



(10) **DE 10 2005 013 916 B4** 2016.06.09

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2005 013 916.7**

(22) Anmeldetag: **24.03.2005**

(43) Offenlegungstag: **28.09.2006**

(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **09.06.2016**

(51) Int Cl.: **B01D 17/04 (2006.01)**

B81B 1/00 (2006.01)

B81C 1/00 (2006.01)

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:

**Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden
e.V., 01069 Dresden, DE**

(74) Vertreter:

**Sperling, Fischer & Heyner Patentanwälte, 01277
Dresden, DE**

(72) Erfinder:

**Ionov, Leonid, Dr., 01187 Dresden, DE;
Sydorenko, Alexander, Dr., Piscataway, N.J., US;
Stamm, Manfred, Prof. Dr., 01705 Freital, DE;
Minko, Sergiy, Dr., Potsdam, N.Y., US**

(56) Ermittelter Stand der Technik:

DE 103 37 097 A1

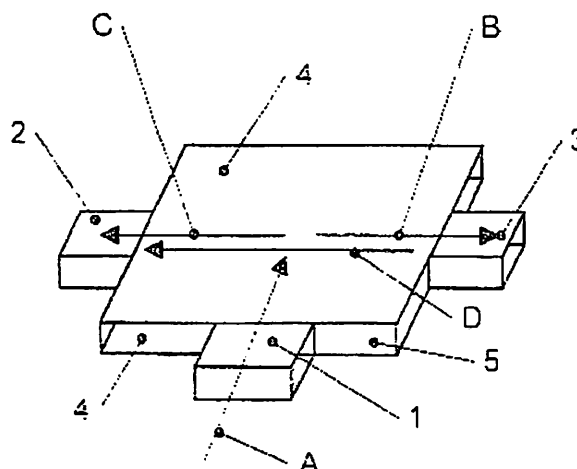
DE 103 92 199 T5

WO 2003/ 031 015 A1

**DANIEL, Susan ; CHAUDHURY, Manoj ;
CHEN, John C.: Fast drop movements resulting
from the phase change on a gradient surface. In:
Science, Vol. 291, 2001, S. 633-636**

(54) Bezeichnung: **Mikrofluidvorrichtung zur Separation von Emulsionen**

(57) Hauptanspruch: Mikrofluidvorrichtung zur Separation von Emulsionen, bestehend aus zwei gegenüberliegenden und zueinander beabstandeten Begrenzungsflächen (4) mit einem Bereich für den Emulsionseintritt (1) sowie einem Bereich für den Austritt (2) für eine erste Phase der Emulsion und einem Bereich für den Austritt (3) für eine zweite Phase der Emulsion, wobei mindestens eine Begrenzungsfläche (4) eine Gradientenoberfläche aufweist, deren Oberflächeneigenschaften einen Gradienten entlang einer Achse (D) der Trennstrecke der Emulsion in der Mikrofluidvorrichtung aufweist und dass die Oberflächeneigenschaften derart gewählt sind, dass die Trennung der Phasen der Emulsion bewirkt wird, wobei die Begrenzungsfläche (4) mit Gradientenoberfläche einen Schichtaufbau mit einem Silicium-Wafer oder einer Glaskapillarwand als Substrat aufweist.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Mikrofluidvorrichtung zur Separation von Emulsionen. Mikrofluidvorrichtungen finden Anwendung auf dem Gebiet der Nanoverfahrenstechnik, wo Flüssigkeitsgemische, wie beispielsweise Emulsionen, in geringsten Mengen in ihre Bestandteile zerlegt werden müssen. Die Erfindung betrifft zudem die Realisierung eines neuartigen Prinzips für die Separation von Emulsionen in deren Phasen.

[0002] Auf dem Gebiet der Nanoverfahrenstechnik werden Flüssigkeitsströme geringster Volumina mit an sich bekannten verfahrenstechnischen Operationen, wie beispielsweise Trennprozessen, behandelt. Von wachsender Bedeutung sind derartige Anwendungsfälle auf dem Gebiet der chemischen Synthese und der Bioanalytik. Das Mischen und das Trennen sowie chemische Reaktionen bei sehr kleinem Volumina der Flüssigkeiten erlaubt beispielsweise eine schnellere Analyse und führt zudem zu einer Verringerung des Probenvolumens in der Analytik.

