

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 84200419.4

(51) Int. Cl.³: **B 03 C 1/00**
//G21C19/42

(22) Date de dépôt: 19.09.80

(30) Priorité: 02.10.79 FR 7924496

(43) Date de publication de la demande:
12.12.84 Bulletin 84/50

(84) Etats contractants désignés:
BE DE GB

(60) Numéro de publication de la demande initiale
en application de l'article 76 CBE: 0 026 700

(71) Demandeur: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE
Etablissement de Caractère Scientifique Technique et
Industriel
B.P. 510
F-75752 Paris Cedex 15(FR)

(72) Inventeur: Dolle, Lucien
La Butte à la Reine 12, rue de la Pie Voleuse
F-91120 Palaiseau(FR)

(74) Mandataire: Mongrédien, André et al,
c/o BREVATOME 25, rue de Ponthieu
F-75008 Paris(FR)

(54) Procédé d'élimination des éléments métalliques lourds en suspension dans un liquide.

(57) Procédé d'élimination de particules en suspension dans un liquide.

On utilise un adjuvant ferromagnétique finement divisé à l'état de particules. Les particules sont extraites par application d'un champ magnétique aux particules ferromagnétiques. Le procédé comporte les étapes successives suivantes: précolmatage d'un filtre électromagnétique au moyen d'un adjuvant ferromagnétique finement divisé; agitation du liquide contenant les particules afin de les maintenir en suspension; filtration du liquide contenant les particules à extraire en suspension au moyen dudit filtre électromagnétique précolmaté.

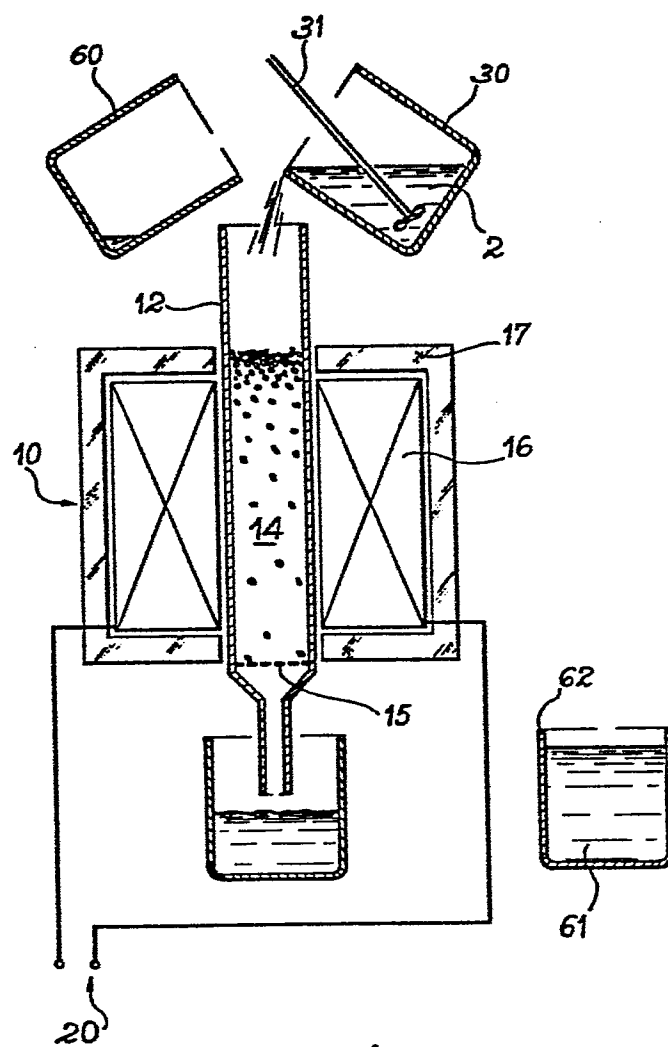


FIG. 1

PROCEDE D'ELIMINATION DES ELEMENTS METALLIQUES LOURDS
EN SUSPENSION DANS UN LIQUIDE

On sait que les combustibles irradiés
issus de l'industrie électro-nucléaire sont retraités
afin, en particulier, de récupérer les matériaux fis-
siles contenus dans les éléments irradiés en les sépa-
rant des produits de fission. A cette fin, ces combus-
tibles sont mis en solution dans un milieu nitrique.
Après complète dissolution et ajustage de l'acidité
et de la concentration en uranium, la solution est
soumise à plusieurs extractions par solvant afin, dans
un premier temps, de débarrasser l'uranium et le plu-
tonium des produits de fission qui leur sont associés,
puis de les séparer l'un de l'autre.

