



(11) Numéro de publication : **0 465 333 A1** 

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN** 

(21) Numéro de dépôt : 91401792.6 (51) Int. CI.<sup>5</sup> : C23C 8/22, C23C 8/20

(22) Date de dépôt : 01.07.91

30) Priorité : 02.07.90 FR 9008330

(43) Date de publication de la demande : 08.01.92 Bulletin 92/02

Etats contractants désignés :
 AT BE CH DE DK ES GB GR IT LI LU NL SE

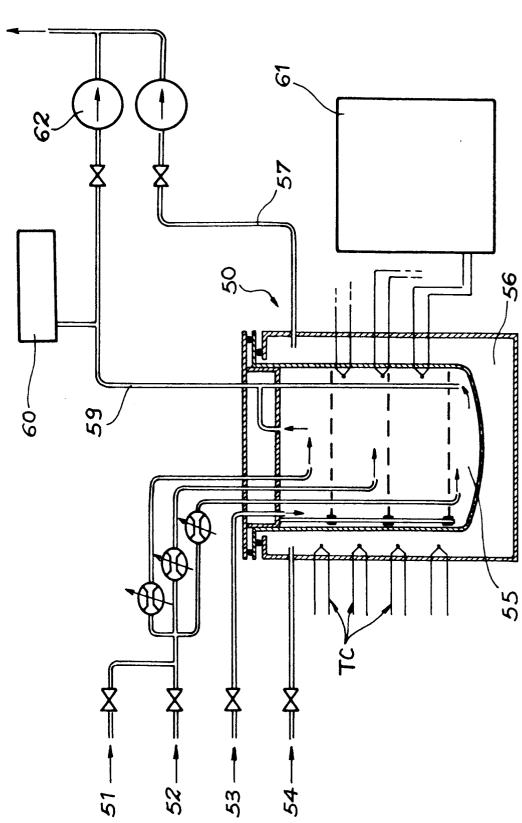
71 Demandeur : ACIERIES AUBERT ET DUVAL 41 rue de Villiers F-92200 Neuilly-sur-Seine Cédex (FR) (72) Inventeur: Faure, André 143, rue des Champarons F-92700 Colombes (FR) Inventeur: Frey, Jacques 18 avenue de Gouvieux F-60260 Lamorlaye (FR)

(74) Mandataire: Mongrédien, André et al c/o SOCIETE DE PROTECTION DES INVENTIONS 25, rue de Ponthieu F-75008 Paris (FR)

- (54) Procédé et installation de cémentation de pièces en alliage métallique à basse pression.
- 67) On utilise un mélange carburant constitué d'hydrogène et d'éthylène à raison de 2 à 60 % d'éthylène en volume et l'on chauffe le four entre 820° et 1100°C.

L'installation comporte un four (50), dit à double vide, constitué d'une cuve (55) avec son dispositif intérieur de répartition des gaz cémentants, d'un espace annulaire (56) entourant la cuve, d'un couvercle traversé par des conduites de pompage et d'arrivée d'hydrogène (51) et d'éthylène (52) débouchant aux différents étages de la cuve en plusieurs endroits régulièrement répartis, des thermocouples (TC), un microordinateur (61).

Application à des pièces d'automobiles.



La présente invention se rapporte à un procédé de cémentation à basse pression appliqué à des pièces en alliage métallique et plus spécialement en acier ainsi qu'à une installation permettant la mise en oeuvre de ce procédé.

La cémentation est une pratique courante en métallurgie quand il s'agit de durcir des pièces métalliques en surface sur une certaine profondeur à l'exclusion de leurs parties internes qui, elles, doivent conserver une certaine souplesse pour ne pas se rompre malencontreusement.

Suivant une technique généralement courante dans la métallurgie, on effectue l'incorporation du carbone par cémentation gazeuse.

Comme décrit en particulier dans le brevet FR 2 154 398 au nom de HAYES les articles à cémenter sont placés dans un four sous vide dans lequel on fait circuler des hydrocarbures gazeux essentiellement à base de méthane ou de propane et le traitement n'est envisagé qu'à des températures supérieures à environ 950°C. On travaille à une pression inférieure à la pression atmosphérique, on assure ainsi l'absorption et la diffusion thermique du carbone à la superficie de l'article. On peut noter que la mise en oeuvre de ce procédé implique la nécessité d'utiliser un effet de pulsation pour assurer la diffusion à la profondeur voulue du carbone dans la pièce traitée.

Selon un autre procédé décrit dans le brevet BF 2 361 476 au nom de IPSEN, on utilise aussi un gaz carburant à base de méthane. Ce gaz a l'inconvénient de se dissocier en produisant beaucoup de carbone qui se transforme en noir de fumée et entrave la cémentation en encrassant les pièces traitées ainsi que le four.

D'autres constructeurs de four recourent encore à la décharge plasma sous vide pour tenter de pallier les difficultés inhérentes à l'emploi des hydrocarbures précités : c'est la cémentation ionique.

Le but de la présente invention est d'éliminer de tels inconvénients grâce à la mise en oeuvre d'un procédé dans lequel on utilise un mélange carburant constitué d'hydrogène et d'éthylène, à raison de 2 à 60 % d'éthylène en volume et l'on chauffe le four entre environ 820°C et environ 1100°C suivant la nature des métaux constituant les pièces et suivant la teneur et la profondeur souhaitées du carbone à la surface des pièces.

Le procédé conforme à l'invention est particulièrement bien adapté au traitement des pièces utilisées dans les industries de pointe et l'industrie automobile telles que les roulements, les engrenages, les glissières, les cames, les axes de piston, etc.

Grâce à ce procédé, il est possible de cémenter tous les alliages traités par les procédés actuellement connus mais dans de meilleures conditions à la fois de qualité et le plus souvent de vitesse. Il est possible également de traiter certains alliages dont la surface naturellement très passive nécessitait jusqu'à présent un traitement préalable de dépassivation. D'autres alliages qui ne pouvaient être traités même après dépassivation peuvent l'être grâce aux procédés de l'invention.

De façon plus précise, le procédé conforme à l'invention comporte essentiellement les étapes suivantes :

- a) prévidage de la cuve du four jusqu'à une pression de 10-1 hPa de façon à éliminer l'air,
- b) remplissage de la cuve par de l'azote purifié à la pression atmosphérique,
- c) enfournement de la cuve contenant les pièces métalliques,
- d) mise sous vide de la cuve à 10-2 hPa,
- e) chauffage jusqu'à la température d'austénitisation et maintien à cette température pour l'homogénéisation des pièces,
- f) introduction d'hydrogène jusqu'à 500 hPa,
  - g) enrichissement en carbone par introduction du gaz carburant à base d'éthylène à une pression de 10 à 100 hPa suivant les cas,
  - h) diffusion sous vide à 10-1 hPa,

10

20

25

35

40

45

50

55

i) introduction d'azote pour défournement.

La mise en oeuvre de ce procédé implique l'utilisation d'un dispositif particulier dont les caractéristiques sont données dans la suite du présent exposé.

