



⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑳ Numéro de dépôt : **93401364.0**

⑤① Int. Cl.<sup>5</sup> : **C22C 38/58**

㉔ Date de dépôt : **28.05.93**

③① Priorité : **04.06.92 FR 9206771**

④③ Date de publication de la demande :  
**08.12.93 Bulletin 93/49**

⑧④ Etats contractants désignés :  
**AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LI LU NL  
PT SE**

⑦① Demandeur : **Aubert & Duval Société anonyme  
dite:  
41, rue de Villiers  
F-92200 Neuilly-Sur-Seine (FR)**

⑦② Inventeur : **Bourrat, Jean, c/o Aubert & Duval  
Acieries des Ancizes, B.P. No 1  
F-63770 Les Ancizes (FR)**

⑦④ Mandataire : **Cournarie, Michèle et al  
Office Blétry 2, boulevard de Strasbourg  
F-75010 Paris (FR)**

⑤④ **Composition d'acier inoxydable pour pièces utilisées en ultravide et à basse température.**

⑤⑦ Composition d'acier inoxydable contenant de 19 à 22% en poids de chrome, de 8 à 11% en poids de nickel, de 2,50 à 4,25% en poids de manganèse, de 2,00 à 3,00 % en poids de molybdène, de 0,25 à 0,80% en poids de niobium, de 0,35 à 0,50% en poids d'azote, jusqu'à 0,08% en poids de carbone, jusqu'à 0,75% de silicium, jusqu'à 0,025% en poids de phosphore, jusqu'à 0,01% en poids de soufre, le complément étant du fer et d'éventuelles impuretés, ayant subi un affinage en réacteur AOD et éventuellement une refusion sous laitier.

Une telle composition permet de réaliser des pièces qui, après traitement thermique et éventuellement écrouissage, présentent des caractéristiques mécaniques, des propriétés d'étanchéité et un amagnétisme permettant leur utilisation en ultravide et à très basse température.

L'invention concerne une composition d'acier inoxydable pour pièces utilisées en ultravide et à basse température, ayant en particulier des propriétés mécaniques, une étanchéité et un amagnétisme accrus.

La réalisation d'installations d'analyse des particules élémentaires notamment nécessite l'utilisation d'aciers inoxydables devant présenter les propriétés suivantes :

- 5 - étanchéité au travers des pièces du fait de la différence de pression qui existe entre l'enceinte sous vide (à plus de  $10^{-10}$  torr,  $1,33 \cdot 10^{-8}$  Pa) et la pression atmosphérique régnant à l'extérieur,
- étanchéité des joints de type couteau lors des assemblages sans soudure en présence de la même différence de pression,
- 10 - propriétés mécaniques tant en résistance à la traction qu'en ténacité jusqu'à des températures très basses allant jusqu'à 1,8K
- amagnétisme jusqu'à 1,8K afin de ne pas perturber le trajet des particules.

En outre, il faut que l'acier inoxydable puisse supporter, sans altération des propriétés précédentes, le traitement de dégazage à 950°C que certains utilisateurs doivent lui faire subir dans quelques applications.

Jusqu'à présent la solution la plus courante consistait à utiliser la nuance E-Z 2 CND 17.13 + Az ayant la composition nominale suivante

	% en poids
Carbone	$\leq 0,03$
20 Chrome	17,00
Nickel	14,00
Molybdène	2,80
25 Azote	0,15
Fer	Complément

et possédant des propriétés types qui seront données ci-après.

30 Or il a maintenant été trouvé que l'on obtient des propriétés encore améliorées en utilisant une composition d'acier inoxydable à haute teneur en azote et contenant du niobium et du manganèse.

