



12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 82400928.6

51 Int. Cl.³: **C 23 C 11/16**

22 Date de dépôt: 19.05.82

30 Priorité: 21.05.81 FR 8110129

71 Demandeur: **CREUSOT-LOIRE**, 42 rue d'Anjou,
F-75008 Paris (FR)

43 Date de publication de la demande: 15.12.82
Bulletin 82/50

72 Inventeur: **Leveque, Robert**, 40 rue du Champ de Mars,
F-42700 Firminy (FR)

84 Etats contractants désignés: **AT BE CH DE FR GB IT LI**
LU NL SE

74 Mandataire: **Leroy, Pierre et al**, CREUSOT-LOIRE 15 rue
Pasquier, F-75383 Paris Cedex 08 (FR)

54 Méthode de nitruration ionique d'une pièce en acier déformée plastiquement au préalable.

57 La présente invention concerne une méthode de nitruration ionique des aciers déformés plastiquement au préalable.

Cette méthode est caractérisée par la succession des quatre phases suivantes:

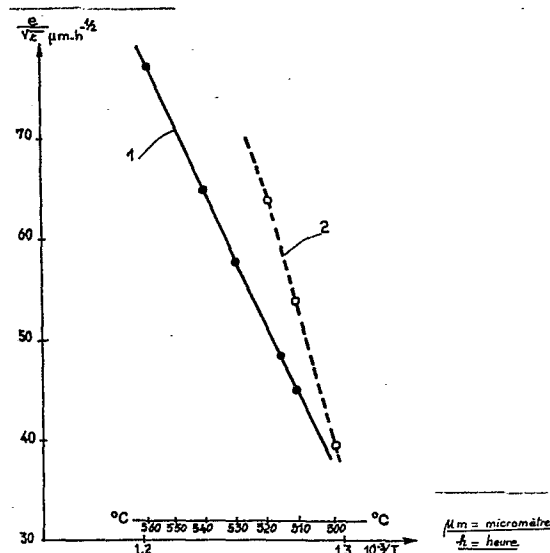
(a) une opération d'écrouissage préalable de la pièce, dont le taux final d'écrouissage est compris entre 10% et 40%;

(b) une première séquence de nitruration ionique, de durée comprise entre une heure et 10 heures selon la nature de l'acier à traiter, réalisée à une température t_1 comprise entre 450° et 520° dans un mélange gazeux constitué par de l'azote et de l'hydrogène, tel que la pression partielle d'azote p_1 soit comprise entre 10 et 35 Pascal, et que la pression gazeuse totale soit comprise entre 200 et 650 Pascal;

(c) une deuxième séquence de nitruration ionique, de durée comprise entre 20 et 70 heures selon la nature de l'acier à traiter, réalisée à une température t_2 comprise entre 500° et 580° et supérieure à t_1 d'au moins 10 °C, dans un mélange gazeux constitué par de l'azote et de l'hydrogène, tel que la pression partielle d'azote p_2 soit comprise entre 20 et 100 Pascal, et soit supérieure à p_1 , tandis que la pression gazeuse totale reste comprise entre 200 et 650 Pascal;

(d) un refroidissement final sous vide.

Cette méthode est applicable aux aciers de toutes nuances, depuis les aciers peu alliés jusqu'aux aciers inoxydables et aux aciers réfractaires.



"Méthode de nitruration ionique d'une pièce en acier déformée plastiquement au préalable"

La présente invention concerne la nitruration ionique des aciers.

On sait que la nitruration ionique des aciers est un procédé distinct de la nitruration gazeuse.

Cette dernière, de nature thermo-chimique, s'effectue classiquement entre 500 et 550° C dans une atmosphère d'ammoniac, diluée éventuellement par de l'azote. Il en résulte un durcissement superficiel de l'acier qui est important, par suite de la présence de deux couches nitrurées successives :

(a) En surface, une couche de combinaison, réalisée en raison de la sursaturation en azote, constituée de nitrures de fer de deux natures différentes ($\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ et Fe_4N), les premiers se trouvant plus en surface et les seconds plus en profondeur.

(b) Juste au-dessous de la couche de combinaison, une couche de diffusion d'azote, beaucoup plus épaisse que la précédente, et fortement marquée par de fines précipitations en réseau de carbonitrures de fer et d'autres métaux résultant de l'action combinée de l'azote en insertion et du carbone de l'acier.

