(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) **N° de publication :** **2 858 332**
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **03 09474**

(51) Int Cl[7] : **C 22 F 1/18,** G 21 C 3/07, C 22 C 16/00

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt :** 31.07.03.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 04.02.05 Bulletin 05/05.

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

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

(71) **Demandeur(s) :** *COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONIUM-CEZUS Société anonyme* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** BARBERIS PIERRE et SIMONOT CLAUDE.

(73) **Titulaire(s) :**

(74) **Mandataire(s) :** CABINET LAVOIX.

(54) PROCEDE DE FABRICATION D'UN PRODUIT PLAT EN ALLIAGE DE ZIRCONIUM, PRODUIT PLAT AINSI OBTENU ET ELEMENT D'UN ASSEMBLAGE COMBUSTIBLE POUR REACTEUR DE CENTRALE NUCLEAIRE REALISE A PARTIR DE CE PRODUIT PLAT.

(57) Procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium, caractérisé en ce que:

- on élabore un lingot d'alliage de zirconium contenant au moins 95% de zirconium;
- on le met en forme pour obtenir un produit plat;
- on le soumet à une trempe β en vue de l'obtention d'une structure aciculaire;
- on le soumet à un laminage en une seule séquence sans recuit intermédiaire, entre la température ambiante et 200°C, avec un taux de réduction entre 2 et 20%;
- et on soumet ledit produit plat à un traitement de recuit α ou α + β entre 500 et 800°C pendant 2 minutes à 10 heures.

Produit plat en alliage de zirconium ainsi obtenu, et élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire obtenu par sa mise en forme.



FR 2 858 332 - A1

L'invention concerne la fabrication de produits plats en alliage de zirconium, à partir desquels on fabrique notamment des pièces utilisées dans les assemblages combustibles pour réacteurs de centrales nucléaires à eau légère.

Les pièces entrant dans la constitution des assemblages combustibles pour réacteurs de centrales nucléaires à eau légère, notamment des réacteurs à eau bouillante, et qui doivent avoir une faible capacité d'absorption des neutrons, sont réalisées en un alliage de zirconium pouvant contenir également, entre autres, des éléments tels que Nb, Sn, Fe, Cr et Ni à des teneurs significatives. Les classes d'alliages dits « Zircaloy 2 » et « Zircaloy 4 » sont principalement utilisées. Le Zircaloy 2 renferme les éléments suivants (les teneurs, comme dans toute la description qui va suivre, sont exprimées en % pondéraux) : Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,07 – 0,20% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; Ni = 0,03 – 0,08% ; O = 900 – 1600ppm. Le Zircaloy 4 renferme les mêmes éléments à l'exception du nickel, et la teneur en Fe peut aller de 0,18% à 0,24%. D'autres classes d'alliages de type Zircaloy 2 avec des teneurs en Fe et/ou Cr et/ou Ni plus élevées, ou d'autres alliages renfermant 0,5 à 2% de Sn, 0,5 à 2% de Nb et 0,1 à 0,5% de Fe, ou 0,5 à 2% de Sn, 0,1 à 1% de Fe et 0,1 à 1 ,2% de Cr, ou 1,5 à 3,5% de Nb et 0,5 à 2% de Sn peuvent être utilisées. Ces alliages peuvent également renfermer d'autres éléments d'addition, en plus des impuretés habituelles.

Une pièce particulièrement importante du réacteur qui est réalisée avec de tels alliages est le boîtier dans lequel sont installés les tubes renfermant le combustible. Ce boîtier doit avoir une excellente résistance à la corrosion, et aussi une grande stabilité dimensionnelle sous irradiation. Or, les alliages utilisés le plus usuellement pour former les tôles constituant ces boîtiers présentent des propriétés de croissance sous irradiation qui empêchent d'augmenter le taux de combustion du réacteur autant qu'il serait souhaitable. Cette croissance sous irradiation est directement liée à la texture habituellement fortement anisotrope des produits plats à partir desquelles sont fabriqués les boîtiers.

D'autres pièces importantes formées à partir de tels produits plats sont les grilles de réacteurs à eau bouillante ou pressurisée, et les tubes centraux délimitant les chemins de circulation de l'eau.

Les produits plats (tôles ou feuillards) à partir desquels ces pièces sont réalisées doivent également posséder des propriétés mécaniques leur assurant une bonne capacité à être mises en forme.

Des propositions d'amélioration des procédés de fabrication de tôles pour boîtiers sont présentées dans les documents EP-A-0 835 330 et EP-A-0 795 618.

