

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication :

3 149 066

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

21 N° d'enregistrement national :

23 05013

51 Int Cl⁸ : F 17 C 1/12 (2023.01), F 17 C 1/04

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 22.05.23.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 29.11.24 Bulletin 24/48.

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

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : CRYOLOR Société Anonyme — FR.

72 Inventeur(s) : VARRASSI Lucien.

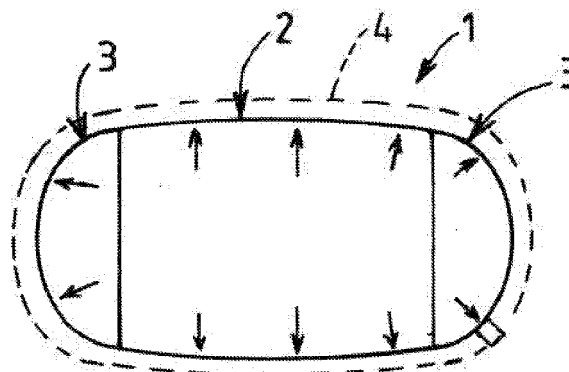
73 Titulaire(s) : CRYOLOR Société Anonyme.

74 Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PRO-
CEDES GEORGES CLAUDE.

54 Réservoir cryogénique et procédé de fabrication.

57 L'invention concerne un réservoir cryogénique et son
procédé de fabrication configuré pour stocker un gaz liqué-
fié à une température cryogénique de préférence inférieure
à -100°C, par exemple de l'azote liquide, le réservoir (1)
étant composé d'un ensemble de tôle(s) d'acier inoxydable
austénitique de type 201LN soudées, caractérisé en ce que
le réservoir est écroui à un taux d'écrouissage compris entre
1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%, c'est-à-dire
que l'ensemble de tôle(s) d'acier inoxydable austénitique de
type 201LN soudées est écroui à un taux d'écrouissage
compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%.

Figure d'abrégié: Fig. 1



FR 3 149 066 - A1



Description

Titre de l'invention : Réservoir cryogénique et procédé de fabrication

- [0001] L'invention concerne un réservoir cryogénique et son procédé de fabrication.
- [0002] L'invention concerne plus particulièrement un réservoir cryogénique configuré pour stocker un gaz liquéfié à une température cryogénique de préférence inférieure à - 100°C, par exemple de l'azote liquide, le réservoir étant composé d'un ensemble de tôle(s) d'acier inoxydable austénitique de type 201LN soudées.
- [0003] L'invention concerne les réservoirs fixes ou mobiles pour le stockage ou transport de liquides cryogéniques (gaz de l'air, CO₂, GNL, azote, éthylène, hydrogène ou Hélium par exemple).
- [0004] Il est connu d'améliorer les caractéristiques mécaniques d'aciers par écrouissage, c'est-à-dire par déformation au-delà de la limite plastique du matériau. Cet écrouissage est défini par des normes (cf. par exemple « EN 13458-2 »).
- [0005] Généralement le réservoir étanche est rempli d'eau et est mis sous pression et "gonflé" selon des cycles prédéfinis jusqu'à induire des contraintes supérieures à la limite élastique du métal pour augmenter les caractéristiques mécaniques.
- [0006] A ce jour, seuls un nombre limité d'alliages sont autorisés par les réglementations pour le transport et le stockage de fluides cryogéniques tels que l'hydrogène (six à ce jour). Ainsi, par exemple il est connu de fabriquer et d'utiliser des réservoirs en alliage de type 304N ou 304LN.
- [0007] Il est souhaitable de pouvoir utiliser d'autres matériaux moins chers, plus légers ou permettant de proposer des réservoirs avec des performances améliorées.
- [0008] Ceci n'est pas aisé car le réservoir doit avoir une bonne tenue mécanique à basse température, une bonne résilience et ne doit pas être sujet à des fissures, notamment dans les soudures où à la périphérie des soudures.
- [0009] Un but de la présente invention est de pallier tout ou partie des inconvénients de l'art antérieur relevés ci-dessus.
- [0010] A cette fin, le réservoir selon l'invention, par ailleurs conforme à la définition générique qu'en donne le préambule ci-dessus, est essentiellement caractérisé en ce que le réservoir est écroui à un taux d'écrouissage compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%, c'est-à-dire que l'ensemble de tôle(s) d'acier inoxydable austénitique de type 201LN soudées est écroui à un taux d'écrouissage compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%.
- [0011] Par ailleurs, des modes de réalisation de l'invention peuvent comporter l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- le réservoir est écroui à un taux d'écrouissage compris entre 5% et 7%, par exemple 6%,
- l'ensemble de tôle(s) est écroui en configuration assemblée étanche du réservoir par mise en pression interne du réservoir avec un fluide incompressible, par exemple de l'eau,
- l'ensemble de tôle(s) est écroui avant assemblage et soudage, par exemple lors d'une opération de laminage,
- le réservoir est composé de tôle(s) d'acier inoxydable austénitique de type 201LN soudées via une soudure du type "bout à bout" avec un couple de fils et un flux adapté à l'acier 201LN.

