

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

11 N° de publication : 2 999 607

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

21 N° d'enregistrement national : 12 61992

51 Int Cl⁸ : C 21 D 1/78 (2013.01), C 21 D 1/06, C 23 C 8/02, 8/22,
8/26, 8/32

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 13.12.12.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 20.06.14 Bulletin 14/25.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

71 Demandeur(s) : PEUGEOT CITROEN AUTOMO-
BILES SA Société anonyme — FR.

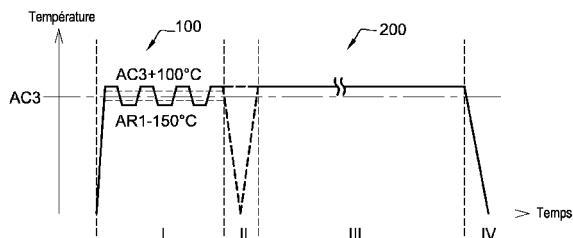
72 Inventeur(s) : LARDINOIS JEROME, LAPIERRE
PHILIPPE, GRUNEWALD JEAN et FUNCK FLO-
RENCE.

73 Titulaire(s) : PEUGEOT CITROEN AUTOMOBILES
SA Société anonyme.

74 Mandataire(s) : PEUGEOT CITROEN AUTOMO-
BILES SA Société anonyme.

54 PROCEDE DE TRAITEMENT D'ACIER COMPRENANT UN PRETRAITEMENT D'AFFINAGE DU GRAIN.

57 L'invention a pour objet un procédé de traitement de
pièces en acier comprenant une étape d'enrichissement
thermochimique, remarquable en ce que l'étape d'enrichis-
sment thermochimique est précédée d'une étape de pré-
traitement thermique permettant raffinement du grain de
l'acier.



FR 2 999 607 - A1



Procédé de traitement d'acier comprenant un prétraitement d'affinage du grain

L'invention concerne les procédés de traitement de pièces mécaniques en acier. Plus particulièrement, elle concerne les procédés d'enrichissement thermochimique de l'acier en carbone tels que les procédés de cémentation ou les
5 procédés de carbonituration. Ces procédés permettent l'introduction par diffusion respectivement de carbone ou de carbone et d'azote au niveau de la surface des pièces pour en améliorer la dureté et la tenue en fatigue.

Les procédés de cémentation de pièces en acier consistent à enrichir en
10 carbone la zone superficielle de pièces en acier à bas carbone (contenant initialement de 0,1 à 0,3 % de carbone en masse), puis à les tremper de manière à obtenir en surface une couche martensitique dure, résistante à l'usure, et un cœur moins dur donc plus ductile, susceptible d'absorber des chocs. Par exemple, il est intéressant d'obtenir une structure martensitique en surface et une structure
15 bainitique à cœur.

Afin de réduire légèrement le temps de traitement, il est possible de mettre en œuvre un procédé de carbonituration. Dans ce cas, on ajoute à l'atmosphère de cémentation une quantité d'ammoniac généralement inférieure à 5% du volume. À la température de traitement, l'ammoniac se décompose en azote et en hydrogène.
20 Une partie de l'azote pénètre dans le réseau cristallin de l'acier en provoquant entre autres une augmentation de la trempabilité.

Le traitement d'une pièce en acier par nitruration est un procédé thermochimique qui consiste à plonger les pièces dans un milieu susceptible de céder de l'azote en surface. Le traitement est effectué à une température comprise
25 entre 300°C et 580°C où l'azote peut diffuser de la surface vers le cœur de la pièce. Une fois le traitement effectué on peut observer deux couches. Une couche de combinaison en surface, et une couche de diffusion plus épaisse. La couche de diffusion est plus dure que la couche de combinaison.

L'augmentation de la dureté en surface par traitement de nitruration est
30 importante, cependant les temps de traitements sont longs.

