



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 431 297 A1**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **90120312.5**

51 Int. Cl.⁵: **C23C 8/46**

22 Anmeldetag: **23.10.90**

30 Priorität: **07.12.89 DE 3940426**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
12.06.91 Patentblatt 91/24

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

71 Anmelder: **DEGUSSA AG**
Weissfrauenstrasse 9
W-6000 Frankfurt (Main)(DE)

72 Erfinder: **Wahl, Georg, Dipl.-Ing.**
Weidertsweg 15
W-6458 Rodenbach 1(DE)
Erfinder: **Melber, Albrecht, Dr.**
Darmstrasse 25-27
W-6100 Darmstadt(DE)

54 Verfahren zum Aufkohlen von Werkstücken.

57 Bestimmte Randkohlenstoffgehalte und Aufkohlungstiefen bei Werkstücken aus Stahl in Salzbadern kann man bei Kenntnis der Kohlenstoffverlaufskurve über die Behandlungszeit erzielen. Zur Berechnung der Kohlenstoffverlaufskurve benötigt man die Parameter Badtemperatur, Kohlenstoffpegel und Stoffübergangszahl. Die Stoffübergangszahl β lässt sich aus der Aktivatorkonzentration A im Bad durch die Gleichung $\beta = a \cdot \exp(b \cdot \ln A - c)$ berechnen.

EP 0 431 297 A1

VERFAHREN ZUM AUFKOHLN VON WERKSTÜCKEN

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufkohlen von Werkstücken aus Stahl in einem oder zwei Salzbadern bis zu einem bestimmten Randkohlenstoffgehalt und einer bestimmten Aufkohlungstiefe durch Darstellung der Kohlenstoffverlaufskurve und Ausbringen der Werkstücke beim Erreichen der gewünschten Werte, wobei die Kohlenstoffverlaufskurve aus den Parametern Badtemperatur, Kohlenstoffpegel des Bades und Stoffübergangszahl berechnet wird, die Badtemperatur gemessen und der Kohlenstoffpegel mittels eines bekannten Indikators bestimmt werden.

Die Aufkohlung in Salzbadern ist ein seit langem bekanntes Verfahren, um die Oberfläche von Werkstücken aus Eisen und Stahl in ihren mechanischen und chemischen Eigenschaften zu verbessern. Dazu wird ein bestimmter Randkohlenstoffgehalt und eine bestimmte Aufkohlungstiefe im Werkstück benötigt.

Bei der bisher bekannten Aufkohlung von Stahl in Salzbadern werden die aufzukohlenden Werkstücke in ein Salzbad eingebracht, in dem bei einer bestimmten Temperatur ein bestimmtes konstantes Kohlenstoffangebot vorliegt, wobei die Badtemperatur mit einem geeigneten Temperaturmeßgerät und das Kohlenstoffangebot, welches vom Salzbad zur Verfügung gestellt wird, beispielsweise mit einer Folienprobenmessung als Kohlenstoffpegel bestimmt werden können.

Der Kohlenstoff, der im Salzbad freigesetzt wird, diffundiert durch die Salzschnmelze an die Werkstückoberfläche und innerhalb des Werkstücks selbst vom Rand in das Werkstückinnere hinein. Die Geschwindigkeit, mit welcher der Kohlenstoff vom Salzbad an die Werkstückoberfläche gelangt und dort zur Eindiffusion in das Werkstück zur Verfügung gestellt wird, wird durch die Stoffübergangszahl beschrieben, wobei die Stoffübergangszahl als Meßgröße nicht direkt bestimmt werden kann.

Die Kohlenstoffverteilung vom Rand des Werkstücks bis zum Kern des Werkstücks läßt sich durch die Kohlenstoffverlaufskurve darstellen. Der Kohlenstoffverlauf nach einer bestimmten Behandlungszeit beschreibt die örtliche Konzentration des eindiffundierten Kohlenstoffes über der Eindringtiefe.

