



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 681 116 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
19.07.2006 Bulletin 2006/29

(51) Int Cl.:
B22F 1/00 (2006.01) B22F 3/10 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **06290016.2**

(22) Date de dépôt: **05.01.2006**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI
SK TR**
Etats d'extension désignés:
AL BA HR MK YU

(30) Priorité: **12.01.2005 FR 0500287**

(71) Demandeurs:
• **SNECMA**
75015 Paris (FR)
• **SNECMA SERVICES**
75015 Paris (FR)

(72) Inventeurs:
• **Braillard, Frédéric**
86100 Chatelleraut (FR)
• **Foucher, Christelle**
35690 Acigne (FR)
• **Perruchaut, Philippe**
64000 Pau (FR)

(74) Mandataire: **Cardy, Sophie Marie et al**
Cabinet Beau de Loménie
158, rue de l'Université
75340 Paris Cedex 07 (FR)

(54) **Mélange de poudres apte à être fritté pour former un matériau solide autolubrifiant**

(57) L'invention concerne un nouveau matériau solide autolubrifiant ; un procédé d'élaboration d'un tel matériau à partir d'un mélange de poudres ; ledit mélange de poudres ; et des pièces mécaniques réalisées en ce nouveau matériau.

Ledit mélange de poudres comprend une poudre d'un alliage métallique, précurseur de la matrice dudit matériau, des particules d'un premier lubrifiant solide, comme CeF_3 , destinées à s'insérer dans ladite matrice

sans interagir avec ledit alliage métallique et des particules d'un deuxième lubrifiant solide, comme WS_2 ou MoS_2 , destinées à réagir avec un composant dudit alliage métallique lors du frittage de la poudre pour former une phase lubrifiante.

Utilisation dudit matériau pour la fabrication d'une douille (11) destinée à recevoir un pied (7) d'aube (3), à calage variable, de compresseur de turboréacteur d'avion.

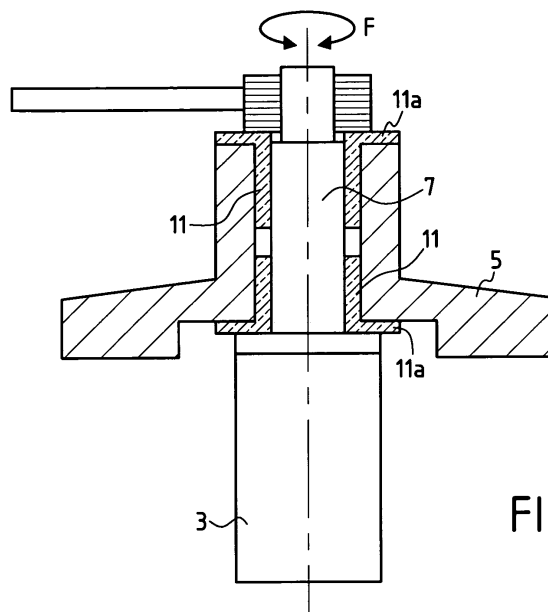


FIG.1

Description

[0001] L'invention concerne un nouveau matériau solide autolubrifiant ; un procédé d'élaboration d'un tel matériau à partir d'un mélange de poudres ; ledit mélange de poudres ; et des pièces mécaniques réalisées en ce nouveau matériau.

[0002] Les matériaux solides autolubrifiants, à sec, sont généralement utilisés pour la fabrication de pièces mécaniques comme des douilles, des rotules ou des pivots, soumises à des frottements importants alors que leurs conditions de fonctionnement rendent impossible l'utilisation de lubrifiants liquides de type huile ou graisse. C'est le cas des douilles utilisées pour protéger les pieds d'aube à calage variable, dans les compresseurs de turboréacteurs d'avions.

[0003] Ces douilles sont généralement montées serrées dans des orifices ménagés dans le carter de stator du compresseur. Elles reçoivent les pieds des aubes à calage variable du compresseur. Un exemple de ce type de douille est décrit dans le brevet US publié sous le n° US 6,480,960 B2.

