



(11)

**EP 2 334 779 B1**

(12)

**FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention  
de la délivrance du brevet:  
**18.09.2013 Bulletin 2013/38**

(51) Int Cl.:  
**C11D 7/28** (2006.01) **C11D 7/50** (2006.01)  
**C23G 5/028** (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **09755953.8**

(86) Numéro de dépôt international:  
**PCT/FR2009/051881**

(22) Date de dépôt: **02.10.2009**

(87) Numéro de publication internationale:  
**WO 2010/043796 (22.04.2010 Gazette 2010/16)**

(54) **COMPOSITION DE NETTOYAGE**

REINIGUNGSMITTEL

CLEANING COMPOSITION

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR  
HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL  
PT RO SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: **15.10.2008 FR 0856985**

(43) Date de publication de la demande:  
**22.06.2011 Bulletin 2011/25**

(73) Titulaire: **Arkema France  
92700 Colombes (FR)**

(72) Inventeur: **ABBAS, Laurent  
Narberth PA, 19072 (US)**

(74) Mandataire: **Dang, Doris  
ARKEMA FRANCE  
Département Propriété Industrielle  
420 Rue d'Estienne d'Orves  
92705 Colombes Cedex (FR)**

(56) Documents cités:  
**US-A1- 2004 167 053 US-A1- 2005 267 006  
US-B2- 6 770 614**

**EP 2 334 779 B1**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

## Description

## DOMAINE DE L'INVENTION

5 **[0001]** L'invention a pour objet une composition de nettoyage, à base d'hydrocarbures halogénés.

## ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE

10 **[0002]** Le 1, 1, 2- trichloro- 1, 2, 2- trifluoroéthane (F113) a été largement utilisé dans l'industrie pour le nettoyage et le dégraissage de surfaces solides très diverses (pièces métalliques, verres, plastiques, composites), pour lesquelles une absence, ou à tout le moins une teneur résiduelle aussi faible que possible, en impuretés, notamment de nature organique, est exigée. Le F113 convenait particulièrement bien à cet usage en raison de son caractère non agressif à l'égard des matériaux utilisés. Ce produit a été notamment utilisé dans le domaine de la fabrication des circuits imprimés, pour éliminer les résidus des substances utilisées pour améliorer la qualité des soudures (désignées par le terme de flux de soudures). Cette opération d'élimination est désignée dans le métier par le terme de "défluxage".

15 **[0003]** On peut aussi mentionner également les applications du F113 au dégraissage de pièces métalliques lourdes et au nettoyage de pièces mécaniques de haute qualité et de grande précision comme, par exemple, les gyroscopes et le matériel militaire, aérospatial ou médical. Dans ses diverses applications, le F113 est le plus souvent associé à d'autres solvants organiques (par exemple le méthanol), afin d'améliorer sa capacité de nettoyage.

20 **[0004]** Le F113 est également utilisé dans les domaines, notamment en optique, pour lesquels il est exigé de disposer de surfaces exemptes d'eau, c'est-à-dire de surfaces où l'eau n'est présente qu'à l'état de traces indétectables par la méthode de mesure (méthode Karl Fisher). Le F113 est dans ce but mis en oeuvre dans des opérations de séchage (ou démouillage) des dites surfaces, en combinaison avec des agents tensio-actifs hydrophobes.

25 **[0005]** Cependant, l'emploi de compositions à base de F113 est maintenant interdit car le F113 fait partie des chlorofluorocarbures (CFC) suspectés d'attaquer ou de dégrader l'ozone stratosphérique.

30 **[0006]** Diverses solutions ont été proposées pour fournir un substitut de F113, mais qui ne présente pas les problèmes de détérioration de la couche d'ozone ou d'augmentation de l'effet de serre. L'effet de serre d'un produit donné est quantifié par son GWP (Global Warming Potential) qui tient compte de l'effet intrinsèque d'absorption du rayonnement par la molécule mais aussi de la durée de vie de la molécule dans l'atmosphère (ou ce qui revient au même de sa concentration durant une période de temps considérée, le plus souvent 1 siècle). Ce GWP est donné par rapport au CO<sub>2</sub>, pris comme gaz de référence.

