

⑬



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪ Veröffentlichungsnummer:

0 106 961
A1

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑰ Anmeldenummer: **83108017.1**

⑤① Int. Cl.³: **C 21 D 1/76**

⑳ Anmeldetag: **12.08.83**

③① Priorität: **18.08.82 DE 3230723**

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

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: **02.05.84**
Patentblatt 84/18

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

⑧④ Benannte Vertragsstaaten: **BE CH DE FR LI NL**

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

⑤④ **Verfahren zum Herstellen einer Gasatmosphäre für das Glühen metallischer Werkstücke.**

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer Stickstoff und Wasserstoff enthaltenden Gasatmosphäre für das Glühen metallischer Werkstücke in einem Ofen. Um eine derartige Gasatmosphäre einfach und wirtschaftlich herstellen zu können, wird vorgeschlagen, in den Ofeninnenraum ein aus einem Inertgas und Ammoniak bestehendes Gasgemisch einzuleiten und den Ofeninnenraum vor dem Einleiten des Gasgemisches auf eine zur katalytischen Spaltung des Ammoniaks ausreichende Temperatur zu erhitzen.

EP 0 106 961 A1

1

5

10

Verfahren zum Herstellen einer Gasatmosphäre
für das Glühen metallischer Werkstücke

15 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer
Stickstoff und Wasserstoff enthaltenden Gasatmosphäre für das
Glühen metallischer Werkstücke in einem Ofen.

Zum Glühen von Werkstücken, beispielsweise zum Blankglühen,
20 Rekristalisationsglühen, Spannungsfreiglühen u.ä. wird neben EXO-Gas
als Schutzgas üblicherweise ein aus einem Inertgas wie Stickstoff
und einem reduzierenden Gas wie Wasserstoff bestehendes Gas-
gemisch eingesetzt. Stickstoff-Wasserstoff-Gasmischungen
werden herkömmlicherweise nach einem der beiden folgenden
25 Verfahren hergestellt:

Die eine Möglichkeit ist die Herstellung eines Stickstoff-
Wasserstoff-Gemisches durch Spalten von Ammoniak in einem
Spaltgasgenerator. Das Ammoniak-Spaltgas wird erzeugt, indem
30 Ammoniak in diesem Generator über einen auf ca. 900 °C er-
wärmten Nickelkatalysator geleitet wird. Dabei entsteht ein
Gasgemisch, das aus 75 Vol.-% Wasserstoff und 25 Vol.-%
Stickstoff besteht. In vielen Anwendungsfällen ist ein der-
artig hoher Anteil an Wasserstoff nicht notwendig. Aus die-
35 sem Grund wird das im Spaltgasgenerator erzeugte Gasgemisch

- 1 häufig durch Zumischen von Stickstoff verdünnt. Die Anschaffung und Instandhaltung von Spaltgasgeneratoren ist aber sehr kostenaufwendig.
- 5 Der Einsatz eines Generators erübrigt sich bei dem zweiten Verfahren, das bisher zur Herstellung von Stickstoff-Wasserstoff-Gasgemischen verwendet wurde: Dabei werden Stickstoff und Wasserstoff in Vorratsbehältern gespeichert, in gasförmigem Zustand im erforderlichen Mengenverhältnis gemischt und
- 10 das Gemisch in den Ofeninnenraum geleitet. Stickstoff kann in diesem Fall je nach Verbrauch in gasförmigem oder flüssigem Zustand gespeichert werden. Bei diesem Verfahren kann das Mengenverhältnis des Stickstoff-Wasserstoff-Gemisches zwar beliebig variiert werden (üblicherweise wird ein Wasser-
- 15 stoffanteil zwischen 2 Vol.-% und 30 Vol.-% gewählt), jedoch ist Wasserstoff als Liefergas relativ teuer.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, mit dem ein Stickstoff und Wasserstoff enthalten-

20 des Gasgemisch für das Glühen von Werkstücken in einem Ofen auf einfache und wirtschaftliche Weise hergestellt werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß in den

25 Ofeninnenraum ein aus einem Inertgas und Ammoniak bestehendes Gasgemisch eingeleitet wird und der Ofeninnenraum vor dem Einleiten des Gasgemisches auf eine zur katalytischen Spaltung des Ammoniaks ausreichende Temperatur erhitzt wird.

