



(11)

EP 4 578 989 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
02.07.2025 Bulletin 2025/27

(21) Numéro de dépôt: **24223293.2**

(22) Date de dépôt: **26.12.2024**

(51) Classification Internationale des Brevets (IPC):
C23C 8/02 (2006.01) C23C 8/14 (2006.01)
C23C 8/26 (2006.01) C23C 8/34 (2006.01)
C23C 8/80 (2006.01)

(52) Classification Coopérative des Brevets (CPC):
C23C 8/02; C23C 8/14; C23C 8/26; C23C 8/34;
C23C 8/80

(84) Etats contractants désignés:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC ME MK MT NL
NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Etats d'extension désignés:
BA
Etats de validation désignés:
GE KH MA MD TN

(30) Priorité: **28.12.2023 FR 2315418**

(71) Demandeur: **Safran Helicopter Engines**
64510 Bordes (FR)

(72) Inventeurs:
• **PETROIX, Bruno Jean-Jacques**
77550 MOISSY-CRAMAYEL (FR)
• **BLANCHARD, Baptiste**
77550 MOISSY-CRAMAYEL (FR)

(74) Mandataire: **Regimbeau**
20, rue de Chazelles
75847 Paris Cedex 17 (FR)

(54) **PROCEDE DE NITRURATION DE PIECES EN ACIER**

(57) L'invention concerne un procédé de nitruration d'une pièce en acier comportant les étapes suivantes :
- S1 : placer la pièce dans une enceinte ;
- S2 : placer l'enceinte sous atmosphère oxydante à une première température allant de 350° C à 470° C de manière à former une couche d'oxyde de fer ;
- S3 : placer l'enceinte sous atmosphère de diazote/ammoniac/ammoniac dissocié à une deuxième température supérieure ou égale à 480°C et inférieure ou égale à 500° C de manière à former une couche de nitrure de fer en surface de la pièce et à initier la formation d'une couche de diffusion sous la couche de nitrure de fer et maintenir un potentiel de nitruration à une première valeur ; et
- S4 : augmenter la température de l'enceinte jusqu'à une troisième température allant de 490° C à 590° C et maintenir le potentiel de nitruration à une deuxième valeur de manière à former une couche de diffusion finale.

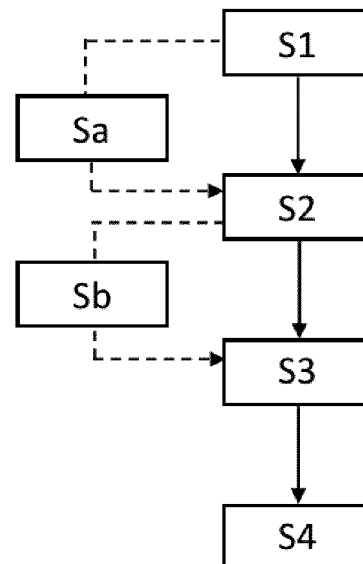


Fig. 1

Description**DOMAINE DE L'INVENTION**

- 5 **[0001]** La présente invention concerne le domaine des traitements thermochimiques de durcissement superficiel de pièces en acier. L'invention concerne plus particulièrement un procédé de nitruration pour le durcissement superficiel de pièces, notamment de pièces en acier.

ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE

- 10 **[0002]** Les pièces utilisées dans les systèmes de transmissions mécaniques de puissance sont soumises à des efforts importants notamment au niveau de leurs surfaces qui sont en contact avec d'autres pièces.

- [0003]** Dans le domaine de l'aéronautique par exemple, les systèmes de transmission de puissance peuvent se trouver dans la partie moteur, notamment au niveau de la chaîne de puissance du moteur, ou dans les systèmes de transmission du moteur vers les organes de portance, notamment vers le rotor principal ou vers le rotor de queue pour les avions à vol vertical, ou vers le système propulsif, ou vers le sustentateur pour les avions à ailes.

- 15 **[0004]** D'une manière générale, dans les systèmes tribologiques, comme par exemple les roulements, les pignons d'entraînement, ou encore les transmissions de puissance, les différentes pièces formant ces systèmes doivent posséder de bonnes caractéristiques de résistance mécanique, de tenue en fatigue et de résistance aux frottements, notamment au niveau de leur surface.

- [0005]** Par ailleurs, dans le cas des avions à voilure tournante, les impératifs de sécurité nécessitent de pouvoir garantir le maintien des propriétés mécaniques pour les organes de transmission de puissance, notamment pour une durée d'urgence, en cas de rupture de la fonction de lubrification. Dans ce type d'avion, le maintien des propriétés mécaniques doit ainsi être assuré en fonctionnement nominal ou dégradé et pour des plages de températures pouvant aller jusqu'à 450°C ou 500°C.

