

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 81108036.5

51 Int. Cl.³: C 23 C 11/10

22 Anmeldetag: 07.10.81

30 Priorität: 08.10.80 DE 3038081

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
14.04.82 Patentblatt 82/15

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB IT LI NL

71 Anmelder: Linde Aktiengesellschaft
Abraham-Lincoln-Strasse 21
D-6200 Wiesbaden(DE)

72 Erfinder: Strigl, Reinhard
Zeitlerstrasse 1
D-8000 München 50(DE)

72 Erfinder: Reverchon, Thomas
Isenschmidstrasse 5
D-8000 München 90(DE)

72 Erfinder: Jurmann, Alexander
Fasanenstrasse 68a
D-8025 Unterhaching(DE)

72 Erfinder: Danzer, Wolfgang, Dr.
c/o Linde do Brasil Ltda. Alameda Amazonas 868
06400 Alphaville Barueri Sao Paulo(BR)

74 Vertreter: Schaefer, Gerhard, Dr.
Linde Aktiengesellschaft Zentrale Patentabteilung
D-8023 Hölriegelskreuth(DE)

54 Verfahren zum Aufkohlen und kohlungsneutralen Glühen von Werkstücken.

57 Es wird ein Verfahren zum Aufkohlen und kohlungsneutralen Glühen von Werkstücken angegeben, die in einem Ofen bei hohen Temperaturen der Einwirkung eines aus einer organischen Flüssigkeit und weiteren Komponenten gebildeten Gasgemisches ausgesetzt werden. Um auf wirtschaftliche Weise ein rasches Aufkohlen oder kohlungsneutrales Glühen von Metallteilen zu ermöglichen, wird vorgeschlagen, die organische Flüssigkeit während der Einwirkung des Gasgemisches auf die Werkstücke den übrigen Komponenten vor deren Einleitung in den Ofen und/oder dem Gasgemisch pulsierend zuzugeben.

EP 0 049 532 A1

1

5

10

Verfahren zum Aufkohlen und kohlungs-
neutralen Glühen von Werkstücken

15 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufkohlen und
kohlungsneutralen Glühen von Werkstücken, die in einem
Ofen bei hohen Temperaturen der Einwirkung eines aus
einer organischen Flüssigkeit und weiteren Komponenten
gebildeten Gasgemisches ausgesetzt werden.

20

Es ist bekannt, Wärmebehandlungsöfen für Metalle mit einem
aus Dämpfen organischer Flüssigkeiten und weiteren Kompo-
nenten gebildeten Gasgemisch zu speisen. Hierzu wird ein
Stickstoffstrom, der mit den Dämpfen der organischen Flüssig-
25 keit angereichert ist, in den Behandlungsöfen eingeleitet.
Nach bisherigen Methoden wird über die Zugabe der organischen
Flüssigkeit ein festes Kohlungspotential im Ofen eingestellt.
Der Strom der Dämpfe der organischen Flüssigkeit ist dabei
gleichmäßig, so daß sich zusammen mit den übrigen Komponenten
30 z.B. Stickstoff und/oder ein Kohlenwasserstoff, im Ofen ein
Gasgemisch mit einem Gehalt an ca. 20 % Kohlenmonoxid, 40 %
Wasserstoff und dem Rest Stickstoff und Kohlenwasserstoffen
einstellt. Bei dieser Verfahrensweise wird jedoch eine rela-
tiv große Menge an organischer Flüssigkeit verbraucht. Ein
35 weiterer Nachteil bekannter Verfahren liegt in der sehr langen

1 Aufkohlungszeit.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs angegebenen Art zu entwickeln, mit dem auf wirtschaftliche Weise ein rasches Aufkohlen oder kohlungsneutrales Glühen von Metallteilen möglich ist.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die organische Flüssigkeit während der Einwirkung des Gasgemisches auf die Werkstücke den übrigen Komponenten vor deren Einleitung in den Ofen und/oder dem Gasgemisch pulsierend zugegeben wird.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann durch die pulsierende Zugabe der organischen Flüssigkeit ein im Vergleich zu bisherigen Verfahren großes Kohlenstoffpotentialgefälle zwischen Werkstückoberfläche und Kern des Werkstückes erzielt werden. Ein großes Kohlenstoffpotentialgefälle wirkt aber als zusätzliche, treibende Diffusionskraft, so daß durch den pulsierenden Eintrag der organischen Flüssigkeit ein rasches Eindringen des Kohlenstoffs in das zu behandelnde Werkstück erreicht wird. Das pulsierende Zumischen verläuft so, daß zumindest die organische Flüssigkeit während der Aufkohlung bzw. des kohlungsneutralen Glühens in zahlreichen Phasen in den Ofen eingeleitet wird. In diesen Phasen steigt der Kohlenstoffgehalt des Gasgemisches bis zu einem bestimmten Niveau, während er in den Zeiträumen zwischen den Einleitungsphasen sinkt, da keine organische Flüssigkeit zugegeben wird.

