

(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
20 avril 2006 (20.04.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/040501 A1

(51) Classification internationale des brevets :
B22D 11/00 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2005/050846

(22) Date de dépôt international :
13 octobre 2005 (13.10.2005)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0410918 15 octobre 2004 (15.10.2004) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **COM-
MISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE** [FR/FR];
31-33 rue de la Fédération, F-75752 PARIS 15ème (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **ADE-
NOT-ENGELVIN, Anne-Lise** [FR/FR]; 80 rue Lakanal,
F-37000 TOURS (FR). **BERTIN, Frédéric** [FR/FR];
114, Quai Paul Bert, F-37100 TOURS (FR). **HERVE,
Vincent** [FR/FR]; 51 Bis rue du Moulin-Rouge, F-41200
ROMORANTIN (FR).

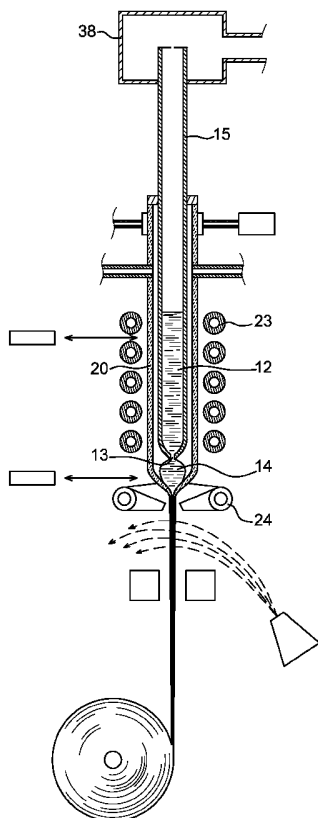
(74) Mandataire : **POULIN, Gérard**; BREVATOME, 3, rue
du Docteur Lancereaux, F-75008 PARIS (FR).

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

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR CONTINUOUSLY PRODUCING GLASS-SHEATHED METAL WIRES BY SUPPLYING METAL PARTICLES

(54) Titre : PROCÉDE ET DISPOSITIF DE FABRICATION EN CONTINU DE FILS METALLIQUES GAINES DE VERRE PAR ALIMENTATION DE PARTICULES METALLIQUES



(57) Abstract: The inventive method for continuously and in a highly even manner producing a glass-sheathed metal wire is based on the TAYLOR-ULITOVSKY principle. The feeding of the melting baths (12) through a guiding tube (45) is carried out by means of a controllable distribution system (40) which makes it possible to introduce, in a highly event and accurate manner, metal particles at a rate related to a producible wire rate without interfering with the molten metal bath (14). The inventive system is advantageously complemented with a vacuum system (38), a polymer (30), a magnet (47), a system (25) for automatically advancing a glass tube (20), a winding system (11) and a water jet (34). Said invention is suitable for producing metal wires, in particular ferromagnetic glass-sheathed metal wires.

(57) Abrégé : Le procédé permet de fabriquer en continu et de façon très régulière un fil métallique gainé de verre sur la base du principe TAYLOR-ULITOVSKY. L'alimentation du bain de fusion (12) par le tube de guidage (45) se fait au moyen d'un système de distribution régulée (40) permettant l'introduction de façon très régulière et précise de particules métalliques à un débit en relation avec le débit de fil à étirer sans perturber le bain de métal en fusion (14). Le système se complète avantageusement d'un système de dépression (38), d'un pyromètre (30), d'un aimant (47), d'un système d'avance automatique (25) du tube de verre (20), d'un système d'enroulement (11) et d'un jet d'eau (34). Application à la fabrication des fils métalliques et en particulier ferromagnétiques gainés de verre.

WO 2006/040501 A1



OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

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

Publiée :

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

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

PROCEDE ET DISPOSITIF DE FABRICATION EN CONTINU
DE FILS METALLIQUES GAINES
DE VERRE PAR ALIMENTATION DE PARTICULES METALLIQUES

DESCRIPTION

Domaine de l'invention

L'invention concerne la fabrication en continu et stable de fils métalliques gainés de verre, et en particulier lorsque les deux matériaux constitutifs du fil sont chauffés et fondus pour être étirés en continu dans leur forme définitive.

Art antérieur et problème posé

Tous les procédés de l'art antérieur, pour fabriquer des fils métalliques gainés de verre, se fondent sur un procédé élaboré et décrit, la première fois, par TAYLOR-ULITOVSKY en 1924. Il consiste dans le principe suivant.

En référence à la figure 1, on introduit, au préalable, une certaine quantité de métal dans un tube de verre 5 fermé à sa base. La partie inférieure de ce tube en verre 5 est placée au voisinage d'un inducteur à haute fréquence 24, ce qui conduit à la fusion du métal 4 placé dans le tube de verre. Le verre se ramollit par conduction thermique. L'opération de coulée du microfilament, constitué du fil métallique dans sa gaine de verre 5, est amorcée manuellement à l'aide d'un capillaire. Le fil 1 ainsi initié est

ensuite placé sur un dispositif d'enroulement 11, de façon à être étiré continûment. Pour définir et obtenir les propriétés du fil 1, il faut stabiliser les différents paramètres du procédé tels que la température du bain de métal en fusion 4, la vitesse de bobinage et la vitesse d'avance du tube en verre 5 obtenu au moyen d'un dispositif d'avance 6. Lors de l'étirage du fil, la température du bain de métal en fusion 4 peut être mesurée par un pyromètre 30. Le réglage de cette température s'effectue par un système de dépression 8 associé au tube en verre 5. Lorsque l'on modifie cette dépression (de l'ordre de 300 Pa) à l'intérieur du tube de verre 5, le bain métallique 4 est rapproché ou éloigné de la zone de chauffage la plus intense de l'inducteur 24 et par conséquent sa température diminue. Ce paramètre influe sur les caractéristiques géométriques de la manière suivante : plus la température du métal en fusion est élevée, plus le diamètre métallique du fil 1 obtenu est réduit. Un système de bobinage 11 contenant trois supports de bobines est associé au procédé de tirage. Il s'agit d'un système de carrousel automatique prévu pour effectuer le changement d'une bobine à une autre sans engendrer la rupture du fil. On peut fixer des vitesses de bobinage variant de 0,3 à 40 m/s, influençant directement les propriétés géométriques du fil 1. Les diamètres du coeur métallique et total du fil 1 diminuent lorsque la vitesse de bobinage augmente. Le dispositif d'avance 6 est mis en place pour le centrage et l'avance verticale du tube en verre 5. Les vitesses d'avance sont réglables de 0,5 à 5 mm/min et font

évoluer les diamètres du coeur métallique et total du fil 1 de façon linéaire. Des fils, dont le diamètre total peut varier de 6 à 25 μm et plus, avec un coeur métallique pouvant aller de 2 à 18 μm , sont couramment obtenus par ce procédé de mise en forme.

Plusieurs voies ont été développées pour assurer un tirage ininterrompu du fil, pendant une période prolongée. On cite ainsi le document de brevet français FR-1 361 929, consistant à utiliser une baguette métallique servant à l'apport de métal dans le tube et reliée à un mécanisme d'avance vertical. Un procédé dérivé a été imaginé et est décrit dans le brevet russe SU 0 888 075. Celui-ci utilise deux inducteurs en haute fréquence permettant d'alimenter le bain de fusion par une goutte de métal.