- 25 **[0006]** Différents procédés de traitements thermiques ou thermochimiques pour renforcer la surface d'une pièce, notamment d'une pièce en acier, sont connus de l'art antérieur. On peut notamment citer le renforcement de surface par trempe, cémentation, cyanuration, nitrocarburation, carbonituration ou encore nitruration.

- [0007]** Depuis des dizaines d'années, le procédé de renforcement de surface par nitruration est utilisé pour des pièces de systèmes de transmission d'avions. Cependant, même si ce procédé permet d'obtenir des pièces en acier possédant une surface renforcée, il nécessite d'être optimisé.

- 30 **[0008]** En effet, le procédé de nitruration permet la formation d'une couche durcie dans une épaisseur de la pièce traitée, au niveau de la surface de cette dernière. Cette couche durcie comporte une couche de diffusion qui est une couche enrichie en azote et qui présente une dureté supérieure à la dureté du reste de la pièce, notamment d'une partie plus interne de la pièce. Dans cette couche de diffusion, de l'azote diffusé dans la pièce lors du procédé de nitruration réagit avec des composés présents dans l'acier formant la pièce, notamment avec des métaux, ce qui permet d'augmenter la dureté de cette couche de diffusion par rapport à la partie interne de la pièce. Cependant, lors du procédé, une couche dite « de combinaison » constituée de nitrures de fer, généralement $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$ et/ou Fe_4N , se forme inévitablement sur au moins une partie de la surface de la pièce traitée. La pièce comporte alors successivement de l'intérieur de la pièce vers l'extérieur de la pièce : la partie interne présentant une dureté donnée, la couche de diffusion puis la couche de combinaison, la couche de diffusion et la couche de combinaison formant ensemble la couche durcie présentant une dureté supérieure à la dureté de la partie interne.

- 40 **[0009]** Lors de la mise en oeuvre des procédés de nitruration de l'art antérieur, l'épaisseur de la couche de combinaison est difficilement maîtrisable ce qui entraîne une couche de combinaison trop épaisse et comportant des excroissances, pouvant ainsi empêcher une utilisation optimale de la pièce comportant cette couche. Il est ainsi nécessaire de rectifier la couche de combinaison de manière à supprimer la couche de combinaison et les excroissances sur la totalité de la pièce traitée ou localement dans certaines zones en fonction des applications visées afin d'obtenir une pièce fonctionnelle.

- [0010]** Cependant, l'usinage de la pièce pour rectifier la couche de combinaison est une étape qui allonge la durée de fabrication de la pièce et augmente aussi son coût de fabrication.

EXPOSE DE L'INVENTION

- [0011]** Un objectif de l'invention est ainsi d'optimiser le procédé de nitruration d'une pièce métallique de manière à limiter voire éviter la nécessité d'usiner la pièce pour rectifier la couche de combinaison.

- 55 **[0012]** Un autre objectif de l'invention est de contrôler la croissance de la couche de combinaison durant le procédé de nitruration.

- [0013]** L'invention a également pour objectif de diminuer le coût de fabrication de pièces, notamment en acier, comportant une couche de combinaison à base de nitrures de fer.

[0014] A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de nitruration d'une pièce en acier, ledit procédé comportant les étapes suivantes :

- S1 : placer la pièce dans une enceinte ;
- S2 : placer l'enceinte sous atmosphère oxydante à une première température allant de 350°C à 470°C de manière à former une couche d'oxyde de fer en surface de la pièce ;
- S3 : placer l'enceinte sous atmosphère d'un mélange diazote (N₂)/ammoniac (NH₃) à une deuxième température supérieure ou égale à 480°C et inférieure ou égale à 500°C de manière à former une couche de nitrure de fer en surface de la pièce et à initier la formation d'une couche de diffusion sous la couche de nitrure de fer et maintenir un potentiel de nitruration à une première valeur ; et
- S4 : augmenter la température de l'enceinte jusqu'à une troisième température allant de 490°C à 590°C et maintenir le potentiel de nitruration à une deuxième valeur inférieure à la première valeur de manière à former une couche de diffusion finale.

[0015] La pièce obtenue possède ainsi une couche durcie comprenant une couche de diffusion recouverte d'une couche de combinaison (couche de nitrure de fer), laquelle présente une épaisseur optimisée et ne possédant pas ou peu d'excroissance. La pièce peut ainsi être utilisée sans nécessiter d'étape de rectification longue. Le procédé de nitruration est ainsi plus rapide et la fabrication de la pièce plus efficace.

