

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 13.09.91.

30 Priorité :

43 Date de la mise à disposition du public de la demande : 19.03.93 Bulletin 93/11.

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

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71 Demandeur(s) : INNOVATIQUE (SA) — FR.

72 Inventeur(s) : Dervieux Georges, Bares Jean, Jacquot Patrick, Dubois Sophie et German Joséphine.

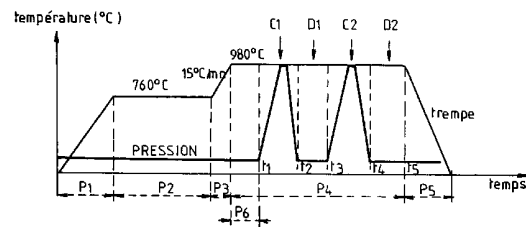
73 Titulaire(s) :

74 Mandataire : Cabinet Moutard.

54 Procédé et dispositif de cémentation d'un acier dans une atmosphère à basse pression.

57 Le procédé de cémentation selon l'invention consiste à porter les pièces à traiter à une température comprise entre 800 °C et 1100 °C, de préférence supérieure à 900 °C, dans une atmosphère gazeuse exempte d'oxygène maintenue par pompage à une pression comprise entre 1 et 5 mbar, et à procéder à une pluralité de phases d'enrichissement en carbone successives (C₁, C₂) obtenues chacune par une injection de durée limitée, d'un gaz de traitement comprenant un ou plusieurs hydrocarbures purs, chaque phase d'enrichissement (C₁, C₂) présentant une durée inférieure au temps de passage en phase de saturation de l'austénite, ces phases d'enrichissement étant séparées par des phases de diffusion sous vide (D₁, D₂) de plus grande durée permettant d'ajuster la teneur superficielle en carbone.

L'invention permet de simplifier le mécanisme de transfert de carbone et d'éviter les effets néfastes de la surcarburation.



5

10

- 1 -

PROCEDE ET DISPOSITIF DE CEMENTATION D'UN ACIER DANS UNE
ATMOSPHERE A BASSE PRESSION.

15 D'une manière générale, on sait que l'un des principaux
traitements de durcissement superficiel des aciers le
plus usité actuellement dans le domaine de la mécanique
générale est, sans conteste, la cémentation.

20 Ce traitement permet d'augmenter la dureté de surface,
les caractéristiques mécaniques, la limite de fatigue
superficielle ou de roulement, et la tenue à l'usure
d'organes mécaniques fortement sollicités comme les
engrenages, les axes de transmission, les cames, etc...

25

A l'heure actuelle, ce traitement est réalisé dans un
four à charge (ou non) à l'intérieur duquel les pièces
sont amenées à une température de traitement dans une
atmosphère à base d'azote et de méthanol.

30

Cette technique, qui est très diffusée, présente cepen-
dant un certain nombre d'inconvénients dus, en grande
partie, à l'oxygène présent dans l'atmosphère cémentante.

35

En effet, cet oxygène réagit à la surface de l'acier par
phénomène d'oxydation intergranulaire. Cette dernière
fragilise la structure superficielle en diminuant locale-
ment la dureté et surtout la limite de fatigue.

En outre, l'oxygène présent a pour effet de limiter le transfert du carbone au niveau de l'interface entre la phase gazeuse cémentante et le solide à cémenter. Ce phénomène limite donc la vitesse de cémentation.

Pour remédier à ces inconvénients, les équipements de cémentation sont fréquemment pourvus de sonde à oxygène et d'analyseur à infra-rouge, de façon à contrôler le potentiel carbone dans l'atmosphère.

Toutefois, bien que contrôlant la phase de cémentation, ces systèmes ne peuvent que limiter, mais sans cependant l'éliminer, l'effet néfaste de la présence de l'oxygène dans l'atmosphère de traitement. Par ailleurs, du point de vue mécanique, la couche superficielle présentant le phénomène d'oxydation intergranulaire, doit être généralement éliminée par de coûteuses opérations de rectification.

A ces inconvénients, s'ajoutent ceux résultant des particularités de la loi d'enrichissement en carbone d'un acier. Selon cette loi, l'enrichissement en carbone qui est linéaire en fonction du temps, en dessous du seuil de saturation de l'austénite, devient fonction de la racine carrée du temps au-delà de ce seuil (régime diffusionnel - loi de Fick).

Au cours de ce régime diffusionnel, il se produit un carbure de fer, très dur et très fragile appelé cémentite (Fe_3C) ainsi que de la suie.