Enfin, en référence à la figure 2, le procédé et le dispositif de fabrication décrits dans la demande de brevet français 2 823 744 décrit un dispositif qui est composé de deux inducteurs 23 et 24 à haute fréquence, placés l'un au-dessus de l'autre, autour du tube de verre 20. L'un est placé dans la partie inférieure et permet le chauffage du bain de métal en fusion 14 et l'autre est placé dans la partie supérieure, autour du tube de verre 20 et permet le maintien constant en température d'une réserve de métal à l'état liquide 12. Cette réserve de métal liquide 12 est placée dans un tube en quartz 15 terminé par une buse 13, de manière à alimenter en continu le bain de métal en fusion 14. Ainsi, l'alimentation en métal s'effectue en plaçant la réserve de métal liquide en contact avec le bain de métal en fusion 14. En agissant

sur un système de dépression 38 lié à la réserve de métal liquide 14, on peut ainsi faire écouler la quantité de métal recherchée.

Ce procédé présente, toutefois, des difficultés techniques de réalisation. En effet, l'utilisation d'un chauffage par induction pour la réserve de métal liquide 12 provoque une abrasion des parois du tube d'alimentation 15 par les courants de matière, c'est-à-dire le brassage électromagnétique, créé dans le bain de métal en fusion. Les particules de quartz arrachées aux parois du métal d'alimentation 15 se retrouvent donc au niveau de la buse 13 qu'elles obstruent, rendant impossible le contrôle de la descente du métal de la réserve métallique en fusion.

De plus, le contrôle par dépression du métal liquide dans la réserve de métal liquide 12 est techniquement très difficile à maîtriser. En effet, les régulations de pression de quelques Pascals, nécessaires pour le dosage, sont très délicates à réaliser en raison des courants de gaz chauds au-dessus de la réserve de métal liquide 12. De plus, l'utilisation des deux inducteurs 23 et 24 pose des problèmes de couplage d'un inducteur sur l'autre. Enfin, la désoxydation du tube d'alimentation 15 provoque une pollution du métal, lors d'une durée de production prolongée.

Tous ces procédés d'alimentation en continu présentent des inconvénients, en ce sens, qu'ils peuvent provoquer des effets préjudiciables sur le processus de tirage du fil gainé. Les risques majeurs à éviter sont :

- un apport de métal incontrôlé et non reproductible, entraînant des perturbations dans le bain de métal en fusion et donc des variations importantes sur la géométrie des fils ;

- des jaillissements de métal, lors de l'apport de métal ;

- la pollution de l'alliage sur le long terme ; et

- la rupture du fil, ce qui oblige la réinitialisation du processus.

Le but de l'invention est donc de remédier à ces inconvénients.

Il existe, dans l'art antérieur, différentes techniques permettant d'obtenir des particules de métal susceptibles d'être utilisées dans des dispositifs de l'art antérieur. Il s'agit de l'atomisation par un jet de gaz neutre ou très peu oxydant sous haute pression, de l'atomisation par électrode tournante, du forgeage, du broyage mécanique, de l'usinage (plus précisément du tournage et du fraisage), et la réalisation de ruban par hypertrempe sur roue.

Résumé de l'invention

A cet effet, un premier objet principal de l'invention est un procédé de fabrication en continu et stable d'un fil métallique, gainé de verre, consistant à :

- introduire du métal dans un tube de verre à l'intérieur duquel est placé un tube destiné à l'apport de métal, fixe par rapport au tube de verre mobile, de

diamètre externe inférieur au diamètre interne du tube de verre, totalement inerte vis-à-vis d'un bain de métal en fusion, ne se ramollissant pas à la température de travail du métal, et destiné à recevoir le métal nécessaire à la fabrication du fil métallique gainé de verre, son extrémité se trouvant à une petite distance déterminée du bain de métal en fusion ;

- chauffer le métal jusqu'à sa fusion à l'intérieur du tube de verre, dans sa partie inférieure, dans le but de créer un bain de métal fondu, le ramollir et l'alimenter en continu, de façon à ce que ces dimensions restent sensiblement constante pendant l'étirage du fil ;

- étirer de façon continue l'assemblage constitué du métal fondu entouré de verre issu de la partie inférieure du tube de verre, tout en faisant descendre petit à petit le tube de verre, au fur et à mesure qu'il est consommé par l'étirage du fil gainé obtenu.

Selon l'invention, le procédé consiste, pendant la fabrication en continu du fil, à alimenter en métal de façon continue et régulière au moyen d'un système de distribution régulée de particules de métal et par l'intermédiaire du tube destiné à l'apport de métal qui est un tube de guidage pour les particules vers le bain de fusion.

Un deuxième objet principal de l'invention est un dispositif de fabrication en continu d'un fil métallique gainé de verre, au moyen d'un tube de verre fermé à sa base, et de diamètre déterminé, comportant principalement :

- un tube destiné à l'apport de métal, placé dans un tube de verre contenant une masse métallique, de diamètre externe inférieure au diamètre interne du tube de verre et ne se ramollissant pas à la température de fusion du métal à fondre, ce tube possédant une extrémité inférieure placée très près du bain de métal en fusion ;

- des moyens de chauffage pour fondre une masse métallique placée dans le tube de verre et maintenir le bain de métal en fusion formé en ramollissant une partie inférieure du tube de verre ;

- des moyens de mise en déplacement du tube de verre pour le faire descendre progressivement, au fur et à mesure qu'il est consommé par l'étirage du fil.

Selon l'invention, le dispositif comprend un système de distribution régulée de particules de métal pour alimenter le bain métallique de façon continue et régulière en cours de tirage, le tube destiné à l'apport de métal est un tube de guidage des particules vers le bain de métal en fusion.

Pour compléter un tel dispositif, on utilise :

- des moyens de jets d'eau pour effectuer la trempe du fil métallique gainé qui vient d'être étiré ;

- un système de bobinage du fil fabriqué ;

- des moyens de dépression pour réguler l'écoulement du métal ; et

- des moyens de contrôle de la température par un pyromètre.

Dans une première réalisation préférentielle de l'invention, le système de distribution régulée est constituée par un doseur à axe tournant.

Dans une deuxième réalisation, ce système de distribution régulée est constituée par une découpeuse automatique de rubans.

Dans une troisième réalisation du dispositif, le système de distribution régulée est constitué par un doseur à vis sans fin.

Dans une quatrième réalisation, le système de distribution régulée est constitué par un doseur vibrant.

Enfin, dans une cinquième réalisation, le système de distribution régulée est constitué par un doseur à bande crantée.

Liste des figures

L'invention et ses différentes caractéristiques techniques seront mieux comprises à la lecture de la description suivante, accompagnée de plusieurs figures représentant respectivement :

- figure 1, déjà décrite, en coupe un dispositif de la fabrication en continu de fil métallique gainé selon le principe de TAYLOR-ULITOVSKY ;

- figure 2, déjà décrite, en coupe, un dispositif de fabrication en continu de fil métallique, selon l'art antérieur ;

- figure 3, en coupe, une première réalisation du dispositif de fabrication en continu de fil métallique selon l'invention ;
- figure 4, en coupe, une deuxième réalisation du dispositif selon l'invention ;
- figure 5, une troisième réalisation du dispositif selon l'invention ;
- figure 6, une quatrième réalisation du dispositif selon l'invention ;
- figure 7, une cinquième réalisation du dispositif selon l'invention ; et
- figure 8, une sixième réalisation du dispositif selon l'invention.