Ces deux couches sont sensibles à l'amorçage et à la propagation des fissures : la couche de combinaison, à cause de l'apparition de fissures à la limite des deux catégories de nitrures, et de l'écaillage rapide des composés les plus superficiels ; la couche de diffusion, à cause des précipitations de carbonitrures, résistant mal aux contraintes mécaniques et thermiques auxquelles sont soumises les deux couches nitrurées.

La nature et l'importance de la zone de diffusion ont des effets sur le plus ou moins grand accroissement de l'ensemble des propriétés de résistance de la pièce, notamment sur sa résistance dynamique aux efforts alternés, et, dans une plus faible mesure, sur sa résistance à l'usure et sur ses propriétés de glissement.

Enfin, sous la zone de diffusion se trouve la matière de base, non atteinte par la diffusion de l'azote, et par conséquent qui doit rester inchangée par le traitement de nitruration. Pour cela, cette matière de base doit avoir d'elle-même une résistance aussi élevée que possible, qui ne risque pas d'être compromise par les conditions thermiques de la nitruration. Ainsi, cette matière de base est alors capable d'apporter un soutien mécanique suffisant à l'ensemble des deux couches de nitruration,

relativement minces, afin que la résistance totale de la pièce soit satisfaisante.

Les inconvénients de fissuration et d'écaillage dus à la nitruration gazeuse, qui viennent d'être exposés, peuvent être évités dans une
5 large mesure par la nitruration ionique, qui est de nature électro-thermo-chimique.

La nitruration ionique de pièces en acier utilise une décharge électrique créée par une différence de potentiel comprise entre 400 et 700 volts entre la pièce à traiter, constituant la cathode, et la paroi du ré-
10 acteur, constituant l'anode, dans une enceinte placée sous pression réduite, généralement comprise entre 100 et 1000 Pascal, d'un gaz constitué par un mélange d'azote et d'hydrogène, pouvant contenir entre 1 % et 35 % d'azote en volume selon les cas, avec éventuellement un peu d'hydrocarbures gazeux, à des températures comprises entre 430° et 600°C.

Les pièces ainsi traitées par nitruration ionique sont caracté-
15 sées en ce qu'elles présentent une couche de combinaison extérieure exempte de pores et à composition monophasée, d'une épaisseur de 10 micromètres au maximum, et une zone de diffusion exempte dans une large mesure de réseaux et de lignes de nitrures.

Elles sont donc beaucoup moins sensibles à la fissuration et à
20 l'écaillage que les pièces traitées par nitruration gazeuse.

Un des avantages essentiels de la nitruration ionique est de réaliser l'indépendance entre la température de traitement, qui est fonction des paramètres de la décharge électrique (tension, intensité, pression ga-
25 zeuse), et l'activité du milieu réactionnel, qui dépend du mélange gazeux utilisé.

Tout ce qui précède est bien connu des spécialistes.

D'autre part, il est également connu que, dans le cas de traitements thermo-chimiques, une déformation plastique préliminaire de l'acier
30 a une très forte influence sur les processus de diffusion des éléments interstitiels, comme le carbone et l'azote. C'est ainsi que, dans le cas d'une nitruration, la déformation à froid ou à température modérée, au plus égale à 600°C, de l'acier entraîne une augmentation sensible de l'épaisseur des couches nitrurées, pour une température et un temps de maintien donnés.

Mais cette influence favorable d'une déformation plastique pré-
35 liminaire de l'acier sur la cinétique de croissance des couches nitrurées s'accompagne toutefois d'un inconvénient majeur dans les conditions habituelles de nitruration. En effet, les précipités de cémentite ou de carbu-

res alliés présents dans l'acier écroui sont partiellement remis en solution lors du maintien en température du traitement de nitruration (430° à 600°C), et le carbone présent dans la solution solide facilite la croissance des carbonitrures aussi bien dans la couche de combinaison que dans la couche de diffusion d'azote. Il en résulte alors des pénétrations de la couche de combinaison dans la couche de diffusion, soit le long des joints de grains, soit le long des lignes d'écrouissage. Ces composés, qui sont naturellement fragiles, détériorent la ténacité et la tenue à la fatigue aussi bien mécanique que thermique des couches nitrurées.

10 Le but de la présente invention est de tirer parti de l'effet bénéfique d'un écrouissage préalable sur la cinétique de croissance des couches nitrurées, tout en évitant tout risque de fragilité excessive, et pourtant sans pratiquer aucun traitement spécial de détensionnement des contraintes.

