

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

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

2 953 211

21 N° d'enregistrement national : 09 58542

51 Int Cl⁸ : B 81 B 1/00 (2006.01), B 01 D 67/00, 71/02

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 01.12.09.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 03.06.11 Bulletin 11/22.

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) : TANGUY RONAN, DAVIDOVITS JEROME, LAVRIC DANIELA, HORN CLEMENS et WAKU JEAN.

73 Titulaire(s) : CORNING INCORPORATED.

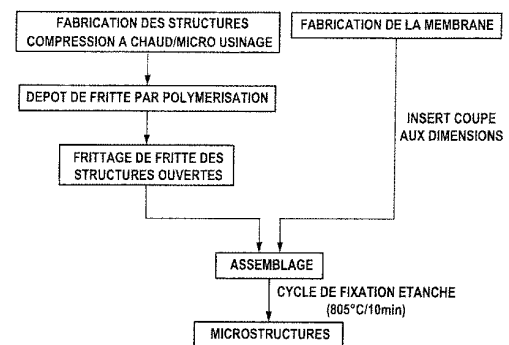
74 Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

54 DISPOSITIF MICROFLUIDIQUE COMPORTANT UNE MEMBRANE POREUSE.

57 L'invention concerne un dispositif microfluidique comportant une membrane poreuse.

Le dispositif microfluidique comprend une structure en verre, céramique ou vitrocéramique, avec au moins un passage microfluidique, contenant une membrane microporeuse rencontrant ledit passage microfluidique, caractérisé en ce que ladite structure en verre est constituée par un premier matériau de type verre ayant un premier point de ramollissement (PR) et un premier coefficient de dilatation thermique (CDT), ladite membrane poreuse est constituée par un second matériau de type verre ayant un second point de ramollissement et un second coefficient de dilatation thermique; où le second point de ramollissement est différent du premier point de ramollissement tandis que le second coefficient de dilatation thermique est proche du premier coefficient de dilatation thermique.

L'invention permet d'adapter industriellement la porosité de la membrane poreuse.



FR 2 953 211 - A1



L'invention concerne un dispositif microfluidique comportant une membrane microporeuse.

ETAT DE LA TECHNIQUE

5 Un certain nombre de dispositifs microfluidiques sont connus dans l'état de la technique.

Tout d'abord, un dispositif microfluidique et un procédé pour le fabriquer sont décrits également dans une demande de brevet antérieure US 2003/0 192 587 A1 des demandeurs.

10 Le dispositif microfluidique comprend un premier ensemble comprenant une microstructure et un premier substrat, la microstructure étant construite est disposée sur le premier substrat sous vide ; un second ensemble comprenant un second substrat positionné sur la microstructure après que le premier ensemble a été préfritté et amené à adhérer à celui-ci par traitement thermique pour former une microstructure monobloc définissant au moins un évidement entre les premier et second substrats.

15 La structure thermoformée peut être formée en un matériau choisi dans le groupe consistant essentiellement en le verre, les vitrocéramiques et les céramiques.

20 WO 2005/063379 A1 (CORNING INC) décrit d'autres dispositifs à microstructure et à membranes et un procédé pour les fabriquer.

En outre, WO 2008/085429 A2 CORNING INC décrit une structure microfluidique avec des dispositifs intégrés.

25 Ensuite, US-5 965 092 décrit un dispositif chimique microcéramique intégré ayant un corps céramique unitaire constitué par de multiples couches céramiques à l'état "cru" qui sont frittées ensemble et définissent une chambre de réaction et un premier passage pour établir une communication avec une chambre de réaction catalytique de sorte que deux ou plusieurs fluides peuvent être délivrés à une telle chambre de
30 réaction pour une réaction ; le corps céramique unitaire définit en outre une chambre de réception reliée à la chambre de réaction. Le dispositif chimique microcéramique intégré inclut en outre un membre mobile pouvant être inséré dans la chambre de réception et ayant une pluralité de microfiltres pour séparer les produits réactionnels de manière à
35 recueillir les produits réactionnels souhaités ; et le membre mobile est déplacé dans une position dans laquelle l'un des microfiltres est en

communication avec la chambre de réaction pour séparer les produits réactionnels.

La paroi de séparation perméable 39a est de préférence produite par compression à sec de la céramique et de ses poudres
5 composites comme le silicate de zirconium, le silicate d'aluminium, la zirconie, l'alumine, le carbure de silicium, le nitrure de silicium et les composites céramiques comprenant de la zirconie-alumine à une pression telle que, par frittage, le degré de porosité voulu est maintenu. Il est très important que les pores soient du type à interconnexion. La paroi de
10 séparation perméable 39a peut aussi être produite par coulée de gel, coulée en ruban et moulage par injection de silicate de zirconium ou de silicate d'aluminium de sorte qu'un degré de porosité variable est obtenu par frittage contrôlé. La paroi de séparation perméable 39a permet une réaction contrôlée entre les produits chimiques dans les fluides de chaque
15 côté de la paroi de séparation perméable 39a pour permettre le mélange de tels fluides pendant un procédé réactionnel.

Une description du microfiltre est donnée à la colonne 11, paragraphe b qui part de la création de la porosité du fait de la présence de fibres polymères mélangées avec la poudre céramique qui, lorsqu'elles
20 sont détruites par le procédé de frittage, confèrent la porosité (colonne 11, lignes 25-29). Il n'y a pas de description selon laquelle une étape de fixation étanche particulière permettrait un changement ou un contrôle de la porosité comme dans la présente invention décrite ci-dessous.

WO-03093406 décrit des membranes poreuses incorporées dans
25 des micromodules, lesdites membranes étant fabriquées par exemple à partir de polymères fluorés comme les membranes poreuses en Teflon (par exemple <RTI ID=0,0>g ; </RTI> Teflon AF 2400, DuPont), Goretex, acétate de cellulose, en verres poreux (par exemple Vycor), les membranes céramiques microporeuses (par exemple produites par des
30 techniques sol-gel), les membranes en zéolite, et silicones comme la membrane de diffusion PDMS.

JP08024600 décrit l'utilisation d'une membrane poreuse en verre dans un dispositif à microstructure pour la séparation définissant la concentration d'un groupe résiduel d'agent de silylation égale ou
35 supérieure à une quantité spécifique, en fournissant ainsi des membranes poreuses fonctionnant comme une valve unidirectionnelle.

OBJECTIFS DE L'INVENTION

Un objectif principal de l'invention est de résoudre le nouveau problème technique consistant à fournir des dispositifs microfluidiques comprenant une membrane poreuse où la porosité de la membrane peut être fixée à volonté selon l'utilisation envisagée.

L'invention a en outre comme objectif principal de résoudre ce nouveau problème technique selon une solution qui permet d'utiliser des membranes poreuses disponibles sur le marché.

Finalement, un autre objectif de l'invention est de résoudre ces problèmes techniques selon une solution qui est peu coûteuse, qui peut être mise en œuvre aisément par un procédé industriel permettant la fabrication à l'échelle industrielle.

RESUME DE L'INVENTION

DEFINITIONS :

Dans la description et les revendications, les définitions suivantes s'appliquent :

- D1) **membrane poreuse** désigne une membrane du matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique pertinent qui a une porosité donnée résultant de son procédé de fabrication. Ces membranes poreuses sont disponibles sur le marché.
- D2) **Porosité** de la membrane poreuse désigne le pourcentage en volume de porosité dans le matériau pertinent, tel que mesuré dans un appareil de porosimétrie de marque AUTOPORE IV Série 9520, disponible dans le commerce auprès de la Société américaine Micromeritics® à Norcross, Georgia, USA selon un procédé qui est bien connu de l'homme de l'art et qui comprend l'application de divers niveaux de pression sur un échantillon immergé dans du mercure. La pression requise pour introduire le mercure dans les pores de l'échantillon est inversement proportionnelle à la dimension des pores.

Pour réaliser une analyse, l'échantillon est chargé dans un pénétromètre qui comprend une coupelle, qui peut être obturée de manière étanche par un couvercle, de réception de l'échantillon connectée à un tube capillaire en verre, ayant un orifice calibré et

recouvert sur sa surface externe d'une couche de dépôt métallique permettant de faire varier la capacitance en fonction de la hauteur du mercure dans le tube capillaire. Le pénétrromètre est scellé et placé dans une chambre basse pression, où l'échantillon est débarrassé de l'air et de l'humidité, ce qui permet de remplir automatiquement le tube capillaire et la coupelle du pénétrromètre avec du mercure. Le mercure en excès est automatiquement évacué dans le réservoir interne de sorte qu'une petite quantité seulement de mercure reste dans le pénétrromètre.