Description détaillée de trois réalisations de l'invention

Le procédé selon l'invention est basé sur le tirage de fil selon le procédé de TAYLOR-ULITOVSKY, avec une alimentation du bain de métal en fusion par apport de particules de métal solide et dont la masse individuelle représente moins de 0,5 % de la masse de métal en fusion. Le débit d'alimentation en particules est fonction de la consommation de métal, lors du tirage du fil. Il doit être ajustable, ce que permet un système de distribution régulé de particules associé au procédé de fabrication. Le procédé selon l'invention permet de produire des microfilaments métalliques gainés de verre, durant des durées importantes, dans des conditions absolument fixées et stables dans le

temps, limitant les actions de l'opérateur sur le dispositif mettant en oeuvre le procédé.

De plus, ce procédé résout les problèmes rencontrés dans ceux de l'art antérieur. En effet, la fabrication des particules reste facile à réaliser pour un coût satisfaisant. Il est ainsi possible de compenser de façon précise et régulière le métal consommé, sans perturber le bain de métal en fusion et ainsi modifier les propriétés géométriques des fils.

Les figures 3 à 8 représentent six réalisations du dispositif selon l'invention et seul le système de distribution des particules de métal change, le reste de l'installation étant le même pour ces six réalisations. En conséquence, cette partie commune ne sera décrite qu'une seule fois, en référence à la figure 3.

En effet, on utilise un tube de verre 20, fermé dans sa partie inférieure et ayant deux extrémités ouvertes 28 et 29 dans sa partie supérieure. La première extrémité ouverte 28 est raccordée au système de dépression 38, tandis que la deuxième 29, constituant l'extrémité supérieure verticale du tube de verre 20 sert à alimenter en particules le bain de métal en fusion 14. Le diamètre interne du tube en verre 20 est compris entre 8 et 50 mm, avec une épaisseur de paroi de 0,8 à 5 mm et une longueur comprise entre 0,5 et 1 m.

Dans le tube de verre 20, on place une masse initiale de métal, de l'ordre d'une dizaine de grammes, suivant les dimensions du tube en verre 20. Ce métal est soit un ensemble de morceaux d'alliage massif, soit

composé d'une certaine quantité de particules métalliques utilisées pour l'alimentation. Le tube en verre 20 est ensuite fixé dans des moyens de mise en déplacement 25 pour faire descendre celui-ci progressivement.

Le dispositif se complète d'un inducteur 24 placé en dessous du tube de verre, de façon centrée, de manière à pouvoir chauffer avec un rendement maximal le bain de métal en fusion 14 placé dans la partie inférieure du tube de verre 20. Un pyromètre 30 est également utilisé à ce niveau pour contrôler la température. Le dispositif se complète par un jet d'eau 34 qui permet la trempe du fil métallique gainé 10 ainsi fabriqué, celui-ci étant stocké automatiquement sur un dispositif d'enroulement 11.

Selon l'invention, on utilise un tube de guidage 45 qui possède un diamètre externe inférieur au diamètre interne du tube de verre 20 et est placé à l'intérieur de celui-ci, ce tube de guidage 45 n'étant pas destiné à contenir une réserve de métal liquide. Un joint à presse étoupe 33 est ainsi utilisé pour le centrer dans la partie supérieure du tube de verre 20. Cela permet au tube de verre 20 de glisser par rapport au tube de guidage 45. L'extrémité inférieure du tube de guidage 45 aboutit juste au-dessus du bain de métal en fusion 14. Selon l'invention, le tube de guidage 45 possède une partie supérieure placée à la sortie d'un doseur à axe tournant 41 enfermé dans un caisson 49 et alimenté par une trémie 42 dans laquelle se trouvent des particules de métal. L'ensemble constitue le système de distribution régulée, référencée 40.

Des particules de métal sont ainsi envoyées dans le tube de guidage 45, descendent dans celui-ci pour alimenter le bain de métal en fusion 14.

La variante de réalisation décrite à la figure 4 ne concerne que le système de distribution régulée, référencé 50 pour celle-ci. Ce dernier comprend un moteur 51 dont la vitesse de l'arbre de sortie 53 est relativement lente. Cet arbre de sortie 53 entraîne en rotation, autour d'un axe rainuré, un dispositif à axe tournant 54 placé en dessous d'une trémie 52 contenant les particules de métal à envoyer dans le tube de guidage 45, ce dernier étant complètement droit. Dans ce cas, à titre d'exemple, les particules de métal sont avantageusement des billes d'un diamètre égal à environ 1,5 mm, représentant 15 mg de métal. En faisant tourner le moteur 51 à la vitesse de 15,3 tours par minute, l'axe rainuré entraîne les particules et il est ainsi possible d'alimenter le bain de métal 14 avec 230 mg de métal par minute.

La troisième réalisation envisagée du système de distribution régulée est représentée à la figure 5, sous la référence 60. Plus précisément, celui-ci est constitué d'une découpeuse automatique de rubans comprenant une bobine de ruban 61 de laquelle est déroulé un ruban 62 qui est inséré dans un dispositif de découpe automatique de ruban 63, et qui permet donc de fournir des particules plates de métal, par exemple de longueur de 5 mm minimum, à une vitesse inférieure à 2 découpes par seconde, en fonction du débit de consommation de métal désiré. Les découpes sont très précises, reproductibles et répétables, à 100 µm près.

La figure 6 représente une quatrième réalisation du système de distribution régulée, qui est un doseur à vis sans fin 70. Ce dernier comprend un moteur régulé en vitesse 71, entraînant une vis sans fin 73 alimentée en particules métalliques par une trémie 72 et dont l'extrémité aboutit au-dessus d'un tube de guidage 45.

La figure 7 représente une cinquième réalisation du système de distribution régulée, sous la forme d'un doseur vibrant 80. Celui-ci utilise également un moteur régulé en vitesse 81, entraînant en vibrations une gouttière 83 par l'intermédiaire d'un dispositif vibrant 84. Une trémie 82 alimente en particules métalliques la gouttière. L'extrémité de cette dernière se trouve au-dessus du tube de guidage 45.

La sixième et dernière réalisation décrite du système de distribution régulée est décrite à la figure 8 et met en oeuvre un dispositif à courroie crantée 90. Celui-ci utilise un moteur régulé en vitesse 91, entraînant une courroie crantée 93 sans fin. Celle-ci est alimentée par une trémie 92, chaque particule métallique tombant dans un cran de la courroie crantée 93 qui constitue pour chacune de ces particules un moyen d'entraînement. Ce dispositif est utilisable pour faire avancer à faible vitesse les particules à un débit recherché.