[0003] Als Mikrofluidvorrichtungen sind beispielsweise Pumpen im Stand der Technik bekannt. Dabei kann der Fluidtransport mittels verschiedenster Prinzipien erfolgen. Es sind beispielsweise mechanisch wirkende, elektroosmotische, elektrochemische und thermokapillare Prinzipien bekannt, um Fluide zu transportieren. Weiterhin werden fotoinduzierte chemische Reaktionen für das lokale Erzeugen von Benetzbarkeit und die Bewegung von Flüssigkeitstropfen auf Festkörperoberflächen benutzt. Auch elektrische und magnetische Felder werden erfolgreich als treibende Kräfte für den Flüssigkeitsstrom angewendet. Die Veränderung von Druck, Temperatur und der pH-Wert-Wechsel werden beispielsweise als Ventilfunktion in Mikrofluidvorrichtungen verwendet.

[0004] In der WO 03/031015 A1 wird ein Verfahren zur Trennung von Suspensionen beschrieben, bei dem die aufgespaltene Fraktionen über ein Mikrokanalsystem einem oder mehreren Auslassbereichen zugeführt werden, wobei zwischen dem Einlassreservoir und dem Auslassreservoir ein äußerer Druckgradient in der Weise angelegt wird, dass die Suspension in einen gekrümmten Mikrokanal strömt. Mindestens eine Fraktion wird direkt nach dem Krümmerbogen durch eine Absaugöffnung über einen Absaugkanal abgeführt.

[0005] Gleichfalls im Stand der Technik sind Prinzipien zur Trennung nicht mischbarer Flüssigkeiten, welche als Emulsionen vorliegen, in Mikrofluidvorrichtungen bekannt.

[0006] Die DE 103 37 097 A1 offenbart eine Vorrichtung sowie ein Verfahren zur Trennung von vorzugsweise mikrodispersen fluiden Phasen. Um eine zu-

verlässige Phasentrennung, insbesondere im Mikrobereich, zu ermöglichen, wird eine Vorrichtung mit wenigstens zwei definierten Flächenelementen vorgeschlagen, wobei die Flächenelemente verschiedene Grenzflächenenergien aufweisen. Auf diese Weise erfolgt ein Anreichern einzelner Phasen an den Oberflächen der Flächenelemente.

[0007] Die DE 103 92 199 T5 beschreibt eine Folie, u. a. für Mikrofluidanwendungen, die eine thermoplastische Schicht aus einem thermoplastischen Material mit einer Dicke von 1000 µm oder weniger und eine Mikroarchitektur umfasst, die in der thermoplastischen Schicht ausgebildet ist. Die Architektur umfasst mindestens einen Mikrodurchgang, der sich durch die Dicke der Schicht aus einem thermoplastischen Material erstreckt. Die Folie kann auch aus verschiedenen Materialien hergestellt sein. Diese Mehrschichtfolien können dabei insbesondere coextrudierte Folien sein, um einen Gradienten der Oberflächeneigenschaften, wie z. B. der Hydrophilieunterschiede, entlang der Achse der Durchgänge bereitzustellen.

[0008] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, eine Mikrofluidvorrichtung zur Verfügung zu stellen, welche einen einfachen Aufbau und keine mechanisch bewegten Teile aufweist. Als Triebkraft für den Trennprozess soll deshalb ein nicht mechanisches Wirkprinzip zum Einsatz gelangen.

[0009] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß mit einer Mikrofluidvorrichtung nach einem der Gegenstände der unabhängigen Vorrichtungsansprüche gelöst.

[0010] Die Konzeption der Erfindung besteht darin, dass eine Gradientenschicht in der Mikrofluidvorrichtung vorgesehen wird, welche einen Gradienten auf der Oberfläche in Bezug auf die Oberflächeneigenschaften aufweist, wobei dieser Gradient die treibende Kraft für die Trennung der Phasen der Emulsion ist.

[0011] Eine erfindungsgemäße Ausgestaltung einer Mikrofluidvorrichtung zur Separation von Emulsionen besteht aus zwei gegenüberliegenden und zueinander beabstandeten Begrenzungsflächen mit einem Bereich für den Emulsionseintritt sowie einem Bereich für den Austritt für eine erste Phase der Emulsion und einem Bereich für den Austritt für eine zweite Phase der Emulsion. Nach der Konzeption der Erfindung weist mindestens eine Begrenzungsfläche eine Gradientenoberfläche auf, deren Oberflächeneigenschaften einen Gradienten entlang einer Achse der Trennstrecke der Emulsion besitzt, wobei die Oberflächeneigenschaften derart gewählt sind, dass die Trennung der Phasen der Emulsion bewirkt wird. Dabei weist die Begrenzungsfläche mit Gradientenoberfläche einen Schichtaufbau mit einem Silicium-Wafer oder einer Glaskapillarwand als Substrat auf.

