d'évacuation du gaz formé lors de la réaction.

6. Procédé selon la revendication 4, ou 5, caractérisé en ce qu'on prévoit que le prolongement supérieur comprend une partie évasée définissant une chambre (190) de collecte et de séparation du gaz du milieu réactionnel liquide.

5

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'on prévoit que la chambre (190) de collecte et de séparation présente une forme sensiblement sphérique.

10 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, selon lequel les coudes (tels que 152) sont définis par un bras amont (tel que 152a) de circulation de fluide et un bras aval (tel que 152b) de circulation de fluide, le procédé est caractérisé en ce qu'on réalise le bras amont (tel que 152a) de circulation de fluide pour qu'il comprenne une paroi amont opposée au
15 coude en continuité avec une paroi amont (telle que 200) du prolongement (186) des moyens (150) de collecte et d'évacuation précités du gaz formé lors de la réaction.

20 9. Procédé selon l'une des revendications 5 à 8, caractérisé en ce qu'on prévoit que la conduite commune (196) d'évacuation du gaz formé lors de la réaction présente une section allant en augmentant en direction aval (S2) du dispositif.

25 10. Procédé selon l'une des revendications 5 à 9, caractérisé en ce qu'on prévoit que la conduite commune (196) précitée d'évacuation du gaz formé lors de la réaction présente également une paroi supérieure comprenant des sections arrondies en arceau (198), deux sections arrondies successives définissant une partie pointue (199) faisant face sensiblement aux ouvertures précitées (telles que 172) communiquant
30 avec les moyens de collecte (150) précités.

11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'on prévoit que les moyens de collecte (150) du gaz précités comprennent une chambre (190) ayant une section de largeur plus large que le microcircuit
35 précité au niveau du coude (tel que 152) précité.

12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce qu'on réalise au moins un traitement de la surface du microcircuit (110), au moins au niveau de chaque coude supérieur (tel que 152) précité, pour rendre cette surface hydrophobe ou organophobe de sorte que le milieu réactionnel liquide n'adhérera pas ou sensiblement pas à celle-ci.
13. Procédé selon l'une des revendications 2 à 9, caractérisé en ce qu'on prévoit que la paroi commune à deux coudes successifs comprend au moins un déflecteur (220) dans sa partie supérieure ayant pour fonction d'intercepter au moins en partie les gouttes entraînées par la phase gazeuse dans la région de naissance de celles-ci.
14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce qu'on réalise le déflecteur (220) pour présenter une forme sensiblement en champignon ou une forme de fonction similaire.
15. Dispositif formant microréacteur (100) comprenant un microcircuit (110) définissant une micro-chambre (112) de réaction contenant un milieu réactionnel et liquide (114), dans lequel se produit une réaction chimique générant du gaz (116), caractérisé en ce que le dispositif (100) est disposé sensiblement verticalement ou incliné, définissant une partie haute (120) et une partie basse (130) de la micro-chambre, et en ce qu'il comprend en partie haute (120) dudit microcircuit des moyens (150) de collecte et d'évacuation *in situ* du gaz formé lors de la réaction.
16. Dispositif selon la revendication 15, caractérisé en ce que le microcircuit (100) comprend au moins un ou plusieurs coudes supérieurs (tels que 152) et en ce que les moyens de collecte (150) précités sont situés au voisinage d'au moins un dit coude, en particulier au voisinage de chaque coude, pour la collecte et l'évacuation *in situ* et en continu du gaz formé.
- 17.. Dispositif selon la revendication 15 ou 16, caractérisé en ce que les moyens de collecte et d'évacuation (150) du gaz formé sont intégrés au dispositif (100).