EP-A-0 835 330 propose de préparer la tôle à partir d'un alliage de zirconium contenant des teneurs strictement contrôlées en certaines impuretés volatiles, à savoir entre 0,5 et 10ppm de Cl, de 5 à 20ppm d'au moins un élément choisi parmi Mg, Ca, Na et K, de 100 à 270ppm de C, de 50 à 120ppm de Si et de 1 à 30ppm de P. Après les opérations habituelles d'obtention de la tôle de départ, qui comportent notamment une trempe β lorsque la tôle est à son épaisseur finale ou quasi-finale, on pratique après la trempe β un traitement thermique de recuit entre 600 et 800°C dans un four statique ou entre 700 et 800°C dans un four continu. Après quoi, les opérations de pliage de la tôle en vue de la fabrication du boîtier sont effectuées. Grâce notamment à la teneur des impuretés volatiles citées et aux conditions de la trempe β, on obtient après la trempe β une structure aciculaire du type dit « basket weave » (à motif en vannerie), que le traitement thermique ultérieur veille à ne pas supprimer. On obtient ainsi une tôle présentant une bonne ductilité et une faible propension à se fissurer lors des opérations de formage, sans que les propriétés de résistance à la corrosion soient détériorées.

EP-0 795 618 décrit des tôles en alliage de zirconium à faible croissance sous irradiation, contenant pas plus de 5% de Sn et et/ou pas plus de 5% de Nb et pas moins de 90% de Zr, ayant une orientation cristalline <0001> en sens long FL de 0,2 à 0,35, et ayant une différence ΔFL des valeurs de FL entre le milieu dans le sens de la largeur et l'extrémité dans le sens de la largeur de la tôle inférieure ou égale à 0,025. Ces tôles sont obtenues à la suite d'une trempe β, au cours de laquelle on minimise autant que possible les

différences de température entre les faces de la tôle lors de la phase de chauffage de la trempe β. Ces tôles ont donc des orientations cristallines particulières isotropes produisant des effets de croissance réduite sous irradiation.

Toutefois, il s'avère que ces procédés ne permettent pas de parvenir à des produits plats possédant d'excellentes propriétés de déformabilité, du point de vue du pliage et de l'emboutissage. Ces propriétés sont pourtant essentielles pour l'obtention aisée de boîtiers dans des conditions optimales.

Le but de l'invention est de proposer un procédé de fabrication de produits plats en alliage de zirconium présentant à la fois de bonnes propriétés mécaniques et une faible croissance sous irradiation, de sorte que ces produits plats puissent être utilisés de manière optimale notamment, mais pas exclusivement, pour la fabrication de boîtiers de réacteurs nucléaires à eau bouillante.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium, caractérisé en ce que :

- on élabore et on coule un lingot d'alliage de zirconium contenant au moins 95% en poids de zirconium, comportant les éléments d'alliage et les impuretés habituels ;
- on met en forme ledit lingot pour obtenir un produit plat ;
- on soumet ledit produit plat à une opération de trempe β, dont les conditions sont déterminées en vue de l'obtention au sein du produit plat d'une structure aciculaire à l'issue de ladite trempe β ;
- on soumet ledit produit plat, après la trempe β, à une opération de laminage effectuée en une seule séquence de laminage sans recuit intermédiaire, ledit laminage étant effectué à une température comprise entre la température ambiante et 200°C, avec un taux de réduction compris entre 2 et 20% ;
- et on soumet ledit produit plat laminé à un traitement de recuit dans le domaine α ou α + β effectué entre 500 et 800°C pendant 2 minutes à 10 heures.

Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,07 – 0,20% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; Ni = 0,03 – 0,08% ; O = 900 – 1600ppm.

Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,18 – 0,24% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; O = 900 – 1600ppm.

Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Sn = 0,5 – 2% ; Nb = 0,5 – 2% ; Fe = 0,1 – 0,5%.

Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Sn = 0,5 – 2% ; Fe = 0,1 – 1% ; Cr = 0,1 – 1,2%.

Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Nb = 1,5 – 3,5% ; Sn = 0,5 – 2%.

Le laminage suivant la trempe β est effectué de préférence avec un taux de réduction de 5 à 15%.

L'invention concerne également un produit plat en alliage de zirconium, caractérisé en ce qu'il est obtenu par le procédé précédent.

L'invention concerne également un élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire à eau légère, caractérisé en ce qu'il est obtenu par mise en forme d'un produit plat du type précédent.

Il peut consister en un boîtier de réacteur nucléaire à eau bouillante.

Il peut consister en une grille de réacteur à eau bouillante.

Il peut consister en une grille de réacteur à eau pressurisée.

Il peut consister en un tube central délimitant les chemins de circulation de l'eau.