Au fur et à mesure que la pression augmente dans le pénétrromètre rempli, le mercure pénètre dans les pores de l'échantillon, en commençant par les pores de plus grand diamètre. Ceci exige que le mercure se déplace à l'intérieur du tube capillaire jusque dans la coupelle pour pénétrer dans les pores de l'échantillon, résultant en une capacitance diminuée entre la colonne de mercure maintenant plus courte dans le tube capillaire et la couche métallique externe du tube capillaire.

L'instrument recueille automatiquement les mesures de basse pression sur le domaine de pressions spécifiées par l'opérateur. Ensuite, le pénétrromètre est déplacé dans la chambre haute pression, où les mesures haute pression sont réalisées. Les données sont automatiquement calculées en utilisant les points de données basses et hautes pression, ainsi qu'avec les valeurs entrées par l'opérateur, telles que le poids de l'échantillon et le poids du pénétrromètre chargé de mercure.

Le porosimètre à mercure est basé sur la loi capillaire gouvernant la pénétration de liquide dans des petits pores. Cette loi, dans le cas d'un liquide non mouillant comme le mercure, est exprimée par l'équation de Washburn :

$$D = (I/P)^{1/4} \gamma \cos \psi$$

Dans laquelle D est le diamètre des pores, P est la pression appliquée, γ est la tension de surface du mercure et ψ l'angle de contact entre le mercure et l'échantillon, tous en unités consistantes. Le volume V_i d'intrusion de mercure est ainsi mesuré directement comme fonction

de la pression P appliquée. Cette information P-V sert comme caractérisation unique de la structure de pores.

La méthode comprend une étape de calibrage et une étape de mesure proprement dite, par exemple :

5 a) Etape de calibrage (C)

Le but du calibrage est de déterminer le volume du pénétrromètre (V_p) en centimètres cubes et la masse (M_p) en grammes.

10 Chaque pénétrromètre est toujours utilisé avec le même couvercle et est stocké dans une boîte avec un numéro de pénétrromètre unique.

La procédure de calibrage consiste en :

C1) fermer le pénétrromètre avec son couvercle en utilisant une graisse pour le sceller correctement ;

15 C2) peser l'ensemble (pénétrromètre plus graisse plus couvercle). On obtient ici la masse M_p en grammes.

C3) créer un dossier *échantillon* pour chaque pénétrromètre dans le logiciel et choisir le cycle dénommé calibrage qui implique seulement les étapes de dégazage et de remplissage au mercure ;

20 C4) mettre l'ensemble dans le dispositif basse pression et commencer l'analyse automatique ;

C5) à la fin de l'analyse peser le pénétrromètre rempli (pénétrromètre plus graisse plus de couvercle plus mercure) pour obtenir une masse M_{pt} .

25 C6) à ce stade, il est possible de calculer le volume du pénétrromètre $V_p = (M_{pt} - M_p) / \rho_{Hg}$

Formule dans laquelle ρ_{Hg} est la densité du mercure en grammes par centimètre cube.

30

b) Etape de mesure (M)

La mesure de l'échantillon consiste en :

M1) peser l'échantillon (e), ici une membrane poreuse, et obtenir sa masse M_e

M2) mettre l'échantillon dans le pénétromètre et le fermer avec le couvercle correspondant en utilisant la graisse comme dans l'étape C1) ;

5 M3) créer un dossier *échantillon* et choisir une table de pression adaptée pour l'échantillon comme cela est bien connu de l'homme de l'art ;

M4) mettre l'*échantillon* dans le dispositif basse pression et commencer l'analyse ;

10 M5) à la fin de l'essai basse pression, peser le pénétromètre rempli pour obtenir une masse M_t ;

M6) mettre l'ensemble dans le dispositif haute pression.

Les résultats obtenus lors des essais basses et hautes pression sont rassemblés par le logiciel et un programme EXCEL développé en interne est exécuté pour obtenir :

- 15
- les diamètres d_{50} ; d_{10} ; et d_{90} (en micromètre) ;
 - la densité ρ en grammes/millilitre ; et
 - le volume d'intrusion V_i en millilitres par gramme ; et enfin.
 - le pourcentage de porosité en volume qui est recherché.

20 Les résultats obtenus dans le cadre de l'invention font l'objet des essais de l'exemple 7.

- D3) **Point de ramollissement** désigne la température de ramollissement du matériau pertinent, exprimée en ° Celsius telle que mesurée par élongation de fibre. On mesure la vitesse d'allongement

25 d'une fibre normalisée en fonction de la température, quand la vitesse atteint 1mm/min on a la température à $10^{7.6}$ Poises. Cette température est donnée par le fabricant du matériau.

- D4) **Coefficient de dilatation thermique** : le coefficient de dilatation thermique du matériau pertinent, exprimé en unités $10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, est donné par le fabricant du matériau.

30

Selon un premier aspect, la présente invention concerne un dispositif microfluidique comprenant une structure en verre, céramique ou vitrocéramique, avec au moins un passage microfluidique, contenant une

35 membrane microporeuse disposée transversalement dans ledit passage

microfluidique, caractérisé en ce que ladite structure en verre, céramique ou vitrocéramique est constituée par un premier matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique ayant un premier point de ramollissement (PR) et un premier coefficient de dilatation thermique (CDT), ladite
5 membrane poreuse est constituée par un second matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique ayant un second point de ramollissement et un second coefficient de dilatation thermique ; où le second point de ramollissement est différent du premier point de ramollissement tandis que le second coefficient de dilatation thermique est proche du premier
10 coefficient de dilatation thermique.

Selon une caractéristique particulière, le premier point de ramollissement de la structure est supérieur au second point de ramollissement, en particulier ledit premier point de ramollissement de la structure est supérieur d'au moins 30°C au second point de ramollissement de la membrane. Dans un autre mode de réalisation
15 particulier, ledit premier point de ramollissement de la structure est supérieur d'au moins 50°C au second point de ramollissement de la membrane.

Selon un mode de réalisation constituant une première variante, la différence entre le second coefficient de dilatation thermique et le premier coefficient de dilatation thermique est inférieure ou égale à $5 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.
20

Selon un mode de réalisation constituant une autre variante, le premier point de ramollissement (PR) de la structure est situé entre 830°C et 1050 °C et le premier coefficient de dilatation thermique (CDT) est situé entre $30 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$ et $37 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.
25

Selon un mode de réalisation constituant une autre variante, le second point de ramollissement (PR) est situé entre 800 °C et 850 °C et le second coefficient de dilatation thermique (CDT) est situé entre $30 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$ et $37 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.
30

Selon un mode de réalisation constituant une autre variante, la porosité de la membrane est contrôlée en contrôlant la température de l'étape de fixation étanche de la membrane avec les parois de la structure en verre, céramique ou vitrocéramique qui sont en contact, de sorte que
35 la membrane constitue une paroi transversale étanche dans le dit passage

microfluidique qui oblige le fluide circulant dans le passage à traverser la membrane poreuse .

5 Selon une caractéristique particulière, le matériau de type verre de la membrane poreuse est le verre de marque PYREX™. Le verre de marque PYREX™ est disponible dans le commerce et est vendu par de nombreux Fournisseurs dans le monde entier, tel que par exemple chez PROLABO™, France. Le verre de marque PYREX™ du commerce utilisé dans le cadre de l'invention a typiquement un point de ramollissement de 826°C et un coefficient de dilatation thermique de $30,5 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

10 Selon une autre caractéristique particulière, la membrane poreuse est constituée par un verre de borosilicate. Un exemple étant le matériau commercialisé par PROLABO™, France.

15 Selon une autre caractéristique particulière, la structure en verre, céramique ou vitrocéramique est choisie parmi les céramiques et leurs poudres composites comme le silicate de zirconium, le silicate d'aluminium, la zircone, l'alumine, le carbure de silicium, le nitrure de silicium et les compositions céramiques comprenant de la zircone-Al.

