(12) **DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)**

VERSION CORRIGÉE

(19) **Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle**
Bureau international

(43) **Date de la publication internationale**
05 novembre 2020 (05.11.2020)

WIPO | PCT

(10) **Numéro de publication internationale**
WO 2020/221900 A9

(51) **Classification internationale des brevets :**
C23C 8/34 (2006.01) ***C22C 38/44*** (2006.01)
C21D 1/06 (2006.01) ***C22C 38/52*** (2006.01)
C21D 9/32 (2006.01)

(21) **Numéro de la demande internationale :**
PCT/EP2020/062142

(22) **Date de dépôt international :**
30 avril 2020 (30.04.2020)

(25) **Langue de dépôt :** français

(26) **Langue de publication :** français

(30) **Données relatives à la priorité :**
FR1904634 02 mai 2019 (02.05.2019) FR

(71) **Déposant : SAFRAN HELICOPTER ENGINES** [FR/FR] ; 64510 BORDES (FR).

(72) **Inventeurs : VERNAULT, Cyril Roger** ; c/o Safran PI (AJI), Rond-point René Ravaud - Réau, 77550 MOISSY-CRAMAYEL (FR). **PETROIX, Bruno** ; c/o Safran PI (AJI), Rond-point René Ravaud - Réau, 77550 MOISSY-CRAMAYEL (FR).

(74) **Mandataire : REGIMBEAU** ; 20, rue de Chazelles, 75847 PARIS CEDEX 17 (FR).

(81) **États désignés** *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible)* : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) **États désignés** *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible)* : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:
— *avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))*

(48) **Date de publication de la présente version corrigée:**
24 juin 2021 (24.06.2021)

(15) **Renseignements relatifs à la correction:**
voir la Notice du 24 juin 2021 (24.06.2021)

(54) Title: CASE-HARDENED STEEL PART FOR USE IN AERONAUTICS

(54) Titre : PIECE EN ACIER CEMENTEE POUR L'AERONAUTIQUE

(57) Abstract: The present invention relates to a steel part for use in aeronautics, comprising a substrate, the substrate comprising at least carbon, cobalt, aluminium and nickel, and having an average atomic fraction of carbon between 0.09% and 0.17%, an average atomic fraction of cobalt between 15.5% and 18.5%, an average atomic fraction of aluminium less than 0.1%, an average atomic fraction of nickel between 7.2% and 9.8%, the part being case-hardened and also comprising a nitrided layer, the nitrided layer at least partially covering the substrate and having a thickness between 5 μm to 180 μm, preferably between 50 μm and 150 μm.

(57) Abrégé : La présente invention concerne une pièce en acier pour l'aéronautique comprenant un substrat, le substrat comprenant au moins du carbone, du cobalt, de l'aluminium et du nickel, et présentant une fraction atomique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,17 %, une fraction atomique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 18,5 %, une fraction atomique moyenne en aluminium inférieure à 0, 1 %, une fraction atomique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 9,8 %, la pièce étant cémentée et comprenant également une couche ni tr urée, la couche ni tr urée recouvrant au moins en partie le substrat et présentant une épaisseur comprise entre 5 μm à 180 μm, préférentiellement comprise entre 50 μm et 150 μm.

WO 2020/221900 A9

PIECE EN ACIER CEMENTEE POUR L'AERONAUTIQUE

DOMAINE DE L'INVENTION

La présente invention concerne une pièce en acier pour l'aéronautique, de préférence un pignon de transmission de puissance, pour l'aéronautique. La présente invention concerne également un procédé de fabrication d'une telle pièce.

ETAT DE LA TECHNIQUE

Une pièce pour l'aéronautique, en particulier un pignon de transmission de puissance, est typiquement fabriquée en acier. L'acier utilisé est typiquement sélectionné de manière à maximiser à la fois la tenue en température, la tenue en fatigue hertzienne, en fatigue oligo-cyclique et la résistance aux incrustations provenant d'un corps étranger. Le terme « acier » désigne dans la présente invention un alliage métallique comprenant majoritairement du fer, et comprenant du carbone, dans lequel la fraction massique de carbone est comprise entre 0,008 % et 2 %.

Deux types d'acier peuvent être utilisés de manière connue pour augmenter la tenue en température : le ferrium (marque déposée) C61 et le ferrium C64, développés par la société QuesTek. Le ferrium C61 est un acier, présentant une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,13 % et 0,17 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 17,5 % et 18,5 %, une somme de la fraction massique moyenne en molybdène et de la fraction massique moyenne en tungstène comprise entre 0,9 % et 1,3 %, et une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 9,2 % et 9,8 %. Le ferrium C64 est un acier également développé par la société QuesTek, présentant une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,13 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 17 %, une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %, une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 7,8 %. Toutefois, les compositions du ferrium C61 et du ferrium C64 ne présentent pas de tenue en fatigue

suffisante pour certaines applications, telle que la transmission de puissance dans l'aéronautique.

A cet effet, le ferrium C61 et le ferrium C64 peuvent être cémentés. Le terme « cémentation » désigne un traitement thermochimique permettant de faire pénétrer superficiellement du carbone dans la pièce en acier. Ainsi, la cémentation grace à cet enrichissement sous forme d'un gradient de carbone négatif en direction du cœur de la pièce permet de générer une couche de martensite superficielle plus dure et résistante qu'au cœur de la pièce. Le document de Kern *et al.* (Kern, C. P., Wright, J. A., Sebastian, J. T., Grabowski, J. L., Jordan, D. F., & Jones, T. M., 2011, *Manufacturing and Processing of a New Class of Vacuum-Carburized Gear Steels with Very High Hardenability*, AGMA Technical Paper 11FTM27) décrit un traitement du ferrium C61 et du ferrium C64 comprenant les étapes de :

- cémentation à une température de 1000°C dans le domaine austénitique de l'acier,
- trempe gazeuse,
- traitement cryogénique à une température comprise entre -50°C et -100°C, et
- vieillissement de la pièce à une température comprise entre 400°C et 500°C, dans une atmosphère de gaz neutre.

Toutefois, bien que l'acier cémenté ainsi obtenu présente une résistance à la fatigue accrue en comparaison avec un acier obtenu sans cémentation, cette résistance est toujours insuffisante pour utiliser l'acier obtenu dans certaines applications industrielles.

A cet effet, il est connu de grenailler le ferrium C61 ou le ferrium C64 cémenté. Le grenaillage permet de comprimer une couche en surface de la pièce d'acier en projetant des microbilles sur la surface de la pièce. Le grenaillage permet ainsi d'augmenter la résistance de la pièce à la fatigue, via l'introduction de contraintes résiduelles de compression. Toutefois, l'étape de grenaillage complexifie la production de la pièce, et augmente la rugosité de la pièce. Le grenaillage peut également s'avérer inefficace lors d'une utilisation de la pièce à haute température, par exemple pour des températures supérieures à 400°C. En effet, les contraintes en compression obtenues par grenaillage peuvent être

amoindries par la relaxation des contraintes résiduelles de la pièce pour des températures supérieures à 500°C.

