

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
6 mars 2008 (06.03.2008)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2008/025823 A1**

(51) Classification internationale des brevets :  
**B01D 21/01** (2006.01) **G21F 9/10** (2006.01)  
**B01J 19/00** (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/EP2007/059056

(22) Date de dépôt international : 30 août 2007 (30.08.2007)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
0653535 31 août 2006 (31.08.2006) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **COM-  
MISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE** [FR/FR]; 25  
rue Leblanc, Immeuble "Le Ponant D", F-75015 Paris (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **BORDA,**

Gilles [FR/FR]; 2 bis rue des bains romains, F-30200 Bagnols Sur Ceze (FR). **DUHAMET, Jean** [FR/FR]; 29 allée des bois, F-30200 Bagnols Sur Ceze (FR). **GANDI, Florent** [FR/FR]; Place du Courton, F-30330 Saint Andre D'Olerargues (FR). **LANOË, Jean-Yves** [FR/FR]; 60, chemin du puget, F-30290 Laudun (FR).

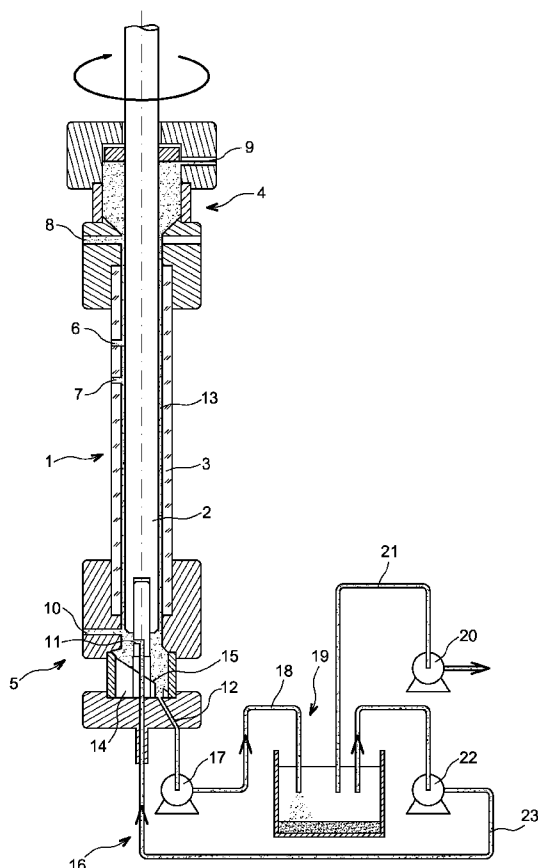
(74) Mandataire : **POULIN, Gérard**; Brevatome, 3, rue du Docteur Lancereaux, F-75008 Paris (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR PRECIPITATING A SOLUTE

(54) Titre : PROCEDE ET DISPOSITIF DE PRECIPITATION D'UN SOLUTE



(57) Abstract: A precipitator comprises a counter-current circulation between the reacting bodies (8, 6, 7-≥12) and an immiscible and chemically inert organic confinement phase (10-≥9) to maintain the phase containing the reagent in an emulsion. The walls of the precipitator are hydrophobic to avoid the precipitate sticking. The emulsion is upheld by a stirring mobile body (2). The precipitate is continuously removed by a sweeping flow device (16).

(57) Abrégé : Un précipitateur comprend une circulation à contre-courant entre les corps réagissants (8, 6, 7-≥12) et une phase organique de confinement (10-≥9) immiscible et inerte chimiquement pour maintenir la phase contenant le réactif dans une émulsion. Les parois du précipitateur sont hydrophobes pour éviter le collage du précipité. L'émulsion est entretenue par un corps mobile (2) agitateur. Le précipité est enlevé en continu par un dispositif à débit de balayage (16).

WO 2008/025823 A1



RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM,  
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,  
GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**(84) États désignés** (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL,

**Publiée :**

- *avec rapport de recherche internationale*
- *avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues*

**PROCEDE ET DISPOSITIF DE PRECIPITATION D'UN SOLUTE****DESCRIPTION**

L'invention a trait à un procédé et un  
5 dispositif de précipitation d'un ou plusieurs solutés.

Elle peut trouver emploi, entre autres,  
pour récupérer de l'uranium ou du plutonium d'abord  
présents sous forme de nitrate d'uranium ou de  
plutonium dans une phase aqueuse, en mélangeant cette  
10 première phase liquide à une deuxième phase liquide  
d'acide oxalique également en solution aqueuse, ce qui  
donne un précipité d'oxalate d'uranium ou de plutonium  
qui est ensuite récupéré. Elle peut trouver emploi dans  
des applications analogues, comme la précipitation  
15 d'oxalate de néodyme, ou dans des applications  
différentes où les mêmes problèmes apparaissent.

