

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 714 964 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
05.06.1996 Bulletin 1996/23

(51) Int Cl.⁶: **C09J 123/22**, E06B 3/66,
E06B 3/673

(21) Numéro de dépôt: **95402401.4**

(22) Date de dépôt: **26.10.1995**

(84) Etats contractants désignés:
BE DE DK ES FR GB IE IT NL SE

(72) Inventeur: **Moncheaux, Michel**
F-60200 Compiègne (FR)

(30) Priorité: **27.10.1994 FR 9412883**

(74) Mandataire: **Muller, René**
SAINT-GOBAIN RECHERCHE,
39, quai Lucien Lefranc-BP 135
F-93303 Aubervilliers Cédex (FR)

(71) Demandeur: **SAINT-GOBAIN VITRAGE**
F-92400 Courbevoie (FR)

(54) Vitrage multiple à joint en matières plastiques

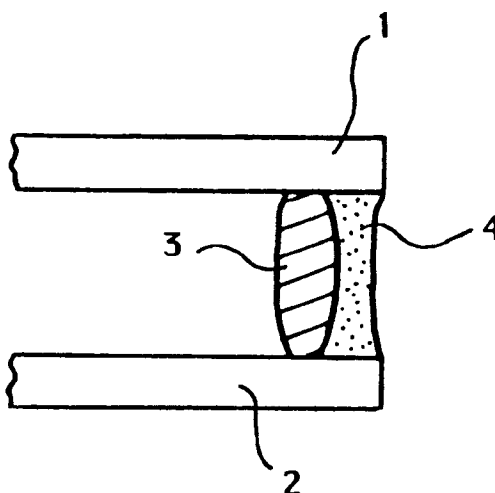
(57) L'invention propose une nouvelle composition pour le premier cordon, plastique, d'un vitrage isolant sans intercalaire métallique, le second cordon étant constitué d'un élastomère.

La composition comprend un polyisobutylène liqui-

de et un polymère thermofusible.

La composition avec peu de caoutchouc butyl est adaptée à la réalisation d'un cordon où le début et la fin se raccordent de manière étanche sans l'intervention d'un opérateur.

Fig. 1



Description

L'invention concerne les techniques de fabrication de vitrages isolants qui comprennent des plaques transparentes assemblées à l'aide d'un joint en matière plastique.

Il est connu de réaliser des vitrages isolants, particulièrement des vitrages doubles en déposant à l'aide d'une boudineuse ou d'une extrudeuse à la périphérie d'une plaque de verre un cordon d'une matière qui adhère au verre et qui reste plastique et sert de barrière étanche à l'humidité. Ce cordon comprend souvent parmi ses composants un desséchant qui permet d'assécher l'atmosphère du vitrage. Par ailleurs, une deuxième matière est souvent déposée à côté de la première, elle est destinée à constituer un cordon d'élastomère qui renforce la tenue mécanique du vitrage tout en participant également à l'étanchéité. L'invention concerne plus particulièrement le premier cordon.

En plus de sa fonction d'adhérence et d'étanchéité, ce premier cordon joue également un rôle temporaire, avant la polymérisation de l'élastomère constituant la deuxième barrière : il permet d'effectuer toutes les manipulations du vitrage assemblé avant que l'élastomère du deuxième cordon puisse jouer son rôle sans que les déformations, en particulier, l'écrasement du premier cordon ne provoque des écarts dans les tolérances du vitrage isolant (épaisseur globale, glissement d'un verre par rapport à l'autre) qui seraient inacceptables.

Dans l'état actuel de la technique, les caractéristiques du premier cordon sont telles qu'elles permettent de garantir une bonne qualité du vitrage dans la mesure où deux conditions sont remplies : l'épaisseur de la lame de gaz entre les plaques reste limitée (par exemple au maximum à environ 12 mm) et également, la polymérisation de l'élastomère du deuxième cordon est réalisée sur le lieu même de fabrication, avant l'emballage et l'expédition et d'une façon générale, avant qu'il soit possible de manipuler l'assemblage sans dommage. On souhaite pouvoir se libérer de ces contraintes sans pour autant nuire aux autres qualités du produit.