18. Dispositif selon la revendication 16 ou 17, caractérisé en ce que chaque coude (tel que 152) comprend au moins une ouverture (telle que 172) communiquant avec les moyens de collecte (150) qui sont conformés pour former un prolongement supérieur (186) du circuit en
5 partie haute.
19. Dispositif selon la revendication 16,17 ou 18, caractérisé en ce que au moins certains des coudes, et en particulier tous les coudes(tels que 152), comprennent un prolongement supérieur (186) , lesdits prolongements
10 communiquant entre eux par une conduite commune (196) d'évacuation du gaz formé lors de la réaction.
20. Dispositif selon la revendication 18 ou 19, caractérisé en ce que le prolongement supérieur (186) comprend une partie évasée(188)
15 définissant une chambre (190) de collecte et de séparation du gaz du milieu réactionnel liquide.
21. Dispositif selon la revendication 20, caractérisé en ce que la chambre (190) de collecte présente une forme sensiblement sphérique.
20
22. Dispositif selon l'une des revendications 16 à 21, selon lequel les coudes sont définis par un bras amont (tel que 152a) de circulation de fluide et un bras aval (tel que 152b) de circulation de fluide, caractérisé en ce que le bras amont (tel que 152a) de circulation de fluide comprend une
25 paroi amont opposée au coude en continuité avec une paroi amont (telle que 200) du prolongement (186) des moyens (150) de collecte et d'évacuation précités du gaz formé lors de la réaction.
23. Dispositif selon l'une des revendications 19 à 22, caractérisé en ce que
30 la conduite commune (196) d'évacuation du gaz formé lors de la réaction présente une section allant en augmentant en direction aval du dispositif.
24. Dispositif selon l'une des revendications 19 à 23, caractérisé en ce que la conduite commune (196) précitée d'évacuation du gaz formé lors de la
35 réaction présente également une paroi supérieure comprenant des sections arrondies en arceau (198) , deux sections arrondies successives

définissant une partie pointue (199) faisant face sensiblement aux ouvertures précitées (telles que 172) communiquant avec les moyens de collecte (150) précités.

- 5 25. Dispositif selon l'une des revendications 15 à 24, caractérisé en ce que les moyens (150) de collecte du gaz précités comprennent une chambre(190) ayant une section de largeur plus large que le microcircuit précité au niveau du coude précité.
- 10 26. Dispositif selon l'une des revendications 15 à 25, caractérisé en ce que la surface du microcircuit(110), au moins au niveau de chaque coude supérieur (tel que 152) précité, est traitée pour rendre cette surface hydrophobe ou organophobe de sorte que le milieu réactionnel liquide n'adhérera pas ou sensiblement pas à celle-ci.
- 15 27. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 15 à 26, caractérisé en ce que la paroi commune à deux coudes successifs comprend au moins un déflecteur (220) dans sa partie supérieure ayant pour fonction d'intercepter au moins en partie les gouttes entraînées par
- 20 la phase gazeuse dans la région de naissance de celles-ci.
28. Dispositif selon la revendication 27, caractérisé en ce que le déflecteur présente une forme sensiblement en champignon ou une forme de fonction similaire.