Une difficulté de ces procédés provient du  
caractère collant du précipité, dont une partie  
excessive reste adhérente aux parois du récipient dans  
20 lequel le mélange est réalisé. Une autre difficulté de  
ces procédés est qu'il est difficile d'ajuster la  
taille des grains de précipité qu'on obtient.

L'état de l'art en la matière est abondant.  
Les précipitateurs utilisés sont de trois types  
25 principaux. Le premier comprend un récipient en verre  
dont le contenu est agité par la rotation d'un barreau  
inférieur, qui crée un vortex à la double fonction de  
maintenir le précipité éloigné des parois en verre, et  
donc d'éviter les collages sur elles, et de garantir un  
30 temps de séjour suffisant pour autoriser la croissance

des grains du précipité afin de le rendre moins collant. L'évacuation du précipité se fait en continu par débordement du récipient.

Un autre genre de précipitateur comprend un  
5 bol tournant dans lequel le confinement du précipité est réalisé aussi par formation d'un vortex. L'évacuation du précipité se fait par remontée dans des canaux par force centrifuge.

Un autre genre de précipitateur est une  
10 colonne. L'agitation est réalisée par des ultrasons qui assurent aussi le mélange des deux phases. L'évacuation du précipité se fait au fond de l'appareil par un élévateur à bulles.

Le procédé est accompli dans ces différents  
15 précipitateurs en mélangeant directement la phase aqueuse contenant le soluté à précipiter et la phase aqueuse contenant le réactif de la précipitation. Dans un autre groupe de procédés, utilisable avec les mêmes précipitateurs, le soluté est présent dans un solvant  
20 et la phase aqueuse contenant le réactif assure aussi la désextraction du solvant ; les mêmes difficultés liées au collage du précipité sur les parois du précipitateur restent présentes. Le temps du séjour du précipité dans l'appareil, qu'on serait tenté de  
25 prolonger pour obtenir des grains plus gros, est malheureusement difficile à maîtriser. Plusieurs de ces procédés sont incompatibles avec une évacuation du précipité en continu, le précipité étant évacué après qu'un volume suffisant a été obtenu au fond du  
30 précipitateur. Enfin, tous ne permettent pas de traiter des débits importants de réactifs.

Un procédé complet pour réaliser la précipitation et la récupération de l'oxalate de plutonium est décrit dans le brevet français 1 378 933. On citera aussi le brevet européen 0 251 399 pour illustrer un procédé du même genre, où, en outre, un lavage de la phase organique chargée de plutonium est réalisé à l'aide d'une solution aqueuse afin de séparer le plutonium de l'américium avant la précipitation. Ainsi qu'on le verra, la présente invention comprend l'utilisation d'une phase organique supplémentaire, mais qui est employée dans des circonstances différentes, en présence des deux phases aqueuses comprenant le plutonium et le réactif, à des fins de confinement du précipité dans des conditions particulières d'écoulement dans le précipitateur.

Le brevet américain 3 147 292 illustre l'utilisation d'une solution aqueuse pour réaliser un lavage du précipité dans une colonne en aval du précipitateur, par une circulation, à contre-courant de la solution aqueuse, de la phase liquide contenant le précipité.

Le brevet français 0 434 557 illustre un dispositif où des cannes de bullage de gaz mesurent le niveau du précipité flottant à l'interface entre les phases lourdes et légères décantées.

Et le brevet britannique 960 652 illustre l'utilisation d'un rotor d'agitation dans un précipitateur.

Un premier aspect de l'invention est un procédé de précipitation de soluté, comprenant un mélange dans un récipient d'une phase liquide contenant

le soluté et d'une deuxième phase liquide contenant un réactif faisant précipiter le soluté, une agitation du mélange et un enlèvement du précipité, caractérisé en ce qu'il comprend un confinement du mélange en émulsion  
5 dans une troisième phase liquide, chimiquement inerte et immiscible avec la première phase liquide et la deuxième phase liquide.

Un second aspect essentiel est un dispositif de précipitation d'un soluté, comprenant un  
10 récipient, des orifices d'introduction d'une première phase liquide contenant le soluté et d'une deuxième phase liquide contenant le réactif faisant précipiter le soluté, un orifice de sortie de la première phase liquide et de la deuxième phase liquide, un moyen  
15 d'agitation d'un volume interne au récipient, comprenant un orifice d'introduction d'une troisième phase liquide, caractérisé par des revêtements hydrophobes sur des surfaces délimitant le volume interne au récipient.