35 **[0007]** Le document US- P- 6770614 décrit des compositions de substitution au F113, comprenant notamment du 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane (365mfc), du trans- dichloroéthylène (tDCE), un éther tel que le nonafluorométhoxybutane (HFE7100) ou le nonafluoroéthoxybutane (HFE7200), ainsi que le méthylal et un alcool. La quantité de pentafluorobutane est décrite comme étant de 20 à 55%, préférence de 25 à 50% en poids. La quantité de trans- dichloroéthylène est décrite comme étant de 40 à 70%, préférence de 53 à 62% en poids. La quantité d'éther est décrite comme étant inférieure à 20%, préférence de 5 à 15% en poids. La quantité minimale de méthylal et/ou d'alcool n'est pas mentionnée expressément, mais les exemples fournissent une quantité d'environ 1% en poids pour le méthylal et d'environ 1% en poids pour l'alcool (isopropanol). Les compositions selon ce document présentent l'inconvénient d'être inflammables.

40 **[0008]** Le document WO-A-00/36046 décrit de façon assez générale des mélanges de pentafluoropentane et éther fluoré, avec éventuellement un solvant organique. Comme solvant organique, on peut utiliser des solvants chlorés, tel que le trans-dichloroéthylène.

45 **[0009]** La demande WO- A- 0056833 vise des compositions de nettoyage. Cette demande décrit des mélanges pentafluorobutane, trans- dichloroéthylène, et nonafluorométhoxybutane. Les quantités proposées (en % en poids) sont notamment de 1- 98/1- 64/1- 75. Parmi les exemples de telles compositions, il est indiqué un mélange contenant, en % en poids, 35% de pentafluorobutane, 64% de trans- dichloroéthylène et 1% de nonafluorométhoxybutane. La demande US20050267006 qui est une continuation de la demande précédente revendique spécifiquement des mélanges quaternaires pentafluorobutane, trans- dichloroéthylène, nonafluorométhoxybutane et isopropanol.

50 **[0010]** Il existe encore un besoin d'une composition de nettoyage à titre de substitut au F113, qui soit de préférence plus efficace que les compositions de l'état de la technique, notamment en ce qui concerne le dégraissage et/ou le nettoyage de précision de pièces métalliques, et qui de préférence sont ininflammables et avantageusement qui restent ininflammables lors de leur utilisation dans les machines.

## RESUME DE L'INVENTION

55 **[0011]** L'invention fournit donc une composition de: consistant essentiellement en : (i) 10 à 25% en poids de 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane ; (ii) 62 à 70% en poids de trans- dichloroéthylène ; et (iii) 10 à 21% en poids de nonafluorométhoxybutane et (iv) 1 à 4% en poids de nonafluoroéthoxybutane.

**[0012]** De préférence, la composition consiste en:

- (i) 16 à 24% en poids de 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane ;
- (ii) 63 à 68% en poids de trans-dichloroéthylène ;
- (iii) 11 à 17% en poids de nonafluorométhoxybutane ; et
- (iv) 2 à 4% en poids de nonafluoroéthoxybutane.

**[0013]** Selon un mode de réalisation la composition contient jusque 1% en poids de composés autres que le méthylal ou l'alcool, de préférence jusque 0,5% en poids et avantageusement jusque 0,1% en poids.

**[0014]** L'invention a encore pour objet l'utilisation de la composition selon l'invention comme agent de nettoyage, solvant, dégraissant, défluxant ou dessicatif, de préférence pour le dégraissage et/ou le nettoyage de précision de pièces métalliques.

#### DESCRIPTION DETAILLEE DE MODES DE REALISATION

**[0015]** L'invention utilise la combinaison de quatre composés, de préférence en l'absence notamment de composés tels que le méthylal et surtout un alcool. La présence d'un alcool est requise dans plusieurs compositions selon l'état de la technique. Le terme "alcool" utilisé dans la présente invention vise notamment les alcanols, linéaires ou ramifiés, ayant jusque 6 atomes de carbone, alcanols dont la présence est de préférence exclue dans la présente invention.

