



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁶ : G01R 31/12, G01N 27/92	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 95/10784 (43) Date de publication internationale: 20 avril 1995 (20.04.95)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR94/01172 (22) Date de dépôt international: 7 octobre 1994 (07.10.94) (30) Données relatives à la priorité: 93/12019 8 octobre 1993 (08.10.93) FR (71) Déposants (pour tous les Etats désignés sauf US): COMMIS-SARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE [FR/FR]; 31-33, rue de la Fédération, F-75015 Paris (FR). ALCATEL CABLES [FR/FR]; 30, rue des Chasses, F-92111 Clichy Cédex (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): LE GRESSUS, Claude [FR/FR]; 4, square Arago, F-78330 Fontenay-le-Fleury (FR). FAURE, Claude [FR/FR]; 22, rue des Capucins, F-77150 Lesigny (FR). ACROUTE, Daniel [FR/FR]; 1751, avenue de Calais, F-62730 Marck (FR). BEZILLE, José [FR/FR]; 32, rue des Poilus, F-59520 Dunkerque (FR). JANAHA, Hakim [FR/FR]; 8, rue du Semaphore, F-62231 Blériot/Plage (FR). MOYA, Gérard [FR/FR]; La Bastide, 8, rue Chappé, F-13380 Plan-de-Cuques (FR). BLAISE, Guy [FR/FR]; 13, rue de Villeneuve, F-92110 Clichy (FR). (74) Mandataire: BREVATOME; 25, rue de Ponthieu, F-75008 Paris (FR).		(81) Etats désignés: FI, JP, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>

(54) Title: METHOD FOR DETERMINING THE CHARACTERISTICS OF AN INSULATOR AND ASSOCIATED ELECTRONIC MICROSCOPE

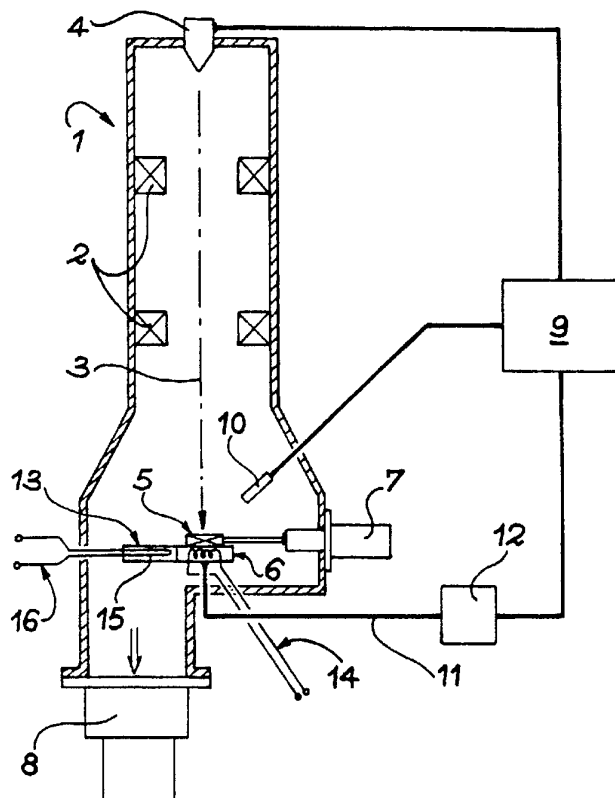
(54) Titre: PROCEDE DE CARACTERISATION D'UN ISOLANT ET MICROSCOPE ELECTRONIQUE CORRESPONDANT

(57) Abstract

Method and device for determining the flashover characteristics of an insulator (5) using an electronic microscope (1) in which the electron flow in the beam (3) is adjusted on the basis of electrons lost, particularly backscattered, secondary or absorbed electrons. A control device (9) responding to certain sensors (10, 12) is provided for the purpose. The electron flow rate is proportional to the voltage simulated in the insulator.