Es wurde festgestellt, daß der Verbrauch an organischer Flüssigkeit beim erfindungsgemäßen deutlich geringer ist als bei den bekannten Verfahren (bis zu 50 %). Ein weiterer Vorteil liegt in der Verkürzung der Kohlungszeit (bis zu 50 %). Außerdem verbessert sich die Randzonenbeschaffenheit an erfindungsgemäß behandelten Werkstücken, d.h. es entstehen

1weniger Randoxidationen.

Es hat sich als besonders vorteilhaft herausgestellt, nicht nur die organische Flüssigkeit pulsierend in den Ofen bzw. 5 in die übrigen Komponenten einzuspeisen, sondern auch diese Komponenten, denen die organische Flüssigkeit zugemischt wird, selbst pulsierend in den Ofen einzuleiten. Es wurde festgestellt, daß durch diese Maßnahme einerseits z.B. die aufkohlende Wirkung verstärkt oder andererseits durch die 10 im Ofen hervorgerufenen Druckwechsel eine gleichmäßigere Aufkohlung der Werkstücke bewirkt wird.

So kann z.B. eine der weiteren Komponenten ein inertes Trägergas sein. Wird dieses Gas pulsierend eingeführt, 15 so werden im Ofen Druckschwankungen hervorgerufen. Deren Amplitude und Frequenz kann nun durch geeignete Wahl des Zeitpunkts und der Dauer einer Phase, in der Gas eingeleitet wird, so bestimmt werden, daß eine ständige Bewegung der Ofenatmosphäre die Folge ist. Auf diese Weise wird sicher- 20 gestellt, daß das Gasgemisch an alle Stellen eines Werkstückes, also auch an geometrisch ungünstige Stellen oder Toträume innerhalb einer Schüttung, gleichmäßig geführt wird und im gesamten Ofen eine homogene Gasmischung eingestellt wird. Eine ungenügende Aufkohlung benachteiligter Werkstück- 25 oberflächen oder ein Aufkohlen bzw. ein zu starkes Aufkohlen begünstigter Werkstückoberflächen wird somit vermieden.

Eine der weiteren Komponenten kann aber auch ein Kohlenwasserstoff sein. Die Zugabe von Kohlenwasserstoffen ist 30 beim Aufkohlen mittels organischer Flüssigkeiten üblich, da mit einer organischen Flüssigkeit in der Regel keine ausreichende Aufkohlungswirkung erzielt werden kann. Mit Methanol als organischer Flüssigkeit wird beispielsweise lediglich ein Kohlungspegel von 0,5 bis 0,6 % erzielt. Die 35 Zugabe von Kohlenwasserstoffen ermöglicht nicht nur einen

1höheren Kohlungspegel, sondern auch eine bessere Regelung
dieses Pegels. Im Zusammenhang mit dem erfindungsgemäßen
Verfahren führt die pulsierende Zugabe von Kohlenwasserstof-
fen zu einem weiteren wesentlichen Vorteil: Die Zugabe der
5Kohlenwasserstoffe kann so gewählt werden, daß die durch die
pulsierende Zugabe der organischen Flüssigkeit verursachen-
den Druckschwankungen verstärkt werden, der Übergang von
Kohlenstoff in das Metall beschleunigt und so die Aufkohlungs-
geschwindigkeit weiter erhöht wird. Zu diesem Zweck ist es
10günstig, den Zugaberhythmus für die Kohlenwasserstoffe dem
der Zugabe der organischen Flüssigkeit anzupassen.