Généralement une opération de grenailage de précontrainte est effectuée après un traitement de cémentation ou de carbonituration, ainsi que décrit dans le document FR2909100. Cette opération consiste en une projection, à grande vitesse et en continu, de petites billes d'acier, de verre ou de céramique, sur la surface des pièces à traiter. Il en résulte une déformation plastique de la couche superficielle de l'acier par écrouissage qui améliore la durée de vie et la résistance à la fatigue des pièces. Par l'opération de grenailage, la dureté surfacique d'une pièce peut être augmentée de 100 HV (dureté Vickers).

Des études récentes (Traitements & Matériaux 412, Octobre-Novembre 2011, pages 37-43) montrent qu'un prétraitement par grenailage fin de la surface d'une pièce en acier augmente l'efficacité d'un traitement thermo-chimique suite au prétraitement. Dans l'étude citée, les auteurs remarquent un gain de dureté en surface des pièces prétraitées mécaniquement, et la diffusion de l'azote et du carbone est accélérée, permettant de réduire la durée des traitements thermo-chimiques. Cet effet va de pair avec un affinement du grain en surface résultant du prétraitement mécanique.

Cependant, le prétraitement par grenailage déforme la surface traitée de manière substantielle. Une étape d'usinage devient indispensable avant ou après l'application d'un traitement thermo-chimique, tel qu'un traitement de carbonituration ou de nitruration. L'usinage restaure la surface, mais supprime aussi une partie de l'effet obtenu par le procédé de traitement. Ceci est un inconvénient majeur surtout pour des pièces mécaniques telles qu'elles sont utilisées en pignonnerie, pour lesquelles la géométrie exacte et la dureté représentent des caractéristiques essentielles. De manière générale les traitements par grenailage ne permettent pas de traiter des surfaces à géométries complexes aisément, puisqu'il reste difficile à accéder à des recoins de surface.

Lorsque la température de l'acier est augmentée à partir d'une température basse, à laquelle la transformation austénitique n'a pas lieu, on dénote par le seuil Ac_1 la température de début de transformation austénitique. En continuant la montée de la température, celle-ci va atteindre le seuil Ac_3 , qui correspond à la température au-delà de laquelle la transformation austénitique de l'acier n'a plus lieu.

En réduisant la température à partir d'une température qui est située au-delà du domaine dans lequel la transformation austénitique de l'acier a lieu, on dénote par Ar_3 la température de début de transformation austénitique de l'acier. En continuant la descente de la température, la transformation austénitique aura lieu jusqu'à ce que la température tombe au-dessous de Ar_1 , qui marque la température en-dessous de laquelle la transformation austénitique de l'acier n'a plus lieu.

L'invention a pour objectif de pallier à au moins un des problèmes rencontrés dans l'art antérieur. En particulier, l'invention a pour objectif de proposer un procédé de prétraitement d'une pièce en acier, suite auquel un procédé d'enrichissement thermo-chimique par cémentation, par carbonitruration ou par nitruration est appliqué. L'objectif est de proposer un tel prétraitement qui surmonte les problèmes liés aux prétraitements mécaniques connus dans l'art.

L'invention a pour objet un procédé de traitement de pièces en acier comprenant une étape d'enrichissement thermo-chimique. Le procédé selon l'invention est remarquable en ce que l'étape d'enrichissement thermo-chimique est précédée d'une étape d'affinement du grain austénitique de l'acier. L'étape d'affinement du grain austénitique comprend au moins un cycle d'affinement, qui comprend un chauffage de l'acier à une première température supérieure à la température de fin de transformation austénitique de l'acier, Ac_3 , suivi d'une phase de maintien à cette température, qui est ensuite suivie d'un refroidissement de l'acier à une deuxième température inférieure à la température en dessous de laquelle la transformation austénitique de l'acier n'a plus lieu, Ar_1 .

De façon préférée, le chauffage peut être effectué par induction à moyenne ou à haute fréquence.

Le refroidissement peut de préférence être effectué par soufflage, par exemple par soufflage d'air.

La phase de maintien à la température de cycle supérieure peut avoir une durée de 1 s.

