

**Authors : RESSENT Stephan**  
**Co authors : MILCENT Frédéric and BELLIN-CROYAT Thierry**  
**Gaz de France - Direction de la Recherche**

## **DEVELOPMENT OF A OF HEAT TREATING VACUUM FURNACE HEATED BY NATURAL GAS**

(Installation of Carburizing and Carbonitriding Low Pressure heated with natural gas)

## **DEVELOPPEMENT D'UN FOUR DE TRAITEMENT THERMIQUE SOUS VIDE CHAUFFE AU GAZ NATUREL**

(Installation de cémentation et de carbonituration basse pression chauffée au gaz naturel)

### **1 PRESENTATION DU SUJET**

Depuis plusieurs années, les opérations de cémentation et de carbonituration réalisées sous vide se font exclusivement dans des fours fonctionnant à l'électricité. Pour remédier à ce constat, Gaz de France s'est associé avec un industriel français pour développer un four de cémentation sous vide chauffé par des équipements de chauffe fonctionnant au gaz naturel (Installation de Cémentation Basse Pression = ICBP) capable de concurrencer les installations électriques. Le contenu de cet article a pour objectif de présenter le contexte et les résultats obtenus pour le développement de ce nouveau four.

### **2 PRINCIPE ET BUT DU TRAITEMENT THERMIQUE DE CEMENTATION**

L'opération thermique de cémentation est considérée comme un traitement thermo-chimique, c'est à dire selon la norme NF A 02-010, un traitement thermique réalisé dans un milieu déterminé pour obtenir une modification chimique de la surface du métal ferreux par échange avec le milieu. L'objectif d'une opération de cémentation est d'enrichir superficiellement en carbone une pièce métallique. Cette opération se réalise à haute température (entre 900 et 1000 °C), et est souvent suivie d'une trempe pour un meilleur durcissement. Ce traitement permet d'obtenir à la surface de la pièce traitée une épaisseur de carbone comprise entre 0,3 et 2 millimètres de grande dureté. Les pièces cémentées sont ainsi destinées à subir de fortes sollicitations mécaniques, telles que les frottements, la compression, (couronnes, pignons, arbre de transmission, etc).

Le dépôt de carbone peut être réalisé dans un milieu solide, liquide, ou gazeux. En milieu solide, la cémentation est appelée « en caisse » car elle s'opère dans un milieu clos, et les céments employés sont des mélanges de matières carbonées produisant des gaz ou des espèces carburantes comme par exemple le monoxyde de carbone (CO). La cémentation liquide s'effectue dans des bains de sel fondu (contenant des cyanures ou des ferro-cyanures) portés à des températures favorisant la réaction chimique et la diffusion. La cémentation gazeuse est la plus répandue. Elle consiste à faire réagir des gaz carburants susceptibles de libérer du carbone libre à la surface de la pièce sous certaines conditions de fonctionnement (température, pression, composition des gaz). Les gaz carburants peuvent être obtenus à partir d'injection de liquides organiques (méthanol, éthanol), par combustion d'hydrocarbure (générateur endothermique), ou par injection de gaz tels que le méthane et le propane. Pour ces derniers, la cémentation peut être réalisée dans un four basse pression, ou four sous vide, permettant de réduire les durées de traitement, d'automatiser les opérations et de reproduire un traitement de qualité. La pression régnant dans le four est comprise entre 1,5 et 25 mbars, ce qui associé aux hautes températures, provoque des réactions de dissociation et la libération du carbone. Le développement d'un procédé de traitement thermique sous vide fonctionnant au gaz naturel concerne ce mode de transfert.

### **3 HISTORIQUE ET CONTEXTE**

Les fours sous vide se sont développés entre les années 1960 et 1970 principalement pour les traitements thermiques des aciers fortement alliés. Puis, dans un contexte concurrentiel de plus en plus exigeant, d'autres industries comme les industries de l'automobile et de l'aéronautique, se sont

intéressés à ce mode de traitement thermique. Les principaux avantages procurés par ces fours sous vide concernent entre autre le chauffage à haute température sans dommage subit par la charge à traiter, l'accroissement de la productivité tout en réduisant les coûts, ainsi que la maîtrise et la reproductibilité de la qualité des produits traités.

Au début du développement des fours sous vide, les technologies gaz n'étaient pas en mesure de répondre aux contraintes techniques imposées (niveau de température, fragilité des matériaux, étanchéité des tubes dans l'enceinte, etc). De ce fait, les solutions électriques se sont largement développées et imposées. Ainsi, en 1997 une étude du marché français réalisée pour Gaz de France sur le thème du chauffage indirect haute température faisait ressortir une consommation électrique de 150 GWh pour l'activité des fours sous vide, et aucune consommation pour l'énergie gaz naturel. Par ailleurs, il était mis en évidence que la demande en four sous vide tendait à augmenter chaque année et on observait une transposition des opérations thermiques réalisées sous atmosphère contrôlée vers des opérations de traitement sous vide. Ce type de traitement est considéré aujourd'hui comme un traitement « high tech », gage de performance économique et technique. Ce constat devait conduire au développement d'une solution four sous vide chauffé par des équipements de chauffe fonctionnant au gaz naturel.

La recherche d'un partenaire industriel était donc une étape indispensable pour développer un tel four. Il a été recensé, en 1999, treize fabricants de fours sous vide en Europe : ALD, TIV, BMI Fours Industriels, ECM Infrafours Physitherm, PYROX, SOLO, ECONOX SA (CODERE), IPROS, IPSEN Industries, CONSARC, HERAEUS SA, Metal Traitement Consult, TAV spa. Afin de disposer d'une solution performante et reconnue, Gaz de France a choisi de s'associer à l'entreprise ECM Infrafours Physitherm, pour le développement d'une Installation de Cémentation Basse Pression fonctionnant au gaz naturel.

### **3.1 PRESENTATION DE L'ENTREPRISE ECM**

L'entreprise ECM, fondée en 1950, est localisée en Isère (Technisud – 46 rue Jean Vaujany - 38100 Grenoble). Elle emploie 160 personnes (dont 140 sur le site de Grenoble) et se trouve leader français dans le domaine de la conception, de la fabrication et de la mise en service de fours et d'installations de traitement thermique. Quatre familles de fours composent la gamme de produits d'ECM :

- Les fours conventionnels (fours continus, four à pots, fours à sole tournante, fours à charge, etc.)
- Les fours sous vide et sous pression (fours horizontaux ou verticaux, à sole ou cloche élévatrice, fonctionnant à des températures comprises de 200 °C jusqu'à 3000 °C, et à des pressions du vide primaire jusqu'à 100 bars)
- Les installations de cémentation basse pression, pour lesquelles ECM est le leader mondial (cellule de chauffe et de cémentation, trempes au gaz ou à l'huile, sas de transfert robotisé). Ces installations utilisent le procédé de traitement thermo-chimique INFRACARB® développé et protégé par l'entreprise.
- Les fours spéciaux (fours à études comme un four continu de frittage de plutonium pour l'industrie nucléaire, et chauffage de tôle sous atmosphère)

Depuis 1996, ECM voit son chiffre d'affaire croître de façon régulière. En 1999 le CA était de 210 MF (soit 32,01 MEuros) dont 50 % réalisé à l'export, soit une progression de 15 % par rapport à 1998. A cette époque, ECM a créé la société ECM USA, afin de commercialiser les fours de cémentation basse pression ICBP sur le territoire des USA, mais aussi pour le Canada et le Mexique. ECM dispose aussi d'une représentation commerciale en ASIE (Japon) et pour les pays de l'Est.