[0012] Nach einer Ausgestaltung der Erfindung ist die Einströmrichtung der Emulsion am Emulsionseintritt orthogonal zur Achse der Trennstrecke der Emulsion angeordnet.

[0013] Die Mikrofluidvorrichtung weist mindestens eine Begrenzungsfläche mit einer Gradientenoberfläche mit folgendem Schichtaufbau auf:

- a) ein Silicium-Wafer als Substrat,
- b) eine Schicht aus Polyglycidylmethacrylat (PGMA) oder 3-Glycidoxypropyltrimethoxysilan (GPS) mit einer Dicke von ca. 1,5 nm,
- c) eine Schicht aus carboxylterminiertem Polystyren (PS-COOH) und
- d) eine Schicht aus carboxylterminiertem Poly(2-vinylpyridin) (P2VP-COOH) mit einer Dicke von ca. 500 nm, wobei die Konzentration der Schicht c) aus PS-COOH entlang der Strömungsachse der Phasen einen Gradienten aufweist.

[0014] Die Begrenzungsflächen sind nach einer Ausgestaltung der Erfindung parallel zueinander beabstandet, wobei eine sich verringernde oder erweiternde Beabstandung die Trenneigenschaften zusätzlich verbessern kann.

[0015] Die Begrenzungsflächen weisen bevorzugt einen Abstand von einem Millimeter bis drei Millimetern auf.

[0016] Vorteilhaft wird eine erfindungsgemäße Mikrofluidvorrichtung derart ausgebildet, dass die Begrenzungsflächen horizontal angeordnet sind und mittels Seitenflächen miteinander verbunden werden und dass der beziehungsweise die sich ausbildenden Kanäle eine Breite von drei Millimetern, eine Höhe von zwei Millimetern und eine Länge von 50 Millimetern aufweisen.

[0017] Konzeptionsgemäß wird die Erfindung in besonders vorteilhafter Weise realisiert, wenn die Gradientenoberfläche mehrere N Gradienten aufweist und die Mikrofluidvorrichtung demzufolge N + 1 Ausstritte für die separierten Phasen einer Emulsion aus mehr als zwei Phasen besitzt.

[0018] Alternativ zur bereits angeführten Ausgestaltung der Mikrofluidvorrichtung ist nach einer weiteren Ausgestaltung die Begrenzungsfläche mit Gradientenoberfläche als Glaskapillare von 1 Millimeter Durchmesser ausgebildet. Der Schichtaufbau im Inneren der Glaskapillare ist dabei folgendermaßen ausgestaltet:

- a) Kapillarwand aus Glas als Substrat,
- b) eine Schicht aus Polybutylacrylat (PBA) mit einer Dicke von ca. 1,5 nm,
- c) eine Schicht aus PS-COOH und

d) eine Schicht aus P2VP-COOH mit einer Dicke von ca. 500 nm, wobei die Konzentration der Schicht c) aus PS-COOH entlang der Strömungsachse der Phasen einen Gradienten aufweist.

[0019] Eine derartige Mikrofluidvorrichtung wird aus mehreren Glaskapillaren gebildet, welche parallel zueinander auf einem Träger angeordnet sind, wobei der Gradient orthogonal zur Kapillarachse in Richtung der Achse der Trennstrecke ausgebildet ist. Dies bedeutet, dass die einzelnen Kapillaren eine weitgehend homogene Oberfläche aufweisen, jedoch zueinander einen Gradienten in der Oberflächeneigenschaft besitzen.

[0020] Ein Verfahren zur Herstellung von Gradientenoberflächen ist dadurch charakterisiert, dass bei dem Verfahren

- A ein Silicium-Wafer als Substrat gereinigt wird,
- B eine Schicht von PGMA oder GPS mittels Spin-Coating aus einer Lösung von 0,01% in Methylketon auf dem Substrat aufgebracht wird,
- C eine Schicht aus PS-COOH aus einer 2%igen Lösung in Toluol mittels Spin-Coating über eine Stunde auf der PGMA-Schicht abgeschieden wird,
- D eine Schicht aus P2VP-COOH mittels Spin-Coating auf der PS-COOH-Schicht abgeschieden wird.