EXPOSE DE L'INVENTION

Un but de l'invention est de proposer une solution pour augmenter la dureté d'une pièce pour l'aéronautique en ferrium C61 ou en ferrium C64 cémentée, tout en éviter les inconvénients liés au grenaillage de la pièce.

Ce but est atteint dans le cadre de la présente invention grâce à **un** procédé de fabrication d'une pièce pour l'aéronautique comprenant les étapes consécutives de :

a) fourniture d'une pièce comprenant un substrat, le substrat comprenant au moins du carbone, du cobalt, de l'aluminium et du nickel, et présentant
- une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,17 %,
- une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 18,5 %,
- une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %, et
- une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 9,8 %,

b) cémentation de la pièce dans une atmosphère contrôlée à une température comprise entre 900°C et 1100°C,

c) trempe de la pièce et traitement cryogénique de la pièce dans une atmosphère contrôlée à une température comprise entre -50°C et -100°C, et

d) vieillissement de la pièce dans une atmosphère contrôlée à une température comprise entre 450°C et 550°C,

le procédé étant caractérisé en ce que le vieillissement comprend une nitruration de la pièce dans une atmosphère comprenant de l'ammoniac de sorte à ce que la pièce comprenne une surface nitrurée, et en ce que la nitruration est simultanée au vieillissement de la pièce.

Avantageusement, la cémentation de la pièce est mise en œuvre de manière à ce qu'au moins une partie de la surface de la pièce présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,4 % et 0,6 %.

Avantageusement, la pièce comprend une surface, la surface présentant un taux surfacique en carbone, et l'étape de cémentation du procédé comprend une répétition de cycles d'enrichissement de la pièce en carbone, chaque cycle d'enrichissement en carbone comprenant des sous étapes de :

b1) injection d'un gaz cémentant dans un enceinte de cémentation contenant la pièce, de manière à enrichir la surface de la pièce en carbone et à faire croître le taux surfacique en carbone de la pièce jusqu'à un taux surfacique en carbone maximum prédéterminé, la température dans l'enceinte étant maintenue entre 900°C et 1100°C, pendant une durée t_1 comprise entre 60 s et 300 s, et de

b2) injection d'un gaz neutre dans l'enceinte de cémentation pendant une durée t_2 comprise entre 15 s et 2000 s, de manière à faire diffuser le carbone de la surface vers l'intérieur de la pièce, et à faire décroître le taux surfacique de carbone jusqu'à un taux surfacique en carbone minimum prédéterminé.

Avantageusement, l'étape b) de cémentation comprend une injection d'un gaz cémentant dans une enceinte de cémentation contenant la pièce, le gaz cémentant étant au moins choisi parmi le propane et l'acétylène.

Un autre objet de l'invention est une pièce en acier pour l'aéronautique susceptible d'être obtenue par un procédé de l'invention, la pièce comprenant un substrat, et le substrat comprenant au moins du carbone, du cobalt, de l'aluminium et du nickel, et présentant

- une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,17 %,
- une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 18,5 %,
- une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %,
- une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 9,8 %,

la pièce étant caractérisée en ce que la pièce est cémentée et nitrurée, de sorte qu'elle comprend une couche nitrurée, la couche nitrurée recouvrant au moins en partie le substrat.

La pièce peut avantageusement comprendre les caractéristiques suivantes, prises individuellement ou en l'une quelconque de leurs combinaisons techniquement possibles :

- la couche nitrurée présente une épaisseur comprise entre 5 µm à 180 µm, préférentiellement comprise entre 50 µm et 150 µm, une fraction massique moyenne en carbone étant comprise entre 0,4 % et 0,6 % et une fraction massique moyenne en azote étant comprise entre 0,6 % et 3 % et préférentiellement entre 0,3 % et 1 %.

- le substrat présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,13 % et 0,17 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 17,5 % et 18,5 %, une somme de la fraction massique moyenne en molybdène et de la fraction massique moyenne en tungstène comprise entre 0,9 % et 1,3 %, et une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 9,2 % et 9,8 %,

-le substrat présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,13 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 17 %, une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %, une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 7,8 %.

- la couche nitrurée comprend au moins un élément choisi parmi des précipités de nitrure et des précipités de carbonitrure,

- la couche nitrurée présente majoritairement une phase martensitique.

Un autre objet de l'invention est un pignon de transmission de puissance, comprenant une pièce selon l'invention.

DESCRIPTION DES FIGURES

D'autres caractéristiques, buts et avantages de l'invention ressortiront de la description qui suit, qui est purement illustrative et non limitative, et qui doit être lue en regard des dessins annexés sur lesquels :

[Fig. 1] La figure 1 illustre schématiquement un pignon de transmission de puissance selon un mode de réalisation particulier de l'invention.

[Fig. 2] La figure 2 est une microphotographie d'une coupe d'une pièce selon un mode de réalisation de l'invention, dans laquelle la pièce comprend un substrat en ferrium C61.

[Fig. 3] La figure 3 est une microphotographie d'une coupe d'une pièce selon un mode de réalisation de l'invention, dans laquelle la pièce comprend un substrat en ferrium C64.

[Fig. 4] La figure 4 est un diagramme illustrant le profil de dureté Vickers de deux pièces selon deux modes de réalisation particuliers de l'invention et de deux pièces connues.

[Fig. 5] La figure 5 illustre un procédé de fabrication d'une pièce selon un mode de réalisation particulier de l'invention.

[Fig. 6] La figure 6 illustre schématiquement la température d'une enceinte contenant une pièce selon un mode de réalisation de l'invention et le potentiel de nitruration contrôlé dans l'enceinte pendant le vieillissement de la pièce.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Architecture générale de la pièce 1

En référence à la figure 1, la pièce 1 est une pièce pour l'aéronautique en acier, comprenant un substrat 2, une couche cémentée 3b recouvrant au moins en partie le substrat 2, et une couche nitrurée 3a recouvrant au moins en partie le substrat 2. La pièce 1 présente une surface 5 extérieure. La couche nitrurée 3a peut se confondre au moins en partie ou totalement à une couche cémentée 3b. En effet, les longueurs caractéristiques de pénétration des atomes de carbone et d'azote lors de la cémentation et respectivement lors de la nitruration entraînent la formation d'une couche cémentée 3b et d'une couche nitrurée 3a, toutes deux formées à partir de la surface 5 de la pièce 1 et sur des profondeurs qui peuvent être différentes selon la couche considérée.

Un pignon de transmission de puissance 4 comprend préférentiellement la pièce 1. Le pignon de transmission de puissance 4 peut être utilisé pour transmettre

la puissance d'un moteur à un rotor, par exemple le rotor principal d'un hélicoptère.

Le substrat 2 comprend au moins du carbone, du cobalt, de l'aluminium et du nickel, et présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,17 %, une fraction massique moyenne en cobalt compris entre 15,5 % et 18,5 %, une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %, une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 9,8 %. Ainsi, le substrat 2 est un acier dont les propriétés mécaniques sont proches ou égales aux propriétés mécaniques du ferrium C61 et/ou du ferrium C64.

