

(19)



(11)

EP 3 434 795 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
30.01.2019 Patentblatt 2019/05

(51) Int Cl.:
C21D 6/04 ^(2006.01) **C21D 1/18** ^(2006.01)
C21D 1/19 ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **18177795.4**

(22) Anmeldetag: **14.06.2018**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO RS SE SI SK SM TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
BA ME
Benannte Validierungsstaaten:
KH MA MD TN

(30) Priorität: **25.07.2017 DE 102017007029**

(71) Anmelder: **Messer Group GmbH
65812 Bad Soden (DE)**

(72) Erfinder:
• **BÖCKLER, Thomas
40470 Düsseldorf (DE)**
• **POWELL, Steven
47798 Krefeld (DE)**
• **SELDERS, Georg
47652 Weeze-Wemb (DE)**

(74) Vertreter: **Münzel, Joachim R.
Messer Group GmbH
Messer-Platz 1
65812 Bad Soden (DE)**

(54) VERFAHREN ZUR KÄLTEBEHANDLUNG VON METALLISCHEN WERKSTÜCKEN

(57) Ein Verfahren zur Kältebehandlung von metallischen Werkstücken, bei dem ein Werkstück in einer Kältekammer eine Kältebehandlung durchläuft, umfassend eine Abkühlphase, bei der die Temperatur des Werkstücks auf eine untere Zieltemperatur gesenkt wird, eine anschließende Haltephase, in der das Werkstück im wesentlichen auf der Zieltemperatur gehalten wird, und eine

abschließende Aufwärmphase, in der das Werkstück auf eine obere Zieltemperatur gebracht wird, ist erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, dass während der Abkühlphase und/oder der Aufwärmphase die Abkühlung bzw. die Aufwärmung des Werkstücks mehrfach unterbrochen wird und das Werkstück für eine vorgegebene Zeitdauer auf einer Zwischentemperatur gehalten wird.

EP 3 434 795 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Kältebehandlung von metallischen Werkstücken nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

[0002] Unter dem Begriff "Härten" eines Metalls versteht man die Erhöhung seiner mechanischen Widerstandsfähigkeit durch gezielte Änderung und Umwandlung seines Gefüges. Ein bekanntes Härungsverfahren ist die Umwandlungshärtung von Stahl. Hierbei wird das Werkstück auf eine Temperatur von über 723°C erwärmt, sodass sich das bei Raumtemperatur vorliegende α -Eisen (Ferrit) in γ -Eisen (Austenit) umwandelt. Bei einer anschließenden raschen Abkühlung (Abschreckung) ordnen sich die Eisenatome zu einem durch den Kohlenstoff tetragonal verzerrten kubisch-raumzentrierten Kristallgitter an, den sog. Martensit. Eine wichtige Rolle bei dieser Art der Härtung spielt die Abkühlgeschwindigkeit. Je größer die Unterkühlung (Temperaturdifferenz), desto mehr Martensit bildet sich. Weiterhin wichtig ist die chemische Zusammensetzung des Stahls. Vor allem Chrom trägt dazu bei, dass ein Werkstück über den gesamten Querschnitt durchgehärtet werden kann. Um einen Stahl zu härten, muss er einen Kohlenstoffgehalt von mindestens 0.3% besitzen.

Im industriellen Bereich wird zur Vermeidung von Randoxidation und Entkohlung während der Phase des Aufheizens bis oberhalb der Temperatur der Austenitbildung häufig unter Schutzgasatmosphäre wie Stickstoff, Edelgasen oder im Vakuum gearbeitet. Beim Einsatzhärten wird in die oberflächennahen Bereiche eines ansonsten kohlenstoffarmen Werkstücks vor dem Abschrecken zusätzlicher Kohlenstoff eingebracht, was zu einer harten Randschicht führt, während der Kern zäh bleibt.