Avantageusement, le cycle d'affinement peut être répété au moins deux fois, de préférence au moins 5 ou 6 fois.

L'étape d'enrichissement thermochimique peut comprendre une phase de carbonituration, une phase de cémentation et/ou une phase de nitruration.

De préférence, le procédé peut comprendre une étape finale de trempe.

5 La première température du cycle d'affinage peut de préférence être comprise entre $A_{c3}+50^{\circ}\text{C}$ et $A_{c3}+150^{\circ}\text{C}$. La deuxième température peut être comprise entre $A_{r1}-150^{\circ}\text{C}$ et $A_{r1}-50^{\circ}\text{C}$.

De façon plus avantageuse, la première température peut de préférence être essentiellement égale à $A_{c3}+100^{\circ}\text{C}$. La deuxième température peut avantageusement être essentiellement égale à $A_{r1}-150^{\circ}\text{C}$.

10 D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention seront mieux compris à l'aide de la description et des dessins parmi lesquels :

- la figure 1 montre les étapes principales du traitement selon l'invention ;
- la figure 2 illustre de manière schématique un cycle d'affinement du grain de l'acier selon la présente invention ;
- 15 - les figures 3a et 3b illustrent le phénomène d'affinement du grain de l'acier traité selon la présente invention ;
- la figure 4 illustre de manière schématique les différentes phases du traitement selon l'invention, dans un mode de réalisation préféré.

20 Comme illustré par la figure 1, le procédé de traitement de pièces en acier selon la présente invention comprend un prétraitement thermique des pièces, 100, suivi d'un traitement thermochimique 200. Le prétraitement 100 est un traitement d'affinement du grain de l'acier. Le grain de l'acier correspond à un cristal élémentaire d'une structure polycristalline qui forme l'acier. Le nombre de grains compté par unité de surface de 1 mm^2 définit un indice. Plus l'indice est élevé, plus
 25 le nombre de grains est grand, donc plus le grain est fin. Afin d'affiner la structure, le procédé comprend au moins un cycle d'affinement. Le diagramme schématique de la figure 2 illustre le principe d'un cycle d'affinement. Lors d'un cycle d'affinement, l'acier présentant une taille de grain 01 est chauffé à une première température qui se situe au-delà de la température de fin de transformation austénitique de l'acier de

la pièce traitée, Ac_3 . Cette température est maintenue pendant une brève phase de maintien 02, qui a de préférence une durée d'environ une seconde. Puis, l'acier subit un refroidissement de façon à atteindre une deuxième température qui est inférieure à Ar_1 . A cette température, la transformation austénitique de l'acier n'a plus lieu. Le passage par ce cycle résulte dans un grain de taille réduite 03.

Comme illustré par le dessin 3a, un grain 04 est délimité par des joints 05. La phase de chauffage donne lieu à une germination 06 qui affine le grain en multipliant le nombre. Plus la vitesse du chauffage est importante, plus la multiplication des germes est grande, ce qui se traduit par une finesse de grain accrue. De manière préférée, le traitement se fait dans un four d'induction, qui est en soi connu dans l'art. Un four d'induction permet de chauffer soit une charge complète de pièces en acier, soit de chauffer chaque pièce individuellement, en la plaçant au sein d'un solénoïde approprié. Le four comprend de manière préférée également des moyens de refroidissement, par exemple une soufflerie permettant de refroidir une pièce chauffée dans l'enceinte du four à induction à l'aide d'un jet d'air.

Le chauffage par induction permet d'atteindre des vitesses de chauffage allant de 50°C/s jusqu'à 1000°C/s . Selon un mode préféré de l'invention, une vitesse de chauffage généralement équivalente à 1000°C/s est appliquée lors de la phase de chauffage. D'une part ceci permet de réduire le temps du cycle d'affinage, et d'autre part, la réduction du grain de l'acier en est accrue.

L'affinage se termine au passage du point Ac_3 , qui correspond à la température de fin de transformation austénitique de l'acier de la pièce traitée. Une augmentation substantielle de la température au-delà de Ac_3 engendre un grossissement du grain s'accroissant avec le temps.