15 A cet effet, la présente invention a pour objet une méthode de nitruration ionique des pièces en aciers, de toutes nuances, depuis les aciers peu alliés jusqu'aux aciers inoxydables et aux aciers réfractaires, caractérisée par la succession des quatre phases suivantes :

20 (a) Une opération d'écrouissage préalable de la pièce, dont le taux final d'écrouissage est compris entre 10 % et 40 %, et de préférence voisin de 30 % ;

(b) Une première séquence de nitruration ionique, de durée limitée, c'est-à-dire comprise entre une heure et 10 heures selon la nature de l'acier à traiter, et plus précisément comprise entre une et 5 heures pour les aciers faiblement alliés, et entre 5 et 10 heures pour les aciers fortement alliés, réalisée à une température t_1 comprise entre 450° et 520°C dans un mélange gazeux constitué par de l'azote et de l'hydrogène, tel que la pression partielle d'azote p_1 soit comprise entre 10 et 35 Pascal, et que la pression gazeuse totale soit comprise entre 200 et 650 Pascal ;

30 (c) Une deuxième séquence de nitruration ionique, dont la durée et la température sont ajustées en fonction de l'influence bénéfique de l'écrouissage préalable selon (a) sur la cinétique de croissance des couches nitrurées, dont la durée est ainsi comprise entre 20 et 70 heures selon la nature de l'acier à traiter, dont la température t_2 est comprise entre 500 et 580°C , et est supérieure à t_1 d'au moins 10°C et d'au plus 50°C , cette deuxième séquence étant réalisée dans un mélange gazeux constitué par de l'azote et de l'hydrogène, tel que la pression partielle d'azote p_2 soit comprise entre 20 et 100 Pascal, et soit supérieure à p_1 , tandis que la pression gazeuse totale reste comprise entre 200 et 650 Pascal ;

(d) Un refroidissement final sous vide.

Suivant une caractéristique particulière de la présente invention, la durée de la première séquence de nitruration ionique et la durée de la deuxième séquence, tout en restant dans le cadre des durées indiquées précédemment, sont d'autant plus longues que l'acier à traiter est plus chargé en éléments d'alliages. Ceci provient du fait que, dans les aciers plus chargés en éléments d'alliages, tels que les aciers inoxydables ou les aciers réfractaires, la restauration de la structure après écrouissage est plus lente.

Ainsi, dans une variante particulière de l'invention applicable aux aciers au chrome-molybdène et aux aciers au chrome-nickel-molybdène faiblement alliés, c'est-à-dire aux aciers contenant entre 0,5 % et 4 % de chrome, au plus 4 % de nickel, et entre 0,10 % et 1 % de molybdène, par exemple dans le cas de la nuance 35 GD 12, à 0,35 % de carbone, 3 % de chrome, 0,80 % de molybdène, et sans nickel, la pièce, ayant subi d'abord un taux d'écrouissage final compris entre 10 % et 40 %, par exemple voisin de 30 % par martelage à froid, est ensuite soumise à une première séquence de nitruration ionique pendant une durée comprise entre 2 et 4 heures, à une température comprise entre 490° et 510°C, dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit comprise entre 10 et 15 Pascal, la pression gazeuse totale étant comprise entre 200 et 650 Pascal. Ensuite, la pièce est soumise à une deuxième séquence de nitruration ionique pendant une durée comprise entre 25 et 40 heures, à une température comprise entre 510 ° et 560°C, dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit de l'ordre de 60 Pascal, la pression gazeuse totale restant comprise entre 200 et 650 Pascal.

Dans une autre variante particulière de l'invention, applicable aux aciers inoxydables au chrome, avec ou sans nickel, et aux aciers réfractaires, donc aux aciers fortement alliés, la pièce, ayant subi le même écrouissage que précédemment, est ensuite soumise à une première séquence de nitruration pendant une durée comprise entre 6 et 10 heures, à une température comprise entre 500° et 520°C, dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit comprise entre 30 et 35 Pascal, la pression gazeuse totale étant comprise entre 200 et 650 Pascal. Ensuite, la pièce est soumise à une deuxième séquence de nitruration ionique, pendant une durée comprise entre 40 et 70 heures, à une température comprise entre 500 et 580°C, dans un mélange d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit comprise entre 60 et 80 Pascal, et de préférence voisine de 70 Pascal, la pression gazeuse totale restant comprise entre 200 et 650 Pascal.

Il faut remarquer que si, dans tous les cas d'application de la méthode selon l'invention, le mélange gazeux utilisé est toujours constitué d'azote et d'hydrogène, les proportions relatives de ces deux gaz, au moins dans la première séquence de nitruration ionique, doivent être réglées en fonction de la composition de l'acier, et plus particulièrement de ses teneurs en éléments d'alliages avides d'azote, tels que : le chrome, le vanadium, le titane et l'aluminium. Plus les teneurs en ces éléments sont élevées, et plus la pression partielle d'azote doit être importante pour une même pression totale de travail.

