

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 873 726 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
28.10.1998 Bulletin 1998/44

(51) Int Cl.⁶: **A61D 19/00**

(21) Numéro de dépôt: **98400900.1**

(22) Date de dépôt: **10.04.1998**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **21.04.1997 FR 9704896**

(71) Demandeur: **INSTRUMENTS DE MEDECINE
VETERINAIRE
F-61300 L'Aigle (FR)**

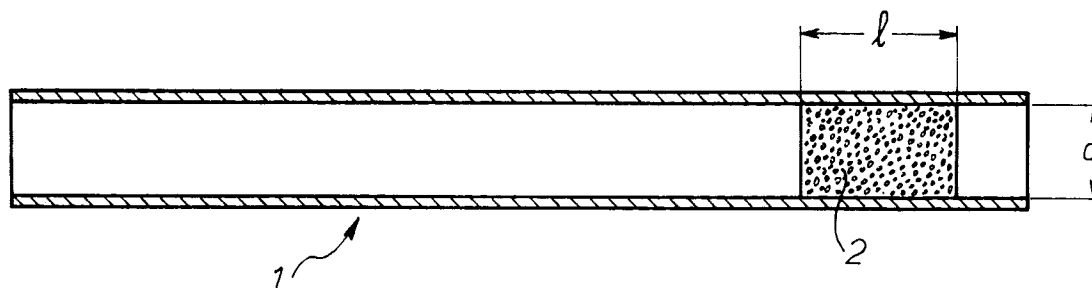
(72) Inventeurs:
• **Saint-Ramon, Jean-Gérard
95160 Montmorency (FR)**
• **Decuadro-Hansen, Gustavo
61300 L'Aigle (FR)**
• **Beau, Christian
78960 Voisins-Le-Bretonneux (FR)**
• **Dassier, Claude
28190 Fontaine La Guyon (FR)**

(74) Mandataire: **CABINET BONNET-THIRION
12, Avenue de la Grande-Armée
75017 Paris (FR)**

(54) **Paillette avec un bouchon en fibre pleine microporeuse**

(57) Paillette pour la conservation de petites quantités de substances, notamment des substances biologiques, se composant d'un segment de tube muni à l'in-

térieur de l'une de ses extrémités d'un moyen d'obturation, caractérisée en ce que ledit moyen d'obturation est constitué d'un bouchon monobloc microporeux hydrophobe.



EP 0 873 726 A1

Description

La présente invention concerne une paillette pour la conservation de petites quantités de substances, notamment des substances biologiques, en particulier des liquides biologiques.

Ce type de paillette, connue sous la dénomination de "paillette française", a été divulgué pour la première fois dans le Brevet Français N° 995 878.

Les paillettes utilisées jusqu'à présent comprenaient un bouchon tripartite constitué par deux tampons d'une substance fibreuse enserrant une poudre susceptible de se transformer au contact d'un liquide en une pâte ou gel imperméable adhérent à la paroi du tube en créant un bouchon étanche.

Les paillettes à bouchon tripartite mises au point et commercialisées par la Demanderesse donnent toute satisfaction. Néanmoins, une certaine absorption de liquide contenu dans la paillette a pu être constatée, quoique très faible.

Il existe également des bouchons tripartites de taille réduite, mais cette solution ne résout pas non plus le problème de l'absorption.

Une solution qui a été proposée pour pallier le problème ci-dessus a été de remplacer le bouchon tripartite par une bille en matière plastique rigide ou métallique. Cette solution ne s'est pas avérée satisfaisante car, si l'absorption de liquide contenu dans la paillette a été réduite à zéro, de nouvelles difficultés rédhibitoires sont apparues, le bouchon n'étant plus du tout étanche aux liquides.

Un objet de l'invention est de fournir une paillette comportant un moyen d'obturation qui, tout en étant étanche aux liquides et perméable aux gaz, n'absorbe aucune quantité de liquide.

La présente invention répond à un tel objet et fournit une paillette pour la conservation de petites quantités de substances, notamment des substances biologiques, se composant d'un segment de tube muni à l'intérieur de l'une de ses extrémités d'un moyen d'obturation, caractérisée en ce que ledit moyen d'obturation est constitué d'un bouchon monobloc microporeux hydrophobe.

Le bouchon microporeux de la paillette selon la présente invention est constitué d'une partie en matériau polymère et de forme cylindrique et il est composé d'une fibre pleine. Ladite fibre pleine est avantageusement fabriquée par un procédé d'extrusion continu.

Le diamètre de pores du bouchon microporeux de la paillette de la présente invention est de préférence compris entre environ 0,2 et 2 μm , mieux encore d'environ 1 μm mais peut avoir d'autres valeurs comprises entre environ 0,001 et 10 μm .

Le matériau polymère du bouchon de la paillette est choisi parmi le polypropylène, le polyéthylène haute densité (PE-HD), les polyamides, la nitrocellulose, les polyesters, les résines phénol-formol (Résines PF) et les résines perfluoroalcoxy (PFA), etc. Selon un mode

de réalisation préféré de la présente invention, le matériau polymère du bouchon de la paillette est du polyéthylène haute densité.