[0004] Les ensembles douille/pied d'aube sont soumis à de nombreux frottements liés au pivotement des aubes à l'intérieur des douilles ou aux vibrations causées par le fonctionnement du turboréacteur. Les douilles sont réalisées en un matériau plus « mou » que celui des pivots de sorte qu'elles s'usent en priorité et protègent ainsi ces derniers.

[0005] De manière à limiter l'usure desdites douilles (et ainsi leur fréquence de remplacement), il est intéressant de diminuer les frottements au niveau des surfaces de contact entre ces douilles et les pivots d'aube. Pour cette raison, on réalise ces douilles en un matériau solide autolubrifiant, par frittage à partir d'un mélange intime de poudres.

[0006] Un tel mélange comprend généralement une poudre d'un alliage métallique, précurseur de la matrice du matériau autolubrifiant et des particules d'un lubrifiant solide, stables aux températures d'élaboration et d'utilisation du matériau de sorte qu'elles ne réagissent pas avec ledit alliage métallique et restent intègres de manière à pouvoir exercer leur action lubrifiante. Bien entendu, plus la proportion de ces particules dans le mélange est importante, meilleures sont les propriétés autolubrifiantes du matériau final (par matériau final, on entend le matériau réalisé à partir dudit mélange de poudres).

[0007] Toutefois, la société demanderesse a pu constater qu'au-delà d'une certaine proportion de ce type de lubrifiant solide dans le mélange intime, évaluée à 10 % en volume, des problèmes de densification apparaissent et le mélange de poudres est plus difficile à fritter. En pratique, on doit augmenter la température et la durée du frittage ou utiliser des techniques de pressage plus complexes, comme le pressage isostatique à chaud, pour pouvoir densifier le mélange de poudres, ce qui a pour conséquence une augmentation du prix de revient

des pièces fabriquées. Dans tous les cas, le matériau final présente une porosité importante et ses propriétés mécaniques s'en trouvent affectées.

[0008] Par ailleurs, au-delà d'une proportion limite de lubrifiant évaluée à 15 % en volume, on constate généralement qu'il devient très difficile, voire impossible de fritter le mélange de poudres.

[0009] La présente invention a pour but de proposer un mélange de poudres qui puisse être fritté facilement et qui permette de réaliser un matériau présentant de bonnes propriétés autolubrifiantes.

[0010] Pour atteindre ce but, l'invention a pour premier objet un mélange de poudres apte à être fritté pour former un matériau solide autolubrifiant, caractérisé en ce qu'il comprend une poudre d'un alliage métallique, précurseur de la matrice dudit matériau solide autolubrifiant, des particules d'un premier lubrifiant solide destinées à s'insérer dans ladite matrice sans interagir avec ledit alliage métallique lors du frittage de la poudre et des particules d'un deuxième lubrifiant solide destinées à réagir avec un composant dudit alliage métallique lors du frittage de la poudre pour former une phase lubrifiante.

[0011] L'invention réside donc dans l'utilisation de deux types de lubrifiants solides, ayant des modes d'intégration différents dans la matrice du matériau final. Grâce à cette différence, on a constaté qu'un mélange comprenant x % de premier lubrifiant solide et y % de deuxième lubrifiant solide est plus facilement frittage qu'un mélange comprenant un seul des deux types de lubrifiant dans une proportion de x+y %.

[0012] Avantageusement, pour faciliter le frittage dudit mélange, la proportion du premier lubrifiant solide dans ce mélange est de l'ordre de ou inférieure à 15 % en volume et, de préférence, de l'ordre de ou inférieure à 10 % en volume. De même, la proportion du deuxième lubrifiant solide dans ledit mélange est de l'ordre de ou inférieure à 15 % en volume et, de préférence, de l'ordre de ou inférieure à 10 % en volume.

[0013] Avantageusement encore, pour obtenir de bonnes propriétés autolubrifiantes pour le matériau final, la somme des proportions des premier et deuxième lubrifiants solides est supérieure à 10 % en volume et, de préférence, supérieure à 15 % en volume.

[0014] Ainsi, il peut être intéressant de choisir des proportions de premier et de deuxième lubrifiant solide chacune comprise entre 5 et 10 % en volume, la somme desdites proportions étant supérieure à 10 % en volume, voire à 15 % en volume.

