



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 391 525 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
25.02.2004 Patentblatt 2004/09

(51) Int Cl.7: **C21D 1/76, C21D 1/773,
C23C 8/22**

(21) Anmeldenummer: **03014657.5**

(22) Anmeldetag: **27.06.2003**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IT LI LU MC NL PT RO SE SI SK TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK

- **Drissen, Hansjakob**
47551 Bedburg-Hau (DE)
- **Gräfen, Winfried**
47198 Duisburg (DE)
- **Ooster, Walter**
47551 Bedburg-Hau (DE)

(30) Priorität: **01.08.2002 DE 10235131**

(71) Anmelder: **Ipsen International GmbH**
47533 Kleve (DE)

(74) Vertreter: **Stenger, Watzke & Ring Patentanwälte**
Kaiser-Friedrich-Ring 70
40547 Düsseldorf (DE)

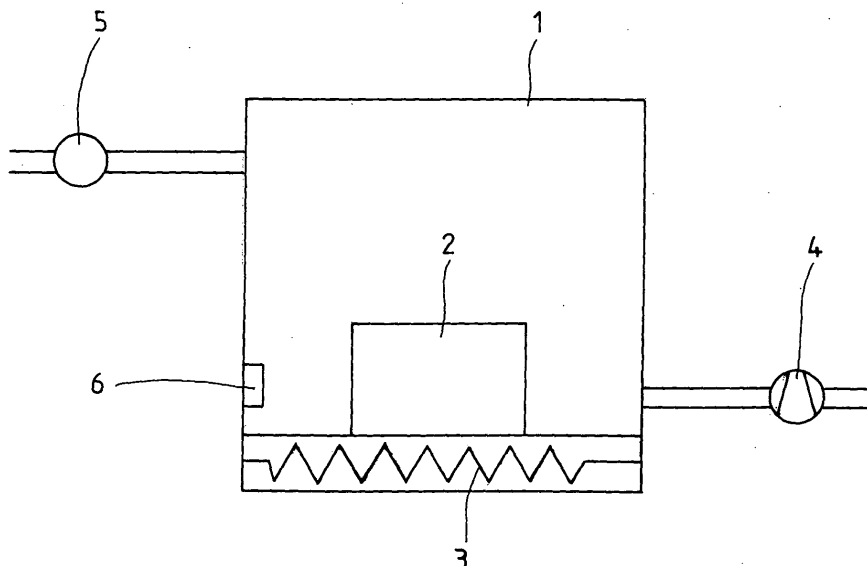
(72) Erfinder:
• **Lerche, Wolfgang, Dr.**
47533 Kleve (DE)

(54) **Verfahren und Vorrichtung zum Schwärzen von Bauteilen**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Schwärzen von Bauteilen. Um ein Verfahren zu schaffen, welches auf Bauteilen schwarze Oberflächen schafft, die nicht zum Abplatzen neigen, und bei dem keine in der Herstellung, Unterhaltung und Entsorgung teuren Flüssigkeiten oder Bäder zum Einsatz kommen,

wird vorgeschlagen, daß die Oberflächen des Bauteils innerhalb eines Behandlungsraums einer Wärmebehandlung bei gleichzeitigem Zuführen eines kohlenstoffabgebenden Mediums unterzogen werden. Des weiteren betrifft die Erfindung eine Vorrichtung, mit der das erfindungsgemäße Verfahren durchgeführt werden kann.

Fig. 1



EP 1 391 525 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Schwärzen von Bauteilen. Des weiteren betrifft die Erfindung eine Vorrichtung, mit der das erfindungsgemäße Verfahren durchgeführt werden kann.

[0002] Aus dem Stand der Technik sind verschiedene Verfahren zur Erzeugung schwarzer Oberflächen bekannt. Hierbei handelt es sich um oxidative Verfahren innerhalb von gasförmigen Atmosphären oder flüssigen Medien sowie um galvanische Behandlungen. Schwarze Oberflächen werden erzeugt, um beispielsweise eine ansprechende Oberfläche des Bauteils zu erhalten, die Oberfläche korrosionsbeständiger beispielsweise gegen Flugrost zu machen und eine höhere Abriebfestigkeit zu erreichen.

