

Description

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

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

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

Ainsi, on connaît par les documents US-A-4 108 693 et Metallurgical Transactions B, 13B, Juin 1982, pages 267-273, des procédés de cémentation d'aciers par traitement thermique au moyen de mélanges gazeux comprenant de l'azote, un hydrocarbure et de l'hydrogène, à la pression atmosphérique.

On connaît aussi des procédés de cémentation à basse pression qui présentent certains avantages par rapport aux procédés opérant à la pression atmosphérique comme il est décrit aux p. 47 et 48 du document Advanced Materials & Processes, 137(3), Mars 1990, p. 41-48.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Ce dispositif, décrit dans le cas d'un four à double vide et revendiqué dans la revendication 12, est applicable également en four à paroi froide.

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

- les figures 1a, 1b et 1c se rapportent à l'exemple 1 relatif à la cémentation sur une profondeur classique de 1,80 mm de pièces en acier 16 NCD 13.
 - Les figures 2a, 2b, 2c et 2d se rapportent à l'exemple 2 relatif à la cémentation de pièces à géométrie difficile comportant des alésages borgnes ou ouverts en acier 14 NC 12.
 - La figure 2c, se rapportant à l'exemple 2 est un schéma représentatif de la disposition des pièces en cours de traitement.
 - Les figures 3a, 3b et 3c se rapportent à l'exemple 3 relatif à la cémentation sur une profondeur très faible de 0,25 mm de pièces en acier 16 NCD 13.
 - Les figures 4a, 4b et 4c se rapportent à l'exemple 4 relatif à la cémentation de pièces en acier Z 15 CN 17.03.
 - Les figures 5a, 5b et 5c se rapportent à l'exemple 5 relatif à la cémentation de pièces en acier Z 20 WC 10.
 - Les figures 6a, 6b et 6c se rapportent à l'exemple 6 relatif à la cémentation de pièces en acier Z 38 CDV 5.
 - Les figures 7a et 7b se rapportent à l'exemple 7 relatif à la cémentation de pièces en superalliage base Co : KC 20 WN.
 - La figure 8 représente la cuve de cémentation comportant le dispositif de circulation du gaz carburant dans la cuve.
 - La figure 9 représente un four de cémentation à double vide (paroi chaude).
- Pour faciliter la lecture des 7 exemples donnés ci-après, on donne ici quelques précisions.

Compositions des alliages métalliques soumis à la cémentation							
Norme AFNOR	Pourcent en poids						
	C	Ni	Cr	Mo	W	V	Co
Acier 16 NCD 13	0,16	3,2	1	0,25			
Acier 14 NC 12	0,14	3	0,75				
Acier Z 15 CN 17.03	0,15	3	17				
Acier Z 20 WC 10	0,20		3		10		
Acier Z 38 CDV 5	0,38		5	1,3		0,4	
Alliage KC 20 WN	0,10	10	20		15		Complément

Utilisation des alliages métalliques cémentés

Acier 16 NCD 13

Engrenages, moyeux, arbres, ...
Bagues de roulement
Pièces de sécurité aéronautiques en général

Acier 14 NC 12

Engrenages, moyeux, arbres, ...

Acier Z 15 CN 17.03

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

Acier Z 20 WC 10

Pistes de roulement rapportées pour utilisation à chaud (aéronautique)

5 Acier Z 38 CDV 5

Pièces d'outillage en général

Ex : Matrices, poinçons, moules

10 Super alliage base Cobalt KC 20 WN

Pièces de turbo machines en général

Compositions de réactifs utilisés pour les attaques micrographiques

15

Nital	Acide nitrique d = 1,38 : Alcool éthylique	2 %
Italien	Acide chlorhydrique Acide acétique Acide picrique cristallisé	80 ml 48 ml 12 g
Bichromate	Alcool éthylique Acide sulfurique Bichromate de potassium Eau déminéralisée	800 ml 10 ml 10 g 1000 ml

20

25

30

35

40

45

50

55

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

CONDITIONS EXPERIMENTALES

CEMENTATION à 980°C

(Phases 1 à 5 ordre chrono)

1) Austénitisation (980°C)
Vide maximal
Durée du maintien

: 10⁻² hPa
: 0h30

2) Causage Vide à l'Hydrogène (980°C)
Pression absolue
Sans maintien

: 500 hPa

3) Enrichissement en carbone (980°C)
Pression absolue
Durée du maintien

: 35 hPa
: 2h00

Gaz carburant éthylène
% éthylène résiduel
dans gaz évacué

: 130 l/h (à P_{atm})
: 7

4) Diffusion (980°C)

Pression absolue
Durée du maintien

: ≤ 10⁻¹ hPa
: 3h30

5) Causage du Vide à l'Azote à P_{atm}

TRAITEMENT D'EMPLOI

Austénitisation à 825°C
sous vide
Trempé à l'huile
Revenu à 140°C

EXEMPLE N°2 : ALESAGES BORGNES ET OUVERTS
ACIER 14 NC 12

CONDITIONS EXPERIMENTALES

CEMENTATION A 880°C
(Phases 1 à 5 ordre chrono)

