



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2000/02/02
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2000/08/10
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2001/07/24
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 00/00248
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: WO 00/46417
(30) Priorité/Priority: 1999/02/02 (99/01110) FR

(51) Cl.Int.⁷/Int.Cl.⁷ C22C 38/58, C22C 38/44
(71) Demandeur/Applicant:
CREUSOT-LOIRE INDUSTRIE, FR
(72) Inventeur/Inventor:
FOUEL, JACQUES, FR
(74) Agent: SWABEY OGILVY RENAULT

(54) Titre : ACIER INOXYDABLE AMAGNETIQUE POUR UTILISATION A TRES BASSE TEMPERATURE ET
RESISTANT AUX NEUTRONS ET UTILISATION
(54) Title: NON-MAGNETIC STAINLESS STEEL FOR USE AT VERY LOW TEMPERATURE AND RESISTANT TO
NEUTRONS AND USE

(57) **Abrégé/Abstract:**

Acier inoxydable austénitique amagnetique pour utilisation à très basse température et résistant aux neutrons, dont la composition chimique comprend, en poids : $17 \% \leq \text{Cr} \leq 19 \%$; $12 \% \leq \text{Ni} \leq 15 \%$; $2,5 \% \leq \text{Mo} \leq 4 \%$; $6 \% \leq \text{Mn} \leq 8 \%$; $0,1 \% \leq \text{N} \leq 0,3 \%$; $\text{C} \leq 0,03 \%$; $\text{Si} \leq 1,5 \%$; éventuellement du bore en des teneurs inférieures ou égales à 0,005 %; le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration. Utilisation de l'acier pour la fabrication notamment par moulage d'une pièce d'un dispositif de production d'énergie thermonucléaire, devant travailler à une température inférieure à 7 K. Pièce obtenue.



PCTORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE
Bureau international

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

(51) Classification internationale des brevets ⁷ : C22C 38/58, 38/44	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 00/46417 (43) Date de publication internationale: 10 août 2000 (10.08.00)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR00/00248 (22) Date de dépôt international: 2 février 2000 (02.02.00) (30) Données relatives à la priorité: 99/01110 2 février 1999 (02.02.99) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): CREUSOT-LOIRE INDUSTRIE [FR/FR]; Immeuble "La Pacific" – La Défense 7, 11/13, Cours Valmy, F-92800 Puteaux (FR). (72) Inventeur; et (75) Inventeur/Déposant (US seulement): FOUEL, Jacques [FR/FR]; 9, allée des Verdiers, F-71210 Montchanin (FR). (74) Mandataire: VENTAVOLI, Roger; Usinor, Direction de la Propriété Industrielle, Immeuble "La Pacific", TSA 10001, F-92070 La Défense Cedex (FR).		(81) Etats désignés: AE, AL, AM, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CN, CR, CU, CZ, DM, EE, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, SD, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>
(54) Title: NON-MAGNETIC STAINLESS STEEL FOR USE AT VERY LOW TEMPERATURE AND RESISTANT TO NEUTRONS AND USE		
(54) Titre: ACIER INOXYDABLE AMAGNETIQUE POUR UTILISATION A TRES BASSE TEMPERATURE ET RESISTANT AUX NEUTRONS ET UTILISATION		
(57) Abstract		
The invention concerns a non-magnetic austenitic stainless steel for use at very low temperature and resistant to neutrons, whereof the chemical composition comprises, by weight: 17 % ≤ Cr ≤ 19 %; 12 % ≤ Ni ≤ 15 %; 2.5 % ≤ Mo ≤ 4 %; 6 % ≤ Mn ≤ 8 %; 0.1 % ≤ N ≤ 0.3 %; C ≤ 0.3 %; Si ≤ 1.5 %; optionally boron in contents not more than 0.005 %; the rest being iron and impurities resulting from preparation. The invention also concerns the use of said steel for manufacture in particular by moulding of a component of a device producing thermonuclear energy, operating at a temperature less than 7K. The invention also concerns the resulting component.		
(57) Abrégé		
Acier inoxydable austénitique amagnétique pour utilisation à très basse température et résistant aux neutrons, dont la composition chimique comprend, en poids : 17 % ≤ Cr ≤ 19 %; 12 % ≤ Ni ≤ 15 %; 2,5 % ≤ Mo ≤ 4 %; 6 % ≤ Mn ≤ 8 %; 0,1 % ≤ N ≤ 0,3 %; C ≤ 0,03 %; Si ≤ 1,5 %; éventuellement du bore en des teneurs inférieures ou égales à 0,005 %; le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration. Utilisation de l'acier pour la fabrication notamment par moulage d'une pièce d'un dispositif de production d'énergie thermonucléaire, devant travailler à une température inférieure à 7 K. Pièce obtenue.		