[0016] Lorsqu'il est indiqué que la couche de diffusion est positionnée sous la couche de combinaison, cela signifie que la couche de diffusion est dans une épaisseur plus interne de la pièce par rapport à la couche de combinaison qui est la couche la plus externe de la pièce.

[0017] L'épaisseur de la couche durcie finale (couche de combinaison + diffusion) peut notamment aller de quelques centièmes de millimètres à quelques millimètres.

[0018] Par l'expression « pas ou peu d'excroissance », on entend une couche de nitrure de fer ayant une épaisseur régulière, et notamment une épaisseur allant de 2 à 12 µm qui varie d'au plus 20%, et de préférence d'au plus 10%.

[0019] Par ailleurs, le procédé décrit ci-dessus peut permettre de former une couche de diffusion plus profonde (et donc une couche durcie plus épaisse) sans trop augmenter l'épaisseur de la couche de combinaison. Ce procédé permet ainsi de trouver un compromis entre une couche durcie suffisamment épaisse et une couche de combinaison d'une épaisseur limitée.

Etape S1

[0020] Dans l'étape S1, la pièce est positionnée dans l'enceinte qui est de préférence sous air ambiant. Cette étape est réalisée à une température T_i.

Etape S2

[0021] Dans l'étape S2, l'enceinte est placée sous atmosphère oxydante, ce qui signifie que l'enceinte est remplie d'un mélange gazeux oxydant, notamment un mélange gazeux comprenant de l'oxygène.

[0022] Le mélange gazeux peut par exemple être de l'air ce qui signifie que l'air représente au moins 80% en volume, de préférence au moins 90% en volume, et de manière encore plus préférée au moins 95% en volume, par rapport au volume total de gaz présent dans l'enceinte.

[0023] Cette étape consiste à oxyder le fer à la surface de la pièce placée dans l'enceinte qui est alors sous atmosphère d'un mélange gazeux oxydant, ce qui signifie d'un mélange gazeux comportant au moins 15% d'oxygène en volume par rapport au volume total de gaz présent dans l'enceinte.

[0024] Le procédé peut comprendre une étape S_a réalisée entre l'étape S1 et l'étape S2 et comprenant le pompage de l'air ambiant présent dans l'enceinte puis l'injection de diazote. L'enceinte sous atmosphère de diazote peut alors être chauffée à la première température T₁ puis le diazote présent dans l'enceinte est remplacé par de l'air.

[0025] La première température T₁ a une valeur allant de 350°C à 470°C, de préférence de 400°C à 470°C, de préférence de 430°C à 460°C, et de manière encore plus préférée de 445°C à 455°C. La première température T₁ peut par exemple être de 450°C.

[0026] La montée en température pour atteindre la première température T₁ peut se faire à une vitesse allant de 1°C/min à 4°C/min, de préférence allant de 1,5°C/min 3,5°C/min, et de manière encore plus préférée allant de 2°C/min à 3°C/min. La montée en température peut se faire à partir d'une température initiale T_i qui peut être par exemple la température ambiante jusqu'à la première température T₁.

[0027] La pression de mélange oxydant, par exemple d'air, dans l'enceinte peut aller de 800 à 1200 Pa, et de préférence de 900 à 1100 Pa.

[0028] La couche d'oxyde de fer est formée en surface de la pièce selon la réaction suivante :

Réaction 1 : $\text{Fe} + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightarrow \text{FeO}$

[0029] La durée de l'étape S2 est déterminée en fonction de la couche d'oxyde de fer se formant à la surface de la pièce. La durée de cette étape peut aller par exemple de 15 min à 90 minutes.

[0030] A la fin de l'étape S2, l'épaisseur de la couche d'oxyde de fer formée peut aller de 0,1 μm à 10 μm , de préférence de 0,3 μm à 7 μm , et de manière plus préférée 0,5 μm à 5 μm .

Etape S3

[0031] Dans cette étape S3, un mélange de diazote (N_2), d'ammoniac (NH_3) et d'ammoniac dissocié est injecté, ce qui signifie que ce mélange représente au moins 80% en volume, de préférence au moins 90% en volume, et de manière encore plus préférée au moins 95% en volume, par rapport au volume total de gaz présent dans l'enceinte.

[0032] L'ammoniac dissocié est généré à partir d'un dissociateur externe. L'injection d'ammoniac dissocié dès le début de l'étape S3 permet notamment de mieux maîtriser la pression partielle du dihydrogène et donc le potentiel de nitruration dès le début de l'étape S3.

