

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
COURBEVOIE

①1 N° de publication : **3 078 013**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **18 52540**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **B 32 B 17/06 (2018.01), B 32 B 17/10**

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫② Date de dépôt : 23.03.18.

⑫③ Priorité : 16.02.18 FR 1851336.

⑫④ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 23.08.19 Bulletin 19/34.

⑫⑤ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑫⑥ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE —  
FR.

⑦② Inventeur(s) : BRUNET MARINE, COMPOINT  
FRANCOIS, POTIER FRANCOIS et KRON SAMUEL.

⑦③ Titulaire(s) : SAINT-GOBAIN GLASS FRANCE.

⑦④ Mandataire(s) : SAINT-GOBAIN RECHERCHE.

⑫④ PROCEDE DE DEPOT D'UN REVETEMENT INTUMESCENT ORGANIQUE SUR FEUILLE DE VERRE.

⑫⑤ La présente invention une méthode de dépôt d'un revêtement intumescent organique sur une feuille de verre comprenant la préparation d'une composition de revêtement intumescent organique par mélange d'un latex ayant un pH de 4 à 6 et d'un agent intumescent choisi parmi les acides polycarboxyliques thermodégradables; et l'application de la composition de revêtement intumescent organique sur la feuille de verre, ainsi qu'un vitrage comprenant une feuille de verre revêtue d'un revêtement organique intumescent susceptible d'être obtenue par ce procédé.

FR 3 078 013 - A1



## **PROCEDE DE DEPOT D'UN REVETEMENT INTUMESCENT ORGANIQUE SUR FEUILLE DE VERRE**

La présente invention concerne le domaine des vitrages anti-feu. Elle concerne notamment une méthode de dépôt d'un revêtement intumescent organique sur une  
5 feuille de verre, ainsi qu'un vitrage comprenant une feuille de verre revêtue d'un revêtement organique intumescent susceptible d'être obtenue par ce procédé.

Les vitrages anti-feu sont classiquement formés d'une solution aqueuse très visqueuse à base de silicates alcalins hydratés scellée entre deux feuilles de verre (EP 3023245, WO 2007/118886, WO 2007/053248, EP 2072247, EP 2282889,  
10 WO 2008/053248). D'autres vitrages anti-feu sont formés d'une couche d'hydrogel solide entre deux feuilles de verre, obtenue par réticulation d'une solution de monomères hydrosolubles (US 2016/2000077, EP 2330174). Dans le premier cas, la protection contre le feu est assurée par la mousse minérale opaque formée par l'expansion de la couche de silicates due à l'évaporation de l'eau qu'elle renferme sous  
15 l'effet de la chaleur. Pour la couche d'hydrogel, contrairement à la couche de silicate alcalin, il n'y a pas formation de mousse. La propagation du feu est retardée par l'évaporation de l'eau et les additifs inorganiques contenus dans la couche d'hydrogel. Ces solutions, bien qu'efficaces, mettent en œuvre des procédés de fabrication qui peuvent s'avérer complexes du fait des contraintes liées à l'injection d'une solution  
20 entre deux feuilles de verre.

Il existe des revêtements organiques intumescents, tels que des peintures ou des vernis, développés pour améliorer la résistance au feu des matériaux de construction. De tels revêtements comprennent un liant polymère et un système intumescent généralement formé d'une source acide tel que l'acide phosphorique ou un

polyphosphate d'ammonium, d'un composé carboné tel qu'un polyol, et un agent d'expansion tel que l'urée ou la mélamine. Lorsqu'ils sont exposés au feu, ces revêtements moussent et produisent un résidu charbonneux protecteur. Le résidu charbonneux agit comme une barrière protégeant physiquement et thermiquement le

5 matériau revêtu. Dans la plupart des cas, le revêtement joue également un rôle esthétique permettant de modifier l'apparence des surfaces des matériaux recouverts. Il existe également des vernis intumescents dits transparents, destinés à des applications sur des surfaces en bois ou en plastique, permettant de conserver l'apparence esthétique des surfaces recouvertes.