La durée de la première séquence a beaucoup d'importance. La décarburation superficielle qui est provoquée par cette phase du traitement peut entraîner, si elle est poursuivie trop longtemps, des modifications dans les propriétés mécaniques des couches nitrurées. En particulier, la pénétration d'azote dans l'acier est facilitée par la diminution de la quantité de carbures, et il peut en résulter un abaissement sensible de la dureté superficielle, avec, comme conséquence, une diminution des propriétés suivantes : résistance à l'enfoncement, à l'usure, et à la fatigue mécanique ou thermique.

Afin d'éviter ce risque, il est nécessaire de ne pas poursuivre trop longtemps la première séquence de nitruration ionique, et c'est pourquoi la durée du maintien en température au cours de cette séquence ne doit pas dépasser 10 heures.

Cette première séquence est alors suivie d'une deuxième séquence, dans laquelle l'activité du milieu réactionnel est modifiée en fonction de l'épaisseur de la couche de combinaison que l'on désire obtenir en surface. Dans cette deuxième séquence, la température et le temps de maintien doivent être ajustés en tenant compte de l'influence bénéfique de l'écrouissage préliminaire sur la cinétique de croissance des couches nitrurées. Ce phénomène, contrôlé par la diffusion de l'azote dans la pièce traitée, peut être visualisé par un graphique représentant l'évolution du rapport $\frac{e}{\sqrt{t}}$ (e étant l'épaisseur des couches en micromètres et t étant le temps de maintien en heures) en fonction de l'inverse de la température absolue. Cette représentation permet de déterminer dans la deuxième séquence du traitement, le temps de maintien nécessaire pour réaliser une couche nitrurée d'épaisseur donnée à une température donnée, ce qui caractérise la cinétique de croissance.

Lors de la première séquence du traitement de nitruration ionique la restauration de la structure déformée par l'écrouissage a été fortement ralentie par l'insertion d'azote dans le réseau, car les dislocations qui servent de sites favorables pour la pénétration de l'azote ont été gênées

dans leur déplacement par les précipités de nitrures formés. Mais la deuxième séquence, bien ajustée comme il vient d'être dit, complète, en un temps raccourci, la restauration de la structure déformée par l'écrouissage.

Il est d'ailleurs fort intéressant, pour bien juger de l'intérêt de la méthode selon l'invention, de procéder à la comparaison suivante sur deux pièces d'acier semblables, ayant toutes les deux subi la même déformation plastique préliminaire, par martelage à froid, avec un taux d'écrouissage final égal à 30 % :

- d'une part, la première pièce subit d'abord un traitement de détensionnement à 500°C pendant 2 à 4 heures dans un four classique à atmosphère contrôlée, pour restauration partielle de la structure écrouie, puis une nitruration ionique de type classique, à des températures comprises entre 500 et 560°C, dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit égale à 60 Pascal.

- d'autre part, la deuxième pièce subit les deux séquences successives de nitruration ionique selon l'invention, la première séquence étant une nitruration ionique pendant 2 à 4 heures, aux environs de 500°C dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit comprise entre 10 et 15 Pascal, la deuxième séquence étant, comme dans le cas précédent, réalisée entre 500° et 560C, dans le même mélange gazeux, sous une pression partielle d'azote de 60 Pascal.

Dans une telle comparaison, on observe que, pour une même épaisseur de couche nitrurée, le gain sur le temps total de traitement de la deuxième pièce (selon l'invention) par rapport à la première, est notable, et qu'il est compris entre 10 % et 50 % suivant les cas.

Afin d'illustrer cette comparaison, voici le cas, à titre d'exemple non limitatif, de deux tubes en acier 35 CD 12 (à 0,35 % C, 3 % Cr, 0,80 % Mo), dont la mise en forme a été faite par martelage à froid avec un taux d'écrouissage final de 30 %.

