Numéro de publication:

0 304 361 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

② Numéro de dépôt: 88401911.8

(51) Int. Cl.4: **D** 02 J 1/18

② Date de dépôt: 22.07.88

30 Priorité: 24.07.87 FR 8710534

Date de publication de la demande: 22.02.89 Bulletin 89/08

84 Etats contractants désignés: AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE Demandeur: CENTRE NATIONAL D'ETUDES SPATIALES
 Place Maurice-Quentin
 F-75039 Paris Cedex 01 (FR)

(7) Inventeur: Bourquin, Patrick 36, rue Sainte Colombe F-33000 Bordeaux (FR)

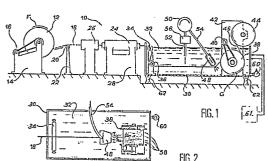
> Pailler, René 29, Allée de la Lande F-33610 Cestas (FR)

Remondiere, Olivier Résidence Le Galion App. 14§11, Avenue Emile Zola F-31520 Ramonville Saint Agne (FR)

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

- 64 Procédé et dispositif pour l'étalement en continu de fibres fragiles.
- (32) La fibre (18) émise par une bobine (12) passe dans un système de détorsion (26) puis dans un four de désensimage (24) et pénètre dans une cuve (30) contenant un liquide (32) avant de s'enrouler sur une bobine réceptrice (38). Une pompe (50) permet d'aspirer le liquide contenu dans la cuve et de le refouler par une buse (48) sur la fibre en un point situé à l'intérieur de la cuve. La pression exercée par le liquide ainsi projeté provoque la séparation des filaments (58) constituant la fibre (18) et c'est une fibre correctement étalée qui s'enroule sur la bobine (38).

Application à l'étalement de fibres fragiles.



Description

PROCEDE ET DISPOSITIF POUR L'ETALEMENT EN CONTINU DE FIBRES FRAGILES

5

15

30

35

45

50

55

60

La présente invention a pour objet un procédé et un dispositif pour l'étalement en continu de fibres composées de plusieurs filaments, applicables en particulier mais non exclusivement aux fibres fragiles.

Les fibres de carbone, comme bien d'autres types de fibres longues (verre, carbure de silicium, alumine, ...) présentent un grand intérêt comme renfort continu pour des matériaux composites à matrice organique ou métallique.

L'élaboration de tels matériaux peut se faire de plusieurs façons. Toutefois, dans la plupart des cas, se pose le problème de l'imprégnation à coeur de la fibre. En effet, un matériau composite de bonne qualité ne peut être réalisé que si chaque filament individuel constituant la fibre est lui-même enrobé d'une épaisseur adéquate du matériau constituant la matrice.

Dans le cas d'un matériau composite constitué d'une matrice organique renforcée par une armature de fibres, la réalisation du matériau passe par une phase d'imprégnation de la fibre par la matrice, phase considérablement améliorée si le renfort se présente sous forme d'un ruban de filaments étalés (en particulier si la matrice est une résine thermoplastique).

Par contre, losrque la matrice est métallique, les procédés de réalisation peuvent se classer en trois catégories principales.

La première catégorie correspond aux procédés en phase solide qui sont généralement associés à une étape de compression à chaud. Les radeaux de fibres préalablement étalées sont alternativement empilés avec des feuillards métalliques ; la préforme ainsi formée subit ensuite une opération de densification (compression à chaud). On obtient alors un composite massif dont la qualité est directement liée à l'état d'étalement de la fibre.

La deuxième catégorie recouvre les procédés en phase liquide dans lesquels le mouillage de la fibre est obtenu grâce à des agents mouillants (par exemple MG_3N_2 pour une matrice en magnésium), ou à des traitements de surface des filaments (procédé au titane bore, aux alcalins, à la silice, ...), ou encore à une forte pression d'infiltration.

La troisième catégorie enfin est celle des procédés de dépôt physique en phase vapeur (PVD). Dans ce cas, le bon recouvrement des filaments élémentaires nécessite à nouveau que la fibre soit étalée. En effet, si les filaments n'étaient pas suffisamment séparés les uns des autres, il se produirait un phénomène d'ombrage, c'est-à-dire que les filaments extérieurs seraient recouverts tandis que les filaments situés au centre de la fibre ne le seraient pas ou très peu. Ce manque d'homogénéité se retrouve lors du traitement ultérieur du matériau composite, notamment lors de la compression à chaud.