[0012] L'invention concerne également un procédé de fabrication d'un réservoir cryogénique configuré pour stocker un gaz liquéfié à une température cryogénique de préférence inférieure à -100°C, par exemple de l'azote liquide, le procédé comprenant une étape d'assemblage et de soudage d'un ensemble de tôles d'acier inoxydable austénitique de type 201LN par soudage, une étape d'écrouissage des tôles, l'étape d'écrouissage étant réalisée préalablement à l'étape d'assemblage et de soudage et/ou après assemblage et soudage, l'étape d'écrouissage étant configurée pour provoquer une déformation au-delà du domaine plastique de l'acier de type 201LN, le taux d'écrouissage étant compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%.

[0013] Selon d'autres particularités possibles le taux d'écrouissage est compris entre 5% et 7%, par exemple 6%.

[0014] L'invention peut concerner également tout dispositif ou procédé alternatif comprenant toute combinaison des caractéristiques ci-dessus ou ci-dessous dans le cadre des revendications.

[0015] D'autres particularités et avantages apparaîtront à la lecture de la description ci-après, faite en référence aux figures dans lesquelles :

Brève description des figures

[0016] L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre donnée uniquement à titre d'exemple et faite en se référant aux dessins annexés dans lesquels :

[0017] [Fig.1] est une vue schématique et partielle en coupe longitudinale d'un exemple de réservoir en cours d'écrouissage,

[0018] [Fig.2] est une représentation schématique des valeurs de résistance à la rupture de pièces en acier inoxydable austénitique composant le réservoir selon l'invention testées pour respectivement quatre niveau d'écrouissage,

[0019] [Fig.3] est une représentation schématique des valeurs de résistance à un test d'impact de pièces en acier inoxydable austénitique brut composant le réservoir, au niveau de la soudure et à la périphérie de la soudure pour respectivement quatre niveau

d'écrouissage,

- [0020] [Fig.4] est une représentation schématique des valeurs de résistance à un test de limite élastique de pièces en acier inoxydable austénitique brut composant le réservoir, au niveau de la soudure et au niveau de la périphérie de la soudure pour respectivement trois niveaux d'écrouissage.

Description détaillée

- [0021] Sur toutes les figures, les mêmes références se rapportent aux mêmes éléments.
- [0022] Dans cette description détaillée, les réalisations suivantes sont des exemples. Bien que la description se réfère à un ou plusieurs modes de réalisation, cela ne signifie pas que les caractéristiques s'appliquent seulement à un seul mode de réalisation. De simples caractéristiques de différents modes de réalisation peuvent également être combinées et/ou interchangeables pour fournir d'autres réalisations.
- [0023] La [Fig.1] illustre très schématiquement un réservoir 1 cryogénique configuré pour stocker un gaz liquéfié à une température cryogénique (de préférence inférieure à -100°C), par exemple de l'azote liquide.
- [0024] Le réservoir 1 est composé d'un ensemble de tôles d'acier inoxydable austénitique de type 201LN soudées.
- [0025] La composition de l'acier de type 201LN prévoit en particulier un taux (en mole) de 7 à 19% de chrome et 3 à 9% de nickel. Il contient en outre des traces de manganèse, phosphore, soufre et azote. Il possède un taux de carbone relativement bas qui le rend très résistant à la corrosion.
- [0026] Cet alliage présente l'avantage d'une relative teneur réduite en nickel qui le rend moins onéreux.
- [0027] Par exemple, l'acier peut présenter la composition suivante en pourcentage molaire : Cr 16 à 18,5%, Mn 6,40 à 7,50%, Ni 4 à 5%, Cu moins de 1%, $\text{Si} \leq 0,75\%$, $\text{N} 0,10$ à $0,25\%$, $\text{P} \leq 0,045\%$, $\text{C} \leq 0,030\%$, $\text{S} \leq 0,030\%$ et le complément en Fer.
- [0028] Par exemple, une tôle 2 forme une virole ou tube cylindrique central refermé à ses extrémités par des dômes 3. Le réservoir 1 peut ainsi avoir une forme générale cylindrique.
- [0029] L'ensemble des tôles d'acier composant le réservoir 1 est écroui à un taux d'écrouissage compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%, c'est-à-dire que l'ensemble de tôle(s) d'acier inoxydable austénitique de type 201LN soudées est écroui à un taux d'écrouissage compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%, par exemple entre 5% et 7%, par exemple 6%.
- [0030] Le taux ou degré d'écrouissage représente la réduction de dimension relative (épaisseur par exemple) obtenue par la déformation (mise en pression et/ou laminage par exemple). Cette réduction de section peut être rapportée à la dimension initiale