(57) Abrégé

Procédé et appareil de caractérisation d'un isolant (5) au claquage à l'aide d'un microscope électronique (1) dans lequel le débit d'électrons du faisceau (3) est ajusté en fonction des électrons perdus, notamment rétrodiffusés, secondaires ou absorbés. Un dispositif d'asservissement (9) sensible à certains capteurs (10, 12) est prévu à cet effet. Le débit d'électrons est proportionnel à la tension à simuler dans l'isolant.



UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
AU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	IT	Italie	PL	Pologne
BR	Brésil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CG	Congo	KR	République de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KZ	Kazakhstan	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	SN	Sénégal
CN	Chine	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LV	Lettonie	TG	Togo
CZ	République tchèque	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	MN	Mongolie	UZ	Ouzbékistan
FR	France			VN	Viet Nam
GA	Gabon				

PROCEDE DE CARACTERISATION D'UN ISOLANT ET MICROSCOPE
ELECTRONIQUE CORRESPONDANT

DESCRIPTION

5 L'invention concerne un procédé de caractérisation d'un isolant et un microscope électronique correspondant.

Dans un brevet antérieur (EP-A- 0 470 910), il est signalé qu'un microscope électronique peut être
10 utilisé à cette fin, tout d'abord en implantant des charges électriques à la surface de l'isolant, puis en mesurant les positions des équipotentiellles, qui sont normalement des courbes circulaires et concentriques au point d'implantation. Pour cela le faisceau d'électrons
15 est déplacé à la surface de l'échantillon une fois que les charges électriques ont été implantées, son potentiel est réglé à la valeur de l'équipotentielle recherchée, et on applique une méthode spéculaire dont le critère est qu'une transition entre l'absorption et
20 la réflexion du faisceau est repérée quand on arrive à l'équipotentielle. Ce procédé permet de tracer une fonction exprimant l'évolution du potentiel électrique à la surface de l'échantillon en fonction de l'inverse du rayon, ou de la distance au point d'implantation des
25 charges. Cette fonction, qui possède en principe une partie utile droite, donne une estimation des caractéristiques diélectriques de l'isolant et de sa tenue au claquage simplement par la pente de la droite, car le potentiel mesuré sur un bon isolant décroît très
30 vite avec la distance au point d'implantation, les charges ne pouvant pratiquement pas se déplacer. Mais cette méthode n'est valable que dans des conditions quasi statiques. Or il est bien connu que la tenue de l'isolant peut être fort différente si une tension
35 variable, périodique, ou en impulsion isolée, est

appliquée. On est alors incité à examiner les méthodes connues de caractérisation dans de telles conditions. Selon la méthode usuelle, les échantillons subissent la tension d'épreuve par des électrodes et on examine si
5 un claquage est produit, mais on retrouve l'inconvénient, également sensible en statique, que le résultat qu'on mesure effectivement ne dépend pas seulement des caractéristiques propres à l'isolant mais aussi de la qualité de son contact avec les électrodes.
10 De grandes précautions doivent aussi être prises pour protéger l'extérieur de l'endroit où l'expérience est menée, car les tensions sont souvent énormes.

Des perfectionnements déjà proposés, par lesquels le potentiel électrique est créé par une onde
15 de pression ou de chaleur, ce qui est possible avec certaines matières, comportent encore l'inconvénient qu'il faut des électrodes pour mesurer la réponse de l'isolant. Ces méthodes sont d'ailleurs plus difficiles à utiliser.

20 L'invention repose sur la constatation qu'une modélisation satisfaisante de conditions transitoires en tension peut être obtenue également en utilisant un microscope électronique à balayage pour peu que certaines mesures soient prises, car
25 l'influence de certains phénomènes se fait sentir alors qu'elle était imperceptible en statique.

Il est en effet nécessaire de tenir compte des débits d'électrons perdus pour l'implantation à la surface de l'échantillon, c'est-à-dire en premier lieu
30 des électrons renvoyés, notamment par rétrodiffusion, ainsi que des électrons secondaires et des électrons absorbés par l'échantillon mais qui s'en échappent.

L'invention a donc pour objet un procédé qui permette de surmonter ces difficultés de simuler
35 parfaitement les mises sous tension dans les

microscopes à balayage électronique. Un problème annexe qui est résolu est de soumettre presque simultanément l'échantillon à des mesures calorifiques sans le démonter ni le déplacer.