Ce dispositif, décrit dans le cas d'un four à double vide, est applicable également en four à paroi froide.

D'autres avantages et caractéristiques de l'invention ressortiront encore de la description qui suit de plusieurs exemples de réalisation non limitatifs de cémentation de différents alliages donnés en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- les figures 1a, 1b et 1c se rapportent à l'exemple 1 relatif à la cémentation sur une profondeur classique de 1,80 mm de pièces en acier 16 NCD 13.
- Les figures 2a, 2b, 2c et 2d se rapportent à l'exemple 2 relatif à la cémentation de pièces à géométrie difficile comportant des alésages borgnes ou ouverts en acier 14 NC 12.
- La figure 2c, se rapportant à l'exemple 2 est un schéma représentatif de la disposition des pièces en cours de traitement.
- Les figures 3a, 3b et 3c se rapportent à l'exemple 3 relatif à la cémentation sur une profondeur très faible de 0,25 mm de pièces en acier 16 NCD 13.

- Les figures 4a, 4b et 4c se rapportent à l'exemple 4 relatif à la cémentation de pièces en acier Z 15 CN 17.03.
- Les figures 5a, 5b et 5c se rapportent à l'exemple 5 relatif à la cémentation de pièces en acier Z 20 WC
   10.
- Les figures 6a, 6b et 6c se rapportent à l'exemple 6 relatif à la cémentation de pièces en acier Z 38 CDV
   5.
- Les figures 7a et 7b se rapportent à l'exemple 7 relatif à la cémentation de piéces en superalliage base
   Co : KC 20 WN.
- La figure 8 représente la cuve de cémentation comportant le dispositif de circulation du gaz carburant dans la cuve.
  - La figure 9 représente un four de cémentation à double vide (paroi chaude).

Pour faciliter la lecture des 7 exemples donnés ci-après, on donne ici quelques précisions.

## Compositions des alliages métalliques soumis à la cémentation

				Pourcen	t en po	<u>ids</u>		
	Norme AFNOR	<u>C</u>	Ni	<u>Cr</u>	Mo	W	<u>y</u>	<u>Co</u>
20	Acier 16 NCD 13	0,16	3,2	1	0,25			
	Acier 14 NC 12	0,14	3	0,75				
	Acier Z 15 CN 17.03	0,15	3	17				
25	Acier Z 20 WC 10	0,20		3		10		
	Acier Z 38 CDV 5	0,38		5	1,3		0,4	
	Alliage KC 20 WN	0,10	10	20		15		Complément

Utilisation des alliages métalliques cémentés

## Acier 16 NCD 13

35 Engrenages, moyeux, arbres, ...

Bagues de roulement

Pièces de sécurité aéronautiques en général

## Acier 14 NC 12

Engrenages, moyeux, arbres, ...

## Acier Z 15 CN 17.03

Bagues de roulement inoxydable
Pièces à piste de roulement inoxydable
intégrée (aéronautique)

## Acier Z 20 WC 10

Pistes de roulement rapportées pour utilisation à chaud (aéronautique)

## Acier Z 38 CDV 5

Pièces d'outillage en général Ex : Matrices, poinçons, moules

4

50

55

5

10

15

30

## Super alliage base Cobalt KC 20 WN

## Pièces de turbo machines en général

## 5 Compositions de réactifs utilisés pour les attaques micrographiques

		Nital	:	Acide nitrique d = 1,38 :	2 %	<b>£</b>
10				Alcool éthylique		
		Italien	:	Acide chlorhydrique	80	mί
				Acide acétique	48	mι
15				Acide picrique cristallisé	12	g
,,,				Alcool éthylique	800	mι
	j	Bichromate	:	Acide sulfurique	10	mι
				Bichromate de potassium	10	g
20				Eau déminéralisée	1000	mι

# EXEMPLE N°1: PROFONDEUR 1,80 mm (ACIER 16 NCD 13)

	TRAITEMENT D'EMPLOI	Austeniusation à 825°C sous vide Tramps à l'huile Revenu à 140°C		
ALES.		:35 hPa : 2h00	: 130 Uh ( A Pam ) : 7	: \$ 10° hPa : 3h30
CONDITIONS EXPERIMENTALES		3) Enrichissement en carbone (980°C) Pression absolue Durbe du maintien	Gaz carburan éthylène % éthylène résiduel dans gaz évacué	Pression absolue  Durée du maintien
COND	ON à 980°C	3) : 10 <sup>2</sup> hPa : 0h30	: 500 hPa	
	CEMENTATION à 980°C (Phases I à 5 ordre chrono)	Austenitisation (980°C)     Vide maximal     Durés du maintien	2) Causage Vide à l' Hydrogène (980°C) Prezaion absolue Sans maintien	5) Cassace du Vide à l'Azota à Para

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

## EXEMPLE N°2: ALESAGES BORGNES ET OUVERTS

**ACIER 14 NC 12** 

## CONDITIONS EXPERIMENTALES

TRAITEMENT D'EMPLOI Austénitisation à 825°C sous vide
Trempe à l'huile Revenu à 140°C : 145 Uh ( à Para ) : 30 NPs : 30 3) Enrichissement en carbone (880°C)
Pression absolue
Durée du maintien Gaz carburant éthylène % Ethylène résiduel (Phases 1 à 5 ordre chrono) CEMENTATION & 880°C : 10<sup>-2</sup> hPa : 0h30 2) Cassage Vide à l' Hydrogène ( 580°C) Austenitration (880°C)
 Vide maximal
 Durfe du maintien

: 500 hPa Pression absolue Sans maintien

5) Cassage du Vide à l'Azote à Patra

: \$ 10° hPa

: **Oh**20

Durée du maintien Pression absolue

dans gaz évacué

4) Diffusion (880°C)

0

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EXEMPLE N°3: PROFONDEUR 0,25 mm (ACIER 16 NCD 13)

CONDITIONS EXPERIMENTALES

(Phases 1 à 5 ordre chrono) CEMENTATION A 820°C

3) Enrichissement en carbone (\$20°C)
Pression absolue
Durée du maintien : 10<sup>2</sup> hPa : **0h**30

: 500 hPs 2) Cassage Vide à l' Hydrogène ( #20°C) 1) Austenitisation (820°C) Vide maximal Durfe du maintien

Pression absolue Sans maintien 5) Cassage de Vide à l'Azote à Para

Austenitisation à \$20°C sous vide Tremps à l'huile

TRAITEMENT D'EMPLOI

Revenu à 140°C

: 1501/h (4 Parm ) 8

: 25 hPa : 1h00

Gaz carburant éthyiène

& 6thylène résiduel dens gaz évacué

4) Diffusion (sans)