[0003] Aus der EP 0 655 512 B1 ist ein Verfahren zur Herstellung einheitlicher Oxidationsschichten auf metallischen Werkstücken im Anschluß an ein Nitrier- oder Nitrocarburierungsverfahren bekannt, bei dem die Werkstücke nach dem Nitrieren oder Nitrocarburieren bei gegebener Temperatur für eine vorgegebene Zeit einer Oxidationsatmosphäre ausgesetzt werden. Bei der Nachoxidation wird die äußere Randschicht des Werkstücks, die im wesentlichen aus Eisennitriden bzw. Carbonitriden besteht, in eine dünne Eisenoxidschicht umgewandelt. Angestrebt dabei ist eine Schicht aus Fe_3O_4 . Diese Schicht weist eine schwarze Färbung auf. Nachteilig hierbei ist, daß die separate Nachbehandlung einen zusätzlichen Arbeitsschritt darstellt.

[0004] Aus der DE 43 33 940 C1 ist ein Verfahren zum Behandeln von Teilen, insbesondere Stahl- und/oder Gußteilen, bekannt, bei dem eine geschwärzte Oberfläche dadurch erzeugt wird, daß die Teile in einem Ofen mittels Einleitung oder Verdüsung eines reduzierend und oxidierend wirkenden Reaktionsgases bei Härte-temperaturen im Ofenraum gleichzeitig oxidiert und gehärtet werden. Nachteilig hierbei ist, daß durch das direkte Einbringen im heißen Zustand eine Belastung des Ofens entsteht. Des weiteren muß, um eine vorzeitige Oxidation während der Erwärmung zu verhindern, das Teil von einem Flammenschleier umgeben sein.

[0005] Eine weitere Möglichkeit zum Schwärzen von Oberflächen besteht darin, das Werkstück nach dem Anlassen in einer Emulsion abzuschrecken, wodurch die oxidierte Oberfläche geschwärzt wird. Nachteilig hierbei ist, daß ein zusätzlicher Verfahrensschritt durchgeführt werden muß, daß die Emulsion gegen den Befall von Mikroben geschützt werden muß und sie nur durch teure, zusätzliche Behandlungsmaßnahmen entsorgt werden kann.

[0006] Eine weitere Möglichkeit zum Schwärzen von Bauteiloberflächen stellt die Nachbehandlung in Flüssigkeiten dar. Hierbei werden die Bauteile nach dem Härten in sogenannte Brünierbäder oder Salzbäder getaucht. Auch bei diesem Verfahren handelt es sich um zusätzliche Verfahrensschritte und die Bäder müssen aufwendig hergestellt, überwacht und beseitigt werden.

Insbesondere bei Salzbädern kann die Problematik bestehen, daß diese Cyanide enthalten. Eine Entsorgung ist somit aufwendig und teuer.

[0007] Eine weitere Möglichkeit besteht im elektrolytischen Schwärzen in galvanischen Lösungen. Hierbei handelt es sich z. B. um das Schwarzchromatieren. Aufgrund von möglichen ungleichmäßigen Schichtdicken bei der Metallabscheidung können bei diesem Verfahren allerdings unterschiedliche Farbverläufe entstehen. Nachteilig ist des weiteren, daß hier ein zusätzlicher Verfahrensschritt notwendig ist und daß die galvanische Lösung aufwendig entsorgt werden muß.

[0008] Allgemein ist bei allen oxidischen Verfahren nachteilig, daß die Oxidschichten eine Neigung zum Abplatzen aufweisen, wenn die Oxidschicht zu dick ist oder keine ausreichende Haftfähigkeit zwischen Oxidschicht und Oberfläche vorhanden ist.

[0009] Eine höhere Schichtdicke kann allerdings notwendig sein, um eine hinreichende Schwärzung zu erreichen.

[0010] Der Erfindung liegt somit die **Aufgabe** zugrunde, ein Verfahren zum Schwärzen von Oberflächen zu schaffen, welches ohne einen zusätzlichen Verfahrensschritt schwarze Oberflächen schafft, die nicht zum Abplatzen neigen. Es sollten keine in der Herstellung, Unterhaltung und Entsorgung teuren Flüssigkeiten oder Bäder zur Anwendung kommen. Des weiteren soll eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens geschaffen werden.