Lors du refroidissement de l'acier à une température inférieure à Ar_1 , qui marque la fin de transformation austénitique de l'acier de la pièce traitée, la vitesse de diffusion des atomes diminue rapidement au fur et à mesure de la baisse de température. Le ralentissement de la croissance des cristaux qui en résulte permet à de nouveaux germes d'apparaître avant la fin de la transformation, ce qui accentue la finesse de la structure résultante. L'illustration du dessin 3b montre l'apparition de nouveaux grains plus petits définis par les nouveaux joints 07, correspondant aux

emplacements préalables des germes 06. L'effet d'affinement est donc dû à un phénomène de recristallisation, provoqué par le cycle de traitement thermique.

Le refroidissement de la pièce en acier peut se faire selon des procédés connus, comme par exemple par soufflement d'air pendant un temps d'environ une seconde.

5 Selon un mode préféré de l'invention, le cycle d'affinement est répété cinq à six fois consécutivement afin de réduire le grain de façon itérative. Il est envisageable d'engendrer plus d'itérations, jusqu'à obtention de la finesse du grain désirée. Le prétraitement conforme à l'invention permet une restructuration du grain jusqu'à des profondeurs de l'ordre de 0.5 mm et allant jusqu'à 4 mm de préférence
10 2mm. L'indice du grain obtenu selon la Norme NF EN ISO 643 est de 15, correspondant à un diamètre moyen de l'ordre de 2.0 μ m. Des tailles plus petites ont été observées.

La figure 4 illustre de manière schématique le traitement selon la présente invention. Lors d'une première phase (I), le prétraitement 100 tel que décrit est
15 effectué dans un four à induction. Dans l'exemple donné, la phase (I) comprend quatre cycles d'affinage du grain. Le dernier cycle peut être raccourci en maintenant la première température située au-delà de A_{c3} pour amorcer directement la phase (III) de traitement thermochimique. Ceci est en particulier le cas quand l'intégralité du traitement est réalisée dans un même four. Alternativement, la phase (I) est suivie
20 d'une trempe (II) et d'un refroidissement. La phase (III) illustre le traitement thermochimique 200 post traitement d'affinement 100. Dans le cas illustré il s'agit d'un traitement de carbonituration, mené à une température supérieure à A_{c3} . La phase (III) peut de manière alternative comprendre un traitement de cémentation et/ou de nitruration. Le traitement de nitruration peut être réalisé par nitruration
25 gazeuse ou par nitruration ionique. Ces traitements thermochimiques sont en soi connus dans l'art.

A titre d'exemple, dans un procédé de carbonituration « basse pression » un four présentant une enceinte étanche est utilisé. Les pièces traitées sont constituées
d'un acier bas carbone, par exemple une nuance 27MnCr5 ou 23MnCrMo5 ou
30 27CrMo4 comprenant de 0.2 à 0.3 % de carbone (le pourcentage est donné par

rapport à la masse totale) ou encore une nuance 16NiCrMo13 comprenant de 0.1 à 0.2 % de carbone.

5 Une pression de l'ordre de quelques centaines de pascals est maintenue dans l'enceinte interne du four grâce à une canalisation d'extraction reliée à un extracteur. Un injecteur, comprenant généralement une pluralité de buses, permet d'introduire des gaz dans l'enceinte interne. L'installation comprend à cet effet des moyens d'approvisionnement en gaz contrôlés par des vannes. L'actionnement des différentes vannes permet l'injection dans l'enceinte interne des différents gaz de cémentation et de nitruration via l'injecteur. Des moyens de chauffage permettent 10 d'élever et de maintenir dans l'enceinte interne la température aux valeurs de mise en œuvre du procédé. Les moyens de chauffage par induction utilisés en phase (I) peuvent être utilisés à cet effet.