Comme on l'aura compris, l'invention consiste en un procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium adapté à l'obtention d'une structure intermédiaire partiellement recristallisée mixte, équiaxe et aciculaire, comportant une étape de laminage à froid (ou à température modérément élevée), placée entre une trempe β et un recuit effectué dans le domaine α ou le domaine α + β.

Dans le procédé de EP-A-0 835 330, la structure brute de trempe β est généralement une structure grossière à gros grains ex-β de 50 à 500µm. Ils

sont peu orientés, leur texture est très marquée, avec des pics des figures de pôles très hauts, une bonne isotropie des propriétés, et des orientations cristallines privilégiées. Il apparaît que c'est cette microstructure en gros grains ex-β à texture très marquée qui est à l'origine des difficultés de mise en forme des tôles. Le recuit α ou $\alpha + \beta$ n'a aucune influence sur cette microstructure.

Les inventeurs ont imaginé qu'un arrangement des cristaux plus aléatoire et moins marqué pourrait conduire à une isotropie comparable des propriétés mécaniques, donc conserver de bonnes propriétés en termes de croissance sous irradiation, tout en s'avérant avantageux quant aux propriétés mécaniques.

Ils ont obtenu une telle structure grâce au laminage à froid ou à température modérément élevée précédant le recuit α ou $\alpha + \beta$, laminage qui casse la structure aciculaire et les grains présents après la trempe β, et permet ainsi d'adoucir la texture, la rendant moins marquée, avec des pics moins hauts, avec une isotropie des propriétés qui peut être légèrement plus faible, mais avec des orientations plus aléatoires. Le recuit α ou $\alpha + \beta$ qui suit génère une recristallisation qui conduit à une texture à isotropie seulement faiblement dégradée, mais avec une microstructure montrant un mélange de grains équiaxes et d'aiguilles. Cette microstructure est affinée, ce qui est favorable à la déformabilité du matériau.

Il s'avère également que la rugosité du produit plat est divisée par 2, ce qui améliore les performances thermohydrauliques des produits finis, ainsi que les propriétés d'emboutissage.

Selon l'invention, le laminage à froid a lieu entre la température ambiante et 200°C. Il est effectué avec un taux de réduction de 2 à 20% (de préférence entre 5 et 15%). Ce taux de réduction peut être obtenu en une ou plusieurs passes de laminage, mais en une seule séquence de laminage, c'est à dire sans recuit intermédiaire entre les différentes passes. Un ou des recuits intermédiaires gêneraient ou empêcheraient la recristallisation lors du recuit α ou $\alpha + \beta$.

Le recuit effectué après le laminage à froid selon l'invention est effectué à une température de 500 à 800°C, c'est à dire soit dans le domaine α ,

soit dans le domaine $\alpha + \beta$ de l'alliage. Les températures les plus basses de cette gamme sont particulièrement adaptées au cas des alliages à teneur élevée en Nb (supérieure à 0,3% environ). La durée du recuit dépend du niveau de déformation subi par le produit lors du laminage et du type de l'installation de recuit (qui peut être continue ou statique).

L'invention sera mieux comprise à l'aide de la description qui suit, donnée en référence aux figures annexées suivantes :

- le figure 1 qui montre un exemple de structure métallurgique en lumière polarisée d'un échantillon d'alliage de zirconium après trempe β ;
- la figure 2 qui montre de la même façon cet échantillon après laminage à froid ;
- la figure 3 qui montre de la même façon cet échantillon après laminage à froid et recuit, ayant donc subi toutes les étapes du procédé selon l'invention ;
- la figure 4 qui montre des figures de pôles d'un échantillon à l'état brut de trempe β (fig. 4a), et après un laminage à froid à 16% de taux de réduction et un recuit (fig. 4b).

Pour mettre en œuvre l'invention, on commence par élaborer un produit plat en alliage de zirconium par des étapes classiques de fusion d'un lingot, généralement forgeage du lingot, laminage à chaud, le cas échéant en plusieurs passes éventuellement séparées par des traitements thermiques, généralement laminage(s) à froid et recuit(s), et enfin trempe β du matériau obtenu ; puis selon l'invention on exécute un laminage à froid et un recuit.

La composition de l'alliage peut correspondre, pour ses principaux éléments, à toutes sortes de classes d'alliages de zirconium habituellement utilisés pour fabriquer des éléments d'assemblage combustibles pour réacteurs nucléaires, en particulier des boîtiers de réacteurs à eau bouillante. Des exemples de telles classes ont été définis dans le préambule de la description. De manière générale, l'invention est applicable aux alliages de zirconium renfermant au moins 95% de zirconium. En deçà de 95%, il y a un risque élevé de ne pas obtenir les structures et les propriétés recherchées.