Cependant, certains produits de fission pré-
sents dans les combustibles irradiés, comme par exemple
le ruthénium, sont peu solubles dans le milieu nitrique
issu du dissolvant dans la chaîne de retraitement.
Comme le ruthénium 106 est abondamment produit par la
fission de l'uranium, des dépôts de ruthénium se
forment et contaminent fortement les parois des compo-
sants de la chaîne de retraitement qui contiennent les
solutions nitriques.

A titre d'exemple, on trouve dans un dis-
solvant contenant une solution nitrique de combustible
avec 300 grammes d'uranium par litre, une proportion
de produits solides résultant de la présence d'environ
3 kg d'éléments platinoïdes, d'environ 0,2 kg de col-
loïdes et de l'ordre de 2,8 kg de résidus de gaines
par tonne de combustible. Dans le mélange d'éléments
platinoïdes, le ruthénium est de loin l'élément le
plus abondant. En raison de ces inconvénients, on a
cherché à éliminer le ruthénium en suspension dans
les solutions nitriques de retraitement des combustibles
nucléaires.

Les particules dont la taille atteint quelques microns peuvent être séparées de la solution nitrique par filtration ou par centrifugation. En revanche, les particules de ruthénium dont la taille
5 est de l'ordre de ou inférieure au micron ne peuvent être éliminées par ces procédés classiques.

On connaît par le document US - A - 3 351 203 un procédé d'extraction de particules non magnétiques telles que des particules de verre, de matière
10 plastique ou d'acier inoxydable en suspension dans un liquide, par exemple des eaux d'égout. Selon ce procédé, on distribue des particules ferromagnétiques à l'intérieur du liquide à filtrer et on réalise un filtre 24 au moyen d'un électro-aimant 16 disposé autour de la
15 canalisation 15 dans laquelle on fait circuler le liquide. Lorsque la majorité des particules a été retenue, on procède à l'opération de filtrage des particules en suspension dans le liquide.

Cependant, un tel procédé ne s'applique
20 pas à la filtration de particules métalliques lourdes, comme par exemple le ruthénium.

Le problème de la formation de dépôts radioactifs provenant notamment du ruthénium dans les divers dispositifs constituant la chaîne de retraitement s'est donc posé dès la construction des premières
25 usines de retraitement et n'a, jusqu'à présent, trouvé aucune solution.

Ce problème est résolu selon la présente invention. En effet, celle-ci a précisément pour objet
30 un procédé permettant l'élimination de particules métalliques de cette taille en suspension dans un liquide.

Ce procédé s'applique particulièrement à l'élimination des éléments métalliques lourds tels que le ruthénium en suspension dans les solutions
35 nitriques de retraitement des éléments combustibles irradiés dans les réacteurs nucléaires. Mais il s'applique également à la filtration d'autres liquides

chargés de particules métalliques insolubles, tels que par exemple l'eau des piscines de stockage d'éléments combustibles irradiés.

Le procédé selon la présente invention
5 repose sur l'utilisation d'un adjuvant ferromagnétique de filtration finement divisé, en vue de séparer, au moyen d'un champ magnétique, les éléments métalliques lourds insolubles qui n'ont pu être efficacement extraits par d'autres moyens. Par éléments lourds,
10 on entend des particules dont la masse est grande relativement à celle des particules de l'adjuvant ferromagnétique utilisé. Ainsi, dans le cas des particules de ruthénium et en tant qu'adjuvant de la magnétite, une fraction importante des particules de ruthénium a un diamètre de quelques dixièmes de micron, et
15 la magnétite a une courbe de répartition des diamètres qui présente un maximum aux environs de $0,2 \mu\text{m}$; par ailleurs, la densité du ruthénium est voisine de 12, et du fait de l'agglomération des particules d'adjuvant magnétique en suspension, celles-ci ont une densité plus apparente encore, notamment plus faible que la densité de la magnétite massive homogène qui est voisine de 5. Par exemple, pour une densité apparente de la magnétite de 3, un diamètre moyen de particules
20 de magnétite égal à $0,2 \mu$ et un diamètre de particules de ruthénium égal à $0,6 \mu$, on trouve que le rapport des masses est égal à 108.