Dans le procédé mis en oeuvre dans les dispositifs décrits, les particules de métal utilisées peuvent avoir différentes formes géométriques, c'est-à-dire sphériques, poudre, bille, filaires,

rubans, ou quelconque (broyats, plates, paillettes). Leur forme est directement liée au mode de fabrication utilisé et choisi en fonction du système de distribution utilisé en aval. Afin que le procédé en continu fonctionne dans de bonnes conditions, il est préférable que la masse d'une particule apportée soit comprise entre 0,5 et 30 mg pour une masse initiale du bain de métal en fusion de 6 grammes, soit 0,01 à 0,5 % de la masse initiale du métal en fusion présente dans le tube de verre 20. Si la masse d'une particule apportée est trop faible, par exemple inférieure à 0,5 mg, le transfert de matière entre les particules, à température ambiante, et le bain de métal en fusion ne s'effectue pas, en raison d'un mauvais transfert thermique. Cela est dû principalement au couplage insuffisant de la particule avec le champ électromagnétique créé par l'inducteur 24. Le couplage de cette particule est fonction de la fréquence de l'inducteur 24, de la dimension et de la forme de la particule. Par exemple, pour une fréquence d'inducteur de l'ordre de 400 kHz, un bon couplage est obtenu avec l'utilisation de particules sphériques de dimensions supérieures à 0,5 mm de diamètre. Si la masse d'une particule apportée est trop importante, par exemple supérieure à 30 mg, on observera des perturbations thermiques dans le bain de métal en fusion, par exemple des variations de température supérieure à 10°C entraînant des variations géométriques importantes sur le diamètre des fils, ou des jaillissements de métal liquide dus aux chocs des particules sur le bain de métal en fusion.

Concernant la composition des particules, on note que, pour éviter l'arrêt intempestif du procédé de fabrication du fil, il est important de définir un taux d'oxygène à respecter pour qu'il n'y ait pas d'oxydation des particules de métal dans le bain de métal en fusion. A cet effet, on peut proposer, pour un alliage de cobalt, de fer, de silicium et de bore, un taux limite d'oxygène de 500 parties par million (ppm), à ne pas dépasser et à respecter, lors de la réalisation des particules.

On note que, pour des raisons pratiques, il peut être intéressant d'utiliser des particules de métal de compositions différentes pour former la composition finale du bain de métal en fusion, donc du fil fabriqué. Il est alors possible, soit d'utiliser en parallèle deux systèmes de distribution régulée, synchronisés, avec des compositions différentes respectives, soit d'utiliser un seul système, mais en respectant en masses égales les particules des deux sortes.

Dans le procédé de fabrication selon l'invention, la réalisation des particules peut être la même que celle existant dans l'art antérieur. On cite, par exemple, l'atomisation par un jet de gaz neutre ou très peu oxydant sous haute pression (poudres), l'atomisation par électrode tournante (poudres), le forgeage (billes), le broyage mécanique, l'usinage (plus précisément du tournage et du fraisage pour obtenir des copeaux), et la réalisation de ruban par hypertrempe sur roue.

Concernant l'alimentation en particules de métal, celle-ci est fonction de la consommation, lors de la production du fil. Il faut donc distribuer les particules en fonction de ce débit de consommation. Ce dernier peut être caractérisé par des intervalles réguliers, entre l'apport d'une ou de plusieurs particules, allant de 2 à 60 secondes. Cet apport doit être effectué en prenant en compte le fait que la masse totale des particules apportées ne doit jamais excéder la limite de 0,5 % de la masse du métal en fusion dans le tube, afin de limiter toute perturbation thermique.

On souligne l'importance de la maîtrise des paramètres géométrique et massique des particules d'apport par rapport au choix du système de distribution régulée utilisé. L'alimentation en métal se doit donc d'être maîtrisée au mieux, afin de compenser correctement la consommation de métal, lors du tirage du fil.

Concernant les différents types de système de distribution régulée utilisés, le choix sera fait en fonction de la masse et de la forme des particules, de la précision et de la reproductibilité du dosage recherché et du coût du dispositif de distribution.

Concernant le guidage des particules, on note qu'il est important de conserver toujours les mêmes trajectoires de celles-ci jusqu'au bain de métal en fusion. Pour cela, le tube de guidage 45 doit posséder un diamètre intérieur, légèrement supérieur à la hauteur des particules apportées. Ensuite, il est nécessaire de régler la distance entre l'extrémité inférieure du tube de guidage 45 et le bain de métal en

fusion 14. Cette distance doit être légèrement inférieure au diamètre des particules apportées. En effet, si ces dernières n'arrivent pas au centre du métal en fusion, elles peuvent arriver dans une zone latérale du tube en verre 20, où le verre est à l'état visqueux et y rester bloquées. Si une de ces particules est présente dans cette zone, ceci peut entraîner des perturbations dans l'écoulement du verre menant à la casse du fil. Donc, en réglant cette distance, on peut assurer le bon transfert des particules vers le bain de métal en fusion. Le tube de guidage 45 doit ainsi supporter des températures proches du bain de métal en fusion. Si la température de ce bain du métal en fusion est de l'ordre de 1 100°C à 1 300°C, le quartz constitue un bon matériau à utiliser pour constituer ce tube de guidage 45.

Pour assurer l'introduction des particules métalliques, un aimant 47 peut être placé autour du tube de verre 20, quelques centimètres au-dessus de l'inducteur 24, si les particules de métal apportées sont magnétiques. En effet, un tel aimant 47 permet de ralentir la chute des particules et donc d'éviter un jaillissement du métal en fusion sur les parois, assurant aussi le bon transfert de matières entre les particules et le bain de métal en fusion. Si elles ne sont pas magnétiques, on peut modifier la forme et le matériau du tube de guidage 45 pour ralentir la chute des particules.

Pour la production du fil en continu selon l'invention, il est utile de vérifier l'étanchéité du montage, pour permettre le contrôle de la température

par les moyens de mise en dépression, puis de fondre la masse du métal initial, afin de former un bain de métal en fusion. Il est également nécessaire de mettre au préalable la bobine réceptrice du système d'enroulement 11 en rotation et de mettre en route le système d'avance 25 du tube de verre 20. Puis, il est nécessaire de fixer la température du bain de métal en fusion à l'aide du système de dépression 38, assisté du pyromètre 30 et de stabiliser ainsi le procédé. Ensuite, il est nécessaire d'utiliser le jet d'eau 34 pour faire une trempe du fil 10. Il est nécessaire de régler le débit du système de distribution régulée en fonction du débit de consommation désiré.

Exemples de mise en oeuvre

Une réalisation prévoit, avec l'utilisation d'un dispositif à axe tournant, en tant que système de distribution régulée, l'utilisation d'un alliage constitué d'un lingot de cobalt, de fer, de nickel, de molybdène, de bore et de silicium d'une densité de 7,5 g par centimètre cube, connue par ailleurs. 6 g de cet alliage sont placés au préalable dans le tube de verre 20 qui est borosilicaté et constitué d'un matériau du type Pyrex 7 740, de 600 mm de long et d'un diamètre interne de 12,6 mm, l'épaisseur de la paroi du verre étant de 1,2 mm. L'inducteur utilisé peut être du type à monospire, légèrement incurvé, d'un diamètre de 50 mm externe et de diamètre intérieur de 8 mm, alimenté par un générateur de fréquence à 440 kHz. Le tube de guidage peut avoir une longueur de 700 mm, un

diamètre externe de 4 mm et un diamètre interne de 2 mm.