[0033] Dans ce mélange diazote/ammoniac/ammoniac dissocié, l'ammoniac représente au moins 4 % en volume d'ammoniac, de préférence au moins 6% en volume, et de manière plus préférée au moins 8 % en volume, par rapport au volume total du mélange.

[0034] De préférence, une étape de purge avec un gaz inerte, par exemple de l'azote, peut être réalisée entre l'étape S2 et l'étape S3 de manière à éliminer le ou les gaz oxydants présents dans l'enceinte.

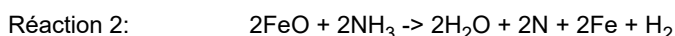
[0035] Par ailleurs, l'enceinte est chauffée à une deuxième température T2 allant de 470°C à 525°C, de préférence allant de 480°C à 500°C, et de manière plus préférée allant de 485 °C à 495 °C. La deuxième température T2 peut par exemple être de 490°C.

[0036] L'étape S3 comporte ainsi une première phase P1 d'augmentation de la température allant jusqu'à la température T2, puis une deuxième phase P2 de maintien de la température T2.

[0037] La montée en température pour atteindre la deuxième température T2 peut se faire à une vitesse allant 1 °C/min à 4°C/min, de préférence allant de 1,5°C/min à 3,5°C/min, et de manière encore plus préférée allant de 2°C/min à 3°C/min. La montée en température peut se faire notamment à partir de la température T1 jusqu'à la deuxième température T2.

[0038] La pression du mélange diazote/ammoniac/ammoniac dissocié dans l'enceinte peut aller de 1000 Pa à 1300 Pa, et de préférence de 1050 Pa à 1150 Pa.

[0039] Lors de l'étape S3, une première réaction a lieu qui consiste à décomposer ou dissocier l'ammoniac par sa réaction avec l'oxyde de fer formé en surface de la pièce lors de l'étape S2. Cette réaction de dissociation de l'ammoniac appelée « craquage », aussi connue sous l'anglicisme « cracking », est la suivante :



[0040] Lors de cette réaction, l'ammoniac est adsorbé à la surface de la pièce, et notamment au niveau de la couche d'oxyde de fer, ce qui permet sa dissociation. De l'azote mononucléaire N est alors formé et absorbé par la pièce, notamment absorbé dans l'épaisseur d'une sous-couche de la pièce, notamment une sous couche se formant à la place de la couche d'oxyde de fer, cette sous-couche étant destinée à former la couche de diffusion par réaction de l'azote avec l'acier. L'épaisseur de la sous-couche de la pièce absorbant l'azote mononucléaire peut avoir une épaisseur allant jusqu'à 15 μm .

[0041] Par ailleurs, lors de cette étape, le mélange gazeux évolue puisqu'il se produit une dissociation de l'ammoniac qui permet d'entretenir la présence d'ammoniac dissocié dans le mélange gazeux c'est à dire un mélange de dihydrogène et d'azote mononucléaire.

[0042] La couche durcie commence ainsi à se former et il se forme également, à la surface de la couche durcie, une couche de combinaison comprenant des nitrures de fer selon les réactions suivantes :



[0043] Les nitrures de fer sont formés à la surface de la pièce et forment ainsi une couche appelée couche de combinaison. Cette couche permet également de former un réservoir pour la diffusion d'azote dans le substrat. L'azote diffuse ainsi dans le substrat formant une couche de diffusion par réaction de l'azote avec certains composés présents dans l'acier.

[0044] Lors de cette étape S3, la réaction de dissociation de l'ammoniac permet la formation de dihydrogène dans

l'enceinte. La proportion de dihydrogène peut ainsi varier au cours de la l'étape S3, et jusqu'à 70% à la fin de la deuxième étape. La proportion de dihydrogène, et notamment sa pression partielle dans le mélange diazote/ammoniac/ammoniac dissocié, permet de calculer le potentiel de nitruration du mélange qui se définit selon l'équation ci-dessous :

$$KN = P(NH_3)/P(H_2)^{(3/2)},$$

, dans laquelle $P(NH_3)$ est la pression partielle d'ammoniac dans l'enceinte, et $P(H_2)$ est la pression partielle de dihydrogène dans l'enceinte. Les valeurs des pressions partielles sont calculées par un automate à partir des résultats d'analyse de prélèvements d'atmosphère de l'enceinte et des données de débitmétrie des gaz injectés.

[0045] Lors de l'étape S3, le potentiel de nitruration varie de l'infini à la valeur de régulation KN1.

[0046] La deuxième phase de cette étape S3 consistant à maintenir la deuxième température T2 et le potentiel de nitruration KN1 à des valeurs constantes, permet ainsi de former un réservoir d'atomes d'azote dans la sous-couche de la pièce et/ou dans la couche de combinaison, permettant notamment la formation de la couche de diffusion et également la formation de la couche de combinaison.