10 Ce type de revêtements intumescents présente un intérêt pour améliorer la résistance au feu des vitrages. Cependant, les vernis intumescents dits transparents connus à ce jour n'apportent pas entière satisfaction. Appliqués en couche épaisse sur du verre, ils présentent un aspect laiteux qui n'est pas acceptable du point de vue esthétique. Il semblerait en effet que ces revêtements nécessitent en réalité d'être

15 appliqués sur une surface suffisamment poreuse ou rugueuse pour être perçus comme transparent après application.

L'objectif de la présente invention est de proposer un revêtement organique intumescent qui soit à la fois adapté à une application sur une feuille de verre, n'affecte pas les propriétés optiques de celle-ci et présente une bonne intumescence.

20 Ainsi, un aspect de la présente invention concerne un procédé de dépôt d'un revêtement intumescent organique sur une feuille de verre comprenant :

- la préparation d'une composition de revêtement intumescent organique par mélange d'un latex et d'un agent intumescent; et
- l'application de la composition de revêtement intumescent organique sur la feuille

de verre ;

caractérisé en ce que le latex présente un pH de 4 à 6 et l'agent intumescent est choisi parmi les acides polycarboxyliques thermodégradables, de préférence l'acide citrique. La Demanderesse a en effet mis en évidence que l'utilisation d'un latex présentant un pH  
 5 de 4 à 6 en combinaison avec un acide polycarboxylique thermodégradable, notamment l'acide citrique, comme agent intumescent permettait d'assurer une bonne processabilité, notamment pour le dépôt de couches épaisses (par exemple de l'ordre du millimètre ou plus), et d'obtenir un revêtement présentant une transparence élevée et peu de flou, tout en présentant de bonnes propriétés intumescents.

10 Le latex est une dispersion aqueuse d'un liant organique. Le liant organique est de préférence un polymère thermoplastique. Des exemples de liants organiques comprennent les homopolymères ou copolymères dérivés de monomères ou co-  
 monomères vinyliques. Les monomères vinyliques comprennent notamment les  $\alpha$ -alcènes tels que l'éthylène, le propylène ou l'isoprène, le chlorure de vinyle, le chlorure  
 15 de vinylidène, le styrène, le vinyltoluène, l'acrylonitrile et les esters de vinyle. Des exemples d'esters de vinyle comprennent notamment les C1-C12 carboxylates de vinyle tels que l'acétate de vinyle, le propionate de vinyle, le butyrate de vinyle, l'isobutyrate de vinyle, le valérate de vinyle, l'hexanoate de vinyle, le 2-méthylhexanoate de vinyle, le 2-éthylhexanoate de vinyle, l'iso-octanoate de vinyle, le nonanoate de vinyle, le  
 20 décanoate de vinyle, le laurate de vinyle, le palmitate de vinyle, le stéarate de vinyle, le néodécanoate de vinyle et les C9-C11 versatates de vinyle (aussi appelés VeoVa pour vinyl ester of versatic acid). Des liants organiques préférés comprennent les copolymères à base d' $\alpha$ -alcènes, notamment l'éthylène, et d'un ou plusieurs esters de vinyle et/ou de chlorure de vinyle, tels que les copolymères éthylène/acétate de vinyle,  
 25 les terpolymères éthylène/acétate de vinyle/chlorure de vinyle et les terpolymères

éthylène/acétate de vinyle/ester de vinyle notamment C9-C11 versatate de vinyle.

Le latex présente un pH de 4 à 6 de préférence de 4,5 à 5,5, permettant notamment d'assurer une dispersion homogène de l'acide polycarboxylique thermodégradable dans la composition de revêtement tout en conservant une bonne processabilité.