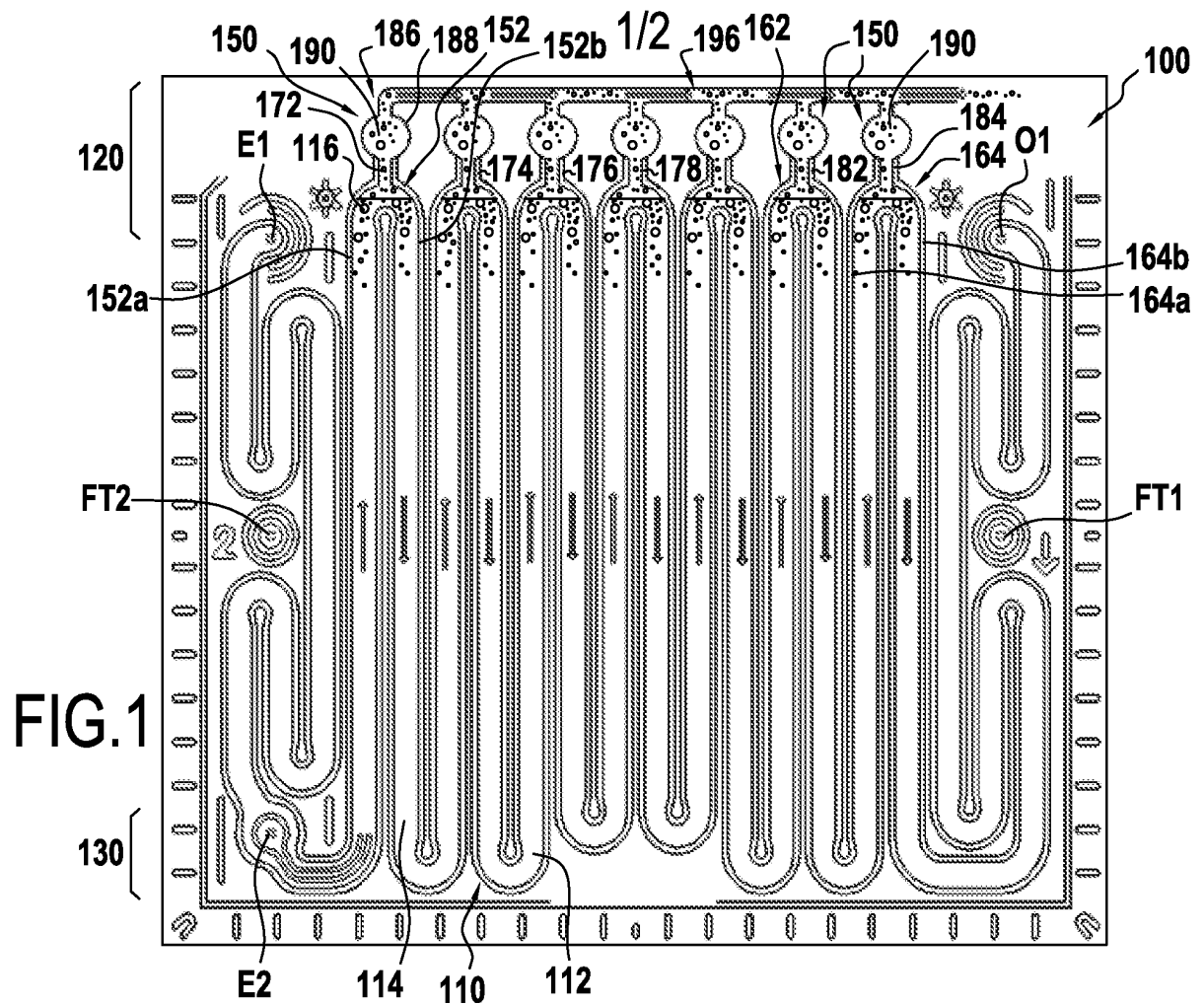


FIG.1