## EXEMPLE N°4: ACIER Z15CN 17.03

				CONDITIONS EXPERIMENTALES	ERIMENTAL	ES
		CEMENTATION 2 980°C ( Phases 1 à 6 ordre chrone )	XOI &	3 980°C • chrene )		TRAITEMENT D'EMPLOI
7	1) Austénitisation (1020°C)	(î	જ	5) Casage Vide à l'Hydrogène (980°C)	<b>(</b> 2	
	Vide maximal	: 10 -3 hPa		Pression absolue	: 500 hPa	Ansténitisation à 1020°C
	Durée du maintien	: 01/30		Sans maintien		sous vide
	Refroidissment dans					
	le four jusqu'à	: 980°C	6	6) Enrichissement en carbone (980°C)	C) 1818.	Passage as froid -75°C
				rression actions		O OCT II PROMOV
ล	2) Cassage Vide à l'Hydrogène (950°C)	• (980°C)		Durée du maintien	: 6b45	
	Pression absolute	: 500 hPa		Gaz carburant éthylène	: 135 Jh ( 4 Pam )	
	Sans mainties			% Ethylène résiduel	8.	
				dans gaz évacué		
8	3) Enrichiasement en carbone (980°C)	(980°C)				
	Pression absolute	: 35 hPa	F	7) Diffusion (980°C)		
	Durée du maintien	: 0645		Pression absolue	: <b>510¹</b> hPa	
	Gaz carburant éthylène : 135 l/h ( è Pem )	a: 135 Uh ( à Pers )		Durés du maintien	: 4b45	
	% Ethylène résiduel	<b></b>				
	dans gaz évacué					
€	4) Diffusion (980°C)		8	8) Cassage Vide à l'Azote à Pum		,
	Pression absolue	: <b>510¹</b> hPa : <b>010</b>				
		2				

_
^
J

## EXEMPLE N°5 : ACIER Z20WC10

				CONDITIONS EXPERIMENTALES	SXPERIMENT	TES
		CEMENTATION A 940°C ( Phases 1 à 8 ordre chrone )	Na 940' ire chroi	ମ ହି		TRAITEMENT D'EMPLOI
<b>~</b>	Austraitisation (1010°C)	47	Causa (	5) Cassage Vide à l'Hydrogène (940°C)	Jac )	
•	maximal	: 10 -2 hPs	Æ	Pression absolue	: 500 hPa	Austenitisation à 1100°C
	Durée de maintien Refroidissement dans	: 01:30	8	Sans maintien		sous vide Tremps su gaz neutre
	le four jusqu'à	: 940°C	9) Enric	6) Enrichissement en carbone (940°C) Pression absolute:	PC) :30NPa	Passage as froid -75°C Lee Revens à 560°C
8	Causes Vide à l'Hydrogène (940°C)	(940°C)	: A	Durée du maintien	: 1615	2kme Revenu à 560°C
ì	Pression absolue Sans maintien	: 500 hPa	೮∤4	Gaz carturan éthylène % Ethylène résiduel dans gaz évacué	: 140 Uh ( à Pann ) : 10	
9	团	940°C)				
	Pression absolute : 30 hPa Durés du maintien : 0h45 Gas carburant éthylène : 140 l/h ( è Pane ) % Ethylène résiduel : 10		Did.	7) Diffusion ( sens )		
	dans gas évacué		6			
₹	4) Diffusion (940°C) Pression absolus Durks du maintien	:≤10 <sup>-1</sup> hPa :@10		5) Cassige Vide a I Azote a recon		

_
^
J

## EXEMPLE N°6 : ACIER Z 38 CDV 5

				CONDITIONS EXPERIMENTALES	<b>(PERIMENTAL</b>	SE
		CEMENTATION & 960°C ( Phases 1 & 8 ordre chrone )	NOI stare	Chrone )		TRAITEMENT D'EMPLOI
=	1) Austénitiation (980°C)		જ	5) Cassage Vide à l'Hydrogène (960°C)	60°C)	
ì		: 10 -2 hPa		Pression absolue	: 500 hPa	Austénitisation à 990°C
	atien at dans	: Oh30		Sans maintien		sons vide Trempe à l'AR
		: 960°C	9	Enrichissement en carbone (960°C) Pression absoluc	:30 hPa	Passage au froid -75°C Revenu à 200°C
2	Cassage Vide à l'Hydrogène (960°C) Pression absolue : 500 hPa Sans maintien	: 500 hPa		Durée du maimien Gaz carbúrant éthylène 95 Ethylène résiduel dans gaz évacué	: 1150 : 135 Uh ( à Pates ) : 9	
<del>6</del>	3) Enrichissement en carbone (960°C) Pression absolue :30 hP	960°C) :30 hPa	٤	7) Diffusion (960°C)		
	Durée du maintien : 0h30 Gaz carburant éthylène : 135 Uh (À Pans) % Ethylène résiduel : 9 dans gaz évacué	: 0h30 ne : 135 Uh (À Pum) : 9		Pression absolue Durée du maintien	: <b>510</b> <sup>-1</sup> hPa : <b>2600</b>	
€	4) Diffusion (960°C) Pression absolue	: <10 <sup>1</sup> hPa	<b>€</b>	8) Cassage Vide à l'Azote à Pana		
	=	:OH10				

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EXEMPLE N°7: SUPERALLIAGE base Co: KC 20 WN

: 150 l/h ( à Paum ) : < 101 hPs : 40 hPa : 4100 : 2500 3) Enrichissement en carbone (1100°C)
Pression absolue Gaz carburant éthylène % éthylène résiduel Durée du maintien Durée du maintien Pression absolue dans gaz évacué CONDITIONS EXPERIMENTALES 4) Diffusion (1100°C) 5) Cassage du Vide à l'Azote à Parm (Phases 1 à 5 ordre chrono) CEMENTATION & 1100°C : 10<sup>-2</sup> hPa : 0h30 : 500 hPs 2) Cassage Vide à l'Hydrogène (1100 °C) 1) Austénitisation (1100°C) Vide maximal Durée du maintien Pression absolue Sans maintien

Sur la figure 1a est représenté le profil carbone d'une pièce cémentée selon l'exemple 1, on peut ainsi observer le pourcentage de carbone incorporé en fonction de la profondeur P.

Sur la figure 1b est représentée la microdureté HV 0,5 kg en fonction de la profondeur pour des pièces traitées selon l'exemple 1.

Sur la figure 1c est représentée une coupe d'une pièce cylindrique 10 cémentée en surface selon l'exemple 1 après attaque au nital 2 % et grossissement respectif de 2 et 500 fois faisant apparaître la grande régularité sur le cliché macrographique et l'homogénéité de structure sur le cliché micrographique.

5

10

20

25

30

40

45

Les exemples 2 à 7 sont illustrés par des figures établies de façon identique aux figures de l'exemple 1.

La figure 2c représente la disposition en vue éclatée sur trois étages dans la cuve du four d'alésages borgnes 11 et d'alésages ouverts 12. Des résultats remarquables ont été obtenus en utilisant des tubes de 85 mm de longueur, de diamètre extérieur 14 mm et de diamètre d'alésage de 8 mm.

La figure 2a représente la bande de dispersion des profils carbone obtenus sur l'ensemble des pièces figurées en 2c.

La figure 2b représente la bande de dispersion des profils de microdureté obtenus sur l'ensemble des pièces figurées en 2c.