5 L'acide polycarboxylique thermodégradable est un composé comprenant au moins deux fonctions acide carboxylique, et qui se dégrade et libère un composé gazeux sous l'effet de l'élévation de la température (par exemple supérieure à 100°C, voire 150°C), ce qui permet l'expansion du revêtement organique. L'acide polycarboxylique thermodégradable présente de préférence une solubilité dans l'eau à 20°C supérieure à  
10 50 g/L. L'acide polycarboxylique thermodégradable peut être un acide dicarboxylique, tel que l'acide oxalique, l'acide malonique, l'acide malique, l'acide tartrique, l'acide tartronique ou l'acide maléique, un acide tricarboxylique tel que l'acide citrique ou l'acide tricarballylique, ou un acide tétracarboxylique tel que l'acide 1,2,3,4-butane-tétracarboxylique. Le choix d'un acide polycarboxylique thermodégradable,  
15 notamment l'acide citrique, comme agent intumescent est quant à lui avantageux car, tout en procurant une bonne intumescence, il n'affecte pas ou peu la transmission lumineuse totale du revêtement formé et n'induit pas ou peu de flou.

La composition de revêtement présente typiquement une teneur en matière sèche de 30 à 70 %, de préférence de 40 à 60 %, en poids. Elle comprend typiquement de 5 à  
20 50 %, de préférence de 10 à 40 %, voire de 15 à 30 %, en poids sec d'agent intumescent.

La composition de revêtement peut également comprendre charges, notamment inorganiques ou organométalliques, tels que des particules de silice, des silicates, des précurseurs d'oxydes métalliques sol-gel ou des agents de couplage à base de silanes.

Les charges sont avantageusement choisies de façon à ne pas affecter les propriétés optiques du revêtement. A cette effet, des charges choisies parmi les précurseurs d'oxydes métalliques sol-gel, notamment de silicium et/ou de titane, sont préférées. Des teneurs inférieures à 5 %, voire 2 % en poids sec sont cependant préférables pour limiter l'apparition de flou. De préférence, la composition de revêtement ne comprend pas de charges.

La composition de de revêtement peu également comprendre de 0,5 à 15 %, de préférence 1 à 10 %, en poids sec d'un agent retardateur de flamme. L'agent retardateur de flamme est de préférence choisi parmi les composés organophosphorés, notamment les phosphonates tels que l'éthylphosphonate de diéthyle ou le méthylphosphonate de diméthyle.

La feuille de verre peut avoir une épaisseur qui varie de 1 à 8 mm, de préférence 2 à 6 mm. Le verre peut être un verre silico-sodo-calcique obtenu par flottage sur un bain d'étain (selon le procédé « *float* »), un verre borosilicate ou tout autre type de verre transparent. Il peut s'agir d'un verre clair ou coloré en fonction du rendu esthétique souhaité.

La composition de revêtement peut être appliquée sur la surface de la feuille de verre par toute technique connue de l'homme du métier, comme par exemple des techniques de dépôt par voie humide telles que par pulvérisation (*spray coating*), par application au rideau (*curtain coating*), par aspersion (*flow coating*), par application au rouleau (*roller coating*) ou par coulée. Elle peut éventuellement être appliquée en plusieurs fois pour obtenir l'épaisseur finale de revêtement souhaitée. Après application, le dépôt est séché, typiquement à des températures de 20 à 80°C pendant 5 minutes à 24 heures, de préférence pendant 5 à 20 minutes, pour obtenir un revêtement

organique intumescent.

Un autre aspect de la présente invention concerne un vitrage comprenant une feuille de verre revêtue d'un revêtement organique intumescent, notamment susceptible d'être obtenue par le procédé selon le procédé ci-dessus, caractérisé en ce que le  
5 revêtement organique comprend un liant organique et un agent intumescent, ledit agent intumescent étant choisi parmi les acides polycarboxyliques thermodégradables, de préférence l'acide citrique.