Les éléments insolubles se trouvent dans la solution sous forme métallique. Dans le cas notamment d'une solution nitrique de combustibles irradiés,
30 ils ne peuvent pas être inclus dans un réseau cristallin, tel que par exemple un réseau cristallin de ferrite comme cela peut se produire avec d'autres éléments tels que le cuivre, le manganèse dans un mélange
35 de produits de corrosion à base de fer dans l'eau à

haute température. Par ailleurs, ces éléments ne peuvent être l'objet d'une attraction électrostatique telle que celle qui se créerait entre un adjuvant ferromagnétique et des éléments diélectriques tels que fibres, textiles, ... Dans ces conditions, les forces d'attraction entre les particules de l'adjuvant ferromagnétique et les particules métalliques, du type forces de VAN der WAALS, ne peuvent être suffisantes pour retenir ces dernières. Le procédé selon l'invention repose au contraire sur le fait que les particules de cet adjuvant ont tendance à s'agglomérer spontanément en grains plus gros. L'agglomération est également le fait de l'attraction des minuscules dipôles magnétiques que deviennent les particules d'adjuvant si elles subissent l'effet d'un champ magnétique. Les plus grosses particules qui résultent de ces phénomènes dont le dernier est appelé coagulation magnétique, sont de nature très spongieuse. Elles renferment une grande quantité de liquide occlus. Une ou plusieurs particules non ferromagnétiques piégées selon ce processus dans un tel agglomérat de magnétite, sont alors naturellement transportées avec lui sous l'effet d'un gradient de champ magnétique. Indépendamment du piégeage dans la structure spongieuse pendant la formation spontanée d'un agglomérat ou pendant la coagulation magnétique de particules d'adjuvant, il peut se produire, dans un champ magnétique non homogène, du fait des déplacements des particules d'adjuvant dans la direction positive du gradient de champ, un transfert d'énergie cinétique par les chocs des particules ferromagnétiques en grande quantité sur les particules métalliques lourdes qui se déplacent ainsi dans le sens des premières.

Il est possible de déterminer le rendement du procédé selon l'invention. Par exemple, dans le cas où l'on extrait des particules de ruthénium contenues dans le milieu nitrique de dissolution de combustible irradié. A cette fin, on place de la poudre fine de ruthénium dans une solution de 4N de nitrate d'uranyle, que l'on agite et que l'on chauffe légèrement, par exemple vers 50°C, pour simuler une solution nitrique de combustible irradié qui s'échauffe spontanément sous l'effet du rayonnement de décroissance des produits de fission. Pour simplifier la mesure des quantités de ruthénium, la poudre métallique a été préalablement irradiée en réacteur afin de la marquer au ruthénium 103 radioactif, émetteur gamma. Après addition de magnétite finement divisée, qui a été préparée séparément par précipitation alcaline dans une solution de fer ferreux, et dont les particules mesurent initialement de 0,1 μ m à quelques μ m, on poursuit l'agitation du liquide pendant quelques minutes. Par mesure de la radioactivité du ruthénium 103 dans le liquide avant et après l'extraction de la magnétite au moyen d'un ou de plusieurs aimants, le rendement de l'extraction du ruthénium peut facilement être apprécié. D'autre part, le bilan matière du ruthénium 103 qui peut facilement être établi par mesure de l'activité de ce radionucléide dans l'aliquote de ruthénium métallique avant l'expérience, puis dans les boues de magnétite après l'extraction, permet de contrôler ce rendement.

On a ainsi mesuré des rendements d'extraction compris entre 97 et 99 %.

Selon l'invention, l'adjuvant est dit "statique", c'est-à-dire qu'il est d'abord fixé dans le garnissage d'un filtre électromagnétique dans la limite de la capacité utilisable de celui-ci, la suspension de

particules non magnétiques étant ensuite filtrée au moyen du filtre électromagnétique précolmaté. Ce mode de réalisation s'applique plus particulièrement au cas où l'on désire limiter la durée de contact de l'adjuvant avec un liquide qui risquerait d'en dissoudre en quantités indésirables.