Sur la figure 2d est représentée une coupe d'une pièce tubulaire 20 cémentée en surface, en périphérie et dans l'alésage, selon l'exemple 2 après attaque au nital 2 % et grossissement respectif de 2 et 500 fois montrant la grande régularité et l'homogénéité de la couche cémentée.

L'ensemble représenté sur la figure 8 comprend la cuve 3 et le dispositif intérieur ainsi que le couvercle 5. Des conduits d'arrivée de gaz 7, 8, 9 traversent le couvercle et débouchent respectivement au premier I, deuxième II et troisième III étages de la cuve en au moins trois sorties par étage régulièrement réparties telles que 21, 22 et 23 pour l'étage II en particulier.

Des thermocouples TC installés à chaque étage sont branchés en permanence sur un microordinateur non représenté qui assure le bon déroulement de l'ensemble des opérations de l'installation.

Chaque étage comporte un plateau perforé sur lequel reposent les articles à cémenter. A leur entrée, les gaz circulent au travers de la charge en direction des deux échappements, l'un principal en sommet de cuve, l'autre dérivé en bas de cuve suivant le trajet indiqué par les flèches pour être finalement aspirés au sommet du couvercle par une grosse conduite 26 reliée à une pompe de circulation 28. Une courbe de débit relatif en pourcentage du gaz cémentant est représentée à la droite du four.

L'installation représentée sur la figure 9 comporte un four 50 dit à double vide en ce sens que l'on établit le vide à la fois dans la cuve 55 et dans l'espace annulaire 56 entourant la cuve. Les gaz cémentants arrivent par les conduites 51 pour l'hydrogène et 52 pour l'éthylène et sont dirigés vers plusieurs étages où ils sont régulièrement répartis. La circulation des gaz s'effectue dans la cuve comme décrit sur la figure 8. Les gaz sont ensuite dirigés vers le groupe de pompage 62 par une conduite 59 avec une dérivation de prélèvement vers un analyseur de gaz 60 en liaison avec un microordinateur. Deux autres conduites, 53 pour l'azote, 54 et 57 pour l'air débouchent respectivement au sommet de la cuve 55 et de l'espace 56. Les différentes données telles que températures, pression, débits et composition des gaz sont rassemblées par un acquisiteur relié à un microordinateur 61.

En complément des indications données dans les différents exemples, il convient d'apporter les précisions suivantes :

Avant le démarrage des traitements, on procède à l'élimination de l'air de la cuve, il s'agit d'un prévidage qui est effectué à une pression de 10<sup>-1</sup> hPa et l'on remplit la cuve d'azote purifié à la pression atmosphérique.

L'enfournement de la cuve contenant les pièces à traiter a alors lieu et la première phase d'austénitisation est effectuée en chauffant à des températures différentes suivant les cas, et à un vide maximal de 10-2 hPa.

On casse le vide en introduisant de l'hydrogène jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa. On procède à l'enrichissement en carbone par introduction d'éthylène à une pression généralement voisine de 30 hPa puis à une diffusion à une pression absolue inférieure ou égale à 10<sup>-1</sup> hPa. On casse alors le vide à l'azote à la pression atmosphérique puis on procède à un traitement d'emploi qui permet d'obtenir les caractéristiques finales souhaitées pour les pièces cémentées. Dans le cas des exemples 4, 5 et 6, après la diffusion on casse le vide à l'hydrogène et l'on effectue un second enrichissement en carbone suivi d'une diffusion qui précède le cassage à vide à l'azote à la pression atmosphérique.

La mise en oeuvre du procédé est effectuée sous la surveillance d'un microordinateur auquel sont fournis tous les paramètres techniques programmés tels que nuances des aciers, températures des différents endroits du four, pression dans l'enceinte, durées des séquences d'enrichissement et de diffusion, débit général des gaz à chaque étage, composition des gaz et ajustement en fonction de l'analyse des gaz de sortie.

## Revendications

5

15

20

25

30

35

40

- 1. Procédé de cémentation sous basse pression de pièces en alliage métallique spécialement en acier dans lequel on traite dans un four les pièces en acier en les soumettant à l'action d'un mélange carburant à base d'hydrocarbures gazeux, caractérisé en ce que l'on utilise un mélange carburant constitué d'hydrogène et d'éthylène à raison de 2 à 60 % d'éthylène en volume et que l'on chauffe le four entre environ 820°C et environ 1100°C suivant la nature des métaux constituant les pièces et la profondeur souhaitée d'incorporation du carbone.
- 10 2. Procédé de cémentation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :
  - a) prévidage de la cuve du four jusqu'à une pression de 10-1 hPa de façon à éliminer l'air,
  - b) remplissage de la cuve par de l'azote purifié à la pression atmosphérique,
  - c) enfournement de la cuve contenant les pièces métalliques,
  - d) mise sous vide de la cuve à 10-2 hPa,
  - e) chauffage jusqu'à la température d'austénitisation et maintien à cette température pour l'homogénéisation des pièces,
  - f) introduction d'hydrogène jusqu'à 500 hPa,
  - g) enrichissement en carbone par introduction du gaz carburant à base d'éthylène à une pression de 10 à 100 hPa suivant les cas,
  - h) diffusion sous vide à 10-1 hPa,
  - i) introduction d'azote pour défournement.
  - 3. Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier 16 NCD 13, caractérisé en ce qu'il comporte les cinq étapes suivantes :
    - 1) austénitisation sous vide pendant une demi-heure à 980°C,
    - 2) cassage du vide à 980°C à l'hydrogène jusqu'à atteindre une pression de 500 hPa,
    - 3) enrichissement en carbone à 980°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 2 heures à une pression de 35 hPa,
    - 4) diffusion à 980°C pendant 3 heures 30 mn à une pression inférieure ou égale à 10-1 hPa,
    - 5) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique

suivi d'un traitement d'emploi à 825°C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 1,80 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.

- 4. Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier 14 NC 12, caractérisé en ce qu'il comporte les cinq étapes suivantes :
  - 1) austénitisation sous vide pendant une demi-heure à 880°C,
  - 2) cassage du vide à 880°C à l'hydrogène jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
  - 3) enrichissement en carbone à 880°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 1 heure et 25 mn à une pression de 30 hPa,
  - 4) diffusion à 880°C pendant 0 heure et 20 mn à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa,
  - 5) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique

suivi d'un traitement d'emploi à 825°C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 0,55 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.

- **5.** Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier 16 NCD 13, caractérisé en ce qu'il comporte les cinq étapes suivantes :
  - 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 820°C,
  - 2) cassage du vide à 820°C à l'hydrogène jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
  - 3) enrichissement en carbone à 820°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 1 heure à une pression de 25 hPa,
  - 4) diffusion (sans),
  - 5) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique

suivi d'un traitement d'emploi à 820°C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 0,25 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.

- **6.** Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en superalliage base Co : KC 20 WN, caractérisé en ce qu'il comporte les cinq étapes suivantes :
  - 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 1100°C,

55

- 2) cassage du vide à l'hydrogène à 1100°C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
- 3) enrichissement en carbone à 1100°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 4 heures à une pression de 40 hPa,
- 4) diffusion à 1100°C pendant 2 heures à une pression inférieure ou égale à 10<sup>-1</sup> hPa,
- 5) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique,

la cémentation est effectuée sur une profondeur totale de 0,8 mm.