Les caractéristiques de la composition de revêtement décrits ci-dessus concernant la nature des composants et leurs quantités s'applique également au revêtement  
10 organique intumescent.

Le revêtement organique intumescent présente typiquement une épaisseur de 0,01 à 3 mm, de préférence de 0,05 à 2 mm. Il présente typiquement une transmission lumineuse totale supérieure à 85 %, de préférence supérieure à 87 %, et un flou inférieur à 15 %, de préférence inférieur à 10 %, mesurés au Hazemeter selon la norme  
15 ASTM D1003-00.

Le revêtement organique intumescent peut être en contact direct avec la feuille de verre. Au sens de la présente invention, un élément A « en contact direct » avec un élément B signifie qu'aucun autre élément n'est disposé entre lesdits éléments A et B. Au contraire, un élément A « en contact » avec un élément B n'exclut pas la présence  
20 d'un autre élément entre lesdits éléments A et B. Alternativement, une couche de liaison, notamment à base de silanes, peut être disposée entre le revêtement organique intumescent et la feuille de verre afin d'améliorer son adhésion à la feuille de verre.

Le revêtement organique intumescent présente la propriété de mousser sous l'effet de la température, typiquement à des températures supérieures à 100°C, voire

supérieures à 180°C, par exemple entre 200 et 400°C, pour atteindre au moins huit fois, de préférence au moins 10 fois leur épaisseur initiale.

Le vitrage peut être un vitrage simple ou un vitrage multiple (par exemple double ou un triple). Il peut comprendre plusieurs revêtements organiques intumescents. Dans le cas d'un vitrage simple par exemple, la feuille de verre peut être revêtue d'un revêtement organique intumescent sur chacune de ses faces. Dans le cas de vitrages multiples, plusieurs feuilles de verres, voire chaque feuille de verre, peuvent être revêtue sur au moins une de leurs faces d'un revêtement organique intumescent. Le vitrage peut également comprendre des revêtements fonctionnels, notamment de contrôle solaire, low-e, photocatalytique, etc... Dans un mode de réalisation particulier, le vitrage selon l'invention est un vitrage anti-feu comprenant deux feuilles de verres séparées par un revêtement organique intumescent selon l'invention ou un empilement de couches comprenant le revêtement organique intumescent selon l'invention, ce vitrage anti-feu pouvant également être intégré dans un vitrage multiple comprenant éventuellement des revêtements fonctionnels.

L'invention est illustrée à l'aide d'exemples non limitatifs suivants.

### **EXEMPLES**

Les compositions des exemples 1 (selon l'invention) et 2 à 6 (comparatifs) ont été préparées par mélange de divers latex et 20 % en poids sec d'agents intumescents. Ces compositions ont ensuite été déposées par coulée sur la surface d'une feuille de verre d'épaisseur 2,5 mm puis séchées pour obtenir un revêtement organique intumescent d'environ 2 mm. La transmission lumineuse totale (TL) et le flou des revêtements ont été mesurés au Hazemeter selon la norme ASTM D1003-00.

Les feuilles de verres revêtues ont ensuite été soumises à des températures de

300 °C pendant 10 minutes. La qualité d'intumescence du revêtement organique lors de ce traitement thermique a été quantifiée par comparaison de l'épaisseur de la mousse obtenu par rapport à l'épaisseur initiale du revêtement intumescent.

Contrairement aux exemples précédents, les compositions des exemples 7 à 9 n'ont pas été préparées à partir de latex mais à partir d'une résine réticulable à base d'acrylates (polyester acrylate et polyethylene glycol (PEG 400) acrylate - ratio 10 :90 en poids). On mélange la résine avec un photoamorceur, puis les agents intumescents (20% en poids sec) sont introduits dans le mélange. La formulation est ensuite déposée sur un substrat et réticulée sous lampe UV.