Préférentiellement, la couche nitrurée 3a présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,4 % et 0,6 %. En effet, cette fraction de carbone, plus faible que la fraction de carbone d'une pièce cémentée de l'état de l'art, permet de nitrurer la pièce de manière à augmenter sa dureté tout en évitant les inconvénients liés à la formation de phases indésirables comme l'austénite résiduelle et/ou de réseaux de précipités intergranulaires.

Préférentiellement, le substrat 2 présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,13 % et 0,17 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 17,5 % et 18,5 %, une somme de la fraction massique moyenne en molybdène et de la fraction massique moyenne en tungstène comprise entre 0,9 % et 1,3 %, une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 9,2 % et 9,8 %. Ainsi, le substrat 2 présente les propriétés mécaniques du ferrium C61.

Préférentiellement et/ou alternativement, le substrat 2 présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,13 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 17 %, une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %, une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 7,8 %. Ainsi, le substrat 2 présente les propriétés mécaniques du ferrium C64.

En référence à la figure 2 et à la figure 3, la couche nitrurée 3a présente une épaisseur comprise entre 5 µm et 180 µm, préférentiellement comprise entre 50 et 150 µm, et la fraction massique moyenne d'azote dans la couche nitrurée 3a est comprise entre 0,2 % et 3 % et préférentiellement entre 0,3 % et 1 %. Ainsi, la dureté de la pièce est plus élevée que la dureté d'une pièce en ferrium

C61 cémentée ou en ferrium C64 cémentée, tout en conservant les propriétés mécaniques du ferrium C61 ou du ferrium C64 (telles que la tenue en température) et en évitant les inconvénients liés au grenaillage de la pièce.

En référence à la figure 2, la composition du substrat 2 peut être celle du ferrium C61 à une distance suffisamment grande de la surface 5, c'est-à-dire à une distance supérieure à 250 µm de la surface 5, et préférentiellement supérieure à 500 µm. La couche nitrurée 3a recouvre le substrat 2, et comprend la surface 5 sur la face de la couche nitrurée 3a opposée au substrat 2. La couche nitrurée 3a présente, depuis la surface 5 :

- préférentiellement une couche de combinaison superficielle, présentant par exemple une épaisseur depuis la surface comprise entre 0 µm et 30 µm, et comprenant au moins majoritairement et préférentiellement exclusivement des nitrures, puis par
- une couche de diffusion, présentant par exemple une épaisseur comprise entre 50 µm et 150 µm, située sous la couche de combinaison.

La couche de diffusion comprend de l'azote, la concentration massique d'azote moyenne dans la couche de diffusion étant strictement inférieure à la concentration massique en azote de la couche de combinaison. Dans cette couche l'azote peut être disséminé dans le ferrium C61 ou C64 cémenté sous forme de précipités de nitrure et/ou de précipités de carbonitrure.

En référence à la figure 3, la composition du substrat 2 peut être celle du ferrium C64 à une distance suffisamment grande de la surface 5, c'est-à-dire à une distance supérieure à 250 µm de la surface 5, et préférentiellement supérieure à 500 µm. La couche nitrurée 3a recouvre le substrat 2, et comprend la surface 5 sur la face de la couche nitrurée 3a opposée au substrat 2. Le substrat 2 peut comprendre une couche de diffusion en contact avec la couche nitrurée 3a. La couche de diffusion comprend de l'azote, la concentration massique d'azote moyenne dans la couche de diffusion étant strictement inférieure à la concentration massique en azote de la couche nitrurée 3a.

En référence à la figure 4, la couche nitrurée 3a de la pièce 1 selon un mode de réalisation de l'invention permet d'augmenter significativement la dureté de la pièce 1 en comparaison à une pièce connue en ferrium C61 cémentée et/ou à une pièce connue en ferrium C64 cémentée. La courbe (a) illustre le

profil de dureté de la pièce 1 selon un mode de réalisation de l'invention, la pièce 1 comprenant un substrat en ferrium C64. La dureté mesurée est la dureté Vickers (HV). La courbe (b) illustre le profil de dureté de la pièce 1 selon un mode de réalisation de l'invention, la pièce 1 comprenant un substrat en ferrium C61. La courbe (c) illustre le profil de dureté d'une pièce cémentée connue comprenant un substrat en ferrium C64. La courbe (d) illustre le profil de dureté d'une pièce cémentée connue comprenant un substrat en ferrium C61. En surface, la dureté d'une pièce selon un mode de réalisation de l'invention peut être supérieure à 200 HV de la dureté d'une pièce connue en ferrium C61 ou en ferrium C64 cémentée.

La couche nitrurée 3a comprend préférentiellement au moins un élément choisi parmi des précipités de nitrure et des précipités de carbonitrure. Ainsi, la dureté de la pièce 1 peut être augmentée.

Procédé de fabrication de la pièce 1

La figure 5 illustre schématiquement un procédé de fabrication de la pièce 1 selon un mode de réalisation de l'invention. Le procédé comprend une étape 101 de fourniture d'une pièce comprenant au moins du carbone, du cobalt, de l'aluminium et du nickel. La pièce présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,17 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 18,5 %, une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %, et une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 9,8 %. Préférentiellement, la pièce peut être en ferrium C61, c'est-à-dire qu'elle présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,13 % et 0,17 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 17,5 % et 18,5 %, une somme de la fraction massique moyenne en molybdène et de la fraction massique moyenne en tungstène comprise entre 0,9 % et 1,3 %, une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 9,8 %. Préférentiellement, la pièce peut également être en ferrium C64, c'est-à-dire qu'elle présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,13 %, une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 17 %, une fraction massique

moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %, une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 7,8 %.

Le procédé comprend une étape 102 de cémentation de la pièce dans une enceinte dont l'atmosphère est contrôlée à une température comprise entre 900°C et 1100°C. L'étape 102 de cémentation peut préférentiellement comprendre plusieurs cycles d'enrichissement 106 de la surface en carbone. Un cycle d'enrichissement 106 comprend une sous-étape d'injection d'un gaz cémentant 107 et une sous-étape d'injection d'un gaz neutre 108.

Lors de la sous-étape d'injection d'un gaz cémentant 107, un gaz cémentant est injecté dans l'enceinte de cémentation contenant la pièce, de manière à enrichir en carbone la surface de la pièce et à faire croître le taux surfacique en carbone de la pièce jusqu'à un taux surfacique en carbone maximum prédéterminé. La température dans l'enceinte est maintenue entre 900°C et 1100°C, pendant une durée t_1 par exemple comprise entre 60 s et 300 s. Le gaz cémentant peut être choisi au moins parmi du propane et de l'acétylène. Le taux de dilution du gaz cémentant injecté peut être compris entre 5 % et 75%, de préférence entre 10 % et 25 %, et le gaz cémentant peut être injecté à une pression comprise entre 0,1 bar et 3 bar, de préférence égale à 230 ± 50 mbar. Le terme « dilution » désigne la dilution du gaz cémentant dans un gaz neutre, par exemple de l'argon ou du diazote.