- 7. Procédé de cémentation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
  - a) prévidage de la cuve du four jusqu'à une pression de 10-1 hPa de façon à éliminer l'air,
  - b) remplissage de la cuve par de l'azote purifié à la pression atmosphérique,
  - c) enfournement de la cuve contenant les pièces métalliques,
  - d) mise sous vide de la cuve à 10-2 hPa,
  - e) chauffage jusqu'à la température d'austénitisation et maintien à cette température pour l'homogénéisation des pièces,
  - f) introduction d'hydrogène jusqu'à 500 hPa,
  - g) enrichissement en carbone par introduction du gaz carburant à base d'éthylène à une pression de 10 à 100 hPa suivant les cas,
  - h) diffusion sous vide à 10-1 hPa,
  - i) cassage du vide à l'hydrogène,
  - j) enrichissement en carbone par introduction d'un gaz carburant à base d'éthylène à une pression de 10 à 100 hPa,
  - k) diffusion,

5

10

15

20

30

35

45

50

- I) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique.
- 25 **8.** Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier Z 15 CN 17.03, caractérisé en ce qu'il comporte les huit étapes suivantes :
  - 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 1020°C et refroidissement dans le four jusqu'à 980°C,
  - 2) cassage du vide à 980°C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
  - 3) enrichissement en carbone à 980°C par action d'un gaz carburant à base d'éthyléne pendant 45 minutes à une pression de 35 hPa,
  - 4) diffusion à 980°C pendant 10 minutes à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa,
  - 5) cassage du vide à l'hydrogène à 980°C à la pression de 500 hPa,
  - 6) enrichissement en carbone à 980°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 6 heures et 45 minutes à une pression de 35 hPa,
  - 7) diffusion à 980°C pendant 4 heures et 45 minutes à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa
  - 8) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique suivi d'un traitement d'emploi à 1020°C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 1 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.
- **9.** Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier Z 20 WC 10, caractérisé en ce qu'il comporte les huit étapes suivantes :
  - 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 1010°C et refroidissement dans le four jusqu'à 940°C,
  - 2) cassage du vide à l'hydrogène à 940°C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
  - 3) enrichissement en carbone à 940°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 45 mn à une pression de 30 hPa,
  - 4) diffusion à 940°C pendant 10 mn à une pression inférieure ou égale à 10-1 hPa,
  - 5) cassage du vide à l'hydrogène à 940°C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
  - 6) enrichissement en carbone à 940°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 1 heure et 15 minutes,
  - 7) diffusion (sans),
    - 8) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique

suivi d'un traitement d'emploi à 1100°C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 1 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.

- **10.** Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier Z 38 CDV 5, caractérisé en ce qu'il comporte les huit étapes suivantes :
  - 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 1010°C et refroidissement dans le four jusqu'à 960°C,
  - 2) cassage du vide à l'hydrogène à 960°C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,

- 3) enrichissement en carbone à 960°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 30 mn à une pression de 30 hPa,
- 4) diffusion à 960°C pendant 10 mn à une pression inférieure ou égale à 10-1 hPa,
- 5) cassage du vide à l'hydrogène à 960°C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
- 6) enrichissement en carbone à 960°C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 1 heure,
- 7) diffusion à 960°C à une pression inférieure ou égale à 10-1 hPa,
- 8) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique

5

10

15

20

25

30

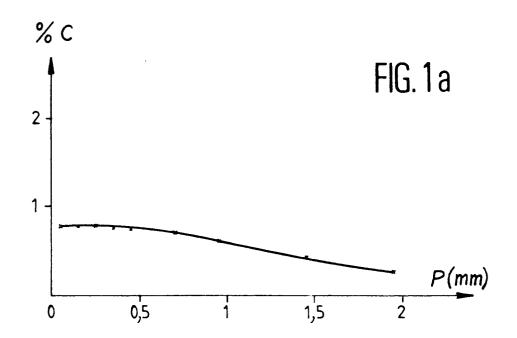
35

40

45

50

- suivi d'un traitement d'emploi à 990°C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 1 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.
- 11. Installation pour la cémentation d'alliage métallique, caractérisée en ce qu'elle comprend essentiellement :
  - un four (50), dit à double vide, constitué d'une cuve (55) avec son dispositif intérieur de répartition des gaz cémentants, d'un espace annulaire (56) entourant la cuve, d'un couvercle traversé par des conduites de pompage et d'arrivée d'hydrogène (51) et d'éthylène (52) débouchant aux différents étages de la cuve en plusieurs endroits régulièrement répartis,
  - des thermocouples (TC) et autres sondes renseignant sur la pression le débit et la composition des gaz en différents endroits du four en liaison avec un acquisiteur de données, lui-même relié à un microordinateur (61),
  - plusieurs étages de réception des pièces à cémenter avec des plateaux perforés pour permettre une libre circulation des gaz.