L'adjuvant ferromagnétique forme alors une couche de boue présentant une grande surface dans laquelle les particules de ruthénium viennent se piéger. Ce procédé se caractérise par les étapes successives suivantes :

- précolmatage d'un filtre électromagnétique au moyen d'un adjuvant ferromagnétique finement divisé ;
- agitation du liquide contenant les particules métalliques lourdes afin de les maintenir en suspension ;
- filtration du liquide contenant les éléments métalliques lourds en suspension au moyen dudit filtre électromagnétique précolmaté.

De préférence, le précolmatage du filtre électromagnétique comprend les étapes suivantes :

- addition, dans un liquide auxiliaire, d'un adjuvant ferromagnétique ;
- agitation de ce liquide auxiliaire, afin de réaliser une suspension de l'adjuvant ferromagnétique ;
- filtration du liquide auxiliaire au moyen d'un filtre électromagnétique.

Dans le cas préférentiel où le garnissage du filtre électromagnétique est constitué de billes d'acier, l'efficacité du procédé selon l'invention est renforcée par le fait que le vecteur vitesse des particules à séparer doit tourner de 90°, quand celles-ci passent d'une couche de billes à la suivante. L'inertie de ces particules les conduits à aller frapper la surface des billes disposées sur leur chemin et à rester fixées dans la couche d'adjuvant ferromagnétique.

De préférence, l'adjuvant ferromagnétique utilisé est de la ferrite, ou encore de la magnétite.

Le procédé d'élimination des éléments métalliques lourds selon l'invention conduit à l'obtention
5 d'une boue dense, constituée par un mélange de l'adjuvant ferromagnétique et des éléments métalliques lourds.

Cette boue est retenue dans le garnissage du filtre.

Cette boue dense peut être facilement séparée
10 des eaux de lavage par décantation. Les particules métalliques peuvent ensuite être séparées de la magnétite, soit pour les isoler sous un faible volume de déchets, soit en vue de la rentabilisation des métaux qui en sont les constituants principaux.

De toute façon, les caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux après la description qui suit d'exemples de mise en oeuvre, donnés à titre explicatif et nullement limitatif, du procédé selon la présente invention, en référence aux dessins annexés sur lesquels :
20

- la figure 1 illustre les étapes de précolmatage, d'agitation et de filtration du procédé selon l'invention ;

- la figure 2 illustre une application à la
25 chaîne de dissolution du combustible irradié du procédé selon l'invention décrit en référence à la figure 1.

Sur la figure 1, on a illustré le procédé selon l'invention, utilisant un adjuvant ferromagnétique statique. Ce procédé est dit "statique" parce que l'adjuvant ferromagnétique de filtration est fixé dans le
30 garnissage du filtre électromagnétique préalablement à la filtration de la solution nitrique. Il s'applique avantageusement lorsque l'on désire éviter un contact prolongé de la magnétite avec la solution nitrique.

Le filtre électromagnétique désigné par la référence 10 comprend schématiquement une enveloppe non magnétique 12, remplie partiellement d'un garnissage magnétisable 14, et disposée à l'intérieur d'un enroulement 16 alimenté par une source de tension 20. De préférence, le garnissage magnétisable 14 est constitué par des billes d'acier, acier dont la nuance est choisie pour ses propriétés magnétiques et sa résistance à la corrosion en milieu nitrique.

Le garnissage 14 est supporté par une grille 15. Une armature en fer 17 formée d'au moins deux étriers constitue avec le garnissage 14 du filtre un circuit magnétique et limite le champ magnétique de fuite.

La capacité 30 contient la solution nitrique 2 de combustible irradié. Cette capacité 30 peut être le dissolvant ou une capacité de relais. Conformément à l'invention, on ajoute à la solution nitrique 2 de la magnétite à raison de 3g par fraction de 250 mg d'éléments platinoïdes insolubles à séparer. La solution nitrique de combustible irradié 2 s'échauffe légèrement sous l'effet du rayonnement ionisant des produits de fission. On l'agite pendant quelques temps au moyen de l'agitateur 31 de façon à maintenir en suspension dans la solution nitrique la magnétite et les particules insolubles dont les produits de fission platinoïdes. Pour limiter la dissolution de la magnétite, le temps de contact de celle-ci et de la solution 2 est de préférence de courte durée, de l'ordre d'une quinzaine de minutes.

