

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 83400935.9

51 Int. Cl.³: C 23 C 11/12

22 Date de dépôt: 09.05.83

30 Priorité: 28.05.82 FR 8209328

43 Date de publication de la demande:
 21.12.83 Bulletin 83/51

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

71 Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR
 L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES
 GEORGES CLAUDE
 75, Quai d'Orsay
 F-75321 Paris Cedex 07(FR)

72 Inventeur: Kostelitz, Michel
 10-12, rue de l'Ermitage
 F-78000 Versailles(FR)

72 Inventeur: Queille, Phillippe
 19, rue du Général Gallieni
 F-78220 Viroflay(FR)

74 Mandataire: Maurette, Hélène et al,
 L'Air Liquide Société Anonyme pour l'Etude et
 l'Exploitation des Procédés Georges Claude 75, quai
 d'Orsay
 F-75321 Paris Cedex 07(FR)

54 Procédé de traitement thermique de pièces métalliques par carburation.

57 L'invention concerne un procédé de traitement thermique de pièces métalliques par carburation.

Selon le procédé, on place les pièces à traiter dans un four et on les maintient dans une atmosphère d'enrichissement en carbone comprenant notamment de l'oxyde de carbone, de l'hydrogène, et de l'azote, ledit traitement comprenant une première phase effectuée à une température de 850°C à 1050°C, suivie d'une deuxième phase effectuée à une température de 700°C à 950°C. Lors de la première phase, on utilise une atmosphère ayant un potentiel carbone d'environ 1,1 % à 1,6 % en poids, et lors de la deuxième phase, on provoque un accroissement de 2 à 30 fois de la teneur en azote de ladite atmosphère de façon à ce que la différence de potentiel carbone entre chacune desdites phases soit d'au moins environ 0,5 % en poids.

L'invention s'applique au traitement thermique de pièces en acier.

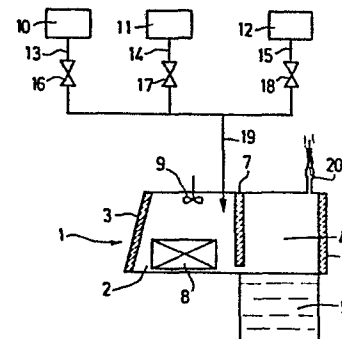


FIG.2

La présente invention a pour objet un procédé de traitement thermique de pièces métalliques, notamment de pièces en acier, par carburation.

On sait que l'utilisation d'atmosphères d'enrichissement
5 en carbone pour le traitement thermique des aciers à des températures de 1050°C à 800°C, permet d'augmenter la teneur en carbone sur une certaine épaisseur à la surface des pièces et ainsi d'en augmenter la dureté et la résistance à l'usure.

Les atmosphères utilisées généralement contiennent environ
10 20 % CO, 40 % H₂, 40 % N₂, et de très faibles quantités d'anhydride carbonique et de vapeur d'eau. Ces atmosphères sont obtenues, soit à partir de générateurs dits endothermiques, soit synthétiquement à partir de mélange gaz-gaz ou gaz-alcool ; le plus courant de ces mélanges synthétiques est l'azote-méthanol : en effet, aux
15 températures de traitement utilisées, le méthanol se décompose selon la réaction $\text{CH}_3\text{OH} \rightarrow \text{CO} + 2\text{H}_2$ et on peut obtenir un mélange gazeux ayant la composition donnée ci-dessus.

Le processus de carburation s'effectue de la façon suivante : l'oxyde de carbone présent dans l'atmosphère de traitement
20 réagit selon la relation : $2\text{CO} \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{C}$ (1) et il y a alors transfert des atomes de carbone vers le métal. L'hydrogène présent dans l'atmosphère participe également à la carburation du point de vue de la rapidité du processus car il réagit avec l'oxyde de carbone selon la réaction : $\text{CO} + \text{H}_2 \rightleftharpoons \text{C} + \text{H}_2\text{O}$ (2).

Certains des traitements de carburation mis en oeuvre
25 jusqu'à présent, en particulier les traitements effectués dans des fours à plusieurs zones, comprennent deux phases successives : une première phase dite de "cémentation" suivie d'une deuxième phase dite de "diffusion". De façon plus précise, de tels traitements
30 consistent à soumettre la pièce à traiter dans la zone de cémentation, à une température de 900 à 940°C, à une atmosphère d'enrichissement en carbone ayant un potentiel carbone de 0,9 % à 1,2 % en poids pendant un certain temps ; puis on place la pièce dans la zone de diffusion où on laisse le processus suivre son cours : la
35 température décroît peu à peu jusqu'à 880°C à 800°C et le potentiel carbone de l'atmosphère diminue jusqu'à une valeur de 0,7 % à 0,9 % en poids. On refroidit ensuite la pièce ainsi traitée par trempe en

phase gazeuse ou liquide, par exemple dans un bain d'huile. La baisse de température obtenue lors de la phase de diffusion minimise les problèmes de déformation lors de la trempe.