20 Des exemples de matériaux disponibles sur le marché qui conviennent pour la structure en verre, céramique ou vitrocéramique sont :

- Eagle Xg™ (Corning) avec un point de ramollissement de 971°C et un coefficient de dilatation thermique de $31,7 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$;
- 1737 Glass™ (Corning) avec un point de ramollissement de 966°C et un coefficient de dilatation thermique de $36,7 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$; et
- 25 - Jade™ (Corning) avec un point de ramollissement de 1 036°C et un coefficient de dilatation thermique de $37 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

30 Selon une autre caractéristique particulière, le dispositif microfluidique est caractérisé en ce que la porosité de la membrane poreuse, obtenue après l'étape de traitement de fixation étanche, est située entre 10 et 20 %.

Selon un second aspect, l'invention concerne un procédé de fabrication d'un dispositif microfluidique tel que défini ci-dessus ou dans la description qui suit, comprenant les étapes suivantes :

- 35 a) fourniture d'une structure microfluidique en verre, céramique ou vitrocéramique comprenant au moins un passage microfluidique ; ladite structure en verre, céramique ou vitrocéramique est constituée par un

premier matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique ayant un premier point de ramollissement (PR) et un premier coefficient de dilatation thermique (CDT) ;

5 b) fourniture d'au moins une membrane microporeuse en verre, ladite membrane poreuse est constituée par un second matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique ayant un second point de ramollissement et un second coefficient de dilatation thermique ; où le second point de ramollissement est différent du premier point de ramollissement tandis que le second coefficient de dilatation thermique est proche du premier
10 coefficient de dilatation thermique ;

c) réalisation de l'assemblage de la membrane avec la structure microfluidique, ladite membrane microporeuse étant disposée dans ledit passage microfluidique et constituant une cloison transversale poreuse dudit passage;

15 d) réalisation d'au moins une étape de fixation étanche à une température inférieure audit second point de ramollissement, et pendant une durée adaptée pour contrôler le changement de porosité de la membrane, et permettant la fixation étanche de la membrane avec les parois de la structure microfluidique en contact, de sorte que la membrane
20 constitue une paroi transversale étanche dans le dit passage microfluidique qui oblige le fluide circulant dans le passage à traverser la membrane poreuse.

Selon une caractéristique particulière, le premier point de ramollissement est supérieur au second point de ramollissement.

25 Selon une autre caractéristique particulière, la porosité de la membrane poreuse, obtenue après l'étape de traitement de fixation étanche, est située entre 10 et 20 %. La porosité avant la fixation étanche est généralement bien supérieure ; et, par exemple, la porosité avant la fixation étanche de la membrane poreuse est d'environ 30 %.

30 Selon encore une autre caractéristique particulière, l'étape de fixation étanche de la structure et de la membrane poreuse est réalisée à une température située entre 780 et 820°C, en particulier à environ 800°C pendant une durée de 5 à 15 min, en particulier d'environ 10 min.

35 Plus généralement, selon l'invention, les matériaux de la structure et les matériaux de la membrane poreuse devraient présenter une faible discordance des coefficients de dilatation thermique (CDT) pour

pouvoir être fixés ensemble de manière étanche. De plus, le matériau de la membrane devrait conserver une porosité adéquate aux températures de fixation étanche, de sorte qu'une différence suffisante entre les points de ramollissement (PR ou TL) est nécessaire ; le point de ramollissement
5 du matériau poreux devrait être supérieur à celui des matériaux de la structure pour conserver une certaine porosité ouverte à la température de fixation étanche.

Concernant la fabrication de la membrane, le choix d'une membrane en verre PYREX™ du commerce de chez PROLABO®,
10 disponible dans différentes classes de porosité, avec une bonne durabilité chimique, à faible coût a été testé, comme meilleur mode de réalisation, et décrit ultérieurement.

La mise en forme de la membrane poreuse peut être réalisée aisément par tranchage, polissage ou perçage. Des formes d'échantillons
15 comme des cercles, des bandes et des rectangles ont été obtenues sans problème réel. Les inventeurs ont noté que, pour une faible épaisseur, inférieure à 1 mm, une manipulation avec précaution est recommandée, en utilisant des pinces par exemple.

Concernant la fabrication des structures comprenant au moins
20 un micropassage ouvert à protubérances, les inventeurs ont utilisé dans la plupart des cas des couches pressées issues d'un procédé de compression à chaud, voir le brevet CORNING n° EP 1.964.817 and WO 2008/106160 pour une description plus détaillée. Des feuilles de verre sont pressées entre des moules en graphite usinés pour obtenir une copie négative.
25 L'assemblage ou empilement par groupe de 2 couches avec leurs protubérances en contact permet de former le microcanal complet fermé. Après des opérations incluant des étapes de finition telles que le dressage, le perçage de trous, le nettoyage, et autres ; les couches sont maintenues à environ 100°C dans un four avant le procédé de dépôt d'une fritte de
30 verre qui contribue à obtenir une bonne fixation étanche.

Comme matériau de type verre pour la fritte de verre, il est possible d'utiliser typiquement un verre, une céramique ou une vitrocéramique ayant un point de ramollissement situé entre 785 et 800°C. Un bon exemple est Glass BM5 (Corning) disponible sur le marché et
35 ayant un point de ramollissement d'environ 785°C et un coefficient de

dilatation thermique d'environ $30 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$ compatible avec le coefficient de dilatation thermique du matériau de la structure.

Ensuite, les échantillons subissent un cycle de frittage (850-940°C) avec des structures ouvertes pour uniformiser la fritte.

5 Puis, la ou les membrane(s) poreuse(s) sont insérées dans la microstructure à l'intérieur du ou des passages microfluidiques pour constituer une paroi transversale dudit passage obligeant le fluide passant dans ledit passage de traverser la membrane poreuse ; et l'ensemble subit un cycle thermique (800-815°C) sous charge.

10 Il est apparent que l'invention permet de résoudre les problèmes techniques exposés ci-dessus, notamment en permettant d'adapter industriellement la porosité de la membrane poreuse à volonté tout en partant de membranes poreuses disponibles sur le marché.

15 DESCRIPTION DES FIGURES

- La figure 1 représente un schéma de principe d'un procédé de fabrication d'un dispositif microfluidique selon l'invention ;

20 - la figure 2 représente une vue éclatée d'un présent meilleur mode de réalisation d'une structure microfluidique selon l'invention avec une membrane poreuse unidirectionnelle ;

- la figure 3 représente une vue en coupe transversale du dispositif microfluidique de la figure 2 en position assemblée montrant la position interne des membranes microporeuses selon l'invention ;

25 - la figure 4 représente une vue en coupe transversale dans les entrées et sorties, montrant les entrées et sorties de fluides qui sont utilisées pour réaliser un dispositif microfluidique ;

30 - la figure 5 montre, dans une vue en coupe transversale similaire à la figure 3, un second mode de réalisation d'un dispositif à microstructure de l'invention où la membrane poreuse unidirectionnelle 18 est disposée au-dessus d'un orifice d'entrée 22 ;

- la figure 6 montre, dans une vue en coupe transversale similaire à la figure 5, un troisième mode de réalisation d'un dispositif à microstructure de l'invention où la membrane poreuse unidirectionnelle 18 est disposée au-dessus d'un orifice d'entrée muni d'une préchambre ;

35 - la figure 7 montre, dans une vue en coupe transversale similaire aux figures 5 et 6, un quatrième mode de réalisation d'un

dispositif à microstructure de l'invention où la membrane poreuse unidirectionnelle 18 est disposée au-dessus d'un orifice d'entrée et a une épaisseur conçue pour rencontrer totalement le canal microfluidique et occuper toute la hauteur du canal, tous les réactifs étant injectés par des entrées d'écoulement amont ;

5 - la figure 8 montre, dans une vue en coupe transversale similaire à la figure 5, un cinquième mode de réalisation d'une chambre d'injection de l'invention où la membrane poreuse unidirectionnelle 18 est disposée au-dessus d'un orifice d'entrée prévu dans une paroi de ladite
10 chambre qui est destinée à constituer une préchambre indépendante fabriquée séparément et disposée sur un côté d'une autre structure microfluidique fabriquée indépendamment d'un dispositif à microstructure d'un type quelconque comme montré sur la figure 9 ;

- la figure 9 montre, dans une vue en coupe transversale
15 similaire à la figure 5, un cinquième mode de réalisation d'un dispositif à microstructure de l'invention destiné à recevoir la préchambre d'injection de fluide indépendante fabriquée séparément montrée sur la figure 8, et disposée sur un côté d'une autre structure microfluidique fabriquée indépendamment ; et

20 - la figure 10 montre les résultats de tests de porosité indiqués en pourcentage en volume en ordonnée en fonction de la température de chauffage en °C d'un matériau poreux destiné à former une membrane de l'invention, disponible sur le marché et constitué par du verre PYREX™ de PROLABO™.