[0011] Die erfindungsgemäße **Lösung** der Aufgabe sieht vor, daß die Oberfläche innerhalb eines Behandlungsraums einer Wärmebehandlung bei gleichzeitigem Zuführen eines kohlenstoffabgebenden Mediums unterzogen wird. Die Oberfläche des sich bereits im Behandlungsraum befindlichen Bauteils wird mit Kohlenstoff in Verbindung gebracht. Dieser entsteht durch ein Aufspalten des kohlenstoffabgebenden Mediums. Das Aufspalten erfolgt durch die Wärmezufuhr. Der Kohlenstoff reagiert mit der Oberfläche des Bauteils und schwärzt diese.

[0012] In vorteilhafter Weise werden dabei unter Vermeidung der zuvor zitierten Nachteile tiefschwarze Oberflächen geschaffen. Mit diesem Verfahren lassen sich insbesondere schwarze Oberflächen auf Werkzeugen, die nach dem Härten eine unter Umständen unansehnliche Oberfläche aufweisen, herstellen. Des weiteren kann auch die Korrosionsbeständigkeit der Bauteile erhöht werden. Da die Oberflächen einen "satinartigen" Glanz erhalten, können sehr gut auch sehr beständige, dekorative Oberflächen beispielsweise für Gehäuse von Stereoanlagen oder andere Metallteile, die neben der Funktionalität noch eine Design-Funktion haben, geschaffen werden.

[0013] Eine vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung sieht vor, daß die Wärmebehandlung unter Niederdruck erfolgt. Es kann dabei ein Niederdruck von 0,01 mbar bis 100 mbar angelegt werden. Vorzugsweise kann sich der Niederdruck in einem Bereich von 0,1 mbar bis 15

mbar bewegen. Niederdruck ermöglicht ein günstigeres Dosieren des Kohlenstoffgehaltes im Ofenraum, was ein Verrußen des Ofenraumes verhindert. Bei höheren Drücken, insbesondere unter atmosphärischen Bedingungen, ist der zudosierbare Anteil des kohlenstoffabgebenden Mediums zu hoch, was unweigerlich in nachteiliger Weise zu Verruungen des Ofenraums führt. Damit sind auch die Kosten für das kohlenstoffabgebende Medium höher und der Ofen muß regelmäßig entrußt werden, um einen optimalen Prozeß zu gewährleisten.

[0014] Die Wärmebehandlung selbst kann bei einer Temperatur von 200° C bis 700° C durchgeführt werden. In diesem Temperaturbereich wird eine gute Umsetzung des Kohlenstoffs mit der Oberfläche des Bauteils erreicht. Vorzugsweise beträgt die Temperatur 300° C bis 570° C, besonders bevorzugt von 350° C bis 475° C. Die Dauer der Wärmebehandlung kann dabei über eine Variation der Temperatur und/oder des Drucks geregelt werden. Der Kohlenstoffgehalt selbst kann innerhalb des Behandlungsraums über eine Variation des Drucks geregelt werden. Die Regelung kann notwendig sein, um eine Änderung der Atmosphäre im Behandlungsraum über die Dauer der Behandlung zu erreichen.

[0015] Das kohlenstoffabgebende Medium kann gasförmig in den Behandlungsraum eingeleitet werden. Des weiteren ist auch eine flüssige Zufuhr möglich. Als kohlenstoffabgebendes Medium können Kohlenwasserstoffe, insbesondere Acetylen, Kohlenmonoxid oder eine Mischung davon zugeführt werden. Diese Stoffe eignen sich aufgrund ihrer guten Aufspaltbarkeit als Kohlenstofflieferant. Allerdings sind auch andere Stoffe als kohlenstoffabgebendes Medium denkbar.

[0016] Aus Eigenschaftsgründen sind keine Forderungen an die Geschwindigkeit des Abkühlens zu stellen. Deshalb sollte eine Kühlung am Ende des Prozesses aus Anlagenverfügbarkeitsgründen so schnell wie möglich durchgeführt werden.

[0017] Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht die Erfindung eine Vorrichtung mit einem beheizbaren Behandlungsraum und einer Vorrichtung zur geregelten Zufuhr des kohlenstoffabgebenden Mediums vor. Der Behandlungsraum kann dabei evakuierbar sein. Zur Evakuierung des Behandlungsraums kann dabei eine Vorrichtung, insbesondere eine Vakuumpumpe vorgesehen sein. Des weiteren kann eine Überwachungsvorrichtung für den Kohlenstoffgehalt in der Atmosphäre des Behandlungsraums vorgesehen sein, um eine geregelte Zufuhr des kohlenstoffabgebenden Mediums zu erhalten.