Selon l'invention, on utilise un acier inoxydable ayant une composition comprise dans les limites suivantes

	% en poids
35 Carbone	jusqu'à 0,08
Chrome	19 - 22
Nickel	8 - 11
40 Manganèse	2,50 - 4,25
Molybdène	2,00 - 3,00
Silicium	jusqu'à 0,75
45 Phosphore	jusqu'à 0,025
Soufre	jusqu'à 0,01
Niobium	0,25 - 0,80
50 Azote	0,35 - 0,50.
Fer	Complément

55 La teneur en azote confère à l'acier deux propriétés essentielles :

- une phase austénitique stable à basse température, ce qui permet de conserver l'amagnétisme en condition cryogénique.
- des caractéristiques mécaniques élevées dans un large domaine de température y compris dans le do-

maine cryogénique.

L'addition de manganèse est nécessaire pour assurer la solubilité d'une telle teneur en azote.

L'addition de niobium sert à stabiliser le carbone et par suite renforce la tenue à la corrosion. Cette addition améliore la tenue à chaud de la nuance et renforce, indirectement, par affinage du grain la limite élastique à basse température.

Les aciers selon la présente invention sont obtenus de manière classique par élaboration au four à arc et subissent ensuite un affinage par le procédé AOD (encore appelé "affinage en réacteur AOD") ("argon oxygen decarburization", décarburation à l'argon-oxygène) qui permet d'obtenir sans difficultés la faible teneur en carbone recherchée.

Afin de diminuer la teneur en inclusions, on peut soumettre l'acier obtenu à une refusion sous laitier, en particulier lorsqu'on désire réaliser avec la composition des parois minces et des joints de type couteau. En effet la faible teneur inclusionnaire garantit une étanchéité supérieure. Ce traitement n'est toutefois pas obligatoire.

Les pièces préparées à partir d'une composition selon la présente invention subissent un traitement thermique à une température de 1000-1100°C avec refroidissement sous air, huile ou eau selon la dimension des pièces, pour donner un état hypereffimé.

On peut également pratiquer après l'hypereffimé un écouissage à la température ambiante par laminage, étirage ou tréfilage.

Le tableau 1 ci-dessous regroupe un certain nombre de mesures de résistance mécanique effectuées par trois laboratoires sur des barres d'acier selon la présente invention.

La composition spécifique de l'acier utilisé pour la réalisation des barres d'essai est la suivante :

Barre	Ø 31,75 hypereffimé	Ø 12 hypereffimé	Ø 12 écoui	Ø 45 hypereffimé
Carbone	0,033	0,035	0,027	0,035
Chrome	20,89	20,69	20,10	20,69
Nickel	9,22	9,73	9,09	9,73
Manganèse	4,14	3,92	4,00	3,92
Molybdène	2,10	2,14	2,10	2,14
Silicium	0,36	0,42	0,37	0,42
Phosphore	0,022	0,021	0,021	0,021
Soufre	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002
Niobium	0,32	0,30	0,30	0,30
Azote	0,42	0,427	0,419	0,427

On note dans les compositions des traces d'impuretés telles que de l'aluminium, du cuivre et du cobalt.

TABLEAU 1

Ø barre	Etat Thermique	N° du Labora- toire	Température														
			300 K					77 K (*)					20° K				
			Rm MPa	Rp 0,2% MPa	A% A%	E GPa	Rm MPa	Rp 0,2% MPa	A% A%	E GPa	Rm MPa	Rp 0,2% MPa	A% A%	E GPa	Rm MPa	Rp 0,2% MPa	A% A%
45	hypertrempé	1	898	547	38		1663	1114	33								
		2	955	601	41,6												
	hypertrempé	3	942	605	45	210,3	1768	1325	42	187,2	2048	1700	26	204,3			
31,75	hypertrempé	2	1007	587	39,6		1828	1345	32		2057	1700	22	217,6			
							1954	1374	19,4						2426	2300	1,5
12	écroui	1	1125	887	21		1981	1804	18,4								
		2	1060	990	24		1981	1804	16,6								
	écroui	3	1079	1008	26,4		1942	1597	20,5	198,7	2138	1865	13,3	195,5			
12,5	écroui	3	1088	863	26	189					2260	188	12	198			
Référence E-Z2CND17.13+Az	hypertrempé	valeur moyenne typique	650	320	50		1350	700	40		1480	790	28				