Le tableau 1 ci-dessous résume la nature des compositions de revêtement et les propriétés des revêtements intumescents obtenus. La processabilité, prenant en compte la facilité de mise en œuvre de la composition et la qualité du revêtement obtenu, est notée comme suit : ⊗ application impossible ; ⊙ application possible mais revêtement de mauvaise qualité ; ○ application possible et revêtement de bonne qualité.

Tableau 1

Ex.	Liant	pH	Agent intumescent	Processabilité	TL	Flou	Intumescence
1	Terpolymère acétate de vinyle/éthylène/ester de vinyle	4,5-5,5	Acide citrique	○	> 87%	< 10%	> 800%
2	Terpolymère acétate de vinyle/éthylène/ester de vinyle	4,5-5,5	Sorbitol + urée + acide phosphorique	○	< 87%	> 10%	< 800%
3	Terpolymère acétate de vinyle/éthylène/ester de vinyle	4,5-5,5	Polyphosphate d'ammonium + mélamine+ pentaerythritol	○	< 87%	> 10%	> 800%
4	Terpolymère acétate de vinyle/éthylène/acrylate	7-9	Acide citrique	⊗	n.m.	n.m.	n.m.
5	Terpolymère ester acrylique/éthylène/ester de vinyle	7,5-8,5	Acide citrique	⊗	n.m.	n.m.	n.m.
6	Copolymère ester acrylique/ester méthacrylique	7-8,5	Acide citrique	⊗	n.m.	n.m.	n.m.
7	Résine acrylate	-	Acide citrique	⊙	n.m.	n.m.	n.m.
8	Résine acrylate	-	Sorbitol + urée + acide phosphorique	⊙	n.m.	n.m.	n.m.
9	Résine acrylate	-	Polyphosphate d'ammonium + mélamine+ pentaerythritol	⊙	n.m.	n.m.	n.m.

n.m. : non mesurable

Seule la composition de l'exemple 1 présente une bonne processabilité et permet d'obtenir un revêtement ayant à la fois des propriétés optiques et intumescents satisfaisantes. Au contraire, les compositions de revêtement des exemples 2 et 3 ne permettent pas d'obtenir un revêtement présentant pas un flou et/ou une intumescence suffisante pour une application sur verre. Les compositions des exemples 4 à 9 ne

présentent pas quant à elles une processabilité suffisante : pour les exemples 4 à 6, la composition gélifie rapidement empêchant toute application ; pour les exemples 7 à 9, le revêtement obtenu craquèle et/ou délamine après séchage et réticulation.

## **REVENDEICATIONS**

1. Procédé de dépôt d'un revêtement intumescent organique sur une feuille de verre comprenant :

- la préparation d'une composition de revêtement intumescent organique par mélange d'un latex et d'un agent intumescent; et
- l'application de la composition de revêtement intumescent organique sur la feuille de verre ;

caractérisé en ce que le latex présente un pH de 4 à 6 et l'agent intumescent est choisi parmi les acides polycarboxyliques thermodégradables.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le latex est une dispersion aqueuse d'un liant organique polymère dérivé de monomères vinyliques choisis parmi les  $\alpha$ -alcènes tels que l'éthylène, le propylène ou l'isoprène, le chlorure de vinyle, le chlorure de vinylidène, le styrène, le vinyltoluène, l'acrylonitrile et les esters de vinyle..

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le liant organique est un copolymère à base d' $\alpha$ -alcène, et d'un ou plusieurs esters de vinyle et/ou de chlorure de vinyle.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'agent intumescent est choisi parmi l'acide oxalique, l'acide malonique, l'acide malique, l'acide tartrique, l'acide tartronique, l'acide maléique, l'acide citrique, l'acide tricarballylique et l'acide 1,2,3,4-butanetétracarboxylique.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'agent intumescent est l'acide citrique.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la composition de revêtement comprend 5 à 50 % en poids sec d'agent intumescent.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la composition de revêtement comprend 0,5 à 15 % en poids sec d'un agent retardateur de flamme.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'agent retardateur de flamme est un composé organophosphoré.