### **3.2 DESCRIPTION DU PROCÉDE INSTALLATION DE CEMENTATION BASSE PRESSION (ICBP)« INFRACARB® »**

Ce procédé, développé en 1980, est exploité depuis 1992. Les ventes sont passées de 5 % en 1997 à 60 % en 1999. Les ICBP sont modulaires et se présentent sous deux versions : les ICBP verticales et les ICBP horizontales. L'ICBP horizontale est composée d'une série de cellules placées horizontalement de part et d'autre d'un caisson de transfert. Plusieurs cellules constituent donc l'ICBP

horizontale telles que : la cellule de chargement et déchargement, la cellule de chauffe et de cémentation, la cellule de trempé sous gaz ou de trempé à l'huile, le sas de transfert dans lequel circule un chariot de manutention robotisé. La figure 1 ci-après présente une ICBP horizontale et ses cellules modulaires. L'ensemble de l'ICBP fonctionne sous basse pression. Le principe d'une ICBP verticale est identique à celui d'une ICBP horizontale, la différence se faisant sur l'espace disponible dans l'atelier de traitement (les cellules de traitement se trouvent au-dessus du sas de transfert) et la charge maximum à traiter. La production d'une ICBP peut varier de 100 à 1600 kg/h grâce à sa modularité. La trempé sous gaz s'effectue à des pressions variant de 1 à 20 bars, afin de traiter tous types de pièces dans les nuances traditionnelles de cémentation, même celles de grandes dimensions. Une cellule horizontale peut recevoir une charge maximale de 500 kg (200 kg pour les ICBP verticales), et atteindre une température maximale de 1250 °C.

Le procédé INFRACARB® est protégé par un brevet. Il assure une absence d'oxydation intergranulaire, une profondeur de cémentation parfaitement maîtrisée et une reproductibilité dans des tolérances réduites, une amélioration de la tenue des pièces à la fatigue, un parfait contrôle des paramètres de traitement, et une importante réduction du temps de traitement.

L'ICBP est facilement intégrable en atelier d'usinage. Les paramètres de traitement peuvent varier d'une charge à l'autre sans interruption de la production (traitement en continu). Les temps de montée en température sont réduits (30 minutes), ainsi que les temps d'arrêt comme par exemple pour réaliser une opération de maintenance (4 heures). Les parois de l'installation restent froides. Les cycles de traitement sont plus courts et nécessitent moins de personnel d'exploitation grâce à une automatisation complète. L'ICBP présente ainsi des avantages en terme de flexibilité, de protection du personnel et de productivité.

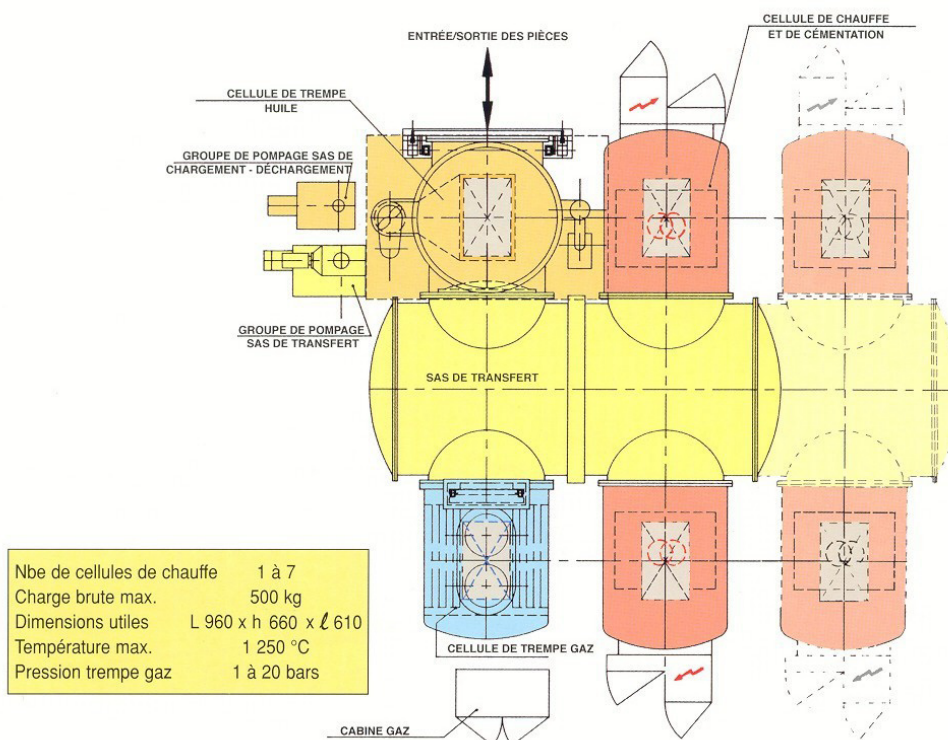


Figure 1 : Installation de Cémentation Basse Pression Horizontal

Jusqu'à présent, ECM ne commercialisait que des installations de cémentation basse pression fonctionnant à l'électricité. Sa volonté d'être présent sur le marché mondial l'a conduit à développer son avance technologique par une stratégie de recherche et développement importante. Dans ce contexte, ECM a aussi souhaité disposer d'une solution ICBP chauffée par des équipements fonctionnant au gaz naturel. Pour ces raisons, un partenariat de développement a été signé en 1997 entre ECM et Gaz de France.

#### 4 DESCRIPTION DE LA COLLABORATION

Une convention a ainsi été signée entre Gaz de France et ECM le 5 novembre 1997 pour l'étude et le développement d'un four de traitement thermique sous vide chauffé au gaz naturel. Cette convention présentait les différents responsables chargés du développement du produit pour les deux partenaires. Un comité technique composé de six personnes (trois pour Gaz de France et trois pour ECM) a été créé et le mode de fonctionnement de ce comité détaillé (objectifs, fréquence des réunions, responsabilité de chacun). Les critères de réussite du projet liés à l'implantation des équipements de chauffe ont été définis (géométrie, performances, etc), par les deux partenaires. Cette analyse a conduit à élaborer le programme et le planning prévisionnel, présentés ci-dessous au tableau A, pour le développement d'un four sous vide chauffé au gaz naturel.