ACIER INOXYDABLE AMAGNETIQUE POUR UTILISATION A TRES BASSE TEMPERATURE ET RESISTANT AUX NEUTRONS ET UTILISATION

La présente invention est relative à un acier inoxydable austénitique amagnétique pour utilisation à basse température et résistant aux neutrons, destiné
5 notamment à la fabrication d'éléments d'une enveloppe de bobine supraconductrice destinée à créer un champ magnétique de confinement d'un plasma dans une installation de production d'énergie thermonucléaire.

Afin de produire de l'énergie par fusion thermonucléaire, on envisage de réaliser des enceintes dans lesquelles on confinera par un champ magnétique très
10 élevé un plasma chaud et dense d'isotopes de l'hydrogène. Sous l'effet de la pression et de la température, il se produira une réaction de fusion entre les noyaux des isotopes de l'hydrogène, ce qui engendrera un flux de neutrons et un dégagement d'énergie importants. L'énergie dégagée pourra être utilisée pour la production d'électricité.

L'enveloppe des bobines supraconductrices qu'il est prévu de réaliser par
15 assemblage par soudage d'éléments obtenus par moulage, par forgeage ou par laminage, aura des parois dont l'épaisseur pourra atteindre 300 mm. Cette enveloppe devra avoir une perméabilité magnétique la plus proche possible de 1, et de préférence inférieure à 1,01. Elle devra avoir également des propriétés
20 mécaniques élevées et une bonne stabilité physique et mécanique en présence de flux de neutrons. De plus, les champs magnétiques nécessaires étant très élevés, il est prévu de les réaliser à l'aide d'électroaimants supraconducteurs travaillant à très basse température, par exemple au voisinage de 4 K. L'enceinte devra donc conserver ses propriétés jusqu'à des températures de cet ordre. En particulier, la
25 limite d'élasticité $Re_{0,2}$ devra être supérieure à 800 MPa et le K_{1C} supérieur à 130 MPa.m^{-1/2}.

Les aciers inoxydables austénitiques connus, à 18% de Cr, 10% à 12% de Ni et
0% à 2% de Mo, pouvant être utilisés à l'état moulés ne répondent pas à la question posée. En effet, du fait des ségrégations qui apparaissent dans les parois moulées
30 de forte épaisseur, il se forme de la ferrite δ qui détériore les caractéristiques magnétiques. De plus, ces aciers présentent une grande sensibilité à la fissuration à chaud ce qui les rends difficiles à souder.

L'utilisation d'alliages austénitiques à plus forte teneur en nickel que les aciers
inoxydables à 25% de Ni et 20% de Cr ou les alliages à base nickel pourrait être
35 envisagée et permettrait d'obtenir des propriétés magnétiques et mécaniques satisfaisantes. Mais ces alliages présentent l'inconvénient d'être trop sensibles aux

neutrons. En effet, pour ce type d'application, il n'est pas souhaitable que la teneur en nickel soit trop élevée pour éviter que les pièces deviennent trop radioactives sous l'effet du flux de neutrons

Il n'existe donc pas d'alliage ou d'acier permettant de fabriquer de façon satisfaisante une enveloppe de bobine supraconductrice de confinement de plasma d'une installation de production d'énergie thermonucléaire.

Le but de la présente invention est de remédier à cet inconvénient en proposant un acier inoxydable adapté à la fabrication d'éléments d'une enveloppe de bobine supraconductrice de confinement de plasma d'une installation de production d'énergie thermonucléaire. Cet acier doit, notamment, être amagnétique, c'est à dire avoir une perméabilité magnétique inférieure à 1,01, en particulier lorsqu'il constitue une paroi de forte épaisseur, avoir des caractéristiques mécaniques élevées et une bonne ductilité à très basse température (en particulier à 4 K), être soudable, être facile à mouler et ne pas contenir trop de nickel.

A cet effet, l'invention a pour objet un acier inoxydable austénitique amagnétique pour utilisation à basse température et résistant aux neutrons, dont la composition chimique comprend, en poids :

$$17 \% \leq \text{Cr} \leq 19 \%$$

$$12 \% \leq \text{Ni} \leq 15 \%$$

$$2,5 \% \leq \text{Mo} \leq 4 \%$$

$$6 \% \leq \text{Mn} \leq 8 \%$$

$$0,1 \% \leq \text{N} \leq 0,3 \%$$

$$\text{C} \leq 0,03 \%$$

$$\text{Si} \leq 1,5 \%$$

- éventuellement du bore en des teneurs inférieures ou égales à 0,005 %, le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

