

(19)



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

(30) Priorität: 01.08.2002 DE 10235131

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

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

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

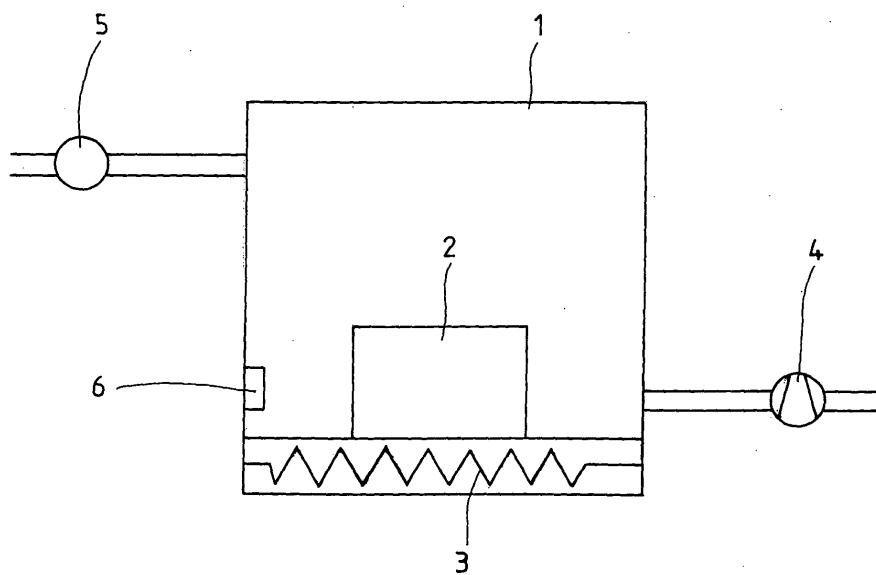
(74) Vertreter: Stenger, Watzke & Ring Patentanwälte  
Kaiser-Friedrich-Ring 70  
40547 Düsseldorf (DE)

### (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



## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Schwarzen 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 Nitrieroder Nitrocarburierverfahren 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. Angestrebgt 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 Verdüfung 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 Schwarzen 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 Schwarzen von Bauteiloberflächen stellt die Nachbehandlung in Flüssigkeiten dar. Hierbei werden die Bauteile nach dem Härteten 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 Schwarzen 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.

10 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 Schwarzen 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 Härteten 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 Verrußungen 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 Behandlungsräums über eine Variation des Drucks geregelt werden. Die Regelung kann notwendig sein, um eine Änderung der Atmosphäre im Behandlungsräum über die Dauer der Behandlung zu erreichen.

**[0015]** Das kohlenstoffabgebende Medium kann gasförmig in den Behandlungsräum 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 Behandlungsräum und einer Vorrichtung zur geregelten Zufuhr des kohlenstoffabgebenden Mediums vor. Der Behandlungsräum kann dabei evakierbar sein. Zur Evakuierung des Behandlungsräums kann dabei eine Vorrichtung, insbesondere eine Vakuumpumpe vorgesehen sein. Des weiteren kann eine Überwachungsvorrichtung für den Kohlenstoffgehalt in der Atmosphäre des Behandlungsräums vorgesehen sein, um eine geregelte Zufuhr des kohlenstoffabgebenden Mediums zu erhalten.

**[0018]** Als Behandlungsräum 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 Verrußungen 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.