Lors de la sous-étape d'injection d'un gaz neutre 108, un gaz neutre est injecté dans l'enceinte de cémentation pendant une durée t_2 comprise entre 20 minutes à 3 heures, de manière à entraîner la diffusion du carbone de la surface vers l'intérieur de la pièce, et à faire décroître le taux surfacique en carbone jusqu'à un taux surfacique en carbone minimum prédéterminé. Le gaz neutre peut être choisi parmi de l'argon et du diazote. La succession des cycles d'enrichissements 106 permet d'enrichir la pièce en carbone en évitant que la fraction massique en carbone en surface de la pièce ne dépasse le taux surfacique supérieur prédéterminé.

La cémentation 102 est suivie d'une trempe 103. La trempe 103 comprend l'injection d'un gaz, par exemple neutre, à température ambiante, c'est-à-dire comprise entre 0°C et 50°C, dans l'enceinte de cémentation, de manière à arrêter la réaction de cémentation et à entraîner une transformation

martensitique. L'étape de trempe 103 permet de transformer l'austénite majoritairement en phase martensitique.

La trempe 103 est suivie d'un traitement cryogénique 104. Le traitement cryogénique comprend le contrôle de la température dans l'enceinte contenant la pièce à une température comprise entre -100°C et -50°C. L'étape de traitement cryogénique 104 permet de transformer, en complément de la trempe 103, la part résiduelle de phase austénitique de la pièce en phase martensitique. La pièce présente, à l'issue du traitement cryogénique 104, au moins majoritairement une phase martensitique, notamment 90 % en volume de phase martensitique, et en encore plus préférentiellement seulement une phase martensitique.

Le traitement cryogénique 104 est suivi d'un vieillissement 105 de la pièce. Le vieillissement 105 de la pièce est mis en œuvre en contrôlant la température dans l'enceinte de la pièce à une température comprise entre 450°C et 550°C, et préférentiellement à une température comprise entre 480°C et 500°C. Encore plus préférentiellement, lorsque le substrat 2 de la pièce présente la composition du ferrium C61, la température de vieillissement est comprise entre 480°C et 485°C. Ainsi, il est possible d'optimiser le vieillissement de la pièce sans entraîner de changement de phase de la phase martensitique. Encore plus préférentiellement, lorsque le substrat 2 de la pièce présente la composition du ferrium C64, la température de vieillissement est comprise entre 490°C et 500°C. Ainsi, il est possible d'optimiser le vieillissement de la pièce sans entraîner de changement de phase de la phase martensitique.

Les inventeurs ont découvert qu'il était possible de combiner le vieillissement de la pièce avec une nitruration de la pièce. En d'autres termes, la nitruration est réalisée dans le procédé selon le mode de réalisation de l'invention de manière simultanée au vieillissement de la pièce. La mise en œuvre simultanée du vieillissement et de la nitruration est réalisée en injectant de l'ammoniac, préférentiellement de l'ammoniac dissocié, dans l'enceinte pendant le vieillissement de la pièce. La formation de la couche nitrurée 3a est contrôlée en imposant le potentiel d'azote (K_n) dans l'enceinte. Par exemple, l'imposition d'un K_n égal à 3 pendant une heure, suivi de l'imposition d'un K_n égal 0,6 pendant 11h permet de conférer une couche nitrurée 3a répondant aux attentes d'accroissement du niveau de dureté des couches superficielles tout en évitant

la formation de phases métallurgiques indésirables (telle qu'un réseau intergranulaire de carbonitrures par exemple).

En effet, il est impossible de combiner le vieillissement et la nitruration pour la plupart des alliages d'acier. La nitruration doit être réalisée à une température inférieure à la température de revenu de l'alliage d'acier, de manière à éviter la transformation de la phase martensitique de la pièce via la formation de précipités de carbures responsables d'un adoucissement métallurgique. Or, sur la plupart des alliages d'acier utilisés à l'état cémentés pour des applications de pignonnerie, la température de revenu est bien inférieure à la température minimale nécessaire pour la nitruration. Par exemple, pour un alliage d'acier comprenant une fraction massique moyenne en carbone égale à 0,16 %, une fraction massique moyenne en nickel égale à 3,20 %, une fraction massique moyenne en chrome égale à 1,00 % une fraction massique moyenne en molybdène égale à 0,16 %, la température de revenu à l'état cémenté est inférieure ou égale à 190°C. Cette température est trop basse pour permettre la mise en œuvre de la nitruration d'une pièce dans un tel alliage d'acier simultanément au traitement de revenu de la pièce. En effet, la nitruration requiert une température supérieure, préférentiellement supérieure à 450°C. Ainsi, dans le procédé selon un mode de réalisation de l'invention, la simultanéité du vieillissement et de la nitruration permet de simplifier le procédé de fabrication de la pièce 1.

En référence à la figure 6, la courbe (e) illustre la température contrôlée dans l'enceinte contenant la pièce par rapport au temps de traitement de la pièce, lors d'un procédé selon un mode de réalisation de l'invention. La courbe (f) illustre le potentiel d'azote K_n contrôlé dans l'enceinte par rapport au temps de traitement de la pièce, lors d'un procédé selon un mode de réalisation de l'invention. Les termes « potentiel d'azote » désignent le rapport $p_{NH3}/p^{3/2}{}_{H2}$, dans lequel p_{NH3} est la pression partielle d'ammoniac qui se dissocie à la surface 5 de la pièce pour donner de l'azote monoatomique qui diffusera dans la matrice ferritique, et $p^{3/2}{}_{H2}$ est la pression partielle de dihydrogène à la surface 5 élevé à la puissance 3/2.

Lors du vieillissement 105, l'ammoniac dissocié peut être injecté, lors d'une première phase à un débit permettant d'entraîner un potentiel d'azote compris entre 1 et 5, préférentiellement compris entre 2,5 et 3,5. La durée de la

première phase est comprise entre 20 min et 2h, préférentiellement entre 50 min et 70 min. L'ammoniac dissocié peut être injecté, lors d'une deuxième phase à un débit permettant d'entraîner un potentiel d'azote compris entre 0,1 et 1, préférentiellement compris entre 0,3 et 0,8. La durée de la deuxième phase est supérieure à 5 heures et préférentiellement comprise entre 10 et 12 heures.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une pièce (1) pour l'aéronautique comprenant les étapes consécutives de :

a) fourniture (101) d'une pièce (1) comprenant un substrat (2), le substrat (2) comprenant au moins du carbone, du cobalt, de l'aluminium et du nickel, et présentant
- une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,17 %,
- une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 18,5 %,
- une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %, et
- une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 9,8 %,

b) cémentation (102) de la pièce dans une atmosphère contrôlée à une température comprise entre 900°C et 1100°C,

c) trempe (103) de la pièce et traitement cryogénique (104) de la pièce dans une atmosphère contrôlée à une température comprise entre -50°C et -100°C, et

d) vieillissement (105) de la pièce dans une atmosphère contrôlée à une température comprise entre 450°C et 550°C,

caractérisé en ce que le vieillissement (105) comprend une nitruration de la pièce dans une atmosphère comprenant de l'ammoniac de sorte à ce que la pièce comprenne une surface nitrurée,
la nitruration étant simultanée au vieillissement de la pièce.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la cémentation de l'étape b) est mise en œuvre de manière à ce qu'au moins une partie de la surface de la pièce (1) présente une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,4 % et 0,6 %.