[0047] Le potentiel nitrurant de l'atmosphère possède une première valeur KN1 allant de 20 à 1. Une telle valeur permet au potentiel de nitruration d'être suffisamment élevé pour que les nitrures de fer puissent se former, et pas trop élevé afin d'éviter qu'une trop grande quantité d'azote ne soit adsorbée à la surface de la pièce et qu'une couche de combinaison trop épaisse ne se forme.

[0048] La durée de l'étape S3 est déterminée en fonction de l'épaisseur de couche de combinaison recherchée. La durée de cette étape peut aller par exemple de 15 min à 90 minutes.

[0049] A la fin de l'étape S3, l'épaisseur de la couche de nitrures de fer ou couche de combinaison peut aller de 1 μm à 20 μm , de préférence de 2 μm à 18 μm , et de manière plus préférée de 5 μm à 15 μm .

Etape S4

[0050] Dans cette étape S4, la température dans l'enceinte est augmentée pour passer de la deuxième température T2 à la troisième température T3 plus élevée que la température T2.

[0051] Lors de cette étape, la température T3 peut aller de 470°C à 590°C, de préférence allant de 520°C à 580°C, et de manière plus préférée allant de 550°C à 570°C. La température T3 peut notamment être de 560°C.

[0052] L'étape S3 comporte une première phase durant laquelle la température augmente progressivement jusqu'à la température T3, puis une deuxième phase de maintien de la température T3 à une valeur constante.

[0053] Cette augmentation de température permet notamment d'accélérer la réaction de formation de nitrures de fer en utilisant l'azote préalablement adsorbé dans la pièce.

[0054] La montée en température pour atteindre la troisième température T3 peut se faire à une vitesse allant de 1 °C/min à 4°C/min, de préférence allant de 1,5°C/min à 3,5°C/min, et de manière encore plus préférée allant de 2°C/min à 3°C/min. La montée en température peut se faire notamment à partir de la deuxième température T2 jusqu'à la troisième température T3.

[0055] Lors de l'étape S4, le potentiel de nitruration possède une deuxième valeur KN2 allant de 0,05 à 3. Une telle valeur, inférieure à la première valeur du potentiel de nitruration, permet de poursuivre la formation de la couche de diffusion par diffusion d'azote à partir de la couche de combinaison. Cette étape S4 réalisée à une température supérieure à la température de l'étape S3 et à un potentiel de nitruration inférieur à celui de l'étape S3, permet de maintenir une réserve d'azote suffisante dans la couche de combinaison permettant ainsi de former et d'épaissir la couche de diffusion, et ce, tout en évitant de former une couche de combinaison trop épaisse et de limiter, voire d'éviter les excroissances.

[0056] La durée de l'étape S4 est déterminée en fonction de la profondeur efficace de nitruration visée. La durée de cette étape peut aller par exemple de 0 à 500 heures.

[0057] A la fin de l'étape S4, l'épaisseur de la couche durcie peut aller de 0,05 mm à 2,3 mm.

[0058] Par ailleurs, l'épaisseur de la couche de combinaison peut aller de 0,005 mm à 0,015 mm.

[0059] Suite à l'étape 4, le procédé peut comprendre une étape de purge de l'enceinte pour éliminer le mélange de gaz présent dans l'enceinte et y injecter du diazote. La température finale appelée Tf peut alors être abaissée à une valeur allant de 20°C à 100°C, de préférence allant de 45°C à 80°C, et par exemple de 70°C.

[0060] La pièce peut alors être sortie de l'enceinte et être utilisée sans nécessiter d'usinage ou en nécessitant peu d'usinage.

BREVE DESCRIPTION DES FIGURES

[0061] D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront à la lecture de l'exemple de réalisation qui va

suivre, donnée uniquement à titre d'exemple et se référant aux dessins annexés, dans lesquels :

[Fig. 1] La figure 1 est un logigramme représentant les étapes du procédé selon un mode de réalisation de l'invention ;
 [Fig. 2] La figure 2 est un graphique représentant le profil de température lors des différentes étapes du procédé de la figure 1 ;

[Fig. 3a] La figure 3a est une image en coupe de la pièce obtenue selon le procédé de nitruration de la figure 1 montrant la couche durcie comportant la couche de combinaison ; et

[Fig. 3b] La figure 3b est une image en coupe d'une pièce obtenue selon le procédé de nitruration de l'art antérieur montrant la couche durcie comportant la couche de combinaison.