En outre, compte tenu du fait que les traitements sont effectués à la pression atmosphérique, et que la teneur en gaz de traitement est difficilement contrôlable avec précision, on constate :

- une hétérogénéité de traitement,

- un contrôle impossible de l'enrichissement,
- un taux de "cracking" très faible du gaz de traitement (en général du CH₄) et un mauvais rendement en carbone bas.

5

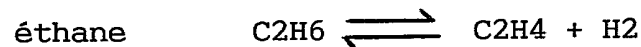
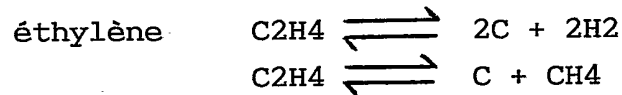
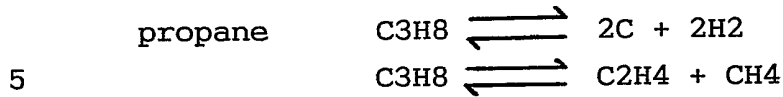
Pour tenter d'éviter les effets néfastes de la surcarburation au cours du régime diffusionnel, on a proposé de réduire, au cours de cette phase, la teneur en gaz de traitement par dilution, en injectant dans le four un gaz neutre. Toutefois, cette solution ne permet pas d'obtenir
10 une élimination totale du gaz de traitement et exige un temps relativement important pour réduire suffisamment le taux de gaz de traitement.

15 L'invention a donc plus particulièrement pour but de supprimer tous ces inconvénients.

Elle propose, à cet effet, un procédé de cémentation consistant à porter les pièces à traiter à une température de traitement relativement haute (comprise entre
20 800°C et 1100°C, de préférence supérieure à 900°C) dans une atmosphère gazeuse exempte d'oxygène maintenue par pompage à basse pression (de 1 à 10 mbar, de préférence 5 mbar), et à procéder à une pluralité de phases d'enrichissement en carbone successives, obtenues chacune par
25 une injection, de durée limitée, d'un gaz de traitement comprenant un ou plusieurs hydrocarbures purs (par exemple de type CH₄, C₃H₈ ...), chaque phase d'enrichissement présentant une durée inférieure au temps
30 de passage en phase de saturation de l'austénite, ces phases d'enrichissement étant séparées par des phases de diffusion sous vide de plus grande durée permettant d'ajuster la teneur superficielle en carbone.

35 Le principe de ce procédé de cémentation repose sur les mécanismes de dissociation des hydrocarbures à la pression et à la température de traitement qui conduisent à obtenir des hydrocarbures plus simples et finalement du

carbone et de l'hydrogène, les principales réactions étant :

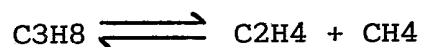


15 En fait, l'agent cémentant principal est l'éthylène issu du "cracking", du propane ou de l'éthane, le méthane étant le composé le moins efficace.

20 Le procédé précédemment décrit (pression réduite/température élevée) permet de s'affranchir de la plupart des inconvénients des techniques antérieures, tout en permettant un accroissement des cinétiques de cémentation.

25 Grâce au fait que la génération de carbone actif est obtenue par simple dissociation de molécules d'hydrocarbure, le mécanisme du transfert de carbone est considérablement simplifié.

30 Ce phénomène de dissociation est amélioré, à basse pression, en raison de la loi de déplacement des équilibres (loi de Le Chatelier) : une baisse de pression à température constante, produit la réaction qui entraîne une augmentation de volume du système et inversement. On constate que ce processus tend à favoriser les réactions
 35 du type :



Un autre avantage important du procédé selon l'invention consiste en ce qu'il permet de contrôler le temps de séjour du gaz dans le four : Dès que cesse l'injection (qui a causé une élévation de pression), le gaz se trouve
5 rapidement pompé jusqu'à ce que la pression retourne à sa valeur initiale à laquelle la teneur en gaz de traitement est négligeable. Il devient alors possible d'éviter le passage en dessous du seuil de saturation de l'austénite et les inconvénients qui en résultent.

10

En outre, les consommations de gaz de traitement sont réduites, tandis que la sécurité du système est améliorée.

15

Comme précédemment mentionné, l'invention concerne également un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé précédemment décrit, ce dispositif faisant intervenir un four de traitement thermique ou thermochimique sous vide, équipé de moyens de chauffage aptes à porter les pièces à
20 traiter à une température de l'ordre de 800°C à 1100°C, des moyens de pompage permettant d'abaisser la pression à l'intérieur du four à une valeur de l'ordre de 1 à 10 mbar, et des moyens permettant d'injecter périodiquement des gaz de traitement à l'intérieur du four, pendant
25 une durée déterminée.