Programme et planning prévisionnel du développement d'une ICBP gaz																		
Tâches	1997					1998					1998							
	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
<b>Phase 1 : étude de faisabilité sur maquette</b>																		
Etudes																		
Approvisionnement des matériels et fabrication																		
Montage de la maquette et de l'équipement de chauffe																		
Essais de caractérisation																		
Essais d'endurance																		
<b>Phase 2 : étude et réalisation d'un prototype</b>																		
Etudes																		
Fabrication du prototype et des équipements de chauffe																		
Essais de mise en route du prototype chez ECM																		
<b>Phase 3 : études et validation sur prototype</b>																		
Installation du prototype en atelier de production																		
Essais de caractérisation thermique																		
Caractérisation du prototype sur charges industrielles																		

Tableau A : programme de développement du four sous vide chauffé au gaz naturel

Le coût total du programme a été évalué à 1 108 670 Euros hors taxes (soit 7 272 400 Francs hors taxes ). La contribution de Gaz de France s'est élevée à 9 % du coût total, et celle d'ECM à 91 %. ECM a obtenu une aide de l'Agence Nationale de Valorisation de la Recherche à hauteur de 50 % de leur investissement.

## PHASE 1 : ETUDE DE FAISABILITE SUR MAQUETTE

L'étude de faisabilité a consisté à réaliser une maquette représentative des conditions de fonctionnement d'une cellule de traitement thermique basse pression et de l'équiper d'un tube en doigt de gant associé à un brûleur jet auto récupérateur. Ce brûleur a été développé par Gaz de France, qui actuellement détient deux brevets pour deux versions de puissance différentes : CERAJET 6" pour une puissance maximum de 70 kW, et CERAJET 4" pour une puissance maximum de 20 kW. Le brûleur sélectionné pour l'étude de faisabilité est le CERAJET 4" (figure 2).

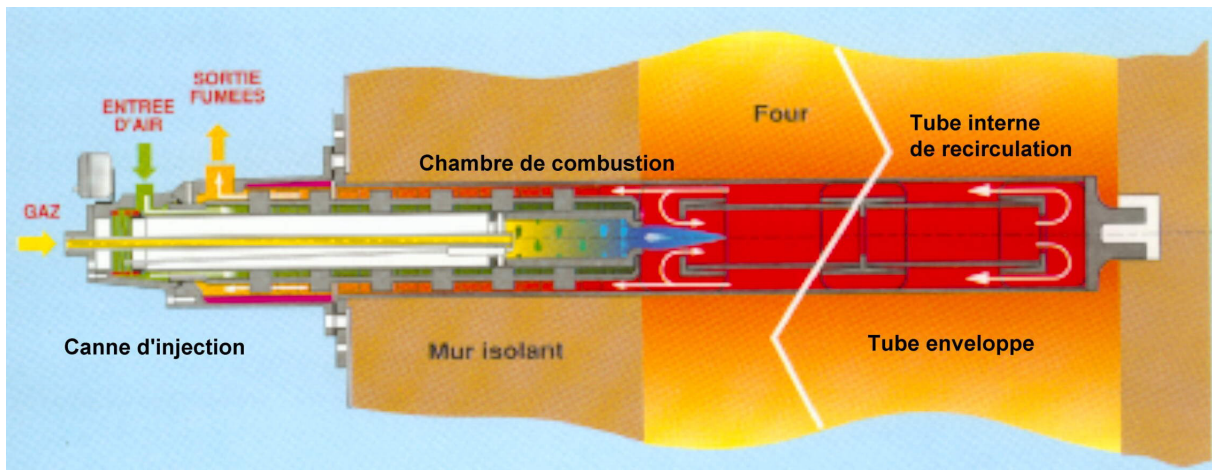


Figure 2 : tube radiant en doigt de gant CERAJET 4"

Plusieurs freins techniques devaient être levés pour envisager le passage à la phase suivante. Parmi ces freins on retiendra la parfaite étanchéité de l'équipement de chauffe à l'intérieur de la maquette, le respect du maintien à la température de 950 °C avant traitement thermique, l'homogénéité de température le long du tube enveloppe, et de ce fait, l'homogénéité de température de la charge avant l'opération de cémentation. Par ailleurs, il était également important d'étudier l'impact d'une atmosphère de cémentation sur le tube enveloppe, et pour cela, des échantillons de matière après injection de gaz ciment ont été prélevés et analysés.

Un premier frein technique a été levé en utilisant des tubes centrifugés moulés (sans soudure), et la nuance retenue pour le tube enveloppe a été du MORE2 (Ni48 Cr32 W16). Ainsi ce choix répondait aux problèmes liés à l'étanchéité à l'intérieur de la cellule et au niveau de température recherché pour la cémentation (950 °C).

Par la suite ECM, a conçu, réalisé et fournie la maquette représentative d'une cellule de traitement sous vide. Cette maquette est présentée en figure 3, ci-après. Cette maquette a été installée dans les laboratoires de la Direction de la Recherche de Gaz de France à Saint Denis La Plaine. Il s'agissait d'une cellule horizontale à parois froide de volume utile 660 \* 1000 mm. Le moufle était en carbone et la double paroi était refroidie à l'eau. Cette cellule comportait tous les équipements nécessaires pour réaliser le vide jusqu'à 5 mb, ainsi que le système d'injection du gaz de cémentation ( $N_2$ ,  $C_3H_8$ ). Une armoire de commande pilotait le tout (allumage du brûleur, réalisation du vide à l'intérieur de la maquette, système de refroidissement, et période d'injection du gaz ciment, etc...) et l'ensemble était instrumenté pour un suivi en continu, notamment pour des essais d'endurance.

Le cahier des charges de la phase 1 fixait, entre autre, un delta température à ne pas dépasser de 20 °C sur une longueur utile de un mètre, et de 10 °C dans l'enceinte pour répondre aux critères imposés par l'entreprise ECM pour réaliser une opération de cémentation de qualité.



Les mesures réalisées dans les laboratoires de la Direction de la Recherche de Gaz de France sur la maquette représentative d'un four sous vide, ont été les suivantes :

<b>Mesures de débits</b>	
$Q_{\text{gaz}}$	gaz naturel en $\text{m}^3(\text{n})/\text{h}$
$Q_{\text{eau}}$	eau de refroidissement de la cellule en $\text{m}^3/\text{h}$

<b>Analyse des produits de combustion</b>	
$\text{O}_2$	pourcentage d'oxygène dans les produits de combustion
$\text{CO}$	pourcentage de monoxyde de carbone dans les produits de combustion
$\text{CO}_2$	pourcentage de dioxyde de carbone dans les produits de combustion
$\text{NOx}$	teneur en parties par million des oxydes d'azote

<b>Composition chromatographique du gaz naturel utilisé</b>	
Les analyses ont été relevées sur un chromatographe HP 5890 Série II	