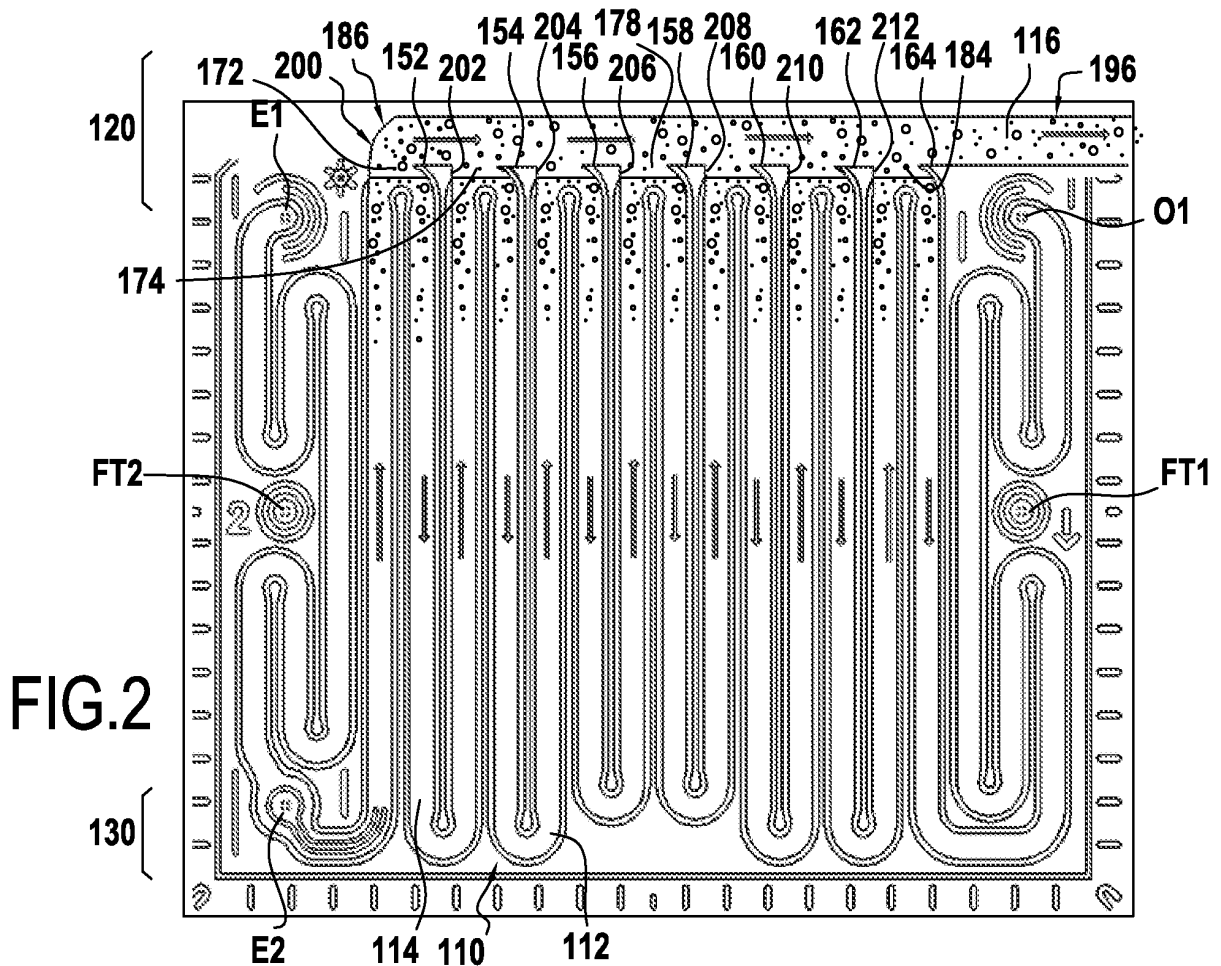
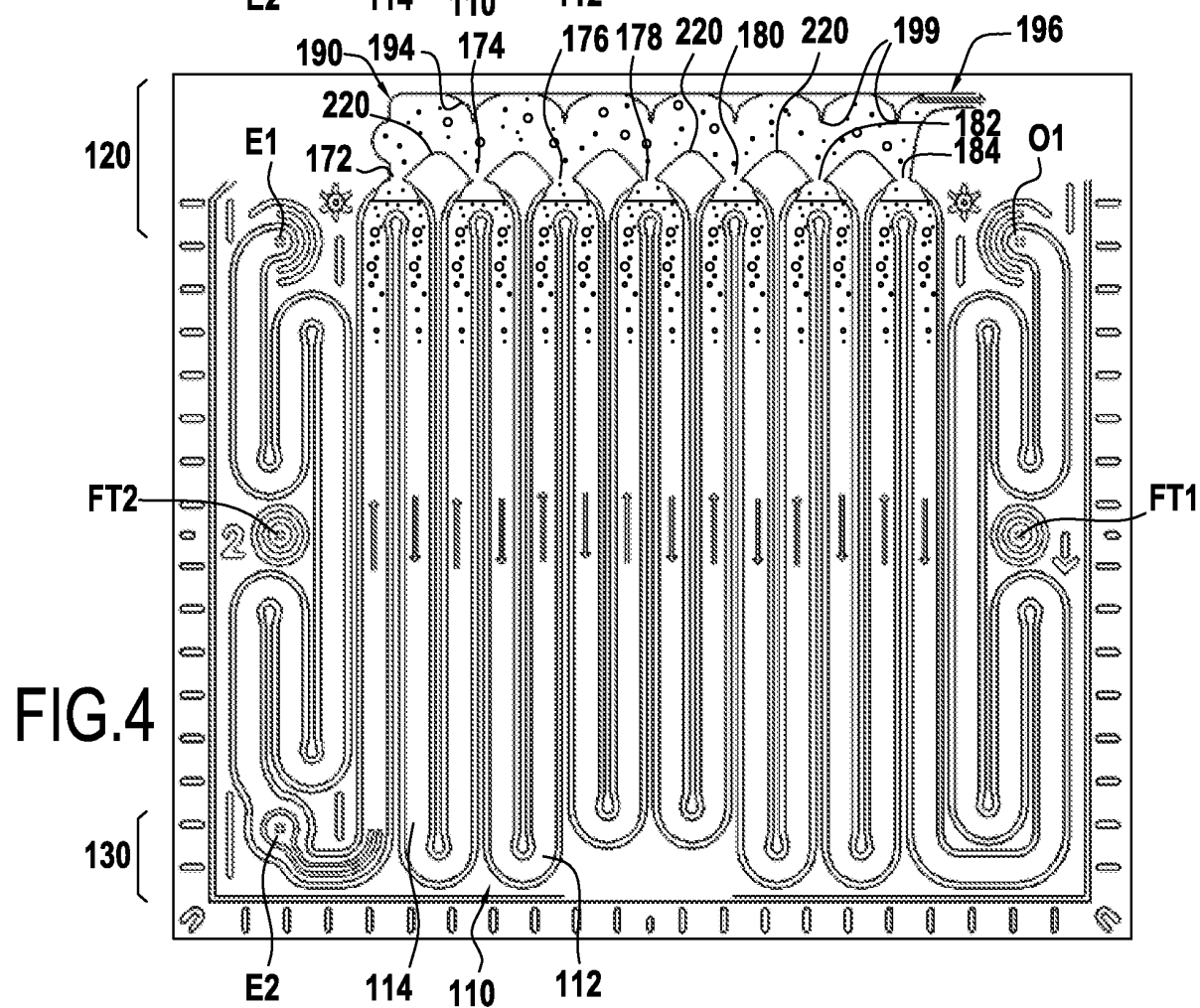