[0018] Als Behandlungsraum kann ein Ofen vorgesehen sein. Der Ofen kann eine Auskleidung aufweisen. Diese Auskleidung kann aus Metall bestehen. Hiervon sollte abgesehen werden, wenn katalytisch wirkende Oberflächen vorhanden sind. In solchen Fällen sollte die Auskleidung nicht metallisch sein. Vorzugsweise kann die Auskleidung auswechselbar ausgeführt sein, um eventuell auftretende Verruungen beseitigen zu können.

[0019] Nachfolgend soll die Erfindung anhand einer nur eine Figur aufweisende Zeichnung in nicht beschränkender Weise näher erläutert werden.

[0020] Die einzige Figur zeigt in diagrammartiger Darstellung eine erfindungsgemäße Vorrichtung.

[0021] In einer Ofenkammer 1 eines Vakuumofens befindet sich ein Bauteil 2, dessen Oberfläche geschwärzt werden soll. Die zu schwärzenden Oberflächen des Bauteils 2 sind unbehandelt. Mittels einer Heizeinheit 3 wird in der Ofenkammer 1 eine Temperatur von 450° erzeugt. Gleichzeitig wird mit einer Vakuumpumpe 4 der Druck in der Ofenkammer 1 auf einen Druck von 5 mbar abgesenkt.

[0022] Über eine Zuführeinheit 5 wird der Ofenkammer 1 als kohlenstoffabgebendes Medium Acetylen (C_2H_2) zugeführt. Das Acetylen wird in der Ofenkammer 1 aufgespalten. Kohlenstoff wird an die Atmosphäre in der Ofenkammer 1 abgegeben. Der Kohlenstoff gelangt mit der Oberfläche des Bauteils 2 in Kontakt und bewirkt eine Schwärzung.

[0023] Über einen Überwachungssensor 6 wird der Kohlenstoffgehalt der Atmosphäre im Ofenraum 1 überwacht. Über eine Verbindung (nicht dargestellt) mit der Zuführeinheit 5 steuert der Überwachungssensor 6 die Zufuhr des kohlenstoffabgebenden Mediums, um eine optimale Konzentration einstellen zu können. Der Kohlenstoffgehalt wird so eingestellt, daß ein Verrußen der Ofenkammerwände möglichst vermieden wird. Gegen Ende der Behandlungszeit wird die Zugabe von Acetylen reduziert, um eine optimale Ausnutzung des Kohlenstoffs zu erreichen. Nach einer Behandlungszeit von zwei Stunden wird die verbliebene Atmosphäre abgesaugt und in der Ofenkammer wieder Umgebungsdruck hergestellt. Des weiteren werden der Ofenraum und das Bauteil 2, damit die Vorrichtung für den nächsten Prozeß sofort wieder zur Verfügung steht, schnellstmöglich abgekühlt, was keine Eigenschaftsänderungen am geschwärzten Bauteil 2 zur Folge hat. Im Anschluß kann das Bauteil 2 mit geschwärzter Oberfläche der Ofenkammer 1 entnommen werden. Die auf diese Weise erzeugte oberflächliche Schwarzfärbung ist festhaftend, was mittels Abriebtests nachgewiesen wurde.

Bezugszeichenliste:

[0024]