[0021] In Verfahrensschritt

- A wird der Silicium-Wafer
- A1 in einem Ultraschallbad über 30 Minuten behandelt und anschließend
- A2 in einer Mischung von 3:1 Volumenteilen Schwefelsäure und Wasserstoffperoxid über eine Stunde behandelt, wonach
- A3 der Silicium-Wafer mit destilliertem Wasser gewaschen wird.

[0022] In Verfahrensschritt

- B wird das eingesetzte PGMA
- B1 mittels freier Radikalpolymerisation aus Glycidylmethacrylat in Methylethylketon bei 60°C erzeugt, wobei
- B2 Azobisisobutyronitril (AIBN) als Initiator für die Polymerisation eingesetzt wird und dass
- B3 das PGMA durch das Ausfällen der Methylethylketonlösung in Diethylether gereinigt wird.

[0023] Nach Verfahrensschritt

- B wird das überschüssige PGMA mittels Soxhlet-Extraktion in Toluol über drei Stunden entfernt.

[0024] In Verfahrensschritt

- C wird ein Gradient in der PS-COOH-Schicht durch die örtlich gezielte, in Richtung des Gradienten ansteigende Erhitzung des Substrats mit den Schichten von 90°C bis 130°C erzeugt.

[0025] Nach Verfahrensschritt

D wird das Substrat mit den Schichten über acht Stunden bei 150°C erhitzt und anschließend das überschüssige PS-COOH mittels Soxhlet-Extraktion in Tetrahydrofuran (THF) über vier Stunden entfernt.

[0026] Alternativ zu dem vorangehend beschriebenen Verfahren wird ein Verfahren zur Herstellung von Gradientenoberflächen vorteilhaft ausgebildet, bei dem

A eine Glaskapillare als Substrat gereinigt wird,
B eine Schicht von PGMA mittels Chemisorption aus einer Lösung von 0,1% in Butanon-2 innerhalb von fünfzehn Minuten auf dem Substrat aufgebracht wird,

C eine Schicht aus PBA aus einer 1%igen Lösung auf der PGMA-Schicht abgeschieden wird,

D eine Schicht aus P2VP-COOH mittels Spin-Coating auf der PS-COOH-Schicht abgeschieden wird.

[0027] Nach Verfahrensschritt

B wird das überschüssige PGMA mittels Spülung mit Butanon-2 entfernt.

[0028] In Verfahrensschritt

C wird ein Gradient in der PBA-Schicht durch die örtlich gezielte, in Richtung des Gradienten ansteigende Erhitzung des Substrats mit den Schichten von 90°C bis 130°C erzeugt.

[0029] Nach Verfahrensschritt

D wird das Substrat mit den Schichten über acht Stunden bei 150°C erhitzt und anschließend das überschüssige PS-COOH mittels Soxhlet-Extraktion in THF über vier Stunden entfernt.

[0030] Weitere Einzelheiten, Merkmale und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen mit Bezugnahme auf die zugehörigen Zeichnungen. Es zeigen:

[0031] Fig. 1: Prinzipdarstellung einer Mikrofluidvorrichtung mit Gradientenschicht mit einem Silicium-Wafer als Substrat,

[0032] Fig. 2: Prinzipdarstellung einer Mikrofluidvorrichtung mit Gradientenschicht mit einer Glaskapillare als Substrat.

[0033] Das Schema der Separation wird in Fig. 1 dargestellt. Die Gradientenoberfläche auf dem Substrat besitzt einen eindimensionalen Gradienten entlang der Achse der Trennstrecke D. Die Trennstrecke ist zusammengesetzt aus den Strömungsachsen B und C der Phasen der Emulsion, wobei die Richtung der Strömungsachsen B und C voneinander verschieden sind, im dargestellten Fall von entgegengesetzter Richtung. Der Gradient weist auf einer Seite,

beispielsweise am Austritt 2, ein Minimum und auf der anderen Seite, beispielsweise am Austritt 3, ein Maximum einer Oberflächeneigenschaft der Gradientenschicht auf. Dabei ändert sich der Gradient quantitativ in Bezug auf eine Strömungsachse B entgegen der Strömungsrichtung und in Bezug auf die andere Strömungsachse C mit der Strömungsrichtung entlang der Trennstrecke D. Eine derartig modifizierte Oberfläche wird im Sinne der Erfindung als Gradientenschicht bezeichnet. Als Gradient werden alternativ oder kumulativ konzeptionsgemäß die Ladung, die Benetzbarkeit bzw. der Kontaktwinkel oder andere Eigenschaften von Oberflächen benutzt, wobei auch Kombinationen dieser Eigenschaften erfindungsgemäß anwendbar sind.