Les contraintes mesurées par radiocristallographie sur la surface de chacun de ces deux tubes dans un tel état sont les suivantes (en désignant par σ_L la contrainte longitudinale, c'est-à-dire dans l'axe de la pièce, et par σ_θ la contrainte circonférentielle, c'est-à-dire perpendiculaire à l'axe de la pièce) :

$$\sigma_L = - 750 \text{ MPa}$$

$$\sigma_\theta = - 400 \text{ MPa}$$

Le premier tube subit alors un détensionnement à 500°C pendant trois heures dans un four classique à atmosphère contrôlée. Les contraintes

se trouvent alors abaissées aux valeurs suivantes :

$$\sigma_L = - 210 \text{ MPa}$$

$$\sigma_\theta = - 170 \text{ MPa}$$

Il y a donc bien restauration partielle de la structure écrouie.

Ce premier tube subit ensuite une nitruration ionique classique, dans les conditions indiquées précédemment.

La cinétique de croissance des couches nitrurées par cette nitruration ionique classique, telle qu'elle a été précédemment définie, est représentée par la courbe 1 de la figure 1 (voir plus loin).

Le deuxième tube subit la nitruration ionique en deux séquences successives selon l'invention, dans les conditions indiquées précédemment. La cinétique de croissance des couches par cette nitruration ionique selon l'invention est représentée par la courbe 2 de la figure 1.

Sur cette figure 1 on a porté en abscisses l'inverse de la température absolue du traitement, (celle de la deuxième séquence dans le cas de l'invention) et en ordonnées le rapport entre l'épaisseur nitrurée et la racine carrée du temps de nitruration ionique. On voit nettement que, pour une température donnée, supérieure à 490°C, la courbe 2 est constamment située au-dessus de la courbe 1. Pour un même temps de nitruration, on observe par exemple, pour un traitement à 520°C, que l'épaisseur nitrurée est environ 1,25 fois plus forte selon la courbe 2 que selon la courbe 1, et que ce coefficient augmente avec la température de traitement. La cinétique de croissance des couches nitrurées se trouve donc nettement améliorée par la méthode selon l'invention.

Une autre manière d'envisager la précédente comparaison est représentée sur la figure 2, sur laquelle on a porté en abscisses, en échelle linéaire, les températures de nitruration ionique (celle de la deuxième séquence dans le cas de l'invention) et en ordonnées, en échelle logarithmique, les temps de nitruration, en représentant par deux faisceaux de droites les profondeurs de nitruration atteintes d'une part pour le premier tube (droites en traits pleins) et d'autre part pour le deuxième tube, selon l'invention (droites en tiretés, pour des valeurs respectives de 200, 300, 400 500 et 600 micromètres.

Sur cette figure 2, on voit par exemple que, pour obtenir des épaisseurs de couche nitrurée voisines de 500 micromètres avec un traitement de nitruration voisin de 540°C, il faut :

- 60 heures de maintien à cette température pour le traitement classique après détensionnement des contraintes,

- seulement 42 heures de maintien à cette température pour le traitement selon l'invention.

Ainsi, la méthode de nitruration ionique selon l'invention introduit un progrès très notable.

Ce progrès est également marqué si l'on règle l'atmosphère réactive de façon à n'obtenir en surface de la pièce nitrurée qu'une couche de diffusion d'azote, sans couche de combinaison. Ce résultat peut être atteint en réglant de la manière suivante les deux séquences de nitruration ionique :

- Une première séquence, de durée comprise entre 4 et 10 heures, selon la nature de l'acier à traiter, réalisée à une température t_1 comprise entre 500° et 520°C , dans un mélange gazeux, constitué par de l'azote et de l'hydrogène, tel que la pression partielle d'azote p_1 soit comprise entre 10 et 30 Pascal, et que la pression gazeuse totale soit comprise entre 200 et 650 Pascal ;
- Une deuxième séquence, de durée comprise entre 20 et 40 heures, selon la nature de l'acier à traiter, réalisée à une température t_2 comprise entre 530° et 550°C , dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote p_2 soit comprise entre 20 et 60 Pascal et soit supérieure à p_1 .

Pour un acier peu allié, par exemple du type 35 CD 12 déjà mentionné ci-dessus à titre d'exemple, on utilise des pressions partielles d'azote p_1 et p_2 qui sont basses : $p_1 = 10$ à 15 Pascal, $p_2 = 20$ à 25 Pascal, tandis que, pour un acier inoxydable, par exemple un acier austénitique à 18 % de chrome et 10 % de nickel, on utilise des pressions partielles d'azote p_1 et p_2 qui sont plus élevées : $p_1 = 30$ Pascal, $p_2 = 40$ à 60 Pascal. Ces conditions particulières bien précises des deux séquences de nitruration permettent d'obtenir en surface de la pièce nitrurée une couche de diffusion d'azote, sans couche de combinaison.