Zielsetzung einer Aufkohlungsbehandlung von Stählen in einem Salzbad ist es, durch eine geeignete Behandlung neben einem definierten Randkohlenstoffgehalt auch eine definierte Aufkohlungstiefe einzustellen. Es ist bisher nur auf empirischem Weg möglich, die genaue Behandlungszeit zur Einstellung der Zielgrößen, Randkohlenstoffgehalt und Aufkohlungstiefe vorauszusagen, da für

eine genaue Berechnung der Kohlenstoffverlaufskurve mit einem geeigneten Diffusionsmodell durch einen Prozeßrechner neben den bekannten Parametern Temperatur und Kohlenstoffpegel auch die stoffübergangszahl bekannt sein muß.

Es war daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren zum Aufkohlen von Werkstücken gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1 zu finden, bei dem aus einer Berechnung der Stoffübergangszahl β die Kohlenstoffverlaufskurve dargestellt und damit die Behandlungszeit der Werkstücke im Salzbad bestimmt werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die Maßnahmen des kennzeichnenden Teil von Patentanspruch 1 gelöst.

Es wurde überraschenderweise gefunden, daß sich die Stoffübergangszahl β durch Messung des Aktivatorgehaltes, meist Bariumchlorid, im Salzbad nach folgender Gleichung berechnen läßt:

$$\beta = 10^{-9} \cdot a \cdot \exp(b \cdot \ln A - C) \text{ [m} \cdot \text{sec}^{-1}\text{]}$$

wobei die Konstanten $a = 0,25-0,30$, $b = 1,6-1,7$ und $c = 0,1$ betragen und A der Aktivatorgehalt des Salzades in Gewichtsprozent bedeutet. Mit der Stoffübergangszahl β läßt sich die Kohlenstoffverlaufskurve für verschiedene Behandlungszeiten berechnen, so daß die Werkstücke gezielt aus dem Salzbad entfernt werden können.

Vorzugsweise wird der Aktivatorgehalt im Salzbad so eingestellt, daß sich eine Stoffübergangszahl β von $0,1 \cdot 10^{-7}$ bis $3 \cdot 10^{-7}$ [m $\cdot$ sec $^{-1}$] ergibt.

Bei kleinen Stoffübergangszahlen verläuft der Transport des Kohlenstoffes an die Werkstückoberfläche langsam,

so daß der an der Oberfläche bereitgestellte Kohlenstoff schnell in das Werkstückinnere eindiffundieren kann, und der Randkohlenstoffgehalt des Werkstückes nur langsam ansteigt. Auf diese Weise lassen sich auch bei hohem Kohlenstoffangebot, entsprechend einem hohen Kohlenstoffpegel des Aufkohlungsades niedrige Randkohlenstoffgehalte einstellen.

Bei großen Stoffübergangszahlen wird der zur Verfügung gestellte Kohlenstoff sehr schnell an die Oberfläche transportiert, so daß mehr Kohlenstoff zur Verfügung steht, als in das Werkstück eindiffundieren kann, und der Randkohlenstoffgehalt sich schnell dem Wert des Kohlenstoffpegel nähert. Dadurch können große Randkohlenstoffgehalte auch bei kleinen Aufkohlungstiefen eingestellt werden.

Auf diese Weise lassen sich durch Berechnung der Stoffübergangszahlen der jeweils gewünschte Randkohlenstoffgehalt und die gewünschte Aufkohlungstiefe durch Berechnung der Kohlenstoffver-

laufskurven in Abhängigkeit von der Behandlungszeit vorausberechnen und einstellen.

Durch Kenntnis der Stoffübergangszahl β ist es auch möglich, im Werkstück neben einem bestimmten Randkohlenstoffgehalt und einer bestimmten Aufkohlungstiefe eine fast gleichmäßige Kohlenstoffkonzentration im Randbereich einzustellen. Eine solche gleichmäßige Kohlenstoffkonzentration bewirkt einen optimalen Härteverlauf in dieser Schicht.