Ainsi apparaît-il clairement que, dans la plupart des cas (seule la voie liquide fait exception), la qualité et les performances des matériaux obtenus dépendent en grande partie de l'imprégnation de la fibre.

C'est pourquoi, depuis quelques années, de nombreuses recherches ont porté sur la mise au point des procédés d'étalement de fibres. L'article "Studies on Ion-Plating process for making carbon fiber reinforced aluminum and properties of the composites" (Masatoshi Yoshida et al. TOHO BES-LON Co., Enigma of the eighties vol. 24 Bk2, 24 th. National SAMPE Symposium and Exhibition, San Francisco, California, May 8-10, 1979) décrit un procédé d'étalement de fibres dans lequel l'étalement est obtenu en envoyant sur la fibre un flux d'air soumis à des vibrations. Si cette technique convient pour les fibres à moyen et haut module, elle n'est pas utilisable avec des fibres à très haut module (c'est-à-dire supérieur à 350 GPa) ou pour des fibres constituées de filaments de diamètre important (c'est-à-dire de l'ordre de 10 à 40 µm). En effet, ces fibres sont très fragiles à cause de leur module élevé et/ou du fort diamètre des filaments et le flux d'air a tendance à casser les filaments. Ces diverses cassures peuvent même, à plus ou moins long terme, entraîner la rupture de la fibre, ce qui est bien entendu tout à fait néfaste pour une opération en continu.

La présente invention a pour but d'éliminer ces inconvénients en proposant un procédé et un dispositif d'étalement en continu de fibres qui permettent de séparer sans problème les filaments d'une fibre fragile, que cette fragilité provienne d'un module élastique très élevé ou d'un fort diamètre des filaments.

Selon la principale caractéristique du procédé objet de l'invention, celui-ci comporte les étapes suivantes consistant à :

(a) - faire passer la fibre à l'intérieur d'une masse d'un premier liquide, et, simultanément,

(b) - projeter un flux d'un deuxième liquide sur la fibre en un point situé à l'intérieur de la masse du premier liquide, la fibre étant maintenue en tension entre deux points situés de part et d'autre de celui où l'on projette le deuxième liquide. De préférence, on utilise le premier ide lui-même en tant que deuxième liquide, le ide projeté sur la fibre étant prélevé dans la

liquide lui-même en tant que deuxième liquide, le liquide projeté sur la fibre étant prélevé dans la masse même du premier liquide, réalisant ainsi un recyclage de celui-ci.

Le fait de projeter un liquide en un point de la fibre entraîne l'établissement d'une pression sur la fibre. Cette pression crée une tension sur la fibre qui réalise son étalement, et donc la séparation des filaments.

L'avantage qu'engendre l'utilisation d'un liquide à la place d'un gaz est le suivant : la pression exercée par le liquide sur la fibre peut être élevée, bien que sa vitesse d'écoulement soit faible. Par contre, dans le cas d'un gaz, une pression élevée est obligatoirement associée à une vitesse d'écoulement importante, à laquelle correspondent de fortes turbulences qui entraînent des chocs multiples et violents

35

50

55

60

entre les différents filaments, ce qui occasionne finalement la rupture de la fibre.

L'utilisation d'un liquide permet de s'affranchir des problèmes créés par ces turbulences et de limiter, par un phénomène d'amortissement, la violence des chocs inter-fibres, tout en conservant un niveau suffisant de vibrations nécessaires à un bon étalement.

Quant au fait de projeter le premier liquide lui-même pour réaliser l'étalement de la fibre, ceci permet de diminuer l'encombrement de l'installation et de maintenir constante la masse du premier liquide contenu dans la cuve où se fait l'opération. On peut également filtrer le liquide ainsi recyclé et le maintenir à un degré de propreté suffisant afin de ne pas dégrader le système de circulation du liquide par des fibrilles qui risquent de se détacher de la fibre.

Selon une autre caractéristique du procédé objet de l'invention, le premier et/ou le deuxième liquide peut être de l'eau distillée, de l'hexane, de l'alcool,... et doit être maintenu à une température constante afin d'éviter toute modification des paramètres aléatoires.

Eventuellement, le procédé comporte une étape supplémentaire, effectuée avant l'étape (a), consistant à désensimer la fibre, lorsque cette dernière est enrobée par un liant organique.