Il est bien entendu que l'on peut, sans sortir du cadre de l'invention, imaginer des variantes et perfectionnements de détails, de même qu'envisager l'emploi de moyens équivalents.

REVENdicATIONS

1.- Méthode de nitruration ionique de pièces en aciers de toutes nuances, depuis les aciers peu alliés jusqu'aux aciers inoxydables et aux aciers réfractaires,

caractérisé par la succession des quatre phases suivantes :

(a) une opération d'écrouissage préalable de la pièce, dont le taux final d'écrouissage est compris entre 10 % et 40 % ;

(b) une première séquence de nitruration ionique, de durée limitée, c'est-à-dire comprise entre une heure et 10 heures selon la nature de l'acier à traiter, et plus précisément comprise entre une et 5 heures pour les aciers faiblement alliés, et entre 5 et 10 heures pour les aciers fortement alliés, réalisée à une température t_1 comprise entre 450° et 520° dans un mélange gazeux constitué par de l'azote et de l'hydrogène, tel que la pression partielle d'azote p_1 soit comprise entre 10 et 35 Pascal, et que la pression gazeuse totale soit comprise entre 200 et 650 Pascal ;

(c) une deuxième séquence de nitruration ionique dont la durée et la température sont ajustées en fonction de l'influence bénéfique de l'écrouissage préalable selon (a) sur la cinétique de croissance des couches nitrurées, dont la durée est ainsi comprise entre 20 et 70 heures selon la nature de l'acier à traiter, dont la température t_2 est comprise entre 500° et 580°C et est supérieure à t_1 d'au moins 10°C et d'au plus 50°C, cette deuxième séquence étant réalisée dans un mélange gazeux constitué par de l'azote et de l'hydrogène, tel que la pression partielle d'azote p_2 soit comprise entre 20 et 100 Pascal, et soit supérieure à p_1 , tandis que la pression gazeuse totale reste comprise entre 20 et 650 Pascal ;

(d) un refroidissement final sous vide.

2.- Méthode de nitruration ionique selon la revendication 1, caractérisée en ce que le taux final d'écrouissage préalable de la pièce à traiter est de l'ordre de 30 %.

3.- Méthode de nitruration ionique selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que la durée de la première séquence de nitruration ionique et celle de la deuxième séquence sont d'autant plus longues que l'acier à traiter est plus chargé en éléments d'alliages.

4.- Méthode de nitruration ionique selon l'une quelconque des revendications 1, 2 et 3, applicable aux pièces en aciers faiblement alliés, tels que les aciers au chrome-molybdène et les aciers au chrome-nickel-molybdène, caractérisée en ce que la première séquence de nitruration ionique a une du-

