

GASWÄRME

International

Zeitschrift für gasbeheizte Thermoprozesse

www.gaswaerme-online.de

SAFED⁺
Heat Treatment Solutions
AICHELIN Group

Anlagen und verfahrenstechnische Vorteile beim Nitrocarburieren mit Nachoxydieren in kontinuierlichen Ofenanlagen

**Advantages for nitrocarburizing processes
with post oxidation in continous furnaces**

Olaf Irretier, David Salerno
SAFED Suisse SA, CH - Delémont
www.safed.ch

Anlagen und verfahrenstechnische Vorteile beim Nitrocarburieren mit Nachoxydieren in kontinuierlichen Ofenanlagen

Advantages for nitrocarburizing processes with post oxidation in continuous furnaces

Von Olaf Irretier, David Salerno

Der vorliegende Beitrag stellt die Versuchsergebnisse vor, die in Zusammenhang mit der Entwicklung des neuartigen Nitrocarburierverfahrens Oxycad NT[®] erzielt wurden. Dabei konnte gezeigt werden, dass dieses Verfahren vor allem für Schüttgüter, die in Förderbandofenanlagen wärmebehandelt werden, bestens geeignet ist, um neben den Härteigenschaften auch einen optimalen Korrosionswiderstand zu bieten.

The present contribution shows the possibilities and test results of the new developed nitrocarburizing process called Oxycad NT[®]. It could be shown, that this process is very suitable for bulk materials which have to be heat treated in conveyor belt furnaces for an optimum wear and corrosion resistance.

Das Nitrieren und Nitrocarburieren hat in den vergangenen Jahren eine weitere Verbreitung in der Anwendung erfahren. Insbesondere die Verfahren, die in kontinuierlichen Prozessen z. B. in Durchlauföfenanlagen zu einer besonders hohen Wirtschaftlichkeit der Prozesse führen, standen im Vordergrund des Interesses. Oxycad NT[®] ist ein von Safed Suisse neu entwickeltes verfahrens- und anlagentechnisches Wärmebehandlungskonzept, welches auf dem thermochemischen Diffusionsverfahren – dem Nitrocarburieren mit Nachoxydation und einer auf Wunsch abschließend durchgeführten Imprägnierung basiert (**Bild 1**).

Oxycad NT[®] verknüpft auf der einen Seite die positiven Verfahrensmerkmale des Nitrocarburierens, d. h. Steigerung des Verschleißwiderstandes durch hohe Oberflächenhärte bei reduziertem Bauteilverzug und hohem Korrosionswiderstand. Ergänzend wird die Oberfläche matt-schwarz, einbaufertig gestaltet.

Wie bei üblichen Nitrocarburierverfahren, macht sich auch das Oxycad NT[®]-Verfahren die aufstickende und aufkohlende Wirkung geeigneter Gase zunutze, die bei Temperaturen zwischen 530–750 °C den für den speziellen Anwendungsfall am besten geeigneten Aufbau der Randschicht – aus Verbindungsschicht und darunter liegender Diffusionsschicht – erzeugen.

Grundlagen des Nitrocarburierens

Das Nitrocarburieren ist ein thermochemisches Wärmebehandlungsverfahren bei dem die Randschicht eines Werkstückes mit Stickstoff und Kohlenstoff angereichert wird, was bei entsprechender Behandlungsdauer zur Bildung einer Nitrierschicht führt, die aus Verbindungsschicht und Diffusionsschicht aufgebaut ist. Nach Antransport der geeigneten Gase Ammoniak und Kohlenmonoxid an die Bauteiloberfläche findet deren weitere katalytische Zersetzung in diffusionsfähigen Stickstoff und Kohlenstoff statt. Die nicht zur Diffusion führenden Atome werden rekombiniert und von der Bauteiloberfläche wieder abtransportiert.

Im Gegensatz zum Nitrieren, bei dem die Oberfläche lediglich mit Stickstoff angereichert wird, steht beim Nitrocarburieren die Bildung der Verbindungsschicht im Vordergrund. Durch diese Schicht,

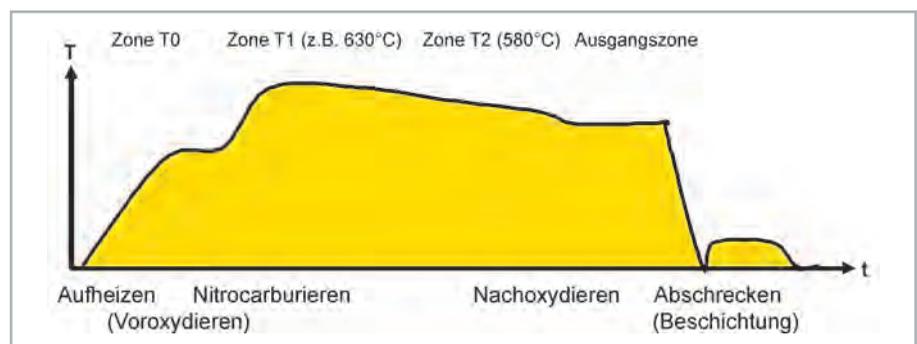


Bild 1: Schematischer Ablauf des Oxycad NT[®]- Verfahrens

Fig. 1: Oxycad NT[®] process



Bild 2: Förderbandofen zum Nitrocarburieren im Oxycad NT®-Verfahren (Safed)
Fig. 2: Conveyor belt furnace for Oxycad NT®-nitrocarburizing (Safed)

die in der Regel zwischen 5 und 25 µm dick ist, kann der Verschleiß- und Korrosionswiderstand von Bauteilen verbessert werden. Ergänzend kann durch ein abschließendes Nachoxidieren die Korrosionsbeständigkeit einer Vielzahl von Legierungen weiter signifikant erhöht werden.