La tâche de l'invention consiste à fournir un matériau qui permette la réalisation de vitrages isolants avec un espace de gaz intérieur supérieur à 12 mm et de préférence de l'ordre de 16 ou 18 mm ou même davantage.

Fait également partie de la mission de l'invention le fait de pouvoir manipuler les vitrages isolants et même de pouvoir les emballer avant que le deuxième cordon en élastomère soit polymérisé.

Ces buts doivent être atteints par l'invention sans détérioration des performances du vitrage isolant, c'est-à-dire sans décollement ni perte d'étanchéité au cours d'un vieillissement normal (bien supérieur à 10 ans) et sans sortir des tolérances dimensionnelles acceptées habituellement.

L'invention propose un produit destiné à constituer le premier cordon d'un vitrage isolant sans intercalaire métallique, le second cordon étant réalisé par polymérisation d'un élastomère, sa composition comporte notamment du polyisobutylène et du caoutchouc butyl, et la proportion pondérale du caoutchouc butyl est inférieure à 6 %, la composition comportant un polymère thermofusible dans une proportion pondérale de 1,5 à 4 %. Ce polymère thermofusible a un domaine de température de fusion supérieur à 90°C et il se compose essentiellement de copolymères à base d'éthylène, d'acide acrylique, de dérivés d'acide acrylique et d'ionomères.

De préférence, la proportion pondérale de polyisobutylène est comprise entre 40 et 70 % avec une fraction de polyisobutylène de poids moléculaire inférieur à 1000 comprise entre 10 et 20 %. Par ailleurs, le produit de l'invention comprend une proportion pondérale de silice colloïdale comprise entre 0 et 20 %, de noir de carbone de 10 à 40 % et de tamis moléculaire de 0 à 5 %.

L'invention concerne également l'application du produit à la réalisation de vitrages isolants dont les plaques sont séparées par des espaces compris entre 11 et 20 mm et à la réalisation de vitrages isolants qui sont emballés avant polymérisation de l'élastomère constituant le deuxième cordon. De préférence, celle-ci est effectuée à la température ambiante.

L'invention propose également un procédé pour fabriquer un vitrage isolant sans intercalaire métallique comportant les phases suivantes :

- extrusion d'un premier cordon plastique,
- assemblage des vitrages,
- dépôt à la périphérie du vitrage d'une matière polymérisable en élastomère

dans lequel on donne à la partie du début et à celle de la fin du premier cordon des formes telles qu'au moment de l'assemblage, elles se rejoignent de manière étanche.

De préférence, les formes des parties du début et de la fin du premier cordon sont des biseaux complémentaires, l'amincissement de l'un compensant l'épaississement de l'autre. Avantagusement, la jonction du début et de la fin du premier cordon est effectuée sur un bord rectiligne du vitrage.

Les techniques de fabrication de vitrages isolants sans utilisation d'intercalaire métallique sont décrites dans plusieurs documents. Ainsi le brevet FR-B-2 294 313 propose un procédé de mise en place d'un cordon intercalaire à la périphérie d'une feuille transparente ou translucide en vue de la réalisation d'un vitrage multiple dans lequel on extrude, sur ladite feuille, une composition qui présente, au bout de huit minutes et à 40°C, une viscosité supérieure à 115°

Mooney, et dans lequel, la mise en place dudit matériau s'effectue de façon telle que l'axe de la buse d'extrusion forme avec ladite feuille un angle compris entre 15 et 45° et de préférence, entre 25 et 35°. Le matériau à extruder comprend un mélange de polyisobutylène et de butyl, le rapport pondéral du premier au second étant compris entre 4 et 8. Dans le même document, il est proposé un premier cordon dont la composition est :

- polyisobutylène, de 40 à 70 %,
- caoutchouc butyl, de 5 à 17,5 %
- noir de carbone, de 10 à 40 %
- silice colloïdale, de 0 à 20 % et enfin,
- tamis moléculaire, de 0 à 5 %.

En utilisant pour réaliser les vitrages isolants avec le matériau précédent la technique décrite par exemple dans le document FR-B-2 211 413 ou dans l'un des documents EP-B2-0 171 309 ou EP-B-0 176 388, on obtient, dans les conditions de production préconisées, des résultats excellents et en particulier des vitrages isolants de grande longévité, c'est-à-dire où l'on ne constate ni décollement du joint, ni remontée du point de rosée pour des durées de vie bien supérieures à celle de la garantie (décennale en général).