Pour toutes ces classes d'alliages, la trempe β a pour résultat l'obtention d'une structure aciculaire. Selon, en particulier, le niveau des impuretés présentes, cette structure peut présenter un caractère de vannerie plus ou moins marqué. Mais un tel caractère n'est pas particulièrement recherché dans le procédé selon l'invention, puisque de toute façon le laminage à froid qui va suivre modifie considérablement la structure en cassant la structure aciculaire.

La figure 1 montre la microstructure d'un échantillon de Zircaloy 4 de composition Sn = 1,44% , Fe = 0,21%, Cr = 0,11%, O = 0,12%, Si = 40ppm, le reste étant du Zr et les impuretés habituelles, obtenu à partir d'un lingot de 660mm de diamètre ayant subi des traitements de mise en forme classiques (forgeage à 100mm d'épaisseur, laminage à chaud à 5mm d'épaisseur, recuit et plusieurs cycles de laminage à froid-recuit, qui lui ont conféré une épaisseur de 2,50mm, ainsi qu'une trempe β effectuée par chauffage infra-rouges à une température maximale de 1110°C, maintien en phase β pendant 93s et refroidissement à 2-5°C/s jusqu'à la température ambiante.

On voit que cette microstructure est typique d'un état suivant une trempe β, avec un mélange de platelets parallèles et de vannerie. Dans l'exemple représenté, on observe aussi de nombreuses macles, mais cela peut provenir du processus de préparation de l'échantillon, ou du bobinage qui a suivi la trempe β.

Le figure 2 montre l'échantillon de ce même métal trempé β, après qu'il a subi un laminage à froid selon l'invention effectué à température ambiante et avec un taux de réduction de 12% en une passe. Ce laminage à froid à permis de casser les aiguilles de la structure initiale et a augmenté le nombre de macles.

La figure 3 montre un échantillon de ce même métal trempé β, laminé à froid à 12% et recuit à 700°C pendant 1h (recuit α). Il y a eu recristallisation partielle et augmentation du nombre de grains équiaxes (augmentation qui est d'autant plus forte que le taux de réduction est élevé), ainsi qu'une disparition des macles.

Le tableau 1 montre les facteurs de Kearns FR, FT et FL mesurés à la suite d'analyses des textures des différents échantillons à l'état suivant la trempe β, suivant le laminage à froid (LAF) et suivant le recuit α :

Etat métallurgique	Taux de réduction au LAF(%)	FR	FT	FL
après trempe β	0	0.319	0.335	0.346
Après LAF	5	0.367	0.317	0.316
	8	0.415	0.315	0.27
	12	0.475	0.293	0.232
	16	0.471	0.322	0.207
Après LAF et recuit α	5	0.444	0.297	0.259
	8	0.424	0.314	0.262
	12	0.478	0.332	0.19
	16	0.499	0.317	0.184

Tableau 1

On constate que dans cet exemple, l'isotropie de l'échantillon, qui était quasi-parfaite après la trempe β, n'a été que relativement peu dégradée par le laminage à froid et le recuit α qui ont suivi.

Les figures de pôles de ces échantillons montrent quelques pôles accusés, dont deux dans le plan normal-transversal à environ 30° de la direction normale qui ne disparaissent pas quels que soient le taux de réduction du laminage à froid et les conditions de recuit. En revanche, il y a une diminution significative des pôles sur l'axe C à 90° de la direction normale dès les taux de réduction relativement faibles de 2%, et une disparition totale de ces pôles dès 5% de taux de réduction. La figure 4 montre de telles figures de pôles, obtenues sur les échantillons à l'état suivant la trempe β (figure 4a) et à l'état laminé à froid avec un taux de réduction de 16% et recuit (figure 4b).

La structure des échantillons selon l'invention présente des orientations plus aléatoires que dans l'art antérieur.

Au-delà de 20% de taux de réduction, l'isotropie est trop dégradée. Pour assurer une isotropie satisfaisante dans tous les cas, il est conseillé de ne pas dépasser des taux de réduction de 15%.

Du point de vue des propriétés mécaniques, on a effectué des comparaisons entre :

- un échantillon A conforme à l'art antérieur en ce que :
  - sa composition était Sn = 1,33% ; Fe = 0,16% ; Cr = 0,10% ; Ni = 0,065% ; O = 0,12%, le reste étant du Zr et les impuretés habituelles ;
  - il a subi, après une trempe β, un recuit α à 750°C pendant 3 minutes ; et
- un échantillon B élaboré par le procédé selon l'invention, en ce que :
  - sa composition était la même que celle de l'échantillon A
  - il a subi une trempe β, un laminage à froid à température ambiante avec un taux de réduction de 10%, puis un recuit α à 750°C pendant 3 minutes.