[0015] Un deuxième objet de l'invention est un procédé d'élaboration d'un matériau solide autolubrifiant, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à : réaliser un mélange de poudres du type de celui précédemment décrit, conformément au premier objet; mélanger intimement ledit mélange (c'est-à-dire réaliser un mélange bien uniforme); et fritter le mélange intime obtenu.

[0016] Avantageusement, pour faciliter l'agglomération des particules du mélange de poudres, on ajoute un liant audit mélange intime.

[0017] Le mélange intime ainsi réalisé peut alors être moulé par pressage ou injection dans un moule de manière à former une ébauche de la pièce que l'on souhaite fabriquer. Cette ébauche est ensuite extraite du moule, puis le liant est évacué de manière conventionnelle lors d'une étape de déliantage catalytique ou thermique, et ladite ébauche est enfin densifiée par frittage. Ce procédé permet de fabriquer en grande série des pièces de forme très complexe à partir du mélange de poudres de l'invention, et permet donc de réduire le prix de revient desdites pièces.

[0018] Un troisième objet de l'invention est un matériau solide autolubrifiant comprenant une matrice en alliage métallique et des particules d'un lubrifiant solide, insérées dans ladite matrice, caractérisé en ce qu'il comprend, en outre, une phase lubrifiante comprenant un composé sulfuré à structure hexagonale.

[0019] Un quatrième objet de l'invention est une pièce mécanique, caractérisée en ce qu'elle est réalisée en un matériau du type de celui précédemment décrit, conformément au troisième objet.

[0020] Avantagusement, cette pièce mécanique est une douille destinée à recevoir un pied d'aube de compresseur de turboréacteur d'avion, à calage variable.

[0021] L'invention et ses avantages seront mieux compris à la lecture de la description détaillée qui suit. Cette description fait référence aux figures 1 et 2 annexées qui représentent respectivement un premier et un deuxième type de montage comprenant une douille pour aube de compresseur de turboréacteur.

[0022] Selon un premier aspect du mélange de poudres de l'invention, on peut choisir comme alliage métallique, précurseur de la matrice du matériau solide autolubrifiant final, un alliage de base fer, nickel ou cobalt. On peut citer comme exemple d'alliage de base nickel un alliage de type Astroloy® (marque déposée) et plus particulièrement une nuance comprenant 17,3 % de cobalt, 14,3 % de chrome, 4 % d'aluminium et 3,5 % de titane. On peut également citer comme exemple d'alliage de base fer, un alliage de type TY355® (marque déposée) comprenant 1,23 % de carbone, 4,05 % de vanadium, 4,68 % de chrome, 4,45 % de molybdène et 5,46 % de tungstène. Ces deux exemples d'alliage sont choisis pour leur tenue à l'oxydation à hautes températures et leurs propriétés mécaniques, en particulier leur dureté supérieure à 400 HV.

[0023] Selon un deuxième aspect du mélange de poudres de l'invention, on peut choisir comme premier lubrifiant solide, le trifluorure de cérium CeF_3 . Le CeF_3 est un sous produit des terres rares qui présente un bon comportement à l'usure, en particulier grâce à sa structure hexagonale lamellaire. En outre, le CeF_3 a un bon comportement à hautes températures, jusqu'à 1000° C, ce qui rend le mélange de poudre (ou le matériau solide autolubrifiant élaboré à partir de ce mélange) particulièrement approprié pour la réalisation de pièces mécaniques soumises à de hautes températures en fonctionnement, comme les douilles pour aube de compresseur de

turboréacteur.

[0024] Pour s'assurer que les particules de premier lubrifiant solide s'insèrent facilement dans la matrice métallique du matériau final, on choisit la taille moyenne des particules de premier lubrifiant solide en fonction de la taille moyenne des particules d'alliage métallique.

[0025] Pour que le mélange de poudres puisse être moulé par pressage ou injection dans un moule, la taille moyenne des particules d'alliage métallique est comprise, de préférence, entre 5 et 100 micromètres. Dans ce cas, on choisit la taille moyenne des particules de premier lubrifiant solide inférieure à 50 micromètres, de manière à permettre aux particules de premier lubrifiant solide de former des agglomérats de différentes tailles capables de s'insérer dans ladite matrice.