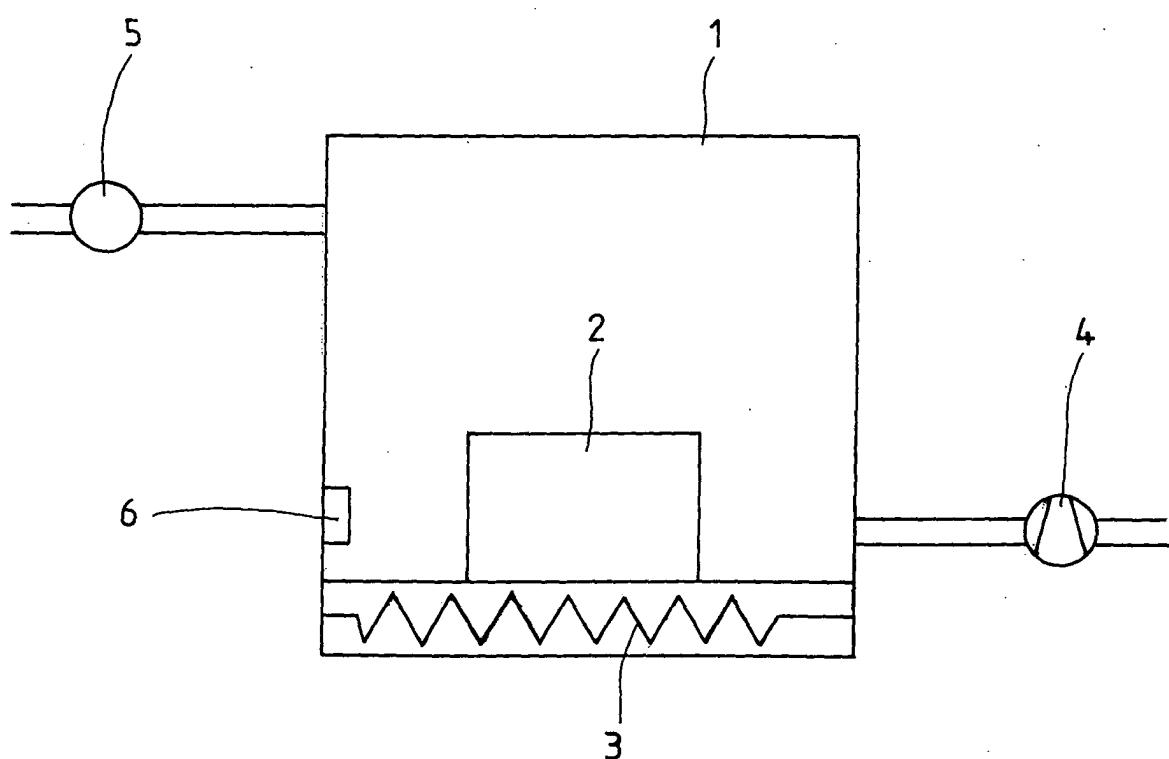
#### Bezugszeichenliste:

- [0024]**
- |   |                    |
|---|--------------------|
| 1 | Ofenkammer         |
| 2 | Bauteil            |
| 3 | Heizeinheit        |
| 4 | Vakuumpumpe        |
| 5 | Zuführeinheit      |
| 6 | Überwachungssensor |

**Patentansprüche**

1. Verfahren zum Schwarzen von Bauteilen, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Oberfläche innerhalb eines Behandlungsräumes (1) einer Wärmebehandlung bei gleichzeitigem Zuführen eines kohlenstoffabgebenden Mediums unterzogen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Wärmebehandlung unter Niederdruck erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Niederdruck von 0,01 mbar bis 100 mbar angelegt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß vorzugsweise ein Niederdruck von 0,1 mbar bis 15 mbar angelegt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 200° C bis 700° C durchgeführt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß vorzugsweise die Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 300° C bis 570° C durchgeführt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, 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, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Regelung der Behandlungszeit in Abhängigkeit von der Temperatur und/oder dem Druck erfolgt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Kohlenstoffgehalt innerhalb des Behandlungsräumes in Abhängigkeit vom Druck geregelt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß das kohlenstoffabgebende Medium gasförmig zugeführt wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß das kohlenstoffabgebende Medium flüssig zugeführt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß als kohlenstoffabgebendes Medium Kohlenwasserstoffe, insbesondere Acetylen, und/oder Kohlenmonoxid zugeführt wird.
13. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß den Ansprüchen 1 bis 12 mit einem beheizbaren Behandlungsräum (1) und einer Vorrichtung zur geregelten Zufuhr (5) des kohlenstoffabgebenden Mediums.
14. Vorrichtung nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Behandlungsräum (1) evakuierbar ist.
15. Vorrichtung gemäß Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet**, daß zur Evakuierung eine Vakuumpumpe (4) vorgesehen ist.
16. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 12 bis 15, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Überwachungsvorrichtung (6) für den Kohlenstoffgehalt in der Atmosphäre des Behandlungsräumes (1) zur geregelten Zufuhr des kohlenstoffabgebenden Mediums vorgesehen ist.
17. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 12 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Behandlungsräum (1) ein Ofen ist.
18. Vorrichtung gemäß Anspruch 17, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Ofen eine Auskleidung aufweist.
19. Vorrichtung nach Anspruch 18, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Auskleidung auswechselbar ist.

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	Betitlf 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	---	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	---	13,16,17	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
	US 4 472 209 A (CONRAD RUEDIGER ET AL) 18. September 1984 (1984-09-18) * Spalte 5, Zeile 35 - Zeile 48 *		C21D C23C
	-----		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
MÜNCHEN	16. Dezember 2003	Lilimpakis, E	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		
A : technologischer Hintergrund	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument		
O : nichtschriftliche Offenbarung	L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument		
P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument		

**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

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