25

EXEMPLE I DE L'INVENTION

En référence à la figure 1, il est représenté le procédé de fabrication d'un dispositif microfluidique selon l'invention, qui est décrit en combinaison avec les figures 2 à 4.

30 Tout d'abord, des plaques en verre, céramique ou vitro-céramique 1 et 2, destinées à constituer respectivement la plaque "supérieure" externe 1 et la plaque "inférieure" externe 2 du dispositif à microstructure 10 sont fabriquées puis destinées à être assemblées avec les plaques intermédiaires 3 et 5 respectivement ayant des motifs de
35 canaux 4 et 6 spécifiques, respectivement, pour l'écoulement micro-

fluidique. Les plaques 1 et 2 sont pourvues d'orifices traversants d'entrée 11, 12 de fluide et 13, 14 de fluide.

Ici, dans la structure montrée sur la figure 2, la plaque intermédiaire 3 peut avoir un canal microfluidique 4 qui forme trois canaux principaux 4a, 4b, 4c communiquant entre eux tandis que la plaque inférieure intermédiaire 5 comporte trois fentes traversantes 6 qui sont ici parallèles 6a, 6b, 6c, qui ne communiquent pas.

Il est tout à fait compréhensible pour l'homme du métier que la plaque supérieure 1 et la plaque intermédiaire 3 sont fabriquées séparément dans une première étape par micro-usinage par compression à chaud en même temps puis sont assemblées avec une étape de prédépôt de fritte, par exemple avec une fritte de verre BM5™ de CORNING™ ayant un point de ramollissement de 785°C et un coefficient de dilatation thermique de $30,5 \times 10^{-7} \text{C}^{-1}$, en formant ainsi une structure ouverte par frittage de fritte, par exemple à une température de 940°C pendant 30 min, comme le montre le schéma de principe de la figure 1.

De manière similaire, la plaque inférieure 2 est combinée avec la plaque inférieure intermédiaire 5.

Selon l'invention, le matériau utilisé pour fabriquer au moins les membranes intermédiaires 3 et 5 et la plaque supérieure externe 1 et la plaque inférieure externe 2 est typiquement un matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique qui a un premier point de ramollissement et un premier coefficient de dilatation thermique.

D'autre part, les membranes poreuses 8 sont également fabriquées séparément et sont disponibles sur le marché.

Les membranes poreuses sont aussi typiquement en verre, céramique ou vitrocéramique.

De plus, selon l'invention, les membranes poreuses 8 sont constituées par un matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique qui a un second point de ramollissement et un second coefficient de dilatation thermique.

Une condition de l'invention est que le second point de ramollissement de la membrane poreuse soit différent de, et dans une variante particulière soit inférieur d'au moins 30°C, ou même inférieur d'au moins 50°C, au premier point de ramollissement du matériau utilisé pour produire la structure en verre des plaques 1, 2, 3 et 5, tandis que le

second coefficient de dilatation thermique est proche du premier coefficient de dilatation thermique.

5 Selon une caractéristique particulière de l'invention, la différence entre le second coefficient de dilatation thermique et le premier coefficient de dilatation thermique est inférieure ou égale à 5.10^{-7} C^{-1} . Il existe de nombreux verres, céramiques ou vitrocéramiques différents qui sont disponibles sur le marché et qui répondent à cette condition.

10 Par exemple, pour les plaques de microstructure 1, 2, 3 et 5, il est possible d'utiliser un verre disponible sur le marché comme Eagle XgTM ; 8737 GlassTM, JadeTM sont tous disponibles sur le marché chez CORNINGTM INC.

D'autre part, pour fabriquer la membrane poreuse, le matériau du type verre qui peut être utilisé peut être le verre PyrexTM disponible sur le marché, chez PROLABOTM, France.

15 Selon une autre caractéristique particulière de l'invention, le premier point de ramollissement (PR) est situé entre 820 °C et 1 036 °C ; et le premier coefficient de dilatation thermique (CDT) est situé entre $30,5 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$ et $37 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

20 D'autre part, selon une autre caractéristique particulière de l'invention, la membrane poreuse est en verre PYREXTM pouvant être obtenu de PROLABOTM, son second point de ramollissement (PR) est d'environ 826°C et son second coefficient de dilatation thermique (CDT) est d'environ $32.10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

25 Egalement, comme indiqué ci-dessus, la fritte de verre utilisée pour lier la structure peut être une fritte de verre BM5TM de CORNINGTM ayant un point de ramollissement de 785°C et un coefficient de dilatation thermique de $30,5 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

30 En d'autres termes, les matériaux structuraux des plaques 1, 2, 3 et 5, et le matériau des membranes poreuses 8 sont constitués par deux verres différents ayant une différence sensible entre les points de ramollissement d'au moins 30°C, mieux d'au moins 50°C, mais avec une faible discordance des coefficients de dilatation thermique, qui est en particulier inférieure ou égale à 5.10^{-7} C^{-1} .

35 Ainsi que cela est tout à fait compréhensible également d'après le schéma de principe de la figure 1 et la vue éclatée de la figure 2, les membranes microporeuses 8 qui sont fabriquées séparément et qui sont

notamment disponibles sur le marché, constituent des inserts qui sont coupés aux dimensions et assemblés en sandwich entre l'ensemble supérieur des plaques 1 et 3 et l'ensemble inférieur des plaques 2 et 5 pour être disposées dans les canaux traversants longitudinaux 4 pour
 5 reposer au-dessus des rainures traversantes longitudinales 6a, 6b, 6c comme on le voit bien sur les figures 3 et 4. La membrane microporeuse 8 constitue ainsi une paroi transversale dudit canal obligeant le fluide circulant dans le microcanal 4 à passer à travers la membrane poreuse 8.

On utilise une membrane poreuse 8 disponible sur le marché,
 10 d'une porosité choisie.

Les membranes poreuses disponibles sur le marché ont typiquement les porosités suivantes présentées dans le tableau I.

TABLEAU I

15

	Classe					
	0	1	2	3	4	5
Porosité (μm)	161 à 250	101 à 160	41 à 100	17 à 40	11 à 16	4 à 10

Lorsque la membrane poreuse 8 est prise en sandwich entre l'ensemble supérieur de plaques 1 et 3 et l'ensemble inférieur de plaques 2 et 5 comme indiqué ci-dessus, il est prévu selon l'invention un cycle de
 20 fixation étanche spécifique à une température inférieure au second point de ramollissement de la membrane poreuse mais pendant une durée permettant de contrôler précisément le changement de porosité de la membrane poreuse. On comprend que ladite membrane microporeuse 8 est disposée dans ledit passage microfluidique 4 et constitue une cloison
 25 transversale dudit passage, de sorte que, après l'étape de fixation étanche, la membrane constitue une paroi transversale étanche dans le dit passage microfluidique qui oblige le fluide circulant dans le passage à traverser la membrane microporeuse.

Un exemple de réalisation consiste à produire la structure des
 30 plaques 1, 2, 3, 5 en verre Eagle Xg (CORNING™) ayant un point de ramollissement de 971°C et un coefficient de dilatation thermique de $31,7 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$, frittées ensemble au moyen d'une fritte de verre BM5™ de CORNING™, et à disposer en sandwich une membrane poreuse en verre

PYREX™ pouvant être obtenu de PROLABO™ qui a un point de ramollissement d'environ 826°C et une porosité initiale de 28,5 %. Le cycle de fixation étanche permettant de contrôler la porosité sera à environ 805°C pendant une durée de 5 à 15 min, en particulier d'environ
5 10 min, pour obtenir une porosité située entre 10 et 20%.

Ces membranes poreuses, selon une caractéristique particulière, sont fabriquées de manière à fonctionner comme une valve unidirectionnelle, c'est-à-dire qu'elles permettent le passage de fluide, à savoir de gaz, de liquide ou des deux, dans un seul sens, habituellement
10 ici seulement l'entrée à travers la membrane et pas le retour. La fabrication de ces membranes unidirectionnelles est bien connue et ces membranes unidirectionnelles sont disponibles sur le marché.