(avant écrouissage) par exemple.

[0031] De préférence l'écrouissage est obtenu par déformation à froid (« cold stretching »).

[0032] L'écrouissage peut être réalisé classiquement par mise la pression interne du réservoir 1 avec un fluide incompressible, par exemple de l'eau (comme schématisé par des flèches à la [Fig.1]). C'est-à-dire que le réservoir 1 assemble/soudé est soumis à un ou des cycles déterminés de mis en pression en pression/déformation en injectant dans son volume interne clos et étanche (cf. par exemple la norme EN 13458-2).

[0033] Bien entendu, en variante ou en combinaison, l'ensemble de tôles composant le réservoir 1 peut être écroui avant assemblage et soudage, par exemple lors des opérations de laminage des tôles.

[0034] L'inventeur a constaté que l'utilisation de cet alliage 201LN particulier combiné au taux d'écrouissage précités permet de conférer au réservoir toutes les caractéristiques de tenue, notamment de tenue au froid qui sont nécessaire au stockage et au transport de fluide cryogéniques. En particulier, et comme explicité ci-après, l'invention permet même de conférer au réservoir 1 des performances de tenue mécaniques supérieures au réservoirs utilisés actuellement tout en réduisant son coût.

[0035] La [Fig.2] illustre les valeurs de limites à la rupture à la traction (R_m en N/mm^2) mesurées sur des échantillons (coupons de tests) écrouis respectivement à 0%, 6%, 10 et 15% (de gauche à droite) selon la norme EN ISO 4136. On constate que la limite de rupture à la traction de l'échantillon en 201LN ne cesse d'augmenter avec le taux d'écrouissage. Ces valeurs sont semblables ou supérieures au résultats obtenus pour le matériau 304LN connu notamment en terme de résilience (cf. par exemple les normes EN 10028-7, EN 13458-2 annexe C et EN ISO 9016 / EN ISO 148-1).

[0036] La [Fig.3] illustre les valeurs de limites de la résilience (test d'impact « I » J/cm^2 selon la norme EN 13458-2) mesurées sur des échantillons soudés (coupons de tests) écrouis respectivement à 0%, 6%, 10 et 15% (de gauche à droite). Pour chaque taux d'écrouissage, les trois colonnes représentent respectivement de gauche à droite les valeurs pour i) un test d'impact à $-196^\circ C$ pour le matériau de base 201LN, ii) un test d'impact à $-196^\circ C$ pour un échantillon de deux portions de 201LN soudées au niveau de la soudure et iii) un test d'impact à $-196^\circ C$ pour un échantillon de deux portions de 201LN soudées au niveau de la « ZAT ».

[0037] La « ZAT » désigne la jonction entre la soudure et la pièce en 201LN. Il s'agit de la zone affectée thermiquement entourant la soudure dans lequel la température du processus de soudage, combinée aux contraintes d'un chauffage et d'un refroidissement irréguliers, modifie les propriétés de traitement thermique de l'alliage.