[0003] Die Härte des Werkstücks kann weiter dadurch gesteigert werden, dass im Anschluss an die Wärmebehandlung das Werkstück auf eine Temperatur von -70°C bis -120°C oder sogar -180°C abgekühlt und auf dieser Temperatur eine gewisse Zeit gehalten wird. Dadurch wandelt sich im Gefüge des Werkstücks noch vorhandener Austenit ("Restaustenit") in Martensit um. Ein Verfahren dieser Art wird beispielsweise in der US 6 537 396 B1 beschrieben.

[0004] Verfahren, bei denen ein Werkstück mittels eines kryogenen Mediums tiefen Temperaturen von -70°C und darunter ausgesetzt wird, wird im Folgenden "Kältebehandlung" genannt.

[0005] Aus der US 3 819 428 B1 ist ein einer anschließenden Wärmebehandlung vorgängiges Verfahren zum Behandeln von metallischen Werkstücken mit einem kryogenen Medium bei Temperaturen zwischen -80°C und -180°C bekannt.

[0006] Eine Apparatur zur Durchführung einer Kältebehandlung von Werkstücken wird beispielsweise in der EP 124 29 29 A1 beschrieben. In dieser Druckschrift wird auch eine Kältebehandlung von metallischen Werkstücken, insbesondere Werkstücken aus Stahl beschrieben, die bei der Behandlung auf eine Temperatur von

-180°C gebracht und anschließend für eine Dauer von bis zu 48 h auf dieser Temperatur gehalten werden.

[0007] In dem Artikel von W. Lausecker, "Wie cool ist das - Die Tieftemperaturbehandlung von Zerspanungswerkzeugen", Werkzeug-Technik 126, 15. Juni 2012, wird ein Verfahren zur Kältebehandlung von metallischen Werkstücken, vornehmlich aus Werkzeugstahl, beschrieben, bei dem die Werkstücke sehr langsam auf eine Temperatur von -180°C abgekühlt werden. Anschließend wird das Werkstück mehrmals auf eine Temperatur von etwa -100°C aufgewärmt und wieder auf -180°C abgekühlt. Die Gesamtdauer für eine Behandlung beträgt ca. 15 h. Dieses Verfahren hat sich bewährt, ist jedoch fallweise noch verbesserungsfähig.

[0008] Der Erfindung liegt die Aufgabe zu Grunde, ein alternatives Verfahren zur Kältebehandlung von metallischen Werkstücken anzugeben.

[0009] Gelöst ist diese Aufgabe durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1. Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung werden in den Unteransprüchen angegeben.

[0010] Ein erfindungsgemäßes Verfahren zur Kältebehandlung von metallischen Werkstücken, bei dem ein Werkstück in einer Kältekammer durch thermischen Kontakt mit einem kryogenen Kältemittel auf eine tiefe Temperatur gebracht wird, wobei die Kältebehandlung in drei Abschnitten erfolgt, nämlich eine Abkühlphase, während der die Temperatur des Werkstücks auf eine untere Zieltemperatur gesenkt wird, eine Haltephase, in der das Werkstück im wesentlichen auf der unteren Zieltemperatur gehalten wird, und eine Aufwärmphase, in der das Werkstück auf eine obere Zieltemperatur gebracht wird, ist erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet, dass während der Abkühlphase und/oder der Aufwärmphase die Abkühlung bzw. die Aufwärmung des Werkstücks mehrfach unterbrochen wird und das Werkstück für eine vorgegebene Zeitdauer auf einer Zwischentemperatur gehalten wird.

[0011] Wesentlich für die Erfindung ist also, dass die Abkühlung und/oder die Aufwärmung in des metallischen Werkstücks in mehreren Stufen erfolgt, in denen der Abkühl- bzw. der Aufwärmvorgang jeweils gestoppt und die Temperatur für eine gewisse Zeitdauer gehalten wird. Neben der Restaustenitumwandlung bei stählenen Werkstoffen, bei der sich, wie oben skizziert, die Gitterstruktur des Werkstückwerkstoffs ändert, sorgt das erfindungsgemäße Verfahren für eine erhöhte Formstabilität, da in der Regel der Alterungsprozess abgeschlossen wird. Die Entzerrung der Kohlenstoffstruktur sorgt insbesondere bei Schneidwerkzeugen für eine höhere Widerstandsfähigkeit gegen Abrundungsverschleiß. Weiterhin können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren Wärmeleitfähigkeit und Oberflächengleiteigenschaften der Werkstoffe positiv beeinflusst werden. Auch bei anderen Werkstoffen, wie beispielsweise Kupferlegierungen, zeigt das erfindungsgemäße Verfahren positive Effekte.