Les conditions qu'il est indispensable de respecter concernent l'épaisseur de la lame de gaz et les conditions de polymérisation du cordon en élastomère. Ce dernier est habituellement constitué de polysulfure. Les conditions de sa polymérisation sont ou bien une polymérisation rapide (d'une durée de l'ordre d'une heure) dans une étuve où la température est de l'ordre de 50°C ou bien, pour une durée beaucoup plus longue à la température ordinaire. Industriellement, c'est la première solution qui est retenue, il faut donc prévoir sur les lignes de production une étuve adaptée et le personnel pour la faire fonctionner. On souhaite pouvoir supprimer cette étape qui charge le coût du produit. Mais d'un autre côté l'on souhaite ne pas allonger inutilement la durée de stockage du produit sur les lignes de production. La solution consisterait à pouvoir immédiatement emballer le produit, dès que l'enduction du polysulfure est terminée.

Avec les caractéristiques mécaniques du premier cordon tel qu'il était avant l'invention, c'est impossible, les pressions et les vibrations qui s'exercent sur le produit pendant les manipulations pour l'emballer dans la caisse ou sur le chevalet puis au moment du chargement et pendant le transport et au déchargement, ne sont pas supportables par le vitrage, il se déforme, subit des variations d'épaisseur, écrasement à certains endroits compensé par un épaississement à d'autres, et des glissements d'un verre par rapport à l'autre (ou aux autres). Pour pouvoir se passer de la phase d'étuvage, il est indispensable d'améliorer les performances mécaniques du produit constituant le premier cordon.

Les figures et la description permettront de comprendre le fonctionnement de l'invention et d'en apprécier les avantages.

La figure 1 représente une coupe du joint du vitrage selon l'invention,

La figure 2 présente un dispositif d'essai,

la figure 3 montre un type de raccord réalisé grâce au matériau de l'invention avant l'assemblage et,

la figure 4 le même raccord après pose du deuxième verre et pressage de l'ensemble, avant enduction du deuxième cordon,

et **la figure 5** montre en coupe un autre type de raccord.

Les vitrages du type de l'invention sont représentés **figure 1**, ils sont constitués d'au moins deux feuilles de verre (1, 2) séparées par un joint périphérique lui-même composé de deux mastics :

- un premier mastic (3), déposé par extrusion continue. Ce mastic (3) assure les rôles d'espacement des deux verres pendant la phase de fabrication, de barrière étanche à la vapeur d'eau et de «containeur» aux déshydratants nécessaires à la déshydratation de la lame d'air puis à son maintien sec.

Un deuxième mastic élastomère (4) est déposé par enduction, à l'état pâteux puis durcit progressivement. Ce mastic (4) assure le scellement des deux verres et protège le premier mastic (3) contre l'eau liquide.

L'innovation ci-après décrite concerne une amélioration du premier mastic (3).

La composition de ce premier mastic, utilisée depuis de nombreuses années pour la réalisation du premier joint est la suivante (% en poids) :

- polyisobutylène : de 40 à 70 %
- butyl : de 5 à 17,5 %
- noir de carbone : de 10 à 40 %
- silice colloïdale : de 0 à 20 %
- et tamis moléculaire : de 0 à 5 %,

des charges inertes pouvant compléter la composition.

Cette composition présente l'avantage de permettre la fabrication d'un joint d'épaisseur 6 ou 10 mm très étanche et adhérent suffisamment aux verres du vitrage isolant. Les vitrages isolants sans intercalaire métallique assemblés avec cette composition, satisfont très largement aux exigences des normes et directives concernant la durabilité du vitrage isolant : notamment l'essai de haute humidité de 56 jours à 55°C/95 % d'humidité relative et l'essai décrit dans NF P 78-451 et dans la directive UEATC d'octobre 1985 pour l'agrément des vitrages isolants. En outre ce mastic peut être fabriqué de façon peu onéreuse et peut être extrudé et appliqué sur le verre, à une température de 80 à 120°C et à grande vitesse, jusqu'à 50 cm/s.