Le diamètre du bouchon est bien évidemment adapté à celui de la section du tube de la paillette dans laquelle il est utilisé. D'une façon générale, ce diamètre sera compris entre 100 μm et 1 cm. Selon l'invention, le diamètre du bouchon avant introduction dans la paillette est très légèrement supérieur au diamètre intérieur de la paillette.

Le bouchon de la paillette de la présente invention est non absorbant vis-à-vis des liquides. Il laisse passer uniquement les gaz, notamment l'air jusqu'à sa pression d'intrusion (cette pression dépend évidemment de la porosité). L'homme de l'art comprendra que le diamètre des pores du bouchon selon l'invention doit être adapté en fonction de ladite pression d'intrusion, autour de 1 μm préférentiellement.

L'autre extrémité de la paillette, c'est-à-dire celle ne comportant pas le bouchon selon l'invention, demeure normalement ouverte pour l'introduction du produit à conserver, qui est généralement un liquide.

Pour mettre le produit chargé à l'abri de toute contamination, l'extrémité ouverte est obturée, par exemple par soudage, notamment aux ultrasons ou thermique, ou toute autre technique appropriée connue de l'homme de l'art.

Outre le fait qu'il ne provoque aucune absorption du liquide contenu dans la paillette, le bouchon de l'invention présente de nombreux avantages : il est non toxique, stérilisable, il peut être congelé ou réchauffé sans dommage.

Le bouchon de l'invention n'absorbe ni le dilueur ni les spermatozoïdes.

Le bouchon de l'invention s'avère encore particulièrement avantageux car il permet de prélever seulement une partie du liquide contenu dans la paillette tout en conservant cette dernière pour une utilisation ultérieure. Ceci n'était pas possible avec le bouchon tripartite de l'art antérieur.

Un autre avantage de l'invention est que l'on peut vider la paillette suivant deux techniques :

- par repoussage du bouchon (comme dans le cas du bouchon tripartite) ou par soufflage à travers le bouchon, cette dernière technique permettant de vider et remplir à nouveau.

Un autre avantage de l'invention est encore que ce bouchon non absorbant autorise, du fait de sa constitution (matériau) une bonne adhérence sur les parties de la paillette, évitant ainsi le détachage bien connu dans les cas d'utilisation du bouchon tripartite.

Un autre avantage de l'invention est la simplicité de réalisation, le bouchon étant constitué en effet d'une partie monobloc au lieu de trois.

Un autre avantage de l'invention est que la longueur du bouchon non absorbant est plus faible que celle du

bouchon tripartite. Ceci permet donc d'augmenter le volume de contenance de la paillette tout en restant dans le même standard de dimensions.

Un autre avantage de l'invention est que le bouchon, de par sa porosité, assure bien entendu une filtration qui permet de travailler dans un mode plus ou moins stérile.

Un autre avantage de l'invention est que l'on peut aussi, avec la même paillette, réabsorber du produit.

L'invention est illustrée schématiquement par la Figure annexée qui est une vue en coupe longitudinale d'une paillette selon l'invention, dans laquelle la paillette 1 est munie du bouchon monobloc microporeux hydrophobe 2 selon l'invention. La longueur ℓ du bouchon 2 est habituellement comprise entre environ 2 et 5 mm mais pas uniquement. Le diamètre intérieur d de la paillette 1 est très légèrement inférieur au diamètre du bouchon avant introduction dans la paillette pour assurer une bonne étanchéité entre le bouchon et la paroi interne de la paillette.

La fibre utilisée dans le bouchon de la paillette selon la présente invention est une fibre pleine obtenue de la même façon que les fibres creuses classiques, par un des procédés bien connus de l'homme de l'art, décrits notamment dans les brevets US-A-4 778 601 et US-A-4 828 772, en utilisant une tête d'extrusion mais sans le tube destiné à faire la lumière de la fibre. On peut par exemple utiliser le procédé de séparation de phase par inversion thermique (procédé TIPS). Par exemple, 10 % de polyéthylène haute densité (PE-HD) et un diluant, composé d'un solvant approprié, pouvant être un solvant simple ou un mélange de solvants, sont injectés dans une extrudeuse chauffée à température élevée pour former un liquide en fusion, et ensuite forcés à travers un orifice. L'extrudat en fusion, alors sous la forme d'un cylindre, est refroidi par passage à travers un bain d'eau chaude. La température inférieure du bain provoque le refroidissement du matériau en fusion et la séparation de phases entre le polymère et le diluant. Le diluant, restant dans le gel ainsi obtenu sous forme de fil continu, peut être extrait en utilisant un solvant adéquat. La fibre extrudée est ensuite séchée par évaporation pour obtenir le produit final.

Les fibres pleines typiquement obtenues en utilisant ce procédé ont un diamètre d'environ 1 à 3 mm avec un point de bulle d'environ $2 \cdot 10^4$ à $3 \cdot 10^4$ Pa (0,2 à 0,3 bar). Des fibres avec des caractéristiques différentes peuvent également être obtenues.