3. Procédé de fabrication d'une pièce (1) selon la revendication 1 ou 2, dans lequel l'étape b) de cémentation comprend une injection d'un gaz cémentant dans une enceinte de cémentation contenant la pièce, le gaz cémentant étant au moins choisi parmi le propane et l'acétylène.

4. Pièce (1) en acier pour l'aéronautique susceptible d'être obtenue par un procédé selon l'une des revendications 1 à 3, comprenant un substrat (2), le substrat (2) comprenant au moins du carbone, du cobalt, de l'aluminium et du nickel, et présentant

- une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,17 %,
- une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 18,5 %,
- une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %,
- une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 9,8 %,

caractérisée en ce que la pièce (1) est cémentée et nitrurée, de sorte qu'elle comprend une couche nitrurée (3), la couche nitrurée (3) recouvrant au moins en partie le substrat (2).

5. Pièce (1) selon la revendication 4, dans laquelle la couche nitrurée (3) présente une épaisseur comprise entre 5 µm à 180 µm, préférentiellement comprise entre 50 µm et 150 µm, une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,4 % et 0,6 % et une fraction massique moyenne en azote comprise entre 0,6 % et 3 %.

6. Pièce (1) selon la revendication 4 ou 5, dans laquelle le substrat (2) présente :

- une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,13 % et 0,17 %,
- une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 17,5 % et 18,5 %,
- une somme de la fraction massique moyenne en molybdène et de la fraction massique moyenne en tungstène comprise entre 0,9 % et 1,3 %,
- une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 9,2 % et 9,8 %.

7. Pièce (1) selon la revendication 4 ou 5, dans laquelle le substrat (2) présente :

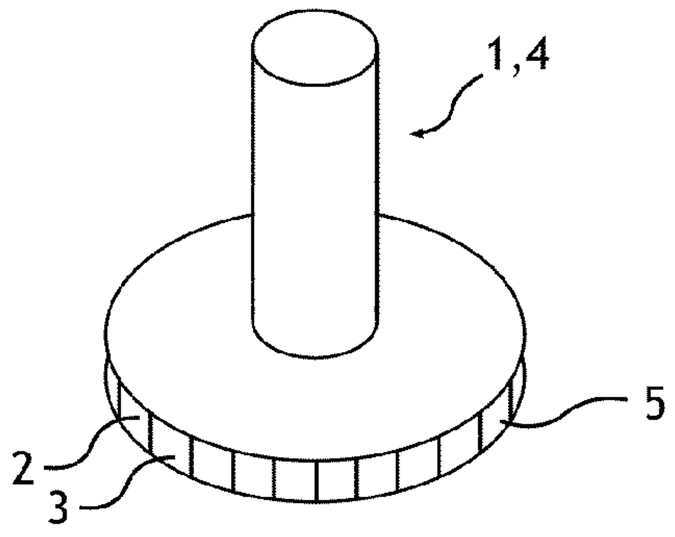
- une fraction massique moyenne en carbone comprise entre 0,09 % et 0,13 %,
- une fraction massique moyenne en cobalt comprise entre 15,5 % et 17 %,
- une fraction massique moyenne en aluminium inférieure à 0,1 %,
- une fraction massique moyenne en nickel comprise entre 7,2 % et 7,8 %.

8. Pièce selon l'une des revendications 4 à 7, dans laquelle la couche nitrurée (3) comprend au moins un élément choisi parmi des précipités de nitrure et des précipités de carbonitrure.

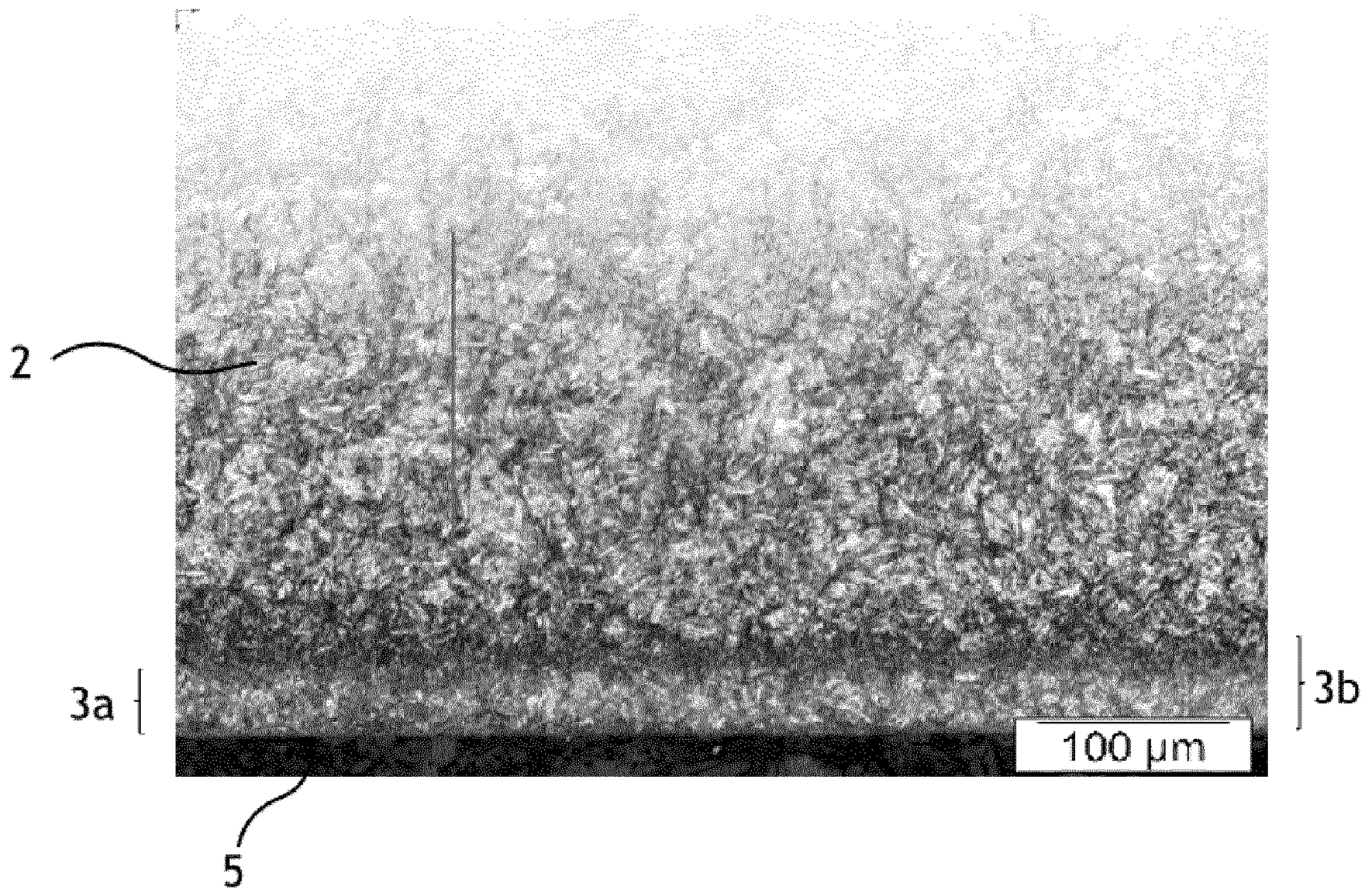
9. Pièce selon la revendication 8, dans laquelle la couche nitrurée (3) présente majoritairement une phase martensitique.