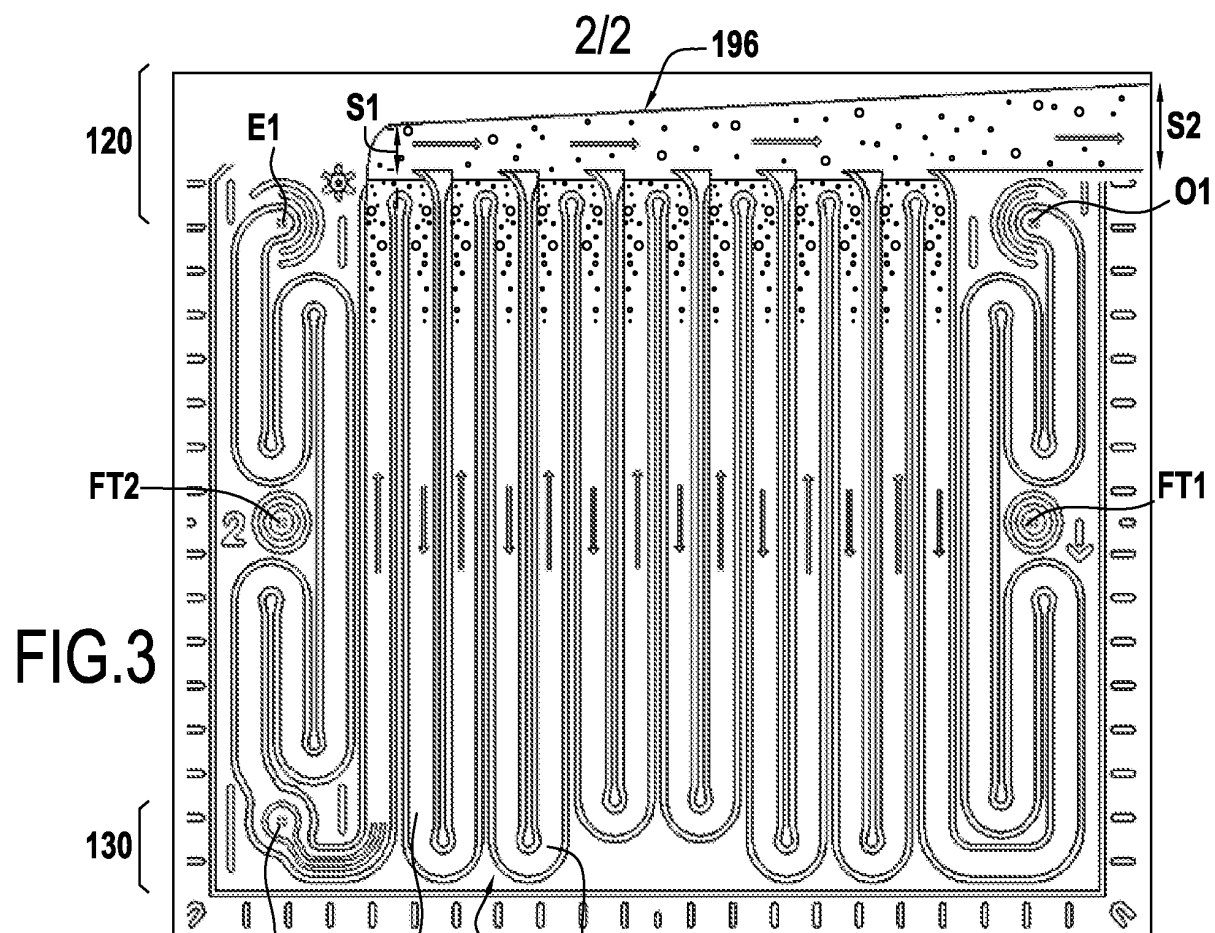