30 Erfindungsgemäß ist weder ein Spaltgasgenerator noch die Lieferung bzw. Speicherung von Wasserstoff erforderlich. Das erfindungsgemäße Verfahren beruht auf der Erkenntnis, daß Ammoniak im Innenraum eines Glühofens katalytisch in Stickstoff und Wasserstoff gespalten und auf diese Weise zusammen

35 mit zusätzlich zugeführtem Stickstoff ein für die Glühbehand-

1 lung von Werkstücken geeignetes Gasgemisch innerhalb des
Ofens gebildet werden kann. Die beim Glühen eingesetzten Öfen
enthalten Bauteile, die bei einer geeigneten Temperatur eine
katalytische Spaltung von Ammoniak bewirken. Derartige, üb-
5 licherweise aus Chrom-Nickel-Stählen gefertigte Bauteile sind
beispielsweise die Ofenmuffel oder das Förderband. Somit ist
im Ofeninnenraum eine für die Spaltung des Ammoniaks ausrei-
chend große Katalysatorfläche vorhanden. Beim erfindungsge-
mäßigen Verfahren fungiert demnach der Ofen selbst als Gasgene-
10 rator.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren kann im Wärmebe-
handlungs-ofen ein Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch bereitge-
stellt werden, das kostengünstiger ist, als ein in einem
15 Spaltgasgenerator oder durch Mischen der in Komponentenform
gespeicherten Gase hergestelltes Gasgemisch.

Der Anteil des Ammoniaks im Ammoniak-Stickstoff-Gemisch kann
anhand des bekannten Mengenverhältnisses im Spaltgas leicht
20 eingestellt werden und richtet sich nach dem gewünschten Was-
serstoffgehalt in der Glühofenatmosphäre.

Bestehen die die katalytische Spaltung bewirkenden Teile des
Ofens aus Chrom-Nickelstählen, so wird der Ofeninnenraum für
25 das erfindungsgemäße Verfahren auf eine oberhalb von 500 °C
liegende Temperatur erhitzt.

Wegen seiner Verfügbarkeit sowie des relativ niedrigen Prei-
ses wird als Inertgas zweckmäßigerweise Stickstoff verwen-
30 det, der zudem einfach zu speichern ist.

In einer vorteilhaften Variante der Erfindung, die ein koh-
lungsneutrales Glühen von Werkstücken ermöglicht, wird zu-
sätzlich zum Stickstoff-Ammoniak-Gemisch ein aus Kohlenwas-
35 serstoffen bestehendes Gas, beispielsweise Erdgas oder Propan,

1 in den Ofen geleitet.

Besonders vorteilhaft läßt sich das erfindungsgemäße Verfahren auf das Glühen von Chrom-Nickelstählen anwenden, da das
5 Glühgut in diesem Fall selbst als Katalysator für die Spaltung des Ammoniaks wirkt. Es läßt sich aber auch beim Glühen von anderen Stählen und bei NE-Metallen wie z.B. beim Glühen von Neusilberteilen einsetzen.

10 Eine weitere günstige Anwendung dieses erfindungsgemäßen Verfahrens ist in Anspruch 6 angegeben.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann aber auch zum Glühen anderer Materialien verwendet werden, die bei einer Temperatur
15 über 500 °C reduzierend geglüht werden müssen.

20

25

30

35

1

5

10

Patentansprüche

- 15 1. Verfahren zum Herstellen einer Stickstoff und Wasserstoff-
enthaltenden Gasatmosphäre für das Glühen metallischer
Werkstücke in einem Ofen, dadurch gekennzeichnet, daß in
den Ofeninnenraum ein aus einem Inertgas und Ammoniak be-
stehendes Gasgemisch eingeleitet wird und der Ofeninnenraum
20 vor dem Einleiten des Gasgemisches auf eine zur katalyti-
schen Spaltung des Ammoniaks ausreichende Temperatur er-
hitzt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der
25 Ofeninnenraum auf eine oberhalb ca. 500 °C liegende Tempe-
ratur erhitzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet,
daß das inerte Gas Stickstoff ist.
- 30 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekenn-
zeichnet, daß dem Ofeninnenraum zusätzlich ein aus Kohlen-
wasserstoffen bestehendes Gas zugeführt wird.
- 35 5. Anwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4

1 auf das Glühen von Stahlteilen und NE-Metalteilen.

6. Anwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4
auf das isotherm Glühen von Gesenkschmiedeteilen oder von
5 Teilen aus Grauguß (GG), Sphäroguß (GGG), Stahlguß (GGS)
oder Temperguß (GGT).

10

15

20

25

30

35



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0 106961
Nummer der Anmeldung

EP 83 10 8017

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. ³)
A	DE-B-2 017 540 (VARTA)		C 21 D 1/76
A	DE-A-2 617 962 (ESCHWEILER BERGWERKS-VEREIN)		
A	DE-A-2 657 644 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS)		
A	US-A-3 519 257 (K.-H. WINTER et al.)		
A	DE-C- 644 980 (B. SCHILDE)		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. ³)
			C 21 D 1/76
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort BERLIN		Abschlußdatum der Recherche 25-11-1983	
		SUTOR W Prüfer	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			