- 1) Austénitisation (880°C)
Vide maximal
Durée du maintien

: 10⁻² hPa
: 0h30
- 2) Cassage Vide à l' Hydrogène (880°C)
Pression absolue
Sans maintien

: 500 hPa
- 3) Enrichissement en carbone (880°C)
Pression absolue
Durée du maintien
Gaz carburant éthylène
% éthylène résiduel
dans gaz évacué

: 30 hPa
: 1h25
: 145 l/h (à Press)
: 20
- 4) Diffusion (880°C)
Pression absolue
Durée du maintien

: 5 10⁻¹ hPa
: 0h20
- 5) Cassage du Vide à l'Azote à Press

TRAITEMENT D'EMPLOI

- Austénitisation à 825°C
sous vide
Trempe à l'huile
Revenu à 140°C

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

CONDITIONS EXPERIMENTALES

CEMENTATION A 820°C

(Phases 1 à 5 ordre chrono)

1) Austénitisation (820°C)

Vide maximal

Durée du maintien

2) Cassage Vide à l'Hydrogène (820°C)

Pression absolue

Sans maintien

3) Enrichissement en carbone (820°C)

Pression absolue

Durée du maintien

Gaz carburant éthylène

% éthylène résiduel

dans gaz évacué

4) Diffusion (sans)

5) Cassage du Vide à l'Azote à Pression

TRAITEMENT D'EMPLOI

Austénitisation à 820°C

sous vide

Trempe à l'huile

Revenu à 140°C

: 25 hPa

: 1h00

: 150 l/h (à Pression)

: 30

EXEMPLE N°4 : ACIER Z15CN 17.03

CONDITIONS EXPERIMENTALES

CEMENTATION A 980°C (Phases 1 à 8 ordre chrono)

TRAITEMENT D'EMPLOI

1) Austénitisation (1020°C)	5) Cassage Vide à l'Hydrogène (980°C)	Austénitisation à 1020°C sous vide Trempe à l'huile Passage au froid -75°C Revenu à 250°C
Vide maximal : 10 ⁻³ hPa	Pression absolue : 500 hPa	
Durée du maintien : 0h30	Sans maintien	
Refroidissement dans le four jusqu'à : 980°C		
2) Cassage Vide à l'Hydrogène (980°C)	6) Enrichissement en carbone (980°C)	
Pression absolue : 500 hPa	Pression absolue : 35 hPa	
Sans maintien	Durée du maintien : 6h45	
	Gaz carburant éthylène : 135 l/h (à P _{amb})	
	% Ethylène résiduel : 8	
	dans gaz évacué	
3) Enrichissement en carbone (980°C)	7) Diffusion (980°C)	
Pression absolue : 35 hPa	Pression absolue : ≤10 ⁻¹ hPa	
Durée du maintien : 0h45	Durée du maintien : 4h45	
Gaz carburant éthylène : 135 l/h (à P _{amb})		
% Ethylène résiduel : 8		
dans gaz évacué		
4) Diffusion (980°C)	8) Cassage Vide à l'Azote à P _{amb}	
Pression absolue : ≤10 ⁻¹ hPa		
Durée du maintien : 0h10		

EXEMPLE N°5 : ACIER Z20WC10

CONDITIONS EXPERIMENTALES

CEMENTATION A 940°C

(Phases 1 à 8 ordre chron)

TRAITEMENT D'EMPELOI

- | | | |
|---|---|--|
| 1) Austénitisation (1010°C) | 5) Cassage Vide à l'Hydrogène (940°C) | Austénitisation à 1100°C
sous vide
Trempe au gaz neutre
Passage au froid -75°C
1er Revenu à 560°C
2ème Revenu à 560°C |
| Vide maximal : 10 ⁻² hPa | Pression absolue : 500 hPa | |
| Durée de maintien : 0h30 | Sans maintien | |
| Refroidissement dans la four jusqu'à : 940°C | | |
| 2) Cassage Vide à l'Hydrogène (940°C) | 6) Enrichissement en carbones (940°C) | |
| Pression absolue : 500 hPa | Pression absolue : 30 hPa | |
| Sans maintien | Durée de maintien : 1h15 | |
| | Gaz carburant éthylène : 140 l/h (à P _{atm}) | |
| | % Ethylène résiduel : 10 | |
| | dans gaz évacué | |
| 3) Enrichissement en carbones (940°C) | 7) Diffusion (sans) | |
| Pression absolue : 30 hPa | | |
| Durée de maintien : 0h45 | | |
| Gaz carburant éthylène : 140 l/h (à P _{atm}) | | |
| % Ethylène résiduel : 10 | | |
| dans gaz évacué | | |
| 4) Diffusion (940°C) | 8) Cassage Vide à l'Azote à P _{atm} | |
| Pression absolue : ≤ 10 ⁻¹ hPa | | |
| Durée de maintien : 0h10 | | |

EXEMPLE N°6 : ACIER Z 38 CDV 5

CONDITIONS EXPERIMENTALES

CEMENTATION A 960°C (Phases 1 à 8 ordre chrono)