L'étape de carbonituration se déroule comme suit. La charge est introduite dans l'enceinte interne du four de carbonituration. La température dans l'enceinte 15 interne est élevée jusqu'à un palier de température qui se situe au-dessus de la température A_{c3} , qui correspond à la température de fin d'austénitisation de l'acier de la charge. Par exemple, le palier se situe à une température comprise entre environ 800°C et 1050°C, par exemple 880°C (phase III sur la figure 3). La température est maintenue dans une étape d'homogénéisation de la température 20 des pièces. Les étapes d'élévation de la température et d'homogénéisation de la température des pièces sont réalisées en présence d'un gaz neutre, par exemple de l'azote (N_2), auquel est éventuellement ajouté un gaz réducteur, par exemple de l'hydrogène (H_2). Le gaz réducteur peut être ajouté dans une proportion de 1 à 5 % en volume du gaz neutre. Le procédé se poursuit de manière classique par une 25 alternance d'étapes d'enrichissement en carbone, pendant lesquelles le gaz de cémentation est injecté dans l'enceinte interne, et d'étapes de diffusion pendant lesquelles le gaz de cémentation n'est plus injecté dans l'enceinte. Le gaz de cémentation peut être de l'acétylène ou tout autre hydrocarbure susceptible de se dissocier aux températures de l'enceinte pour cémenter les pièces à traiter. Une 30 série d'étapes d'injection et de diffusion des gaz de nitruration, par exemple de l'ammoniac (NH_3) sont réalisées à la suite de l'étape de cémentation ou de manière superposée. L'étape d'enrichissement est conduite de manière à augmenter la

teneur surfacique en carbone de la pièce jusqu'à une teneur supérieure à 0.4% de carbone exprimé en pourcentage par rapport au poids, par exemple jusqu'à une teneur de 0.9% de carbone. En général la durée de cette phase est fonction de la profondeur de traitement de l'acier visée.

- 5 Le cycle de carbonituration est clos par une étape (IV) de refroidissement de la charge. Le refroidissement est forcé ou naturel. On notera que le refroidissement se fait de préférence sous atmosphère contrôlée en présence d'un gaz neutre tel que de l'azote gazeux afin d'éviter la formation d'oxydes à la surface de l'acier qui serait préjudiciables à la bonne mise en œuvre de l'étape suivante de nitruration. On
10 notera qu'à ce stade les pièces mécaniques ne présentent pas encore ni la structure cristallographique, ni la dureté recherchée, ces caractéristiques étant obtenues par la suite lors de l'opération de trempe.

A l'exemple d'un acier 23MnCrMo5, à la fin du traitement thermo-chimique de carbonituration ou de cémentation, les pièces traitées présentent une dureté
15 superficielle augmentée d'environ 800 HV. Elles montrent une tenue améliorée au choc et à la fatigue.

Lorsque la phase de traitement thermo-chimique (figure 4, III) comprend un traitement par nitruration qui est appliqué dans le même four que les phases
20 précédentes, la charge est refroidie jusqu'à la température de mise en œuvre du procédé de nitruration c'est-à-dire jusqu'à une température comprise entre 300°C et Ac_1 de préférence entre 300°C et 650°. De préférence encore, la température de l'étape de nitruration est comprise entre 350°C et 600°C. D'une manière plus générale, la température de mise en œuvre de l'étape de nitruration est inférieure à la température Ac_1 .

25 L'étape de nitruration est menée en présence d'un gaz neutre, par exemple de l'azote (N_2). De l'ammoniac gazeux (NH_3) est injecté dans l'enceinte du four par l'injecteur de gaz. Eventuellement d'autres gaz peuvent être ajoutés au mélange azote ammoniac comme par exemple un gaz activateur tel que le protoxyde d'azote (N_2O). Néanmoins, l'ammoniac gazeux injecté représente plus de 50 % en volume
30 des gaz injectés dans l'enceinte du four. Sous l'effet de la température, l'ammoniac va se décomposer. Il se forme en surface une couche mince et dure de nitrure de