**[0016]** Les composants de la composition sont connus, et sont disponibles dans le commerce. L'éther utilisé est disponible par exemple chez 3M, sous la marque Novec®. L'éther est disponible sous la forme de plusieurs isomères, tels que les 1, 1, 1, 2, 2, 3, 3, 4, 4- nonafluoro-4- éthoxybutane, 1, 1, 1, 2, 3, 3- hexafluoro- 2- (trifluorométhyl)- 3- éthoxypropane, 1, 1, 1, 3, 3, 3- hexafluoro- 2- éthoxy- 2- (trifluorométhyl)- propane, 1, 1, 1, 1, 2, 3, 3, 4, 4- nonafluoro- 2- éthoxybutane, et les 1, 1, 1, 2, 2, 3, 3, 4, 4- nonafluoro-4- méthoxybutane, 1, 1, 1, 2, 3, 3- hexafluoro- 2- (trifluorométhyl)- 3- méthoxypropane, 1, 1, 1, 3, 3, 3- hexafluoro- 2- méthoxy- 2- (trifluorométhyl)- propane et 1, 1, 1, 2, 3, 3, 4, 4- nonafluoro- 2- méthoxybutane.

**[0017]** Ces composants peuvent être mélangés selon les techniques classiques connues de l'homme du métier.

**[0018]** La composition selon l'invention consiste essentiellement en (i) 10 à 25% en poids de 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane, de préférence de 16 à 24 % en poids de 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane ; (ii) 62 à 70% en poids de trans-dichloroéthylène, de préférence de 63 à 68 % en poids de trans- dichloroéthylène ; (iii) 10 à 21% en poids de nonafluorométhoxybutane, de préférence de 11 à 17 % en poids de nonafluorométhoxybutane ; (iv) 1 à 4% en poids de nonafluoroéthoxybutane, de préférence de 2 à 4% en poids de nonafluoroéthoxybutane.

**[0019]** Selon un mode de réalisation la composition contient jusque 1% en poids de composés autres que le méthylal ou l'alcool, de préférence jusque 0,5% en poids et avantageusement jusque 0,1% en poids.

**[0020]** La composition peut aussi contenir jusqu'à 1% d'autres composés, tels que des stabilisants ou des tensio-actifs.

**[0021]** Les stabilisants peuvent être utilisés pour protéger les compositions contre les attaques chimiques résultant de leur contact avec l'eau (hydrolyse), avec des métaux légers (constituant les surfaces solides à nettoyer), et/ou contre les attaques radicalaires susceptibles de survenir dans les processus de nettoyage. On peut citer les nitroalcanes (notamment nitrométhane, nitroéthane, nitropropane) et les éthers (1, 4- dioxine, 1, 3- dioxolane) . La quantité de stabilisant est inférieure à 1%, typiquement de 0, 1 à 0, 5%. On préférera un stabilisant dont le point d'ébullition est proche de celui de la composition finale.

**[0022]** Les tensio-actifs sont utiles par exemple dans les solutions de séchage. Tout agent tensioactif bien connu en soi et compatible avec les compositions selon l'invention peut être utilisé.

**[0023]** Des agents tensioactifs utilisables dans les compositions selon l'invention sont décrits, par exemple dans ULLMANN'S Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ème Ed., 1987, vol, A8, p, 338-350. On peut mettre en oeuvre des agents tensioactifs cationiques, anioniques, non-ioniques et amphotères. On peut utiliser par exemple des acides gras, des esters gras, des alkylbenzènesulfonates, des alcanesulfonates, des sulfonates d' $\alpha$ -oléfine, des esters d'acides gras  $\alpha$ -sulfonés (SES), des sulfates d'alkyle, des sulfates d'éther alkyle, des composés quaternaires d'ammonium, des éthers d'alkyle depolyéthylèneglycol, des éthers phényle depolyéthylèneglycol, les alcanolamides d'acide gras, les éthers polyglycol d'alcool gras, des copolymères-bloc d'oxyde d'éthylène et d'oxyde de propylène, des alkylbétaines, des alkylsulfobétaines, des sels de tétralkylammonium d'acides mono-ou dialkylphosphoriques ou les agents tensioactifs comprenant au moins un groupement imidazoline. On peut également mettre en oeuvre des agents tensioactifs tels que décrits plus haut contenant au moins un substituant fluor. Plus spécifiquement on peut mettre en oeuvre des agents tensioactifs comprenant au moins une chaîne alkyle polyfluorée ou un substituant aromatique polyfluoré. La quantité de tensio-actif est comprise par exemple entre 0,05 et 0,5%, de préférence entre 0,1 et 0,3% en poids de la composition.