TRAITEMENT D'EMPLOI

1) Austénitisation (980°C)	5) Cassage Vide à l'Hydrogène (960°C)	Austénitisation à 990°C sous vide Trempe à l'AIR Passage au froid -75°C Revenu à 200°C
Vide maximal : 10 ⁻² hPa	Pression absolue : 500 hPa	
Durée du maintien : 0h30	Sans maintien	
Refroidissement dans le four jusqu'à : 960°C		
2) Cassage Vide à l'Hydrogène (960°C)	6) Enrichissement en carbone (960°C)	
Pression absolue : 500 hPa	Pression absolue : 30 hPa	
Sans maintien	Durée du maintien : 1h00	
	Gaz carburant éthylène : 135 l/h (à P _{atm})	
	% Ethylène résiduel : 9	
	dans gaz évacué	
3) Enrichissement en carbone (960°C)	7) Diffusion (960°C)	
Pression absolue : 30 hPa	Pression absolue : ≤10 ⁻¹ hPa	
Durée du maintien : 0h30	Durée du maintien : 2h00	
Gaz carburant éthylène : 135 l/h (à P _{atm})		
% Ethylène résiduel : 9		
dans gaz évacué		
4) Diffusion (960°C)	8) Cassage Vide à l'Azote à P _{atm}	
Pression absolue : ≤10 ⁻¹ hPa		
Durée du maintien : 0h10		

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

CONDITIONS EXPERIMENTALES

CEMENTATION A 1100°C

(Phases 1 à 5 ordre chrono)

1) Austénitisation (1100°C)
Vide maximal
Durée du maintien : 10⁻³ hPa
: 0h30

2) Cassage Vide à l'Hydrogène (1100 °C)
Pression absolue : 500 hPa
Sans maintien

3) Enrichissement en carbone (1100°C)
Pression absolue : 40 hPa
Durée du maintien : 4h00

Gaz carburant éthylène : 150 l/h (à Paum)
% éthylène résiduel : 3
dans gaz évacué

4) Diffusion (1100°C)
Pression absolue : ≤ 10⁻¹ hPa
Durée du maintien : 2h00

5) Cassage du Vide à l'Azote à Paum

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50

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

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

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

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

1.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

**Revendications**

1. Procédé de cémentation sous une pression inférieure à la pression atmosphérique de pièces en alliage métallique spécialement en acier dans lequel on traite dans un four les pièces en alliage métallique en les soumettant à l'action d'un mélange carburant à base d'hydrocarbures gazeux, caractérisé en ce que l'on utilise un mélange carburant constitué uniquement d'hydrogène et d'éthylène à raison de 2 à 60% d'éthylène en volume et que l'on chauffe le four entre environ 820 °C et environ 1100 °C suivant la nature des métaux constituant les pièces et la profondeur souhaitée d'incorporation du carbone.
2. Procédé de cémentation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :
 - a) prévidage de la cuve du four jusqu'à une pression de 10^{-1} hPa de façon à éliminer l'air,
 - b) remplissage de la cuve par de l'azote purifié à la pression atmosphérique,
 - c) enfournement de la cuve contenant les pièces métalliques,
 - d) mise sous vide de la cuve à 10^{-2} hPa,
 - e) chauffage jusqu'à la température d'austénitisation et maintien à cette température pour l'homogénéisation des pièces,
 - f) introduction d'hydrogène jusqu'à 500 hPa,
 - g) enrichissement en carbone par introduction du gaz carburant à base d'éthylène à une pression de 10 à 100 hPa suivant les cas,
 - h) diffusion sous vide à 10^{-1} hPa,
 - i) introduction d'azote pour défournement.
3. Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier 16 NCD 13, caractérisé en ce qu'il comporte les cinq étapes suivantes :
 - 1) austénitisation sous vide pendant une demi-heure à 980 °C,
 - 2) cassage du vide à 980 °C à l'hydrogène jusqu'à atteindre une pression de 500 hPa,
 - 3) enrichissement en carbone à 980 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 2 heures à une pression de 35 hPa,
 - 4) diffusion à 980 °C pendant 3 heures 30 mn à une pression inférieure ou égale à 10^{-1} hPa,
 - 5) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphériquesuivi d'un traitement d'emploi à 825 °C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 1,80 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.
4. Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier 14 NC 12, caractérisé en ce qu'il comporte les cinq étapes suivantes :
 - 1) austénitisation sous vide pendant une demi-heure à 880 °C,
 - 2) cassage du vide à 880 °C à l'hydrogène jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
 - 3) enrichissement en carbone à 880 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 1 heure et 25 mn à une pression de 30 hPa,
 - 4) diffusion à 880 °C pendant 0 heure et 20 mn à une pression inférieure ou égale à 10^{-1} hPa,
 - 5) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphériquesuivi d'un traitement d'emploi à 825 °C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 0,55 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.
5. Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en acier 16 NCD 13, caractérisé en ce qu'il comporte les cinq étapes suivantes :
 - 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 820 °C,
 - 2) cassage du vide à 820 °C à l'hydrogène jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
 - 3) enrichissement en carbone à 820 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 1 heure à une pression de 25 hPa,
 - 4) diffusion (sans),
 - 5) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphériquesuivi d'un traitement d'emploi à 820 °C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 0,25 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.
6. Procédé de cémentation selon la revendication 2, dans lequel les pièces métalliques sont en superalliage base Co : KC 20 WN, caractérisé en ce qu'il comporte les cinq étapes suivantes :