Les difficultés qui se présentent lors de tels traitements sont que, d'une part on a intérêt, en début de procédé, à obtenir un potentiel carbone élevé de façon à augmenter l'apport de carbone mais, toutefois, ce potentiel carbone ne doit pas dépasser une valeur limite sinon il se forme des dépôts de suie sur la pièce : cette valeur limite, de 1 % à 1,6 %, est fonction de la température utilisée ; d'autre part, on a intérêt en fin de traitement à avoir un potentiel carbone en surface sinon, lors de la trempe ultérieure, les propriétés métallurgiques de la pièce ne sont pas satisfaisantes car il y a alors présence d'une phase d'austénite résiduelle et donc une mauvaise dureté en surface du produit traité. Comme on le voit, lors des traitements de carburation, il se pose le problème de l'obtention et du contrôle d'un potentiel carbone bien déterminé au cours de chacune des deux phases du traitement.

Selon les procédés utilisés jusqu'à présent, pour obtenir le potentiel carbone désiré au cours de chacune desdites phases, on injecte dans le four, en plus du mélange destiné à former les espèces CO , H_2 , N_2 , un hydrocarbure tel que du méthane, du propane, ou du butane dans chacune desdites zones et on règle le débit de cet hydrocarbure en fonction de la teneur en CO_2 de l'atmosphère. En effet, étant donné, d'une part la réaction de consommation du CO par la pièce à traiter (voir équation (1)), d'autre part les entrées d'air dans l'enceinte de traitement, la concentration en CO_2 de l'atmosphère a tendance à augmenter et donc le potentiel carbone à décroître. C'est pourquoi, on surveille la teneur en CO_2 de l'atmosphère et on règle en conséquence le débit d'injection de l'hydrocarbure en fonction du potentiel carbone recherché. Cette régulation peut également s'effectuer en surveillant la teneur en H_2O ou en O_2 de l'atmosphère.

Depuis le développement des atmosphères synthétiques, notamment à base d'azote et de méthanol, on cherche à augmenter les teneurs en CO et H_2 des atmosphères de traitement. A ce sujet, on peut citer plus particulièrement le procédé décrit dans le brevet américain n° 4.306.918. Ce procédé consiste, dans une première phase,

à envoyer du méthanol pur dans le four de traitement et à maintenir les pièces dans une atmosphère ayant un potentiel carbone de 0,8 % à 1,1 %, puis, dans une deuxième phase, à injecter de l'azote (généralement plus économique que le méthanol) dans le four afin que
5 le traitement soit moins onéreux et à maintenir les pièces dans une atmosphère ayant un potentiel carbone de 0,7 % à 0,9 %. Ce procédé permet d'obtenir des profondeurs carburées importantes assez rapidement grâce à l'augmentation des espèces carburantes telles que CO et H₂ lors de la première phase. On remarque que, selon le procédé
10 de ce brevet américain n° 4.306.918, les gammes de potentiel carbone des atmosphères utilisées sont des gammes de potentiel carbone classiques, soit de 0,7 % à 1,1 % et en tout état de cause inférieures à 1,1 %, et que l'écart de potentiel carbone entre les deux phases est faible (0,2 %).

15 L'invention a pour objet un procédé de traitement thermique de pièces métalliques par carburation qui permet d'obtenir un durcissement superficiel et une profondeur carburée des pièces traitées satisfaisants avec un temps de traitement plus court.

Le procédé conforme à l'invention consiste à placer les
20 pièces à traiter dans un four et à les maintenir, dans une atmosphère d'enrichissement en carbone comprenant notamment de l'oxyde de carbone, de l'hydrogène et de l'azote, ledit traitement comprenant une première phase effectuée à une température de 850°C à 1050°C suivie d'une deuxième phase effectuée à une température de 700°C à
25 950°C (de préférence 800°C à 950°C). Il se caractérise en ce que, lors de la première phase, on utilise une atmosphère contenant environ 20 % à 50 % en volume de CO et environ 40 % à 75 % en volume de H₂ et ayant un potentiel carbone élevé très proche de la valeur limite conduisant à des dépôts de suie, soit un potentiel carbone
30 d'environ 1,1 % à 1,6 % en poids, et, lors de la deuxième phase, pour avoir un potentiel carbone sensiblement plus faible que celui de la première phase, on provoque un accroissement de 2 à 30 fois de la teneur en azote de ladite atmosphère de façon à ce que la différence de potentiel carbone entre chacune desdites phases soit d'au moins
35 environ 0,5 % en poids.

Selon une caractéristique de l'invention, au cours de la première phase, la concentration de l'azote dans ladite atmosphère est environ d'au plus 40 % en volume, et au cours de la deuxième

phase, ladite concentration est d'environ 30 % à 80 % en volume.