<b>Mesures de températures</b>	
$T^{\circ}_{\text{cellule}}$	température de la cellule d'essai
$T^{\circ}_{\text{air}}$	température de préchauffage d'air de combustion
$T^{\circ}_{\text{fumées}}$	température des produits de combustion
$T^{\circ}_{\text{tube}}$	températures le long d'une génératrice du tube radiant

<b>Mesures de pressions</b>	
$P_{\text{cellule}}$	pression à l'intérieur de l'enceinte thermique
$P_{\text{air}}$	pression d'air à l'entrée du brûleur
$P_{\text{gaz}}$	pression du gaz naturel à l'entrée du brûleur

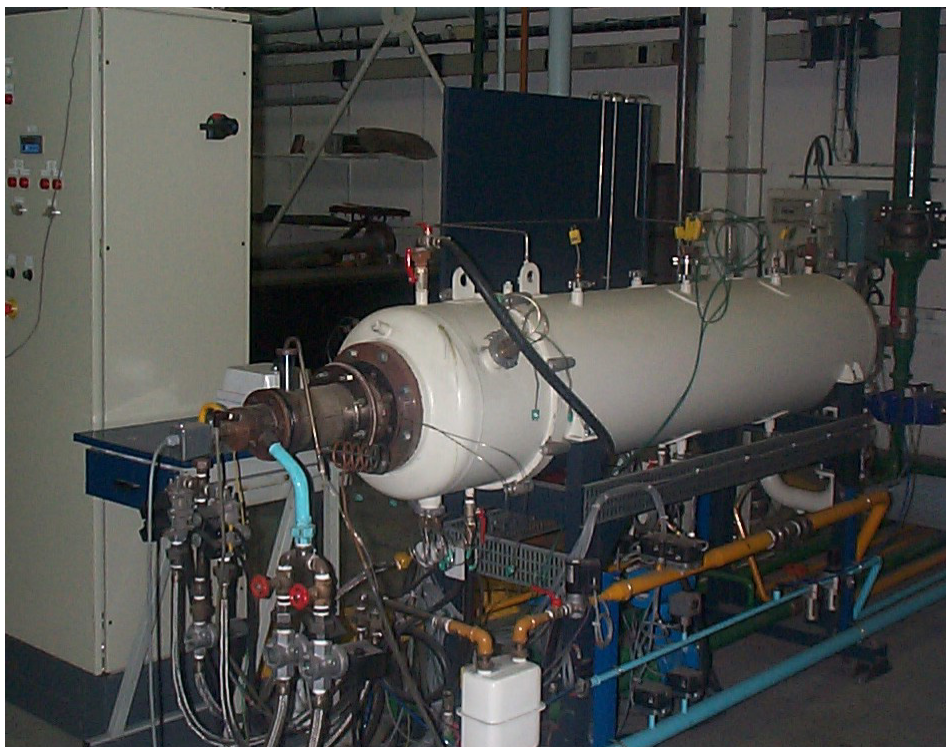


Figure 3 : maquette instrumentée, installée dans les laboratoires de la Direction de la Recherche de Gaz de France

Cette caractérisation s'est déroulée suivant 3 étapes

L'acquisition des paramètres a été faite en régime stationnaire pour l'étape 1. C'est à dire lorsque les conditions de fonctionnement du tube radiant étaient stables et lorsque l'équilibre thermique de la cellule était atteint.

Pour les essais de l'étape 2, les mesures ont été prises pendant un temps de chauffe. De ce fait, certaines acquisitions telles que les mesures de NOx n'étaient plus quantifiables.

Pour l'étape 3, un suivi de l'évolution du profil thermique du tube doigt de gant a été réalisé périodiquement. Le tube a été soumis à plusieurs cycle de fonctionnement comprenant la montée en température, le maintien à température, les cycles d'injection et d'inertage.

- étape 1 : Caractérisation des performances thermiques du tube radiant sous vide avec l'écran thermique fin pour simuler un cycle de montée en température. Les profils de température et les rendements ont été mesurés pour des puissances entrantes de 14, 16, 18, et 20 kW et un facteur d'air de 1,20.
- étape 2 : Même opération que la phase 1, avec l'écran thermique épais pour simuler un cycle de maintien en température, en mode régulation.
- étape 3 : Essais d'endurance de trois mois sous pression partielle azote / propane et pour une température d'enceinte de 950°C.

## RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les essais préliminaires ont mis en évidence un mauvais dimensionnement du moufle, et l'épaisseur du calorifuge a du être modifiée. Puis, il a été constaté une hétérogénéité importante du profil des températures le long du tube ne répondant pas au cahier des charges imposé par le partenaire. Plusieurs paramètres de fonctionnement du brûleur ont du être testés pour définir la configuration permettant d'atteindre l'objectif initial. Des modifications ont été apportées au tube radiant CERAJET 4", et les paramètres de fonctionnement ont ensuite été déterminés pour atteindre les consignes du traitement thermique visé et répondre au cahier des charges. La figure 4 ci-dessous présente une série de mesures de profil de température en fonction de la puissance du brûleur.

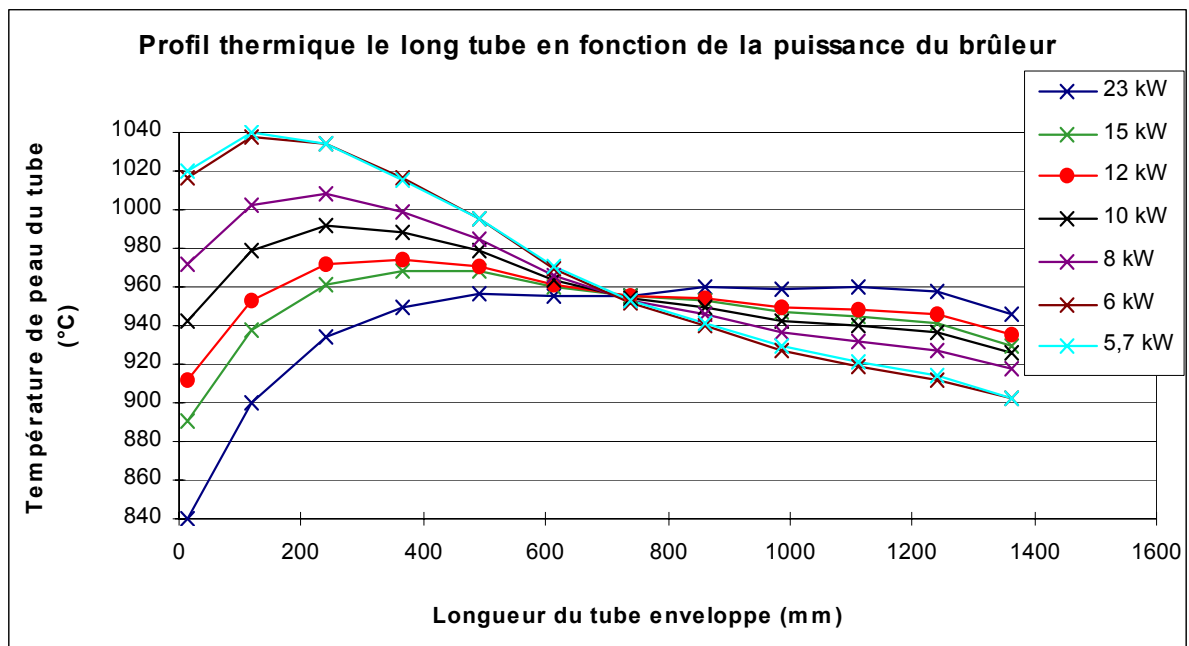


Figure 4 : résultats expérimentaux sur les profil de température le long du tube

Les principaux paramètres de fonctionnement retenus suite aux essais réalisés sont respectivement :