Par contre, du fait de sa nature plasto-élastique, ce mastic présente l'inconvénient d'être facilement déformable ce qui interdit de fabriquer de façon très fiable et très reproductible des vitrages isolants sans intercalaire métallique de plus de 12 mm d'épaisseur de lame d'air, dans la tolérance exigée de $\pm 0,5$ mm par rapport à l'épaisseur nominale.

Les déformations du joint (3) à l'origine des écarts d'épaisseur constatés ont plusieurs origines :

a - elles sont en relation, lorsque le vitrage est sur la ligne d'assemblage, avec le comportement du mastic du premier cordon pendant son refroidissement, depuis le poste d'extrusion (à 80-120°C) jusqu'à la sortie de la ligne (environ 25°C).

Les écarts d'épaisseur constatés sur un même vitrage ou d'un vitrage à un autre sont dus au fait qu'immédiatement après extrusion, le mastic du premier cordon (3) a tendance à légèrement regonfler (relaxation après libération des pressions mises en oeuvre pour l'extrusion)

Ces variations se produisent même lorsque les opérations de production sont entièrement effectuées automatiquement, sans intervention humaine, elles sont liées à la nature du produit constituant le premier cordon (3).

b - une autre source de déformations a pour origine les manipulations effectuées à la sortie de la ligne, l'enduction et la mise sur chariot. Les déformations sont dans ce cas relativement aléatoires dans la mesure où elles sont le fait d'efforts plus ou moins ponctuels agissant sur le joint. Ces efforts agissent essentiellement en compression. Un mastic un peu moins plastique et plus résistant à la compression résistera mieux à ces efforts et sera donc moins déformé.

c - une troisième source de déformation trouve son origine dans la phase de polymérisation du mastic élastomère constituant le deuxième cordon (4). Lorsque ce deuxième joint (4) est complètement durci, le vitrage se trouve à l'abri de déformations ; mais pendant la phase transitoire de durcissement, ses propriétés mécaniques ne sont pas alors suffisantes pour supporter les efforts liés à l'emballage ou au stockage des vitrages.

En restant sur le problème de la conservation de l'épaisseur, deux phénomènes sont à prendre en compte. Le premier est relatif à la tendance des mastics élastomères du deuxième cordon (4) à montrer un léger retrait ce qui entraîne une réduction d'épaisseur de 0,1 à 0,2 mm. Le second est fonction des conditions de polymérisation de l'élastomère. La polymérisation de certains mastics peut être sensiblement accélérée par la température : par exemple, un polysulfure demande typiquement 6 heures pour durcir à 20°C et seulement 1 heure 30 en étuve à 50°C. Mais à 50°C la pression augmente dans la lame d'air du vitrage ce qui peut entraîner une certaine déformation du premier joint (3) en partie haute, le vitrage étant maintenu verticalement. Pour ces raisons, la polymérisation à 20°C sera préférée, mais pour qu'elle soit possible il est nécessaire que la composition du premier cordon (3) le permette. Cela signifie que si la phase d'étuvage disparaît, l'on doit pouvoir se passer d'un stockage intermédiaire à température ambiante et, donc, procéder à l'emballage des vitrages immédiatement, avant polymérisation du second cordon (4).

L'amélioration du mastic (3) doit satisfaire aux exigences suivantes :

1 - résistance à la compression supérieure à celle du mastic existant. Nous mesurons ce paramètre par un essai d'écrasement (**figure 2**) qui consiste à mesurer la variation de hauteur d'une éprouvette de hauteur nominale 12 mm; de largeur nominale 5 mm, de longueur 100 mm, maintenue sous charge de 0,8 kg/cm² pendant 6 heures à 20°C.

Le cordon de 12 mm est obtenu par extrusion d'un cordon à 14 mm, calibré entre deux feuilles de verre à 12 mm préalablement à la mise sous charge.

2 - extrusion équivalente à celle de l'ancien mastic. Nous mesurons ce paramètre par un essai d'extrusion à 85°C à travers un orifice calibré (buse de 14 mm) et sous une pression constante.

3 - durabilité du vitrage isolant assemblé avec le mastic, supérieure ou égale à celle d'un vitrage conventionnel. Cela comprend : étanchéité à la vapeur d'eau et aux gaz, adhésion sur le verre, tenue aux essais, pouvoir deshydratant efficace.