Rm = résistance

Rp = limite élastique

A% = allongement

E = module d'élasticité

(\*) pour Labo 2 la température d'essai est non contrôlée et vraisemblablement proche de 95/100 K

Les résultats obtenus montrent clairement qu'il est possible d'obtenir avec les aciers en question, tant à l'état hypereutecté qu'écroui, des caractéristiques mécaniques Rm et Rp 0,2% élevées, tout en conservant une ductilité suffisante. A cet égard, on notera que pour des applications à des températures inférieures ou égales à 20K, il n'est pas conseillé de partir d'un acier préalablement écroui, car les résultats ci-dessus montrent que le gain sur la limite élastique et la charge de rupture est faible alors que la ductilité est sensiblement dégradée.

Le taux d'écrouissage que l'on applique éventuellement est fonction des caractéristiques mécaniques que l'on souhaite obtenir et la figure unique montre l'évolution des caractéristiques mécaniques Rm et Rp 0,2% en fonction du taux d'écrouissage.

Le tableau 2 ci-dessous donne des résultats concernant la susceptibilité magnétique d'un acier inoxydable selon la présente invention.

TABLEAU 2

H	0,005 oe	1000 oe
Susceptibilité magnétique à 1,8K	$5.10^{-3}$	$5.10^{-3}$

La matière est donc classée comme amagnétique à la température de 1,8K.

On voit donc que les compositions d'acier inoxydable selon la présente invention donnent des pièces ayant des caractéristiques mécaniques et des propriétés amagnétiques qui les rendent particulièrement appropriées pour la réalisation d'installations en ultravide et/ou à très basse température; elles trouvent une application particulière dans les installations d'analyse des particules élémentaires et la réalisation de moteurs cryogéniques.