Pour le tirage d'un fil dont le diamètre métallique est de 8 μm , dans cet exemple, la température de l'alliage métallique est maintenue à 1 200°C dans le tube de verre, tandis que la vitesse d'avance de ce dernier est de 1,6 mm par minute et la vitesse de bobinage est de 9 m/s. Le fil est tiré dans ces conditions à un diamètre total de 12 μm et un coeur métallique de 8 μm . La consommation de métal, lors du tirage du fil, présente alors un débit moyen de 203 mg/min. Enfin, les particules utilisées sont des poudres sphériques, de la même composition que celle du métal initialement inséré dans le tube de verre et peuvent être obtenues par atomisation à l'eau.

Dans un premier exemple, si on utilise des particules dont la masse est de 15 mg (soit un diamètre moyen de 1,5 mm), l'extrémité inférieure du tube de guidage est mise en place à une distance maximum de 1 mm par rapport au bain de métal en fusion. On règle la vitesse de rotation du moteur du dispositif d'alimentation à 13,3 tr/min pour compenser la consommation de métal de 203 mg/min. Toutes les 4,5 secondes, une particule de métal de 15 mg tombe pour alimenter le bain de métal en fusion pendant une durée de fonctionnement que définit l'opérateur en fonction du nombre de kilomètres de fil souhaité.

Dans un deuxième exemple, on fixe les mêmes conditions expérimentales précédentes. Si on utilise maintenant des particules de métal de masse 25 mg (soit un diamètre moyen de 1,9 mm), l'extrémité inférieure du

tube de guidage est alors positionnée à une distance maximum de 1,5 mm par rapport au bain de métal en fusion. Le moteur du dispositif d'alimentation est donc réglé à une vitesse de rotation de 8 tr/min pour compenser la consommation de métal de 203 mg/min soit la chute d'une particule de 25 mg toutes les 7,5 secondes.

Pour le tirage d'un fil dont le diamètre métallique vaut 6 μm , le procédé de tirage est maintenant utilisé avec les paramètres suivants.

La température de l'alliage métallique est maintenant maintenue à 1 280°C dans le tube en verre, la vitesse d'avance de celui-ci est réglée à 1,8 mm/min et la vitesse de bobinage à 5,5 m/s.

Le fil étiré dans ces conditions expérimentales a donc des caractéristiques géométriques différentes, soit un diamètre total 16 μm et un coeur métallique de 6 μm . La consommation de métal lors du tirage de fil est de 70 mg/min.

Dans un premier exemple, si on utilise des particules sphériques dont la masse est de 5 mg (soit un diamètre moyen de 1 mm), l'extrémité inférieure du tube de guidage est à une distance maximale de 0,5 mm par rapport au bain de métal en fusion. On règle donc la vitesse de rotation du moteur du dispositif d'alimentation à 14 tr/min pour compenser la consommation de métal de 70 mg/min. Toutes les 4,2 secondes, une particule de métal de 5 mg tombe pour alimenter le bain de métal en fusion.

Dans un deuxième exemple, on utilise maintenant des particules de métal sphériques de 25 mg

(soit un diamètre moyen de 1,9 mm), l'extrémité inférieure du tube de guidage est positionnée à une distance maximum de 1,5 mm par rapport au bain de métal en fusion. Le moteur du dispositif d'alimentation est donc réglé à une vitesse de rotation de 2,8 tr/min pour compenser la consommation de métal de 70 mg/min, soit la chute d'une particule de 25 mg toutes les 21 secondes.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication en continu et stable d'un fil métallique gainé de verre (10), consistant à :

- introduire du métal dans un tube de verre (20) à l'intérieur duquel est placé un tube destiné à l'apport de métal (45), qui est fixe par rapport au tube de verre (20) qui est mobile, de diamètre externe inférieur au diamètre interne du tube de verre (20), totalement inerte vis-à-vis d'un bain de métal en fusion (14) pour lequel il est destiné à être utilisé et ne se ramollissant pas à la température de travail, destiné à recevoir le métal nécessaire à la fabrication du fil métallique gainé de verre (10), son extrémité inférieure se trouvant à une petite distance déterminée du bain de métal en fusion (14) ;

- chauffer le métal jusqu'à sa fusion à l'intérieur du tube de verre (20), dans sa partie inférieure, dans le but de créer le bain de métal en fusion (14) dans la partie inférieure du tube de verre (20) pour la ramollir et permettre l'alimentation en continu de métal, de façon à ce que les dimensions de bain de métal en fusion (14) reste sensiblement constante pendant l'étirage du fil (10) ; et

- étirer de façon continue l'assemblage constitué du métal fondu entouré du verre, issu de la partie inférieure du tube de verre (20), tout en faisant descendre petit à petit le tube de verre (20) au fur et à mesure qu'il est consommé par l'étirage du fil gainé obtenu,

caractérisé en ce qu'il consiste, pendant la fabrication en continu du fil, à alimenter en métal de façon continue et régulière le bain de métal en fusion au moyen d'un système de distribution régulée de particules de métal et par l'intermédiaire du tube destiné à l'apport de métal qui est un tube de guidage (15) des particules vers le bain de métal en fusion (14).

2. Dispositif de fabrication en continu et stable d'un fil métallique gainé de verre (10), comportant principalement

- un tube de verre (20) fermé à sa base, de diamètre déterminé contenant un bain de métal en fusion (14) ;

- un tube destiné à l'apport du métal placé dans le tube de verre (20), de diamètre externe inférieur au diamètre interne du tube de verre (20) et ne ramollissant pas à la température de fusion du métal à fondre, ce tube possédant une extrémité inférieure placée près de la partie inférieure du tube de verre (20) ;

- des moyens de chauffage (23) pour fondre la masse métallique (12) placée dans le tube de verre (20) et maintenir un bain de métal en fusion (14) à l'état liquide, ramollissant une partie inférieure du tube de verre (20) ; et

- des moyens de mise en déplacement du tube de verre (20) pour le faire descendre progressivement, au fur et à mesure qu'il est consommé par l'étirage du fil (10) ;

caractérisé en ce qu'il comprend un système de distribution régulée (40, 50, 60) de particules de métal pour alimenter le bain de métal en fusion (14) de façon continue et régulière, le tube destiné à l'apport du métal est un tube de guidage (45) des particules vers le bain de métal en fusion (14).

3. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'il se complète de :

- un jet d'eau (34) placé en dessous des moyens de chauffage (23) ;

- un système de bobinage (11) pour enrouler le fil (10) fabriqué;

- des moyens de mise en dépression (38) pour réguler l'écoulement du métal ; et

- des moyens de contrôle de la température du bain de fusion (14) sous la forme d'un pyromètre (30).

4. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que le système de distribution régulée utilise un doseur à axe tournant (50).

5. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que le système de distribution régulée utilise une découpeuse automatique de ruban (60).

6. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que le système de distribution régulée utilise un doseur à vis sans fin.

7. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que le système de distribution régulée utilise un doseur vibrant.

8. Dispositif selon la revendication 2, caractérisé en ce que le système de distribution régulée utilise un doseur à bande crantée.