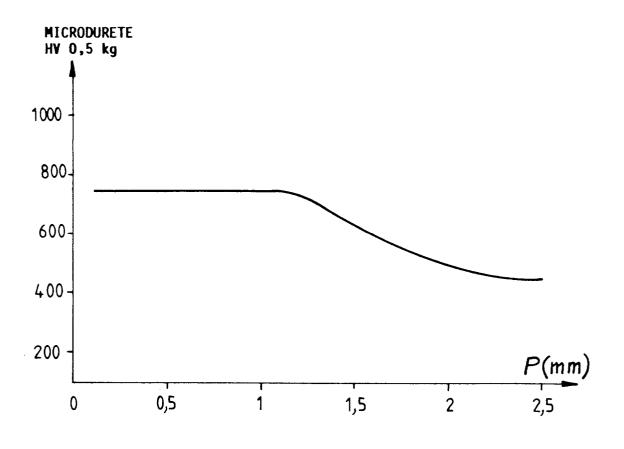
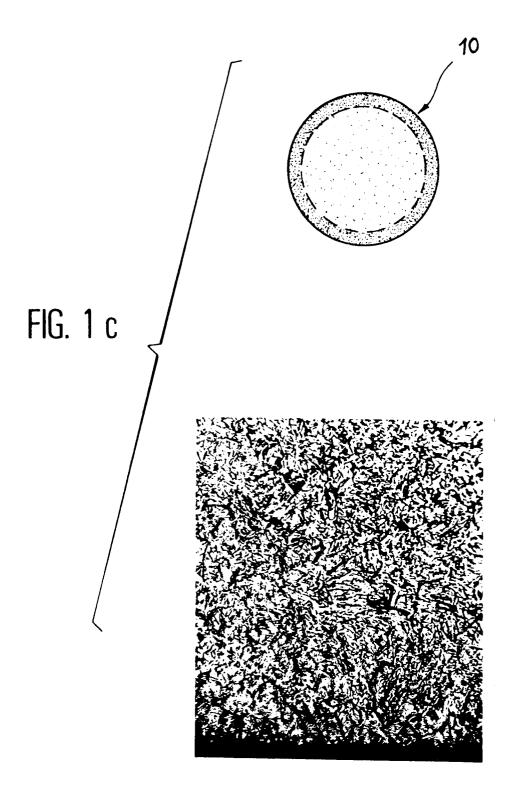
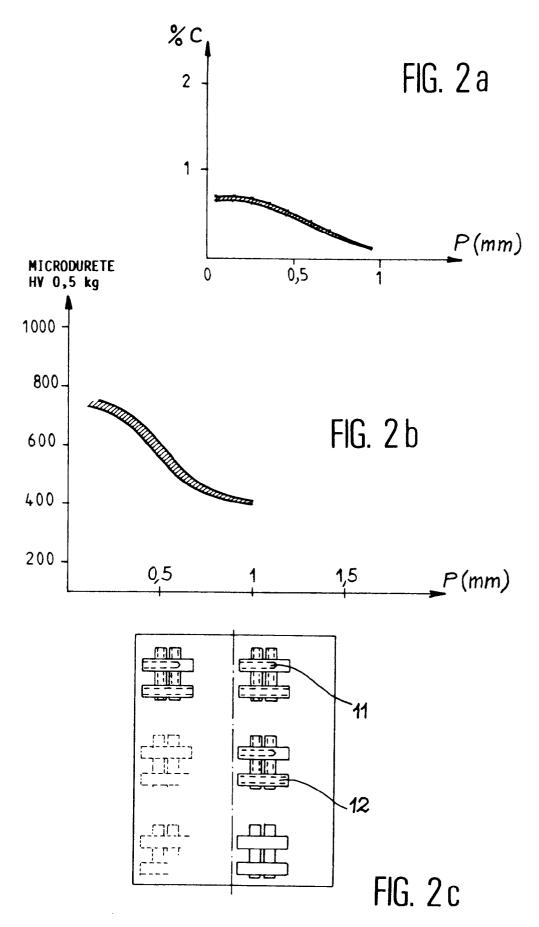
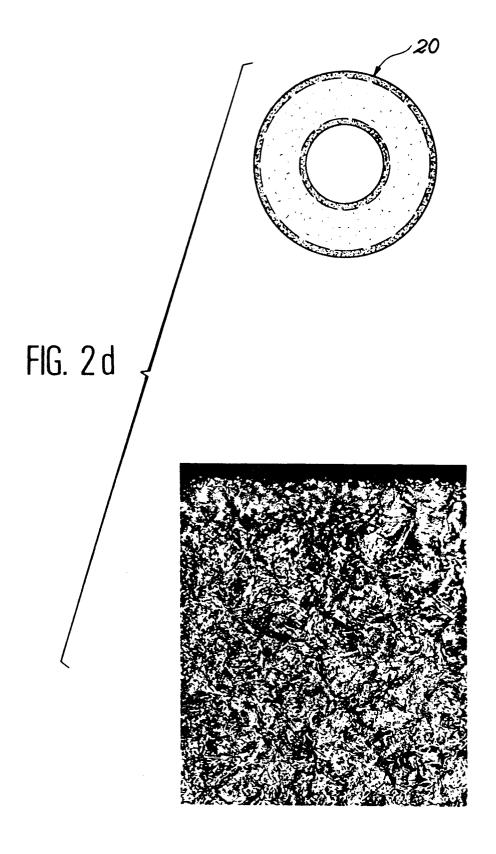
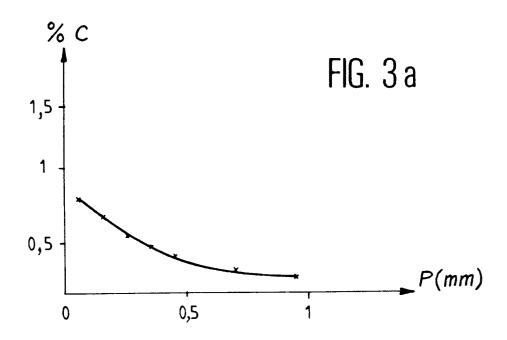