On peut en outre faire vibrer le premier liquide pour améliorer encore l'étalement, par exemple au moyen d'ultrasons. Enfin, dans le cas où la fibre est torsadée, on peut prévoir encore une étape supplémentaire, effectuée avant l'étape (a), consistant à soumettre la fibre à une opération de détorsion.

L'invention a également pour objet un dispositif pour la mise en oeuvre de ce procedé.

Selon la principale caractéristique de ce dispositif, celui-ci comprend :

- une cuve apte à contenir un premier liquide.
- des moyens pour faire passer la fibre à l'intérieur de ce premier liquide,
- des moyens pour projeter un flux d'un deuxième liquide sur la fibre en un point situé à l'intérieur du premier liquide, et
- des moyens pour maintenir la fibre en tension entre deux points situés de part et d'autre de celui où est projeté le flux du deuxième liquide.

De préférence, on utilise le premier liquide lui-même comme deuxième liquide, réalisant ainsi un recyclage. Dans ce cas, les moyens de projection comprennent :

- une pompe,
- une première conduite ayant une première extrémité située à l'intérieur du liquide contenu dans la cuve et une deuxième extrémité débouchant dans cette pompe,
- une buse disposée à l'intérieur du premier liquide de manière à projeter du liquide sur la fibre audit point situé à l'intérieur du premier liquide, et
- une deuxième conduite reliant la pompe à cette buse.

Dans cette réalisation, la pompe est disposée de manière à aspirer le premier liquide à travers la première conduite et à le refouler à travers la deuxième conduite et la buse.

Avantageusement, les moyens de projection

peuvent comprendre en outre un filtre afin de filtrer le premier liquide circulant dans le circuit constitué par ces moyens de projection.

Selon un autre aspect du dispositif objet de l'invention, les moyens pour maintenir la fibre en tension comprennent :

- un rouleau sur lequel passe la fibre en amont du point où est projeté le deuxième liquide, et
- une bobine réceptrice sur laquelle s'enroule la fibre en aval de ce point.

Si, dans le mode préféré de réalisation, on utilise un rouleau, c'est-à-dire un cylindre relativement allongé, pour soutenir la fibre en amont du point où l'on projette le deuxième liquide, on ne sortirait pas du cadre de l'invention en utilisant tout système équivalent tel que galet, poulie, bobine, etc...

Le dispositif doit encore comporter un four de désensimage à travers lequel passe la fibre, lorsque celle-ci est revêtue d'un liant organique, avant de pénétrer dans la cuve contenant le premier liquide.

On peut également prévoir, pour améliorer l'étalement, un dispositif à ultrasons pour faire vibrer le liquide contenu dans la cuve. Enfin, si nécessaire, le dispositif peut comporter un système de détorsion de la fibre disposé en amont du point où est projeté le deuxième liquide.

L'invention apparaîtra mieux à la lecture de la description qui va suivre, donnée à titre d'exemple purement illustratif et nullement limitatif, en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 est une vue schématique en élévation et partiellement en coupe d'un dispositif conforme à l'invention, et
- la figure 2 est une vue de dessus de la cuve du dispositif illustré à la figure 1.

Si l'on se reporte aux dessins, on voit que le dispositif objet de l'invention, portant la référence générale 10, se compose d'abord d'une bobine 12 sur laquelle est enroulée la fibre que l'on veut étaler. Cette bobine est montée sur un support 14 et elle est entraînée en rotation dans le sens de la flèche F, c'est-à-dire le sens qui permet de dévider la fibre, par un système d'entraînement 16. Celui-ci peut être quelconque, par exemple un système d'entraînement par chaîne ou courroie crantée comme représenté sur le dessin, mais on ne sortirait pas du cadre de l'invention en utilisant un système équivalent

La fibre 18 passe ensuite sur un galet ou un rouleau 20 placé à l'extrémité supérieure d'un support 22, puis pénètre à l'intérieur d'un four de désensimage 24. Si la fibre est fortement torsadée, on peut la faire passer, avant son entrée dans le four, dans un système de détorsion 26 monté sur un support 28.