De préférence, la composition chimique doit être telle que :

$$[(\text{Cr} + 1,4 \times \text{Mo} + 1,5 \times \text{Si} - 4,99)/(\text{Ni} + 30 \times \text{C} + 0,5 \times \text{Mn} + 26 \times (\text{N} - 0,02) + 2,77)]^3 \times 12,56 - 7,22 < 0$$

De préférence, la teneur en silicium est supérieure à 0,2 %, la teneur en carbone est supérieure à 0,015 %, et les teneurs en impuretés sont telles que : $\text{Co} \leq 0,2 \%$, $\text{P} \leq 0,03 \%$, $\text{S} \leq 0,015 \%$, $\text{Al} \leq 0,06 \%$ et $\text{Nb} \leq 0,01 \%$.

Cet acier a une limite d'élasticité $Re_{0,2}$ supérieure à 800 MPa, un K_{IC} supérieur à 130 MPa.m^{-1/2} et une perméabilité magnétique inférieure à 1,01, à la température de 4 K.

L'invention concerne également l'utilisation de l'acier selon l'invention pour la
5 fabrication d'une pièce d'un dispositif de production d'énergie thermonucléaire. La
pièce peut être obtenue soit par moulage, soit par forgeage, soit à partir d'un produit
laminé, et peut avoir une paroi d'épaisseur supérieure à 100 mm. La pièce est, par
exemple, un élément d'une enveloppe de bobine supraconductrice de confinement
d'un plasma destinée à travailler à une température inférieure à 7 K et devant
10 résister aux neutrons.

L'invention va maintenant être décrite plus en détails et illustrée par un
exemple.

La composition chimique, en % en poids, de l'acier comprend :

- de 17 % à 19 % de chrome pour obtenir une inoxydabilité suffisante,
- 15 - de 12 % à 15 % de nickel pour une structure austénitique amagnétique ayant une
bonne ductilité à basse température,
- de 2,5 % à 4 % de molybdène pour améliorer la résistance à la fissuration à chaud
lors du soudage,
- de 6 % à 8 % de manganèse pour améliorer la résistance à la fissuration à chaud
20 lors du soudage et pour obtenir une solubilité suffisante de l'azote,
- de 0,1 % à 0,3 % d'azote pour obtenir des caractéristiques de traction élevées et
une bonne stabilité de la structure austénitique à basse température,
- moins de 0,03 % de carbone pour obtenir une ténacité satisfaisante à basse
température et éviter les précipitations de carbures dans les zones affectées par la
25 chaleur de soudage ; la teneur en carbone peut être aussi petite qu'on veut, dans la
mesure où la limite d'élasticité est obtenue ; de ce point de vue, il est en général
souhaitable que la teneur en carbone soit supérieure à 0,015 %,
- éventuellement plus de 0,2 % de silicium pour améliorer la coulabilité de l'acier
liquide, mais moins de 1,5 % pour éviter de détériorer les propriétés magnétiques et
30 la ténacité,
- éventuellement du bore pour faciliter la déformation plastique à chaud lors du
forgeage ou du laminage, mais moins de 0,005 % pour éviter de détériorer la
soudabilité,
- le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

Les impuretés sont, notamment :

- le cobalt dont le teneur doit, de préférence, rester inférieure à 0,2 % pour limiter la formation d'isotopes radioactifs sous l'effet du flux de neutrons,
- le phosphore dont le teneur doit, de préférence, rester inférieure à 0,03 % pour obtenir une ténacité satisfaisante et éviter l'apparition de ségrégations en forte épaisseur,
- le soufre dont le teneur doit, de préférence, rester inférieure à 0,015 % pour obtenir une ténacité satisfaisante et éviter l'apparition de ségrégations en forte épaisseur,
- le niobium dont le teneur doit, de préférence, rester inférieure à 0,015 % pour éviter de détériorer la soudabilité,
- l'aluminium qui a servi de désoxydant au cours de l'élaboration, et dont la teneur doit rester inférieure à 0,06 % pour éviter de créer des précipités détériorant la ténacité à froid.

Pour éviter la formation de ferrite δ la composition chimique doit, de préférence, être telle que :

$$[(Cr + 1,4 \times Mo + 1,5 \times Si - 4,99)/(Ni + 30 \times C + 0,5 \times Mn + 26 \times (N - 0,02) + 2,77)]^3 \times 12,56 - 7,22 < 0.$$

Cet acier permet d'obtenir les caractéristiques suivantes :

Température (K)	293	77	4
Rm (MPa)	> 515	> 1000	
Re0,2 (MPa)	> 255	> 600	> 800
A %	> 35	> 40	
KCU (Joules)		> 70	
K1C (MPa.m ^{-1/2})			> 130

Pour l'application envisagée, seules les caractéristiques à 4 K sont impératives, mais les caractéristiques à 293 K et 77 K, plus faciles à mesurer, sont un moyen de s'assurer que les caractéristiques seront obtenues dans de bonnes conditions à 4 K.