- 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 1100 °C,
 - 2) cassage du vide à l'hydrogène à 1100 °C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
 - 3) enrichissement en carbone à 1100 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 4 heures à une pression de 40 hPa,
 - 5 4) diffusion à 1100 °C pendant 2 heures à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa,
 - 5) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique,
 - la cémentation est effectuée sur une profondeur totale de 0,8 mm.
7. Procédé de cémentation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes
- 10 suivantes :
- a) prévidage de la cuve du four jusqu'à une pression de 10⁻¹ hPa de façon à éliminer l'air,
 - b) remplissage de la cuve par de l'azote purifié à la pression atmosphérique,
 - c) enfournement de la cuve contenant les pièces métalliques,
 - 15 d) mise sous vide de la cuve à 10⁻² hPa,
 - e) chauffage jusqu'à la température d'austénitisation et maintien à cette température pour l'homogénéisation des pièces,
 - f) introduction d'hydrogène jusqu'à 500 hPa,
 - g) enrichissement en carbone par introduction du gaz carburant à base d'éthylène à une pression de 10 à 100 hPa suivant les cas,
 - 20 h) diffusion sous vide à 10⁻¹ hPa,
 - i) cassage du vide à l'hydrogène,
 - j) enrichissement en carbone par introduction d'un gaz carburant à base d'éthylène à une pression de 10 à 100 hPa,
 - k) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique.
- 25 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'il comprend une étape complémentaire de diffusion entre les étapes j) et k).
9. Procédé de cémentation selon la revendication 8, dans lequel les pièces métalliques sont en acier Z 15
- 30 CN 17.03, caractérisé en ce qu'il comporte les huit étapes suivantes :
- 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 1020 °C et refroidissement dans le four jusqu'à 980 °C,
 - 2) cassage du vide à l'hydrogène à 980 °C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
 - 35 3) enrichissement en carbone à 980 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 45 minutes à une pression de 35 hPa,
 - 4) diffusion à 980 °C pendant 10 minutes à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa,
 - 5) cassage du vide à l'hydrogène à 980 °C à la pression de 500 hPa,
 - 6) enrichissement en carbone à 980 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 6 heures et 45 minutes à une pression de 35 hPa,
 - 40 7) diffusion à 980 °C pendant 4 heures et 45 minutes à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa
 - 8) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique suivi d'un traitement d'emploi à 1020 °C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 1 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.
- 45 10. Procédé de cémentation selon la revendication 7, dans lequel les pièces métalliques sont en acier Z 20 WC 10, caractérisé en ce qu'il comporte les huit étapes suivantes :
- 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 1010 °C et refroidissement dans le four jusqu'à 940 °C,
 - 2) cassage du vide à l'hydrogène à 940 °C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
 - 50 3) enrichissement en carbone à 940 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 45 mn à une pression de 30 hPa,
 - 4) diffusion à 940 °C pendant 10 mn à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa,
 - 5) cassage du vide à l'hydrogène à 940 °C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
 - 6) enrichissement en carbone à 940 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 1
 - 55 heure et 15 minutes,
 - 7) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique
- suivi d'un traitement d'emploi à 1100 °C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 1 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.



11. Procédé de cémentation selon la revendication 8, dans lequel les pièces métalliques sont en acier Z 38 CDV 5, caractérisé en ce qu'il comporte les huit étapes suivantes :

- 1) austénitisation sous vide pendant 30 minutes à 1010 °C et refroidissement dans le four jusqu'à 960 °C,
 - 5 2) cassage du vide à l'hydrogène à 960 °C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
 - 3) enrichissement en carbone à 960 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 30 mn à une pression de 30 hPa,
 - 4) diffusion à 960 °C pendant 10 mn à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa,
 - 5) cassage du vide à l'hydrogène à 960 °C jusqu'à l'obtention d'une pression de 500 hPa,
 - 10 6) enrichissement en carbone à 960 °C par action d'un gaz carburant à base d'éthylène pendant 1 heure,
 - 7) diffusion à 960 °C à une pression inférieure ou égale à 10⁻¹ hPa,
 - 8) cassage du vide à l'azote à la pression atmosphérique
- suivi d'un traitement d'emploi à 990 °C et la cémentation est effectuée sur une profondeur de 1 mm en obtenant le pourcentage de carbone visé en fonction de la profondeur.

12. Installation pour la cémentation d'alliage métallique, caractérisée en ce qu'elle comprend essentiellement :

- un four (50), dit à double vide, constitué d'une cuve (55) avec son dispositif intérieur de répartition des gaz cémentants, d'un espace annulaire (56) entourant la cuve, d'un couvercle traversé par des conduites de pompage et d'arrivée d'hydrogène (51) et d'éthylène (52) débouchant aux différents étages de la cuve en plusieurs endroits régulièrement répartis,
- des thermocouples (TC) et autres sondes renseignant sur la pression le débit et la composition des gaz en différents endroits du four en liaison avec un acquiiseur de données, lui-même relié à un microordinateur (61),
- plusieurs étages de réception des pièces à cémenter avec des plateaux perforés pour permettre une libre circulation des gaz.