5 On a en effet constaté que les variations de capacité calorifique de l'échantillon que l'injection de charges suscite permettaient d'indiquer si son comportement se dégradait ou non en vieillissant, ce qui a une grande importance pour des
10 câbles électriques enterrés dont la vie doit être très longue.

L'invention concerne donc un procédé de caractérisation d'un isolant au claquage en utilisant un microscope à balayage électronique par lequel des
15 électrons d'un faisceau sont injectés à un endroit de l'isolant, puis le faisceau est promené devant l'isolant pour mesurer le potentiel électrique sur l'isolant à certaines distances de l'endroit d'injection, procédé caractérisé en ce qu'il comprend
20 une mesure des débits d'électrons renvoyés de l'isolant et un ajustement du débit du faisceau en fonction dudit débit d'électron renvoyés par un moyen d'asservissement pour injecter un débit déterminé d'électrons qui ne soient pas renvoyés, suivant une fonction temporelle
25 déterminée ; la fonction temporelle est de préférence identique à la fonction temporelle d'une tension électrique à simuler sur l'isolant, à un coefficient de proportionnalité près ; il est enfin avantageux que le procédé comprenne des mesures de capacité calorifique
30 de l'isolant avant ou après l'injection en le plaçant sur un calorimètre disposé dans le microscope.

Elle concerne aussi un microscope électronique idoine à ce procédé et qui comprend des moyens de mesure des débits d'électrons renvoyés de
35 l'échantillon et d'ajustement du débit du faisceau

d'électrons en fonction desdits débits renvoyés pour obtenir un débit d'électrons qui ne soient pas renvoyés ; selon l'invention, il est utilisé pour implanter des charges électriques sur un point fixe de l'échantillon suivant une fonction temporelle déterminée, contrairement à un brevet antérieur (DE-A-40 20 806) ayant pour sujet un microscope électronique dont le débit d'électrons qu'il émet est asservi au débit des électrons secondaires afin de ne pas charger l'échantillon. Ce procédé n'a de sens que pour un emploi habituel du microscope à l'observation d'un échantillon balayé par un faisceau mobile qui rencontre des zones isolantes qu'il ne faut pas charger sous peine d'y obtenir une luminosité excessive car les électrons se diffusent peu et restent sensiblement sur place : on préfère donc réduire le débit d'électrons incidents.

On va maintenant décrire l'invention plus en détail à l'aide des figures suivantes annexées à titre illustratif et non limitatif :

- la figure 1 est une vue d'un dispositif pour la mise en oeuvre de l'invention,
- et la figure 2 est un exemple des résultats obtenus.

On a représenté sur la figure 1 un microscope électronique 1 comprenant comme à l'usuel des moyens magnétiques de direction et d'accélération 2 d'un faisceau d'électrons 3 émis par un canon à électrons 4 au sommet de la colonne du microscope électronique 1. L'échantillon 5 est posé sur un support 6 et il est mobile sous l'action de moyens tels qu'une tige de poussée 7, à laquelle il est uni par des moyens non représentés permettant aussi de le tirer. On peut donc faire varier le point d'impact des électrons sur l'échantillon 5.

Une pompe à vide 8 permet d'aspirer le contenu gazeux du microscope électronique 1. Un dispositif d'asservissement 9 ajuste le débit d'électrons du faisceau 3. Il se sert d'un détecteur des électrons secondaires et rétrodiffusés 10, orienté vers l'échantillon 5, ainsi que d'un circuit 11 de mesure du courant absorbé, relié au support 6 et muni d'un ampèremètre 12 ou d'un moyen équivalent. Le détecteur 10 et le circuit 11 sont tous les deux reliés au système d'asservissement 9, dont la fonction est donc d'ajouter au débit d'électrons initialement prévu un débit supplémentaire égal à la somme des débits correspondant aux électrons secondaires, rétrodiffusés et absorbés. En conséquence, un débit d'électrons parfaitement maîtrisé est injecté sur un point fixe de l'échantillon 5 pour y séjourner.