Dazu wird in einer Weiterentwicklung der Erfindung in einem Zweistufenverfahren zuerst in einem Aufkohlungsbad ein bestimmter Randkohlenstoffgehalt und dann in einem Diffusionsbad eine gewünschte Aufkohlungstiefe eingestellt, wobei das Aufkohlungsbad auf einen hohen Kohlenstoffpegel und Stoffübergangszahlen zwischen $1,5 \cdot 10^{-7}$ und $3,0 \cdot 10^{-7}$ [$\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}$] und das Diffusionsbad auf Stoffübergangszahlen zwischen $0,1 \cdot 10^{-7}$ und $1,5 \cdot 10^{-7}$ [$\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}$] eingestellt werden.

Das Werkstück wird zuerst in einem ersten Salzbad mit einem hohen Kohlenstoffpegel und einer großen Stoffübergangszahl im Bereich zwischen $1,5 \cdot 10^{-7}$ und $3 \cdot 10^{-7}$ [$\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}$] aufgekocht, wobei die Stoffübergangszahl wiederum aus der Gleichung berechnet wird, und anschließend in einer Diffusionsbehandlung in einem zweiten Salzbad mit einer niedrigen Stoffübergangszahl im Bereich $0,1 \cdot 10^{-7}$ bis $1,5 \cdot 10^{-7}$ [$\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}$] und einem, dem angestrebten Randkohlenstoffgehalt entsprechenden Kohlenstoffangebot behandelt, so daß der vorgegebene Randkohlenstoffgehalt, die vorgegebene Aufkohlungstiefe, sowie der horizontale Kohlenstoffverlauf am Werkstückrand genau eingestellt werden.

Durch die Berechnung der Stoffübergangszahlen des Aufkohlungsbades und des Diffusionsbades können die Kohlenstoffverlaufskurve in Abhängigkeit der Behandlungszeiten bestimmt werden, so daß der gewünschte Kohlenstoffverlauf im Werkstück auf einfache Weise herzustellen ist.

Weiterhin ist es möglich, das Verhältnis von Kohlungsdauer und Diffusionsdauer bei der zweistufigen Salzbadbehandlung so einzustellen, daß der angestrebte Kohlenstoffverlauf in einer möglichst kurzen Behandlungszeit eingestellt wird.

Die Abbildungen zeigen Kohlenstoffverlaufskurven, wobei in Abbildung 1 drei verschiedene Kohlenstoffverlaufskurven dargestellt sind, die sich nach einer Behandlungszeit von einer Stunde bei 930°C und einem Kohlenstoffpegel von 0,8 Gew. % C und den angegebenen unterschiedlichen Stoffübergangszahlen ergeben.

Abbildung 2 zeigt Kohlenstoffverlaufskurven für das Zweistufenverfahren, wobei auf der Ordinate nachse der Kohlenstoffgehalt im Randbereich eines Werkstücks und auf der Abszissenachse der Abstand von der Oberfläche aufgetragen ist. Sie zeigt

eine Kurve 1, welche die Kohlenstoffverlaufskurve eines Werkstückes aus 16MnCr5 nach einer Behandlungszeit von 4 Stunden bei 950°C in einem ersten Salzbad I mit hohem Kohlenstoffangebot und einer Stoffübergangszahl von $2,5 \cdot 10^{-7}$ [$\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}$] darstellt. Die Kurve 2 zeigt den Kohlenstoffverlauf, der sich nach der anschließenden Diffusionsbehandlung nach einer Behandlungszeit von 35 Minuten bei 905°C in einem zweiten Salzbad II mit einem niedrigeren Kohlenstoffangebot und einer Stoffübergangszahl von $1 \cdot 10^{-7}$ [$\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}$] stellt.

Das im Salzbad I erzielte Kohlenstoffprofil zeigt nach Ende der Behandlung eine große Aufkohlungstiefe, der hohe Randkohlenstoffgehalt ist jedoch unerwünscht, da er zu einem Randhärteabfall führen würde.