Claims

1. Process for carburization at a pressure below atmospheric pressure of metal alloy and more specifically steel parts, in which treatment takes place in a furnace of the metal alloy parts by subjecting them to the action of a fuel mixture based on gaseous hydrocarbons, characterized in that use is made of a fuel mixture constituted by hydrogen and ethylene with 2 to 60% by volume ethylene and that the furnace is heated at between approximately 820 °C and approximately 1100 °C, as a function of the nature of the metals constituting the parts and the desired incorporation depth for the carbon.
2. Carburization process according to claim 1, characterized in that it comprises the following stages:
 - a) forming a preliminary vacuum in the furnace vessel to a pressure of 10⁻¹ hPa so as to eliminate the air,
 - b) filling the vessel with purified nitrogen at atmospheric pressure,
 - c) loading the vessel containing the metal parts,
 - d) placing the vessel under a vacuum at 10⁻² hPa,
 - e) heating to the austenitization temperature and maintaining at this temperature for homogenizing the parts,
 - f) introducing hydrogen up to 500 hPa,
 - g) carbonization by introducing ethylene-based fuel gas at a pressure of 10 to 100 hPa, as a function of the particular case,
 - h) vacuum diffusion at 10⁻¹ hPa and
 - i) introduction of nitrogen for unloading.
3. Carburization process according to claim 2 in which the metal parts are of 16 NCD 13 steel, characterized in that it comprises the five following stages:
 - 1) vacuum austenitization for 30 minutes at 980 °C,
 - 2) breaking the vacuum at 980 °C with hydrogen until a pressure of 500 hPa is reached,
 - 3) carbonization at 980 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 2 hours and at a pressure of 35 hPa,
 - 4) diffusion at 980 °C for 3 1/2 hours at a pressure equal to or below 10⁻¹ hPa and



- 5) breaking the vacuum with nitrogen at atmospheric pressure,
followed by a use treatment at 825 °C and carburization is carried out over a depth of 1.80 mm, so as
to obtain the sought carbon percentage as a function of the depth.
- 5 4. Carburization process according to claim 2, in which the metal parts are of 14 NC 12 steel,
characterized in that it comprises the five following stages:
1) vacuum austenitization for 30 minutes at 880 °C,
2) breaking the vacuum with hydrogen at 880 °C until a pressure of 500 hPa is obtained,
3) carbonization at 880 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 85 minutes at a pressure
10 of 30 hPa,
4) diffusion at 880 °C for 20 min. at a pressure equal to or below 10^{-1} hPa and
5) breaking the vacuum with nitrogen at atmospheric pressure,
followed by a use treatment at 825 °C and carburization is carried out over a depth of 0.55 mm, whilst
obtaining the sought carbon percentage as a function of the depth.
- 15 5. Carburization process according to claim 2, in which the metal parts are of 16 NCD 13 steel,
characterized in that it comprises the five following stages:
1) vacuum austenitization for 30 min. at 820 °C,
2) breaking the vacuum with hydrogen at 820 °C until a pressure of 500 hPa is obtained,
20 3) carbonization at 820 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 1 hour and at a pressure
of 25 hPa,
4) no diffusion,
5) breaking the vacuum with nitrogen at atmospheric pressure,
followed by a use treatment at 820 °C and carburization is carried out over a depth of 0.25 mm, whilst
25 obtaining the sought carbon percentage as a function of the depth.
6. Carburization process according to claim 2, in which the metal parts are of Co : KC 20 WN-based
superalloy,
characterized in that it comprises the five following stages:
30 1) vacuum austenitization for 30 min. at 1100 °C,
2) breaking the vacuum with hydrogen at 1100 °C until a pressure of 500 hPa is obtained,
3) carbonization at 1100 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 4 hours and at a
pressure of 40 hPa,
4) diffusion at 1100 °C for 2 hours and a pressure equal to or below 10^{-1} hPa and
35 5) breaking the vacuum with nitrogen at atmospheric pressure,
carburization being carried out over a total depth of 0.8 mm.
7. Carburization process according to claim 1, characterized in that it comprises the following stages:
40 a) forming a preliminary vacuum in the furnace vessel to a pressure of 10^{-1} hPa so as to eliminate
the air,
b) filling the vessel with purified nitrogen at atmospheric pressure,
c) loading the vessel containing the metal parts,
d) placing the vessel under a vacuum at 10^{-2} hPa,
45 e) heating to the austenitization temperature and maintaining at this temperature for homogenizing
the parts,
f) introducing hydrogen up to 500 hPa,
g) carbonization by introducing ethylene-based fuel gas at a pressure of 10 to 100 hPa, as a function
of the particular case,
h) vacuum diffusion at 10^{-1} hPa and
50 i) breaking the vacuum with hydrogen,
j) carbonization by introducing an ethylene-based fuel gas at a pressure of 10 to 100 hPa,
k) diffusion and
l) breaking the vacuum with nitrogen at atmospheric pressure
- 55 8. Process according to claim 7, characterized in that it comprises a complementary diffusion stage
between stages j) and k).