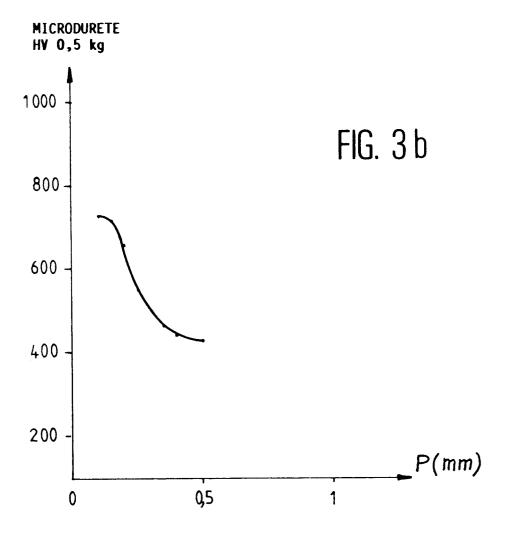
FIG. 1b

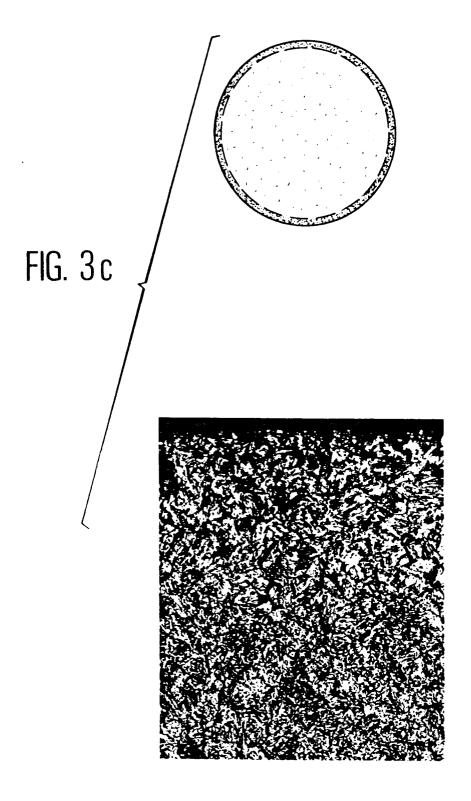


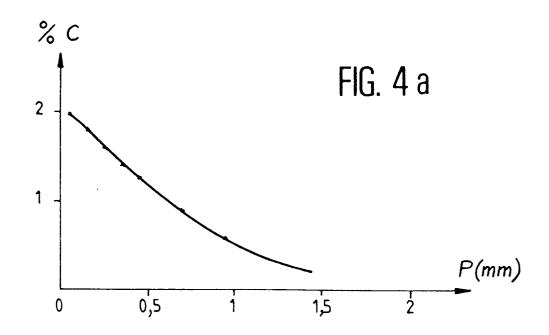


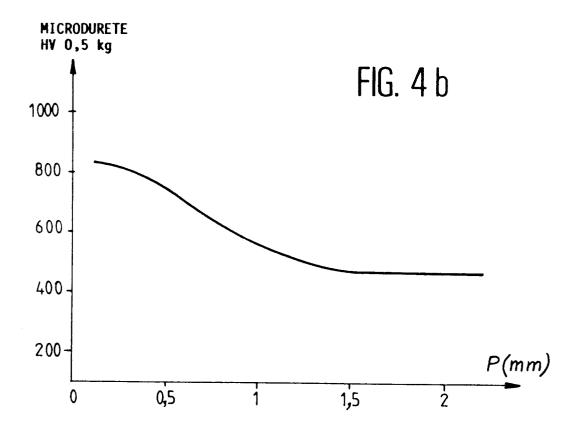


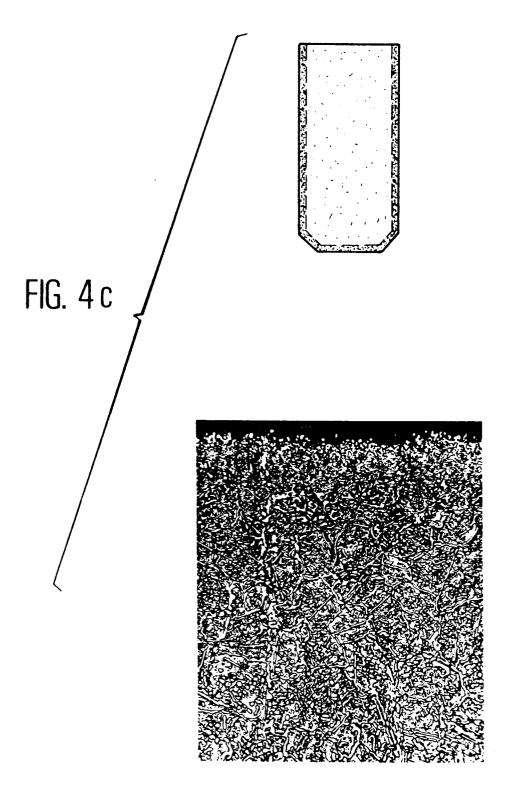


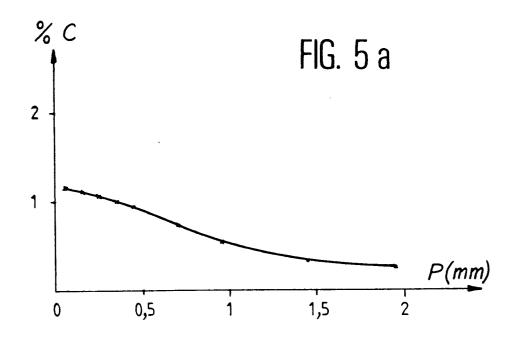


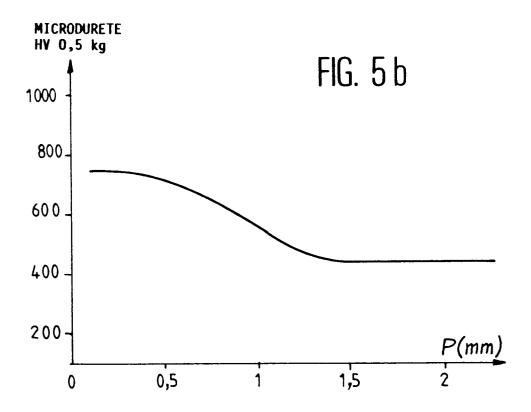


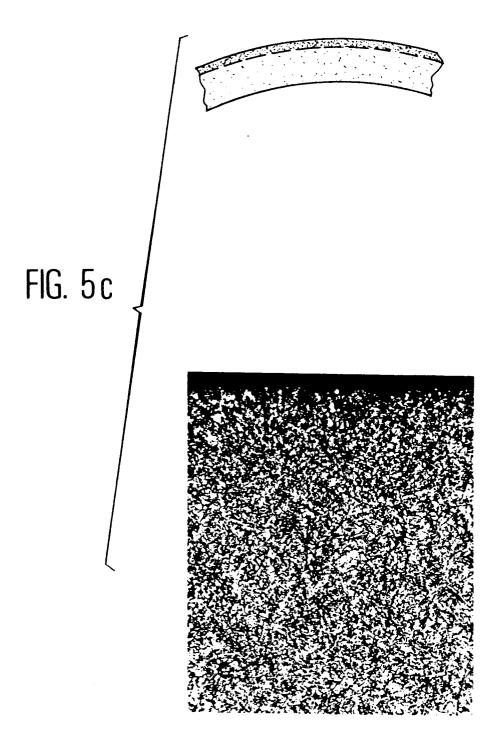


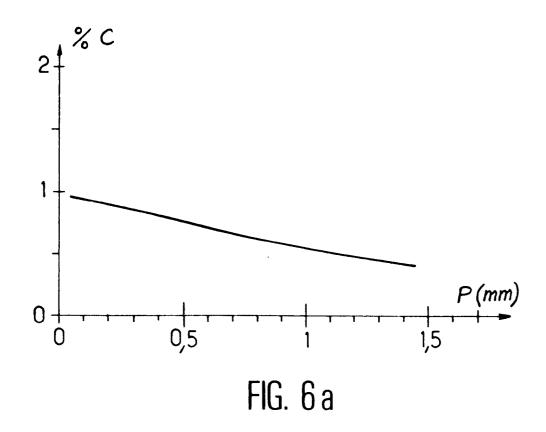


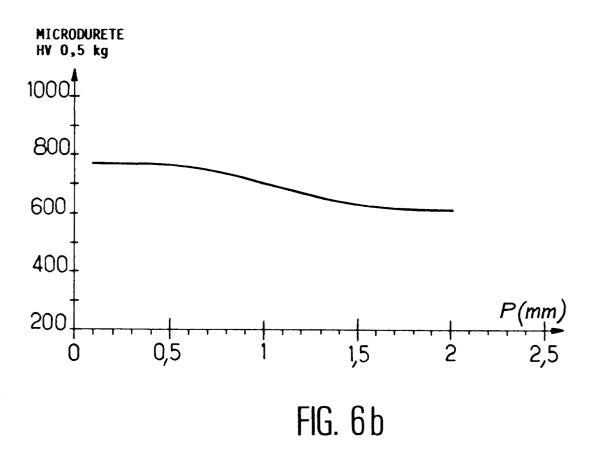


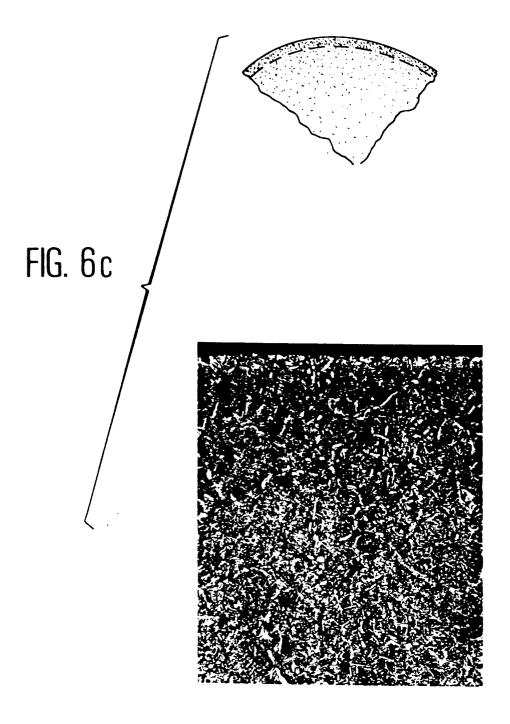


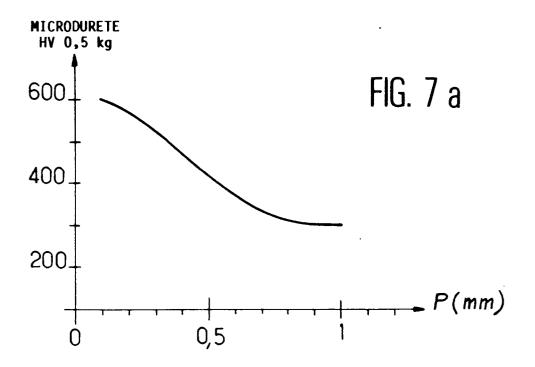


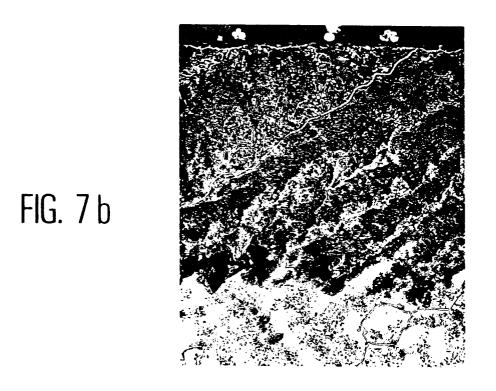


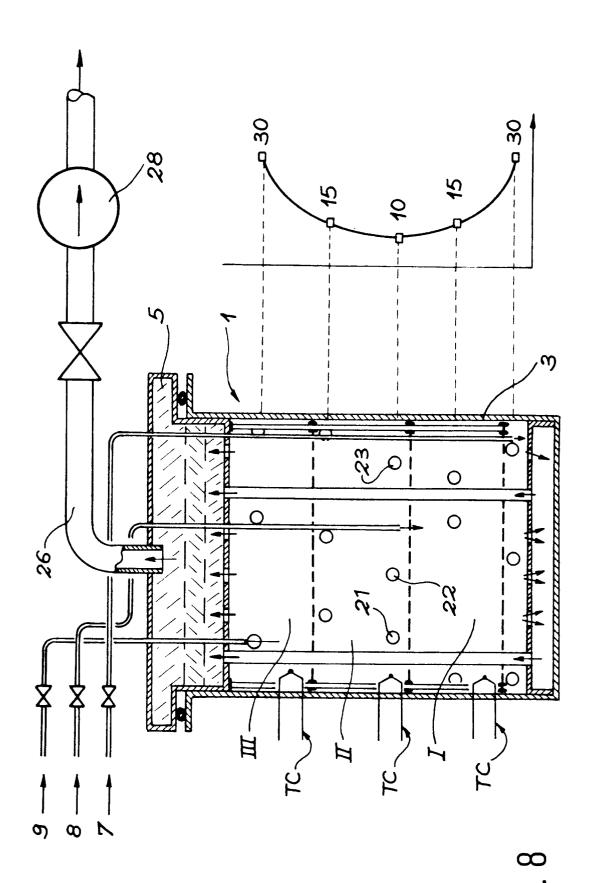


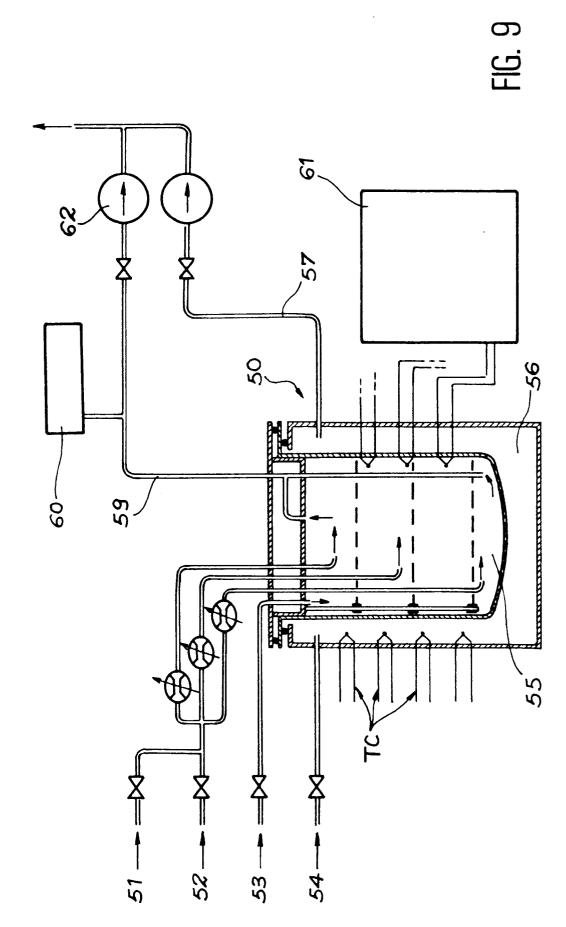














## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 91 40 1792

Catégorie	Citation du document avec in des parties pert		Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A A	US-A-4 108 693 (M. L'HE CHEMICAL ABSTRACTS, VOI	. 97, no. 14,		C23C8/22 C23C8/20
	Octobre 1982, Columbus, abstract no. 113319G, KASPERSMA 'carburisatio hydrocarbon-nitrogen mi: 925@c: '	n and gas reactions of		
	page 212 ; colonne 97 ; * abrégé *			
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. Octobre 1979, Columbus, abstract no. 144330J, KRYLOV V.S. 'cementatio page 218; colonne 91; * abrégé *	Ohio, US;		
A	GB-A-1 559 690 (BRITISH	STEEL CORPORATION)		
A	DE-A-3 217 295 (GENERAL	SIGNAL CORP.)		DOMAINES TECHNIQUE RECHERCHES (Int. Cl.5
A	ADVANCED MATERIALS & PRI vol. 137, no. 3, Mars 1 ,OHIO, US E.J. KUBEL JR: 'EXTENDI CAPABILITIES '	990, MATERIALS PARK		C23C
		<del></del>		
	ésent rapport a été établi pour tou Lien de la recherche	tes les revendications  Date d'achèvement de la recherche		Examinator
·	LA HAYE	24 SEPTEMBRE 199	1 ELSE	N D.B.
X : part Y : part aut	CATEGORIE DES DOCUMENTS C ticulièrement pertinent à lui seul ticulièrement pertinent en combinaisor re document de la même catégorie ère-plan technologique	E : document d date de dép 2 avec un D : cité dans la L : cité pour d'	autres raisons	nvention s publié à la