DESCRIPTION DETAILLEE D'UN EXEMPLE DE REALISATION

[0062] Lors d'une étape S1, une pièce est positionnée dans une enceinte qui est sous atmosphère d'air ambiant puis l'enceinte est fermée.

[0063] Lors d'une étape Sa, l'air ambiant présent dans l'enceinte est pompé puis du diazote est injecté.

[0064] L'enceinte est alors chauffée pendant quelques minutes pour atteindre une première température T1 de 450°C.

[0065] En référence aux figures 1 et 2b et lors d'une étape S2, l'enceinte 10 est maintenue à la température T1 de 450°C et est purgée par pompage du diazote. Puis l'enceinte est à nouveau remplie d'air ambiant.

[0066] A la fin de l'étape S2, la surface de la pièce qui est exposée à l'atmosphère de l'enceinte est recouverte d'une couche d'oxyde de fer (FeO).

[0067] Lors d'une étape Sb, l'air présent dans l'enceinte est pompé puis du diazote est injecté. Lors de cette étape Sb, la température de l'enceinte est maintenue à la température T1 de 450°C

[0068] Lors d'une étape S3, un mélange N2/NH3/NH3 dissocié est injecté dans l'enceinte,

[0069] Par ailleurs, la température de l'enceinte est augmentée pour atteindre une deuxième température T3 de 490°C.

[0070] Lors de cette étape S3, la réaction 2 précédemment décrite permet de former de l'azote monomoléculaire et du dihydrogène. L'équilibre thermodynamique gazeux permet à l'atmosphère de l'enceinte d'atteindre un premier potentiel de nitruration KN1 de 18 pendant une durée de 2 heures.

[0071] Le premier potentiel de nitruration KN1 est maintenu à cette valeur et permet d'initier la formation d'une couche durcie en sous-surface de la pièce et d'une couche de nitrures de fer (ou couche de combinaison) à la surface de la pièce.

[0072] Le potentiel de nitruration est mesuré au moyen de sondes de pression, par exemple celles de la société NITREX.

[0073] Dans une étape S4, la température de l'enceinte est augmentée pour atteindre une troisième température T3 de 560°C.

[0074] Lors de cette étape, le potentiel de nitruration est abaissé à une deuxième valeur KN2 de 0,55 tout en maintenant la température T3 à la valeur de 560°C de pendant une durée 60 heures.

[0075] L'enceinte est alors purgée pour évacuer le mélange gazeux présent et injecter du diazote. La température est alors abaissée à une valeur de 70°C. Une fois la pièce refroidie à la température inférieure à 70°C, elle est sortie de l'enceinte.

[0076] La durée totale du procédé est de 67 heures et la pièce possède une couche durcie d'une épaisseur de 630 µm en sous-surface de la pièce et une couche de combinaison d'une épaisseur de 10 µm. La couche durcie est alors légèrement rectifiée pour atteindre une épaisseur de 600 µm.

[0077] Selon le procédé de l'art antérieur réalisée dans des conditions similaires mais avec un potentiel de nitruration constant et donc sans effectuer l'étape S4, le procédé dure 127h et la couche durcie possède une épaisseur de 800 µm et possède une couche de combinaison sur une épaisseur d'environ 30 à 45 µm nécessitant un enlèvement par rectification supérieur à 100µm. La rectification est ainsi plus longue pour atteindre une couche durcie d'une épaisseur de 600 µm.

[0078] Comme visible sur les figures 3a et 3b, la couche de combinaison est plus fine et comporte moins d'excroissances en suivant le procédé selon un mode de réalisation de l'invention par rapport à un procédé réalisé selon l'art antérieur.

[0079] Le procédé selon ce mode de réalisation de l'invention permet d'obtenir une pièce possédant une couche durcie en sous-surface et une couche de combinaison présentant une épaisseur optimisée et possédant peu d'excroissance. La maîtrise fine du potentiel de nitruration et la sélection de températures de nitruration adaptées permettent de former des couches durcies profondes en minimisant l'épaisseur de la couche de combinaison. La pièce peut ainsi être utilisée après une étape de rectification rapide, voire sans rectification selon les applications visées. Par ailleurs, la durée du procédé est bien plus courte comparée au procédé selon l'art antérieur. Le procédé de nitruration est ainsi plus rapide et la fabrication de la pièce plus efficace.