La fibre pénètre ensuite à l'intérieur d'une cuve 30 contenant un liquide ou un solvant approprié 32. Celui-ci peut être, par exemple, de l'eau distillée, de l'hexane, de l'alcool,... Dans l'exemple illustré ici, la fibre passe d'abord par dessus un premier rouleau 34 situé à la partie supérieure de la cuve, puis par dessous un deuxième rouleau 36 placé à un niveau inférieur à celui où se trouve le rouleau 34 et immergé totalement dans le liquide. Les rouleaux 34 et 36 se trouvent à une première extrémité de la

3

cuve, tandis qu'une bobine réceptrice 38 se trouve à l'autre extrémité. La fibre 18, après avoir été étalée comme on le verra ci-dessous, s'enroule sur la bobine réceptrice 38 qui est entraînée dans le sens de la flèche G par un moteur 40. La bobine 38 et le moteur 40 peuvent être montés sur un support 42, l'entraînement de la bobine réceptrice 38 se faisant par un système à chaîne ou à courroie crantée, ou tout autre système équivalent. Eventuellement, on peut monter sur le support 42 une bobine 44 sur laquelle est enroulée une bande de papier d'aluminium, dans le cas où le solvant n'entraîne pas une réaction électrochimique entre cette dernière et la fibre, ou d'un film plastique dans les autres cas, ce film ne devant toutefois pas être dissous par le solvant employé. Cette bande sert à enrober la fibre qui, après étalement, s'enroule sur la bobine 38.

L'étalement de la fibre est réalisé au moyen d'une buse 48 placée dans la cuve 30, à l'intérieur de la masse liquide 32, et disposée de manière à projeter du liquide en un point de la fibre 18 situé à l'intérieur du liquide 32. De préférence, cette buse a une section rectangulaire (par exemple 50 mm x 1 mm) et sa longueur est orientée perpendiculairement à la fibre. Une pompe 50 placée à l'extérieur de la cuve aspire le liquide 32 au moyen d'une première conduite 52 et le refoule dans la buse 48 au moyen d'une deuxième conduite 54. Cette disposition permet de réduire l'encombrement de l'installation et de maintenir constante la quantité de liquide contenue dans la cuve 30 grâce à un recyclage de ce liquide. Eventuellement, on peut prévoir un filtre 56 afin de purifier le liquide ainsi recyclé et de retenir d'éventuelles fibrilles qui se détacheraient de la

Comme on peut le voir sur la figure 2, le fait de projeter du liquide (soit le liquide contenu dans la cuve, soit un autre) provoque une pression sur la fibre, cette pression entraînant elle-même une tension qui provoque la séparation des filaments 58. Ces derniers sont séparés les uns des autres lorsque la fibre s'enroule sur la bobine réceptrice 38.

L'ensemble est réalisé en acier inoxydable afin d'éviter les problèmes de corrosion.

On voit encore sur les figures que la cuve 30 peut être purgée au moyen d'un dispositif de purge 60 prévu à la partie inférieure de celle-ci.

On peut encore améliorer l'efficacité du dispositif en soumettant le liquide 32 à des mouvements de vibration, par exemple à l'aide d'un dispositif à ultrasons 61. Dans ce cas, la cuve 30 repose sur le sol au moyen de plots anti-vibrations 62.

On va maintenant décrire deux essais d'étalement de fibre qui ont été réalisés avec un dispositif selon l'art antérieur et avec le dispositif objet de l'invention.

Exemple1

Dans cet exemple, on a réalisé un essai d'étalement d'une fibre de très haut module, c'est-à-dire un module de l'ordre de 700 GPa. La fibre utilisée était une fibre référence P100 commercialisée par la Société UNION CARBIDE. L'essai a été réalisé avec un dispositif utilisant le principe du flux gazeux,

conformément à l'art antérieur mentionné au début de la présente description. On a constaté que non seulement la fibre n'est pas étalée, mais qu'en outre, l'opération entraîne une détérioration de la fibre, qui peut conduire à sa rupture.

Exemple 2

Une fibre identique à celle de l'exemple 1 a été étalée avec un dispositif conforme à l'invention. Le débit de liquide projeté sur la fibre était de l'ordre de 0,5 m³/h. On a obtenu un bon étalement et il n'est apparu aucune rupture de la fibre.

Ainsi, le procédé et le dispositif objets de l'invention présentent des avantages particulièrement intéressants puisqu'ils permettent d'étaler de manière sûre et efficace des fibres composées de filaments, qu'il s'agisse des fibres fragiles ou non. Ceci est obtenu par le fait qu'on projette un liquide en un point de la fibre déjà situé à l'intérieur d'une masse liquide. L'utilisation d'un liquide permet d'avoir une pression hydrostatique plus importante que celle exercée par un flux gazeux dans un montage dans l'air. La tension créée par cette pression est donc plus importante et la séparation des filaments est plus efficace. D'autre part, on diminue considérablement les risques de cassure des fibres car il y a amortissement des chocs entre filaments par le liquide, amortissement qu'il n'est pas possible d'obtenir dans l'air ou dans un flux gazeux. Grâce à l'invention, l'étalement est efficace et peut même se faire sur des épaisseurs moyennes très faibles, c'est-à-dire voisines de la monocouche.