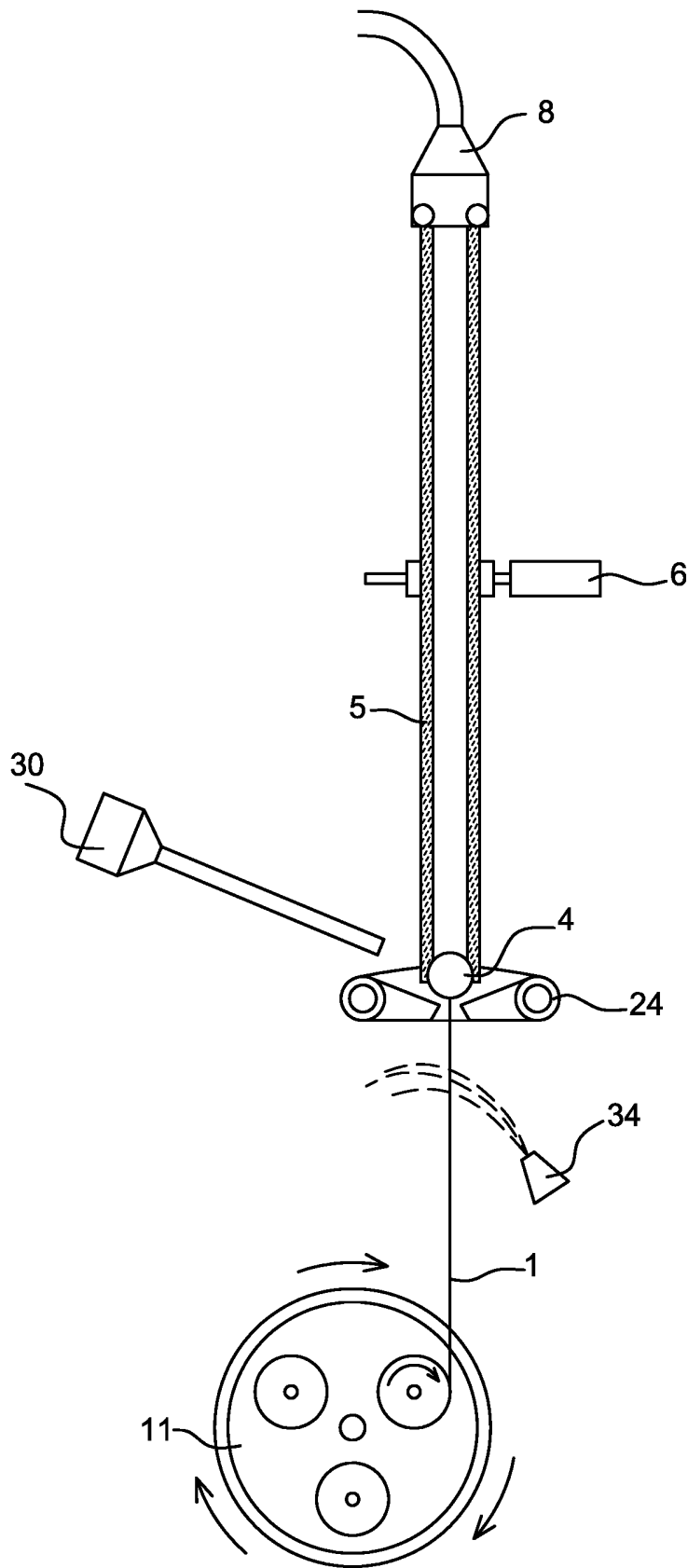


FIG. 1

2 / 5

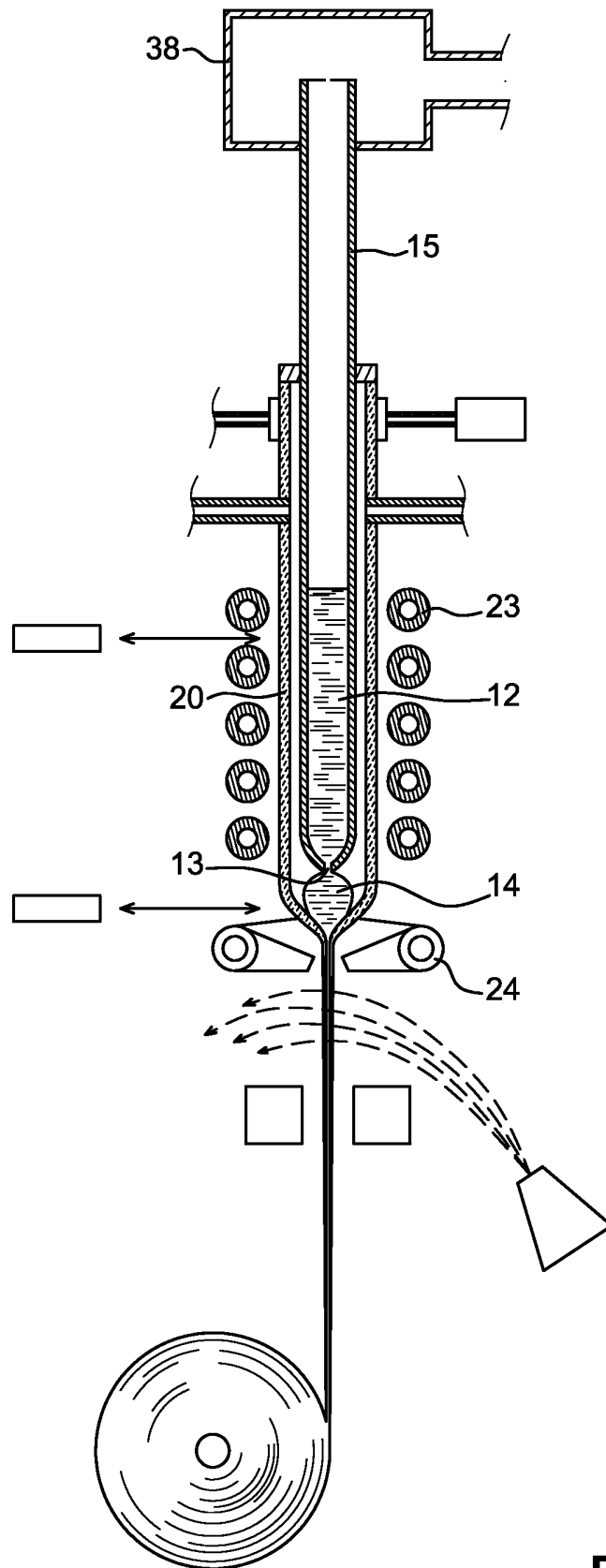


FIG. 2

3 / 5

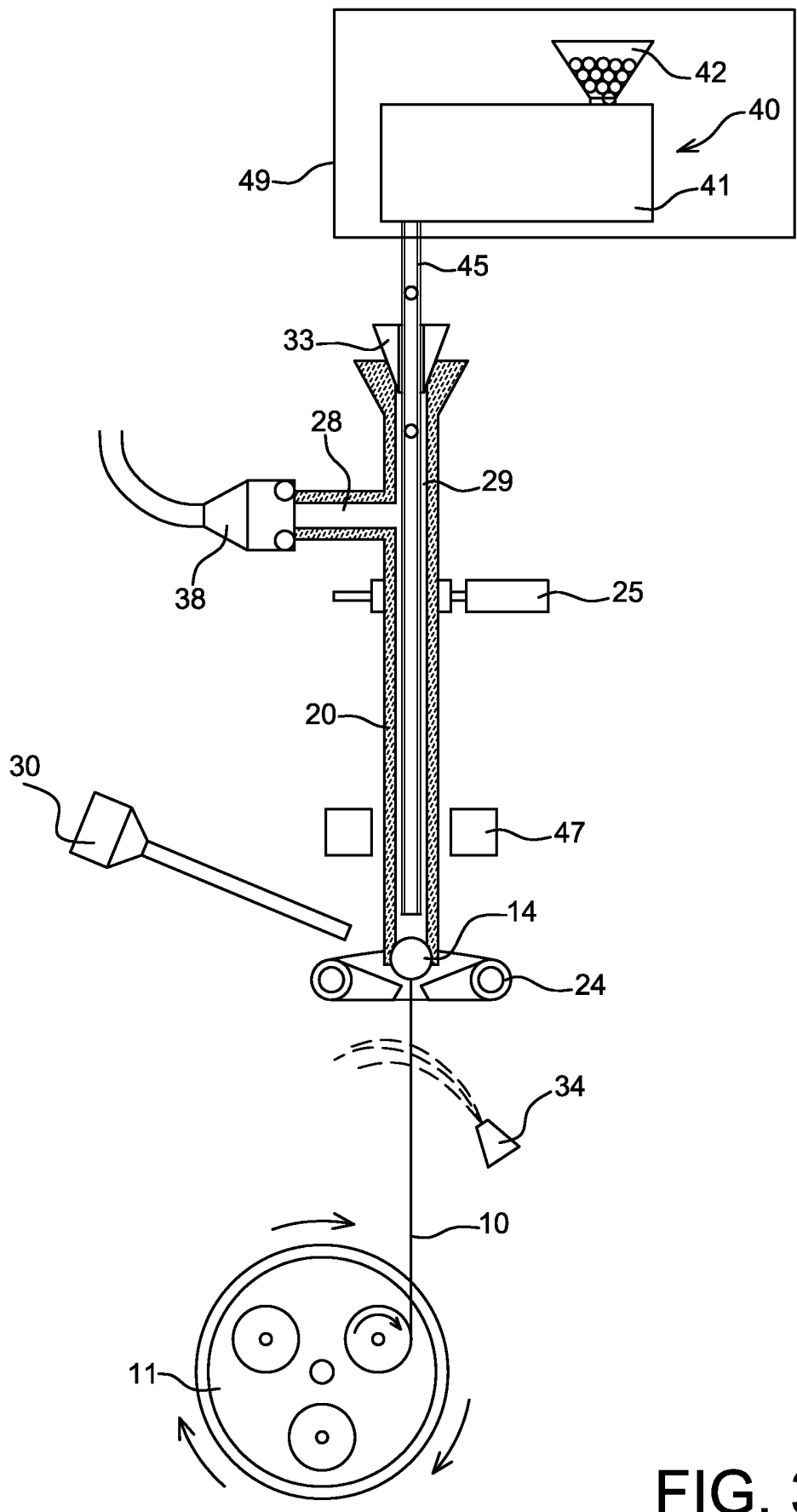


FIG. 3

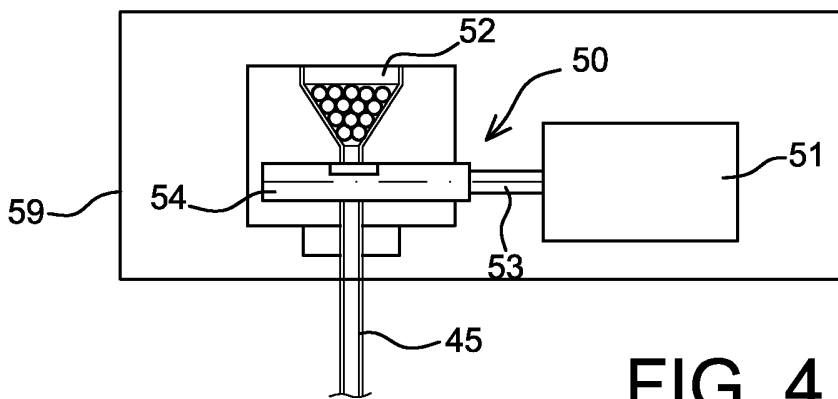


FIG. 4

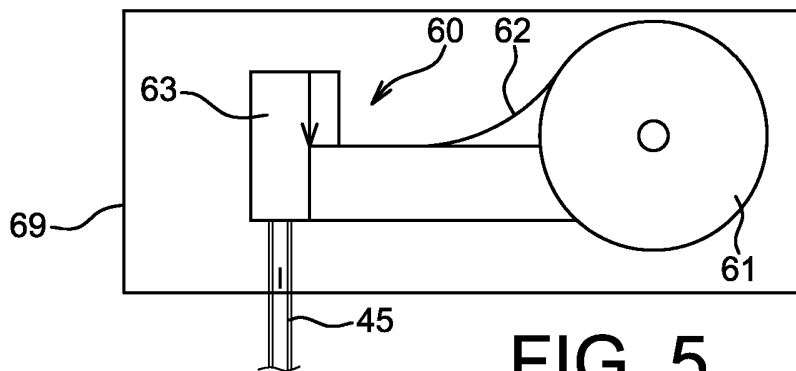


FIG. 5

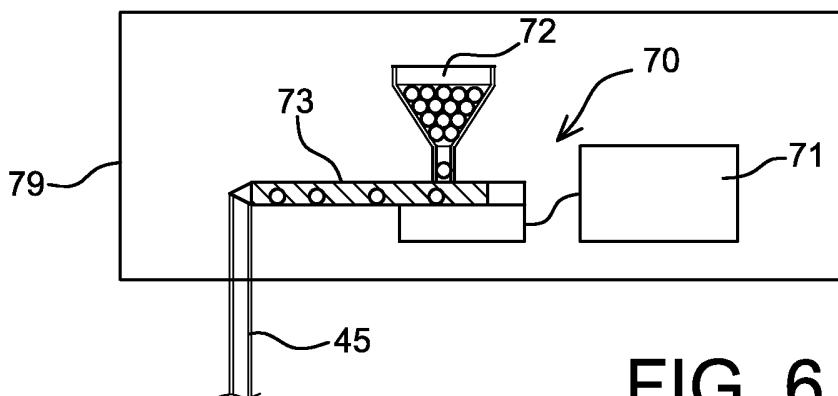


FIG. 6

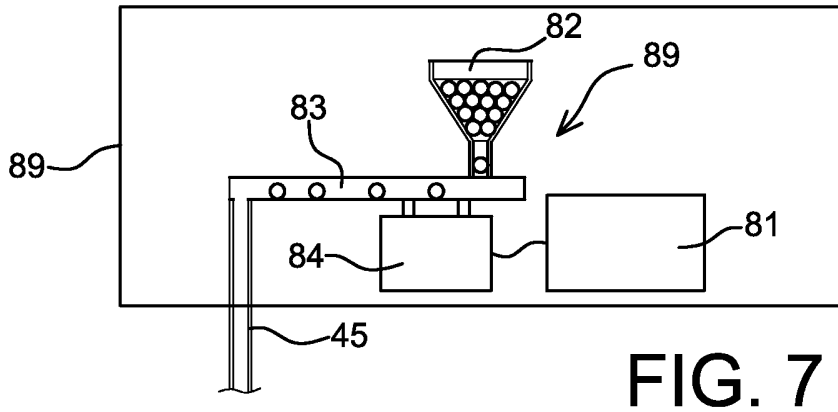


FIG. 7

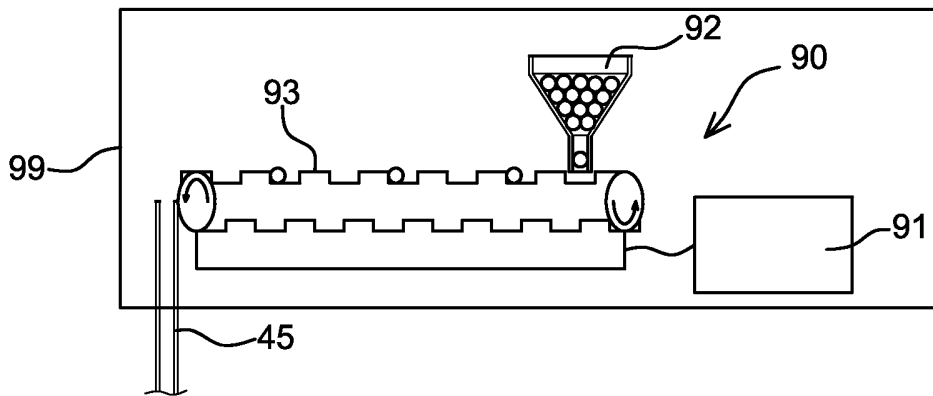


FIG. 8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2005/050846

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER B22D11/00				
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) C03B B22D				
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, PAJ, WPI Data, INSPEC, COMPENDEX				
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
X Y Y A A A	US 4 277 270 A (KROHN DAVID A) 7 July 1981 (1981-07-07) column 3, line 3 - line 13; figure 1 column 3, line 67 - column 5, line 59 ----- FR 2 823 744 A (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE) 25 October 2002 (2002-10-25) claims 1,4; figure 2 ----- FR 2 149 373 A (ARBED) 30 March 1973 (1973-03-30) page 1, line 6 - line 30; claims 1,13 ----- US 3 481 390 A (COX JOHN E ET AL) 2 December 1969 (1969-12-02) column 6, line 57 - column 7, line 12; figure 1 ----- -/--	2 3-8 3-8 1,2 1-8 1-3		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.				
<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.				
* Special categories of cited documents :				
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none; vertical-align: top;"> *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *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) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed </td> <td style="width: 50%; border: none; vertical-align: top;"> *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 *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 *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. *&* document member of the same patent family </td> </tr> </table>			*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *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) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	*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 *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 *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. *&* document member of the same patent family