30

Il s'avère que dans les installations classiques de ce type, une des difficultés majeures à résoudre est d'obtenir une homogénéité du traitement sur toutes les
pièces d'une charge et sur toutes les formes de chacune de ces pièces.

35

Pour atteindre cet objectif industriel, on a songé à faire tourner la charge contenant les pièces à traiter devant les buses d'injection d'hydrocarbure.

Toutefois, cette solution est délicate à mettre en oeuvre et manque de fiabilité industrielle en raison de la dif-

ficulté à mettre en rotation une charge portée à haute température.

5 Afin de résoudre ce problème, l'invention propose un système d'injection de gaz qui permet de faire tourner le flux gazeux d'hydrocarbure dans l'enceinte du four quelle que soit sa géométrie, et ceci, afin de cémenter tout type de pièces, de façon homogène, sans introduire de mécanisme complexe en partie chaude du four.

10

Ce résultat est obtenu en utilisant une pluralité de buses d'injection judicieusement placées en fonction de la géométrie du four, chacune de ces buses étant associée à une électrovanne pilotée par un ordinateur programmé de manière à engendrer une séquence d'ouverture et de fermeture, de façon à obtenir une atmosphère de gaz cémentant pulsé, en mouvement permanent, circulaire ou hélicoïdal.

20

Des modes d'exécution de l'invention seront décrits ci-après, à titre d'exemples non limitatifs, avec référence aux dessins annexés dans lesquels :

25

La figure 1 est un diagramme de température et de pression en fonction du temps, d'un cycle de cémentation à basse pression, conforme au procédé selon l'invention ;

30

La figure 2 est une représentation schématique d'une installation de traitement utilisant un four cloche ;

35

Les figures 3 et 4 sont des vues (respectivement axiale et radiale) du moufle du four utilisé dans l'installation de la figure 2, ces vues montrant l'implantation des buses d'injection de gaz de traitement ;

La figure 5 est une représentation schématique du circuit d'injection du gaz de traitement ;

5 La figure 6 est une représentation illustrant une séquence d'ouverture/fermeture des électrovannes du circuit de la figure 5 ;

10 La figure 7 est une vue schématique montrant un mode d'implantation des buses d'injection dans un four présentant un moufle parallélépipédique ;

15 La figure 8 montre l'implantation des buses dans la paroi latérale gauche, la paroi supérieure, et la paroi latérale droite du moufle représenté figure 7.

Tel que représenté sur la figure 1, le cycle thermique de cémentation comprend successivement :

20

- une première phase P₁ de montée en température allant de la température ambiante à une température de 760°C, cette élévation de température s'effectuant à une vitesse de 15°C/mn ;

25

- un premier palier P₂ (par exemple de 1 heure) à la température de 760°C ;

30

- une deuxième phase P₃ de montée en température amenant les pièces de la température du palier (760°C) à la température de traitement (ici de 980°C) ;

35

- une phase P₄ de maintien en température à la température de traitement ; et

- une phase P₅ de refroidissement pouvant consister par exemple en une trempe.

Au cours de ce cycle thermique, la pression à l'intérieur du four (indiquée en traits épais) est maintenue par pompage à une valeur relativement basse jusqu'à un instant t_1 qui suit une phase P₆ d'homogénéisation thermique des pièces à la température de traitement (par exemple 30 mn après que la température ait atteint la température de traitement).

En effet, à l'instant t_1 , on amorce une première phase C₁ d'enrichissement en carbone, en effectuant une première injection de gaz de traitement, pendant une courte durée (de 1 s à 5 mn). Cette injection a pour effet d'accroître légèrement la pression pendant une durée calculée de manière à éviter de dépasser le seuil de saturation de l'austénite. Du fait du pompage du gaz injecté, la pression retourne ensuite rapidement à sa valeur initiale (instant t_2). La durée de cette phase d'enrichissement C₁ est, en général, de l'ordre de quelques secondes à quelques minutes.

A partir de l'instant t_2 , on amorce une première phase de diffusion D₁ (diffusion du carbone vers le coeur de l'acier) au cours de laquelle la température est maintenue à la température de traitement, et l'atmosphère à basse pression ne contient pratiquement plus de gaz de traitement pour permettre un enrichissement en carbone.

A la fin de cette phase de diffusion D₁, instant t_3 , on déclenche une seconde phase d'enrichissement en carbone C₂ en effectuant une seconde injection de gaz de traitement. La durée de cette deuxième phase d'enrichissement peut être différente de celle de la première, à condition qu'on ne dépasse pas le seuil de saturation précédemment évoqué.

Le traitement se termine par la trempe sous vide au moyen d'huile ou de gaz surpressé (phase P₅) qui intervient (instant t_5) après une phase de diffusion D₂ (instant t_4)

d'une durée sensiblement égale à celle de la phase de diffusion D₁.