Ce débit est proportionnel à la tension qu'on veut simuler et correspond donc à un signal de même forme (sinusoïdale, carrée, à impulsions, etc.) et de même fréquence ou de même durée. Le pas d'échantillonnage du signal, correspondant au temps de réaction du système d'asservissement 9, est de quelques microsecondes avec les systèmes électroniques connus ou même beaucoup moins, ce qui suffit à fournir des simulations parfaites ou presque pour les situations ordinaires.

Quand le signal de simulation est complètement délivré, on reprend la méthode connue pour estimer les qualités diélectriques de l'échantillon 5, en déplaçant le faisceau d'électrons 3 après l'avoir porté à un potentiel électrique différent à chaque fois, pour mesurer la distance entre le point d'impact et l'équipotentielle sur l'échantillon 5 au même potentiel que le faisceau d'électrons 3, grâce à la transition entre la réflexion et l'absorption du

faisceau d'électrons 3 qui apparaît alors. On retrouve les courbes de la figure 2, avec les tensions en abscisses et les inverses de la distance (ou du rayon de l'équipotentielle) en ordonnées, exprimés en unités arbitraires. La courbe 20 est représentative d'un signal continu, la courbe 21 d'un signal formé d'impulsions de deux microsecondes. Comme la courbe 21 est moins pentue, on déduit que l'écoulement des charges à la surface de l'échantillon 5 est plus prononcé quand la charge est appliquée de façon continue, et donc que la tenue de l'isolant au claquage est moins bonne.

Le potentiel électrique du faisceau d'électrons 3 est librement choisi pendant l'implantation des charges et peut être de 30 à 40 kV en pratique.

Le microscope électronique 1 comprend enfin un microcalorimètre de Calvet 13 et des moyens de chauffage ou de refroidissement 14 engagés dans le support 6 et dont la fonction est de réchauffer ou de refroidir l'échantillon 5 par effet Joule ou Peltier. Ils peuvent consister en un serpentín chauffant dans le premier cas, qui effleure l'échantillon 5, ou en une paire d'électrodes dans le second cas dont l'une touche l'échantillon 5 et l'autre est enrobée dans le support 6.

Les moyens 14 et le microcalorimètre 13 permettent de se livrer à des mesures de la chaleur spécifique de l'isolant. Si cette chaleur diminue après l'injection des charges, on en déduit qu'un réarrangement de l'énergie interne de l'échantillon 5 a été obtenu et que tout permet de supposer qu'il ne vieillira pas ou guère dans le temps, c'est-à-dire que ses caractéristiques au claquage ne se dégraderont pas. La mesure est rendue possible en faisant glisser

l'échantillon 5 de la surface supérieure du support 6 à celle du microcalorimètre 13, qui est continue avec l'autre. Il convient ici de rappeler que le vide est établi dans le microscope 1, ce qui élimine les pertes de chaleur par convection. Il est donc possible de modifier un microcalorimètre classique, où l'échantillon serait installé dans une cavité close, en disposant le moyen de mesure (une thermopile dans le cas d'un microcalorimètre de Calvet) à la surface supérieure de l'appareil. La thermopile est alors sensible à la différence de température entre l'échantillon 5 posé sur elle et le reste de l'appareil. Elle porte la référence 15 sur la figure 1, et les fils électriques par lesquels circule le courant exprimant la différence de température sont désignés par 16.

REVENDICATIONS

1. Procédé de caractérisation d'un isolant (5) au claquage en utilisant un microscope à balayage électronique (1) par lequel des électrons d'un faisceau (3) sont injectés à un endroit de l'isolant, puis le faisceau est promené devant l'isolant pour mesurer le potentiel électrique sur l'isolant à certaines distances de l'endroit d'injection, procédé caractérisé en ce qu'il comprend une mesure (9) des débits d'électrons renvoyés de l'isolant et un ajustement du débit du faisceau en fonction dudit débit d'électrons renvoyés par un moyen d'asservissement pour injecter un débit déterminé d'électrons qui ne soient pas renvoyés, suivant une fonction temporelle déterminée.