[0012] Bei der das Verfahren abschließenden oberen

Zieltemperatur handelt es sich um einen Temperaturwert, der geeignet ist, die Kondensation von Wasser aus einer insbesondere bei Normalbedingungen (20°C) vorliegenden Umgebungsatmosphäre zu verhindern. Beispielsweise beträgt die obere Zieltemperatur zwischen 30°C und 40°C, bevorzugt etwa 35°C. Die Gesamtdauer der Behandlung beträgt zwischen 10 und 30 h.

[0013] Eine besonders vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung sieht vor, dass das Werkstück mehrfach während der Haltephase erwärmt und anschließend wieder auf die untere Zieltemperatur abgekühlt wird. Beispielsweise erfolgt, ausgehend von einer unteren Zieltemperatur zwischen -170°C und -196°C, eine Erwärmung jeweils auf einen Temperaturwert zwischen -140°C und -160°C. Das anschließende Absenken auf die untere Zieltemperatur erfolgt dabei mit ungefähr der gleichen Abkühlgeschwindigkeit wie in der Abkühlphase, oder mit einer erheblich höheren Abkühlgeschwindigkeit (Abschrecken) von beispielsweise 10-30K/min oder mehr.

[0014] Die Temperaturwerte, bei der die Unterbrechungen in der Abkühlphase und/oder der Aufwärmphase erfolgen (Zwischentemperaturen), sowie die Zeitdauer der jeweiligen Unterbrechung hängt insbesondere vom eingesetzten Material ab. Beispielsweise erfolgt bei einem aus Stahl gefertigten Werkstück die Unterbrechung der Abkühlphase bevorzugt bei mindestens zwei Zwischentemperaturen, ein erstes Mal, wenn das Werkstück eine Temperatur zwischen -70°C und -90°C aufweist, ein zweites Mal bei einer Temperatur zwischen -110°C und -130°C, wobei Unterbrechungen bei weiteren Zwischentemperaturen, die höher oder tiefer als die genannten Temperaturen liegen, nicht ausgeschlossen sind. Während der Unterbrechungen in der Abkühlphase können im Kristallverband des Werkstückmaterials noch mit einer vergleichsweise hohen Diffusionsgeschwindigkeit Umlagerungsprozesse stattfinden, die die Ausprägung positiver Werkstoffeigenschaften begünstigen und die bei fortschreitender Abkühlung nicht oder nicht vollständig ablaufen könnten.

[0015] Eine Unterbrechung der Aufwärmphase erfolgt bei einem aus Stahl gefertigten Werkstück bevorzugt dann, wenn das Werkstück eine Temperatur zwischen -100°C und -120°C aufweist. Auch dabei sind weitere Unterbrechungen bei aufeinanderfolgend ansteigenden Zwischentemperaturen des Aufwärmvorgangs vorstellbar.

[0016] Bevorzugt beträgt die untere Zieltemperatur, also die tiefste Abkühltemperatur, zwischen -170°C und -195°C, besonders bevorzugt zwischen -180°C und -185°C. Die Temperatur, auf die das zuvor jeweils auf die untere Zieltemperatur abgekühlte Werkstück während der Haltephase aufgewärmt wird, beträgt bevorzugt zwischen -140°C und -160°C.