In einer vorteilhaften Ausgestaltung des Erfindungsgedankens
ist daher die organische Flüssigkeit ein Alkohol, insbesondere
15Methanol und sind unter den weiteren Komponenten ein inertes
Trägergas, insbesondere Stickstoff und ein gasförmiger Kohlen-
wasserstoff, insbesondere ein Kohlenwasserstoff mit mehr als
einem Kohlenstoffatom, oder eine weitere organische Flüssigkeit
wie Aceton, Isopropanol, Äthylazetat enthalten. Kohlenwasser-
20stoffe mit mehr als einem Kohlenstoffatom zerfallen bei den
im Ofenraum herrschenden Temperaturen in mehrere Radikale.
Dieser Effekt führt zu einer zusätzlichen Druckerhöhung im
Ofen und somit zu einer weiteren Beschleunigung des Kohlen-
stoffüberganges.

25

Nach einem weiteren Merkmal des erfindungsgemäßen Verfahrens
ist die Dauer der Zugabe der kohlenstoffhaltigen Komponenten
gegenüber dem Zeitraum zwischen dem Ende einer Zugabe und
dem Beginn der nächsten Zugabe kurz. Die Dauer der Zugabe
30beträgt dabei 1 sec. bis 30 min., vorzugsweise 10 bis 60 sec.
Der Zeitraum zwischen dem Ende einer Zugabe und dem Beginn
der nächsten Zugabe beträgt 10 sec. bis 60 min., vorzugswei-
se 20 bis 300 sec.

35Nach einer vorteilhaften Ausgestaltung des Erfindungsgedankens

- 1 wird kontinuierlich der Methan- und/oder Kohlendioxid- und/
oder Wasserstoff- und/oder Kohlenmonoxidgehalt und/oder der
Taupunkt und/oder das Sauerstoffpotential im Gasgemisch ge-
messen, die Meßgrößen einer Regeleinheit zugeführt und die
5 Dauer und der Zeitpunkt der Zugabe der kohlenstoffhaltigen
Komponenten nach Vergleich der Meßgrößen mit einem jeweils
vorgegebenen Sollwert in Abhängigkeit von der Differenz zwi-
schen Sollwert und Meßgröße automatisch geregelt.
- 10 Eine für herkömmliche Verfahren typische Gasgemischzusammen-
setzung hatte einen Gehalt von ca. 20 % Kohlenmonoxid, 40 %
Wasserstoff, 2 bis 5 % Kohlenwasserstoffgas sowie Stickstoff.
Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren liegt der Kohlenmonoxid-
gehalt zwischen 5 und 30 %, im Mittel etwa bei 12 bis 15 %,
15 also unter dem herkömmlichen Wert. Der Wasserstoffanteil
liegt bei 10 bis 40 %, wobei sich diese Zusammensetzung in
Abhängigkeit von der Pulsation ändert. Der Anteil der Kohlen-
wasserstoffe liegt dann bei 2 bis 10 %. Im folgenden soll
anhand zweier Versuche das erfindungsgemäße Verfahren mit
20 dem herkömmlichen Verfahren verglichen werden:

Beispiel

- Als Ofen diente ein Kammerofen mit Vorkammer und Ölabschreck-
25 bad, mit Zwischentüre und Eingangstüre vor der Vorkammer.
Das Volumen des freien Ofenraums betrug ca. 1,5 m³. Eine
Charge von 193 Stck. Antriebswellen aus 16 Mn Cr5 mit einem
Gesamtgewicht von ca. 515 kg und einer Oberfläche von ca.
5,5 m² wurde einer Aufkohlungsbehandlung unterworfen. Es
30 wurde eine Einhärtetiefe von 0,5 mm bis 0,8 mm bei 550 HV1
mit eutektoiden Randkohlenstoffgehalt und einer Oberflächen-
härte von 64 bis 66 HR_C verlangt. Die Aufkohlungstemperatur
betrug 940°C. Das Gasgemisch wurde aus folgenden Komponenten
gebildet: Als Trägergas diente Stickstoff, als organische
35 Flüssigkeit Methanol. Dieser Alkohol wurde als Flüssigkeit

1 in das Trägergas eingedüst. Schließlich wurde Propan gas-
förmig zugemischt. Diese Parameter stimmten bei den beiden
folgenden Versuchen, in denen eine Charge einmal nach dem
herkömmlichen Verfahren (Versuch a) und einmal nach dem er-
5 findungsgemäßen Verfahren (Versuch b) behandelt wurde, über-
ein.

Versuch a: Nach einem herkömmlichen Verfahren wurden pro
Stunde 5,2 m³ Stickstoff, 4,8 l Methanol und
10 300 l Propan in den Ofen geleitet. Die Dauer
der Aufkohlung betrug 120 min.