Comme on le comprend, pour améliorer la productivité des traitements de carburation, le demandeur a cherché à augmenter le potentiel carbone lors de la première phase pour accélérer l'enrichissement en carbone de la pièce.

Mais, pour obtenir de bonnes propriétés métallurgiques, il est nécessaire de diminuer le pourcentage carbone près de la surface. Pour cela, on doit, lors de la deuxième phase, diminuer de façon très importante le potentiel carbone de l'atmosphère. Or, il est difficile de faire varier de façon aussi importante et aussi brutalement le potentiel carbone par les moyens classiques utilisés, tels que le réglage du débit d'injection d'un hydrocarbure dans le four, et cela d'autant plus dans le cas d'une atmosphère très riche en CO et H₂.

Compte tenu de ces observations, le demandeur a imaginé d'abaisser le potentiel carbone, au cours de la deuxième phase, en diluant l'atmosphère par un gaz inerte tel que l'azote.

En effet, comme on le voit d'après l'équation (1), le potentiel décroît avec le rapport $\frac{(PCO)^2}{PCO_2}$. En diluant l'atmosphère par de l'azote, on diminue les pressions partielles de CO et CO₂ dans les mêmes proportions ; par contre, le rapport $\frac{(PCO)^2}{PCO_2}$ décroît et donc le potentiel carbone décroît.

La figure 1, jointe, représente l'évolution théorique du potentiel carbone dans un four à température constante (sans tenir compte de l'influence de l'étanchéité du four et de la nature de sa paroi interne), sous une atmosphère initiale à base de CO, H₂ et N₂, lorsqu'on injecte dans ce four de forts débits d'azote. Sur cette figure, on a représenté deux courbes (I) et (II), donnant le potentiel carbone en fonction du temps pour respectivement, un rapport $\frac{D}{V} = 5$ et $\frac{D}{V} = 10$, D étant le débit d'azote injecté dans le four en m³/h et V le volume du four en m³. Ces courbes montrent qu'effectivement une dilution de l'atmosphère de traitement par de l'azote lors de la phase de diffusion, telle que mise au point par le demandeur, permet d'obtenir une diminution très rapide du potentiel carbone.

Ainsi, grâce au procédé conforme à l'invention, on peut utiliser une atmosphère à potentiel carbone élevé au cours de la

première phase, même en utilisant une atmosphère riche en espèces carburantes, et diminuer suffisamment le potentiel carbone au cours de la deuxième phase.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, on
5 forme l'atmosphère de traitement par introduction dans le four d'un mélange d'azote et de méthanol (le méthanol étant pulvérisé par le courant d'azote gazeux) dans des proportions telles qu'on obtienne les pourcentages désirés de CO et H₂. Selon l'invention, l'atmosphère de traitement peut également être formée par introduction dans le
10 four d'un gaz endothermique.

Suivant une variante de réalisation, on introduit également un hydrocarbure gazeux tel que du méthane, du propane, ou du butane en faible pourcentage (de 0,5 % à 5 %) par rapport à la totalité du mélange introduit.

15 La mise en oeuvre du procédé peut s'effectuer de deux façons différentes :

- soit on mesure au fur et à mesure du traitement, c'est-à-dire de l'injection dans le four du mélange azote-méthanol et de l'hydrocarbure, les concentrations en CO et CO₂ ou CO et O₂, ou CO
20 et H₂O, ou CO₂ et O₂, de l'atmosphère formée, ainsi qu'éventuellement la température, ce qui permet d'en déduire le potentiel carbone, et on fait varier le débit d'azote injecté dans le four de façon à obtenir les valeurs de potentiel carbone désirées pour chacune des deux phases.
- 25 - soit on détermine tout d'abord lors d'essais préliminaires, compte tenu de l'acier à traiter, des dimensions du four, etc..., les valeurs de la concentration en azote que doit avoir l'atmosphère pour obtenir les valeurs de potentiel carbone désirées pour chacune des phases ; puis on effectue le traitement proprement dit en
30 injectant le mélange d'azote et de méthanol au cours de chacune des deux phases en proportions telles qu'on obtienne les concentrations en azote ainsi fixées et on ajuste le potentiel carbone en réglant le débit de l'hydrocarbure injecté dans le four.

Selon une caractéristique de l'invention, on peut injecter,
35 en outre dans le four, de l'ammoniac gazeux dans une proportion de 0,1 % à 10 % en volume par rapport à la totalité du mélange gazeux introduit; il y a alors carbonitruration. Cette variante de réalisation

permet d'obtenir un durcissement superficiel supplémentaire des pièces traitées. On choisit la quantité d'ammoniac introduit dans le four en fonction de l'acier traité et du degré de nitruration désiré.