[0026] Selon un troisième aspect du mélange de poudres de l'invention, on peut choisir comme deuxième lubrifiant solide du bisulfure de tungstène WS_2 ou du bisulfure de molybdène MoS_2 .

[0027] Ces composés appartiennent à la famille des dichalcogénures et ont une structure hexagonale lamellaire. Ils réagissent avec l'alliage métallique précurseur de la matrice pour donner naissance à au moins une phase lubrifiante comprenant au moins un composé sulfuré à structure hexagonale.

[0028] Dans le cas d'un alliage comprenant du chrome, on peut constater, notamment par analyse de diffraction X, qu'il se forme une phase autolubrifiante majoritaire de sulfure de chrome Cr_7S_8 . Dans le cas particulier d'un alliage de type Astroloy®, des sulfures de titane et de cobalt se forment également mais en plus petite quantité que Cr_7S_8 . Dans le cas d'un alliage de type TY355®, des sulfures de chrome et de vanadium se forment.

[0029] Plus la proportion du deuxième lubrifiant solide dans le mélange est importante, plus il se forme de composés à structure hexagonale et meilleures sont les propriétés d'autolubrification du matériau final.

[0030] Du point de vue de la granulométrie du deuxième lubrifiant solide, on obtient de bons résultats lorsque cette dernière reste inférieure à 50 micromètres.

[0031] Dans le cas particulier d'un mélange comprenant une poudre d'alliage de type Astroloy®, CeF_3 en tant que premier lubrifiant solide et WS_2 en tant que deuxième lubrifiant solide, on constate, conformément à ce qui a été précédemment décrit, qu'au-delà de 10 % en volume de CeF_3 dans le mélange, des difficultés de frittage et de densification deviennent importantes. Comme ces difficultés deviennent tangibles à partir de 7 %, on peut préférer garder la proportion de CeF_3 et plus généralement la proportion de premier lubrifiant solide, en dessous de 7 % en volume.

[0032] D'autre part, on constate également qu'au-delà de 10 % en volume de WS_2 dans le mélange, des difficultés de frittage et de densification apparaissent.

[0033] Les propriétés autolubrifiantes du matériau solide final peuvent être évaluées en mesurant le coefficient de frottement entre ce matériau final et un matériau de

référence. Ces propriétés se révèlent intéressantes à partir du moment où la somme des proportions de CeF_3 et de WS_2 dépasse 10 % en volume et, avantageusement, 15 % en volume.

[0034] Ainsi, on constate de bons résultats, en ce qui concerne le frittage et la lubrification, avec un mélange de poudres comprenant : de 5 à 10 % ou de 5 à 7 % en volume) de CeF_3 ; de 5 à 10 % en volume de WS_2 ; et tel que la somme des proportions de CeF_3 et de WS_2 dépasse 10 %, voire 15 %, en volume.

[0035] Par ailleurs, comme les propriétés lubrifiantes du premier lubrifiant solide et de la phase lubrifiante dépendent de la température, on peut faire en sorte que les plages de températures dans lesquelles ces propriétés lubrifiantes sont optimales, ne se superposent pas. Pour illustrer ceci, dans l'exemple précité les propriétés lubrifiantes de la phase de Cr_7S_8 sont optimales à des températures de l'ordre de ou inférieures à 250° C, tandis que les propriétés lubrifiantes de CeF_3 sont optimales à des températures de l'ordre de ou supérieures à 250° C. De cette manière, le matériau solide fabriqué à partir du mélange de poudres, présente des propriétés autolubrifiantes suffisantes, quelle que soit la température à laquelle il est utilisé.

[0036] Il est également possible de faire en sorte que ces propriétés autolubrifiantes soient sensiblement constantes sur une plage de températures importante, par exemple de 100° C à 400° C.

[0037] La composition du mélange de poudres selon l'invention et du matériau autolubrifiant obtenu à partir d'un tel mélange étant bien comprise, nous allons maintenant décrire un exemple de pièce mécanique pouvant être réalisée à partir de ce matériau, en référence aux figures 1 et 2.