Des tests de caractérisation mécanique ont été pratiqués à température ambiante, et leurs résultats sont regroupés dans le tableau 2.

		Echantillon A (référence)	Echantillon B (invention)
Résistance à la traction (MPa)	Sens long	520,7	518,0
	Sens travers	522,3	528,3
Limite d'élasticité conventionnelle 0,2% (MPa)	Sens long	394,0	408,7
	Sens travers	411,3	445 ,0
Allongement à la rupture (%)	Sens long	24,0	24,3
	Sens travers	22,1	23,0
Rugosité Ra (µm)	Sens long	0,45	0,21
	Sens travers	0,46	0,19

Tableau 2

Il ressort de ces résultats que dans le cas de l'utilisation de l'invention, la résistance à la traction en sens travers augmente en même temps que l'allongement à la rupture, alors que l'on observe habituellement une

variation inverse de ces deux grandeurs. Par ailleurs, la résistance à la traction en sens long n'est pas affectée de façon réellement significative par le traitement selon l'invention.

L'invention a également permis une diminution de moitié de la rugosité de l'échantillon.

On note également que la capacité de pliage pour le rayon 3e n'est pas détériorée par le traitement selon l'invention.

Globalement, les propriétés mécaniques de produits plats (tôles ou feuillards), obtenus par le procédé selon l'invention leur confèrent une meilleure déformabilité et emboutissabilité que les produits plats de l'art antérieur. Ils sont ainsi mieux adaptés notamment à la fabrication, par différents procédés de formage, de pièces entrant dans la composition des assemblages combustibles pour réacteurs de centrales nucléaires, puisque par ailleurs, leur isotropie n'est que peu ou pas dégradée par rapport aux produits plats de l'art antérieur.

Une application privilégiée de l'invention est la réalisation de boîtiers pour réacteurs à eau bouillante. Les grilles et tubes centraux peuvent également avantageusement être obtenus à partir de produits plats élaborés par le procédé selon l'invention.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium, caractérisé en ce que :

- on élabore et on coule un lingot d'alliage de zirconium contenant au moins 95% en poids de zirconium, comportant les éléments d'alliage et les impuretés habituels ;

- on met en forme ledit lingot pour obtenir un produit plat ;

- on soumet ledit produit plat à une opération de trempe β, dont les conditions sont déterminées en vue de l'obtention au sein du produit plat d'une structure aciculaire à l'issue de ladite trempe β ;

- on soumet ledit produit plat, après la trempe β, à une opération de laminage effectuée en une seule séquence de laminage sans recuit intermédiaire, ledit laminage étant effectué à une température comprise entre la température ambiante et 200°C, avec un taux de réduction compris entre 2 et 20% ;

- et on soumet ledit produit plat laminé à un traitement de recuit dans le domaine α ou $\alpha + \beta$ effectué entre 500 et 800°C pendant 2 minutes à 10 heures.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,07 – 0,20% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; Ni = 0,03 – 0,08% ; O = 900 – 1600ppm.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,18 – 0,24% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; O = 900 – 1600ppm.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Sn = 0,5 – 2% ; Nb = 0,5 – 2% ; Fe = 0,1 – 0,5% .

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Sn = 0,5 – 2% ; Fe = 0,1 –1% ; Cr = 0,1 – 1,2%.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Nb = 1,5 – 3,5% ; Sn = 0,5 – 2%.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le laminage suivant la trempe β est effectué avec un taux de réduction de 5 à 15%.

8. Produit plat en alliage de zirconium, caractérisée en ce qu'il est obtenu par le procédé suivant l'une des revendications 1 à 7.

9. Elément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire à eau légère, caractérisé en ce qu'il est obtenu par mise en forme d'un produit plat selon la revendication 8.

10. Elément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste en un boîtier de réacteur nucléaire à eau bouillante.

11. Elément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste en une grille de réacteur à eau bouillante.

12. Elément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste en une grille de réacteur à eau pressurisée.

13. Elément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste en un tube central délimitant les chemins de circulation de l'eau.