fer. Cette couche est généralement appelée « couche blanche » ou « couche de combinaison » et comprend suivant l'apport en azote et la durée de l'opération du Fe_4N seul ou un mélange de Fe_4N et Fe_3N . L'étape de nitruration est conduite de manière à augmenter la teneur surfacique en azote des pièces jusqu'à une teneur de 15 % d'azote (pourcentage donné en masse totale), de préférence comprise entre 5 et 10 %. L'épaisseur de la couche de combinaison va croître en fonction de la température et de la durée du traitement. Sous cette couche de combinaison se trouve la couche de diffusion dans laquelle l'azote diffuse selon un gradient de teneur en fonction notamment du temps. De manière générale, la durée de l'opération de nitruration est fonction de l'épaisseur des couches nitrurées voulues.

Alternativement, le traitement thermochimique (figure 4, III) correspond à une étape de nitruration ionique. La nitruration prend usuellement lieu dans un four comprenant un tube de décharge dans lequel la cathode sert de support à la charge, les parois du four constituant l'anode. Après mise en place de la charge sur la cathode, un vide est réalisé dans l'enceinte du four, puis un gaz réactif, tel que l'azote, est introduit. En ajustant le débit de gaz, une basse pression est créée.

Après application d'une différence de potentiel de 300 V à 1000 V entre les deux électrodes, un plasma luminescent composé d'ions actifs se propage aux alentours des pièces de la charge. On obtient ainsi le chauffage de la surface des pièces par dissipation de l'énergie cinétique des ions en énergie calorifique. En outre, une implantation d'ions a lieu à la surface du métal. Ainsi est fourni l'azote nécessaire à la formation des nitrures métalliques. Le traitement n'est pas directionnel et on obtient un durcissement superficiel, uniforme et homogène, ce qui est intéressant pour des pièces à géométrie complexe. Le traitement par nitruration ionique se fait généralement à une température se situant entre 450 °C et 570 °C.

Par l'utilisation de la présente invention, les effets connus du prétraitement mécanique par grenailage sont accentués puisque des profondeurs plus importantes de restructuration sont réalisables. Ceci permet d'augmenter les effets des traitements thermochimiques connus en soi. En appliquant le prétraitement thermique selon la présente invention, il n'est pas nécessaire d'usiner les pièces après le traitement thermochimique, puisque la surface des pièces n'est pas altérée. Par rapport à un prétraitement mécanique, il est donc possible de réaliser des gains

de temps tout en améliorant les propriétés mécaniques des pièces traitées. Les gains observés comprennent une augmentation de la contrainte de compression et de la dureté, ainsi qu'une amélioration de la résistance à la corrosion, des coefficients de diffusion, et des propriétés tribologiques entre autres. Comme le