- pour la montée en température (*sans régulation*) :
  - $T_{\text{four}} = 1025 \text{ °C}$
  - $P_{\text{brûleur}} = 23 \text{ kW}$
  - Facteur d'air = 1,2
  - $C_{\text{NOx}} = 300 \text{ mg/(n)m}^3$  à 3%  $\text{O}_2$
  - Taux émission = 30 kW/m<sup>2</sup>
- Pour le maintien à température (*régulation tout ou rien*) :
  - $T_{\text{four}} = 950 \text{ °C}$
  - $P_{\text{brûleur}} = 12 \text{ kW}$

Une fois les paramètres de fonctionnement retenus, des tests d'endurance et des caractérisations métallurgiques ont été réalisés. Les essais d'endurance ont été menés sur une période 100 jours, soit trois mois de fonctionnement. Le brûleur a été sollicité du brûleur pendant plusieurs cycles. Le tableau B ci-dessous synthétise les essais d'endurance réalisés sur la maquette.

	Température du four = 950 °C	Température du four = 1050 °C
Caractéristiques communes	Puissance du brûleur : 12 kW Facteur d'air : 1,2 Régulation : Tout Ou Rien Injection alternée de propane et d'azote ( $\text{C}_3\text{H}_8/\text{N}_2$ )	
Durée de mise en service	<b>2410 heures</b>	<b>1270 heures</b>
Durée de fonctionnement de brûleur	<b>1000 heures</b>	<b>660 heures</b>
Taux de fonctionnement	<b>41 %</b>	<b>52 %</b>
Nombre de cycle d'allumage	<b>176 500</b>	<b>99 900</b>

Tableau B : essais d'endurance de l'équipement de chauffe installé sur la maquette

A la suite de ces essais, des échantillons représentatifs du tube enveloppe ont été prélevés et analysés. Les analyses métallurgiques n'ont rien révélé d'anormal. Le tube subit quelques modifications de structures à sa surface par l'apport de carbone, sans conséquence particulière pour un fonctionnement durable. A l'issue de ces caractérisations, une réunion du comité technique a validé le passage à la phase 2 du programme. ECM avait alors à sa charge la réalisation du prototype et de son alimentation en air et en gaz. Un brevet a d'ailleurs été déposé en juin 2000 à ce sujet.

## PHASE 2 : ETUDE ET REALISATION D'UN PROTOTYPE

Le prototype en grandeur réel a été installé dans les locaux de l'entreprise ECM. Les caractéristiques de ce prototype sont présentées sous la figure 5 ci-après.

Ce prototype comporte 12 tubes radiants CERAJET 4" disposés horizontalement autour de la charge (puissance installée 240 kW). Chaque brûleur est indépendant (2électrovannes Tout Ou Rien (TOR) sur le gaz et 2 électrovannes TOR sur l'air, par brûleur) et fonctionne selon deux allures : grand feu pour la montée en température et petit feu pour le maintien (régulation par modulation d'impulsion TOR). Un automate assure la gestion des brûleurs (allumage, contrôle de flamme, ré allumage, mise en sécurité) et facilite la régulation (allumage en cascade, pondération des temps d'allumage). Toutes ces informations sont envoyées vers une supervision pour un meilleur contrôle du procédé. L'inertage automatique à l'azote en cas de fuite est assuré par une électrovanne pour les tubes radiants, une autre pour les fours et le sas, et enfin par la fermeture d'un clapet sur le collecteur des fumées.

Une description plus précise du procédé et de son mode de régulation est indiquée ci-après.



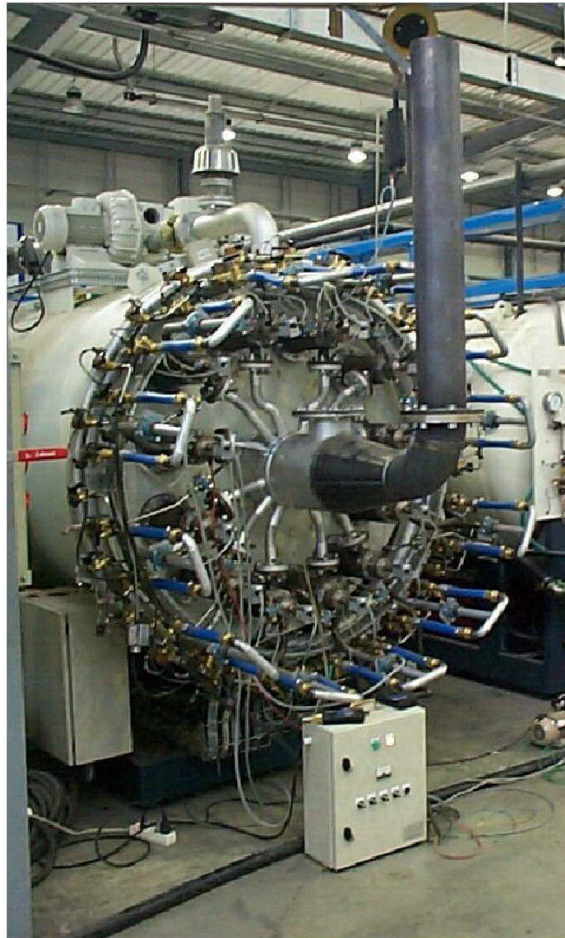


Figure 5 : prototype ICBP gaz

Charge maxi brute	300 kg
Hauteur	660 mm
Largeur	610 mm
Longueur	960 mm
Température	900 à 1000 °C
Homogénéité	+ ou - 5°C
Puissance utile	170 kW
Vide de travail	5 à 10 mbar absolus
Atmosphère	alternativement neutre ou carburante
Modularité	identique à cellule électrique

#### *Descriptif de l'équipement de combustion et du principe de cémentation*

La cellule prototype est équipée de douze brûleurs radiants de type CERAJET 4 pouces formant une couronne cylindrique autour de la cellule de traitement dont le volume est de 0,4 m<sup>3</sup>. Les tubes étant parfaitement étanches, il est possible de réaliser un vide partiel à l'intérieur de la cellule (5 à 10 mbar) et d'injecter à cette pression du propane, qui à 950°C va se craquer pour générer l'atmosphère requise pour la cémentation. Une injection d'azote permet de neutraliser l'atmosphère à la fin du traitement. La charge nominale du four est de 500 kg, dont 300 utiles.