Versuch b: Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wurden
6 m³/h Stickstoff als Grundmenge, 10,5 l/h
15 Methanol und 820 l/h Propan intervallweise
in 42 Intervallen à 20 sec. in den Ofen einge-
leitet. Jedem Intervall schloß sich eine Pause
von 60 sec. an, in denen keine kohlenstoffhal-
tigen Komponenten in den Ofen geleitet wurden.
20 Nach dem letzten Intervall schloß sich eine ca
15 min. dauernde Diffusionsphase an. Bei diese
Verfahren dauerte die Aufkohlung 71 Minuten.

In beiden Versuchen wird die Dauer der Aufkohlung von dem
25 Zeitpunkt an gerechnet, an dem der Ofen die Aufkohlungs-
temperatur von 940°C erreicht hatte. Ein Vergleich beider
Versuche zeigt die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahren:
wonach der Verbrauch an Methanol und die Dauer der Aufkoh-
lung gegenüber dem herkömmlichen Verfahren geringer bzw.
30 kürzer ist.

1

5

10

Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufkohlen und kohlungsneutralen Glühen von Werkstücken, die in einem Ofen bei hohen Temperaturen der Einwirkung eines aus einer organischen Flüssigkeit
15 und weiteren Komponenten gebildeten Gasgemisches ausgesetzt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die organische Flüssigkeit während der Einwirkung des Gasgemisches auf die Werkstücke den übrigen Komponenten vor deren Einleitung in den Ofen und/oder dem Gasgemisch pulsie-
20 rend zugegeben wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die organische Flüssigkeit einer oder mehreren ebenfalls pulsierend in den Ofen strömenden Komponente(n) zuge-
25 mischt wird.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die organische Flüssigkeit ein Alkohol, insbesondere Methanol ist und unter den weiteren Kompo-
30 nenten ein inertes Trägergas, insbesondere Stickstoff, und ein gasförmiger Kohlenwasserstoff, insbesondere ein Kohlenwasserstoff mit mehr als einem Kohlenstoffatom, oder eine weitere organische Flüssigkeit wie Aceton, Isopropanol, Äthylacetat, enthalten sind.

35

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Dauer der Zugabe der kohlenstoffhaltigen Komponenten gegenüber dem Zeitraum zwischen dem Ende einer Zugabe und dem Beginn der nächsten Zugabe kurz ist.
- 5
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Dauer der Zugabe 1 sec. bis 30 min. vorzugsweise 10 bis 60 sec. beträgt und der Zeitraum zwischen dem Ende einer Zugabe und dem Beginn der nächsten Zugabe 10 sec. bis 60 min., vorzugsweise 20 bis 300 sec. beträgt.
- 10
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß kontinuierlich der Methan- und/oder Kohlendioxid- und/oder Wasserstoff- und/oder Kohlenmonoxid-gehalt und/oder der Taupunkt und/oder das Sauerstoffpotential im Gasgemisch gemessen, die Meßgrößen einer Regleinheit zugeführt werden und die Dauer und der Zeitpunkt der Zugabe der kohlenstoffhaltigen Komponenten nach Vergleich der Meßgrößen mit einem jeweils vorgegebenen Sollwert in Abhängigkeit von der Differenz zwischen Sollwert und Meßgröße automatisch geregelt werden.
- 15
- 20
- 25
- 30
- 35



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0049532

Nummer der Anmeldung

EP 81 10 8036

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ¹)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	GB - A - 527 081 (RENAULT) * Anspruch 1 *	1	C 23 C 11/10
	--		
A	HARTEREI-TECHNISCHE MITTEILUNGEN, Band 35, Nr. 5, 1980, Seiten 230-237 München, DE. U. WYSS et al.: "Grundsätzliche Voraussetzungen für die Verringerung des Gasverbrauches bei der geregelten Gasaufkohlung"	6	
	* Insgesamt *		
	--		
A	CH - A - 404 338 (WYSS)	3	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. ²) C 23 C C 21 D
A	METALS HANDBOOK, 8. Auflage, Band 2, Ausg. American Society for Metals, 1964, Seiten 85,86 "Heat treating, cleaning and finishing"	6	
	* Seiten 85,86, "Orsat analyzer" *		

			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &. Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
X Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	17-11-1981	RIES	