Les inventeurs pour résoudre le problème posé ont pensé à réduire sensiblement la quantité de caoutchouc butyl introduite dans la composition. Alors que dans la variante du mastic du premier cordon la plus courante cette proportion était de 10 % ils l'ont réduite à 5 % et même dans un cas à 2 %.

Il eut été logique, en compensation de la diminution de la proportion de ce composant élastique, de le remplacer par un accroissement du composant plastique, le polyisobutylène, couramment à environ 50 % de la composition et, spécialement d'un élément à haut poids moléculaire capable d'accroître le module d'élasticité. Les essais faits dans ce sens se sont montrés tout à fait décevants.

De manière tout-à-fait surprenante, c'est l'introduction d'un polyisobutylène (PIB) d'un poids moléculaire inférieur à 1000, donc liquide, dans une proportion importante (10 à 20 %) avec réduction des PIB de masse moléculaire de l'ordre de 8000 ou supérieure et l'adjonction d'une faible quantité (2 à 3 %) d'un polymère thermofusible qui a apporté

la solution.

Le caoutchouc butyl utilisé était une composition commerciale consistant en un copolymère d'isoprène et d'isobutylène dans une proportion d'environ 5-95 %, les PIB étaient également des produits du commerce avec des masses moléculaires comprises entre 8000 et 15 000 pour les PIB solides et de 800 pour le PIB liquide nouvellement introduit, quant au polymère thermofusible, il s'agissait d'une composition de copolymères à base d'éthylène, d'acide acrylique, de dérivés du même acide et d'ionomères.

Les deux exemples suivants montrent deux compositions avec les résultats des tests d'écrasement, d'extrusion et de durabilité en comparaison avec le mastic de composition traditionnelle.

	COMPOSITION (%)					ECRASE MENT à 0,8 kg/cm ² [%]	EXTRU- SION à 85 °C [g/mm]	DURABI- LITE haute humidité
	PIB		BUTYL	POLY- ETHYLENE	CHARGES (*)			
	Ht-PM	Bas PM						
Ex. 1	46	8,5	2	2	41,5	50	1900	bonne
Ex. 2	45	8	5	2,5	39,5	37	1000	bonne
ancien mastic	50	-	10	-	40	65	1400	excel- lente

(*) silice colloïdale, noir de carbone, tamis moléculaire et charges inertes.

L'examen de ces résultats montre une amélioration sensible de l'écrasement sans dégradation sensible de la facilité d'extrusion (et même, amélioration pour l'exemple 1) et une durabilité satisfaisante. Les performances de ce nouveau produit permettent l'extrusion à plus haute température et d'une manière générale, une plus grande maîtrise de la viscosité.

On a également constaté que la «mémoire» du produit était moins importante. Il s'agit de la caractéristique d'un produit qu'on vient d'extruder, qui se déforme en gonflant pour retrouver l'état qui était le sien avant d'avoir subi des pressions énormes dans l'extrudeuse et dans la buse.

Cette mémoire, dont il fallait s'accommoder, empêchait une maîtrise complète de la forme finale du cordon. Ce nouveau mastic permet des réalisations impossibles antérieurement.

Sur la **figure 3** on voit une manière nouvelle pour réaliser la jonction entre le début et la fin du premier cordon extrudé sur le verre 5. Les flèches 6 indiquent la direction d'extrusion. La buse qui dépose le cordon 7 est conçue de manière à pouvoir commencer par déposer un cordon en forme de biseau 8. Après que le mouvement relatif buse-verre ait permis de déposer le cordon 7 sur toute la périphérie du verre, la partie finale 9 du cordon est déposée grâce à la conception de la buse, avec une forme en biseau complémentaire. Après assemblage avec le deuxième verre, au moment du calandrage ou du passage en presse, ou lors de l'opération mixte rassemblant ces deux phases de production, l'écrasement subi par le cordon 7 rapproche les deux parties 8, 9 du biseau et assure l'étanchéité (**figure 4**).