Les brûleurs sont conçus pour trois régimes de fonctionnement : tout, peu, rien. Les régimes tout et peu ont été réglés, lors d'une campagne de mesures sur le site d'ECM, et ces réglages étaient fixés respectivement à 23 et 12 kW comme préconisé à la phase 1. Leur rendement de combustion est de 68% pour une température d'enceinte de 950°C. La puissance utile totale installée est donc de 12 x 23 x 0,68 = 187 kW. Les excès d'air sont réglés à 20%. Chaque brûleur est équipé d'une électrode d'allumage et d'une cellule UV de détection de flamme.

### *Descriptif de la panoplie air-gaz*

L'ensemble des brûleurs est alimenté par deux nourrices toriques, l'une pour l'air, l'autre pour le gaz. L'installation prototype étudiée a été conçue par l'entreprise ECM pour permettre un fonctionnement indépendant en tout, peu ou rien de chacun des brûleurs. A cet effet, chaque brûleur est équipé de deux électrovannes de gaz et deux d'air, montées en parallèle (une pour le peu, l'autre pour le tout), chaque électrovanne étant associée à une vanne de réglage manuel. Afin de mieux contrôler les débits, deux diaphragmes ont été montés, avec respect des longueurs droites requises, sur les arrivées d'air et de gaz de chaque brûleur. La panoplie comporte donc au total 48 électrovannes, 48 vannes de réglage, 24 diaphragmes, plusieurs centaines de coudes, restrictions et raccords de différents diamètres (de DN 8 à DN 25). Tous ces composants sont confinés dans un espace cylindrique d'un mètre cinquante de diamètre et de cinquante centimètres de longueur.

Il apparaît, à ce stade d'avancement, que dans un souci de meilleur contrôle de chaque brûleur et de plus grande sécurité, la cellule prototype ait été suréquipée. Ce point ne perturbe pas la suite du programme il a été décidé de poursuivre les phases 2 et 3 et d'étudier la simplification du prototype pour la fabrication d'unités industrielles.

Néanmoins, la panoplie gaz est conçue en conformité avec la norme de sécurité EN 746-2. Alimentée en 300 mbar, elle comporte successivement : un robinet manuel de barrage, un filtre, un régulateur de pression équipé d'une vanne d'arrêt et d'une soupape de décharge, un pressostat mini, deux électrovannes de sécurité de classe A, un pressostat maxi. Le jour de notre intervention, la pression était réglée à 140 mbar.

La production d'air comburant est assurée par un surpresseur à canal latéral capable de souffler l'air à une pression voisine de 150 mbar. Une soupape de décharge réglable limite la pression à bas débit, évitant ainsi une surchauffe du moteur.

### *Déroulement des essais de la phase 2*

La phase 2 avait pour objectif d'identifier l'influence du fonctionnement de l'ensemble des équipements de chauffe sur les performances de la cellule ICBP gaz. Pour cela les critères à atteindre ont été fixés, notamment sur l'homogénéité dans le volume utile de la cellule après une heure de stabilisation, mais aussi sur l'homogénéité de température des tubes enveloppes (vingt degrés) et enfin sur une charge fictive représentative d'une charge à traiter (delta température de dix degrés).

Pour atteindre ce résultat, plusieurs configurations de cycle de régulation (brûleur par brûleur s'allumant suivant le sens horaire de rotation, démarrage par groupe de quatre brûleurs diamétralement opposés, etc...) ont dû être réalisés. Il a été retenu un fonctionnement par paire de brûleurs diamétralement opposés, s'allumant toutes les dix secondes (voir figure 6).

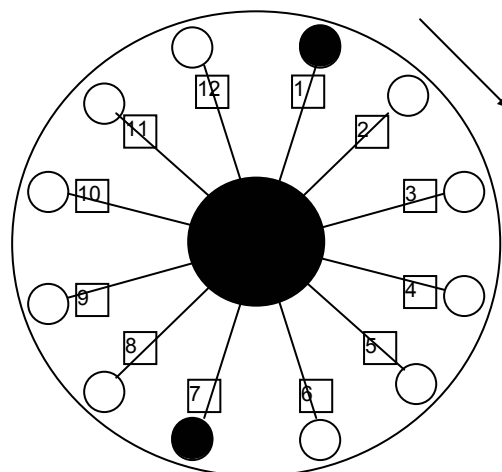


Figure 6 : régulation des brûleurs suivant le sens de rotation indiqué

Le principe de fonctionnement du système de régulation a ainsi été adopté. La cellule de traitement possède donc une seule zone de régulation de température. La boucle de régulation comporte un thermocouple judicieusement placé et un régulateur mono boucle configurable (marque EUROTHERM modèle 2408). Ce régulateur détermine à chaque instant la demande de chauffe sous la forme d'un signal analogique, élaboré selon un algorithme PI, qui représente le pourcentage de la puissance à fournir en régime peu.

Le signal de sortie du régulateur est reçu par un automate (API) SIEMENS qui détermine, en fonction de la demande de puissance et d'une stratégie de commande pré établie, le temps de fonctionnement de chaque brûleur en régime peu. L'API dialogue avec un automate programmable dédié à la sécurité (APIdS) de marque PILZ, qui gère les séquences d'allumage et les surveillances de flamme des brûleurs, et un superviseur SIEMENS.

Ce mode de régulation a permis de confirmer l'homogénéité de température dans le volume utile et ainsi d'engager les mesures d'homogénéité de température sur le mannequin et le long d'un tube enveloppe.

Un mannequin représentatif d'une charge a donc été équipé de 15 thermocouples, et seuls six de ces thermocouples (voir figure 7 ci après, points encerclés) devaient répondre au cahier des charges définis par l'entreprise ECM, à savoir un écart maximum entre ces points de 10 °C.