5 Pendant la phase de trempe P₅, la température passe brutalement de la température de traitement à la température ambiante correspondant à l'opération de trempe de l'acier ou de durcissement de l'acier cémenté.

10 Bien entendu, l'invention ne se limite pas au cycle de traitement précédemment décrit : Ainsi, par exemple, le nombre de phases d'enrichissement et le nombre de phases de diffusion pourraient être supérieurs à deux en fonction de la profondeur cémentée désirée.

15 La figure 2 montre une installation apte à effectuer un traitement de cémentation à basse pression utilisant un four de traitement thermique sous vide de type cloche, c'est-à-dire comprenant une enceinte étanche comportant un corps cylindrique 1, axé verticalement et ouvert dans
20 sa partie inférieure, ce corps étant mobile et monté de façon étanche et déconnectable sur une base circulaire 2 formant la sole du four sur laquelle sont posées les pièces à traiter.

25 Le corps 1 renferme un moufle cylindrique 3 en matériau réfractaire, à l'intérieur duquel sont disposées des résistances chauffantes électriques 4 permettant d'assurer un chauffage des pièces par rayonnement.

30 Le volume intérieur du four est connecté à un circuit d'aspiration comprenant une pompe à vide 5 pilotée par un circuit de régulation au moins partiellement logé dans une armoire de commande 6.

35 Cette armoire de commande 6 renferme, par ailleurs, les instruments électroniques usuels tels que des afficheurs ou des enregistreurs ainsi que le dispositif de programmation et de régulation du chauffage.

Par ailleurs, le volume intérieur de l'enceinte est raccordé à un système d'injection de gaz de traitement comprenant une ou plusieurs (ici, une source de propane et une source d'azote) sources de gaz G₁, G₂ reliées à des buses d'injection 7 qui traversent l'ensemble corps 1/moufle 3, par l'intermédiaire d'un circuit comportant successivement un débit-mètre 8 et des électrovannes (bloc 9) associées chacune à une ou plusieurs buses d'injection 7.

Dans cet exemple, le four comprend six groupes de trois buses (B₁ à B₁₈) disposées verticalement les unes au-dessus des autres, ces groupes étant décalés angulairement de 60° les uns par rapport aux autres (figures 3 et 4).

La figure 6 est une vue déroulée de la surface cylindrique du moufle 3, dans laquelle on a indiqué les emplacements des buses d'injection B₁ à B₁₈, tandis que la figure 5 montre un mode d'exécution d'un circuit d'injection comprenant neuf électrovannes E₁ à E₉, à raison d'une électrovanne pour deux buses d'injection appartenant chacune à deux groupes différents.

Le pilotage de l'ouverture et de la fermeture de ces électrovannes est réalisé par un micro-ordinateur 11 convenablement programmé de manière à obtenir, au cours des phases d'enrichissement, un courant de gaz cémentant pulsé en mouvement permanent.

En effectuant une séquence d'ouverture/fermeture des électrovannes associées aux buses d'injection représentées sur la figure 6 dans l'ordre suivant (1, 9, 17 - 2, 10, 18 - 3, 11, 13 - 4, 12, 14 - 15, 7, 5 - 16, 8, 6), on obtient une hélice montante et descendante. Avantageusement, chaque électrovanne pourra travailler pendant 2,77 centièmes de seconde pendant une boucle de durée de l'ordre de 0,5 seconde. Le gaz cémentant pourra, quant à

lui, avoir à la sortie des buses d'injection une vitesse de 1,48 m/s.

5 Par ailleurs, deux électrovannes supplémentaires E10 et E11 sont prévues à la sortie des deux sources G1, G2 de manière à envoyer dans le circuit d'injection, soit le gaz cémentant (propane), soit le gaz neutre (azote) utilisé pour nettoyer les buses après chaque phase de cémentation.

10

Comme précédemment mentionné, la figure 7 montre un mode d'implantation des buses d'injection dans un four dont on a simplement représenté schématiquement le moufle 12, de forme parallélépipédique.

15

Dans cet exemple, les faces latérales droite et gauche FD, FG du moufle 12 sont traversées par trois batteries de cinq buses d'injection alignées horizontalement sur trois niveaux respectifs, chaque buse étant indiquée par un point.

20

La face supérieure FS du moufle 12 est, quant à elle, traversée par trois batteries de cinq buses d'injection axées parallèlement aux batteries des faces latérales.