[0038] Ces figures représentent une aube 3 à calage variable, sur un carter 5 de stator de compresseur de turboréacteur d'avion.

[0039] Les aubes 3, dites « fixes », du stator sont disposées radialement à intervalles réguliers à l'intérieur du carter 5. Elles sont fixées au carter 5 par leur pied 7 avec un certain angle de calage qui détermine la direction de passage de l'air à travers le compresseur. Les aubes 3 sont dites à calage variable car elles peuvent pivoter autour de leur pied 7 de manière à faire varier l'angle de calage.

[0040] Des ouvertures 9 sont ménagées dans le carter 5 pour recevoir les pieds d'aube 7, ces ouvertures 9 et ces pieds 7 étant cylindriques. Pour limiter les frottements entre chaque pied 7 et le carter 5, on dispose entre ces deux éléments des douilles 11 réalisées en un matériau solide autolubrifiant selon l'invention.

[0041] Il est possible d'utiliser une ou deux douilles 11 par ouverture 9, comme représenté sur les figures. Ces douilles sont montées serrées à l'intérieur de l'ouverture 9 de manière à rester solidaires du carter 5 même lorsque ce dernier se dilate à haute température. Chaque douille 11 présente une collerette 11a qui borde l'ouverture 9 sur la face interne ou externe du carter 5.

[0042] Les douilles 11 visent à protéger le carter 5 et les pieds d'aube 7, en s'usant à la place de ces derniers éléments et lorsque ces douilles 11 sont trop usées, elles sont remplacées.

[0043] Comme représenté figure 2, il est également possible de disposer autour du pied 7 une bague 13 sur laquelle la douille 11 va venir frotter. Cette bague 13 est montée serrée autour du pied 7 et vise à protéger ce dernier.