[0017] Die Dauer der Unterbrechungen in der Abkühlphase und/oder der Aufwärmphase liegt erfindungsgemäß bei jeweils zwischen 15 und 60 min. Die genaue Zeitdauer hängt dabei vom Material der zu behandelnden Werkstücke, von der Gesamtmenge der Werkstücke in

der Kältekammer, deren Gewicht und der Form der Bauteile ab. Grundsätzlich gilt, dass die Unterbrechung umso länger angesetzt werden muss, je schwerer die Werkstücke sind, je mehr Werkstücke in der Kältekammer vorliegen und je dickwandiger die Werkstücke sind.

[0018] Die Abkühlung des Werkstücks in der Abkühlphase und/oder das Aufwärmen des Werkstücks in der Aufwärmphase und/oder das mehrfache Aufwärmen des Werkstücks während der Haltephase erfolgt bevorzugt mit einer Geschwindigkeit zwischen 1K/min und 3 K/min (Unterbrechungszeiten nicht eingerechnet). Bei dieser vergleichsweise langsamen Abkühlgeschwindigkeit wird sichergestellt, dass es zu keinem Temperaturschock kommt und eine vollständige und gleichmäßige Durchkühlung des Werkstücks erzielt wird.

[0019] In einer abermals vorteilhaften Ausgestaltung folgt das erfindungsgemäße Verfahren einer Wärmebehandlung nach, bei der das Werkstück auf eine Temperatur von mindestens 100°C aufgewärmt worden ist.

[0020] Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich für Werkstücke aus einem Metall oder einer Metalllegierung. Besonders eignet sich das Verfahren für dünnwandige Werkstücke, wie beispielsweise Sägeblätter aus Edelstahl oder Musikinstrumente aus Messing oder Neusilber; es ist jedoch nicht hierauf beschränkt. Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird insbesondere die Standzeit der Sägeblätter und anderer Werkstücke deutlich erhöht, wodurch die Produktivität beim Endanwender als auch die Wertigkeit des Produktes beim Hersteller verbessert wird.

Beispiel:

[0021] Ein aus Edelstahl, beispielsweise 75Cr1, gefertigtes Werkstück, beispielsweise ein Sägeblatt, wird nach einer Umwandlungshärtung einer Kältebehandlung nach den erfindungsgemäßen Verfahren unterzogen. Dabei wird das Werkstück in einer Kältekammer unter Zuhilfenahme von Flüssigstickstoff mit einer Geschwindigkeit von 1,5 K/min auf eine untere Zieltemperatur von etwa -185°C gekühlt (Abkühlphase). Die Abkühlung wird dabei zweimal bei unterschiedlichen Temperaturen unterbrochen und das Werkstück für eine Zeitdauer von jeweils etwa 30 min auf dem jeweiligen Temperaturwert gehalten (Haltephase). Beispielsweise erfolgt die Unterbrechung bei einer ersten Zwischentemperatur zwischen -80°C und -95°C und bei einer weiteren Zwischentemperatur zwischen -125°C und -140°C. Nach Erreichen der unteren Zieltemperatur wird das Werkstück für eine Zeitdauer von ca. 10h auf dieser Temperatur gehalten, jedoch findet währenddessen mehrfach eine kurzzeitige Erhöhung der Temperatur des Werkstücks auf ungefähr -150°C statt, um danach rasch wieder auf die untere Zieltemperatur abgekühlt zu werden. Nach Ablauf der Haltephase wird das Werkstück wiederum langsam, mit einer Geschwindigkeit von 1,5 K/min, auf einen Wert von ca. 35°C (obere Zieltemperatur) aufgewärmt, wobei mindestens einmal eine Unterbrechung des Aufwärmvor-

gangs für eine Zeitdauer von etwa 30min stattfindet, beispielsweise bei einer Zwischentemperatur zwischen -80°C und -120°C.