20 Les buts principaux de l'invention sont donc :

- d'éviter l'accumulation du précipité dans le précipitateur, notamment par collage contre ses parois ;
- 25 - d'obtenir une granulométrie favorable du précipité ;
- de maîtriser les caractéristiques de l'écoulement dans le précipitateur et de débit à travers le précipitateur ;

- d'enlever continuellement le précipité, et plus généralement d'avoir un fonctionnement régulier de l'appareil.

Cela doit être obtenu avec une structure simple du précipitateur.

Le premier but sera atteint par les revêtements hydrophobes des parois du précipitateur et certaines qualités de l'écoulement.

Le second but, par certaines qualités de l'écoulement et par une formation progressive du précipité.

Le troisième but, par un choix convenable des dimensions et des formes du récipient du précipitateur et notamment par le choix d'un récipient allongé où une circulation du liquide peut être instaurée ; et par l'utilisation d'une phase supplémentaire, dite phase organique dans les exemples donnés ci-dessous et circulant à contre-courant des phases aqueuses.

Le quatrième but, par l'utilisation d'un circuit de balayage du fond du récipient, là où s'accumule le précipité.

L'invention sera maintenant décrite en liaison aux figures, dont :

- les figures 1 et 2 illustrent deux réalisations de l'invention,

- et la figure 3 est un agrandissement de la figure 1.

La figure 1 représente une première revendication de l'invention. Le précipitateur 1 est un récipient en forme de colonne au centre duquel tourne

un rotor 2. Le précipitateur est délimité par un tube 3 de verre orienté verticalement au centre, et, à ses deux extrémités, par un embout supérieur 4 et un embout inférieur 5 dans lesquels tourne le rotor 2. Le tube 3 comprend une première entrée 6 de phase aqueuse et une seconde entrée 7 de phase aqueuse, toutes deux contenant le soluté à précipiter (comme une solution de nitrate de plutonium), établies à des hauteurs différentes dans le tube 3 non loin de l'embout supérieur 4. L'embout supérieur 4 comprend une entrée 8 de phase aqueuse contenant un réactif créant la précipitation (comme de l'acide oxalique en solution) et, au-dessus, une surverse 9 de phase organique. L'embout inférieur 5 comprend une entrée 10 de phase organique (qui peut être du tétrapropylène hydrogéné), et, au-dessous, une entrée 11 et une sortie 12 de phase aqueuse de balayage. Les entrées et les sorties 6, 7, 8, 10 sont en communication avec un espace annulaire 13 entre le tube 3 et le rotor 2, dans lequel la précipitation a lieu à mesure que la phase aqueuse du réactif se mélange à la phase aqueuse du soluté, les phases aqueuses descendant le long du tube 3. La phase organique est à contre-courant des phases aqueuses et s'élève de l'entrée 10 à la surverse 9. Le débit de la phase organique par rapport aux phases aqueuses, la largeur de l'espace annulaire 13 et la vitesse de rotation du rotor 2 sont réglées de façon à établir un écoulement de Couette dans lequel des rouleaux de Taylor contrarotatifs à mouvement axial et radial (illustrés à la figure 3) sont alignés dans l'espace annulaire 13 et confinent les phases aqueuses dans des

gouttelettes d'émulsion incluses dans la phase organique. Ces gouttelettes tendent à rester dans un rouleau déterminé, avec un écoulement tourbillonnaire qui les fait descendre peu à peu dans l'espace annulaire 13 tout en s'éloignant et s'approchant sans cesse du rotor 2 et du tube 3. Le précipité se forme et demeure dans ces gouttelettes sans possibilité importante de venir au contact des parois du rotor 2 et du tube 3 qui délimitent l'espace annulaire 13 ni de coller sur elles. La croissance des grains du précipité s'effectue dans ces gouttelettes, dont la coalescence est évitée par la stabilité de l'écoulement et l'absence de migration des solutés dans la phase organique. Le mélange des phases aqueuses et la formation du précipité sont progressifs grâce aussi à la stabilité de l'écoulement, qui aide à maintenir les gouttelettes séparées. Enfin, la turbulence entretient l'émulsion. La première entrée de phase aqueuse 6 reçoit une phase aqueuse dont la teneur en soluté est plus faible que la deuxième entrée 7, afin de réaliser un ensemencement du flux aqueux en précipité et à favoriser la précipitation par croissance des grains obtenus par l'ensemencement quand la phase aqueuse plus concentrée arrive par la deuxième entrée 7. On obtient finalement des grains moins nombreux, plus homogènes et plus gros.