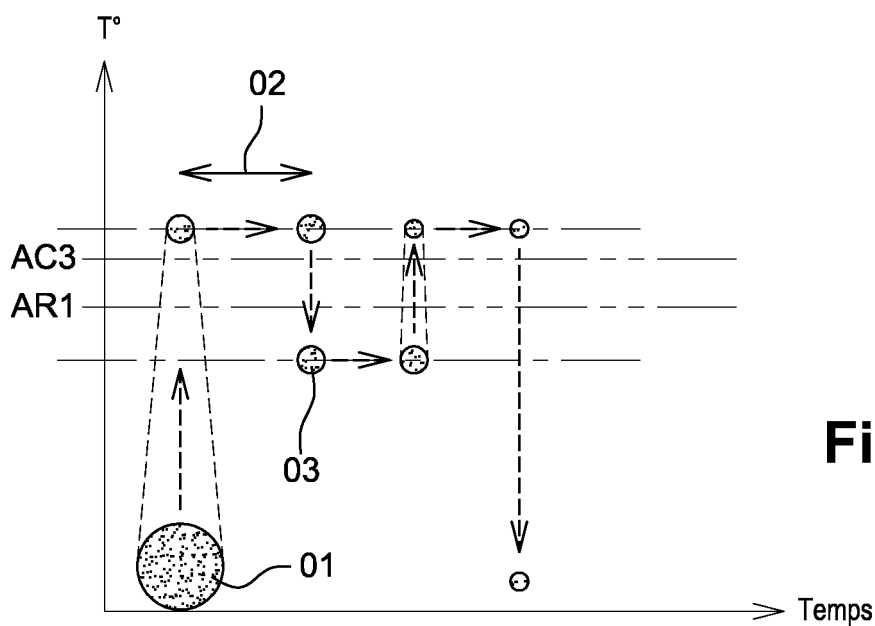
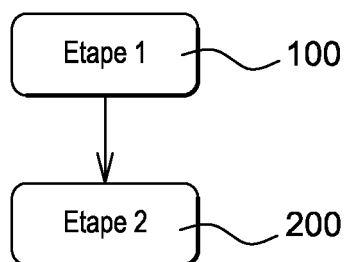
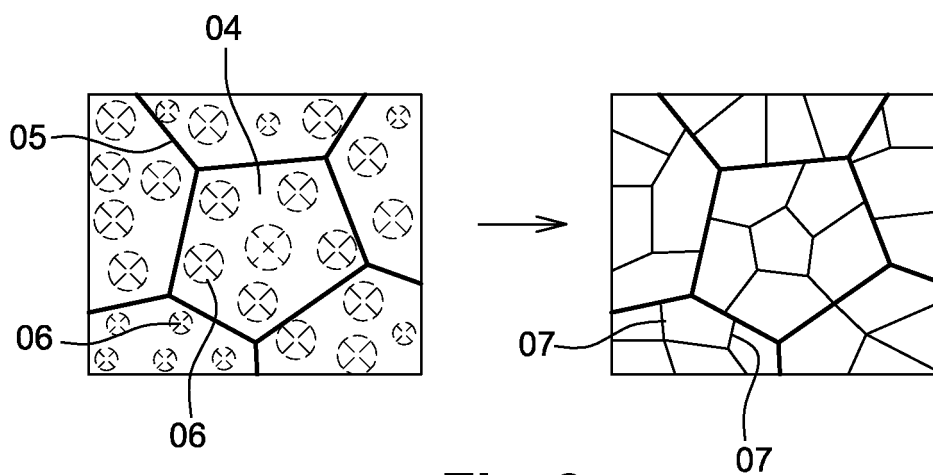
5 chauffage par induction permet de chauffer la surface intégrale d'une pièce, le prétraitement est applicable de façon identique à des pièces à géométrie simple et complexe.