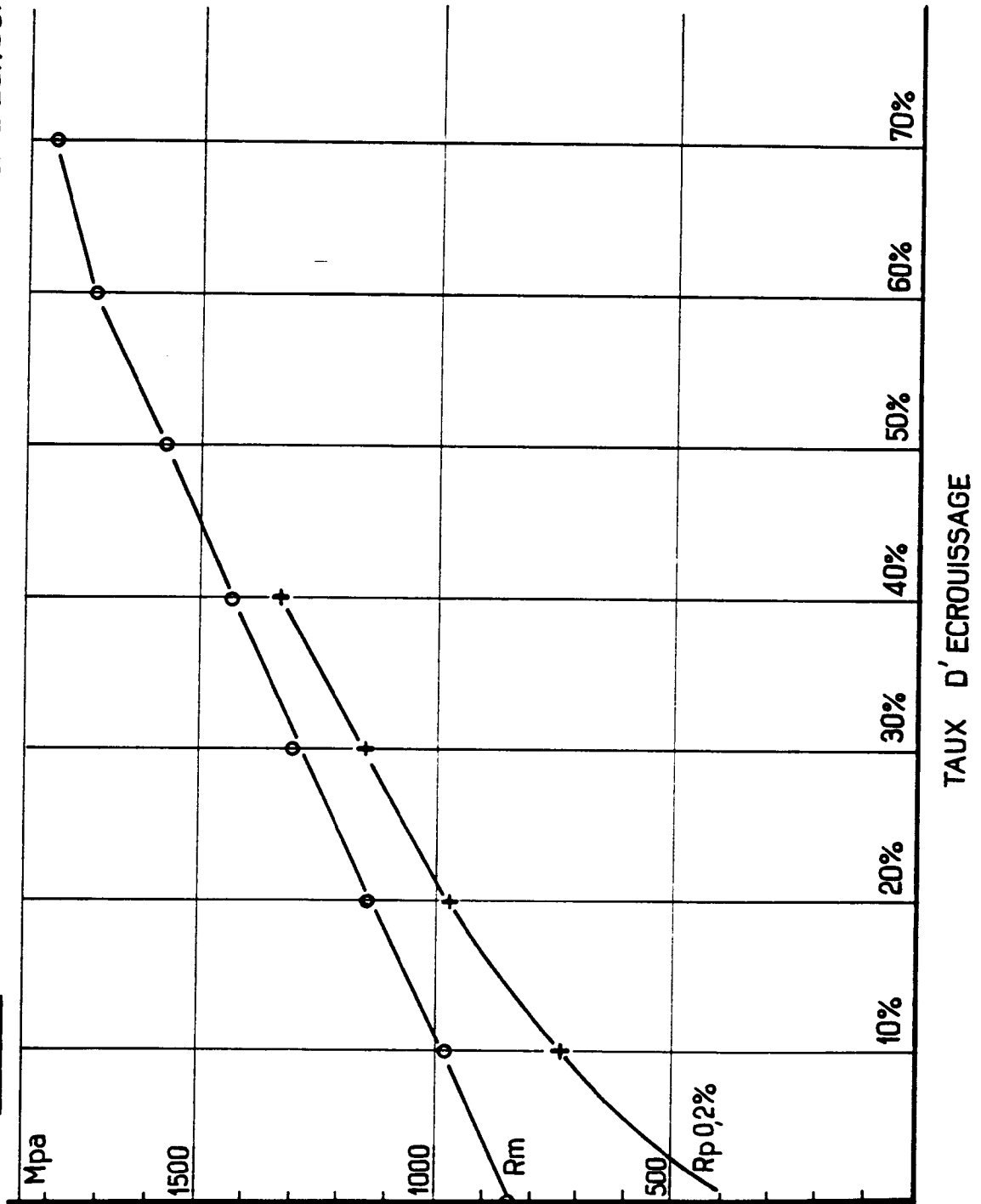
## Revendications

1.- Composition d'acier inoxydable contenant de 19 à 22% en poids de chrome, de 8 à 11% en poids de nickel, de 2,50 à 4,25% en poids de manganèse, de 2,00 à 3,00 % en poids de molybdène, de 0,25 à 0,80% en poids de niobium, de 0,35 à 0,50% en poids d'azote, jusqu'à 0,08% en poids de carbone, jusqu'à 0,75% de silicium, jusqu'à 0,025% en poids de phosphore, jusqu'à 0,01% en poids de soufre, le complément étant du fer et d'éventuelles impuretés, ayant subi un affinage en réacteur AOD et éventuellement une refusion sous laitier.

2.- Pièces destinées à la réalisation de dispositifs fonctionnant en ultravide et à basse température, obtenues à partir de la composition d'acier inoxydable selon la revendication 1, avec un traitement thermique à 1000-1100°C.

3.- Pièces selon la revendication 2, ayant subi un écrouissage à la température ambiante.

**FIG.1** - CARACTERISTIQUES MECANQUES EN FONCTION DU TAUX D'ECROUISSAGE





Office européen  
des brevets

# RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 93 40 1364

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	DE-B-1 205 289 (PHOENIX-RHEINROHR AKTIENGESELLSCHAFT) * le document en entier *	1	C22C38/58
A	FR-A-2 372 902 (ALLEGHENY LUDLUM INDUSTRIES) *Revendications 1-19*	1	
A	FR-A-2 228 119 (NIPPON STEEL CORPORATION) *Revendications 1-4*	1	
A	SU-A-521 350 (VASILENKO ET AL.) * le document en entier *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C22C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 07 SEPTEMBRE 1993	Examineur LIPPENS M.H.
<p><b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b></p> <p>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</p> <p>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  &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 01/82 (P0002)