Le fond de l'appareil est occupé par une pièce massive 14 à la surface supérieure inclinée 15 au bas de laquelle s'ouvre l'orifice de sortie 12 de la phase aqueuse de balayage. La phase aqueuse descend dans le précipitateur jusqu'à la surface supérieure

inclinée 15. Le précipité glisse jusqu'à l'orifice de sortie 12 qui débouche dans un circuit de récupération 16. Une première pompe 17 prélève la phase aqueuse et la fait circuler dans une conduite 18 jusqu'à un bac de  
5 décantation 19 au fond duquel le précipité s'accumule. Une deuxième pompe 20 aspire les eaux mères oxaliques surnageantes dans une conduite de sortie 21. Une troisième pompe 22 aspire le reste de la phase aqueuse dans une conduite de recyclage 23 qui aboutit via la  
10 conduite 16 à l'orifice d'entrée 11 de la phase aqueuse de balayage.

La surface du rotor 2 et la surface interne de l'enveloppe 3 sont revêtues d'une matière hydrophobe afin de contrarier le contact des phases aqueuses  
15 contenant le précipité et ainsi son collage. Des revêtements convenables sont le polytétrafluoréthylène (dont un nom commercial est le Téflon<sup>®</sup>) pour les surfaces métalliques ou un revêtement issu d'un traitement de silanisation pour les parois en verre. Ce  
20 traitement consiste, après un décapage du verre et une activation par une solution sodique (NaOH de 3 à 10 M), à venir greffer une couche de molécules hydrophobes de groupements alkyls par contact avec un silane hydrophobe. Le silane hydrophobe utilisé ici est  
25 l'ODTMOS (octadécyltriméthoxysilane).

Le pré-ensemencement du flux aqueux par les orifices d'entrée 6 et 7 de phase aqueuse étagés réduit aussi les risques de collage du précipité grâce à la formation de grains fins à l'étape de pré-  
30 ensemencement, autour desquels la suite du précipité se forme plus facilement.

Enfin, l'utilisation d'une phase organique immiscible avec laquelle la phase aqueuse forme une émulsion sans se mélanger à elle favorise le confinement du précipité dans des gouttelettes de phase aqueuse. On s'efforce d'obtenir un écoulement structuré en rouleaux de Taylor pour les raisons indiquées plus haut.

L'utilisation d'un débit ascendant de phase organique que l'on peut éventuellement recycler par l'entrée 10 permet encore de ralentir la descente de la phase aqueuse, et de favoriser l'agglomération du précipité en grains plus gros et plus homogènes.

Une variante du procédé pourrait être obtenue en introduisant le soluté qui doit précipiter dans le solvant plutôt que dans une phase aqueuse et à accomplir une dés extraction précipitante. Le solvant pourrait être du tributyle-phosphate à 30% en volume dans du tétrapropylène hydrogéné chargé en plutonium, en se plaçant dans les conditions du document EP 0 251 399. Le reste du procédé est inchangé.

Enfin, le recyclage de la phase aqueuse dans un circuit composé des conduites 18 et 23, à plus fort débit que le débit aqueux alimentant le précipitateur, assure un balayage de la partie basse du précipitateur qui favorise la sortie à temps du précipité et le recyclage de la phase aqueuse.

Une variante de l'invention sera décrite à l'aide de la figure 2.

Le précipitateur 28 est dépourvu de rotor et comprend ici une simple enveloppe 29. On retrouve un

orifice d'entrée 30 d'une solution aqueuse comprenant le réactif, un premier orifice d'entrée 31 d'une phase aqueuse contenant le soluté à précipité, un second orifice d'entrée 32 d'une phase aqueuse contenant le soluté, un orifice de sortie 33 de la phase aqueuse, un orifice d'entrée 34 de la phase organique et un orifice de sortie 35 de la phase organique. Les orifices 35, 30, 31, 32, 34 et 33 se succèdent dans cet ordre depuis le haut jusqu'au bas de l'enveloppe 29. L'enveloppe 29 est en forme de colonne verticale, cylindrique dans sa partie médiane, renflée au haut au-dessus de l'orifice 30 d'entrée de la phase aqueuse contenant le réactif pour laisser se décanter le précipité dans la phase organique et renflée au bas pour laisser se décanter la phase aqueuse contenant le précipité, au-dessous de l'orifice d'entrée 34 de la phase organique. L'extrémité inférieure de ce décanteur est toutefois en forme d'entonnoir 36 où s'accumule le précipité. L'orifice de sortie 33 de la phase aqueuse débouche dans un circuit de recyclage semblable à celui de la réalisation précédente et qui finit sur un orifice de retour 38.