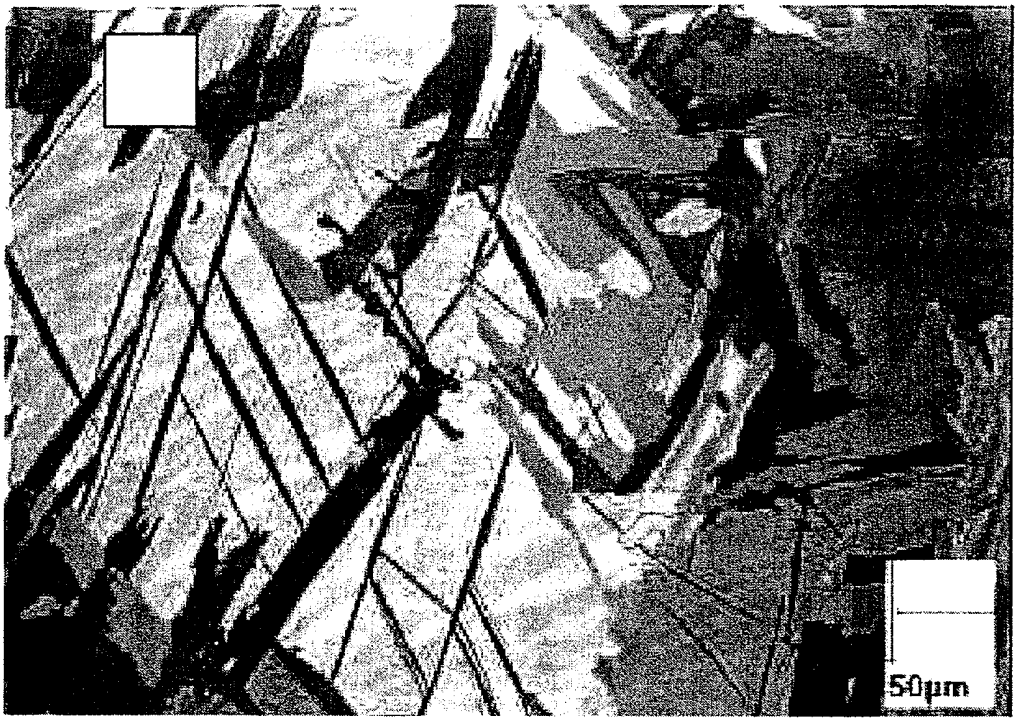


FIG.1

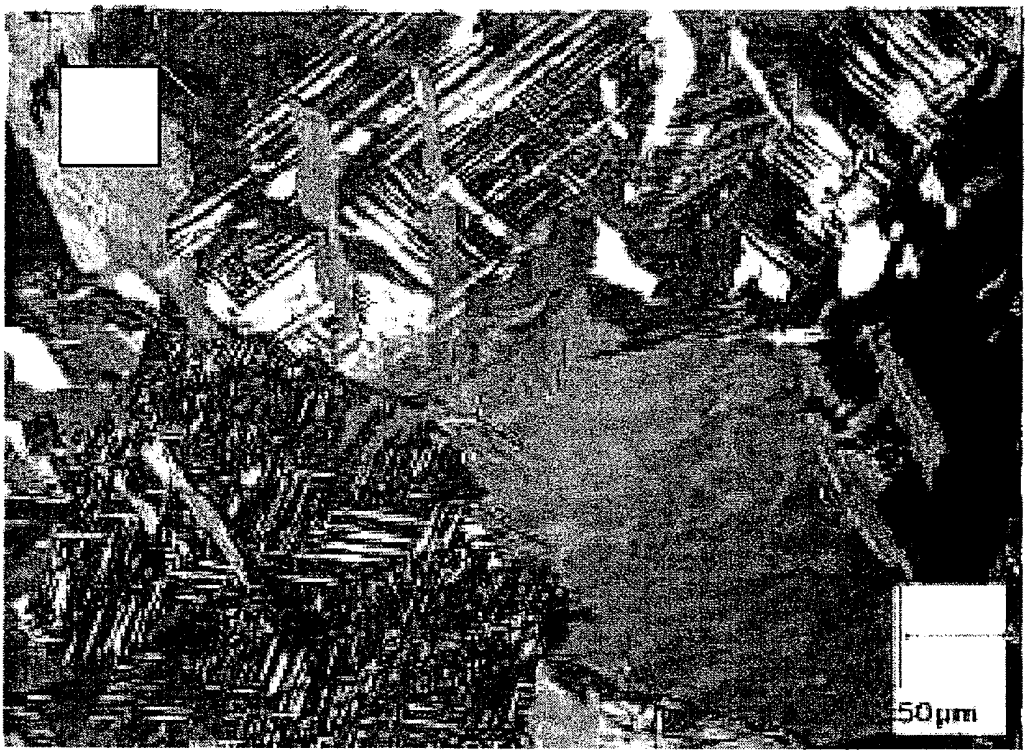


FIG.2

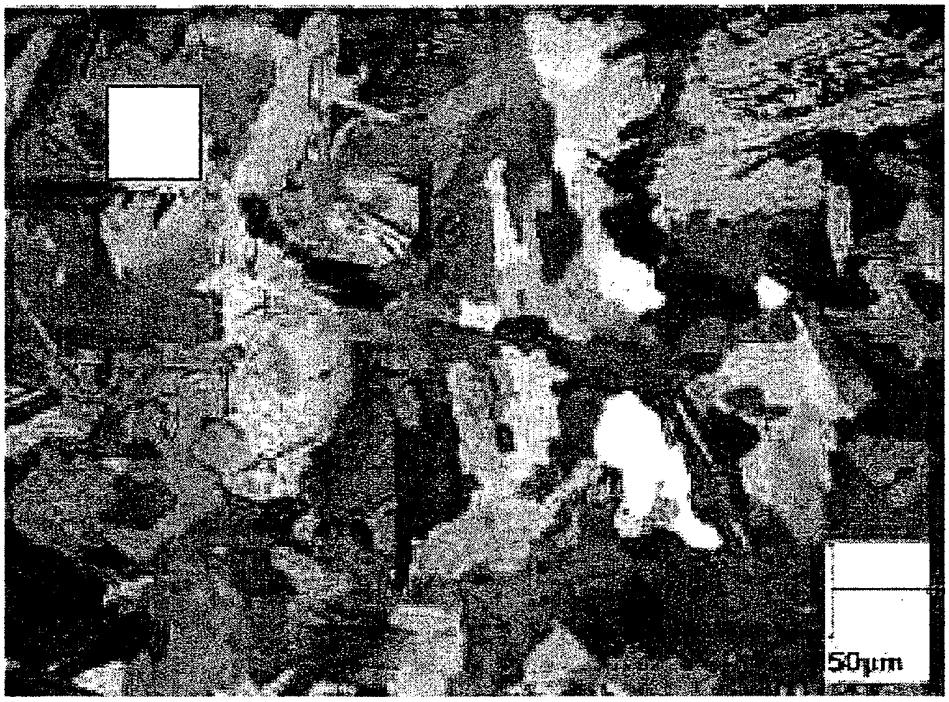


FIG.3

Figure de pôle calculée 002

Figure de pôle calculée 100

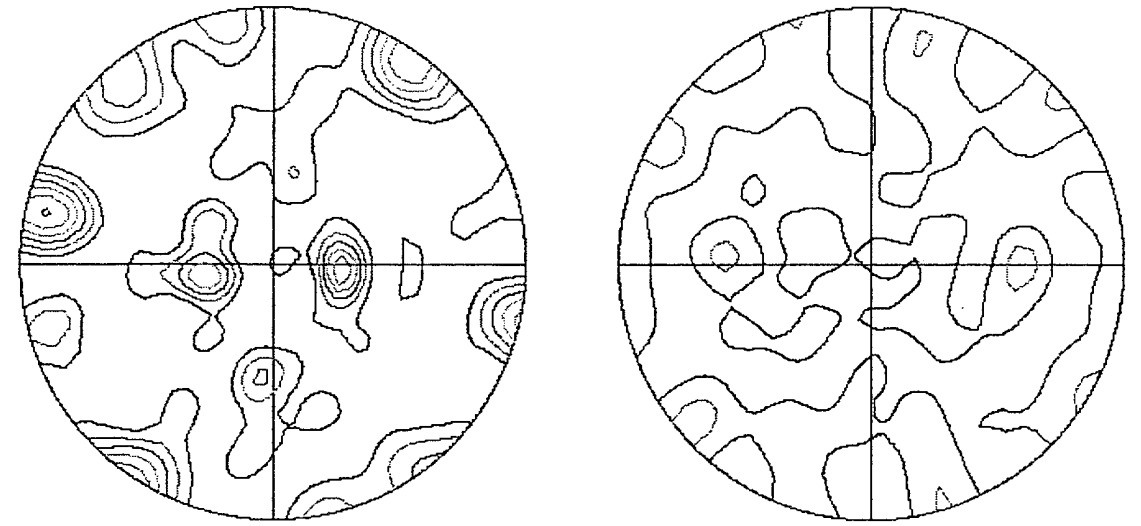


FIG.4a

Figure de pôle calculée 002

Figure de pôle calculée 100

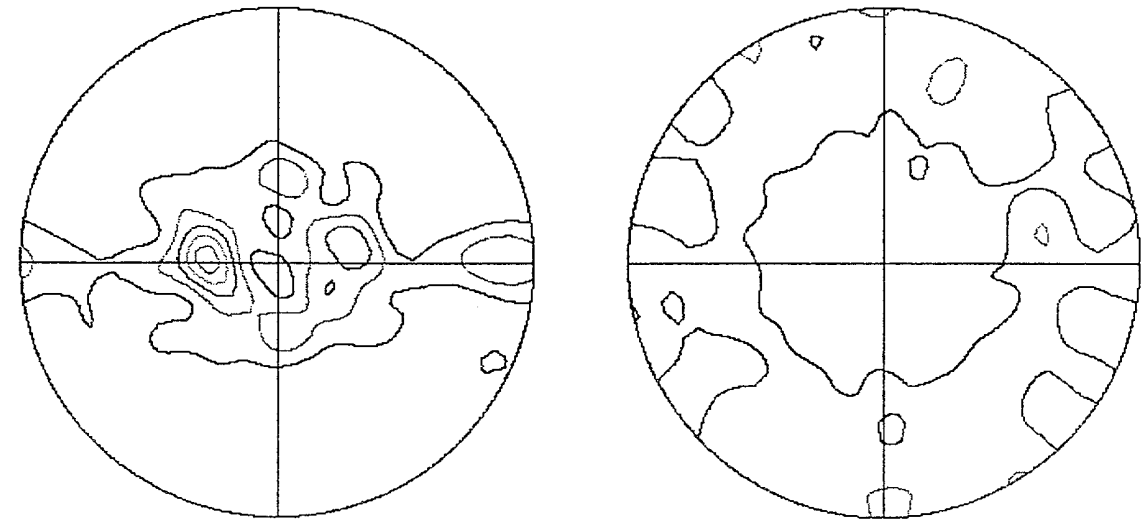


FIG.4b

INPI
INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement national

FA 639645
FR 0309474

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		
A	WO 97 40659 A (ASEA ATOM AB ;DAHLBAECK MATS (SE)) 6 novembre 1997 (1997-11-06) ---		C22F1/18 G21C3/07 C22C16/00
A	EP 0 795 618 A (HITACHI LTD) 17 septembre 1997 (1997-09-17) ---		
A	EP 0 647 724 A (CEZUS CO EUROP ZIRCONIUM) 12 avril 1995 (1995-04-12) ---		
A	FR 2 303 865 A (ASEA ATOM AB) 8 octobre 1976 (1976-10-08) ---		