On donne, ci-dessous, à titre non limitatif, deux exemples
5 de réalisation du procédé de l'invention qui feront mieux apparaître les caractéristiques et avantages de l'invention.

EXEMPLE 1.

On effectue un traitement conforme à l'invention sur des pièces en acier de nuance 18CD4 dans un four de type "batch"
10 représenté schématiquement sur la figure 2 jointe.

Ce four 1 est constitué d'une enceinte métallique revêtue intérieurement d'un garnissage réfractaire. Il comporte une zone de traitement 2 munie d'une porte de chargement 3 des pièces à traiter et un sas 4 muni d'un bac 5 de trempe à l'huile et d'une porte de
15 sortie 6 des pièces traitées. La zone de traitement 2 et le sas 4 sont séparés par une porte intérieure 7. Les pièces à traiter sont placées dans un panier 8 reposant sur le fond de la zone de traitement 2. Une turbine 9, dont la fonction est de brasser en permanence l'atmosphère du four, est placée à distance au-dessus du
20 panier 8. Des réservoirs d'azote, de méthanol et de méthane, symbolisés respectivement en 10, 11 et 12, sont reliés par l'intermédiaire de conduits 13, 14 et 15, munis de vannes 16, 17 et 18, à une conduite 19 qui débouche dans la partie supérieure de la zone de traitement 2. L'évacuation du mélange gazeux de traitement
25 s'effectue par brûlage d'une torchère 20.

On chauffe le four à une température de 920° C puis on y introduit un mélange azote-méthanol en proportions telles que l'atmosphère formée dans le four contienne en espèces principales environ 10 % N₂, 30 % CO et 60 % H₂. Au bout d'un certain temps, on
30 place les pièces à traiter dans la zone de traitement 2, on attend que la température remonte à 920° C et que le potentiel carbone de l'atmosphère atteigne 1,3 % et on maintient les pièces dans cette atmosphère pendant 2 heures 25 mn. Pendant cette phase, le taux de CO₂ dans l'atmosphère est de 0,20 %.

On effectue alors la deuxième phase, à 860° C, en augmentant
35 la quantité d'azote injecté dans la zone de traitement 2 de façon telle que l'atmosphère formée dans l'enceinte contienne en espèces

principales environ 70 % N_2 , 10 % CO et 20 % H_2 et que le potentiel carbone soit de 0,7 %, et on maintient les pièces dans cette atmosphère pendant 45 mn. Pendant cette phase, le taux de CO_2 dans l'atmosphère est de 0,095 %.

5 Au cours des deux phases, on injecte dans la zone 2 du four un faible pourcentage de méthane (0,5 à 5 % par rapport à la quantité totale du mélange gazeux introduit) et on règle le débit d'injection dudit méthane pour ajuster le potentiel carbone à la valeur prévue.

10 La variation importante de potentiel carbone entre les deux phases a pu être obtenue sans difficulté grâce à l'effet de dilution par l'azote, les variations de taux de CO_2 nécessaires pour obtenir les potentiels carbone désirés évoluant en effet logiquement dans le sens de la dilution.

15 Après trempe des pièces ainsi traitées dans le bac d'huile 5, on effectue les mesures de dureté de la couche carburée. Les résultats obtenus sont les suivants :

Dureté Vickers en surface : 890 HV

Profondeur pour laquelle on a une dureté Vickers de 550 HV:
0,86 mm.

20 TRAITEMENT COMPARATIF A L'EXEMPLE 1.

 A titre de comparaison, on effectue un traitement à l'aide d'une atmosphère riche en espèces carburantes ayant exactement la même composition que celle de la première phase du traitement selon l'invention décrit dans l'exemple 1 ci-dessus, mais sans modifier l'injection d'azote lors de la deuxième phase, c'est-à-dire à 25 atmosphère constante ; ce traitement comparatif est effectué dans le même four et sur des pièces en acier 18CD4 identiques à celles de l'exemple 1. La première phase s'effectue donc à une température de 920°C avec une atmosphère dont la concentration en espèces 30 principales est de 10 % N_2 , 30 % CO et 60 % H_2 , et avec injection d'une faible quantité de méthane et réglage du débit d'injection dudit méthane pour ajuster la valeur du potentiel carbone à 1 % ; le taux de CO_2 dans l'atmosphère est de 0,28 % ; on maintient les pièces dans cette atmosphère pendant trois heures. On effectue alors la 35 deuxième phase à 860° C, avec la même atmosphère que précédemment, pendant 1 heure, en ajustant le potentiel carbone à 0,8 % ; le taux

de CO₂ dans l'atmosphère est de 0,72 %.

Selon ce traitement, on ne peut utiliser, lors de la première phase, une atmosphère à potentiel carbone de plus de 1 % ; en effet, comme on effectue les deux phases à atmosphère constante, on ne pourrait pas obtenir une augmentation du taux de CO₂ suffisante pour provoquer la diminution du potentiel carbone, lors de la deuxième phase, nécessaire pour obtenir de bonnes propriétés métallurgiques en surface.