FIG.2





RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 737875
FR 1054209

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 2004/120856 A1 (ANDERSSON PER [CH] ET AL ANDERSSON PER [SE] ET AL) 24 juin 2004 (2004-06-24) * alinéa [0228] - alinéa [0244]; figure 4 *	15-19	B01J19/00 B01J4/00
X	WO 2008/122812 A2 (NITECH SOLUTIONS LTD [GB]; NI XIONGWEI [GB]; LAIRD IAN [GB]; MCDONALD) 16 octobre 2008 (2008-10-16) * page 6, ligne 4 - page 8, ligne 10 * * page 13, ligne 13 - page 16, ligne 11; figure 1 *	1-28	
A	EP 1 946 830 A1 (KONICA MINOLTA MED & GRAPHIC [JP]) 23 juillet 2008 (2008-07-23) * alinéa [0090] - alinéa [0094]; figures 4,5 *	15	
A	DE 10 2006 002926 A1 (FRAUNHOFER GES FORSCHUNG [DE]; UNIV ALBERT LUDWIGS FREIBURG [DE]) 2 août 2007 (2007-08-02) * alinéa [0034] - alinéa [0039]; revendications 10-12,22-24; figures 1,2 *	1,15	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) B01J B01D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
2 mars 2011		Vlassis, Maria	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
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			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1054209 FA 737875**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **02-03-2011**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2004120856 A1	24-06-2004	AUCUN	

WO 2008122812 A2	16-10-2008	AUCUN	

EP 1946830 A1	23-07-2008	WO 2007052471 A1	10-05-2007
		US 2009155927 A1	18-06-2009

DE 102006002926 A1	02-08-2007	EP 1974413 A1	01-10-2008
		WO 2007085402 A1	02-08-2007
		JP 2009524184 T	25-06-2009
		US 2009017357 A1	15-01-2009