A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *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) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	*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 *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 *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. *&* document member of the same patent family			
Date of the actual completion of the international search <p style="text-align: center; font-size: 1.2em;">3 February 2006</p>		Date of mailing of the international search report <p style="text-align: center; font-size: 1.2em;">13/02/2006</p>		
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 <p style="text-align: center; font-size: 1.2em;">Deckwerth, M</p>		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2005/050846

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CH 443 574 A (KISHINEVSKY NI ELEKTROTEKHNICH) 15 September 1967 (1967-09-15) column 5, line 42 - column 6, line 44; figure 1 -----	1-3
A	US 3 294 504 A (HICKS JR JOHN W) 27 December 1966 (1966-12-27) column 4, line 52 - column 5, line 49; figure 6 -----	1-3
A	US 5 110 334 A (AYERS JACK D) 5 May 1992 (1992-05-05) column 3, line 59 - column 4, line 31; figure 1b; examples 3,7 -----	1,2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2005/050846

Patent document cited in search report	A	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4277270	A	07-07-1981	NONE	
FR 2823744	A	25-10-2002	AT 299842 T CA 2445235 A1 DE 60205114 D1 DK 1397315 T3 EP 1397315 A1 ES 2244771 T3 WO 02083584 A1 JP 2004529774 T PT 1397315 T US 2004103690 A1	15-08-2005 24-10-2002 25-08-2005 31-10-2005 17-03-2004 16-12-2005 24-10-2002 30-09-2004 30-11-2005 03-06-2004
FR 2149373	A	30-03-1973	BE 787347 A1 DE 2239141 A1 LU 63740 A1	01-12-1972 22-02-1973 19-02-1973
US 3481390	A	02-12-1969	NONE	
CH 443574	A	15-09-1967	NONE	
US 3294504	A	27-12-1966	DE 1496568 A1 DE 1544081 B1 GB 1031891 A	18-12-1969 29-07-1971 02-06-1966
US 5110334	A	05-05-1992	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2005/050846

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