[0034] Beispielhaft wird die Wirkungsweise der Erfindung nachfolgend beschrieben. Eine Emulsion von zwei nicht miteinander mischbaren Flüssigkeiten wird in die Mikrofluidvorrichtung am Emulsionseintritt 1 aufgegeben. Der Gradient der Oberflächeneigenschaften wirkt als treibende Kraft für die Bewegung der flüssigen Phasen der einzelnen Komponenten B und C. Jede Phase strömt in Richtung der vorgegebenen Änderung der freien Energie der Oberfläche. Die Phasen der Emulsion haben einen unterschiedlichen Charakter und in der Wechselwirkung mit der Gradientenoberfläche strömen die unterschiedlichen Phasen zu den entgegengesetzten Enden der Gradientenoberfläche und werden so voneinander getrennt. Die Phase B strömt entlang der Strömungsrichtung B zum Austritt 3, die Phase C strömt entlang der Strömungsrichtung C zum Austritt 2.

[0035] Die Mikrofluidvorrichtung wird aus zwei parallel beabstandeten Begrenzungsflächen 4 gebildet, welche horizontal angeordnet sind. Mindestens die untere Begrenzungsfläche 4 ist mit einer Gradientenoberfläche versehen. Bevorzugt sind Seitenflächen 5 zur Bildung eines geschlossenen Behältnisses der Mikrofluidvorrichtung oder zur Bildung von mehreren Kanälen vorgesehen.

[0036] Die Konzeption der Erfindung wird gemäß einer dargestellten bevorzugten Ausgestaltung mit einem Gradienten der Benetzbarkeit der Oberflächen realisiert. Die Aufgabe der Erfindung wird hierbei dadurch gelöst, dass die Emulsion durch den Gradienten an Benetzbarkeit spontan in die einzelnen Tröpfchen der verschiedenen Phasen separiert wird, welche dann in die entgegengesetzten Richtungen infolge des Gradienten transportiert werden.

[0037] Als wesentliche Vorteile der Erfindung sind zu nennen, dass die Separation der flüssigen Phasen im Unterschied zu einer Trennung infolge von Schwerkraft bzw. Dichteunterschieden:

- unter Nutzung von Oberflächeneigenschaften, wie Oberflächenspannung, Polarität, Ladung und magnetischen Eigenschaften mit oder ohne Unterstützung von Schwerkraft, erfolgt,
- eine effizientere Trennung von kleineren Mengen von Flüssigkeiten ermöglicht, insbesondere bei beispielsweise geringen Gravitationskräften infolge von zu geringen Dichteunterschieden, wodurch die Oberflächenkräfte die mit der Schwerkraft verbundenen Trenneffekte deutlich überlagern,
- eine bessere und leichtere Kontrolle der Trennrate und der Effizienz der Trennung durch die Gestaltung des Gradienten der Oberflächeneigenschaften mittels des Aufbaus und der Konstruktion der Mikrofluidvorrichtung ermöglicht.

[0038] Zur Herstellung der Gradientenoberfläche einer Mikrofluidvorrichtung wird folgendermaßen vorgegangen:

Carboxyterminiertes Polystyren (PS-COOH, $M_n = 45900$ g/mol, $M_w = 48400$ g/mol) und carboxyterminiertes Poly(2-vinylpyridin) (P2VP-COOH, $M_n = 39200$ g/mol, $M_w = 41500$ g/mol). Die Ausgangsstoffe werden synthetisiert durch eine ionische Polymerisation. Das Polyglycidylmethacrylat (PGMA) ($M_n = 84000$ g/mol) wurde synthetisiert durch eine freie Radikalpolymerisation auf Glycidylmethacrylat. Die Polymerisation wurde ausgeführt in Methylethylketon (MEK, VWR) bei 60°C. Azobisisobutyronitril (AIBN) wurde verwendet als Initiator der Polymerisationsreaktion. Das erhaltene Polymer wurde gereinigt durch mehrfache Ausfällung des Methylethylketons Lösung in Diethylether.

[0039] Als Substrat wird ein polierter Einkristallsilicium-Wafer mit 100 Orientierung verwendet. Der Wafer wird zunächst gereinigt, in einem Ultraschallbad für 30 Minuten und danach in heißer Piranha-Lösung, bestehend aus 3:1 Volumenteilen Schwefelsäure und 30%igem Wasserstoffperoxid, behandelt. Die Mischung reagiert sehr kräftig mit organischen Lösungsmitteln und sollte mit Vorsicht angewandt werden. Die Reinigung erfolgt über eine Stunde, wonach mehrfach mit destilliertem Wasser nachgewaschen wird.