Selon le procédé de l'invention, la première étape consiste à fixer, à l'intérieur du garnissage de billes 14 du filtre 10, une quantité appropriée d'adjuvant ferromagnétique. A cette fin, on dispose d'une capacité 60, indépendante de la chaîne de dissolution contenant un certain volume d'eau à l'intérieur

de laquelle on réalise une suspension de l'adjuvant ferromagnétique.

Le volume d'eau contenu dans la capacité 60 est de préférence réduit pour des raisons de commodité, 5 mais il est toutefois suffisant pour que la suspension soit parfaitement fluide, de façon à répartir l'adjuvant sur la totalité du garnissage 14 par saturation de couches successives. Une telle suspension peut contenir par exemple plusieurs dizaines de grammes de 10 magnétite par litre ; elle est préparée en introduisant dans le récipient 60 la quantité de magnétite correspondant approximativement à la capacité utilisable du filtre électromagnétique 10, et en l'homogénéisant par agitation.

15 On peut aussi procéder simplement en introduisant la magnétite dans l'eau dont le pH a été préalablement ajusté par alcalinisation à la valeur approximative du pH au point isoélectrique de la suspension. La valeur de ce pH se situe vers 9,5. Lorsque cette valeur est 20 atteinte, la suspension reste sensiblement homogène pendant une durée assez longue et l'agitation devient inutile.

La solution nitrique de combustible irradié 2 est contenue dans une capacité 30 de la chaîne de dissolution. Cette capacité peut être le dissolvant ou une 25 capacité de relais. On maintient par agitation au moyen d'un agitateur 31 les particules solides insolubles en suspension.

On filtre alors le contenu du récipient 60 de 30 manière à fixer l'adjuvant ferromagnétique dans le garnissage 14. L'effluent du filtre 10 est constitué d'eau claire 61 qui est recueillie dans un récipient 62. Si la suspension de magnétite a été homogénéisée au pH du point isoélectrique, l'adjuvant fixé dans le garnissage 35 du filtre doit subir un lavage à l'eau pour en extraire le résidu d'alcali.

On fait ensuite passer dans le filtre 10 ainsi précolmaté la solution nitrique de combustible irradié 2 contenue dans le récipient 30, la quantité de celle-ci étant choisie de telle façon que la masse
5 approximative d'éléments insolubles platinoïdes qu'elle contient corresponde au rapport massique de ruthénium et d'adjuvant ferromagnétique contenu dans le filtre permettant le meilleur rendement d'extraction.

Après la fixation dans le garnissage 14 du
10 filtre 10 des particules solides insolubles, on procède au décolmatage du filtre.

Ce décolmatage peut être réalisé de différentes manières.

Le document FR - A - 2 341 347 se rapporte
15 à un procédé de décolmatage d'un filtre électromagnétique. Il décrit un tel procédé applicable dans le cas d'un filtre électromagnétique disposé dans une canalisation et fonctionnant en circuit fermé, le filtre étant parcouru de bas en haut par le liquide
20 que l'on désire filtrer.

Dans le cas où le liquide à filtrer circule en sens inverse, c'est-à-dire de haut en bas, comme c'est le cas dans la description faite en référence à la figure 1, on pourra employer tout autre procédé
25 simple. Par exemple, on pourra désaimanter le garnissage 14, et entraîner la boue qui s'accroche sur les billes au moyen d'un courant d'eau de lavage. On pourra aussi vidanger le filtre 10 de son garnissage de billes 14, par exemple en vidant l'enveloppe 12
30 dans un récipient de lavage contenant de l'eau. Les billes propres sont ensuite retirées pour être remises en place dans l'enveloppe 12.

Sur la figure 2, on a représenté une application à la chaîne de dissolution nitrique de combustible
35 irradié du mode de mise en oeuvre du procédé selon la

présente invention utilisant un adjuvant ferromagnétique statique décrit en référence à la figure 4. Sur cette figure, la référence 50 désigne un dissolvant contenant la solution nitrique 2 à filtrer. Parallèlement à ce
5 dissolvant 50, on trouve une capacité 90 contenant l'adjuvant ferromagnétique en suspension dans de l'eau agitée au moyen d'un agitateur 91. Selon une variante, la suspension d'adjuvant dans l'eau est stabilisée par alcalinisation jusqu'au pH au point isoélectrique.