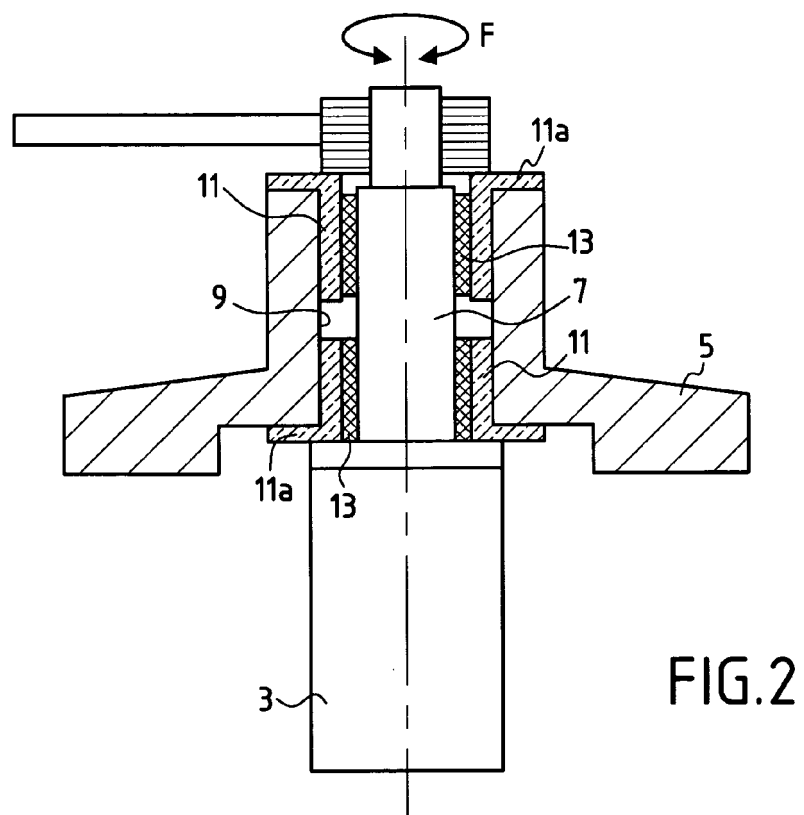
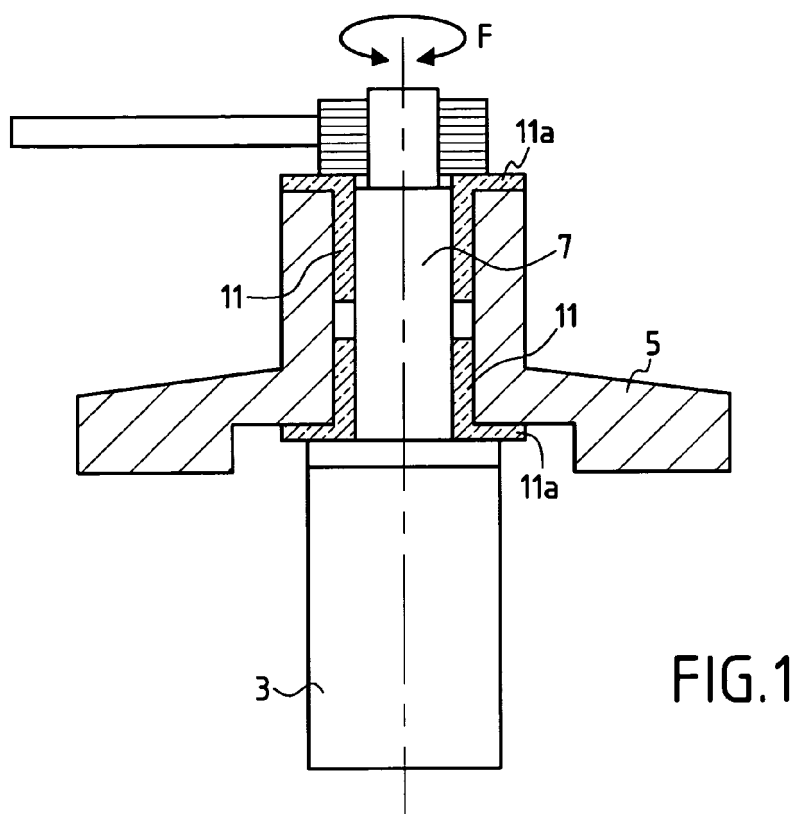
[0044] Les forces de frottement entrant en jeu dans les précédents montages dépendent bien entendu des couples de matériaux en présence. Lorsque la douille est réalisée en un matériau selon les exemples précédents (matrice en alliage métallique de type Astroloy® ou TY355® ; lubrifiant solide CeF_3 ; et phase autolubrifiante Cr_7S_8) les pieds d'aube 7 peuvent être réalisés en un alliage métallique de base fer, nickel ou titane, et les bagues 13 éventuelles, en un alliage métallique de base fer, nickel ou cobalt.

Revendications

1. Mélange de poudres apte à être fritté, **caractérisé en ce qu'il** comprend une poudre d'un alliage métallique, précurseur de la matrice dudit matériau solide autolubrifiant, des particules de trifluorure de cérium CeF_3 , en tant que premier lubrifiant solide, destinées à s'insérer dans ladite matrice sans interagir avec ledit alliage métallique lors du frittage de la poudre et des particules d'un deuxième lubrifiant solide destinées à réagir avec un composant dudit alliage métallique lors du frittage de la poudre pour former une phase lubrifiante.
2. Mélange de poudres selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la proportion du premier lubrifiant solide dans ledit mélange est de l'ordre de ou inférieure à 15 % en volume.
3. Mélange de poudres selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** la proportion du premier lubrifiant solide dans ledit mélange est comprise entre 5 et 10 % en volume.
4. Mélange de poudres selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** la proportion du deuxième lubrifiant solide dans ledit mélange est de l'ordre de ou inférieure à 15 % en volume.
5. Mélange de poudres selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** la proportion du deuxième lubrifiant solide dans ledit mélange est comprise entre 5 et 10 % en volume.
6. Mélange de poudres selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** la somme des proportions des premier et deuxième lubrifiants

solides est supérieure à 10 % en volume.