Cette technique décrite ici avec le mastic de l'invention peut évidemment être mise en oeuvre avec tout mastic qui permet la maîtrise de la forme extrudée. Un mastic, comme celui de l'invention qui a peu de «mémoire» répond à cette définition mais tout système qui permet de tenir compte de cet effet mémoire pour obtenir la forme souhaitée est également compatible avec cette forme de raccord. Le biseau lui-même n'est pas indispensable. Il suffit de disposer entre le début et la fin de l'extrusion un espace, une fente, suffisamment étroits et/ou un mastic suffisamment malléable et poisseux pour qu'au moment du pressage, le bouchage de la fente soit garanti. La **figure 5** présente un tel exemple sans biseau avec les extrémités 11 et 12 du cordon 3 convexes voisines qui ont fusionné.

Avant la mise au point du mastic de l'invention, à mémoire réduite, la seule solution pour pratiquer le raccord entre le début et la fin du cordon extrudé consistait à commencer et finir l'extrusion dans un coin et à faire réaliser la jonction, après assemblage, par un opérateur équipé d'un outil adapté. La nouvelle conception de la jonction début-fin du cordon permet d'économiser cette opération.

Revendications

- Produit destiné à constituer le premier cordon (3) d'un vitrage isolant sans intercalaire métallique, le second cordon (4) étant réalisé par polymérisation d'un élastomère, et dont la composition comporte notamment du polyisobutylène et du caoutchouc butyl, **caractérisé en ce** que la proportion pondérale du caoutchouc butyl est inférieure à 6 % **et en ce que** la composition comporte un polymère thermofusible dans une proportion pondérale de 1,5 à 4 %.

2. Produit selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le polymère thermofusible a un domaine de température de fusion supérieur à 90°C.

3. Produit selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** le polymère thermofusible se compose essentiellement de copolymères à base d'éthylène, d'acide acrylique, de dérivés d'acide acrylique et d'ionomères.

4. Produit selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la proportion pondérale de polyisobutylène est comprise entre 40 et 70 % avec une fraction de polyisobutylène de poids moléculaire inférieur à 1000 comprise entre 10 et 20 %.

5. Produit selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** comprend une proportion pondérale de silice colloïdale comprise entre 0 et 20 %, de noir de carbone de 10 à 40 % et de tamis moléculaire de 0 à 5 %.

6. Application du produit selon l'une des revendications précédentes à la réalisation de vitrages isolants dont les plaques (1, 2) sont séparées par des espaces compris entre 11 et 20 mm.

7. Application du produit selon l'une des revendications 1 à 5 à la réalisation de vitrages isolants qui sont emballés avant polymérisation de l'élastomère constituant le deuxième cordon (4).

8. Application selon la revendication 6 ou 7 à la réalisation de vitrages isolants où la polymérisation de l'élastomère est effectuée à la température ambiante.

9. Procédé pour fabriquer un vitrage isolant sans intercalaire métallique comportant les phases suivantes :

- extrusion d'un premier cordon plastique (3) selon l'une des revendications 1 à 5,
- assemblage des vitrages,
- dépôt à la périphérie du vitrage d'une matière polymérisable en élastomère (4),

caractérisé en ce qu'on donne à la partie du début et à celle de la fin du premier cordon (3) des formes telles qu'au moment de l'assemblage, elles se rejoignent de manière étanche.

10. Procédé selon la revendication 9, **caractérisé en ce que** les formes des parties du début et de la fin du premier cordon (3) sont des biseaux complémentaires (8, 9), l'amincissement de l'un compensant l'épaississement de l'autre.

11. Procédé selon la revendication 9 ou 10, **caractérisé en ce que** la jonction du début et de la fin du premier cordon (3) est effectuée sur un bord rectiligne du vitrage.