**[0024]** Les compositions selon l'invention présentent l'avantage de ne pas être inflammables.

**[0025]** Bien que le méthylal ou l'alcool soient absents ou sensiblement absents dans certaines compositions selon l'invention, les propriétés de nettoyage sont excellentes.

**[0026]** Par ailleurs, les compositions selon l'invention présentent un avantage de rester ininflammables lors de l'utilisation en machines de nettoyage industrielles. Par « machines » on entend toutes machines comportant au moins deux cuves, dont l'une sert à porter à ébullition les compositions de nettoyage. Par « rester ininflammables lors de l'utilisation », on entend que les vapeurs de composition de nettoyage présentes dans les machines ne s'enflamment pas au contact d'une flamme.

**[0027]** En outre, les valeurs de GWP des compositions selon l'invention sont très basses, ce qui est favorable pour l'environnement.

**[0028]** Les compositions selon l'invention sont utiles pour les mêmes applications que celles du F113. Ainsi, les compositions conviennent donc particulièrement à l'utilisation pour le nettoyage et le dégraissage de surfaces solides, pour le défluxage des circuits imprimés (nettoyage de cartes de circuits imprimés, contaminées par un flux décapant et des résidus de ce flux), ainsi que pour les opérations de séchage des surfaces (utilisation à titre d'agent dessicatif pour éliminer l'eau adsorbée à la surface d'objets solides). Ces compositions seront de préférence utilisées pour le dégraissage et/ou le nettoyage de précision de pièces métalliques. Les surfaces à traiter peuvent être en métal, plastique, verre ou composite et de préférence en métal.

**[0029]** En ce qui concerne les modalités de mise en oeuvre, on peut citer notamment la mise en oeuvre dans des dispositifs adaptés au nettoyage et/ou séchage des surfaces, faisant emploi de compositions liquides, ainsi que par aérosol.

**[0030]** Les compositions selon l'invention sont utiles aussi comme compositions réfrigérantes et fluides caloporteurs, compositions extinctrices, propulseurs, agents moussants, agents gonflants, diélectriques gazeux, milieu de polymérisation ou monomère, fluides supports, agents pour abrasifs, et fluides pour unité de production d'énergie.

**[0031]** Les exemples suivants illustrent l'invention.

## EXEMPLES

### Exemple 1 : inflammabilité en cours d'utilisation

**[0032]** Le comportement des différentes compositions au contact d'une flamme a été déterminé lorsque les compositions sont utilisées dans différentes machines de nettoyage représentatives de la majorité des machines utilisées industriellement. Les machines de nettoyage utilisées sont de marque MEG. La première et la seconde machines possèdent un système de refroidissement par groupe froid et comportent respectivement 2 et 3 cuves. La troisième machine possède 2 cuves mais est refroidie par l'eau.

**[0033]** Après 20h de fonctionnement avec chacune des compositions du tableau 1, l'on ouvre le couvercle des machines et l'on introduit lentement une flamme.

**[0034]** Lorsque la flamme s'éteint dans les 3 machines, l'on déclare que la composition ne flambe pas.

**[0035]** Lorsque les vapeurs s'enflamment au contact de la flamme dans au moins une des 3 machines, l'on déclare que la composition flambe en machine.