25

Sur la figure 8, les buses de chacune de ces faces sont numérotées de +1 à +18 dans l'ordre de leur ouverture, au cours d'un cycle d'injection, étant entendu que l'électrovanne qui porte le même numéro sur chacune des trois faces du four, s'ouvre en même temps et que la séquence se déroule par ordre croissant des numéros. La vitesse d'injection du gaz en sortie des buses peut être, ici, de l'ordre de 4,71 m/s.

30

35 Grâce à cette disposition, on obtient à l'intérieur du moufle une hélice de gaz horizontale à chaque cycle d'ouverture/fermeture des électrovannes.

A titre d'exemple, dans un four cloche du type de celui décrit sur la figure 2, le traitement sur un rond de diamètre 40 mm, d'épaisseur 12 mm, un acier de type 16 MC 5, peut s'effectuer dans les conditions suivantes :

5

- température sur pièce = 960°C,
- débit de propane = 5 l/mn,
- temps total d'injection de propane = 423 s,
- pression = 3,7 mbar.

10

Les résultats suivants ont été obtenus :

- profondeur conventionnelle cémentée = 5/10^{ème} de millimètre,
- 15 - dureté superficielle (HV 0,1) = 690 à 724 HV,
- % carbone superficiel = 0,75 %,
- flux carbone (mg/h/cm²) = 15,
- grosseur de grain = 7-8.

Revendications

1. Procédé de cémentation de pièces en acier, caractérisé en ce qu'il consiste à porter les pièces à
5 traiter à une température comprise entre 800°C et 1100°C, de préférence supérieure à 900°C, dans une atmosphère gazeuse exempte d'oxygène maintenue par pompage à une pression comprise entre 1 et 5 mbar, et à procéder à une pluralité de phases d'enrichissement en carbone succes-
10 sives (C₁, C₂), obtenues chacune par une injection de durée limitée, d'un gaz de traitement comprenant un ou plusieurs hydrocarbures purs, chaque phase d'enrichissement (C₁, C₂) présentant une durée inférieure au temps de passage en phase de saturation de
15 l'austénite, ces phases d'enrichissement (C₁, C₂) étant séparées par des phases de diffusion sous vide (D₁, D₂) de plus grande durée permettant d'ajuster la teneur superficielle en carbone.

20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température de traitement est supérieure à 900°C.

25 3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la pression est égale ou voisine de 5 mbar.

30 4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le gaz injecté est du propane ou du méthane, dont le "cracking" produit de l'éthylène et du méthane qui agissent en tant qu'agent cémentant principal.

35 5. Procédé selon l'une des revendications précédentes,

caractérisé en ce que l'injection est réalisée de manière à faire tourner le flux gazeux autour de la charge à traiter.

5 6. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications précédentes, ce dispositif faisant intervenir un four de traitement thermique sous vide du type comprenant, à l'intérieur d'une enceinte étanche (1, 2) connectée à une station de pompage (5), un
10 moufle thermiquement isolant (3) équipé de moyens de chauffage (4), à l'intérieur duquel sont disposées les charges à traiter, et des moyens (G₁, G₂, 7, 8, 9) permettant d'injecter à l'intérieur du four un gaz de traitement,
15 caractérisé en ce que la station de pompage (5) est conçue de manière à pouvoir obtenir à l'intérieur de l'enceinte, une pression de l'ordre de 1 à 10 mbar, en ce que les moyens de chauffage (4) sont conçus de manière à porter la charge disposée à l'intérieur du four, à une
20 température comprise entre 800°C et 1100°C, et en ce que les moyens d'injection (G₁, G₂, 7, 8, 9) sont conçus pour effectuer des phases d'injection de durée limitée calculées de manière à ne pas dépasser le seuil de saturation de l'austénite.

25 7. Dispositif selon la revendication 6, caractérisé en ce que la durée de chaque phase d'injection est comprise entre 1 s et 5 mn.

30 8. Dispositif selon l'une des revendications 6 et 7, caractérisé en ce que chaque phase d'injection est réalisée au moyen d'une pluralité de buses d'injection (7) dont le débit est commandé par des électrovannes (9), la
35 disposition des buses à l'intérieur du four et le pilotage des électrovannes (9) étant conçus de manière à obtenir un mouvement de rotation du flux gazeux autour de la charge.

9. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que le mouvement du flux gazeux est une hélice montante et descendante.

5

10. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que le mouvement du flux gazeux est une hélice horizontale.