[0040] Danach wird eine dünne Schicht von PGMA in der Größenordnung von $1,5 \text{ nm} \pm 0,1 \text{ nm}$ mittels Spin-Coating aus einer 0,01%igen Lösung von Methylethylketon auf dem Substrat aufgebracht. Danach wird der Film von PS-COOH mittels Spin-Coating aus einer 2%igen Lösung in Toluol aufgebracht und anschließend über eine Stunde auf einem speziell ausgebildeten Gerüst mit einem eindimensionalen Gradienten der Temperatur von 90°C auf der einen Seite bis 130°C auf der anderen Seite ausgesetzt. Die Temperatur ändert sich dabei stetig von 90°C bis hin zu 130°C entlang der Längserstreckung des Substrates. Der Abstand zwischen den beiden

Enden betrug etwa 50 mm. Der Temperaturgradient wurde gemessen unter Verwendung von Thermoelementen, welche in dem Gerüst angeordnet waren. Durch das Aufheizen wurde die Esterifikationsreaktion thermisch ausgelöst, wodurch der Gradient der Dichte der Polystyrenschicht verursacht wurde. Die Temperaturabhängigkeit der Anlagerungskinetik verursacht im konkreten Fall die Ausbildung des Gradienten. Ein Monolayer von PGMA auf dem Silicium-Wafer dient als makromolekulare Ankerschicht bzw. Verbindungsschicht zwischen dem Polystyren und dem Substrat. Die Epoxygruppen des PGMA-Ankerlayers reagierten mit dem Ende der Karboxylgruppen der Polystyrenschicht am Kettenende des Polystyrenpolymers. Das nicht anhaftende Polymer wird schließlich durch eine Soxhlet-Extraktion in Toluol über 3 Stunden entfernt. In einem zweiten Schritt wurde ein Film bzw. eine Schicht von 500 nm Dicke von P2VP-COOH mit Spin-Coating am Ende der Gradienten-Polystyrenschicht aufgebracht. Die am Substrat über die PGMA-Schicht verankerten Polystyrenketten werden auch als Polymerbürste oder Büschel bezeichnet. Der sich ausbildende Film bzw. die Schicht wurde bei 150°C über 8 Stunden erhitzt, wodurch die Verbindung zum P2VP-COOH hergestellt wurde. Danach wurde das ungebundene P2VP-COOH-Polymer entfernt durch eine Soxhlet-Extraktion in Tetrahydrofuran (THF) über 4 Stunden. Die derart präparierte Gradientenoberfläche von beispielsweise 50 mm × 20 mm mit dem Polymermisch von Polystyren (PS) und Poly(2-vinylpyridin) (P2VP) weist einen eindimensionalen Gradienten der Schichtkomposition als Verhältnis von PS zu P2VP entlang der Längsachse der Trennstrecke auf.

[0041] Die Mächtigkeit der Polymerschicht wurde mit 633 nm bestimmt. Der Kontaktwinkel als Gradient verändert sich in Abhängigkeit des Anteils von PS von 60° bzw. 70° bis hin zu 20°. Die erfindungsgemäß erhaltene Gradientenoberfläche führt zu einer Separation beispielsweise einer Wasser-Toluolmischung. Die Emulsion von Toluol und saurem Wasser mit einem pH-Wert von 2 wurde injiziert durch den Emulsionseintritt 1 auf die Gradientenoberfläche mit dem Gradienten des PS/P2VP-Verhältnisses und der damit verbundenen Änderung des Kontaktwinkels. Auf einer Länge der Trennstrecke von ca. 5 cm erfolgte die Separation der Phasen. Nach der Aufgabe der Emulsion begannen die Flüssigkeiten sich zu separieren und in entgegengesetzte Richtungen entlang der Strömungsachsen der Phasen B und C zu strömen. Das Toluol floss auf die Seite mit dem größeren Verhältnis des hydrophoben Polystyrens, während das Wasser auf die Seite mit der hydrophilen P2VP-Verteilung floss.

[0042] In Fig. 2 ist eine weitere Ausgestaltung der Erfindung dargestellt. Dabei sind auf einem Träger 7 Glaskapillaren 6 mit einem Durchmesser von einem Millimeter orthogonal zur Achse der Trennstrecke D

angeordnet und im Inneren mit einer Gradientenoberfläche ausgestattet. Die zu separierende Emulsion wird an der Stirnseite der Kapillaren aufgegeben und die einzelnen Phasen werden dann von den Kapillaren mit der entsprechenden Gradientenoberfläche aufgenommen und abgeleitet. Die Phasen sind mit unterschiedlichem Separierungsgrad an den distalen Stirnseiten der Kapillaren abnehmbar, wobei der Separierungsgrad zu den außen liegenden Kapillaren hin zunimmt.