A	FR 2 673 198 A (CEZUS CO EUROP ZIRCONIUM) 28 août 1992 (1992-08-28) -----		

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)

C22F
C22C

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
5 mars 2004	Chebeleu, A

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

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 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

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0309474 FA 639645

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 05-03-2004
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
WO 9740659	A	06-11-1997	DE	69706623 D1	18-10-2001
			DE	69706623 T2	27-06-2002
			EP	0835330 A1	15-04-1998
			ES	2162287 T3	16-12-2001
			JP	11509634 T	24-08-1999
			WO	9740659 A1	06-11-1997
			US	6149738 A	21-11-2000
EP 0795618	A	17-09-1997	JP	9249927 A	22-09-1997
			DE	69702222 D1	13-07-2000
			DE	69702222 T2	26-10-2000
			EP	0795618 A1	17-09-1997
			US	5862194 A	19-01-1999
EP 0647724	A	12-04-1995	FR	2711147 A1	21-04-1995
			DE	69416071 D1	04-03-1999
			DE	69416071 T2	27-05-1999
			EP	0647724 A1	12-04-1995
			ES	2126729 T3	01-04-1999
			JP	2862484 B2	03-03-1999
			JP	7150315 A	13-06-1995
			KR	264824 B1	01-09-2000
			US	5478419 A	26-12-1995
FR 2303865	A	08-10-1976	SE	391952 B	07-03-1977
			SE	394201 B	13-06-1977
			BE	839319 A1	01-07-1976
			DE	2608824 A1	23-09-1976
			DK	106376 A	15-09-1976
			ES	445976 A1	16-10-1977
			FI	760638 A ,B,	15-09-1976
			FR	2303865 A1	08-10-1976
			GB	1537930 A	10-01-1979
			IT	1057731 B	30-03-1982
			JP	51116106 A	13-10-1976
			NL	7602275 A	16-09-1976
			NO	760851 A ,B,	15-09-1976
			SE	7502865 A	15-09-1976
			SE	7511523 A	16-04-1977
FR 2673198	A	28-08-1992	FR	2673198 A1	28-08-1992
			US	5256216 A	26-10-1993

EPO FORM P0465