Revendications

1. Procédé de nitruration d'une pièce en acier, ledit procédé comportant les étapes suivantes :

- S1 : placer la pièce dans une enceinte ;
- S2 : placer l'enceinte sous atmosphère oxydante à une première température allant de 350°C à 470°C de manière à former une couche d'oxyde de fer en surface de la pièce ;
- S3 : placer l'enceinte sous atmosphère d'un mélange diazote/ammoniac/ammoniac dissocié à une deuxième température supérieure ou égale à 480°C et inférieure ou égale à 500°C de manière à former une couche de nitru de fer en surface de la pièce et à initier la formation d'une couche de diffusion sous la couche de nitru de fer et maintenir un potentiel de nitruration à une première valeur ; et
- S4 : augmenter la température de l'enceinte jusqu'à une troisième température allant de 490°C à 590°C et maintenir le potentiel de nitruration à une deuxième valeur inférieure à la première valeur de manière à former une couche de diffusion finale.

2. Procédé de nitruration selon la revendication 1, dans lequel la première valeur du potentiel de nitruration est supérieure ou égale à 1 et inférieure ou égale à 20.

3. Procédé de nitruration selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la deuxième valeur du potentiel de nitruration est supérieure ou égale à 0,05 et inférieure ou égale à 3.

4. Procédé de nitruration selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel, à l'étape S3, le mélange azote/ammoniac/ammoniac dissocié comporte au moins 4% d'ammoniac en volume par rapport au volume total du mélange.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les nitrures de fer formant la couche de nitru de fer sont choisis parmi du $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$, Fe_4N , et leurs mélanges.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre, préalablement à l'étape S2, une étape Sa de placement de l'enceinte sous atmosphère de diazote et chauffage de l'enceinte jusqu'à la première température.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la première température va de 400°C à 470°C.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la troisième température est inférieure ou égale à 520°C et supérieure ou égale à 580°C.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel, au cours de l'une au moins des étapes S3 et S4, du dihydrogène est formé à partir de l'ammoniac, une mesure du taux de dihydrogène dans l'enceinte est utilisée pour le calcul du potentiel de nitruration.