Im Salzbad II wird durch eine Kohlenstoffdiffusion ins Innere ein niedrigerer Randkohlenstoffgehalt eingestellt, bei dem durch den horizontalen Kohlenstoffverlauf im Randbereich eine optimale Härteverteilung am Rand des Werkstückes gewährleistet ist.

Die Einstellung eines gewünschten Kohlenstoffverlaufes erfolgt durch die Behandlungszeiten, die man in den einzelnen Bädern benötigt. Bei Kenntnis der Badtemperaturen, der Kohlenstoffpegel und durch Berechnung der Stoffübergangszahlen der einzelnen Salzbad mit einem Rechenprogramm, welches die Aufkohlung des Werkstücks im Salzbad auf einem Prozeßrechner simuliert, können diese Behandlungszeiten vorausberechnet werden.

Nach Vorgabe eines Randkohlenstoffgehaltes von 0,9 [Gew. %] Kohlenstoff und einer Aufkohlungstiefe von 1,1 [mm] (bezogen auf 0,35 c [Gew. %]) erhält man für das in Abbildung 2 gezeigte Beispiel, Behandlungszeiten von 4,00 Stunden im Salzbad I, und von 0,35 Stunden im Salzbad II.

Es ist durch das erfindungsgemäße Verfahren somit möglich, die Zeiten zu definieren, die man zur Behandlung in den einzelnen Salzbadern benötigt, um einen definierten Kohlenstoffverlauf, der idealerweise im Randbereich einen horizontalen Verlauf aufweist, einzustellen. In kurzen Behandlungszeiten können relativ große Aufkohlungstiefen erzielt werden, der Kohlenstoffverlauf im Randbereich kann gezielt und hinsichtlich des späteren Härteverlaufes optimal eingestellt werden.

Ansprüche

1. Verfahren zum Aufkohlen von Werkstücken aus Stahl in einem oder zwei Salzbadern bis zu einem bestimmten Randkohlenstoffgehalt und einer bestimmten Aufkohlungstiefe durch Darstellung der Kohlenstoffverlaufskurve und Ausbringen der Werkstücke beim Erreichen

der gewünschten Werte, wobei die Kohlenstoffverlaufskurve aus den Parametern Badtemperatur, Kohlenstoffpegel des Bades und Stoffübergangszahl berechnet wird, die Badtemperatur gemessen und der Kohlenstoffpegel mittels eines bekannten Indikators bestimmt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Stoffübergangszahl β durch Messung des Aktivatorgehaltes im Salzbad nach folgender Gleichung berechnet wird.

$$\beta = 10^{-9} \cdot a \cdot \exp(b \cdot \ln A - c) \text{ [m} \cdot \text{sec}^{-1}\text{]}$$

wobei $a = 0,25 - 0,30$, $b = 1,6 - 1,7$ und $c = 0,1$ betragen und $A = \text{Aktivatorgehalt [Gew. \%]}$ bedeutet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Stoffübergangszahl im Salzbad durch Wahl der Aktivatorkonzentration auf Werte zwischen $0,1 \cdot 10^{-7}$ und $3 \cdot 10^{-7}$ $[\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}]$ eingestellt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Randkohlenstoffgehalt in einem Aufkohlungsbad mit β -Werten zwischen $1,5 \cdot 10^{-7}$ und $3,0 \cdot 10^{-7}$ $[\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}]$ und die Aufkohlungstiefe in einem Diffusionsbad mit β -Werten zwischen $0,1 \cdot 10^{-7}$ und $1,5 \cdot 10^{-7}$ $[\text{m} \cdot \text{sec}^{-1}]$ eingestellt werden.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Kohlenstoffverlaufskurven für verschiedene Stoffübergangszahlen