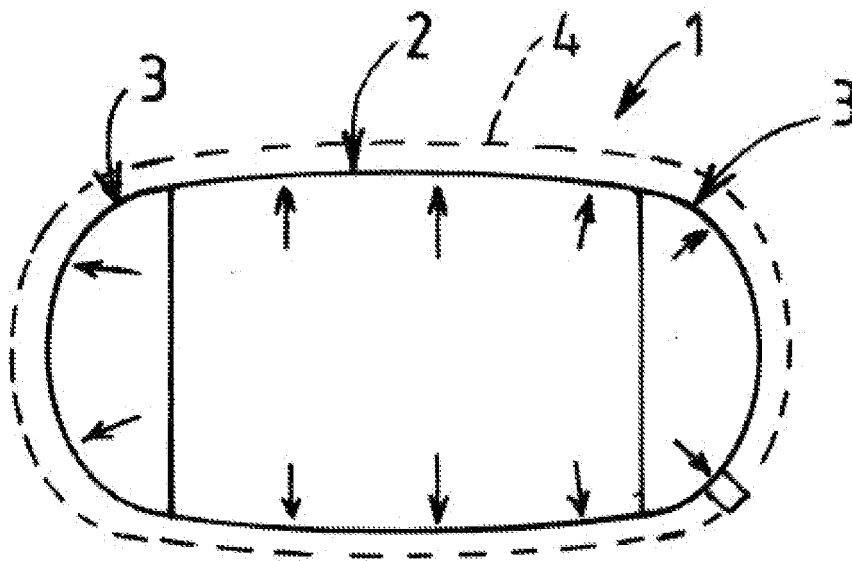
[0038] On constate que les résultats obtenus sont supérieurs à $50J/cm^2$ prévus par la norme ISO 21009. La tenue diminue au-delà d'un écrouissage de 10% notamment au niveau de la soudure.

- [0039] La [Fig.4] illustre les valeurs de la limite élastique et de rupture à la traction sur des échantillons soudés (coupons de tests) écrouis respectivement à 6%, 10 et 15% (selon la norme EN 13458-2 et EN ISO 9016 / EN ISO 148-1).
- [0040] Pour chaque taux d'écrouissage, les trois colonnes représentent respectivement de gauche à droite : i) le niveau de pression de résistance à la rupture en traction (R_m en MPa), ii) la valeur de pression de limite d'élasticité à 0,2% (en MPa), iii) la limite d'allongement en pourcentage.
- [0041] Ces différents tests illustrent que de 0 % à 15 % d'écrouissage, il y a une augmentation des caractéristiques mécaniques du matériau 201LN dans le métal de base et la soudure avec le taux d'écrouissage. En revanche, entre 10% et 15% d'écrouissage, la valeur de la résilience dans la soudure (dans le métal déposé par la soudure et dans la « ZAT » zone affectée thermiquement) diminue significativement.
- [0042] Ainsi, cet alliage et les taux d'écrouissage de 1% à 12% présentent des avantages mais dont l'optimum se situe entre 6% et 10% d'écrouissage et préférentiellement autour de 6%.
- [0043] Comme schématisé en pointillés à la [Fig.1], le réservoir 1 peut comprendre une enveloppe 4 extérieure autour de la paroi composée du matériau 201LN écroui pour former un réservoir à double enveloppes avec isolation thermique (par exemple sous vide) entre les deux enveloppes.
- [0044] Le matériau écroui selon l'invention permet une déformation plastique sans rompre et présente une ductilité satisfaisante. Il est apte au soudage. Cette structure permet au réservoir de résister à la propagation de fissures.