Après trempe des pièces ainsi traitées dans le bain d'huile, on mesure la dureté de la couche carburée. Les résultats obtenus sont les suivants :

Dureté Vickers en surface : 887 HV

Profondeur à laquelle on a une dureté Vickers de 550 HV :

0,85 mm.

On voit donc que, grâce au procédé de l'invention, le fait de diluer l'atmosphère, lors de la phase de diffusion, avec de l'azote permet d'obtenir des résultats, en ce qui concerne les propriétés de la couche carburée, analogues à ceux obtenus avec une atmosphère de composition constante, riche en espèces carburantes, mais que, par contre, on obtient un gain de 20 % sur la durée globale du traitement.

EXEMPLE 2.

On effectue un traitement conforme à l'invention sur des pièces en acier de nuance 18CD2, dans un four continu poussant, représenté schématiquement sur la figure 3 jointe.

Ce four 21 comporte un sas d'entrée 22 muni d'une porte de chargement 23 des pièces à traiter, une zone de cémentation 24, une zone de diffusion 25, et un sas de sortie 26 muni d'une porte de sortie 27 des pièces traitées. Le sas d'entrée 22, la zone de cémentation 24, la zone de diffusion 25 et le sas de sortie 26 sont séparés les uns des autres par des portes intérieures 28. Les pièces à traiter sont disposées dans des paniers 29 qui se déplacent sur le fond du four 21. La zone de cémentation 24 comporte deux parties A et B : dans la partie A s'effectue la mise en température des pièces à traiter, et dans la partie B la cémentation proprement dite. Des turbines 30, dont la fonction est de brasser en permanence l'atmosphère du four, sont placées à distance au-dessus des paniers 29, dans la partie B de la zone de cémentation 24 et dans la zone de diffusion 25. Des réservoirs d'azote, de méthanol et de méthane,

symbolisés respectivement en 31, 32 et 33, sont reliés par l'intermédiaire de conduits 34, 35 et 36, munis de vannes 37, 38 et 39, à une conduite 40 qui débouche dans la partie B de la zone de cémentation 24. Une conduite 41, munie d'une vanne 42 et reliée à un
5 réservoir d'azote symbolisé en 43, débouche dans la zone de diffusion 25. L'évacuation du mélange gazeux de traitement s'effectue par brûlage au moyen d'une torchère 44. Les pièces traitées sont ensuite refroidies dans un bain d'huile (non représenté sur la figure).

On porte la zone de cémentation 24 à une température de
10 900°C. On injecte dans cette zone un mélange azote-méthanol en proportions telles que l'atmosphère formée dans ladite zone contienne en espèces principales environ 10 % N_2 , 30 % CO et 60 % H_2 , ainsi qu'une faible quantité de méthane (0,5 % à 5 % par rapport à la quantité totale du mélange gazeux introduit) de façon à obtenir un
15 taux de CO_2 de 0,27 %, ce qui correspond à un potentiel carbone de 1,2 %. La partie B de la zone de cémentation 24 peut contenir cinq paniers.

La zone de diffusion 25 est à 860° C. On injecte dans cette zone uniquement de l'azote (les espèces carburantes telles que CO et
20 H_2 provenant directement de la zone de cémentation), en quantité telle que l'atmosphère dans cette zone de diffusion contienne environ 10 % de CO, et 20 % de H_2 . Le taux de CO_2 de l'atmosphère est de 0,115 %, ce qui correspond à un potentiel carbone de 0,6 %. La zone de diffusion 25 peut contenir deux paniers.

25 Les paniers contenant les pièces à traiter sont introduits dans le four toutes les 11 minutes 15 secondes ; les pièces restent donc environ 56 minutes 15 secondes dans la zone de cémentation et 22 minutes 30 secondes dans la zone de diffusion.

Après trempe des pièces ainsi traitées dans un bain
30 d'huile, on effectue les mesures de dureté de la couche carburée qui donnent les résultats suivants :

Dureté Vickers en surface : 925 HV

Profondeur à laquelle on a une dureté Vickers de 550 HV :
0,45 mm.

35 TRAITEMENT COMPARATIF A L'EXEMPLE 2.

A titre de comparaison, on effectue un traitement en utilisant une atmosphère riche en espèces carburantes, de même

composition en N_2 , CO et H_2 (10 % N_2 , 30 % CO et 60 % H_2) que l'atmosphère utilisée dans la zone de cémentation lors du traitement selon l'invention dans l'exemple 2 ci-dessus ; mais, dans ce traitement comparatif, l'atmosphère est la même que dans la zone de cémentation et dans la zone de diffusion.