10. Pignon de transmission de puissance (4), comprenant une pièce (1) selon l'une des revendications 5 à 9.

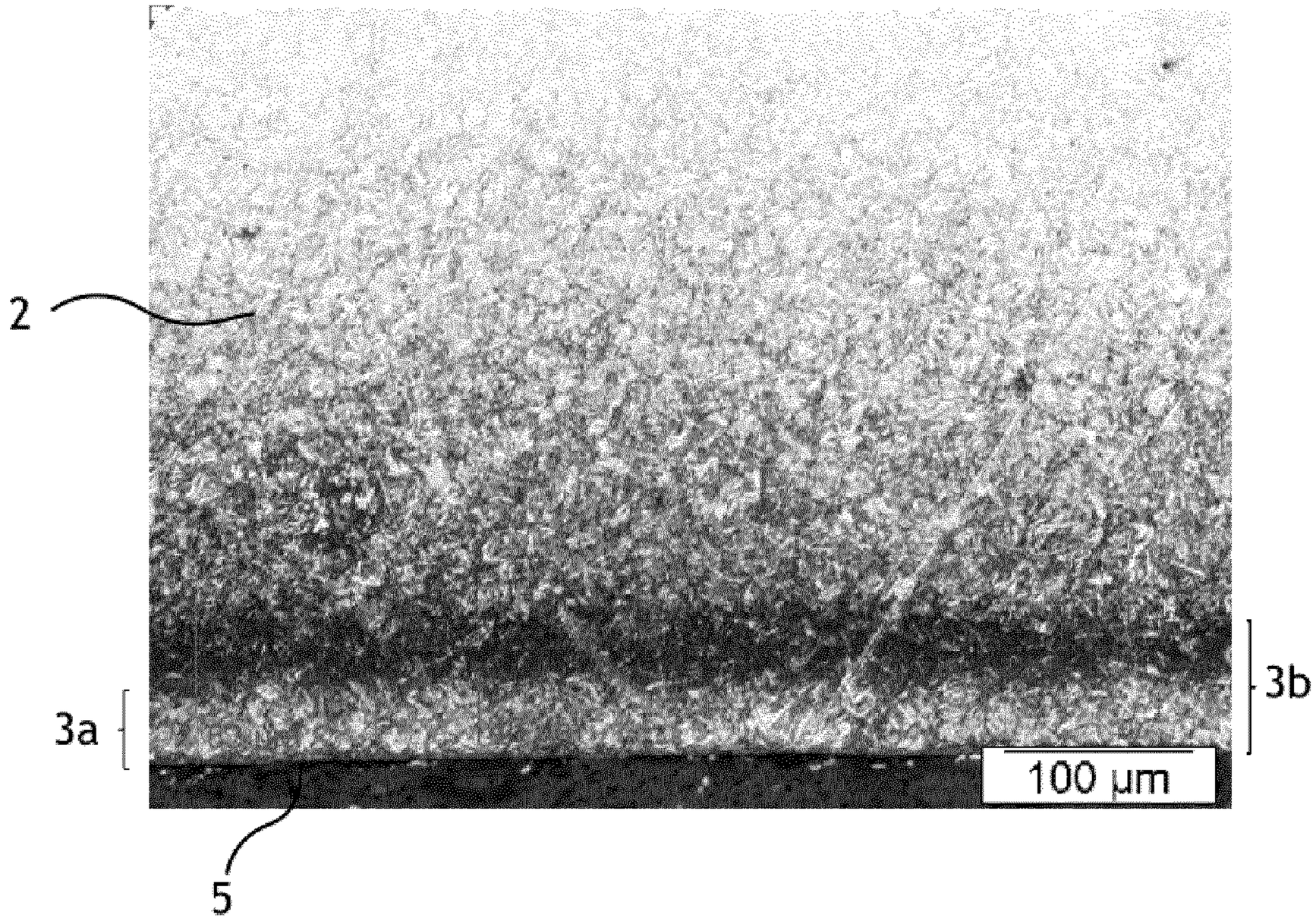
[Fig. 1]



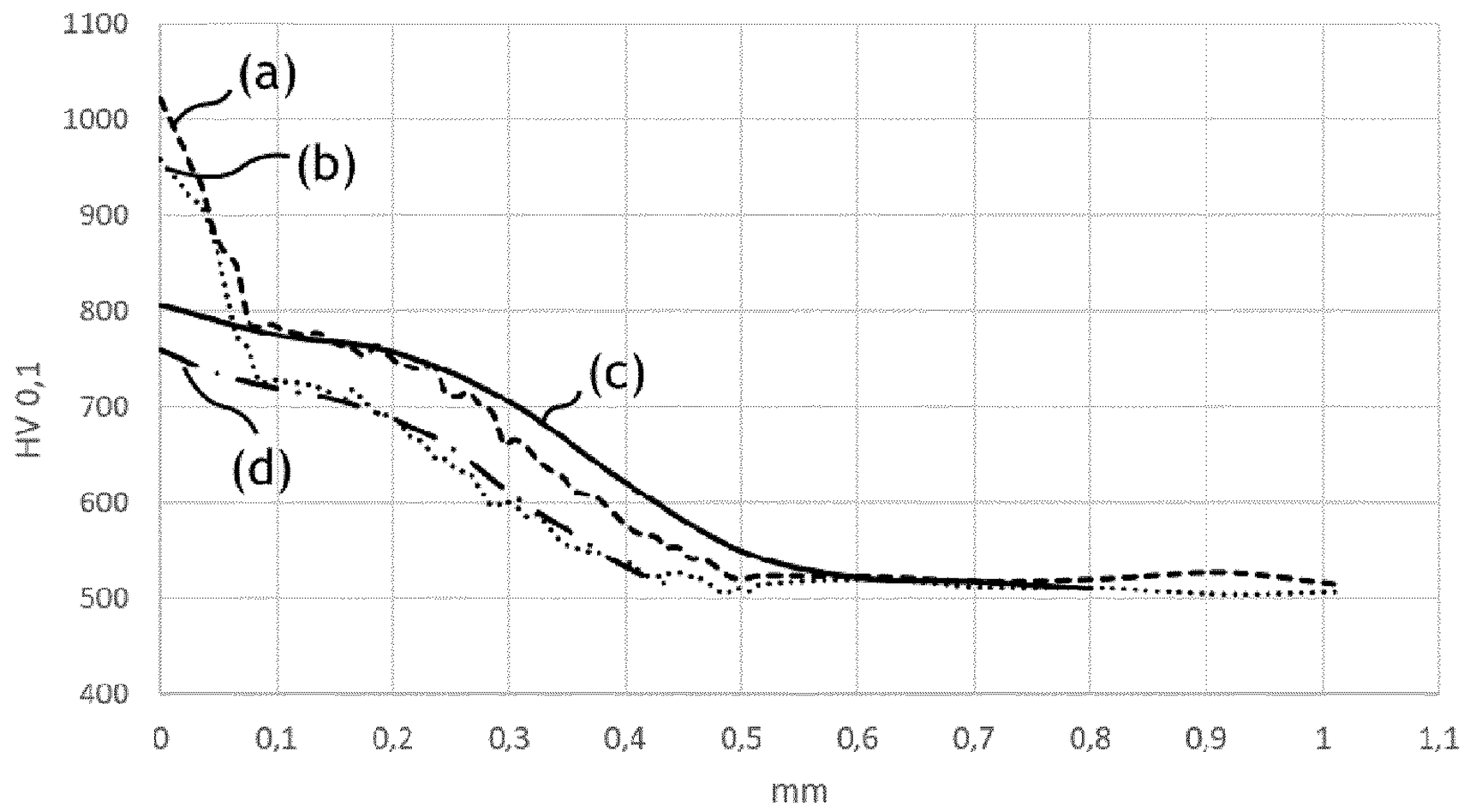
[Fig. 2]