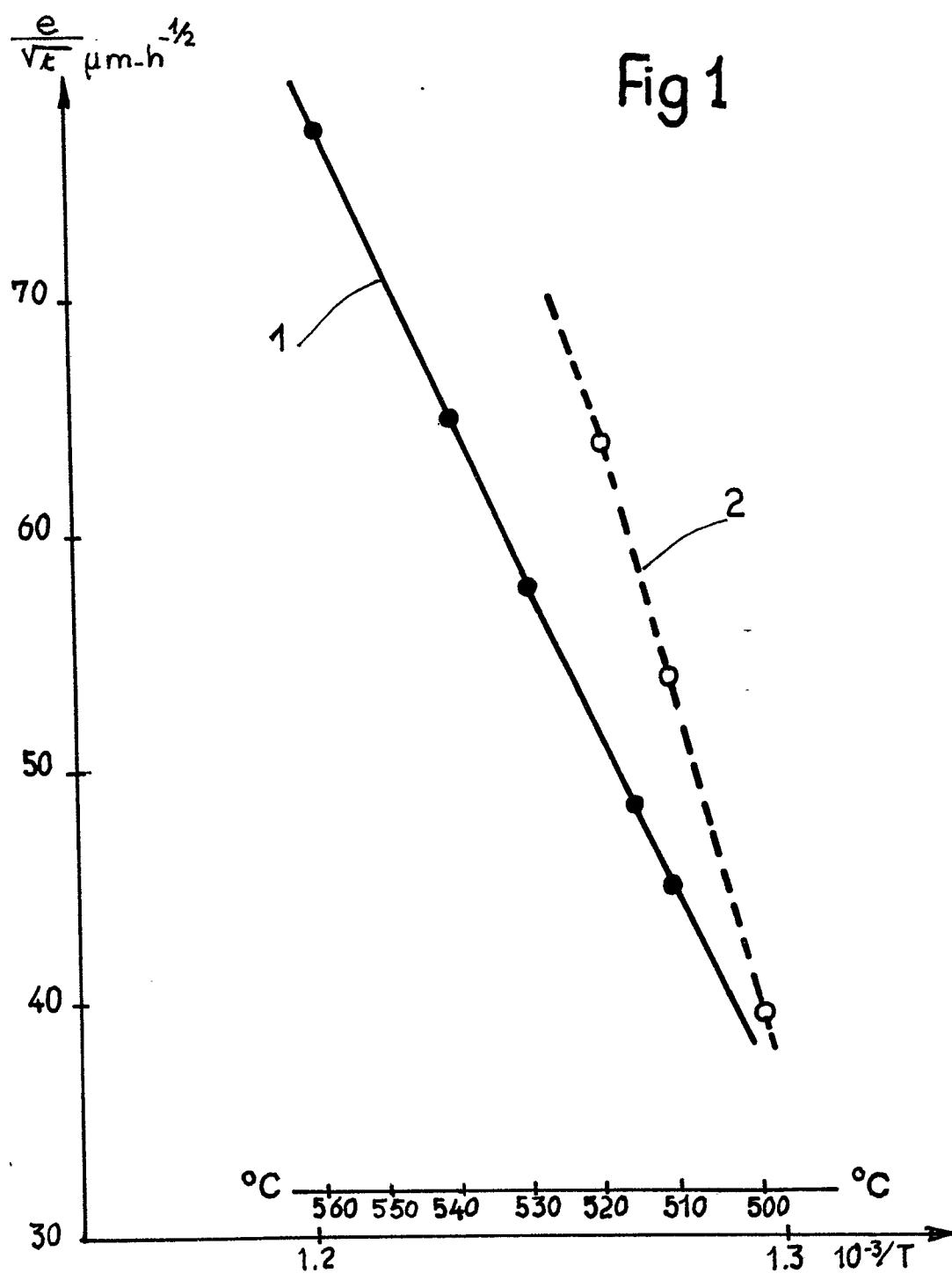
rée comprise entre 2 et 4 heures, qu'elle s'effectue à une température comprise entre 490° et 510°C, dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit comprise entre 10 et 15 Pascal, et en ce que la deuxième séquence a une durée comprise entre 25 et 40 heures, qu'elle s'effectue à une température comprise entre 510° et 560°C, dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit de l'ordre de 60 Pascal.

5.- Méthode de nitruration ionique selon l'une quelconque des revendications 1, 2 et 3, applicable aux pièces en aciers fortement alliés, tels que les aciers inoxydables au chrome, avec ou sans nickel, et les aciers réfractaires,

caractérisée en ce que la première séquence de nitruration ionique a une durée comprise entre 6 et 10 heures, qu'elle s'effectue à une température comprise entre 500° et 520°C, dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit comprise entre 30 et 35 Pascal, et en ce que la deuxième séquence a une durée comprise entre 40 et 70 heures, qu'elle s'effectue à une température comprise entre 500° et 580°C, dans un mélange d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote soit comprise entre 60 et 80 Pascal.