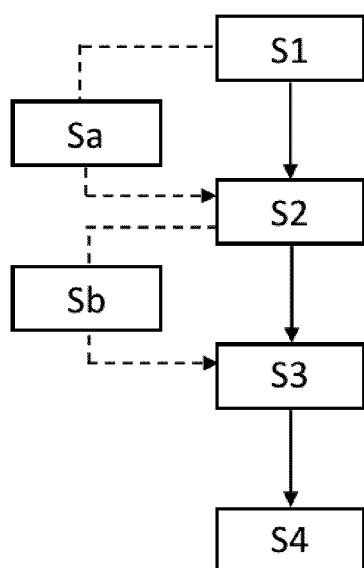


Fig. 1

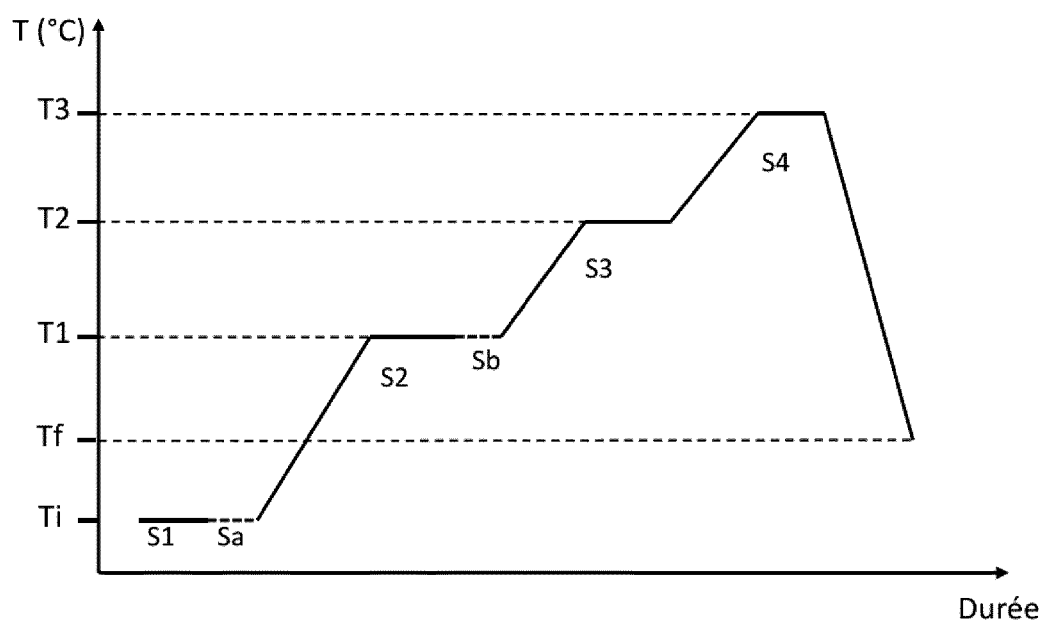
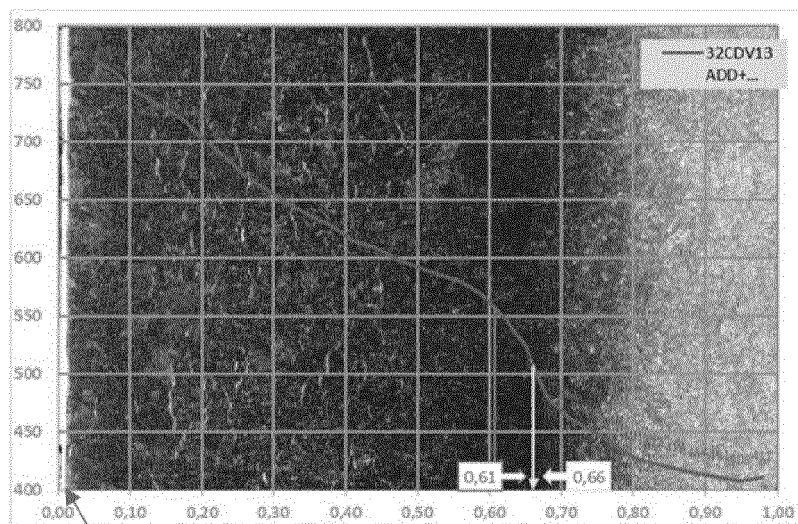
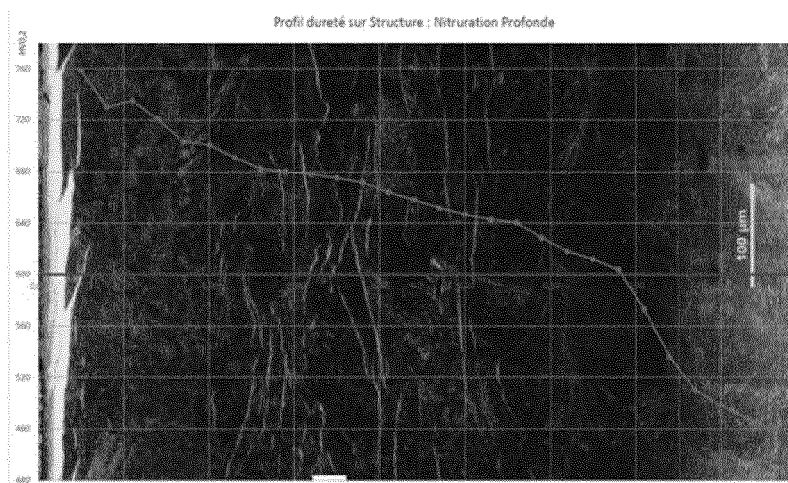


Fig. 2



10

Fig. 3a



12

Fig. 3b



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 24 22 3293

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	US 2017/138326 A1 (PAULUS CHRISTIAN [DE] ET AL) 18 mai 2017 (2017-05-18) * alinéas [0028] - [0030]; revendications 1-3 *	1-9	INV. C23C8/02 C23C8/14 C23C8/26 C23C8/34 C23C8/80
A	CN 116 623 122 A (CHONGQING HONGJIANG MACHINERY CO LTD) 22 août 2023 (2023-08-22) * revendications 1-10; figure 1 *	1-9	
A	CN 116 516 280 A (UNIV CHANGZHOU; CHANGZHOU BOLIN HEAT TREAT CO LTD) 1 août 2023 (2023-08-01) * revendications 1-9 *	1-9	
A	WO 2016/024923 A1 (THAI PARKERIZING CO LTD [TH]) 18 février 2016 (2016-02-18) * revendications 1-25; figures 1-19 *	1-9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			C23C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye		7 janvier 2025	Chalaftris, Georgios
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			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 24 22 3293

5 La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de
recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

07 - 01 - 2025

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2017138326 A1	18-05-2017	CN 106661712 A	10-05-2017
		DE 102014213510 A1	18-02-2016
		EP 3167094 A1	17-05-2017
		JP 6456000 B2	23-01-2019
		JP 2017528635 A	28-09-2017
		KR 20170031182 A	20-03-2017
		US 2017138326 A1	18-05-2017
		WO 2016005073 A1	14-01-2016

CN 116623122 A	22-08-2023	AUCUN	

CN 116516280 A	01-08-2023	AUCUN	

WO 2016024923 A1	18-02-2016	JP 5669979 B1	18-02-2015
		JP 2016065263 A	28-04-2016
		WO 2016024923 A1	18-02-2016

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82