10 L'élimination des éléments métalliques lourds en suspension dans la solution 2 se déroule de la manière suivante :

- on fixe l'adjuvant ferromagnétique contenu dans la capacité 90 dans le garnissage des filtres électromagnétiques 10a et 10b jusqu'à concurrence de leur
15 capacité utilisable. L'effluent de ces filtres est de l'eau claire ou encore de l'eau moyennement alcaline. Pour éviter le danger d'un bouchonnage ultérieur par des précipitations qui pourraient se produire dans la solution nitrique, l'adjuvant dans le
20 garnissage des filtres 10a et 10b est lavé avec de l'acide nitrique étendu au même pH que celui de la solution de combustible 2, et provenant d'une capacité 92 jumelée avec la capacité 90 ;
- 25 - on filtre la solution nitrique du dissolvant 50 à raison, pour chaque filtre électromagnétique, d'un volume de solution 2 tel que la charge de solides insolubles qu'il contient corresponde à un rapport optimal des quantités d'adjuvant ferromagnétique
30 et de particules insolubles.

Le fonctionnement des filtres 10a et 10b est alternatif. Le filtre 10b prend le relais du filtre 10a lorsque celui-ci est en cours de décolmatage.

Les effluents nitriques des filtres 10a et
35 10b sont une solution nitrique clarifiée 35 qui est recueillie dans l'extracteur 40.

Pendant la régénération par décolmatage du filtre électromagnétique 10a, le second filtre électromagnétique 10b prend le relais et filtre de la même façon une autre charge de suspension 2. L'effluent
5 provenant de la filtration de la solution nitrique 2 constitue la solution nitrique clarifiée 35 qui est dirigée vers l'extracteur 40. Les boues de décolmatage 36 provenant des filtres électromagnétiques 10a et 10b sont dirigées vers le dispositif de traitement des
10 déchets commun aux deux filtres, représenté en 41. Ainsi, les deux filtres fonctionnant alternativement en filtration et en régénération permettent de traiter la solution nitrique 2 additionnée de l'adjuvant ferromagnétique 32 par aliquotes successives et évite un
15 contact prolongé entre le milieu nitrique et l'adjuvant. On évite ainsi la dissolution de l'adjuvant dans le milieu nitrique.

L'effluent eau (ou eau moyennement alcaline) 37 résultant de l'opération de mise en place de l'adjuvant
20 ferromagnétique dans le garnissage des filtres par filtration de la suspension contenue dans la capacité 90 est de préférence recueillie dans une capacité 42 et recyclée dans la capacité 90.

Le procédé d'élimination des particules métalliques lourdes selon l'invention conduit à une boue
25 dense facilement séparée des eaux de lavage par décantation et qui contient les produits de fission insolubles. Ces derniers peuvent être ensuite séparés de l'adjuvant ferromagnétique, soit pour les isoler sous
30 un faible volume de déchets, soit en vue de la rentabilisation des métaux platinoïdes qui en sont les constituants majeurs.

REVENDICATIONS

1. Procédé d'élimination de particules en suspension dans un liquide dans lequel on utilise un adjuvant ferromagnétique finement divisé à l'état de particules, lesdites particules étant extraites par
5 application d'un champ magnétique aux particules ferromagnétiques, caractérisé par les étapes successives suivantes :

- précolmatage d'un filtre électromagnétique au moyen d'un adjuvant ferromagnétique finement divisé ;
- 10 - agitation du liquide contenant les particules afin de les maintenir en suspension ;
- filtration du liquide contenant les particules à extraire en suspension au moyen dudit filtre électromagnétique précolmaté.

15 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les particules à extraire sont des particules métalliques lourdes, le rapport de la masse des particules métalliques à extraire à la masse des particules d'adjuvant ferromagnétique étant supérieur
20 à 100.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que les particules métalliques sont constituées de ruthénium.

25 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'adjuvant ferromagnétique est choisi parmi le groupe constitué de la ferrite et de la magnétite.

30 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comporte en outre, faisant suite à la filtration du liquide, une étape de décolmatage du filtre électromagnétique.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on limite la durée d'agitation à une demi-heure.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'adjuvant ferromagnétique est de la magnétite, dont on utilise une masse comprise entre six et douze fois celle de
5 la masse des particules d'éléments métalliques lourds en suspension dans la quantité de liquide à traiter.