EXEMPLE 2 DE L'INVENTION – Fabrication d'un dispositif à structure d'injecteur
15

En référence à la figure 5, il est montré un second mode de réalisation d'un dispositif à microstructure 20 de l'invention où la membrane poreuse unidirectionnelle 18, en le même matériau en verre PYREX™ disponible sur le marché chez PROLABO™ que dans l'exemple 1,
20 est disposée au-dessus d'un orifice d'entrée 22 qui peut être destiné par exemple à un réactif fluide sous forme gazeuse R2 tandis qu'un autre réactif R1 est introduit de l'autre côté de la microstructure 20 par un autre orifice d'entrée 21. Dans ce mode de réalisation, ladite microstructure est munie d'un canal microfluidique 24 de plus grande taille qui a une plus
25 grande taille que l'épaisseur de la membrane poreuse 18 pour laisser un passage 24a entre la membrane poreuse et la partie supérieure du canal 24, le courant du réactif R1 recevant le courant gazeux R2 à travers la membrane et étant mélangé avec celui-ci pour amener la réaction à se produire pour former un produit réactionnel P, après quoi le produit P sort
30 par un orifice de sortie spécifique 23.

Selon une autre caractéristique particulière de l'invention, la porosité de la membrane poreuse, obtenue après la même étape de traitement de fixation étanche que pour l'exemple 1, est située entre 10 et 20 % par comparaison avec une porosité avant la fixation étanche de
35 28,7 % pour le verre PYREX™ disponible sur le marché chez PROLABO™.

Un exemple de réalisation consiste à produire la structure du dispositif à microstructure 20 en 1737 Glass™ (CORNING™) ayant un point de ramollissement de 966°C et un coefficient de dilatation thermique de $36,7 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$, frittée ensemble au moyen d'une fritte de verre BM5™ de CORNING™, et à disposer en sandwich une membrane poreuse en verre PYREX™ de PROLABO™ qui a un point de ramollissement d'environ 826°C et une porosité initiale de 28,5 %. Le cycle de fixation étanche permettant de contrôler la porosité sera à environ 805°C pendant une durée de 5 à 15 min, en particulier d'environ 10 min, pour obtenir une porosité située entre 10 et 20%.

La microstructure montrée sur la figure 5 constitue un type d'injecteur qui a été comparé à un injecteur métallique du commerce (buse) à différents débits comme le montre le tableau II ci-dessous.

Comme le montre le tableau II, il n'y a pas de changement des performances de l'injecteur après stockage de la structure 20 de l'invention. La structure à membrane poreuse 20 de l'invention procure les mêmes performances que l'injecteur de type buse de l'état de la technique.

TABLEAU II

Débit de liquide (ml/min)	P liquide	P gaz	Débit de liquide (ml/min)	P liquide	P gaz	Débit de liquide (ml/min)	P liquide	P gaz
25	0,22	0,17	25	0,33	0,27	25	0,45	0,4
50	0,47	0,29	50	0,63	0,44	50	0,86	0,67
75	0,81	0,44	75	1	0,65	75	1,25	0,89
100	1,26	0,65	100	1,48	0,85	100	1,74	1,13
Débit de liquide (ml/min)	P liquide	P gaz	Débit de liquide (ml/min)	P liquide	P gaz	Débit de liquide (ml/min)	P liquide	P gaz
25	0,23	0,21	25	0,39	0,37	25	0,58	0,54
50	0,49	0,43	50	0,7	0,64	50	0,98	0,93
75	0,8	0,71	75	1,04	0,96	75	1,36	1,26
100	1,08	1	100	1,47	1,33	100	1,78	1,69

En outre le Tableau II montre que l'injecteur poreux peut-être réutilisé. La structure est utilisée en éliminant les bulles d'air dans l'eau, stockée sans nouveau traitement et réutilisée le jour suivant 6 fois. Il y

avait seulement une légère augmentation de chute de pression tandis qu'avec les injecteurs métalliques à un seul orifice étaient rompus à cause de la corrosion.

5 Un autre avantage de l'invention réside dans le fait que la
procédure de départ est beaucoup plus facile. Il était impossible de
travailler avec l'injecteur métallique à des débits de liquide élevés et à de
faibles débits de gaz (rapport 1/10) tandis que l'injecteur à membrane
10 poreuse de l'invention ne montrait pas de dépendance de rapport de
débit.

EXEMPLE 3 DE L'INVENTION

En outre, la figure 6 montre, dans une vue en coupe
transversale similaire à la figure 5, un troisième mode de réalisation d'un
15 dispositif à microstructure de l'invention, constituant un mode de
réalisation formant une variante du mode de réalisation de la figure 5 de
sorte que les mêmes signes de référence sont utilisés, où la membrane
poreuse unidirectionnelle 18 est disposée au-dessus d'un orifice d'entrée
22 muni d'une préchambre 26 diffusant le réactif fluide R2 sur une plus
20 grande surface de la membrane poreuse 18.

EXEMPLE 4 DE L'INVENTION

Egalement, la figure 7 montre, dans une vue en coupe
transversale similaire aux figures 5 et 6, un quatrième mode de réalisation
25 d'un dispositif à microstructure de l'invention constituant un mode de
réalisation formant une variante du mode de réalisation de la figure 5 de
sorte que les mêmes signes de référence sont utilisés, où la membrane
poreuse unidirectionnelle 18 a une épaisseur adaptée pour rencontrer
complètement le canal microfluidique et pour occuper toute la hauteur du
30 canal, tous les réactifs étant injectés par des entrées de fluide en amont.

EXEMPLE 5 DE L'INVENTION

La figure 8 montre, dans une vue en coupe transversale
similaire à la figure 5, un cinquième mode de réalisation d'une chambre
35 d'injection 50 de l'invention où la membrane poreuse unidirectionnelle 28
est disposée au-dessus d'un orifice "de sortie" 56 pour un réactif fluide,

prévu dans une paroi 52 de ladite chambre 50 qui est destinée à constituer une préchambre indépendante fabriquée séparément. Le réactif fluide R2 est introduit dans l'espace 29 de la préchambre 50 par un autre orifice 54 d'entrée de fluide prévu dans la paroi opposée 51.

5

EXEMPLE 6 DE L'INVENTION

La figure 9 montre, dans une vue en coupe transversale similaire à la figure 5, un cinquième mode de réalisation d'un dispositif à microstructure 30 de l'invention destiné à recevoir la préchambre d'injection de fluide indépendante 50 fabriquée séparément comme le montre la figure 8, est disposée sur un côté de la structure microfluidique 30 fabriquée indépendamment de manière que l'orifice "de sortie" 56 coïncide avec l'orifice d'entrée de fluide 31 pour le réactif fluide R2, que ce soit un liquide ou un gaz.

15 La jonction étanche de la préchambre d'injection de fluide 50 avec la structure microfluidique 30 est réalisée de la manière habituelle avec la technique de fritte bien connue de l'homme du métier.

La structure microfluidique 30 est elle-même bien connue de l'homme du métier et peut être déduite de l'état de la technique cité précédemment et est constituée par du verre, de la céramique ou de la vitrocéramique. Elle comprend typiquement une plaque supérieure 32, une plaque intermédiaire 34 munie d'au moins un passage microfluidique 35 définissant une chambre microfluidique pour le traitement de fluides R1, R2 et d'au moins un passage microfluidique 37 pour un fluide d'échange de chaleur HF ; et une plaque inférieure 36.

Les orifices d'entrée de fluide 33 sont disposés ici sur des côtés opposés des plaques supérieure et inférieure 32, 36, par exemple pour le fluide d'échange de chaleur HF, en même temps que les orifices d'entrée de fluide 38 pour l'introduction du réactif R1. Des sorties pour le fluide d'échange de chaleur HF et pour le produit réactionnel P, qui ne sont pas représentées dans cette coupe transversale, sont prévues aussi.

Un autre exemple de réalisation consiste à produire la structure du dispositif à microstructure en verre JADE™ (CORNING™) ayant un point de ramollissement de 1036°C et un coefficient de dilatation thermique de $37 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$, frittée ensemble au moyen d'une fritte de verre BM5™ de CORNING™, et à disposer en sandwich une membrane poreuse

35

en verre PYREX™ de PROLABO™ qui a un point de ramollissement d'environ 826°C et une porosité initiale de 28,5 %. Le cycle de fixation étanche permettant de contrôler la porosité sera à environ 805°C pendant une durée de 5 à 15 min, en particulier d'environ 10 min, pour obtenir une

5 porosité située entre 10 et 20%.