2. Procédé de caractérisation d'un isolant au claquage suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la fonction temporelle du débit d'électrons est identique à la fonction temporelle d'une tension électrique à simuler sur l'isolant, à un coefficient de proportionnalité près.

3. Procédé de caractérisation d'un isolant au claquage suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend des mesures de capacité calorifique de l'isolant avant ou après l'injection en le plaçant sur un calorimètre (13) disposé dans le microscope (1).

4. Microscope électronique à balayage (1), comprenant un faisceau d'électrons (3) projeté sur un échantillon (5), comprenant des moyens (9) de mesure des débits d'électrons renvoyés de l'échantillon (5) et d'ajustement du débit du faisceau d'électrons (3) en fonction desdits débits renvoyés pour obtenir un débit d'électrons qui ne soient pas renvoyés, caractérisé en ce qu'il est utilisé pour implanter des charges électriques sur un point fixe de l'échantillon suivant une fonction temporelle déterminée.

5. Microscope électronique à balayage suivant la revendication 4, caractérisé en ce qu'il contient un calorimètre (13).

1/1

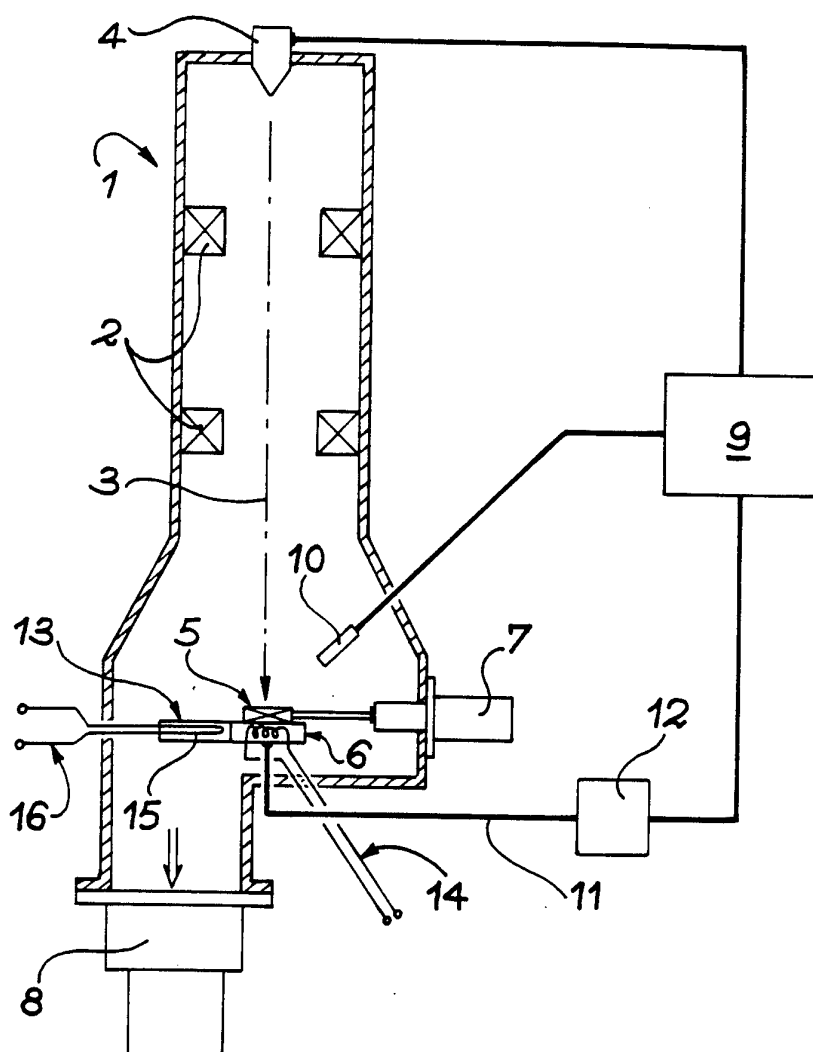


FIG. 1

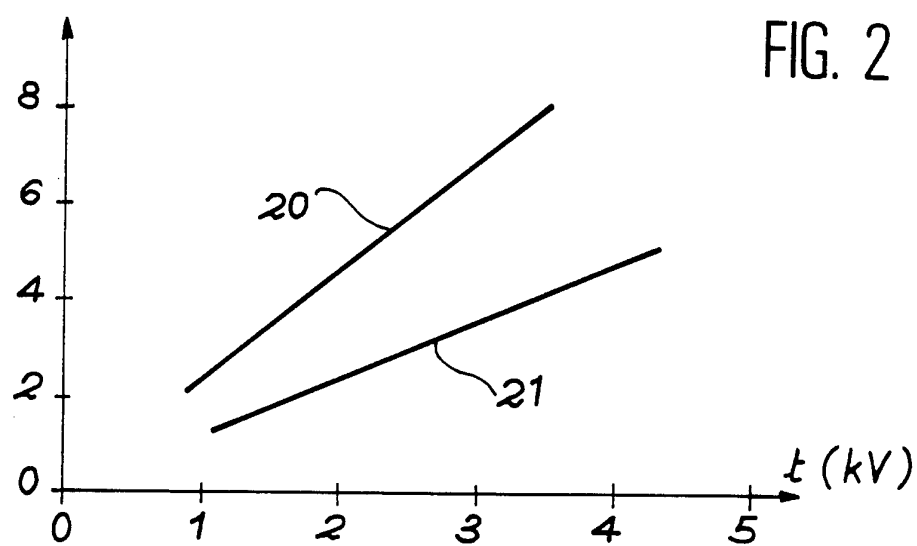


FIG. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter. Appl. No.

PCT/FR 94/01172

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 G01R31/12 G01N27/92

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)

IPC 6 G01R G01N H01J

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)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	DE,A,40 20 806 (SIEMENS AG.) 31 January 1991 see column 1, line 57 - column 3, line 44; figures 1,2	4
A	---	1,2
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 8, no. 51 (P-259) 8 March 1984 & JP,A,58 201 077 (MITSUBISHI DENKI KK) 22 November 1983 see abstract	4
A	---	1,2
	--- -/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *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

12 January 1995

Date of mailing of the international search report

25.01.95

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

Chapple, I