Avec cet acier on a fabriqué une pièce moulée d'1 tonne ayant la forme d'un « U », avec des parois de 300 mm d'épaisseur. Cette pièce expérimentale est représentative des pièces qu'il est prévu de fabriquer pour réaliser une enveloppe de bobine supraconductrice de confinement de plasma d'une installation de production d'énergie thermonucléaire. La pièce a été moulée sans difficultés, c'est à dire, sans

apparitions de défauts dus, par exemple, à d'éventuels problèmes de fissuration à chaud.

La composition chimique de l'acier était (en % en poids):

Cr	Ni	Mn	N	C	Mo	Si	P	S	Nb	B
17,5	14	6	0,18	0,02	3	0,7	0,02	0,005	0,005	0,0006

5 La teneur en cobalt était quasiment nulle.

La pièce a été découpée pour obtenir des prélèvements dont les propriétés ont été évaluées entre 293 K (20 °C) et 4 K.

On a constaté que l'acier conservait une structure entièrement austénitique jusqu'à 4 K, au moins, et que la perméabilité magnétique était inférieure à 1,01 dans
10 toute l'épaisseur et à toute température.

On a également mesuré les caractéristiques mécaniques qui étaient :

Température (K)	293	77	4
Rm (MPa)	528	1020	1100
Re0,2 (MPa)	257	674	859
A %	47	46	
KCU (Joules)		177	
K1C (MPa.m ^{-1/2})			156

Ces résultats, ainsi que le fait que la teneur en nickel n'est pas trop élevée et la teneur en cobalt faible, montrent que l'acier selon l'invention est apte à la
15 fabrication de pièces, et notamment de pièces d'une enveloppe de bobine supraconductrice de confinement de plasma d'une installation de production d'énergie nucléaire de fusion ; ces pièces étant destinées à travailler à une température inférieure à 7 K. Ces pièces peuvent avoir une épaisseur d'au moins 300 mm et peser entre 20 et 40 tonnes.

20 D'une façon plus générale, l'acier peut être utilisé pour la fabrication de pièces destinées à travailler à très basse température et devant être parfaitement amagnétiques.

REVENDICATIONS

1 - Acier inoxydable austénitique amagnétique pour utilisation à très basse température et résistant aux neutrons, caractérisé en ce que sa composition chimique comprend, en poids :

$$17 \% \leq \text{Cr} \leq 19 \%$$

$$12 \% \leq \text{Ni} \leq 15 \%$$

$$2,5 \% \leq \text{Mo} \leq 4 \%$$

$$6 \% \leq \text{Mn} \leq 8 \%$$

$$0,1 \% \leq \text{N} \leq 0,3 \%$$

$$\text{C} \leq 0,03 \%$$

$$\text{Si} \leq 1,5 \%$$

- éventuellement du bore en des teneurs inférieures ou égales à 0,005 %, le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration.

2 - Acier selon la revendication 1 caractérisé en ce que :

$$[(\text{Cr} + 1,4 \times \text{Mo} + 1,5 \times \text{Si} - 4,99)/(\text{Ni} + 30 \times \text{C} + 0,5 \times \text{Mn} + 26 \times (\text{N} - 0,02) + 2,77)]^3 \times 12,56 - 7,22 < 0$$

3 - Acier selon la revendication 1 ou la revendication 2 caractérisé en ce que :

$$\text{Si} \geq 0,2 \%$$

4 - Acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que :

$$\text{Al} \leq 0,06 \%$$

5 - Acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que :

$$\text{S} \leq 0,015 \%$$

6 - Acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 caractérisé en ce que :

$$\text{P} \leq 0,03 \%$$

7 - Acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que :

$$\text{Nb} \leq 0,01 \%$$

8 - Utilisation de l'acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 pour la fabrication d'une pièce d'un dispositif de production d'énergie thermonucléaire,

notamment un élément d'une enveloppe de bobine supraconductrice pour le confinement d'un plasma.

9 - Utilisation de l'acier selon la revendication 8 caractérisée en ce que la pièce est obtenue par moulage.

5 10 - Utilisation selon la revendication 8 ou la revendication 9 caractérisée en ce que la pièce a une paroi d'épaisseur supérieure à 100 mm.

10 11 - Pièce d'une installation de production d'énergie thermonucléaire destinée à travailler à une température inférieure à 7 K et devant résister aux neutrons, caractérisée en ce qu'elle est constituée d'un acier selon l'une quelconque des revendications 1 à 7.