Les pièces traitées et les températures des zones de cémentation et de diffusion sont les mêmes que celles de l'exemple 2. Par contre, le taux de CO_2 de l'atmosphère est de 0,37 % dans la zone de cémentation, ce qui correspond à un potentiel carbone de 0,9 % ; et le taux de CO_2 de l'atmosphère dans la zone de diffusion est de 0,85 %, ce qui correspond à un potentiel carbone de 0,7 %. On ne peut envisager une variation plus importante de taux de CO_2 entre les deux zones, donc un potentiel carbone dans la première zone plus élevé, du fait qu'il n'y a pas de modification de l'atmosphère globale.

Avec ces conditions de traitement, il est nécessaire d'allonger les temps de cycle. Les paniers contenant les pièces à traiter sont introduits dans le four toutes les 15 minutes ; les pièces restent donc 1 heure 15 minutes dans la zone de cémentation et 30 minutes dans la zone de diffusion.

Après trempe des pièces ainsi traitées dans un bain d'huile, on effectue les mesures de dureté de la couche carburée, mesures qui donnent les résultats ci-dessous :

Dureté en surface : 923 HV

Profondeur à laquelle on a une dureté Vickers de 550 HV :

0,45 mm.

Ainsi, on voit que grâce au procédé conforme à l'invention, on obtient des résultats, en ce qui concerne les propriétés métallurgiques des pièces traitées, analogues à ceux obtenus avec un traitement à atmosphère, riche en espèces carburantes, constante dans les deux zones du four, mais que, par contre, on obtient un gain de temps de 25 %.

REVENDICATIONS

1. - Procédé de traitement thermique de pièces métalliques, notamment de pièces en acier, par carburation selon lequel on place lesdites pièces dans un four et on les maintient dans une atmosphère d'enrichissement en carbone comprenant notamment de l'oxyde de carbone, de l'hydrogène, et de l'azote, ledit traitement comprenant
5 une première phase effectuée à une température de 850°C à 1050°C, suivie d'une deuxième phase effectuée à une température de 700°C à 950°C, caractérisé en ce que, lors de la première phase, on utilise une atmosphère contenant environ 20 % à 50 % en volume de CO et
10 environ 40 % à 75 % en volume de H₂ et ayant un potentiel carbone d'environ 1,1 % à 1,6 % en poids, et lors de la deuxième phase, pour avoir un potentiel carbone sensiblement plus faible que celui de la première phase, on provoque un accroissement de 2 à 30 fois de la teneur en azote de ladite atmosphère de façon à ce que la différence
15 de potentiel carbone entre chacune desdites phases soit d'au moins environ 0,5 % en poids.

2. - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la deuxième phase s'effectue à une température de 800°C à 950°C.

3. - Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que, au cours de la première phase, la
20 concentration de l'azote dans ladite atmosphère est environ d'au plus 40 % en volume, et au cours de la deuxième phase, la concentration de l'azote dans ladite atmosphère est environ 30 % à 80 % en volume.

4. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on forme ladite atmosphère d'enrichissement
25 en carbone par introduction dans ledit four d'un mélange d'azote et de méthanol.

5. - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'on introduit en outre un hydrocarbure gazeux tel que du
30 méthane, du propane, ou du butane dans une proportion de 0,5 % à 5 % en volume par rapport à la totalité du mélange injecté dans le four.

6. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on mesure, au fur et à mesure du traitement, les concentrations en CO et CO₂, ou CO et O₂, ou CO et H₂O, ou CO₂ et
35 O₂, de l'atmosphère formée, ce qui permet d'en déduire le potentiel carbone, et on fait varier le débit d'azote injecté dans le four de

façon à obtenir les valeurs de potentiel carbone désirées pour chacune des deux phases.

7. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on détermine tout d'abord, lors d'essais
5 préliminaires, les valeurs de la concentration en azote que doit avoir l'atmosphère pour obtenir les valeurs de potentiel carbone désirées pour chacune des phases, puis on effectue le traitement proprement dit en injectant le mélange d'azote et de méthanol au cours de chacune des deux phases en proportions telles qu'on obtienne
10 les concentrations en azote ainsi fixées et on ajuste le potentiel carbone en réglant le débit de l'hydrocarbure injecté dans le four.

8. - Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que, dans le cas d'une carbonitruration, on introduit en outre dans le four de l'ammoniac gazeux dans une
15 proportion d'environ 0,1 % à 10 % en volume par rapport à la totalité du mélange injecté dans le four.