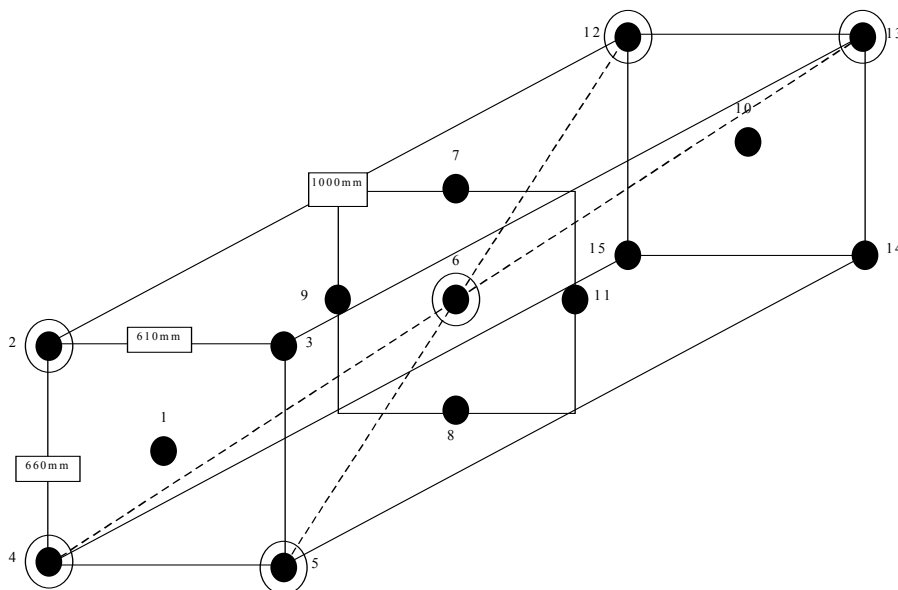


Figure 7 : mannequin instrumenté et thermocouples de référence encerclés

Sur les 15 points présentés, l'écart maximum de température enregistré était de 10,1 °C. Sur les 6 points de références, cet écart n'était plus que de 5,5 °C. Les performances du prototype ICBP gaz sont identiques et comparables à celles obtenues avec des ICBP électriques.

Au cours de ces essais, un tube enveloppe a été instrumenté de sept thermocouples pour le contrôle de l'homogénéité longitudinale. Les résultats sont présentés sur la figure 8 ci-après.

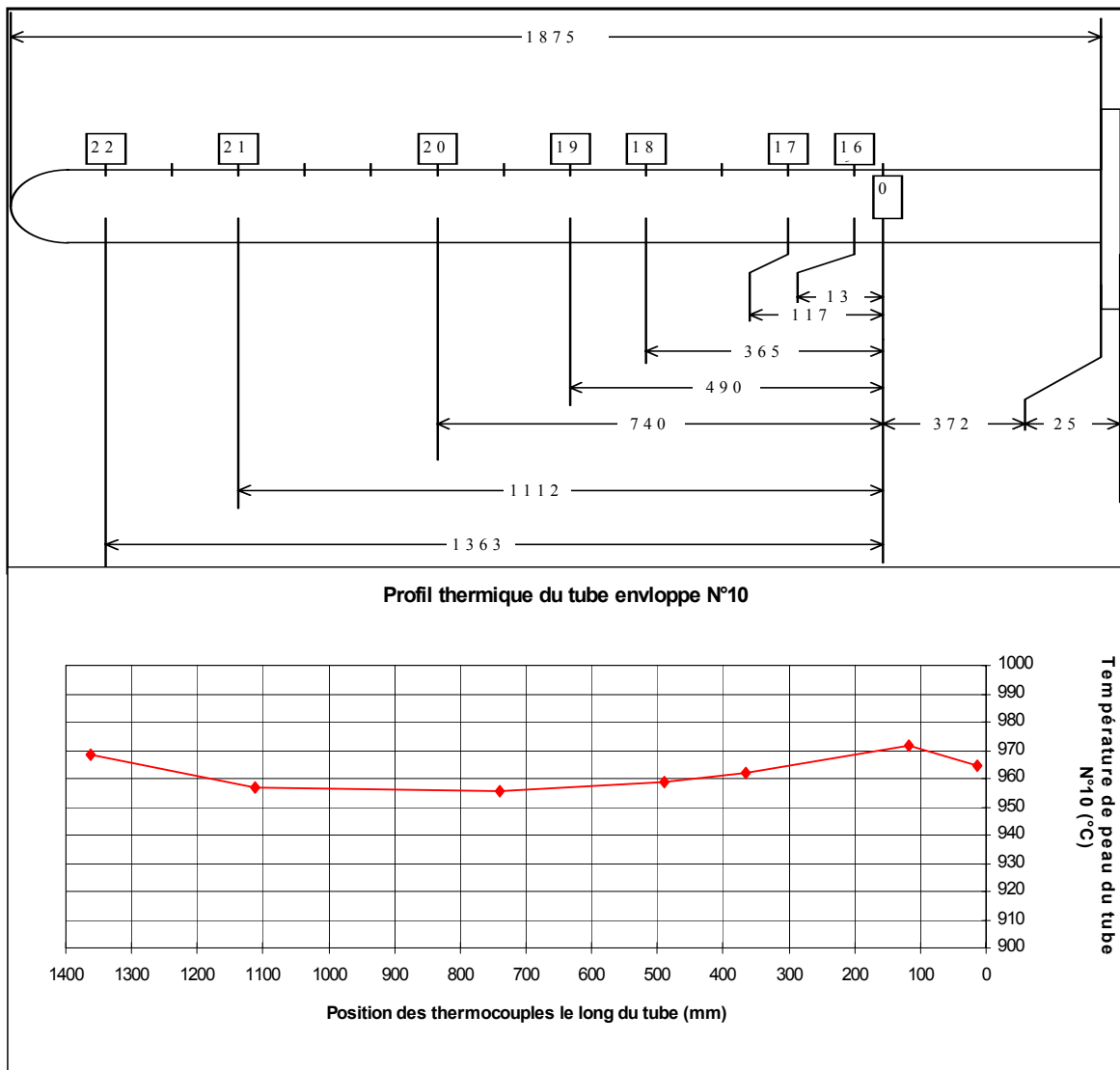


Figure 8 : homogénéité et profil de température le long d'un tube enveloppe instrumenté

Les écarts de température enregistrés le long du tube étaient de l'ordre de 15 °C. Cette dernière série de mesures concrétisait le passage à la phase 3 du programme. En effet, tous les objectifs étaient atteints :

- Homogénéité de température dans le volume utile du four :  $\Delta T_{\text{four}} < 10^{\circ}\text{C}$
- Homogénéité de température sur six points du mannequin :  $\Delta T_{\text{charge}} = 5,5^{\circ}\text{C} (< 10^{\circ}\text{C})$
- Homogénéité de température longitudinale d'un tube :  $\Delta T_{\text{tube}} = 15^{\circ}\text{C} (< 20^{\circ}\text{C})$

#### 4.1 PHASE 3 : LA VALIDATION INDUSTRIELLE D'UNE ICBP GAZ

Ces résultats encourageants nous ont permis d'engager la phase 3 qui avait pour but de tester le prototype en situation réelle de traitement. Ainsi, 112 couronnes de ponts en 19 Mn Cr 5 (poids 298 kg) ont été chargées dans l'ICBP gaz avec un cahier des charges fixé par un client de l'industrie automobile. La disposition de cette charge est présentée sur la figure 9 ci-après.