EXEMPLE 7 DE L'INVENTION

Tests de contrôle de la porosité réalisés sur une membrane poreuse en verre PYREX™ de PROLABO™

10 Des tests de porosité ont été réalisés avec une membrane poreuse en verre PYREX™ de PROLABO™ disponible sur le marché qui a un point de ramollissement d'environ 826°C et une porosité initiale de 28,5 %.

15 Cette membrane a été placée à l'intérieur d'un four chauffé clos, chauffé respectivement à une température de 800°C, 805°C, 820°C, pendant une durée de 10 minutes, puis, après refroidissement à la température ambiante (22°C ± 3°C), la porosité est mesurée selon le procédé de mesure de la porosité indiqué précédemment sur porosimètre Micromeritics IV de la série 9520

20 Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau III ci-dessous et sont présentés sur la figure 10 annexée, concernant le pourcentage de porosité en volume :

TABLEAU III

RESULTATS DES TESTS DE POROSITE sur porosimètre

25 Micromeritics IV de la série 9520

ID de l'échantillon	porosité (%)	d50 (µm)	d10 (µm)	d90 (µm)	volume d'intrusion total (ml/g)	densité squelettique (g/ml)	dossier n°.
PYREX® de PROLABO®							
Ref*	28,7	63,6	29,8	97	0,185	2,17	368
800°C	20,6	52	28,2	74,7	0,117	2,2	369
805°C	18,5	49,3	26,9	70,2	0,103	2,2	370
820°C	10,2	32	16,6	42,6	0,052	2,15	371

* non traité thermiquement

Les procédés d'utilisation et/ou les dispositifs décrits ici sont utilisés généralement dans la mise en œuvre de tout procédé qui comprend le mélange, la séparation, l'extraction, la cristallisation, la précipitation ou le traitement d'une autre manière de fluides ou de mélanges de fluides, incluant les mélanges multiphasés de fluides, et incluant les fluides ou les mélanges de fluides incluant les mélanges multiphasés de fluides qui contiennent aussi des solides, dans une microstructure. Le procédé peut inclure un procédé physique, une réaction chimique définie comme étant un procédé qui conduit à l'interconversion d'espèces organiques, inorganiques ou organiques et inorganiques, un procédé biochimique, ou toute autre forme de traitement. La liste non limitative suivante de réactions peuvent être réalisées avec les procédés et/ou dispositifs décrits : oxydation ; réduction ; substitution ; élimination ; addition ; échange de ligands ; échange de métaux ; et échange d'ions. Plus spécifiquement, les réactions de la liste non limitative suivante peuvent être conduites avec les procédés et/ou dispositifs décrits : polymérisation ; alkylation ; désalkylation ; nitration ; peroxydation ; sulfoxydation ; époxydation ; ammoxydation ; hydrogénation ; déshydrogénation ; réactions organométalliques ; chimie des métaux précieux/réactions en catalyse homogène ; carbonylation ; thiocarbonylation ; alcoxylation ; halogénéation ; déshydrohalogénéation ; déshalogénéation ; hydroformylation ; carboxylation ; décarboxylation ; amination ; arylation ; couplage de peptides ; condensation d'aldols ; cyclocondensation ; déshydrocyclisation ; estérification ; amidation ; synthèse hétérocyclique ; déshydratation ; alcoololyse ; hydrolyse ; ammonolyse ; éthérification ; synthèse enzymatique ; cétalisation ; saponification ; isomérisation ; quaternisation ; formylation ; réactions de transfert de phase ; silylations ; synthèse de nitriles ; phosphorylation ; ozonolyse ; chimie des azides ; métathèse ; hydrosilylation ; réactions de couplage et réactions enzymatiques.

Il est apparent que l'invention permet d'adapter industriellement la porosité de la membrane poreuse à volonté tout en utilisant des membranes poreuses de départ disponibles sur le marché à faible coût.

Les modes de réalisation montrés sur les figures 1 à 10 font partie intégrante de l'invention et doivent être considérés seulement

comme des exemples. Différents changements de forme, de conception ou de disposition peuvent être apportés à l'invention sans s'écarter de l'esprit et du cadre de l'invention qui est définie par les revendications suivantes.

REVENDEICATIONS

1. Dispositif microfluidique comprenant une structure en verre, céramique ou vitrocéramique avec au moins un passage microfluidique, contenant une membrane microporeuse disposée transversalement dans ledit passage microfluidique, caractérisé en ce que ladite structure en verre, céramique ou vitrocéramique est constituée par un premier matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique ayant un premier point de ramollissement (PR) et un premier coefficient de dilatation thermique (CDT), ladite membrane poreuse est constituée par un second matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique ayant un second point de ramollissement et un second coefficient de dilatation thermique ; où le second point de ramollissement est différent du premier point de ramollissement tandis que le second coefficient de dilatation thermique est proche du premier coefficient de dilatation thermique.

2. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé en ce que le premier point de ramollissement de la structure est supérieur au second point de ramollissement de la membrane, en particulier ledit premier point de ramollissement de la structure est supérieur d'au moins 30°C au second point de ramollissement de la membrane.

3. Dispositif selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que ledit premier point de ramollissement de la structure est supérieur d'au moins 50°C au second point de ramollissement de la membrane.

4. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que la différence entre le second coefficient de dilatation thermique et le premier coefficient de dilatation thermique est inférieure ou égale à $5 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

5. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que le premier point de ramollissement (PR) de la structure est situé entre 830°C et 1050°C et le premier coefficient de dilatation thermique (CDT) est situé entre $30 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$ et $37 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

6. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que le second point de ramollissement (PR) est situé entre 800°C et 850°C et le second coefficient de dilatation thermique (CDT) est situé entre $29 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$ et $37 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

7. Dispositif selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que la porosité de la membrane est contrôlée en contrôlant la température de l'étape de fixation étanche de la membrane avec la structure en verre, céramique ou vitrocéramique.
- 5 8. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 caractérisé en ce que la structure en verre, céramique ou vitrocéramique est choisie parmi les céramiques et leurs poudres composites comme le silicate de zirconium, le silicate d'aluminium, le zircone, l'alumine, le carbure de silicium, le nitrure de silicium et les compositions céramiques
- 10 comprenant de la zircone-Al.
9. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la membrane poreuse est en verre de borosilicate.
- 15 10. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 1 à 9 caractérisé en ce que le matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique de la membrane est le verre de marque PYREX™ en particulier ayant un second point de ramollissement d'environ 826°C et un second coefficient de dilatation thermique d'environ $32 \times 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.
- 20 11. Dispositif selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce que la porosité de la membrane poreuse, obtenue après l'étape de traitement de fixation étanche, est située entre 10 et 20 %.
- 25 12. Procédé de fabrication d'un dispositif microfluidique selon l'une quelconque des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- 30 a) fourniture d'une structure microfluidique en verre, céramique ou vitrocéramique comprenant au moins un passage microfluidique ; ladite structure en verre, céramique ou vitrocéramique est constituée par un premier matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique ayant un premier point de ramollissement (PR) et un premier coefficient de dilatation thermique (CDT) ;
- 35 b) fourniture d'au moins une membrane microporeuse en verre constituée par un second matériau de type verre, céramique ou vitrocéramique ayant un second point de ramollissement et un second coefficient de dilatation thermique ; où le second point de ramollissement est différent du premier point de ramollissement tandis que le second

coefficient de dilatation thermique est proche du premier coefficient de dilatation thermique ;

5 c) réalisation de l'assemblage de la membrane avec la structure microfluidique, ladite membrane microporeuse étant disposée dans ledit passage microfluidique et constituant une cloison transversale dudit passage;

10 d) réalisation d'au moins une étape de fixation étanche à une température inférieure audit second point de ramollissement, et pendant une durée adaptée pour contrôler le changement de porosité de la membrane, et permettant la fixation étanche de la membrane avec les parois de la structure microfluidique en contact, de sorte que la membrane constitue une paroi transversale étanche dans le dit passage microfluidique qui oblige le fluide circulant dans le passage à traverser la membrane poreuse.