Bezugszeichenliste

- 1 Emulsionseintritt
- 2 Austritt der Phase C
- 3 Austritt der Phase B
- 4 Begrenzungsflächen
- 5 Seitenflächen
- 6 Glaskapillare
- 7 Träger
- A Strömungsrichtung Emulsion
- B Strömungsrichtung Phase B
- C Strömungsrichtung Phase C
- D Achse der Trennstrecke

Patentansprüche

1. Mikrofluidvorrichtung zur Separation von Emulsionen, bestehend aus zwei gegenüberliegenden und zueinander beabstandeten Begrenzungsflächen (4) mit einem Bereich für den Emulsionseintritt (1) sowie einem Bereich für den Austritt (2) für eine erste Phase der Emulsion und einem Bereich für den Austritt (3) für eine zweite Phase der Emulsion, wobei mindestens eine Begrenzungsfläche (4) eine Gradientenoberfläche aufweist, deren Oberflächeneigenschaften einen Gradienten entlang einer Achse (D) der Trennstrecke der Emulsion in der Mikrofluidvorrichtung aufweist und dass die Oberflächeneigenschaften derart gewählt sind, dass die Trennung der Phasen der Emulsion bewirkt wird, wobei die Begrenzungsfläche (4) mit Gradientenoberfläche einen Schichtaufbau mit einem Silicium-Wafer oder einer Glaskapillarwand als Substrat aufweist.

2. Mikrofluidvorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einstromrichtung der Emulsion am Emulsionseintritt (1) orthogonal zur Achse der Trennstrecke (D) der Phasen angeordnet ist.

3. Mikrofluidvorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Begrenzungsfläche (4) mit Gradientenoberfläche einen Schichtaufbau aufweist aus:

- a) einem Silicium-Wafer als Substrat,
- b) einer Schicht aus Polyglycidylmethacrylat (PGMA) oder Glycidoxypolytrimethoxysilan (GPS) mit einer Dicke von ca. 1,5 nm,

c) einer Schicht aus carboxylterminiertem Polystyren (PS-COOH) und

d) einer Schicht aus carboxylterminiertem Poly(2-vinylpyridin) (P2VP-COOH) mit einer Dicke von ca. 500 nm, wobei die Konzentration der Schicht c) aus carboxylterminiertem Polystyren (PS-COOH) entlang der Strömungsachse der Phasen einen Gradienten aufweist.

4. Mikrofluidvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Begrenzungsflächen (4) parallel zueinander beabstandet sind.

5. Mikrofluidvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Begrenzungsflächen (4) einen Abstand von einem Millimeter bis drei Millimetern aufweisen.

6. Mikrofluidvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Begrenzungsflächen (4) horizontal angeordnet sind und mittels Seitenflächen (5) miteinander verbunden werden und dass der sich ausbildende Kanal eine Breite von drei Millimetern, eine Höhe von zwei Millimetern und eine Länge von 50 Millimetern aufweist.

7. Mikrofluidvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Gradientenoberfläche mehrere N Gradienten aufweist und dass N + 1 Austritte (2, 3) für die separierten Phasen vorgesehen sind.

8. Mikrofluidvorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Begrenzungsfläche (4) mit der Gradientenoberfläche als Glaskapillare (6) von einem Millimeter Durchmesser ausgebildet ist und einen Schichtaufbau im Inneren der Glaskapillare aufweist aus:

- a) der Kapillarwand aus Glas als Substrat,
- b) einer Schicht aus Polybutylacrylat (PBA) mit einer Dicke von ca. 1,5 nm,
- c) einer Schicht aus carboxylterminiertem Polystyren (PS-COOH) und
- d) einer Schicht aus carboxylterminiertem Poly(2-vinylpyridin) (P2VP-COOH) mit einer Dicke von ca. 500 nm, wobei die Konzentration der Schicht c) aus carboxylterminiertem Polystyren (PS-COOH) entlang der Strömungsachse der Phasen einen Gradienten aufweist.

9. Mikrofluidvorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mehreren Glaskapillaren (6) auf einem Träger (7) vorgesehen und parallel zueinander auf einer Ebene angeordnet sind, wobei der Gradient orthogonal zur Kapillarachse ausgebildet ist.