[0022] Das erfindungsgemäß bearbeitete Werkstück besitzt gegenüber unbehandelten Werkstücken eine deutlich verlängerte Standzeit.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Kältebehandlung von metallischen Werkstücken, bei dem ein Werkstück in einer Kältekammer durch thermischen Kontakt mit einem kryogenen Kältemittel auf eine tiefe Temperatur gebracht wird, wobei die Kältebehandlung in drei Abschnitten erfolgt, nämlich eine Abkühlphase, während der die Temperatur des Werkstücks auf eine untere Zieltemperatur gesenkt wird, eine Haltephase, in der das Werkstück im wesentlichen auf der Zieltemperatur gehalten wird, und eine Aufwärmphase, in der das Werkstück auf eine obere Zieltemperatur gebracht wird,
dadurch gekennzeichnet, dass während der Abkühlphase und/oder der Aufwärmphase die Abkühlung bzw. Aufwärmung des Werkstücks mehrfach unterbrochen und das Werkstück für eine vorgegebene Zeitdauer auf einer Zwischentemperatur gehalten wird. 5
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Werkstück während der Haltephase mehrfach erwärmt und anschließend wieder auf die untere Zieltemperatur abgekühlt wird. 10
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die untere Zieltemperatur zwischen -170°C und -195°C, bevorzugt zwischen -180°C und -185°C beträgt. 15
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Temperatur, auf die das Werkstück während der Haltephase aufgewärmt wird, jeweils einen zwischen -140°C und -160°C beträgt. 20
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die obere Zieltemperatur zwischen 30°C und 40°C beträgt. 25
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Dauer der Unterbrechung in der Abkühlphase und/oder der Aufwärmphase jeweils zwischen 15min und 60 min beträgt. 30
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Abkühlung des Werkstücks in der Abkühlphase und/oder 35

das Aufwärmen des Werkstücks in der Aufwärmphase und/oder das mehrfache Aufwärmen des Werkstücks während der Haltephase mit einer Geschwindigkeit zwischen 1 K/min und 3 K/min erfolgt.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Werkstück vor der Kältebehandlung einer Wärmebehandlung unterzogen wurde, in der es auf eine Temperatur von mindestens 100°C aufgewärmt wurde. 40
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Werkstücke aus dünnwandigem Metall oder einer Metalllegierung, beispielsweise dünnwandigem Edelstahl oder Messing, gefertigt sind. 45



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
EP 18 17 7795

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	US 5 865 913 A (PAULIN PETER J [US] ET AL) 2. Februar 1999 (1999-02-02) * Spalte 3, Zeile 6 - Zeile 55; Abbildung 2 *	1-9	INV. C21D6/04 C21D1/18 C21D1/19
X	DE 25 17 147 A1 (LANCE JAMES W [US]; JONES HENRY M [US]; YOUNG R BRENT [US]; YOUNG [US]) 28. Oktober 1976 (1976-10-28) * Seite 5, Zeile 15 - Seite 6, Zeile 15 *	1-9	
X	CH 572 983 A (LANCE J W) 27. Februar 1976 (1976-02-27) * Spalte 2, Zeile 47 - Zeile 51; Ansprüche 1-2 *	1-9	
A	WO 2009/129389 A1 (COLD FIRE TECHNOLOGY LLC [US]; BENOIT LARRY L [US]; FERRELL ROBERT C [U]) 22. Oktober 2009 (2009-10-22) * Abbildungen 4-5, 7-8 *	1-9	
A	US 6 314 743 B1 (HUTCHISON DAVID C [US]) 13. November 2001 (2001-11-13) * das ganze Dokument *	1-9	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC) C21D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 12. September 2018	Prüfer Gavriliu, Alexandru
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 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	

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

EP 18 17 7795

5 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.

12-09-2018

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 5865913 A	02-02-1999	KEINE	
DE 2517147 A1	28-10-1976	KEINE	
CH 572983 A	27-02-1976		
WO 2009129389 A1	22-10-2009	US 2009260298 A1	22-10-2009
		WO 2009129389 A1	22-10-2009
US 6314743 B1	13-11-2001	KEINE	

EPO FORM P0461

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

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- US 6537396 B1 [0003]
- US 3819428 B1 [0005]
- EP 1242929 A1 [0006]