Composition	Pourcentage massique (%)				
	A	G	H	I	J
365 mfc	22	20	70	35	26
TDCE	63	70	20	64	62
HFE 7100	11	5	10	1	7
HFE 7200	4	5	0	0	5
Commentaire	Ne flambe pas	Flambe en machine	Flambe en machine	Flambe en machine	Flambe en machine

**[0036]** La composition A est conforme à la présente invention.

**[0037]** Les compositions G,H,I et J sont des comparatifs.

### Exemple 2 : inflammabilité

**[0038]** Le point éclair de différentes compositions de nettoyage a été déterminé sur un appareil de marque Setaflash et selon les conditions standard décrites par la norme ASTM D 3828 et dans l'intervalle de température -26° à +50°C. L'inflammabilité dans l'air des compositions a été évaluée en mettant au contact d'une flamme quelques centilitres de

## EP 2 334 779 B1

ces solutions de nettoyage. Si la solution s'enflamme, le temps de présence d'une flamme est relevé.

**[0039]** Les résultats sont présentés tableau 2.

	Pourcentage massique (%)	
Composition	A	G
365 mfc	22	20
TDCE	63	70
HFE 7100	11	5
HFE 7200	4	5
Point éclair (°C)	Non	-19°C
Temps de présence de la flamme dans la coupelle (s)	Pas d'inflammation	>2

### Exemple 3 : Dégraissage

**[0040]** Des éprouvettes en acier inox (type 316L) de dimensions 30 X 10 mm, polies et pré-nettoyées ont été pesées avec une précision de 0,1 mg. Une petite quantité de vaseline commerciale a été déposée à la surface de ces éprouvettes. Les éprouvettes ainsi recouvertes d'huile ont été pesées une nouvelle fois et les masses obtenues correspondent à ce que l'on nommera ci-dessous masse de départ. Une fois la masse de départ déterminée, chaque éprouvette est immergée pendant 5 mn dans un bêcher contenant une composition de nettoyage maintenue à température ambiante, puis séchée à l'air libre pendant 5 mn. Après ce traitement, les éprouvettes sont à nouveau pesées afin de déterminer le pourcentage de chaque huile retirée.

Tableau 3

Composition	Tare (g)	masse plaque avec huile (g)	masse plaque sèche (g)	pourcentage d'huile retirée (%)	Moyenne (%)
<b>H</b>	5,2806	5,3368	5,3303	11,6	11,7
	5,4989	5,611	5,5969	12,6	
	5,3086	5,3763	5,3689	10,9	
<b>I</b>	2,0347	2,0629	2,0348	99,6	94,2
	2,1473	2,1971	2,1553	83,9	
	2,1521	2,1884	2,1524	99,2	
<b>A</b>	5,4802	5,5349	5,4844	92,3	96,8
	5,7453	5,8127	5,7465	98,2	
	5,3087	5,3595	5,3087	100	

### Exemple 4 : Dégraissage d'huile lubrifiante.

**[0041]** On procède comme dans l'exemple 1 mais avec une graisse lubrifiante utilisée dans l'industrie aéronautique.

**[0042]** Les résultats sont présentés tableau 4.

Tableau 4

Composition	Tare (g)	masse plaque avec huile (g)	masse plaque sèche (g)	pourcentage d'huile retirée (%)	Moyenne (%)
<b>H</b>	5,7454	5,833	5,831	2,3	1
	5,3087	5,3796	5,3791	0,7	
	5,7489	5,8296	5,8296	0,0	

## EP 2 334 779 B1

(suite)

Composition	Tare (g)	masse plaque avec huile (g)	masse plaque sèche (g)	pourcentage d'huile retirée (%)	Moyenne (%)
I	2,1525	2,2294	2,1632	86,1	88,6
	2,0351	2,0973	2,0436	86,3	
	2,2385	2,2981	2,2425	93,3	
A	5,498	5,5803	5,5093	86,3	84,1
	5,4793	5,5841	5,5068	73,8	
	5,2801	5,3759	5,2874	92,4	

Exemple 5 : Global warming potential (GWP)

**[0043]** Le potentiel de réchauffement climatique (GWP) sur une période de 100ans a été calculé en prenant comme référence : GWP (CO<sub>2</sub>) = 1.