15 13. Procédé selon la revendication 12 caractérisé en ce que le premier point de ramollissement est supérieur au second point de ramollissement.

20 14. Procédé selon la revendication 12 ou 13 caractérisé en ce que l'étape de fixation étanche est réalisée à une température située entre 780 et 820°C, en particulier à environ 805°C, pendant une durée de 5 à 15 min, en particulier d'environ 10 min.

25 15. Procédé selon l'une des revendications 12 à 14 caractérisé en ce que la différence entre le second coefficient de dilatation thermique et le premier coefficient de dilatation thermique est inférieure ou égale à $5 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

16. Procédé selon l'une des revendications 12 à 15 caractérisé en ce que le premier point de ramollissement (PR) est situé entre 820°C et 1036°C et le premier coefficient de dilatation thermique (CDT) est situé entre $30,5 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$ et $37 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

30 17. Procédé selon l'une des revendications 12 à 16 caractérisé en ce que le second point de ramollissement (PR) est d'environ 826°C et le second coefficient de dilatation thermique (CDT) est d'environ $32 \cdot 10^{-7} \text{ C}^{-1}$.

1/3

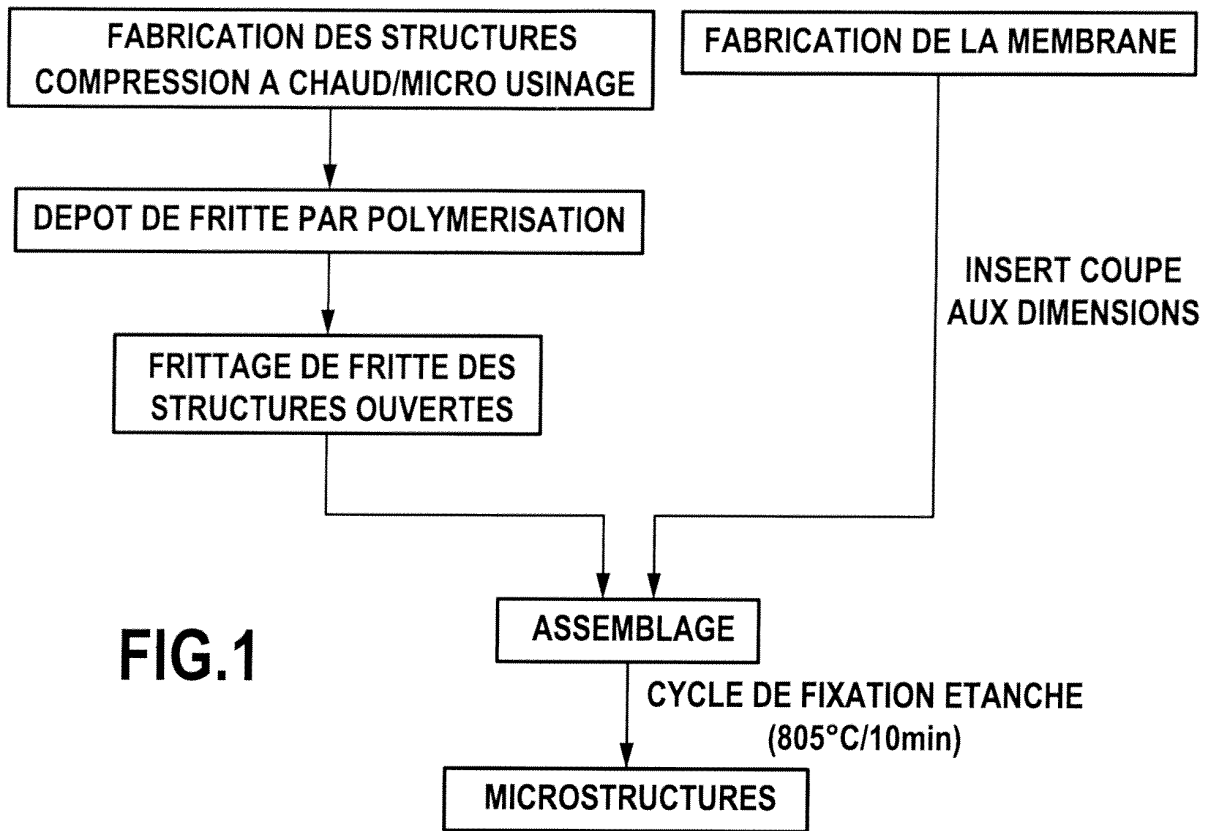


FIG.1

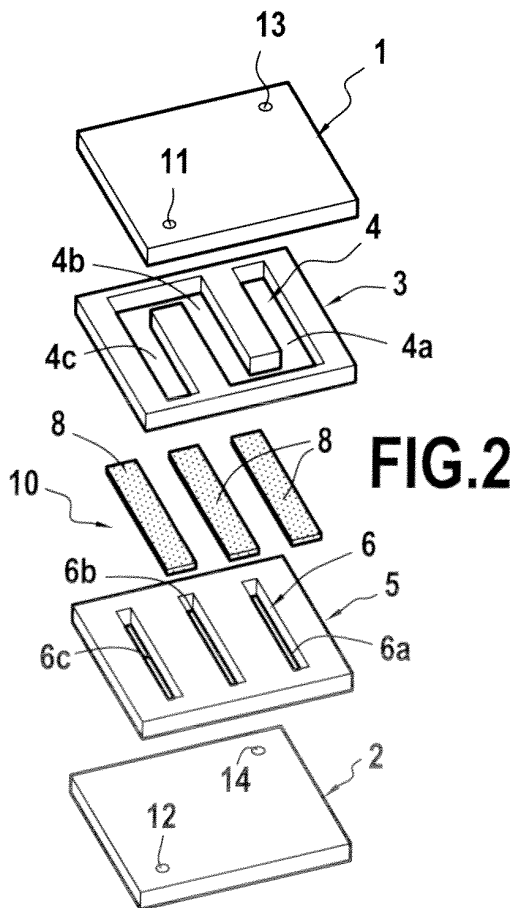


FIG.2

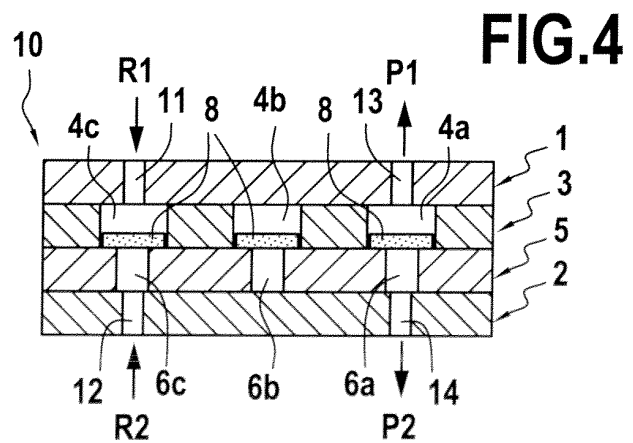


FIG.4

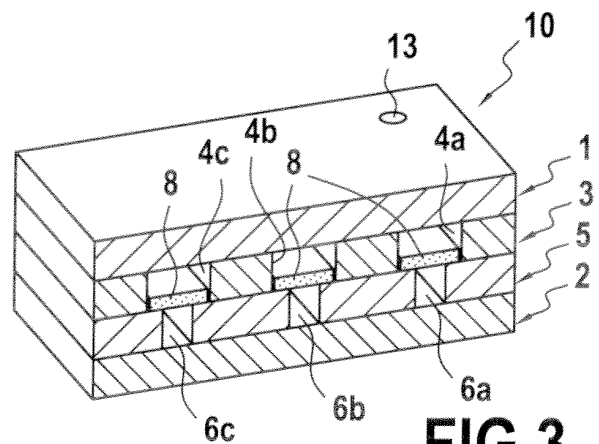


FIG.3

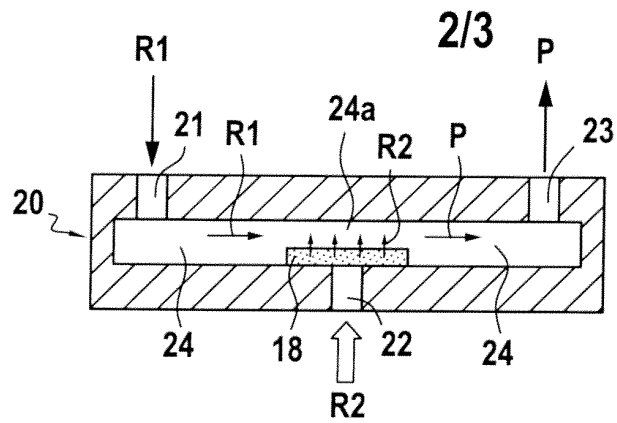


FIG. 5

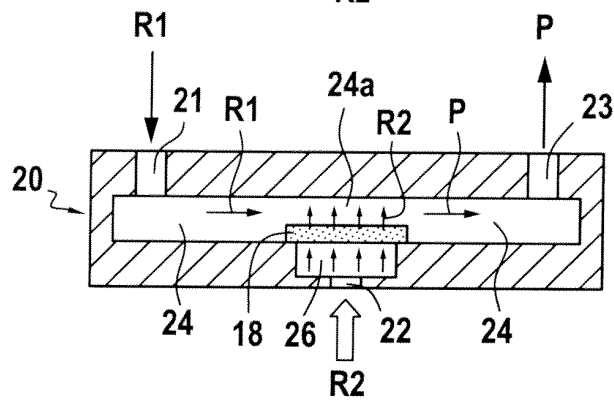


FIG. 6

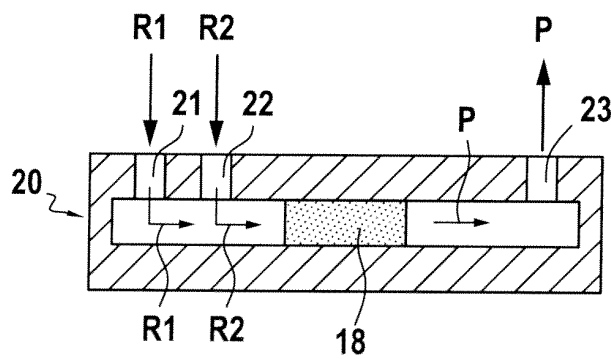