Revendications

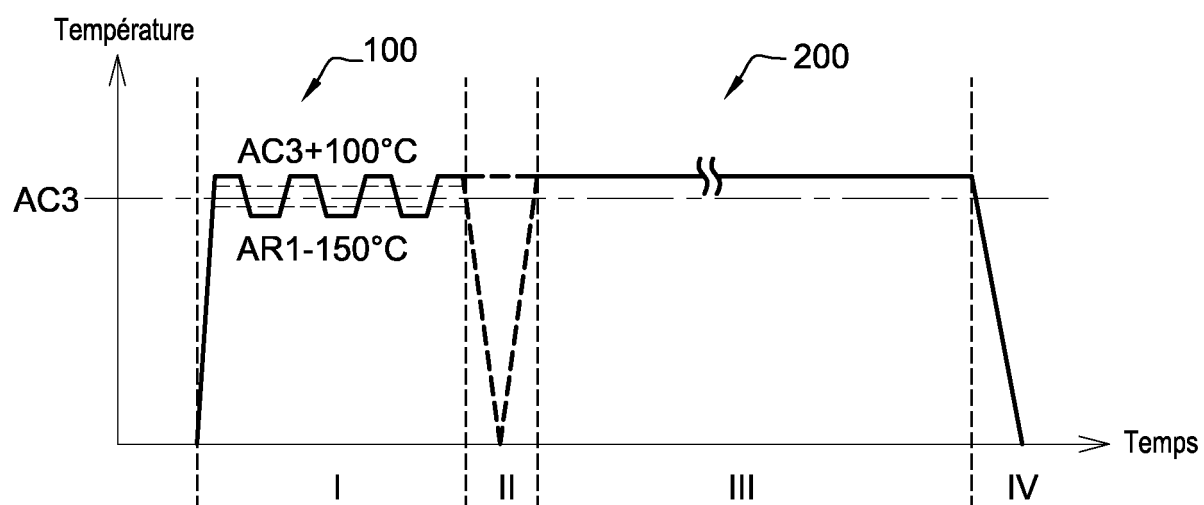
1. Procédé de traitement de pièces en acier comprenant une étape d'enrichissement thermochimique (200), caractérisé en ce que l'étape d'enrichissement thermochimique est précédée d'une étape d'affinement du grain de l'acier (100), comprenant au moins un cycle d'affinement, le cycle comprenant un chauffage de l'acier à une première température supérieure à la température de fin de transformation austénitique de l'acier, A_{c3} , suivi d'une phase de maintien à cette première température, suivi d'un refroidissement de l'acier à une deuxième température inférieure à la température A_{r1} , en dessous de laquelle la transformation austénitique de l'acier n'a plus lieu.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le chauffage est effectué par induction.
3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le refroidissement est effectué par soufflage.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la phase de maintien a une durée de 1 s.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le cycle d'affinement est répété au moins deux fois.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'étape d'enrichissement thermochimique comprend une phase de nitruration.
7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'étape d'enrichissement thermochimique comprend une phase de carbonituration.
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'étape d'enrichissement thermochimique comprend une phase de cémentation.
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 et 7 à 8, caractérisé en ce que le procédé comprend une étape finale de trempe.

10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que la première température est comprise entre $A_{c_3}+50^{\circ}\text{C}$ et $A_{c_3}+150^{\circ}\text{C}$, et en ce que la deuxième température est comprise entre $A_{r_1}-150^{\circ}\text{C}$ et $A_{r_1}-50^{\circ}\text{C}$.

1/2

Fig. 1**Fig. 2****Fig. 3**

2 / 2

**Fig. 4**



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 775213
FR 1261992

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 2011/226386 A1 (ROCH FRANCOIS [FR]) 22 septembre 2011 (2011-09-22)	1,6-10	C21D1/78 C21D1/06
Y	* alinéas [0005], [0056] - alinéa [0061] *	2,5	C23C8/02 C23C8/22 C23C8/26 C23C8/32
Y	----- WO 98/48061 A1 (ASPECTOR OY [FI]; LEINONEN JOUKO [FI]) 29 octobre 1998 (1998-10-29) * le document en entier *	2,5	
A	----- FR 2 909 100 A1 (SNR ROULEMENTS SA [FR]) 30 mai 2008 (2008-05-30) * le document en entier *	1-10	
A	----- US 3 278 345 A (GRANGE RAYMOND A ET AL) 11 octobre 1966 (1966-10-11) * le document en entier *	1-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C23C C21D C22C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
8 août 2013		Huber, Gerrit	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		
		& : membre de la même famille, document correspondant	

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1261992 FA 775213**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **08-08-2013**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2011226386 A1	22-09-2011	CA 2730520 A1	21-01-2010
		CN 102131947 A	20-07-2011
		EP 2310546 A1	20-04-2011
		FR 2933990 A1	22-01-2010
		JP 2011528068 A	10-11-2011
		RU 2011105417 A	20-08-2012
		US 2011226386 A1	22-09-2011
		WO 2010007297 A1	21-01-2010
WO 9848061 A1	29-10-1998	AT 208428 T	15-11-2001
		AU 6836698 A	13-11-1998
		DE 69802394 D1	13-12-2001
		EP 0975814 A1	02-02-2000
		FI 971625 A	18-10-1998
		WO 9848061 A1	29-10-1998
FR 2909100 A1	30-05-2008	AUCUN	
US 3278345 A	11-10-1966	AUCUN	