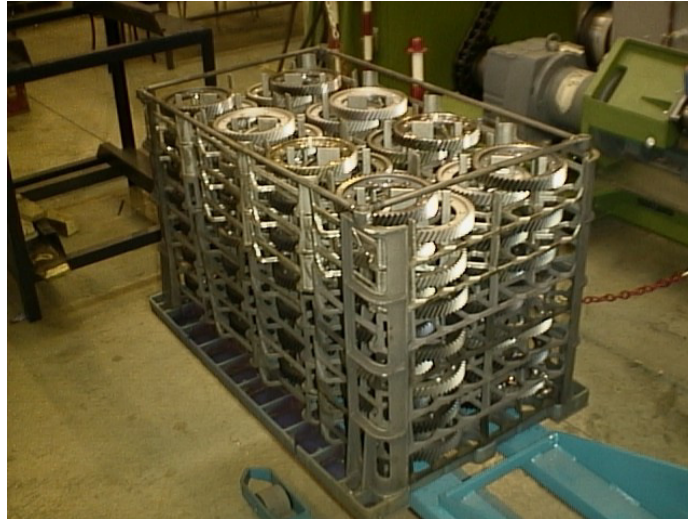


Figure 9 : charge (couronne de pont) enfournée dans l'ICBP gaz

La température de cémentation (950 °C) a été atteinte et maintenue pendant 1 heure 30 minutes, le temps de cémentation au propane a été de 12 minutes 24 secondes (4200 litres/heure), et le temps de diffusion d'azote de 1 heure 03 minutes 36 secondes (1200 litres/heure), soit un cycle total de 2 heures 46 minutes. Les contrôles réalisés ont montré que les spécifications recherchées respectaient le cahier des charges. Une analyse des spécifications imposées et des résultats obtenus est présentée ci-dessous à partir de documents contractuels que l'entreprise ECM fournit à ses clients lorsque les opérations de cémentation sont effectuées.

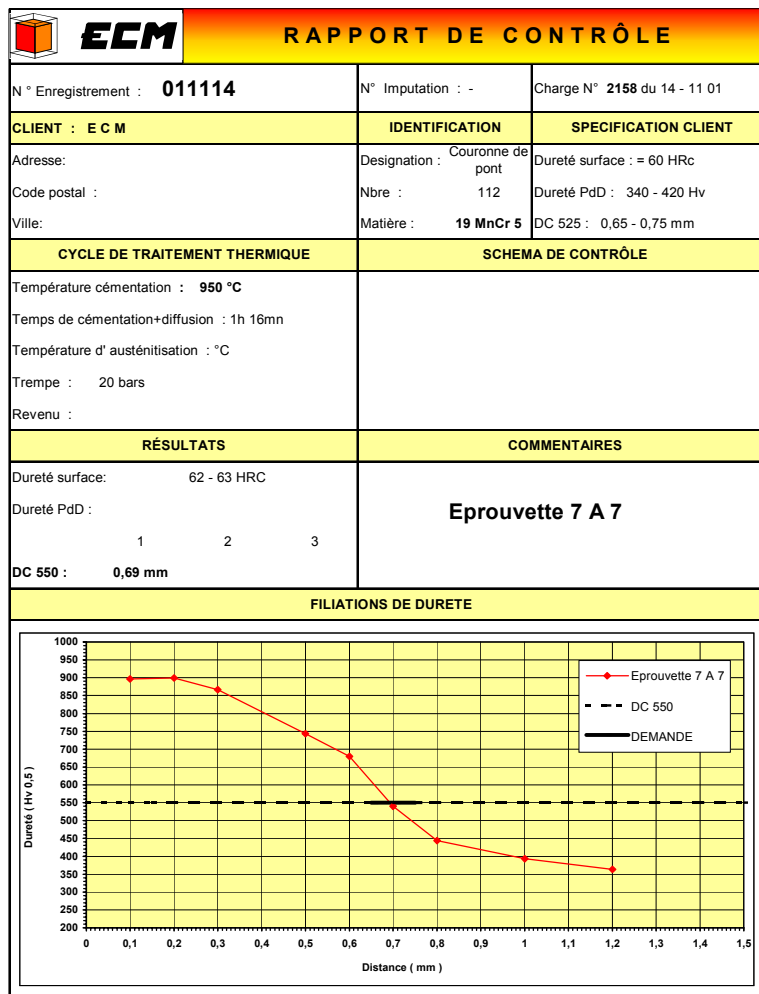


Figure 10 : analyse de la charge cémentée

Ces essais concluants ont validé et conclu la phase 3 du programme de développement d'une ICBP chauffée au gaz naturel. Par la suite, un audit de l'installation a été élaboré et des préconisations proposées. Ces préconisations visent à simplifier la panoplie air-gaz, tout en respectant la norme européenne EN 746.2. Il est aussi proposé de diminuer le nombre de tubes radiants installé. A travers cette démarche il est recherché une réduction des coûts pour augmenter la compétitivité de l'ICBP gaz face à l'ICBP électrique. Le surcoût du prototype ICBP gaz comparé au coût d'une ICBP électrique, dont la production industrielle est optimisée, a été estimé à 30 %.

## **5 CONCLUSIONS**

Une version de four sous vide chauffée au gaz naturel pour réaliser des opérations de cémentation est désormais disponible. Les freins techniques et technologiques ont tous successivement été levés, tels que :

- Niveau de température dans l'enceinte
- Etanchéité des équipements de chauffe
- Homogénéité de température le long des tubes enveloppes
- Homogénéité de température dans le volume utile du traitement
- Respect des normes européennes de sécurité
- Qualité du traitement thermique

Ces travaux de recherche et de développement ont accusé un retard de 2 ans sur le planning prévisionnel. Toutefois, ce nouveau four de traitement thermique sous vide chauffé au gaz naturel vient enrichir l'offre en solution gaz naturel sur un segment de marché jusqu'ici réservé aux solutions électriques.

Des optimisations sont en cours de réalisation actuellement visant à simplifier la ligne air gaz du four et à diminuer le nombre d'équipements de chauffe. Ces travaux ne seront pas sans conséquence sur le coût d'investissement d'une cellule gaz, que nous espérons par la suite équivalent aux fours de cémentation sous vide électrique.

Le lancement commercial du four sous vide chauffé au gaz naturel est officiel depuis le début de l'année 2002. Des publications ont été effectuées dans des revues françaises spécialisées comme par exemple dans la revue du traitement thermique, et une communication lors du *31<sup>ème</sup> congrès du traitement thermique et de l'ingénierie des surfaces* qui s'est tenu en juin 2002 à Grenoble, a été réalisée.

ECM répond d'ores et déjà à des sollicitations d'industriels du secteur de l'automobile aux Etats Unis, au Mexique et au Canada, par le biais de son implantation commerciale aux USA. ECM souhaite développer ses ventes à l'export et ce nouveau four de traitement thermique lui permet d'accéder à différents marchés comme ceux des pays de l'Est (Tchécoslovaquie, Hongrie, autre) et ceux de l'Asie (Japon, Chine, Corée, autre). Des représentations commerciales ont aussi été créées pour proposer les fours d'ECM sur ces marchés.

L'ultime étape de ce développement consiste désormais à réaliser une première installation de référence chez un industriel. Gaz de France et ECM unissent actuellement tous leurs efforts pour atteindre cet objectif.