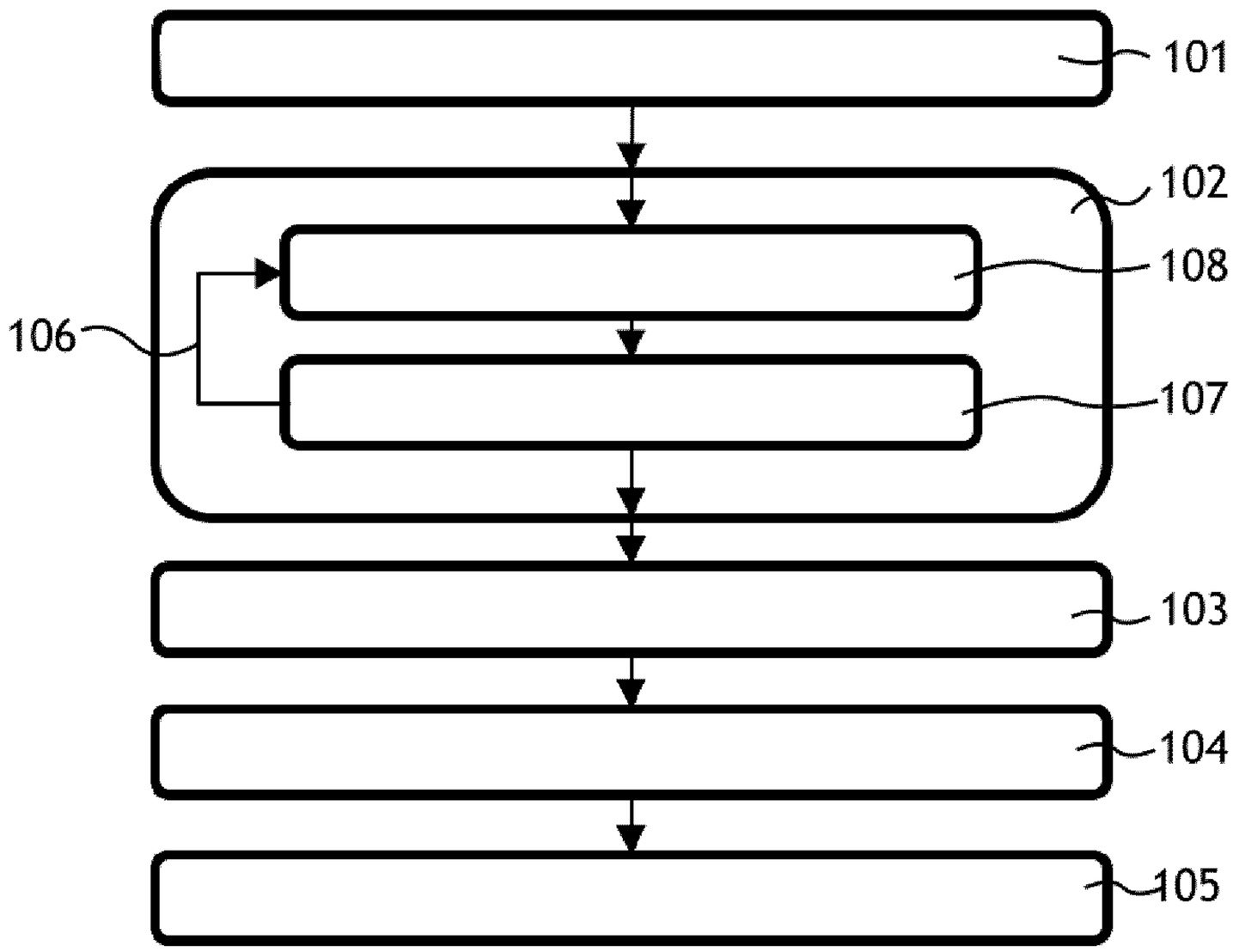
[Fig. 3]


2
3a
3b
5
100 µm

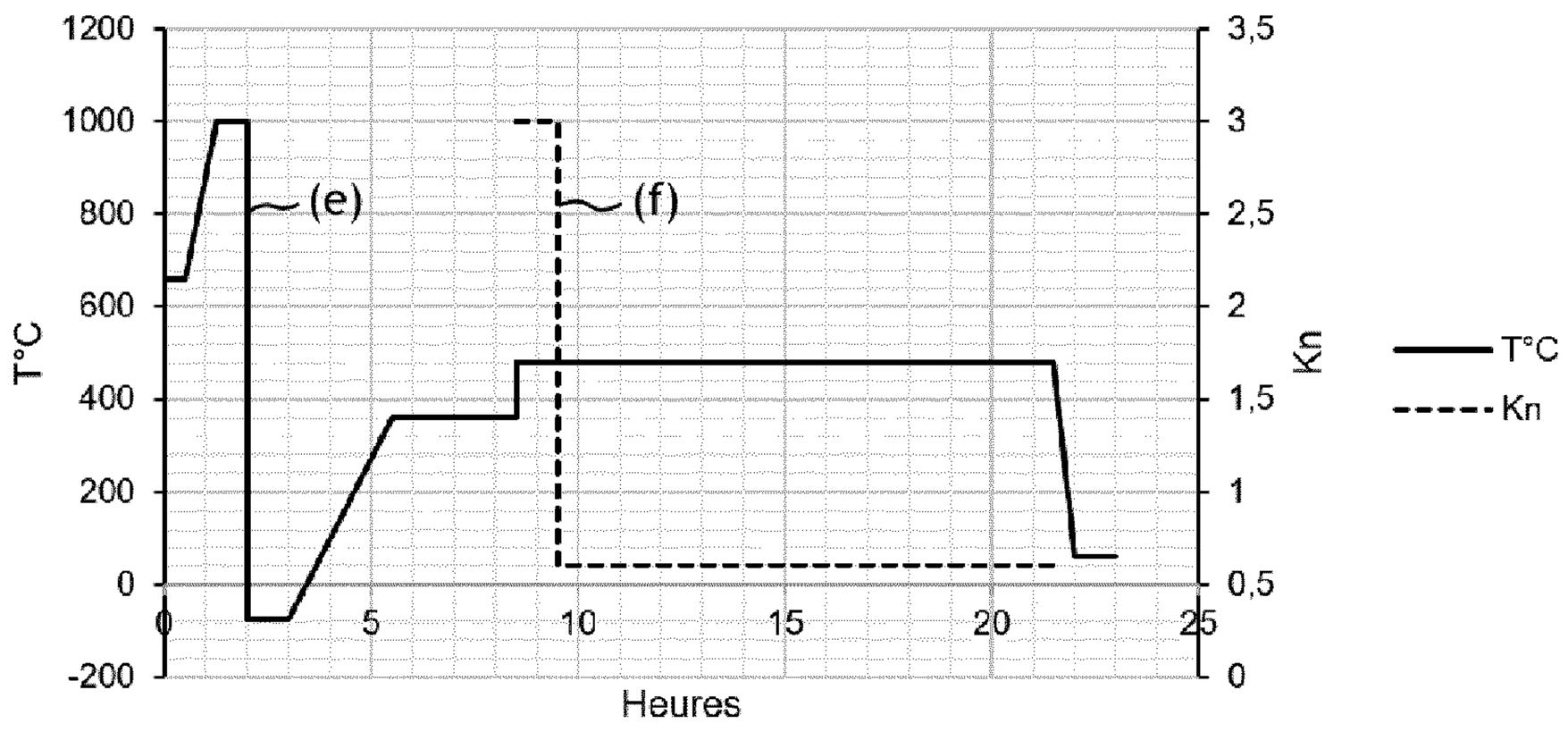
[Fig. 4]