Fig. 1

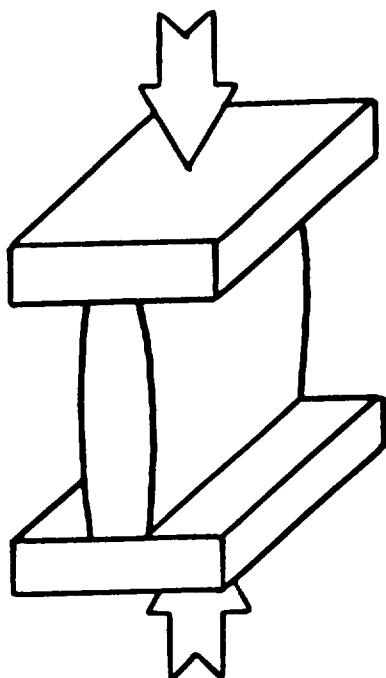
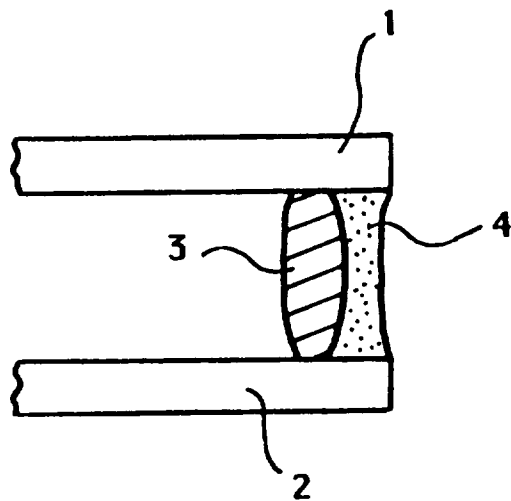


Fig. 2

Fig. 3

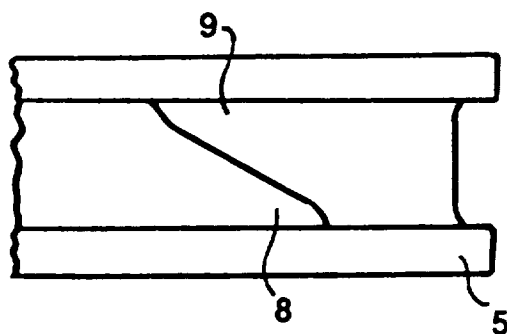
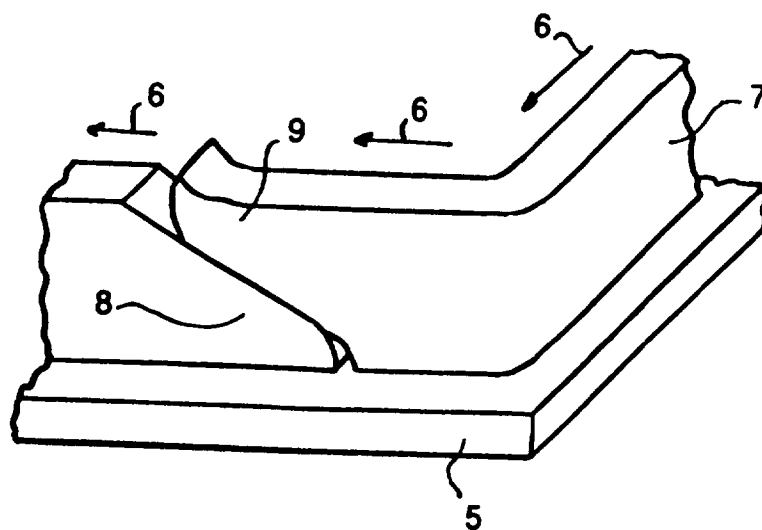
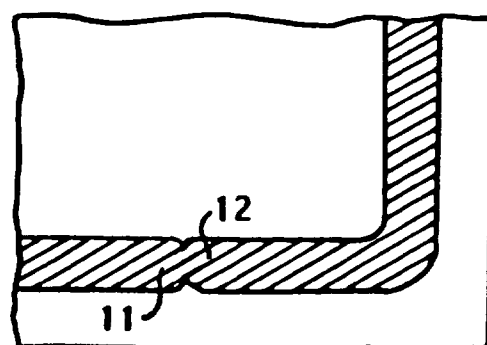


Fig. 4

Fig. 5





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 95 40 2401

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	US-A-4 215 164 (G.H. BOWSER) * revendications 1-3,5,7,8 *	1,2	C09J123/22 E06B3/66 E06B3/673
D,A	FR-A-2 294 313 (SAINT-GOBAIN INDUSTRIES) * revendications 1,9 *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			C09J E06B C08L
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 19 Mars 1996	Examineur Goovaerts, R
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			

EPO FORM 1503 03.82 (P04 C02)