L'élément essentiel de cette réalisation est la façon dont l'agitation est créée par une jambe de pulsation 39 comprenant une portion inférieure horizontale 40 débouchant en face de l'orifice d'entrée 34 de la phase organique et une portion supérieure 41 formant un coude avec la précédente et s'élevant parallèlement à l'enveloppe 29 pour déboucher par un orifice supérieur sur un dispositif de pulsation du type de ceux communément utilisés pour pulser les

colonnes d'extraction liquide-liquide à l'aide d'un gaz comprimé. De plus, des plateaux horizontaux 42 s'étendent dans l'enveloppe 29 en obligeant les fluides à accomplir des trajets en zigzag. Les plateaux 42 et l'enveloppe 29 sont aussi recouverts d'un revêtement hydrophobe dans cette réalisation. L'agitation créant l'émulsion est ici suscitée par les pulsations du liquide dans la jambe 39.

Le procédé de formation de l'émulsion, de formation du précipité avec une croissance progressive du grain, et de confinement de la phase aqueuse en gouttelettes dans la phase organique est identique à celui de la réalisation précédente. Il en est de même pour l'évacuation progressive du précipité par le circuit de balayage à grand débit.

La circulation à contre-courant est créée ici aussi par le choix d'une phase organique moins dense que les phases aqueuses, la jambe de pulsation 39 aidant à la formation d'une émulsion avec mise en contact progressive des deux phases aqueuses.

La vitesse de l'écoulement, qui influe sur la taille des grains du précipité, dépend du débit de la phase organique ascendante, que l'utilisateur choisit librement.

Dans une variante du procédé, la première phase liquide est introduite en plusieurs débits distincts dans le récipient, les débits distincts ayant des teneurs différentes du soluté, et étant introduits en différents lieux du récipient, les débits distincts ayant une plus faible teneur en soluté étant introduits plus en avant dans le premier sens.

Dans une variante du dispositif, les orifices d'entrée de la première phase liquide et de la deuxième phase liquide sont situés d'un premier côté du récipient et l'orifice de sortie de la première phase  
5 liquide et de la deuxième phase liquide et l'orifice d'entrée de la troisième phase liquide sont situés d'un second côté du récipient opposé au premier côté.

Dans une autre variante, le dispositif d'agitation et le dispositif de circulation de la  
10 troisième phase liquide peuvent être ajustés pour obtenir la granulométrie visée pour le précipité.

**REVENDICATIONS**

1) Procédé de précipitation d'au moins un soluté, comprenant un mélange d'une phase liquide contenant le soluté et d'une deuxième phase liquide contenant un réactif faisant précipiter le soluté dans un récipient, une agitation du mélange et un enlèvement du précipité, caractérisé en ce qu'il comprend un confinement du mélange en émulsion dans une troisième phase liquide, chimiquement inerte et immiscible avec la première phase liquide et la deuxième phase liquide.

2) Procédé de précipitation d'au moins un soluté selon la revendication 1, caractérisé en ce que les phases circulent dans le récipient, la première phase liquide et la deuxième phase liquide dans un premier sens et la troisième phase liquide dans un second sens opposé au premier sens.

3) Procédé de précipitation d'au moins un soluté selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le précipité est enlevé continuellement du récipient par une circulation en boucle du mélange de la première et de la deuxième phases liquides recyclées dans un circuit passant par le récipient.

4) Procédé de précipitation d'au moins un soluté selon la revendication 2, caractérisé en ce que la première phase liquide est introduite en plusieurs débits distincts dans le récipient, les débits distincts ayant des teneurs différentes du soluté, et étant introduits en différents lieux du récipient, les

débits distincts ayant une plus faible teneur en soluté étant introduits plus en avant dans le premier sens.

5) Dispositif (1, 28) de précipitation d'au moins un soluté, comprenant un récipient (3, 29), des orifices entrée (6, 7, 31, 32) d'une première phase liquide contenant le soluté et d'une deuxième phase liquide contenant un réactif (8, 30) faisant précipiter le soluté, un orifice de sortie (12, 33) de la première phase liquide et de la deuxième phase liquide, un moyen d'agitation (2, 39) d'un volume interne au récipient, un orifice d'entrée (10, 34) d'une troisième phase liquide,

caractérisé par des revêtements hydrophobes sur des surfaces délimitant le volume interne au récipient.

6) Dispositif de précipitation d'au moins un soluté selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'il comprend un circuit (16) de recirculation de la troisième phase liquide et de la deuxième phase liquide se raccordant en boucle à une extrémité du récipient et comprenant un moyen de capture (19) du précipité.

7) Dispositif de précipitation d'au moins un soluté selon l'une quelconque des revendications 5 ou 6, caractérisé en ce que le moyen d'agitation est un rotor (2) tournant dans le récipient et délimitant un espace annulaire (13) avec le récipient, qui est cylindrique.

8) Dispositif de précipitation d'au moins un soluté selon la revendication 5, caractérisé en ce que les revêtements hydrophobes comprennent du polytétrafluoréthylène sur des surfaces métalliques.