9. Carburization process according to claim 8, in which the metal parts are of Z 15 CN 17.03 steel, characterized in that it comprises the eight following stages:
- 1) austenitization in vacuo for 30 min. at 1020 °C and cooling in the furnace to 980 °C,
 - 2) breaking the vacuum with hydrogen at 980 °C until a pressure of 500 hPa is obtained,
 - 3) carbonization at 980 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 45 min. and at a pressure of 35 hPa,
 - 4) diffusion at 980 °C for 10 min. and at a pressure equal to or below 10^{-1} hPa,
 - 5) breaking the vacuum with hydrogen at 980 °C and at a pressure of 500 hPa,
 - 6) carbonization at 980 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 6 3/4 hours at a pressure of 35 hPa,
 - 7) diffusion at 980 °C for 4 3/4 hours and at a pressure equal to or below 10^{-1} hPa and
 - 8) breaking the vacuum with nitrogen at atmospheric pressure, followed by a use treatment at 1020 °C and carburization is carried out over a depth of 1 mm giving the sought carbon percentage as a function of the depth.
10. Carburization process according to claim 7, in which the metal parts are of Z 20 WC 10 steel, characterized in that it comprises the eight following stages:
- 1) vacuum austenitization for 30 min. at 1010 °C and cooling in the furnace to 940 °C,
 - 2) breaking the vacuum with hydrogen at 940 °C until a pressure of 500 hPa is obtained,
 - 3) carbonization at 940 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 45 min. and at a pressure of 30 hPa,
 - 4) diffusion at 940 °C for 10 min. and at a pressure equal to or below 10^{-1} hPa,
 - 5) breaking the vacuum with hydrogen at 940 °C until a pressure of 500 hPa is obtained,
 - 6) carbonization at 940 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 75 min.,
 - 7) no diffusion and
 - 8) breaking the vacuum with nitrogen at atmospheric pressure,
- followed by a use treatment at 1100 °C and carburization is carried out over a depth of 1 mm giving the sought carbon percentage as a function of the depth.
11. Carburization process according to claim 8, in which the metal parts are of Z 38 CDV 5 steel, characterized in that it comprises the eight following stages:
- 1) vacuum austenitization for 30 min. at 1010 °C and cooling in the furnace to 960 °C,
 - 2) breaking the vacuum with hydrogen at 960 °C until a pressure of 500 hPa is obtained,
 - 3) carbonization at 960 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 30 minutes and at a pressure of 30 hPa,
 - 4) diffusion at 960 °C for 10 min. and at a pressure equal to or below 10^{-1} hPa,
 - 5) breaking the vacuum with hydrogen at 960 °C until a pressure of 500 hPa is obtained,
 - 6) carbonization at 960 °C by the action of an ethylene-based fuel gas for 1 hour,
 - 7) diffusion at 960 °C at a pressure equal to or below 10^{-1} hPa and
 - 8) breaking the vacuum with nitrogen at atmospheric pressure,
- followed by a use treatment at 990 °C and carburization is carried out over a depth of 1 mm, whilst obtaining the sought carbon percentage as a function of the depth.
12. Installation for the carburization of metal alloys, characterized in that it essentially comprises a so-called double vacuum furnace (50), constituted by a vessel (55) with its internal carburizing gas distribution device, an annular space (56) surrounding the vessel, a cover traversed by hydrogen (51) and ethylene (52) supply and pumping pipes issuing at different stages of the vessel and at several regularly distributed locations, thermocouples (TC) and other probes giving information on the pressure, the flow rate and composition of the gases at different points of the furnace and linked with a data acquisition means, which is itself connected to a microcomputer (61) and several reception stages for the parts to be carburized with perforated plates in order to permit a free circulation of gases.

Patentansprüche

1. Verfahren, unter einem niedrigerem Druck als dem Atmosphärendruck, zum Aufhärten von Werkstücken aus einer metallischen Legierung, besonders aus Stahl, in welchem man in einem Ofen die Werkstücke aus metallischer Legierung behandelt, indem man sie dem Einwirken einer Mischung von Aufkohlungsmitteln unterzieht auf der Basis von gasförmigen Kohlenwasserstoffen,



dadurch gekennzeichnet,

daß man eine Mischung aus Aufkohlungsmitteln verwendet, die sich einzig aus Wasserstoff und Ethylen zu 2 bis 60 Volumenprozent Ethylen zusammensetzt und daß man den Ofen zwischen ungefähr 820 °C und ungefähr 1100 °C erwärmt, gemäß der Natur der Metalle, welche die Werkstücke bilden, und der gewünschten Tiefe der Einlagerung des Kohlenstoffs.

2. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden Abschnitte umfaßt:

- a) Vorevakuierung der Wanne des Ofens bis zu einem Druck von 10^{-1} hPa, um die Luft zu beseitigen,
- b) Wiederauffüllen der Wanne durch gereinigten Stickstoff unter Atmosphärendruck,
- c) Besetzen der Wanne, welche die metallischen Werkstücke enthält,
- d) die Wanne unter Vakuum setzen bei 10^{-2} hPa,
- e) Erwärmen bis zur Temperatur der Austenitisierung und halten bei dieser Temperatur für die Homogenisierung der Werkstücke,
- f) Einführen von Wasserstoff bis zu 500 hPa,
- g) Anreicherung mit Kohlenstoff durch Einführung eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen unter einem Druck von 10 bis 100 hPa entsprechend den Fällen,
- h) Diffusion unter Vakuum bei 10^{-1} hPa,
- i) Einführung von Stickstoff zum Ziehen des Ofeninhalts.

3. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 2, in welchem die metallischen Werkstücke aus Stahl 16 NCD 13 sind, dadurch gekennzeichnet, daß es die fünf folgenden Abschnitte umfaßt:

- 1) Austenitisierung unter Vakuum während einer halben Stunde bei 980 °C,
- 2) Zerstören des Vakuums bei 980 °C mit Wasserstoff bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
- 3) Anreicherung mit Kohlenstoff bei 980 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 2 Stunden bei einem Druck von 35 hPa,
- 4) Diffusion bei 980 °C während 3 Stunden 30 min bei einem Druck kleiner oder gleich 10^{-1} hPa,
- 5) Zerstören des Vakuums mit Stickstoff unter Atmosphärendruck

gefolgt von einer Behandlung zum Einsatz bei 825 °C und das Aufhärten wird auf eine Tiefe von 1,80 mm ausgeführt, wobei man den angestrebten Prozentsatz an Kohlenstoff in Abhängigkeit von der Tiefe erhält.

4. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 2, in welchem die metallischen Werkstücke aus Stahl 14 NC 12 sind, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden fünf Abschnitte umfaßt:

- 1) Austenitisierung unter Vakuum während einer halben Stunde bei 880 °C,
- 2) Zerstören des Vakuums bei 880 °C mit Wasserstoff, bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
- 3) Anreicherung mit Kohlenstoff bei 880 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 1 Stunde 25 min bei einem Druck von 30 hPa,
- 4) Diffusion bei 880 °C während 0 Stunden 20 min bei einem Druck kleiner oder gleich 10^{-1} hPa,
- 5) Zerstören des Vakuums mit Stickstoff unter Atmosphärendruck

gefolgt von einer Behandlung zum Einsatz bei 825 °C und das Aufhärten wird auf eine Tiefe von 0,55 mm ausgeführt, wobei man den angestrebten Prozentsatz an Kohlenstoff in Abhängigkeit von der Tiefe erhält.

5. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 2, in welchem die metallischen Werkstücke aus Stahl 16 NCD 13 sind, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden fünf Abschnitte umfaßt:

- 1) Austenitisierung unter Vakuum während 30 Minuten bei 820 °C,
- 2) Zerstören des Vakuums bei 820 °C mit Wasserstoff, bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
- 3) Anreicherung mit Kohlenstoff bei 820 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 1 Stunde bei einem Druck von 25 hPa,
- 4) (ohne) Diffusion,
- 5) Zerstören des Vakuums mit Stickstoff unter Atmosphärendruck

gefolgt von einer Behandlung zum Einsatz bei 820 °C und das Aufhärten wird auf eine Tiefe von 0,25 mm ausgeführt, wobei man den angestrebten Prozentsatz an Kohlenstoff in Abhängigkeit von der Tiefe erhält.



6. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 2, in welchem die metallischen Werkstücke aus einer Superlegierung sind auf der Basis von Co: KC 20 WN, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden fünf Abschnitte umfaßt:
- 1) Austenitisierung unter Vakuum während 30 Minuten bei 1100 °C,
 - 2) Zerstören des Vakuums mit Wasserstoff bei 1100 °C, bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
 - 3) Anreicherung mit Kohlenstoff bei 1100 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 4 Stunden bei einem Druck von 40 hPa,
 - 4) Diffusion bei 1100 °C während 2 Stunden bei einem Druck kleiner oder gleich 10^{-1} hPa,
 - 5) Zerstören des Vakuums mit Stickstoff unter Atmosphärendruck
- das Aufhärten wird auf eine Gesamttiefe von 0,8 mm ausgeführt.
7. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden Abschnitte umfaßt:
- a) Vorevakuierung der Wanne des Ofens bis zu einem Druck von 10^{-1} hPa, um die Luft zu beseitigen,
 - b) Wiederauffüllen der Wanne durch gereinigten Stickstoff unter Atmosphärendruck,
 - c) Besetzen der Wanne, welche die metallischen Werkstücke enthält,
 - d) die Wanne unter Vakuum setzen bei 10^{-2} hPa,
 - e) Erwärmen bis zur Temperatur der Austenitisierung und halten bei dieser Temperatur für die Homogenisierung der Werkstücke,
 - f) Einführen von Wasserstoff bis zu 500 hPa,
 - g) Anreicherung mit Kohlenstoff durch Einführung eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen unter einem Druck von 10 bis 100 hPa entsprechend den Fällen,
 - h) Diffusion unter Vakuum bei 10^{-1} hPa,
 - i) Zerstören des Vakuums mit Wasserstoff,
 - j) Anreicherung mit Kohlenstoff durch Einführung eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen unter einem Druck von 10 bis 100 hPa,
 - k) Zerstören des Vakuums mit Stickstoff unter Atmosphärendruck.
8. Verfahren gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß es einen zusätzlichen Abschnitt zur Diffusion zwischen den Abschnitten j) und k) umfaßt.
9. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 8, in welchem die metallischen Werkstücke aus Stahl Z 15 CN 17.03 sind, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden acht Abschnitte umfaßt:
- 1) Austenitisierung unter Vakuum während 30 Minuten bei 1020 °C und Wiederabkühlen im Ofen bis auf 980 °C,
 - 2) Zerstören des Vakuums mit Wasserstoff bei 980 °C bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
 - 3) Anreicherung mit Kohlenstoff bei 980 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 45 Minuten bei einem Druck von 35 hPa,
 - 4) Diffusion bei 980 °C während 10 Minuten bei einem Druck kleiner oder gleich 10^{-1} hPa,
 - 5) Zerstören des Vakuums mit Wasserstoff bei 980 °C bis zum Druck von 500 hPa,
 - 6) Anreicherung von Kohlenstoff bei 980 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 6 Stunden und 45 Minuten bei einem Druck von 35 hPa,
 - 7) Diffusion bei 980 °C während 4 Stunden und 45 Minuten bei einem Druck kleiner oder gleich 10^{-1} hPa
 - 8) Zerstören des Vakuums mit Stickstoff unter Atmosphärendruck
- gefolgt von einer Behandlung zur Anwendung bei 1020 °C und das Aufhärten ist auf eine Tiefe von 1 mm ausgeführt, wobei man den angestrebten Prozentsatz Kohlenstoff in Abhängigkeit von der Tiefe erhält.
10. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 7, in welchem die metallischen Werkstücke aus Stahl Z 20 WC 10 sind, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden sieben Abschnitte umfaßt:
- 1) Austenitisierung unter Vakuum während 30 Minuten bei 1010 °C und Wiederabkühlen im Ofen bis auf 940 °C,
 - 2) Zerstören des Vakuums mit Wasserstoff bei 940 °C bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
 - 3) Anreicherung von Kohlenstoff bei 940 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 45 Minuten bei einem Druck von 30 hPa,