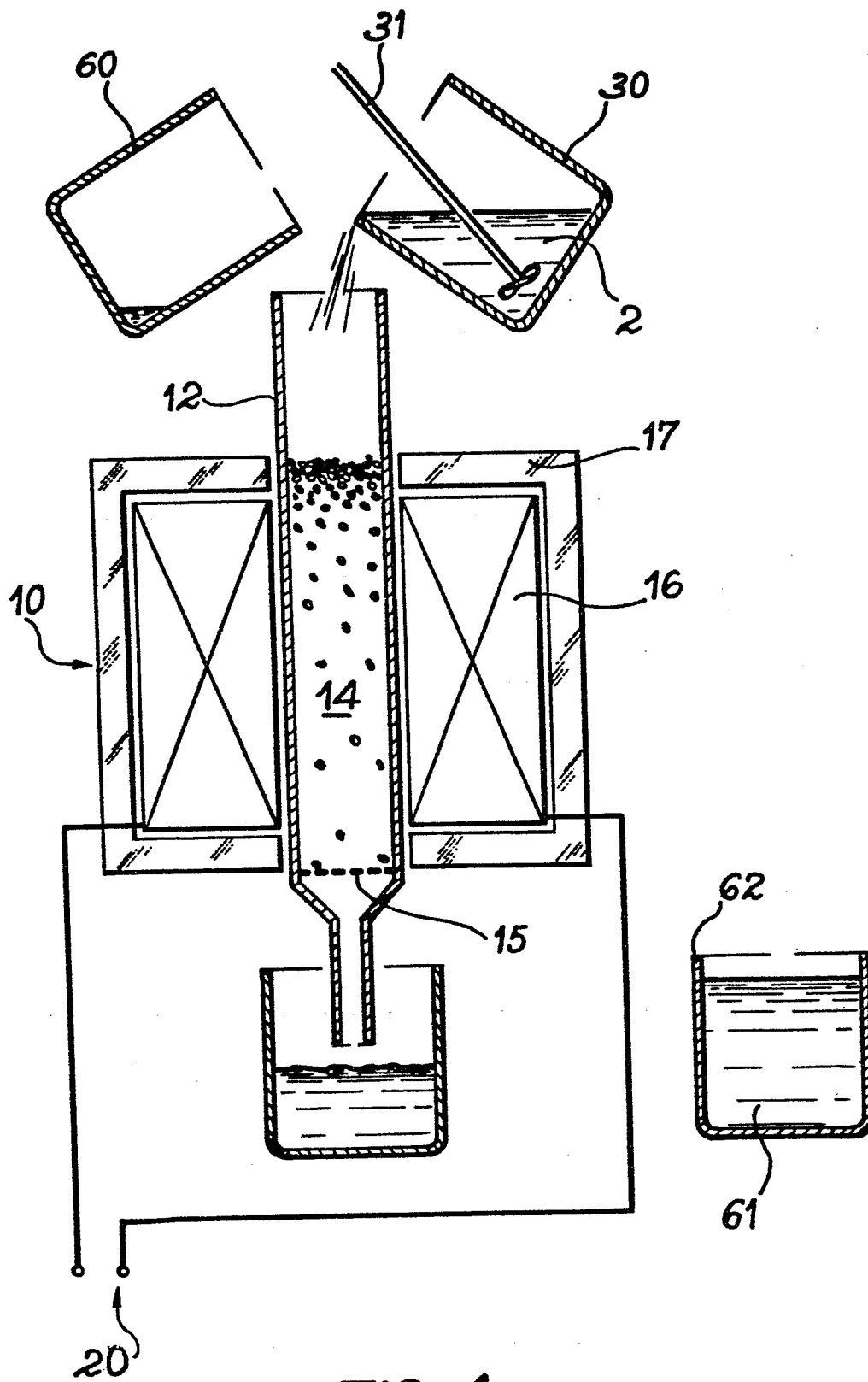
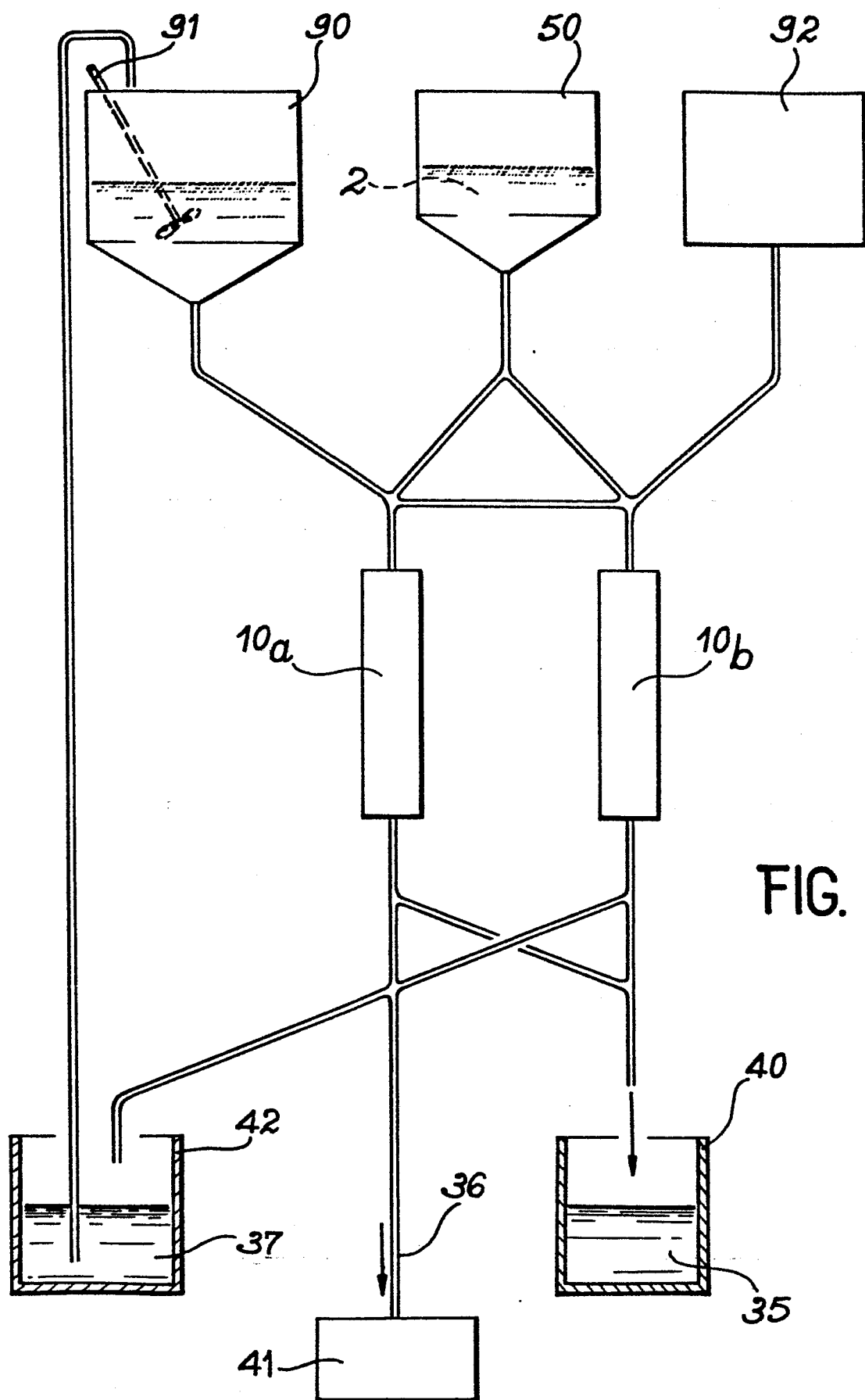


FIG. 1





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0127906

Numéro de la demande

EP 84 20 0419

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. 3)
A	FR-A-2 088 313 (COMMONWEALTH SCIENTIFIC AND INDUSTRIAL RESEARCH ORGANIZATION et ICI OF AUSTRALIA AND NEW ZEALAND LTD.) * Revendication 3 *	1	B 03 C 1/00 G 21 C 19/42 //
A	FR-A-2 205 353 (AWT SYSTEMS) * Revendication 1 *	1,4	
A	US-A-3 477 948 (K. INOUE) * Revendications 1-4 *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)
			B 03 C B 01 D G 21 C C 22 B
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 06-09-1984	Examineur VAN DEN BULCKE E.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
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		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	