Es folgen 2 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

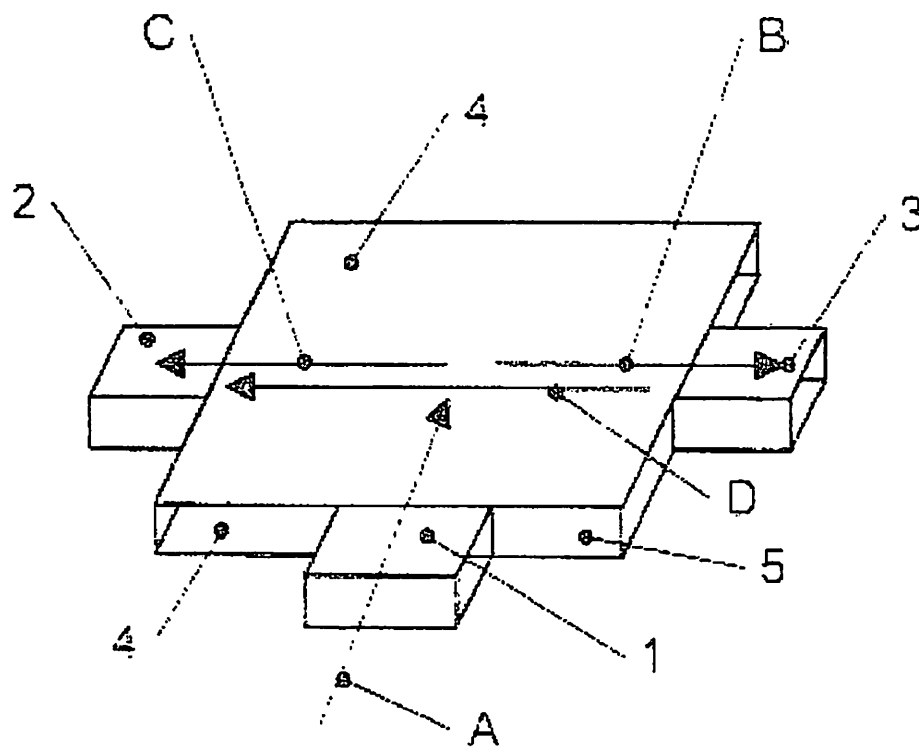


Fig. 1

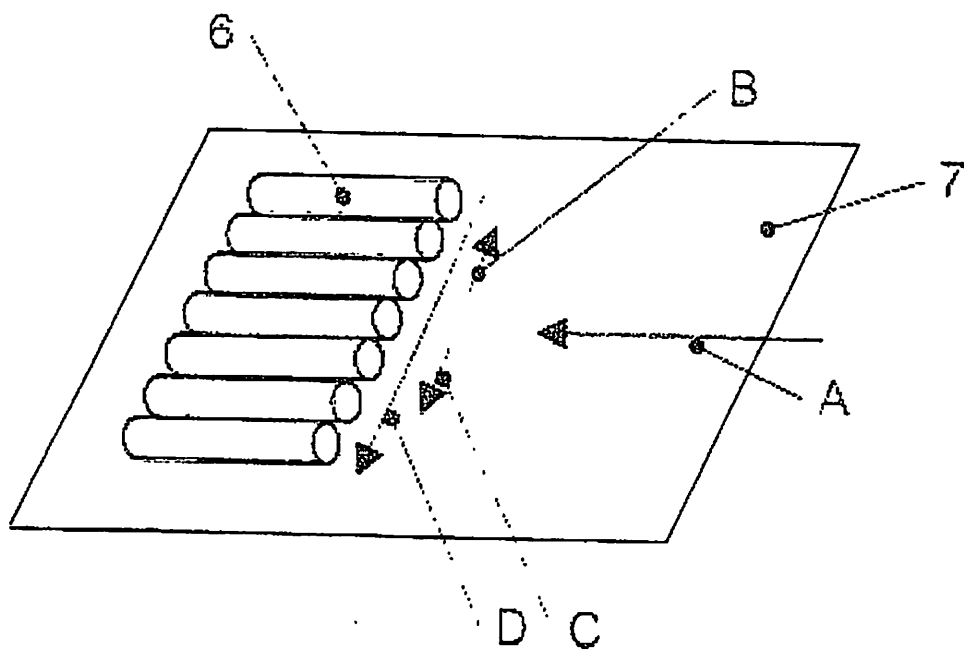


Fig. 2