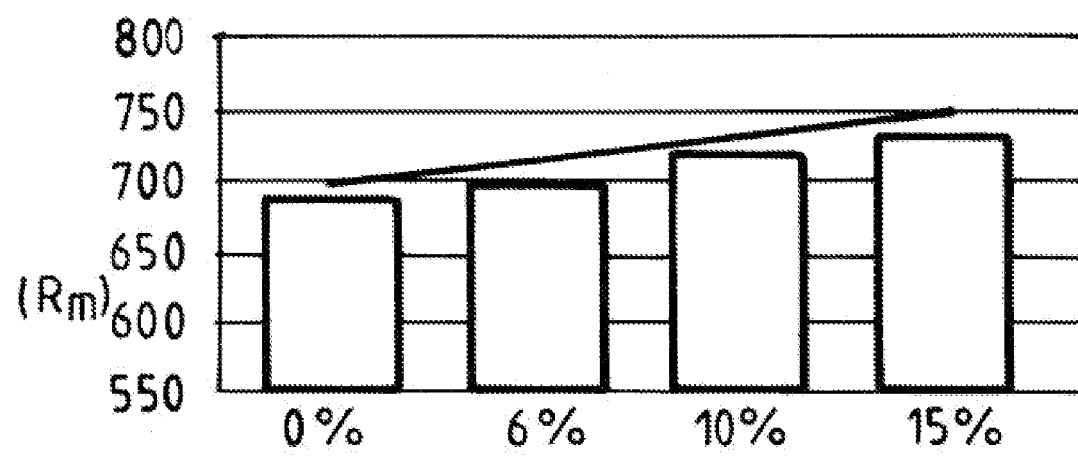
Revendications

- [Revendication 1] Réservoir cryogénique configuré pour stocker un gaz liquéfié à une température cryogénique de préférence inférieure à -100°C , par exemple de l'azote liquide, le réservoir (1) étant composé d'un ensemble de tôle(s) d'acier inoxydable austénitique de type 201LN soudées, caractérisé en ce que le réservoir est écroui à un taux d'écrouissage compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%, c'est-à-dire que l'ensemble de tôle(s) d'acier inoxydable austénitique de type 201LN soudées est écroui à un taux d'écrouissage compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%.
- [Revendication 2] Réservoir selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il est écroui à un taux d'écrouissage compris entre 5% et 7%, par exemple 6%.
- [Revendication 3] Réservoir selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'ensemble de tôle(s) est écroui en configuration assemblée étanche du réservoir par mise en pression interne du réservoir avec un fluide incompressible, par exemple de l'eau.
- [Revendication 4] Réservoir selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'ensemble de tôles est écroui avant assemblage et soudage, par exemple lors d'une opération de laminage.
- [Revendication 5] Réservoir selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il est composé de tôle(s) d'acier inoxydable austénitique de type 201LN soudées via une soudure du type "bout à bout" avec un couple de fils et un flux adapté à l'acier 201LN.
- [Revendication 6] Procédé de fabrication d'un réservoir (1) cryogénique configuré pour stocker un gaz liquéfié à une température cryogénique de préférence inférieure à -100°C , par exemple de l'azote liquide, le procédé comprenant une étape d'assemblage et de soudage d'un ensemble de tôles d'acier inoxydable austénitique de type 201LN par soudage, une étape d'écrouissage des tôles, l'étape d'écrouissage étant réalisée préalablement à l'étape d'assemblage et de soudage et/ou après assemblage et soudage, l'étape d'écrouissage étant configurée pour provoquer une déformation au-delà du domaine plastique de l'acier de type 201LN, le taux d'écrouissage étant compris entre 1% et 12% et de préférence entre 5% et 10%.
- [Revendication 7] Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le taux d'écrouissage est compris entre 5% et 7%, par exemple 6%.

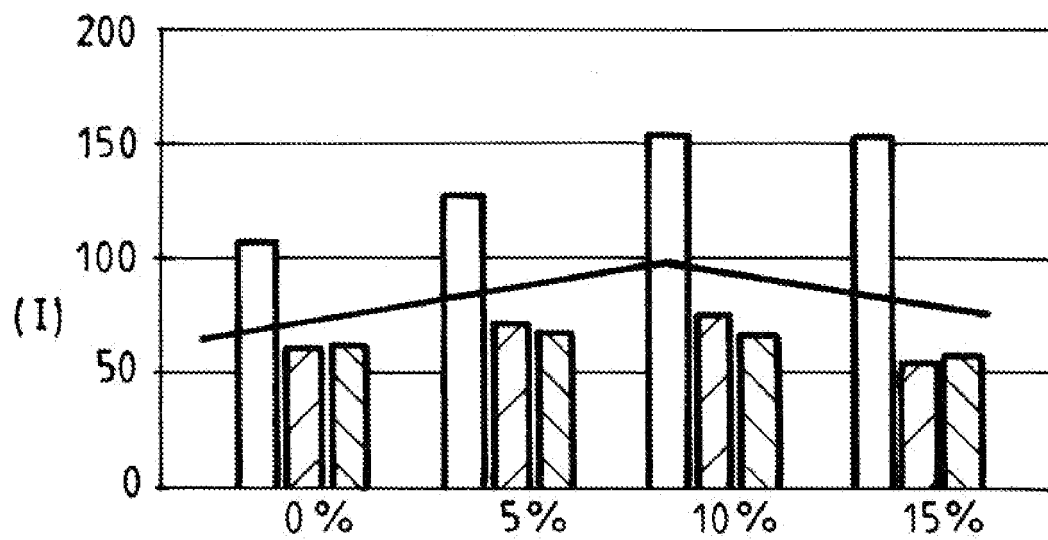
[Fig. 1]