1100
1000
900
800
700
600
500
400
HV 0,1
0
0,1
0,2
0,3
0,4
0,5
0,6
0,7
0,8
0,9
1
1,1
mm
(a)
(b)
(c)
(d)

[Fig. 5]


101
102
108
106
107
103
104
105

[Fig. 6]


1200
1000
800
600
400
200
0
-200
T°C
(e)
(f)
0
5
10
15
20
25
Heures
3,5
3
2,5
2
1,5
1
0,5
0
Kn
T°C
Kn

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/EP2020/062142

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C 8/34(2006.01)i; ***C21D 1/06***(2006.01)i; ***C21D 9/32***(2006.01)i; ***C22C 38/44***(2006.01)i; ***C22C 38/52***(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C23C; C21D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	R Gorockiewicz ET AL. "The LPC Process for High-Alloy Steel" *Vacuum,* 30 September 2008 (2008-09-30), pages 42-51, Retrieved from the Internet: https://www.questek.com/filebase/src/Articles/TheL PCProcessforHigh-Alloy.pdf [retrieved on 2017-11-03] XP055421497	4-10
A	the whole document	1-3
A	CN 108118260 A (CENTRAL IRON & STEEL RES INST) 05 June 2018 (2018-06-05) the whole document	1-10
A	CN 109338280 A (AECC HARBIN DONGAN ENGINE CO LTD) 15 February 2019 (2019-02-15) the whole document	1-10

☑ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
17 July 2020	**28 July 2020**
Name and mailing address of the ISA/EP **European Patent Office** **p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk** **Netherlands** Telephone No. **(+31-70)340-2040** Facsimile No. **(+31-70)340-3016**	Authorized officer **Joffreau, P** Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/EP2020/062142

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	KLEFF J WIEDMANN D. "NEUE WEGE BEI DER WAERMEBEHANDLUNG UND OBERFLAECHENBEHANDLUNG HOCHBELASTETER LUFTFAHRT-GETRIEBEBAUTEILE" *HTM HAERTEREI TECHNISCHE MITTEILUNGEN: ZEITSCHRIFT FUER WERKSTOFFE, WAERMEBEHANDLUNG UND FERTIGUNG, CARL HANSER VERLAG, MUNCHEN, DE,* Vol. 55, No. 1, 01 January 2000 (2000-01-01), pages 59-64 ISSN: 0341-101X, XP000893946 the whole document	1-10
X,P	EP 3502302 A1 (GE AVIO SRL [IT]) 26 June 2019 (2019-06-26) page 2, paragraph 3 page 2, paragraph 6 - page 3, paragraph 12 page 3, paragraph 19 - page 5, paragraph 36	4-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/EP2020/062142

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
CN 108118260 A	05 June 2018	NONE	
CN 109338280 A	15 February 2019	NONE	
EP 3502302 A1	26 June 2019	CN 109972077 A	05 July 2019
		EP 3502302 A1	26 June 2019
		US 2019194793 A1	27 June 2019

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/EP2020/062142

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C23C8/34 C21D1/06 C21D9/32 C22C38/44 C22C38/52
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C23C C21D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	R Gorockiewicz ET AL: "The LPC Process for High-Alloy Steel", Vacuum, 30 septembre 2008 (2008-09-30), pages 42-51, XP055421497, Extrait de l'Internet: URL:https://www.questek.com/filebase/src/Articles/TheLPCProcessforHigh-Alloy.pdf [extrait le 2017-11-03]	4-10
A	le document en entier	1-3

A	CN 108 118 260 A (CENTRAL IRON & STEEL RES INST) 5 juin 2018 (2018-06-05) le document en entier	1-10

	-/--	

[X] Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

[X] Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
17 juillet 2020	28/07/2020

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Joffreau, P

5

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/EP2020/062142

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	CN 109 338 280 A (AECC HARBIN DONGAN ENGINE CO LTD) 15 février 2019 (2019-02-15) le document en entier	1-10
A	KLEFF J WIEDMANN D: "NEUE WEGE BEI DER WAERMEBEHANDLUNG UND OBERFLAECHENBEHANDLUNG HOCHBELASTETER LUFTFAHRT-GETRIEBEBAUTEILE", HTM HAERTEREI TECHNISCHE MITTEILUNGEN: ZEITSCHRIFT FUER WERKSTOFFE, WAERMEBEHANDLUNG UND FERTIGUNG, CARL HANSER VERLAG, MUNCHEN, DE, vol. 55, no. 1, 1 janvier 2000 (2000-01-01), pages 59-64, XP000893946, ISSN: 0341-101X le document en entier	1-10
X,P	EP 3 502 302 A1 (GE AVIO SRL [IT]) 26 juin 2019 (2019-06-26) page 2, alinéa 3 page 2, alinéa 6 - page 3, alinéa 12 page 3, alinéa 19 - page 5, alinéa 36	4-10

Formulaire PCT/ISA/210 (suite de la deuxième feuille) (avril 2005)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/EP2020/062142

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
CN 108118260 A	05-06-2018	AUCUN	
CN 109338280 A	15-02-2019	AUCUN	
EP 3502302 A1	26-06-2019	CN 109972077 A	05-07-2019
		EP 3502302 A1	26-06-2019
		US 2019194793 A1	27-06-2019