**[0044]** Le GWP de la composition H est de 670 et celui de la composition A est de 476.

Exemple 6 :

**[0045]** On opère comme à l'exemple 3 mais avec une composition contenant 10% en poids du 365 mfc, 69% en poids de TDCE, 19% en poids du HFE 7100 et 2% en poids de HFE 7200.

**[0046]** Le pourcentage d'huile de vaseline retirée est de 98,5%.

Exemple 7 :

**[0047]** On opère comme à l'exemple 4 mais avec la composition telle que décrite à l'exemple 5.

**[0048]** Le pourcentage d'huile lubrifiante retirée est de 93,2%.

**[0049]** La composition utilisée pour les exemples 6 et 7 n'a pas de point éclair (norme ASTM D3828) et ne flambe pas en machine.

### Revendications

- Composition consistant essentiellement de (i) 10 à 25% en poids de 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane; (ii) 62 à 70% en poids de trans- dichloroéthylène, (iii) 10 à 21% en poids de nonafluorométhoxybutane; (iv) 1 à 4% en poids de nonafluoroéthoxybutane, de préférence de 2 à 4 % en poids de nonafluoroéthoxybutane.
- Composition selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** de 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane est présent à raison de 16 à 24 % en poids.
- Composition selon la revendication 1 ou 2 **caractérisée en ce que** le trans-dichloroéthylène est présent à raison de 63 à 68 % en poids.
- Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 **caractérisée en ce que** le nonafluorométhoxybutane est présent à raison de 11 à 17 % en poids.
- Utilisation de la composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 comme agent de nettoyage, solvant, dégraissant, défluxant ou dessicatif.

### Patentansprüche

- Zusammensetzung, im Wesentlichen bestehend aus (i) 10 bis 25 Gew.- % 1, 1, 1, 3, 3- Pentafluorbutan; (ii) 62 bis 70 Gew.- % trans- Dichlorethylen; (iii) 10 bis 21 Gew.- % Nonafluormethoxybutan; (iv) 1 bis 4 Gew.- % Nonafluorethoxybutan, vorzugsweise 2 bis 4 Gew.- % Nonafluorethoxybutan.

## EP 2 334 779 B1

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das 1, 1, 1, 3, 3- Pentafluorbutan in einer Menge von 16 bis 24 Gew.-% vorliegt.
3. Zusammensetzung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das trans-Dichlorethylen in einer Menge von 63 bis 68 Gew.-% vorliegt.
4. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Nonafluormethoxybutan in einer Menge von 11 bis 17 Gew.-% vorliegt.
5. Verwendung der Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 4 als Reinigungsmittel, Lösungsmittel, Entfettungsmittel, Flussmittellentferner oder Trocknungsmittel.

### Claims

1. Composition consisting essentially of (i) from 10% to 25% by weight of 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane; (ii) from 62% to 70% by weight of trans- dichloroethylene; (iii) from 10% to 21% by weight of nonafluoromethoxybutane; (iv) from 1% to 4% by weight of nonafluoroethoxybutane, preferably from 2% to 4% by weight of nonafluoroethoxybutane.
2. Composition according to Claim 1, **characterized in that** the 1, 1, 1, 3, 3- pentafluorobutane is present in a proportion of 16% to 24% by weight.
3. Composition according to Claim 1 or 2, **characterized in that** the trans-dichloroethylene is present in a proportion of 63% to 68% by weight.
4. Composition according to any one of Claims 1 to 3, **characterized in that** the nonafluoromethoxybutane is present in a proportion of 11% to 17% by weight.
5. Use of the composition according to any one of Claims 1 to 5, as a cleaning, solvent, degreasing, defluxing or drying agent.

**RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION**

*Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.*

**Documents brevets cités dans la description**

- US 6770614 P [0007]
- WO 0036046 A [0008]
- WO 0056833 A [0009]
- US 20050267006 A [0009]

**Littérature non-brevet citée dans la description**

- ULLMANN'S Encyclopedia of Industrial Chemistry.  
1987, vol. A8, 338-350 [0023]