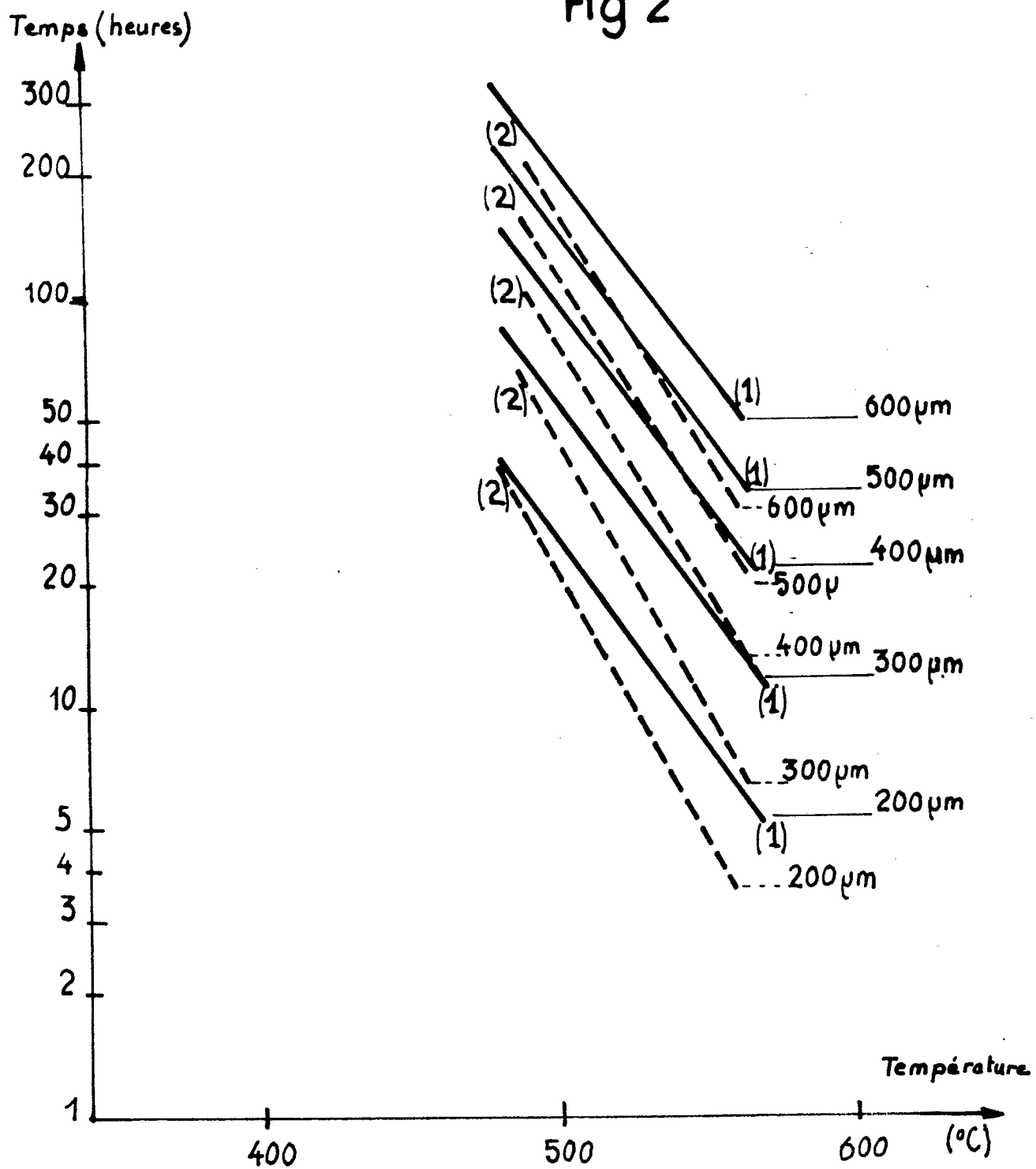
6.- Méthode de nitruration ionique selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'atmosphère réactive de nitruration est réglée, en fonction de la nature de l'acier à traiter, de manière que la couche de diffusion se trouve directement en surface de la pièce, sans aucune couche de combinaison.

7.- Méthode de nitruration ionique selon la revendication 6, caractérisée en ce que la première séquence de nitruration ionique est d'une durée comprise entre 4 et 10 heures, est réalisée à une température t_1 comprise entre 500° et 520°C, dans un mélange gazeux, constitué d'azote et d'hydrogène, tel que la pression partielle d'azote p_1 soit comprise entre 10 et 30 Pascal, la pression gazeuse totale étant comprise entre 200 et 650 Pascal, et en ce que la deuxième séquence de nitruration ionique est d'une durée comprise entre 20 et 40 heures, et est réalisée à une température t_2 comprise entre 530° et 550°C, dans un mélange gazeux d'azote et d'hydrogène tel que la pression partielle d'azote p_2 supérieure à p_1 soit comprise entre 20 et 60 Pascal, la pression gazeuse totale restant comprise entre 200 et 650 Pascal.



$\mu m = \text{micromètre}$
 $h = \text{heure}$

Fig 2





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0067098

Numéro de la demande

EP 82 40 0928

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. 3)
Y	FR-A-2 446 326 (CREUSOT LOIRE) *Revendication 10; page 5, lignes 13-40; page 6, lignes 1-21*	1,4	C 23 C 11/16
Y	FR-E- 86 012 (AUTOMOBILES BERLIET) *Résumé*	1	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 92, no. 4, janvier 1980, page 280, no. 26630e, Columbus Ohio (USA); & PL - A - 101 899 (POLITECHNIKA CZESTOCHOWSKA) (30-07-1979) *Résumé*		
A	GB-A-2 030 600 (KAWASAKI)		
A	DE-A-2 845 757 (KAWASAKI)		
A	DE-A-2 845 756 (KAWASAKI)		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 03-09-1982	Examineur DEVISME F.R.
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	