- 4) Diffusion bei 940 °C während 10 Minuten bei einem Druck kleiner oder gleich 10⁻¹ hPa,
 5) Zerstören des Vakuums mit Wasserstoff bei 940 °C bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
 6) Anreicherung von Kohlenstoff bei 940 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 1 Stunde und 15 Minuten,
 7) Zerstören des Vakuums mit Stickstoff unter Atmosphärendruck
 gefolgt von einer Behandlung zur Anwendung bei 1100 °C und das Aufhärten ist auf eine Tiefe von 1 mm ausgeführt, wobei man den angestrebten Prozentsatz Kohlenstoff in Abhängigkeit von der Tiefe erhält.
11. Verfahren zum Aufhärten gemäß Anspruch 8, in welchem die metallischen Werkstücke aus Stahl Z 38 CDV 5 sind, dadurch gekennzeichnet, daß es die folgenden acht Abschnitte umfaßt:
- 1) Austenitisierung unter Vakuum während 30 Minuten bei 1010 °C und Wiederabkühlen im Ofen bis auf 960 °C,
 2) Zerstören des Vakuums mit Wasserstoff bei 960 °C bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
 3) Anreicherung von Kohlenstoff bei 960 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 30 Minuten bei einem Druck von 30 hPa,
 4) Diffusion bei 960 °C während 10 Minuten bei einem Druck kleiner oder gleich 10⁻¹ hPa,
 5) Zerstören des Vakuums mit Wasserstoff bei 960 °C bis zum Erhalten eines Drucks von 500 hPa,
 6) Anreicherung mit Kohlenstoff bei 960 °C durch Einwirken eines Gases von Aufkohlungsmitteln auf der Basis von Ethylen während 1 Stunde,
 7) Diffusion bei 960 °C bei einem Druck kleiner oder gleich 10⁻¹ hPa
 8) Zerstören des Vakuums mit Stickstoff unter Atmosphärendruck
 gefolgt von einer Behandlung zur Anwendung bei 990 °C und das Aufhärten ist auf eine Tiefe von 1 mm ausgeführt, wobei man den angestrebten Prozentsatz Kohlenstoff in Abhängigkeit von der Tiefe erhält.
12. Einrichtung für die Aufhärtung metallischer Legierungen, dadurch gekennzeichnet, daß sie im wesentlichen:
- einen Ofen (50) umfaßt, bei sogenanntem Doppelvakuum, gebildet aus einer Wanne (55) mit ihrer inneren Vorrichtung zum Verteilen des Aufhärtungsgases, einem ringförmigen Raum (56) der die Wanne umfaßt und einen Deckel, der von Leitungen der Pumpe und zum Eintritt von Wasserstoff (51) und Ethylen (52) durchdrungen wird, welche in verschiedenen Höhen der Wanne an mehreren regelmäßig verteilten Stellen einmünden,
 - Thermoelemente (TC) und andere Sonden umfaßt, die über den Druck den Durchsatz und die Zusammensetzung des Gases an verschiedenen Stellen des Ofens in Verbindung mit einem Erfasser der gegebenen Größen informieren, welcher selbst mit einem Mikrocomputer (61) verbunden ist,
 - mehrere Höhen zum Aufnehmen der aufzuhärtenden Werkstücke umfaßt, mit gelochten Platten, um eine frei Zirkulation des Gases zu ermöglichen.