9. Vitrage comprenant une feuille de verre revêtue d'un revêtement organique intumescent, notamment susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le revêtement organique comprend un liant organique et un agent intumescent, ledit agent intumescent étant choisi parmi les acides polycarboxyliques thermodégradables.

10. Vitrage selon la revendication 9, caractérisé en ce que ledit revêtement présente une transmission lumineuse totale supérieure à 85%.

11. Vitrage selon la revendication 9 ou 10, caractérisé en ce que ledit revêtement présente un flou inférieur à 15%.

12. Vitrage selon l'une des revendications 9 à 11, caractérisé en ce que le liant organique est un homopolymère ou copolymère dérivé de monomères vinyliques choisis parmi les  $\alpha$ -alcènes tels que l'éthylène, le propylène ou l'isoprène, le chlorure de vinyle, le chlorure de vinylidène, le styrène, le vinyltoluène, l'acrylonitrile et les esters de vinyle.

13. Vitrage selon l'une des revendications 9 à 12, caractérisé en ce que l'agent intumescent est choisi parmi l'acide oxalique, l'acide malonique, l'acide malique, l'acide

tartrique, l'acide tartronique, l'acide maléique, l'acide citrique, l'acide tricarballoylique et l'acide 1,2,3,4-butanetétracarboxylique.

14. Vitrage selon l'une des revendications 9 à 13, caractérisé en ce que l'agent intumescent est l'acide citrique.

**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 852580  
FR 1852540

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X A	FR 2 372 217 A1 (BRITISH INDUSTRIAL PLASTICS [GB]) 23 juin 1978 (1978-06-23) * page 5, ligne 21 - ligne 31 * * page 10, ligne 17 - page 12, ligne 12; revendications; exemples 17-30; tableau 4 *	9-11,13 1-8,12,14	B32B17/06 B32B17/10 C09K21/02
A	----- US 2016/200077 A1 (CROOK VINCENT [GB] ET AL) 14 juillet 2016 (2016-07-14) * alinéa [0460] - alinéa [0468]; revendications *	1-6	
A	----- US 5 340 868 A (STRAUSS CARL R [US] ET AL) 23 août 1994 (1994-08-23) * revendications *	9-14	
	-----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B32B C09K C09D C03C C08J
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		2 novembre 2018	Lindner, Thomas
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
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			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1852540 FA 852580**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 02-11-2018

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
FR 2372217	A1	23-06-1978	AU	3091477 A	31-05-1979
			BE	861122 A	23-05-1978
			BE	861123 A	23-05-1978
			BR	7707852 A	11-07-1978
			CA	1106550 A	04-08-1981
			ES	464488 A1	01-06-1979
			FR	2372217 A1	23-06-1978
			GB	1592946 A	15-07-1981
			IL	53393 A	13-09-1981
			JP	S5369272 A	20-06-1978
			NL	7713002 A	30-05-1978
			NO	774050 A	30-05-1978
			NZ	185781 A	28-04-1980
			PT	67328 A	01-12-1977
			SE	7713361 A	28-05-1978
			US	4144385 A	13-03-1979
			ZA	7706803 B	27-09-1978
			ZA	7706804 B	27-09-1978
-----					
US 2016200077	A1	14-07-2016	EP	3027408 A1	08-06-2016
			US	2016200077 A1	14-07-2016
			WO	2015025159 A1	26-02-2015
-----					
US 5340868	A	23-08-1994	CA	2141865 A1	05-01-1995
			DE	69408108 D1	26-02-1998
			DE	69408108 T2	03-09-1998
			EP	0655988 A1	07-06-1995
			JP	2608396 B2	07-05-1997
			JP	H07507607 A	24-08-1995
			KR	0145568 B1	17-08-1998
			US	5340868 A	23-08-1994
			WO	9500452 A1	05-01-1995
-----					

EPO FORM P0465

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82