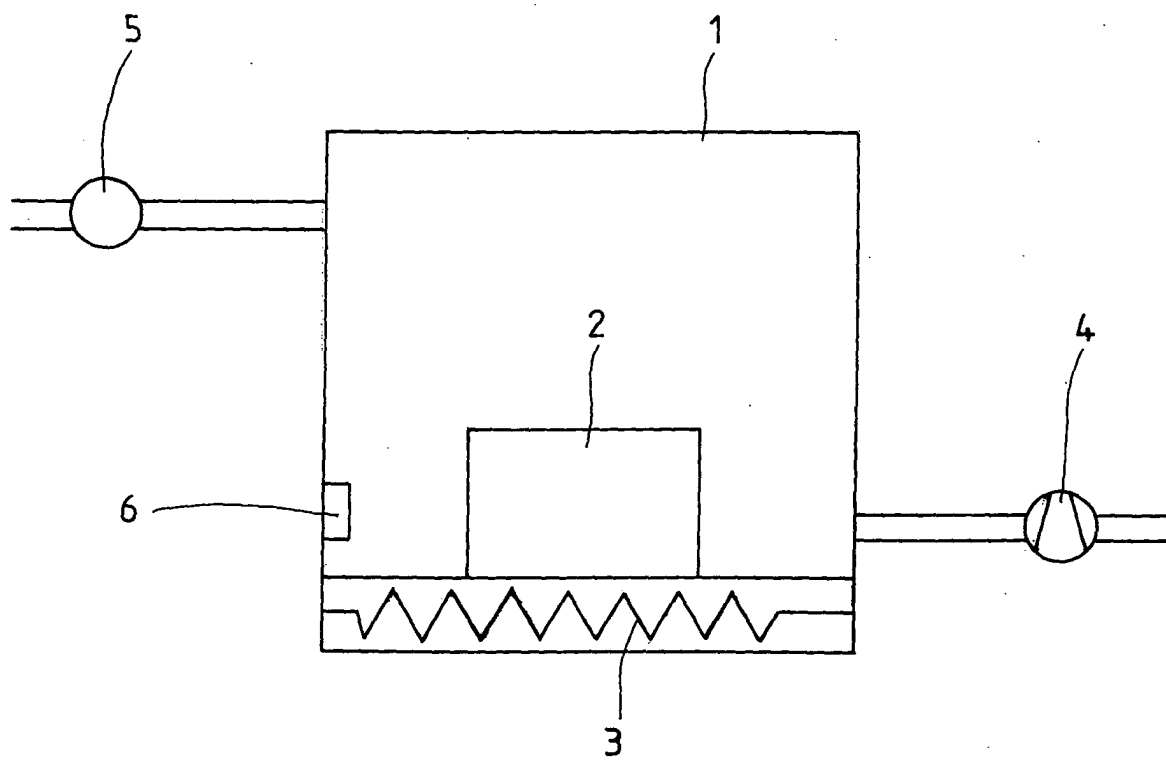
- 1 Ofenkammer
- 2 Bauteil
- 3 Heizeinheit
- 4 Vakuumpumpe
- 5 Zuführeinheit
- 6 Überwachungssensor

Patentansprüche

1. Verfahren zum Schwärzen von Bauteilen,
dadurch gekennzeichnet, daß die Oberfläche innerhalb eines Behandlungs-
raumes (1) einer Wärmebehandlung bei gleichzeit- 5
igem Zuführen eines kohlenstoffabgebenden Me-
diums unterzogen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekenn- 10**
zeichnet, daß die Wärmebehandlung unter Nieder-
druck erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch ge- 15**
kennzeichnet, daß ein Niederdruck von 0,01 mbar
bis 100 mbar angelegt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekenn- 20**
zeichnet, daß vorzugsweise ein Niederdruck von
0,1 mbar bis 15 mbar angelegt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **da- 25**
durch gekennzeichnet, daß die Wärmebehand-
lung bei einer Temperatur von 200° C bis 700° C
durchgeführt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekenn- 30**
zeichnet, daß vorzugsweise die Wärmebehand-
lung bei einer Temperatur von 300° C bis 570° C
durchgeführt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekenn- 35**
zeichnet, daß die Wärmebehandlung besonders
bevorzugt bei einer Temperatur von 350° C bis 475°
C durchgeführt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **da- 40**
durch gekennzeichnet, daß eine Regelung der
Behandlungszeit in Abhängigkeit von der Tempera-
tur und/oder dem Druck erfolgt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **da- 45**
durch gekennzeichnet, daß der Kohlenstoffgehalt
innerhalb des Behandlungsraumes in Abhängigkeit
vom Druck geregelt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **da- 50**
durch gekennzeichnet, daß das kohlenstoffabge-
bende Medium gasförmig zugeführt wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **da- 55**
durch gekennzeichnet, daß das kohlenstoffabge-
bende Medium flüssig zugeführt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **da- 55**
durch gekennzeichnet, daß als kohlenstoffabge-
bendes Medium Kohlenwasserstoffe, insbesonde-
re Acetylen, und/oder Kohlenmonoxid zugeführt
13. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens ge-
mäß den Ansprüchen 1 bis 12 mit einem beheizba-
ren Behandlungsraum (1) und einer Vorrichtung zur
geregelten Zufuhr (5) des kohlenstoffabgebenden
Mediums.
14. Vorrichtung nach Anspruch 13, **dadurch gekenn- 10**
zeichnet, daß der Behandlungsraum (1) evakuier-
bar ist.
15. Vorrichtung gemäß Anspruch 14, **dadurch ge- 15**
kennzeichnet, daß zur Evakuierung eine Vakuum-
pumpe (4) vorgesehen ist.
16. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 12 bis 15,
dadurch gekennzeichnet, daß eine Überwa-
chungsvorrichtung (6) für den Kohlenstoffgehalt in
der Atmosphäre des Behandlungsraumes (1) zur
geregelten Zufuhr des kohlenstoffabgebenden Me-
diums vorgesehen ist.
17. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 12 bis 16,
dadurch gekennzeichnet, daß der Behandlungs-
raum (1) ein Ofen ist.
18. Vorrichtung gemäß Anspruch 17, **dadurch ge- 30**
kennzeichnet, daß der Ofen eine Auskleidung auf-
weist.
19. Vorrichtung nach Anspruch 18, **dadurch gekenn- 35**
zeichnet, daß die Auskleidung auswechselbar ist.