Pour faire office de bouchon d'une paillette selon la présente invention, la fibre pleine de l'invention doit de préférence avoir un diamètre très légèrement supérieur à celui de ladite paillette, la bonne étanchéité de la fibre pleine étant obtenue grâce à la légère compression qui en résulte.

A titre d'exemple non limitatif, une paillette selon l'invention a été fabriquée avec un bouchon monobloc microporeux constitué d'une fibre pleine en polyéthylène haute densité ayant un diamètre de pores compris

entre environ 0,2 et 2 μ m. Le diamètre de la paillette était d'environ 1,60 mm et le diamètre du bouchon avant introduction dans la paillette était d'environ 1,65 mm. La longueur du bouchon dans la paillette était d'environ 4 mm.

L'homme de l'art comprendra que bien que l'invention ait été décrite et illustrée pour des modes de réalisation particuliers, de nombreuses variantes peuvent être envisagées tout en restant dans le cadre de l'invention tel que défini dans les revendications annexées.

Revendications

1. Paillette pour la conservation de petites quantités de substances, notamment des substances biologiques, se composant d'un segment de tube muni à l'intérieur de l'une de ses extrémités d'un moyen d'obturation, caractérisée en ce que ledit moyen d'obturation est constitué d'un bouchon monobloc microporeux hydrophobe.
2. Paillette selon la revendication 1, caractérisée en ce que le bouchon microporeux est constitué d'une partie en matériau polymère.
3. Paillette selon la revendication 2, caractérisée en ce que le bouchon a une forme cylindrique.
4. Paillette selon la revendication 2, caractérisée en ce que le bouchon est composé d'une fibre pleine.
5. Paillette selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le bouchon microporeux a un diamètre de pores compris entre environ 0,001 et 10 μ m.
6. Paillette selon la revendication 5, caractérisée en ce que le bouchon microporeux a un diamètre de pores compris entre environ 0,2 et 2 μ m.
7. Paillette selon l'une des revendications 4 et 5, caractérisée en ce que la fibre constituant le bouchon microporeux a un point de bulle d'environ $2 \cdot 10^4$ à $3 \cdot 10^4$ Pa (0,2 à 0,3 bar).
8. Paillette selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée par le fait que le bouchon a une longueur comprise entre environ 2 et 5 mm.
9. Paillette selon la revendication 2, caractérisée en ce que le matériau polymère est choisi parmi le polyéthylène haute densité (PE-HD), les polyamides, la nitrocellulose, les polyesters, les résines phénol-formol (Résines PF) et les résines perfluoroalcoxy (PFA).
10. Paillette selon la revendication 2, caractérisée en

ce que le matériau polymère est du polyéthylène haute densité.

11. Paillette selon la revendication 2, caractérisée en ce que la fibre pleine est fabriquée par un procédé d'extrusion continu. 5
12. Paillette selon la revendication 2, caractérisée en ce que la fibre pleine est fabriquée par le procédé de séparation de phase par inversion thermique. 10
13. Paillette selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisée en ce qu'elle peut être vidée soit par repoussage du bouchon, soit par soufflage à travers le bouchon. 15
14. Paillette selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisée en ce qu'elle ne présente pas d'inconvénients quant au détassage bien connu dans le cas du bouchon tripartite. 20
15. Paillette selon l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisée en ce qu'elle peut être vidée totalement ou partiellement et remplie à nouveau totalement ou partiellement. 25

30

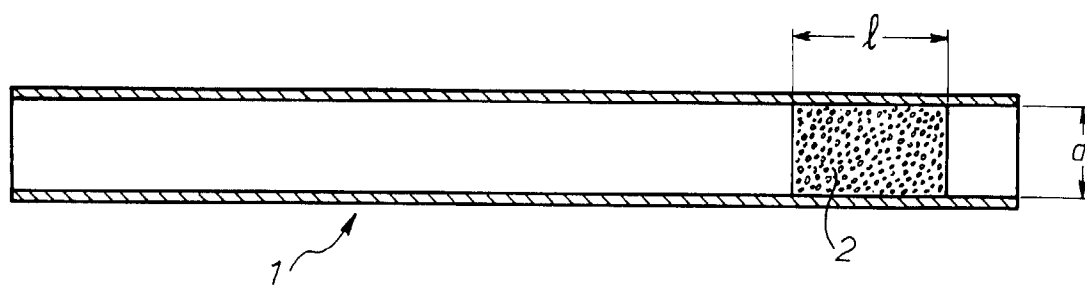
35

40

45

50

55





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 40 0900

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A	GB 1 192 946 A (DUNCAN) 28 mai 1970 * le document en entier *	1,3,13	A61D19/00
A	FR 2 651 676 A (DERIEN) 15 mars 1991 * le document en entier *	1,3,13	
A	EP 0 304 358 A (CASSOU) 22 février 1989 * le document en entier *	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			A61D A61B B29C
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		3 juillet 1998	Vanrunxt, J
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</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 antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1505 (03.92) (P/MC/02)