FIG. 7

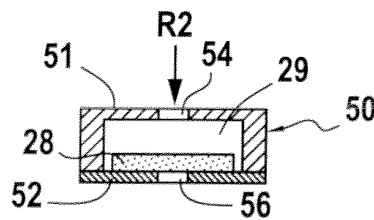


FIG. 8

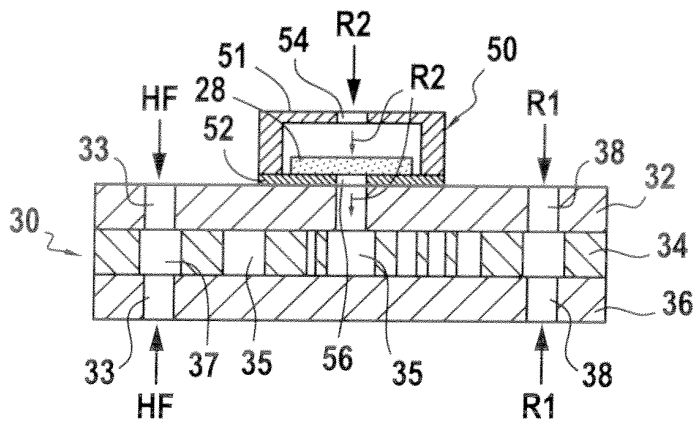
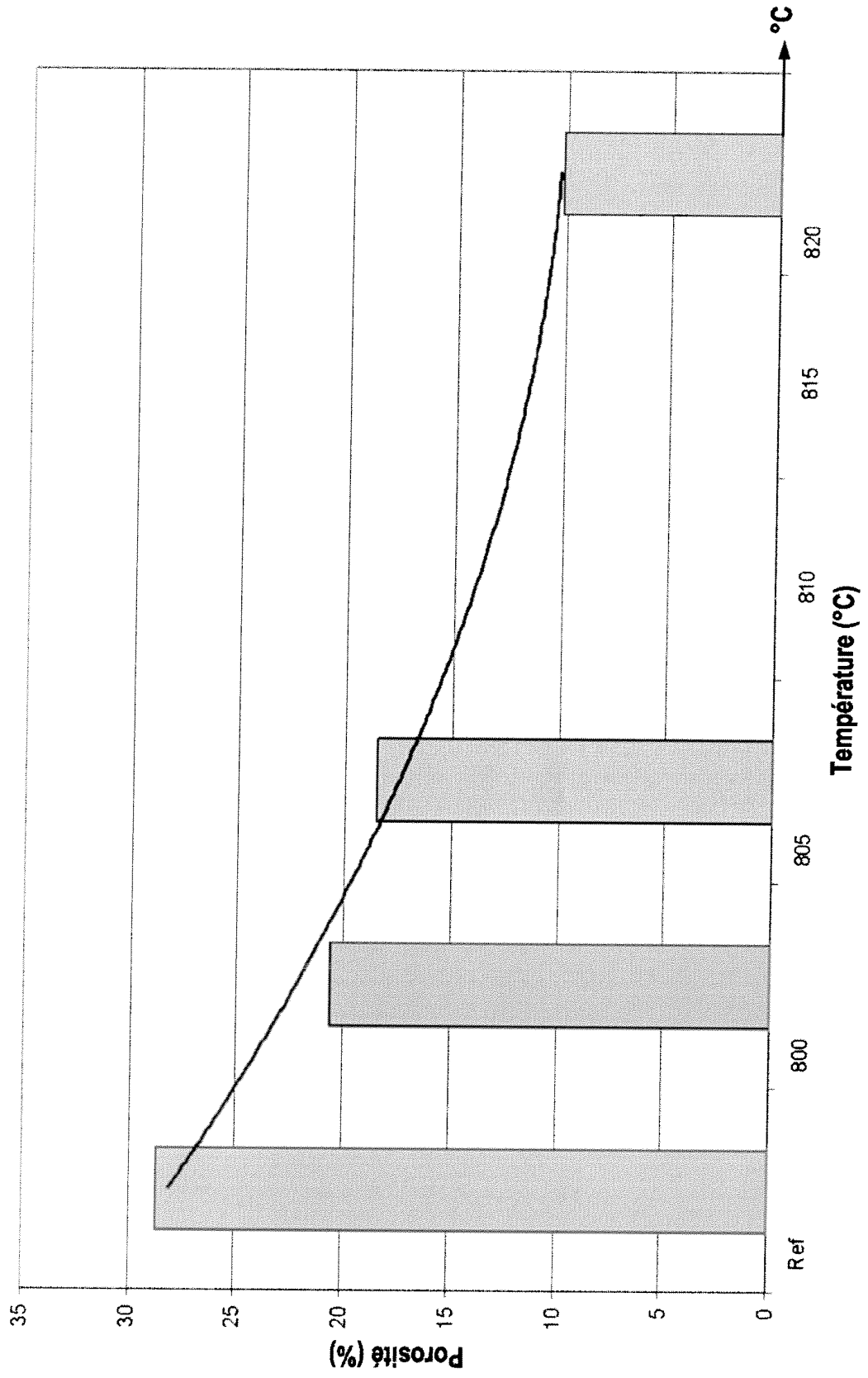


FIG. 9

3/3

FIG.10

Porosité vis à vis de la température





**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

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

FA 731303
FR 0958542

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 5 961 932 A (GHOSH SYAMAL K [US] ET AL) 5 octobre 1999 (1999-10-05) * le document en entier *	1-17	B81B1/00 B01D67/00 B01D71/02
A	US 2004/053422 A1 (CHAN SELENA [US] ET AL) 18 mars 2004 (2004-03-18) * figure 1 *	1-17	
A,D	US 2003/192587 A1 (GUZMAN GUILLAUME [FR] ET AL) 16 octobre 2003 (2003-10-16) * le document en entier *	1-17	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B01D B01J B01L
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
13 août 2010		Châtellier, Xavier	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>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</p> <p>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</p> <p>& : membre de la même famille, document correspondant</p>			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0958542 FA 731303**

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 **13-08-2010**
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 5961932	A	05-10-1999	AUCUN	

US 2004053422	A1	18-03-2004	AU 2003272286 A1	08-04-2004
			CN 1681596 A	12-10-2005
			EP 1545777 A1	29-06-2005
			JP 2005538840 T	22-12-2005
			TW 230787 B	11-04-2005
			WO 2004026476 A1	01-04-2004

US 2003192587	A1	16-10-2003	AUCUN	