wird.

Fig. 1





Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 03 01 4657

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	EP 1 193 413 A (NSK LTD) 3. April 2002 (2002-04-03) * Absätze [0023], [0029] - [0032], [0050], [0051]; Ansprüche 7, 8 *	1-7, 10, 12	C21D1/76 C21D1/773 C23C8/22
A	---	8, 9, 11	
X	DE 26 36 273 A (IPSEN IND INT GMBH) 16. Februar 1978 (1978-02-16) * das ganze Dokument *	13-17	
A	---	1-4	
A	EP 0 882 811 A (IPSEN IND INT GMBH) 9. Dezember 1998 (1998-12-09) * Spalte 3, Zeile 2 - Zeile 39 *	1-4	
A	EP 0 818 555 A (JH CORP) 14. Januar 1998 (1998-01-14) * Spalte 10, Zeile 53 - Spalte 11, Zeile 16; Ansprüche 1-3 *	1-4	
A	US 4 472 209 A (CONRAD RUEDIGER ET AL) 18. September 1984 (1984-09-18) * Spalte 5, Zeile 35 - Zeile 48 *	13, 16, 17	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7) C21D C23C
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort MÜNCHEN		Abschlußdatum der Recherche 16. Dezember 2003	Prüfer Lilimpakis, E
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 : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, 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	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 03 01 4657

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am

Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

16-12-2003

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 1193413 A	03-04-2002	JP 2001330038 A	30-11-2001
		EP 1193413 A1	03-04-2002
		WO 0169100 A1	20-09-2001
		US 2003094215 A1	22-05-2003
DE 2636273 A	16-02-1978	DE 2636273 A1	16-02-1978
		ES 461548 A1	01-06-1978
		FR 2361476 A1	10-03-1978
		GB 1534463 A	06-12-1978
		JP 1215617 C	27-06-1984
		JP 53022131 A	01-03-1978
		JP 58048626 B	29-10-1983
		US 4232852 A	11-11-1980
		US 4168186 A	18-09-1979
EP 0882811 A	09-12-1998	EP 0882811 A1	09-12-1998
		AT 203572 T	15-08-2001
		DE 59704123 D1	30-08-2001
		ES 2161398 T3	01-12-2001
EP 0818555 A	14-01-1998	AT 203063 T	15-07-2001
		CA 2215897 A1	03-10-1996
		DE 69613822 D1	16-08-2001
		DE 69613822 T2	04-04-2002
		EP 0818555 A1	14-01-1998
		CN 1184510 A	10-06-1998
		JP 2963869 B2	18-10-1999
		JP 8325701 A	10-12-1996
		WO 9630556 A1	03-10-1996
		TW 400394 B	01-08-2000
		US 5702540 A	30-12-1997
US 4472209 A	18-09-1984	DE 3038078 A1	06-05-1982
		AT 369792 B	25-01-1983
		AT 539980 A	15-06-1982
		AU 543782 B2	02-05-1985
		AU 6915481 A	22-04-1982
		BR 8102150 A	17-08-1982
		DE 3170866 D1	11-07-1985
		DK 433181 A	09-04-1982
		EP 0049530 A1	14-04-1982
		ES 8206658 A1	16-11-1982
		GR 75086 A1	13-07-1984
		GR 75375 A1	13-07-1984
		NO 813283 A	13-04-1982
		ZA 8102500 A	28-04-1982

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82