D'autre part, le fait de projeter sur la fibre le liquide même contenu dans la cuve par recyclage de celui-ci permet de diminuer l'encombrement de l'installation et de maintenir constante la quantité de liquide contenue dans la cuve. La présence d'un filtre ou de tout autre moyen permettant l'élimination des fibrilles résultant de l'étalement sera conseillée afin de maintenir le liquide propre et d'éviter une usure importante des parties en mouvement du dispositif (par exemple la pompe), ainsi que le dépôt des fibrilles sur la fibre étalée.

Il faut souligner ici l'intérêt de ce mode d'étalement sur le mode pneumatique qui nécessite d'avoir une enceinte sous dépression pour éviter de polluer l'atmosphère environnante par les fibrilles produites lors de l'étalement.

Enfin, l'efficacité de l'opération peut être améliorée si nécessaire par l'utilisation d'un dispositif à ultrasons pour faire vibrer la cuve.

Enfin, il est bien entendu que l'invention ne se limite pas au seul mode de réalisation qui vient d'être décrit ici, mais qu'on peut envisager des variantes sans sortir pour autant du cadre de l'invention. Par exemple, si, dans le mode préféré de réalisation, on recycle le liquide contenu dans la cuve pour le projeter sur la fibre, on peut, sans sortir du cadre de l'invention, utiliser un autre liquide. L'homme du métier choisira en fonction de chaque cas particulier la nature du liquide contenu dans la cuve ainsi que la vitesse de passage de la fibre, la position de la buse 48 et le débit du liquide éjecté par celle-ci en fonction de la nature et des propriétés mécaniques

65

15

20

25

30

35

40

45

50 -

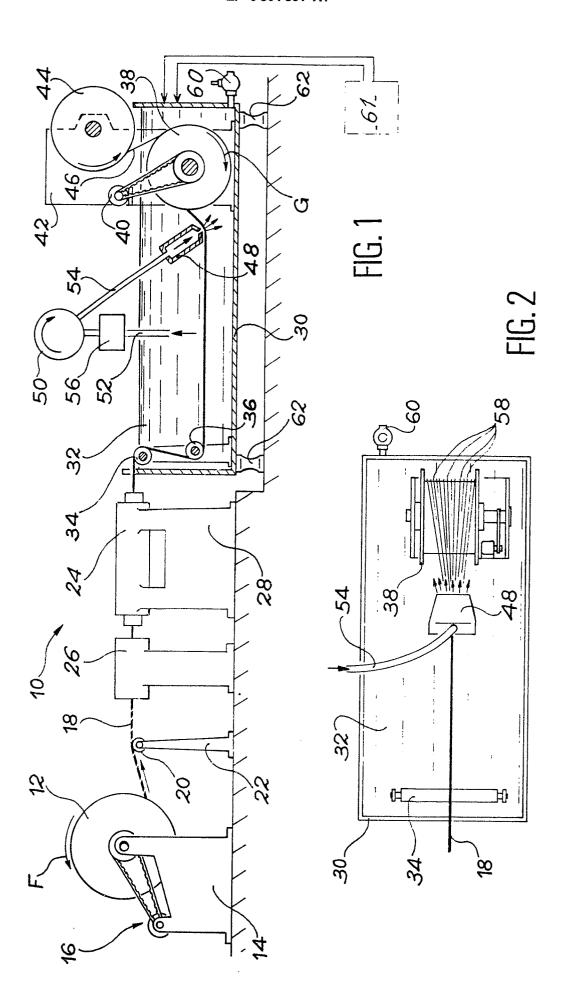
55

de la fibre. Enfin, on peut utiliser ou non le four de désensimage, le système de détorsion et le système à ultrasons suivant le type de fibre employé et utiliser tout moyen convenable pour dérouler la fibre de la bobine émettrice et l'enrouler sur la bobine réceptrice. Dans le cas où l'on utilise le four de désensimage, l'homme du métier choisira la longueur et la température du four en fonction de la vitesse d'étalement désirée pour la fibre (la vitesse de désensimage est liée à la longueur du four, à sa température ainsi qu'à l'atmosphère employée).