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Patent Application No

PCT/FR 94/01172

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, vol.69, no.9, May 1991, USA pages 6334 - 6339 G. BLAISE ET AL 'Charging and flashover induced by surface polarization relaxation process' see the whole document -----	1,2,4
A	EP,A,0 060 337 (SIEMENS AG.) 22 September 1982 see abstract; figure 2 -----	1,2,4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 94/01172

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE-A-4020806	31-01-91	NONE	
EP-A-0060337	22-09-82	DE-A- 3110311	30-09-82
		DE-A- 3176642	10-03-88
		JP-A- 57162249	06-10-82

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem. : Internationale No
PCT/FR 94/01172

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 G01R31/12 G01N27/92

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)

CIB 6 G01R G01N H01J

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)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	DE,A,40 20 806 (SIEMENS AG.) 31 Janvier 1991	4
A	voir colonne 1, ligne 57 - colonne 3, ligne 44; figures 1,2	1,2
Y	---	
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 8, no. 51 (P-259) 8 Mars 1984 & JP,A,58 201 077 (MITSUBISHI DENKI KK) 22 Novembre 1983	4
A	voir abrégé	1,2

	-/--	

☒ 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

12 Janvier 1995

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

25.01.95

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

Chapple, I

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Den. Internationale No

PCT/FR 94/01172

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	JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, vol.69, no.9, Mai 1991, USA pages 6334 - 6339 G. BLAISE ET AL 'Charging and flashover induced by surface polarization relaxation process' voir le document en entier -----	1,2,4
A	EP,A,0 060 337 (SIEMENS AG.) 22 Septembre 1982 voir abrégé; figure 2 -----	1,2,4

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Den. de Internationale No

PCT/FR 94/01172

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE-A-4020806	31-01-91	AUCUN	
EP-A-0060337	22-09-82	DE-A- 3110311	30-09-82
		DE-A- 3176642	10-03-88
		JP-A- 57162249	06-10-82