7. Mélange de poudres selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** ledit deuxième lubrifiant solide est du bisulfure de tungstène WS_2 ou du bisulfure de molybdène MoS_2 . 5
8. Mélange de poudres selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, **caractérisé en ce que** ladite phase lubrifiante comprend au moins un composé sulfuré à structure hexagonale. 10
9. Mélange de poudres selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** ledit alliage métallique est un alliage de base fer, nickel ou cobalt. 15
10. Mélange de poudres selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que** ledit composant dudit alliage métallique est du Chrome, ladite phase lubrifiante comprenant du Cr_7S_8 . 20
11. Procédé d'élaboration d'un matériau solide autolubrifiant, **caractérisé en ce qu'il** comprend les étapes consistant à : réaliser un mélange de poudres selon l'une quelconque des revendications précédentes ; mélanger intimement ledit mélange ; ajouter un liant au mélange intime obtenu ; mouler le mélange intime par pressage ou injection dans un moule pour former une ébauche ; extraire l'ébauche moulée du moule ; évacuer ledit liant ; et densifier ladite ébauche par frittage. 25
30
12. Matériau solide autolubrifiant comprenant une matrice en alliage métallique et des particules de trifluorure de cérium CeF_3 , en tant que lubrifiant solide, insérées dans ladite matrice, **caractérisé en ce qu'il** comprend, en outre, une phase lubrifiante comprenant un composé sulfuré à structure hexagonale. 35
40
13. Matériau solide autolubrifiant selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** ledit alliage métallique est un alliage de base fer, nickel ou cobalt.
14. Matériau solide autolubrifiant selon la revendication 12 ou 13, **caractérisé en ce que** ledit composé sulfuré à structure hexagonale est Cr_7S_8 . 45
15. Pièce mécanique **caractérisée en ce qu'elle** est réalisée à partir d'un matériau selon l'une quelconque des revendications 12 à 14. 50
16. Pièce mécanique selon la revendication 15, **caractérisée en ce qu'elle** consiste en une douille (11) destinée à recevoir un pied (7) d'aube (3), à calage variable, de compresseur de turboréacteur d'avion. 55





DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
A	US 2 964 476 A (BRIAN COLLIVER COAD) 13 décembre 1960 (1960-12-13) * le document en entier *	1-16	INV. B22F1/00 B22F3/10
A	US 3 678 145 A (DAVID J. BOES) 18 juillet 1972 (1972-07-18) * le document en entier *	1-16	
A	FR 1 080 017 A (BERNARD ROY ATKINS) 6 décembre 1954 (1954-12-06) * le document en entier *	1-16	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 007, no. 242 (C-192), 27 octobre 1983 (1983-10-27) & JP 58 133347 A (OILES KOGYO KK), 9 août 1983 (1983-08-09) * abrégé *	1-16	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 007, no. 242 (C-192), 27 octobre 1983 (1983-10-27) & JP 58 133346 A (OILES KOGYO KK), 9 août 1983 (1983-08-09) * abrégé *	1-16	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC) B22F
A	EP 0 769 562 A (NIPPON STEEL CORPORATION) 23 avril 1997 (1997-04-23) * le document en entier *	1-16	
A	US 6 245 718 B1 (ROMANOV SERHEY M ET AL) 12 juin 2001 (2001-06-12) * le document en entier *	1-16	
A	US 3 956 146 A (TSUYA ET AL) 11 mai 1976 (1976-05-11) * le document en entier *	1-16	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 12 mai 2006	Examineur Patton, G
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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 antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 06 29 0016

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

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

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

12-05-2006

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2964476	A		AUCUN	
US 3678145	A	18-07-1972	AUCUN	
FR 1080017	A	06-12-1954	AUCUN	
JP 58133347	A	09-08-1983	JP 1028096 B JP 1542594 C	01-06-1989 15-02-1990
JP 58133346	A	09-08-1983	JP 1028095 B JP 1542593 C	01-06-1989 15-02-1990
EP 0769562	A	23-04-1997	CN 1149321 A WO 9530029 A1 KR 206502 B1 US 5714700 A	07-05-1997 09-11-1995 01-07-1999 03-02-1998
US 6245718	B1	12-06-2001	AU 4944801 A EA 5655 B1 EP 1278815 A1 WO 0183652 A1	12-11-2001 28-04-2005 29-01-2003 08-11-2001
US 3956146	A	11-05-1976	GB 1470118 A JP 50030706 A	14-04-1977 27-03-1975

EPO FORM P0450

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