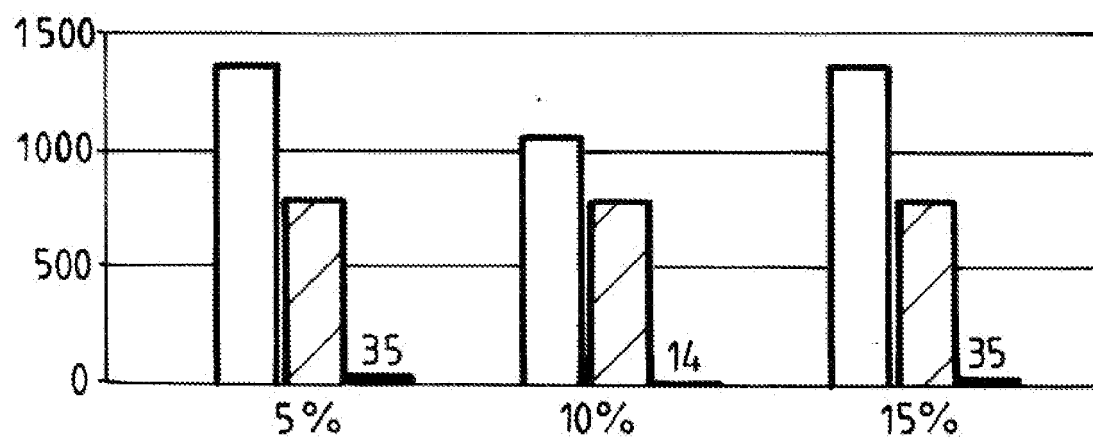
[Fig. 2]



[Fig. 3]



[Fig. 4]



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 919404
FR 2305013

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	JP 2019 120359 A (AIR WATER MFG CO LTD) 22 juillet 2019 (2019-07-22) * le document en entier *	1-7	F17C 1/04 F17C 1/12
Y	US 4 772 337 A (KESTEN MARTIN [DE]) 20 septembre 1988 (1988-09-20) * revendication 1; figure 1 *	1-3, 5-7	
Y	DE 10 2011 105423 A1 (MT AEROSPACE AG [DE]) 27 décembre 2012 (2012-12-27) * alinéas [0032] - [0035]; figure 1 *	1-7	
A	US 4 846 900 A (DIEHL WERNER K [DE] ET AL) 11 juillet 1989 (1989-07-11) * figure 1 *	1-7	
A	EP 2 163 325 A2 (BENTELER SGL GMBH & CO KG [DE]) 17 mars 2010 (2010-03-17) * figures 1-2 *	1-7	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			F17C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
24 novembre 2023		Ott, Thomas	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2305013 FA 919404**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
 Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **24-11-2023**
 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 2019120359 A	22-07-2019	JP 7075762 B2	26-05-2022
		JP 2019120359 A	22-07-2019

US 4772337 A	20-09-1988	AT E75641 T1	15-05-1992
		DE 3614290 A1	29-10-1987
		EP 0243663 A2	04-11-1987
		JP S62278249 A	03-12-1987
		US 4772337 A	20-09-1988

DE 102011105423 A1	27-12-2012	DE 102011105423 A1	27-12-2012
		EP 2724072 A2	30-04-2014
		ES 2543187 T3	17-08-2015
		HU E025171 T2	28-01-2016
		PL 2724072 T3	30-10-2015
		PT 2724072 E	07-09-2015
		WO 2012175499 A2	27-12-2012

US 4846900 A	11-07-1989	AT E68527 T1	15-11-1991
		DE 3726960 A1	23-02-1989
		EP 0303016 A1	15-02-1989
		JP S6465230 A	10-03-1989
		US 4846900 A	11-07-1989

EP 2163325 A2	17-03-2010	CN 101676595 A	24-03-2010
		DE 102008047352 A1	15-04-2010
		EP 2163325 A2	17-03-2010