Revendications

- 1. Procédé d'étalement en continu d'au moins une fibre (18) comprenant plusieurs filaments (58) afin de séparer ces filaments les uns des autres, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes consistant à :
 - (a) faire passer la fibre (18) à l'intérieur d'une masse d'un premier liquide (32), et, simultanément.
 - (b) projeter un flux d'un deuxième liquide sur la fibre (18) en un point situé à l'intérieur de la masse du premier liquide (32), la fibre (18) étant maintenue en tension entre deux points situés de part et d'autre de celui où on projette le deuxième liquide.
- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise le premier liquide (32) lui-même comme deuxième liquide, le liquide projeté sur la fibre (18) étant prelevé dans la masse du premier liquide (32), réalisant ainsi un recyclage de celui-ci.
- 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on filtre le liquide ainsi recyclé.
- 4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le premier et/ou le deuxième liquide appartient au groupe constitué par : l'eau distillée, l'hexane et l'alcool.
- 5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte une étape supplémentaire, effectuée avant l'étape (a), consistant à désensimer la fibre (18).
- 6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on fait vibrer le premier liquide (32) au moyen d'ultra-sons.
- 7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte une étape supplémentaire, effectuée avant l'étape (a), consistant à soumettre la fibre (18) à une opération de détorsion.
- 8. Dispositif pour l'étalement en continu d'au moins une fibre (18) comprenant plusieurs filaments (58) afin de séparer ces filaments les uns des autres, caractérisé en ce qu'il comprend :
- une cuve (30) apte à contenir un premier liquide (32);
- des moyens pour faire passer la fibre (18) à l'intérieur de ce premier liquide (32) ;

- des moyens pour projeter un flux d'un deuxième liquide sur la fibre (18) en un point situé à l'intérieur du premier liquide (32); et
- des moyens pour maintenir la fibre (18) en tension entre deux points situés de part et d'autre de celui où est projeté le flux du deuxième liquide.
- 9. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que lesdits moyens de projection comprennent :
- une pompe (50) ;
- une première conduite (52) ayant une première extrémité située à l'intérieur du liquide (32) contenu dans la cuve (30) et une deuxième extrémité débouchant dans cette pompe (50);
- une buse (48) disposée à l'intérieur du premier liquide (32) de manière à projeter du liquide sur la fibre (18) audit point situé à l'intérieur du premier liquide (32) ; et
- une deuxième conduite (54) reliant la pompe à cette buse (48), la pompe aspirant le premier liquide (32) à travers la première conduite (52) et le refoulant à travers la deuxième conduite (54) et la buse (48).
- 10. Dispositif selon la revendication 9, caractérisé en en ce que lesdits moyens de projection comprennent en outre un filtre (56) pour filtrer le premier liquide (32) circulant dans ces moyens de projection.
- 11. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que lesdits moyens pour maintenir la fibre (18) en tension comprennent :
- un rouleau (36) sur lequel passe la fibre (18) en amont du point où est projeté le deuxième liquide; et
- une bobine réceptrice (38) sur laquelle s'enroule la fibre (18) en aval de ce point.
- 12. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un four de désensimage (24) à travers lequel passe la fibre (18) avant de pénétrer dans la masse du premier liquide (32).
- 13. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en en ce qu'il comporte en outre un dispositif à ultrasons (61) pour faire vibrer le premier liquide (32) contenu dans la cuve (30).
- 14. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'il comporte en outre un système de détorsion (26) de la fibre (18) disposé en amont du four de désensimage (24).





RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

EP 88 40 1911

Catégorie		avec indication, en cas de besoin, es pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
Х	GB-A-1 177 078 * En entier *	(COURTAULDS)	1-14	D 02 J 1/18
Υ	DE-A-3 521 229 * Revendication		13	
Υ	179 (M-234)[1324 106 M 234; & JP-	OF JAPAN, vol. 7, no.], 9 août 1983, page A-58 82 719 (DAINIPPON K.K.) 18-05-1983	1 1	
A	GB-A-2 086 444 	(SUMITOMO)		
			;	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
				D 01 D D 02 J D 06 B
	///			
Le pr	esent rapport a été établi po	ur toutes les revendications		
	Jeu de la recherche HAYE	Date d'achèvement de la recherch	· .	Esaminateur GCETHEM G.A.J.M.

- A: particulièrement pertinent a 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

- D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons
- & : membre de la même famille, document correspondant