FIG. 1

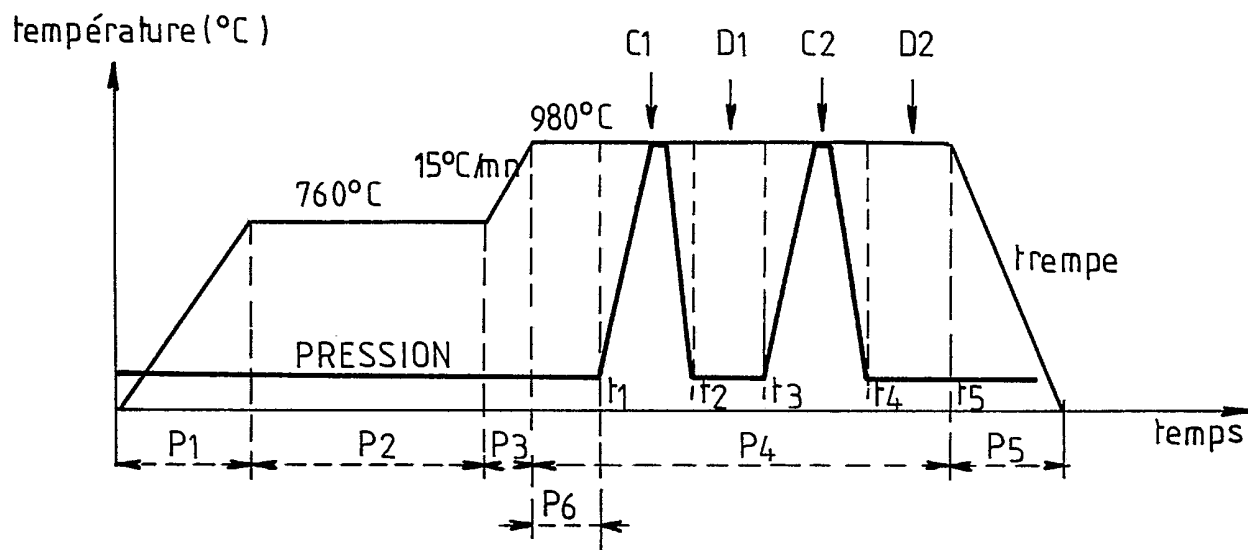


FIG. 2

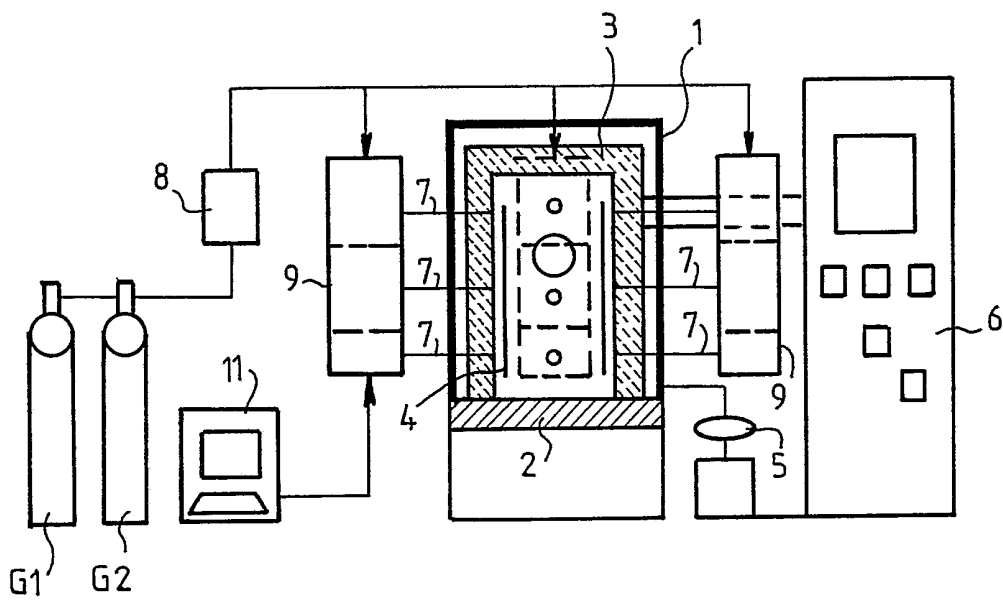


FIG. 3

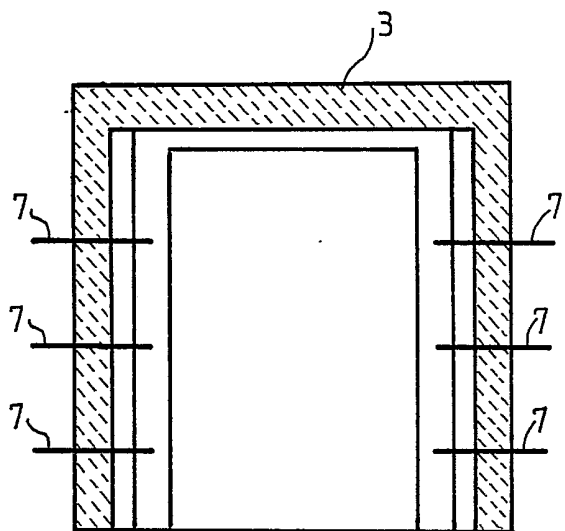


FIG. 4

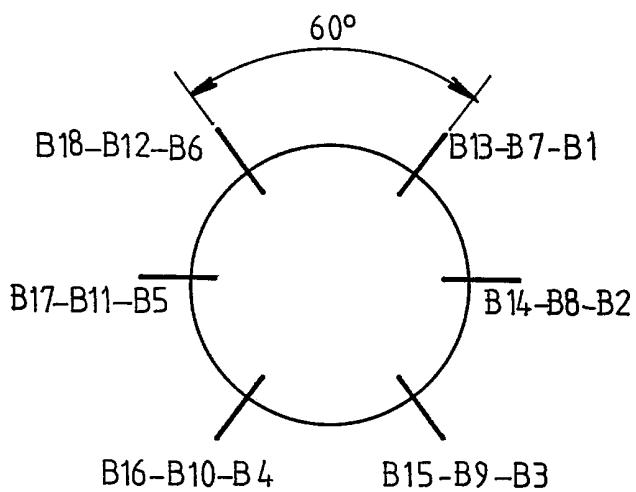


FIG. 5

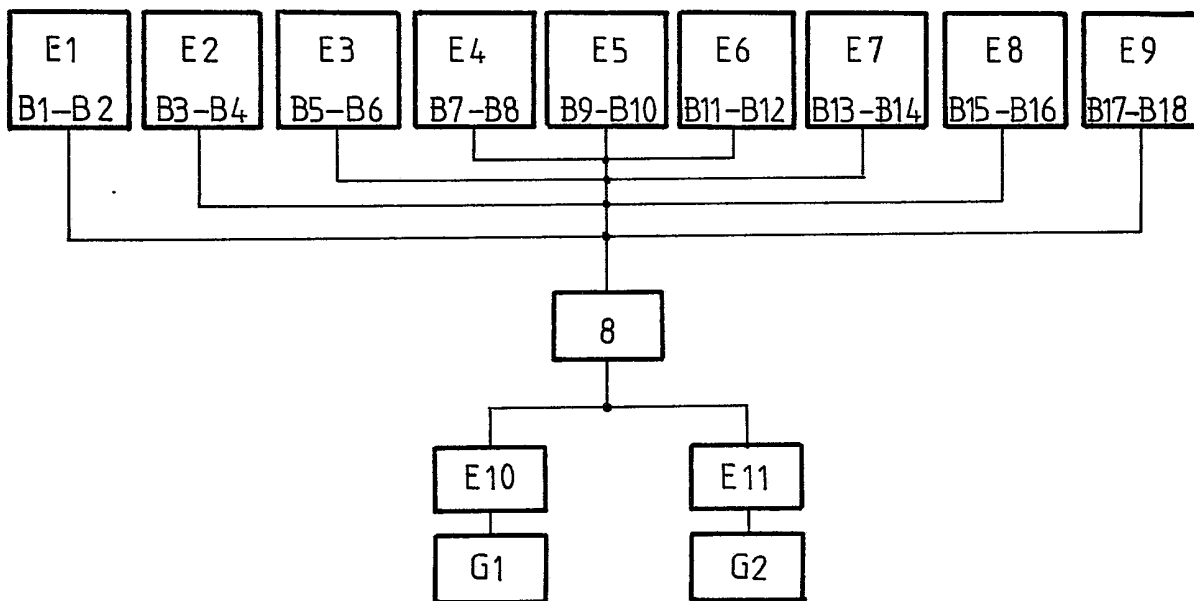


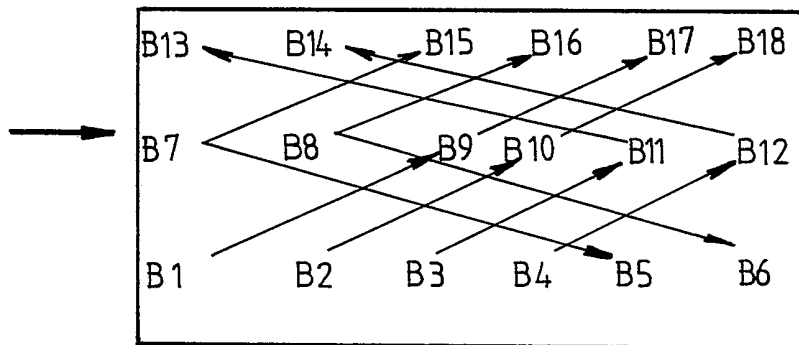
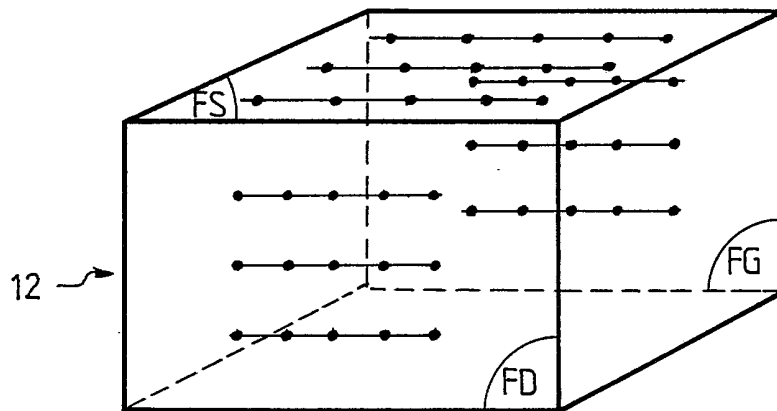
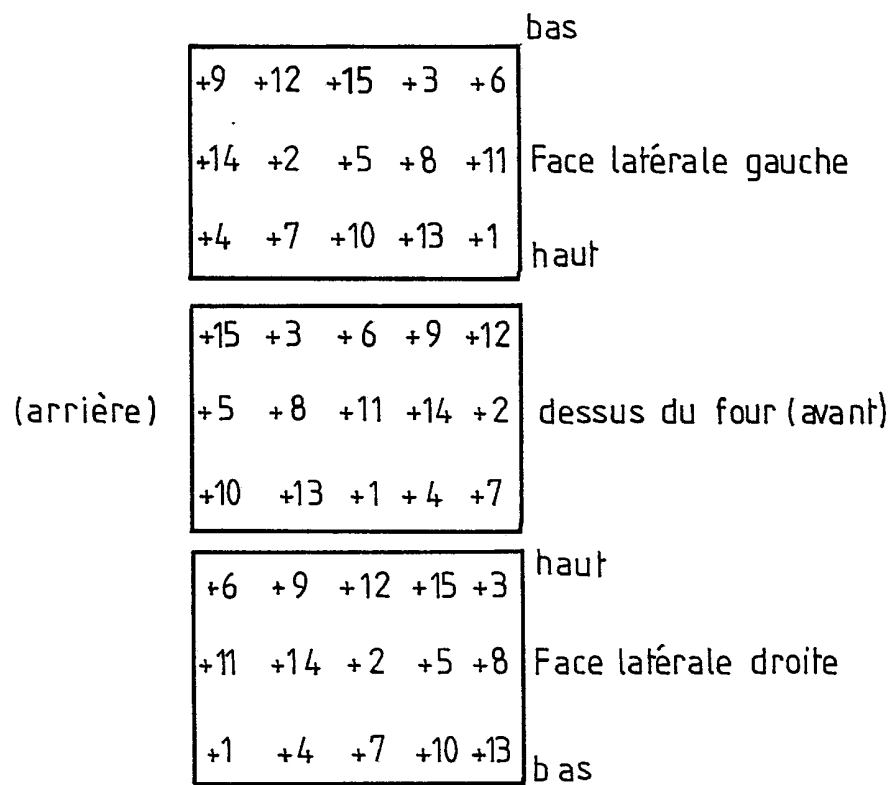
FIG. 6FIG. 7

FIG. 8

INSTITUT NATIONAL

de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE

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

FR 9111304
FA 461903

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	FR-A-2 154 398 (C.I. HAYES) * revendications 1-15; figures 1,2 * ---	1-4, 6, 7
Y	GB-A-1 559 690 (BRITISH STEEL CORPORATION) * page 2; revendications 1-6 * ---	1-4, 6, 7
A	EP-A-0 049 530 (LINDE A.G.) * page 8, ligne 9 - ligne 31; revendications 1-7 * ---	1-4, 6, 7
A	METAL SCIENCE AND HEAT TREATMENT vol. 21, no. 7-8, Juillet 1979, NEW-YORK US pages 633 - 638; S.N. TSEPOV: 'characteristic features of carburizing of steel during vacuum carburizing' * article en entier* ---	1-4, 6, 7
A	EP-A-0 080 124 (LINDE A.G.) * page 4, ligne 9-11 * * page 6 * ---	1-4, 6, 7
A	US-A-4 160 680 (RUSSELL F. NOVY) * revendications 1-11; figures 1-6 * -----	1-10
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		C23C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
17 MARS 1992		ELSEN D. B.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

EPO FORM 1503 03.82 (P0413)