9) Dispositif de précipitation d'au moins un soluté selon la revendication 5, caractérisé en ce que les revêtements hydrophobes comprennent des molécules de groupements alkyls greffées sur les surfaces en verre par le biais de molécules de type silanes.

10) Dispositif de précipitation d'au moins un soluté selon la revendication 5, caractérisé en ce que le dispositif d'agitation et le dispositif de circulation de la troisième phase liquide peuvent être ajustés pour obtenir la granulométrie visée pour le précipité.

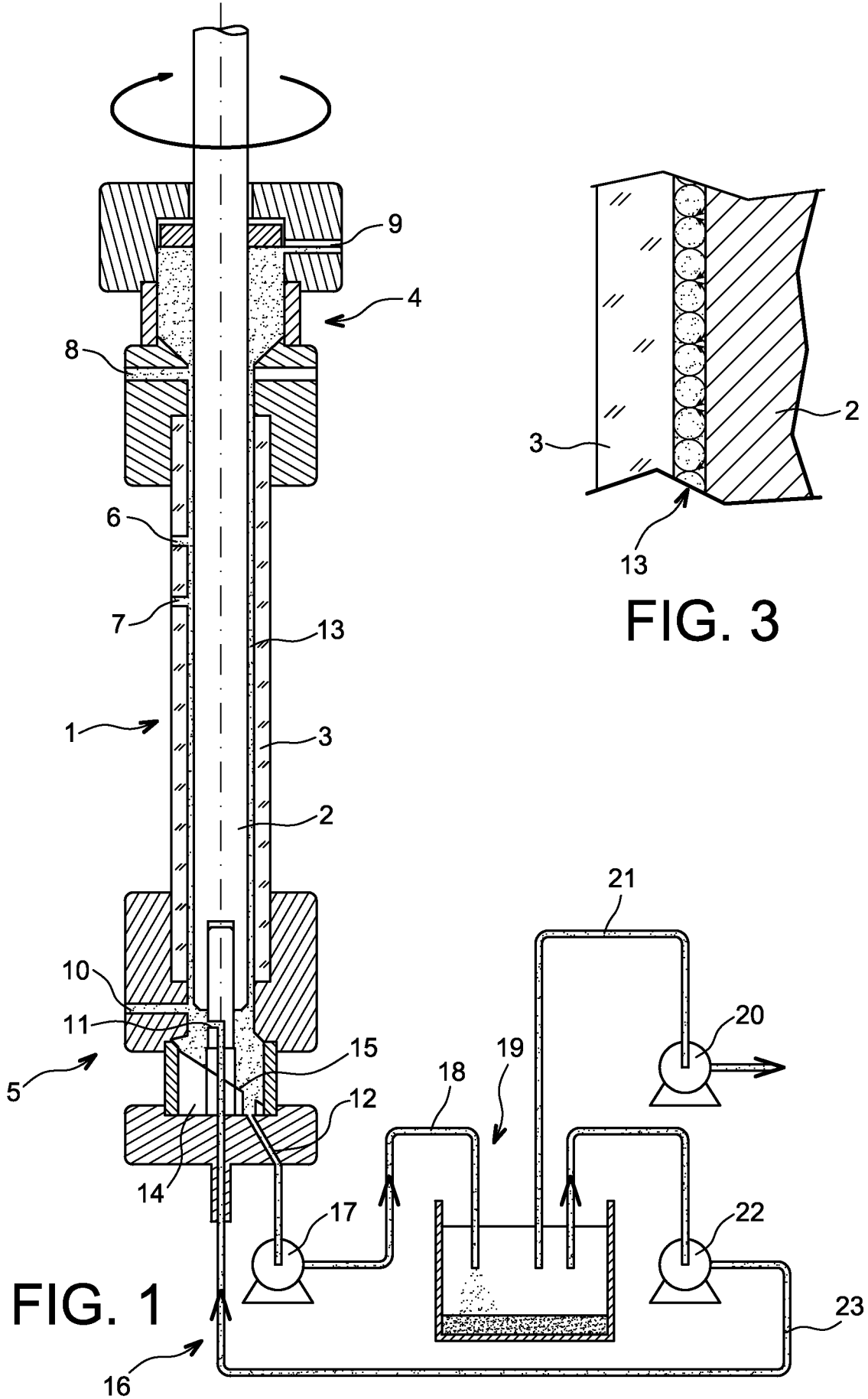


FIG. 3

FIG. 1

2 / 2

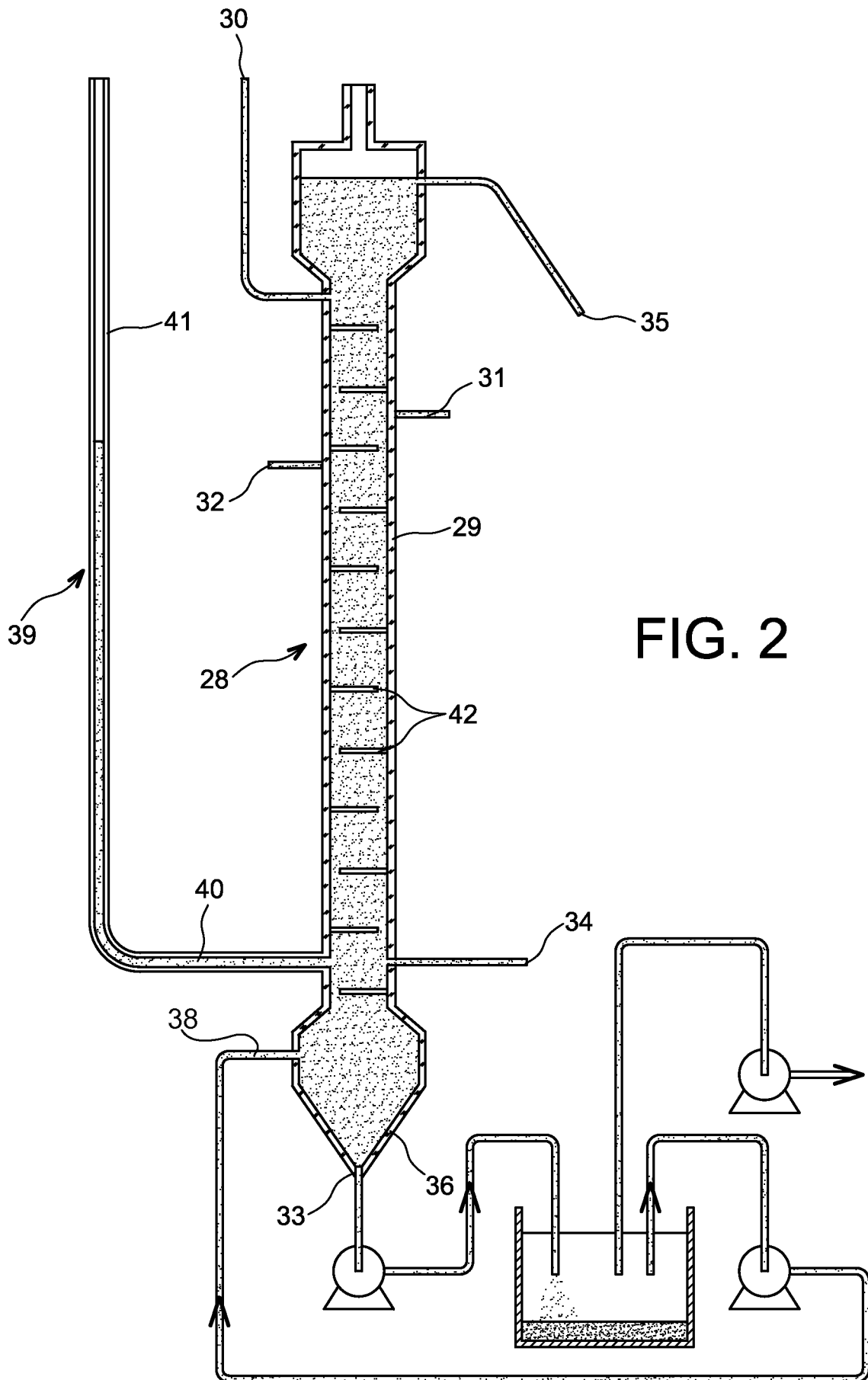


FIG. 2

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No  
PCT/EP2007/059056

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
 INV. B01D21/01 B01J19/00 G21F9/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**  
 Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
 G21F B01F B01D B01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)  
 EPO-Internal

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 434 557 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 26 June 1991 (1991-06-26) abstract; figures column 3, line 40 - line 48 column 4, line 15 - line 27 column 5, line 14 - line 17 column 5, line 26 - line 36	5,7-9
Y	EP 0 543 552 A (GEN ELECTRIC [US]) 26 May 1993 (1993-05-26) abstract; figures column 3, line 6 - line 14 column 3, line 21 - line 28 column 3, line 35 - line 42 column 3, line 51 - line 57 column 5, line 45 - line 52	5,7-9
	----- -/--	

Further documents are listed in the continuation of Box C.       See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	*T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
*E* earlier document but published on or after the international filing date	*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
*L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	*Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
*O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	* & * document member of the same patent family
*P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  19 décembre 2007	Date of mailing of the international search report  02/01/2008
---	--