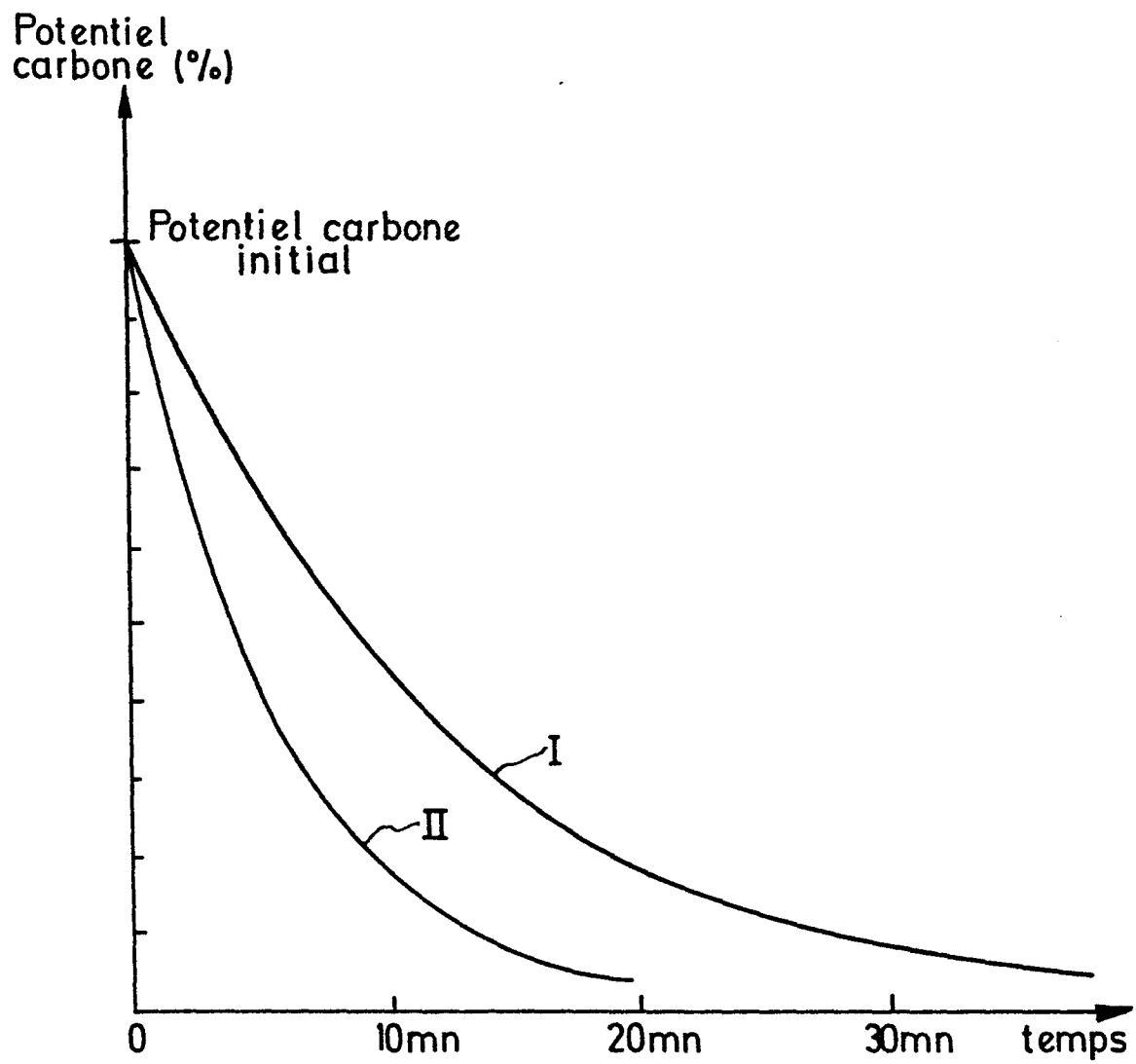


FIG.1

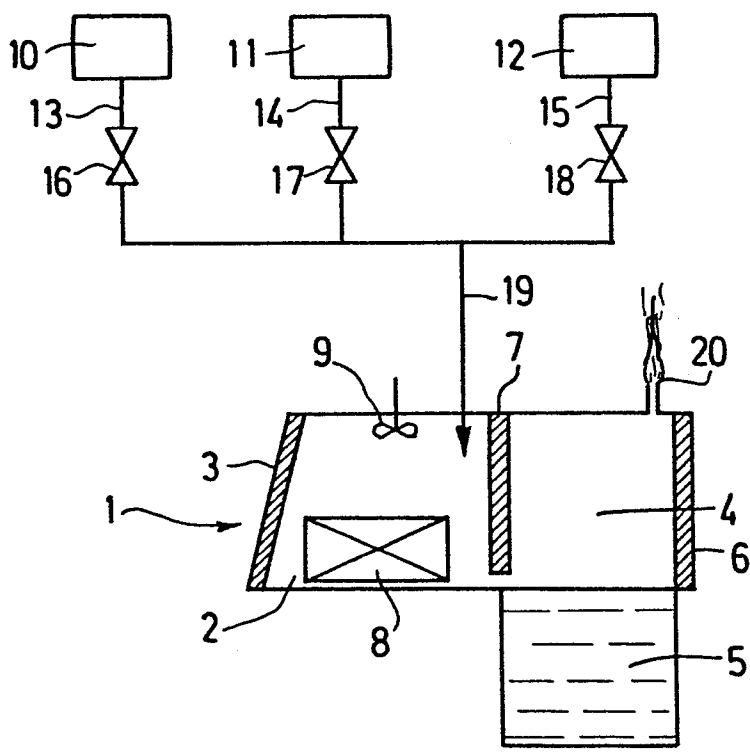


FIG. 2

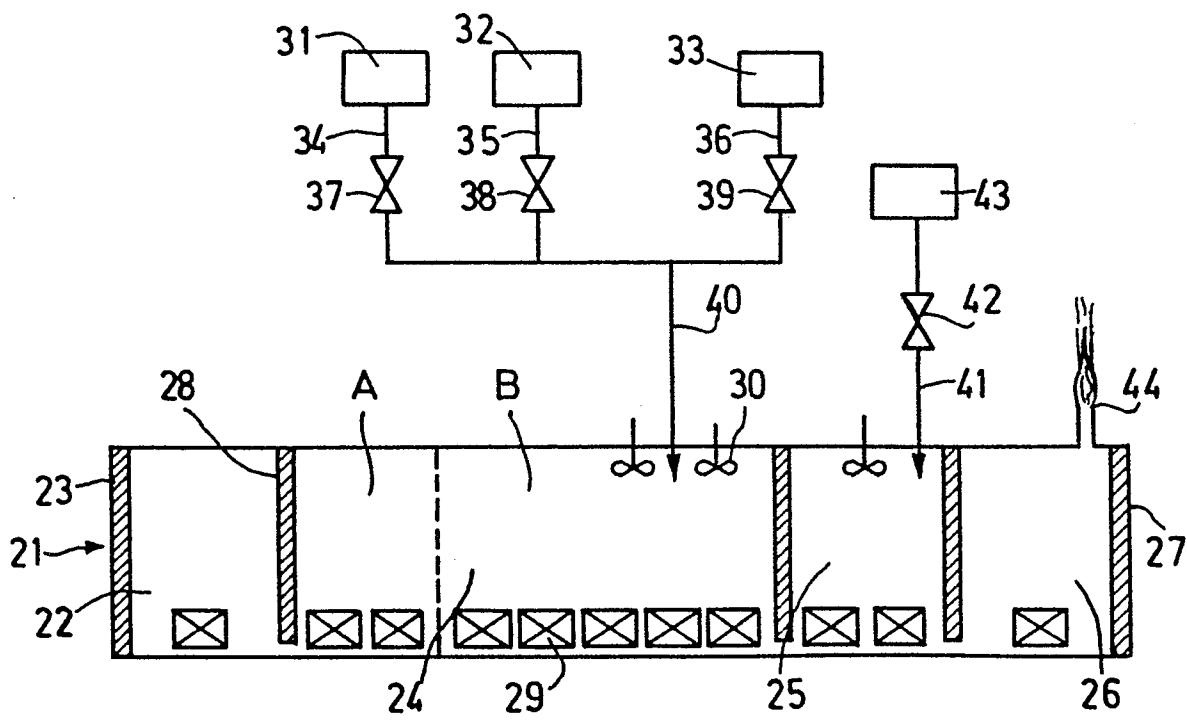


FIG. 3



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)
A,D	US-A-4 306 918 (J.H. KASPERMA) * Colonne 5-8; revendications 1,11,13,22 *	1,2,4-8	C 23 C 11/12
A	--- HÄRTEREI/TECHNISCHE MITTEILUNGEN; vol. 31, no. 5, mai 1976, pages 251-256, J. PAVLOSSOGLU: "Optimierungsmodell einer Zweistufen-Boost/Diffusionsbehandlung /Zweistufen-Gasaufkohlungs-Steuerung" * Page 253 *	1	
A	--- US-E- 26 935 (O.E. CULLEN)		
A	--- US-A-2 955 062 (O.E. CULLEN)		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)
A	--- US-A-3 128 323 (R.L. DAVIS)		C 23 C 11/12
A	--- FR-A-2 442 281 (KABUSHIKI KAISHA KOMATSU)		
A	--- FR-A-2 342 352 (IPSEN INDUSTRIES)		
	--- -/-		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 05-09-1983	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			



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Page 2

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)				
A	GB-A-2 092 183 (HOLCROFT)						
A	EP-A-0 031 034 (MAAG-ZAHNRÄDER)						
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3)				
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications							
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 05-09-1983	Examineur DEVISME F.R.				
<table><tr><td>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</td><td>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</td></tr><tr><td>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</td><td></td></tr></table>				CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES	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	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	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES	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						
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							