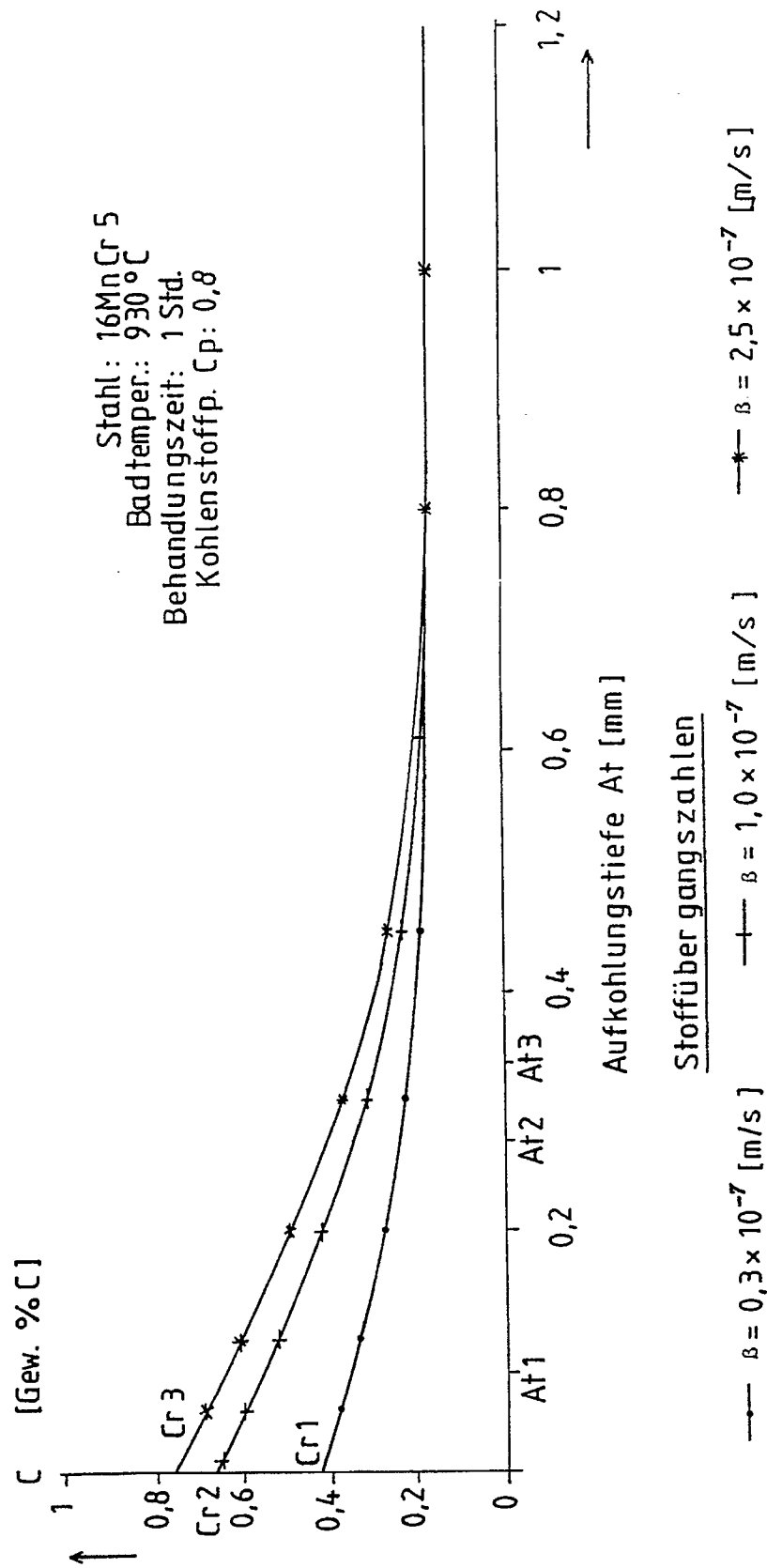


Fig.1

Kohlenstoffverlaufskurven für Zweistufenaufkohlung in Salzbadern

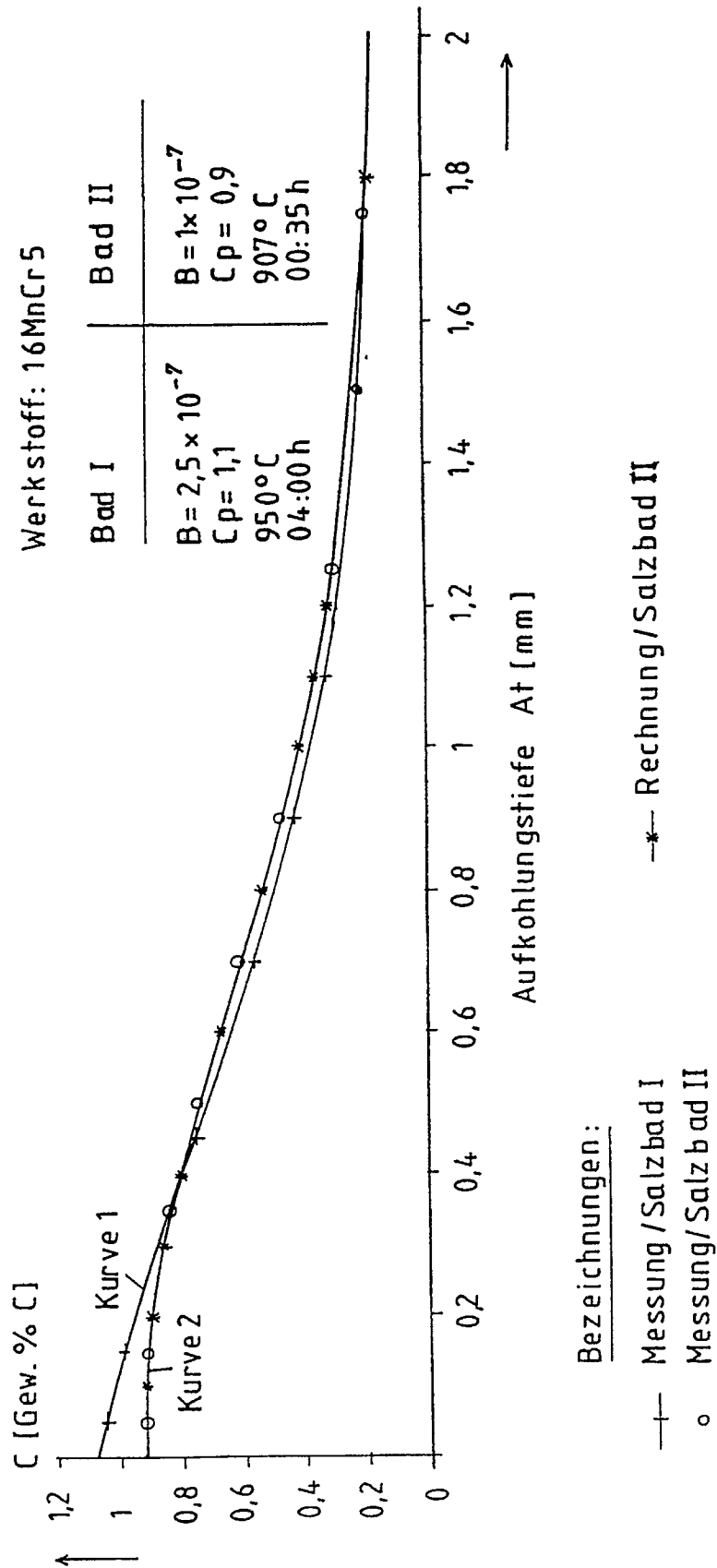


Fig. 2



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 90 12 0312

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
A	US-A-2 342 104 (D.A. HOLT) - - -		C 23 C 8/46
A	CHEMICAL ABSTRACTS, Band 81, 1974, Seite 280, Zusammenfassung Nr. 124811g, Columbus, Ohio, US; L. SIKE-TIC: "New salt baths for carburization with constant carbon contents. Ceconstant treatment", & ZAST. MATER. 1973, 21(9-10), 225-7 - - - - -		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			C 23 C
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	
Den Haag		26 Februar 91	
		Prüfer	
		ELSEN D.B.A.	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche 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 anderen Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			