B22D11/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C03B B22D

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, PAJ, WPI Data, INSPEC, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 277 270 A (KROHN DAVID A) 7 juillet 1981 (1981-07-07)	2
Y	colonne 3, ligne 3 - ligne 13; figure 1 colonne 3, ligne 67 - colonne 5, ligne 59	3-8
Y	FR 2 823 744 A (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE) 25 octobre 2002 (2002-10-25)	3-8
A	revendications 1,4; figure 2	1,2
A	FR 2 149 373 A (ARBED) 30 mars 1973 (1973-03-30) page 1, ligne 6 - ligne 30; revendications 1,13	1-8
A	US 3 481 390 A (COX JOHN E ET AL) 2 décembre 1969 (1969-12-02) colonne 6, ligne 57 - colonne 7, ligne 12; figure 1	1-3
	----- -/--	

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

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

3 février 2006

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

13/02/2006

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

Deckwerth, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2005/050846

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	CH 443 574 A (KISHINEVSKY NI ELEKTROTEKHNICH) 15 septembre 1967 (1967-09-15) colonne 5, ligne 42 - colonne 6, ligne 44; figure 1 -----	1-3
A	US 3 294 504 A (HICKS JR JOHN W) 27 décembre 1966 (1966-12-27) colonne 4, ligne 52 - colonne 5, ligne 49; figure 6 -----	1-3
A	US 5 110 334 A (AYERS JACK D) 5 mai 1992 (1992-05-05) colonne 3, ligne 59 - colonne 4, ligne 31; figure 1b; exemples 3,7 -----	1,2

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2005/050846

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4277270	A	07-07-1981	AUCUN	
FR 2823744	A	25-10-2002	AT 299842 T CA 2445235 A1 DE 60205114 D1 DK 1397315 T3 EP 1397315 A1 ES 2244771 T3 WO 02083584 A1 JP 2004529774 T PT 1397315 T US 2004103690 A1	15-08-2005 24-10-2002 25-08-2005 31-10-2005 17-03-2004 16-12-2005 24-10-2002 30-09-2004 30-11-2005 03-06-2004
FR 2149373	A	30-03-1973	BE 787347 A1 DE 2239141 A1 LU 63740 A1	01-12-1972 22-02-1973 19-02-1973
US 3481390	A	02-12-1969	AUCUN	
CH 443574	A	15-09-1967	AUCUN	
US 3294504	A	27-12-1966	DE 1496568 A1 DE 1544081 B1 GB 1031891 A	18-12-1969 29-07-1971 02-06-1966
US 5110334	A	05-05-1992	AUCUN	