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  Lapeyrère, Jean
---	---

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

 International application No  
 PCT/EP2007/059056

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 072 737 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 23 February 1983 (1983-02-23) abstract; figures page 4, line 1 - line 18 page 6, line 19 - line 34 page 10, line 10 - line 13 -----	1,5
A	EP 0 251 399 A (CEN CENTRE ENERGIE NUCLEAIRE [BE]) 7 January 1988 (1988-01-07) cited in the application abstract; figures page 3, line 9 - line 27 page 3, line 39 - line 43 page 4, line 1 - line 26 -----	1,5
A	US 3 147 292 A (WATSON CLELLAND DAVID ET AL) 1 September 1964 (1964-09-01) cited in the application the whole document -----	1,5

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/EP2007/059056
---

Patent document cited in search report	Publication date	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0434557	A1	26-06-1991	DE 69015138 D1	26-01-1995
			DE 69015138 T2	06-07-1995
			FR 2656230 A1	28-06-1991
			JP 3023996 B2	21-03-2000
			JP 7031803 A	03-02-1995
EP 0543552	A	26-05-1993	DE 69214253 D1	07-11-1996
			JP 3316007 B2	19-08-2002
			JP 5212206 A	24-08-1993
			US 5219533 A	15-06-1993
EP 0072737	A1	23-02-1983	DE 3262992 D1	15-05-1985
			FR 2511267 A1	18-02-1983
			JP 1241051 C	26-11-1984
			JP 58036607 A	03-03-1983
			JP 59016801 B	18-04-1984
			US 4464341 A	07-08-1984
EP 0251399	A	07-01-1988	NONE	
US 3147292	A	01-09-1964	NONE	

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2007/059056

<b>A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE</b> INV. B01D21/01 B01J19/00 G21F9/10		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
<b>B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE</b>		
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) G21F B01F B01D B01J		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS</b>		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	EP 0 434 557 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 26 juin 1991 (1991-06-26) abrégé; figures colonne 3, ligne 40 - ligne 48 colonne 4, ligne 15 - ligne 27 colonne 5, ligne 14 - ligne 17 colonne 5, ligne 26 - ligne 36 -----	5,7-9
Y	EP 0 543 552 A (GEN ELECTRIC [US]) 26 mai 1993 (1993-05-26) abrégé; figures colonne 3, ligne 6 - ligne 14 colonne 3, ligne 21 - ligne 28 colonne 3, ligne 35 - ligne 42 colonne 3, ligne 51 - ligne 57 colonne 5, ligne 45 - ligne 52 ----- -/--	5,7-9
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents		
<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités:		
*A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée	*T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier *&* document qui fait partie de la même famille de brevets	
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée  19 décembre 2007	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale  02/01/2008	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Fonctionnaire autorisé  Lapeyrère, Jean	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°  
PCT/EP2007/059056

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>EP 0 072 737 A1 (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE [FR]) 23 février 1983 (1983-02-23) abrégé; figures page 4, ligne 1 - ligne 18 page 6, ligne 19 - ligne 34 page 10, ligne 10 - ligne 13</p> <p>-----</p>	1,5
A	<p>EP 0 251 399 A (CEN CENTRE ENERGIE NUCLEAIRE [BE]) 7 janvier 1988 (1988-01-07) cité dans la demande abrégé; figures page 3, ligne 9 - ligne 27 page 3, ligne 39 - ligne 43 page 4, ligne 1 - ligne 26</p> <p>-----</p>	1,5
A	<p>US 3 147 292 A (WATSON CLELLAND DAVID ET AL) 1 septembre 1964 (1964-09-01) cité dans la demande le document en entier</p> <p>-----</p>	1,5

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2007/059056

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
EP 0434557	A1	26-06-1991	DE	69015138 D1	26-01-1995
			DE	69015138 T2	06-07-1995
			FR	2656230 A1	28-06-1991
			JP	3023996 B2	21-03-2000
			JP	7031803 A	03-02-1995
-----					
EP 0543552	A	26-05-1993	DE	69214253 D1	07-11-1996
			JP	3316007 B2	19-08-2002
			JP	5212206 A	24-08-1993
			US	5219533 A	15-06-1993
-----					
EP 0072737	A1	23-02-1983	DE	3262992 D1	15-05-1985
			FR	2511267 A1	18-02-1983
			JP	1241051 C	26-11-1984
			JP	58036607 A	03-03-1983
			JP	59016801 B	18-04-1984
			US	4464341 A	07-08-1984
-----					
EP 0251399	A	07-01-1988	AUCUN		
-----					
US 3147292	A	01-09-1964	AUCUN		
-----					