Generell steht das Nitrocarburieren – ob in einer Gas-, Salz- oder Plasmaatmosphäre – auch für eine deutliche Reduzierung der Reibungskoeffizienten, bei hoher Abriebbeständigkeit. Warmbeständigkeit bis etwa 500 °C und eine Verbesserung der Biegezugfestigkeit zeichnen ergänzend entsprechende Nitrocarburierschichten aus. Aufgrund der gegenüber dem Einsatzhärten geringen Behandlungstemperaturen und der Vermeidung des mit der martensitischen Härtung verbundenen Umklappvorgangs des Kristallgitters treten beim Nitrocarburieren geringere Eigenspannungen und Bauteilverzüge auf.

Je nach Werkstoff werden Nitrierhärte-tiefen von einigen Zehntel Millimeter

erreicht. Der Schichtaufbau beim Nitrocarburieren ist mehrzonig: Die äußere Verbindungsschicht (VS) besteht überwiegend aus Fe-Nitriden. Sie stellt sich im metallographischen Schliff als „Weisse Schicht“ dar, da diese nur schwer ätzbar ist.

Unterhalb der Verbindungsschicht (VS) befindet sich die Ausscheidungszone, welche der Verbindungsschicht entsprechende Stützwirkung verleiht. Sondernitride und Carbide führen hier zur Härtesteigerung. Die Tiefe der Ausscheidungszone korreliert mit der Dicke der Verbindungsschicht. Die Diffusionszone kann deutlich über einen Millimeter dick sein. Grundsätzlich gilt: Je mehr Legierungselemente beim Nitrieren zum Einsatz kommen, desto höher die Oberflächenhärte, aber desto geringer die Nitrocarburierschicht.

Durch Nachoxidation wird auf der Oberfläche ergänzend eine Eisen-Oxid-Schicht erzeugt (Fe₃O₄), die eine verbesserte Korrosionsbeständigkeit zur Folge hat.

Kontinuierliche Ofen- und Anlagentechnik

Das Oxycad-NT® ist ein für den kontinuierlichen Wärmebehandlungsbetrieb in Förderbandofenanlagen von Schüttgütern entwickeltes Verfahren. Safed-Bandofenanlagen, die mit einer entsprechenden Mess- und Regeltechnik ausgestattet sind, eignen sich für den optimalen Betrieb – auch unter Anforderungen der AMS 2750 D und der CQ19 (**Bild 2**).

Safed-Förderbandöfen vom Typ T sind konzipiert worden für das kontinuierliche Glühen und Härten von massengefertigten Metallteilen. Diese Anlagentechnik bietet grundsätzlich eine hohe Präzision, Reproduzierbarkeit und erfüllt damit die hohen Anforderungen an die Ofentechnik beim Nitrocarburieren.

Die besonderen Merkmale dieser Anlagentechnik sind:

- Automatische, kontinuierliche Beschickung des Bandes
- Beschleunigte Aufheizphase durch Umwälzung
- Stetige Kontrolle der Atmosphärenzusammensetzung

Die erforderlichen Begasungen sind:

- Luft
- Ammoniak (NH₃)
- Methanol (CH₃OH),
- Propan (C₃H₈)
- Wasser H₂O

Das Abschrecken findet in Öl statt. Die abschließende Versiegelung und das Verschließen der Poren wird mit organischem Korrosionsschutz durchgeführt (**Bild 3**).

Die verfahrens- und anlagentechnischen Möglichkeiten im Industrieofen ermög-

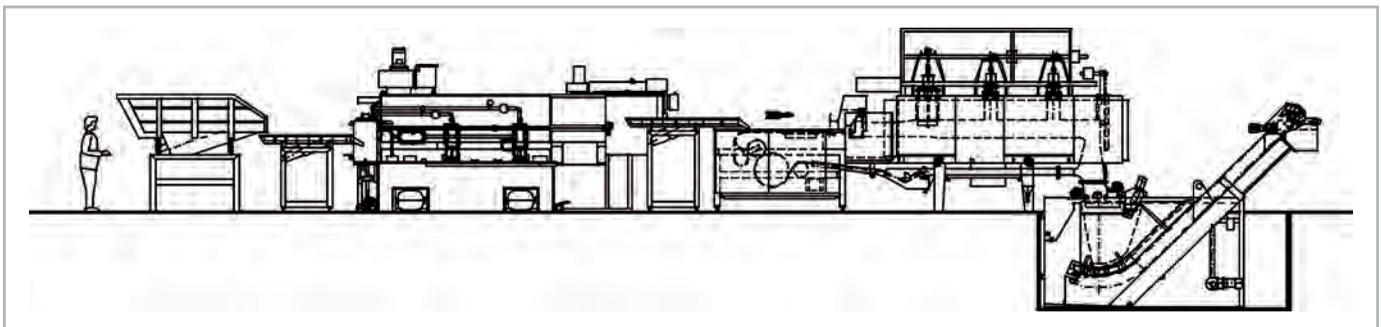


Bild 3: Schematische Darstellung Förderbandofen zum Nitrocarburieren im Oxycad NT®-Verfahren (Safed)
Fig 3: Schematic drawing of conveyor belt furnace for nitrocarburizing due to Oxycad NT®-(Safed)



Bild 4: Förderbandofen zum Nitrocarburieren im Oxycad NT®-Verfahren (Safed)

Fig. 4: Conveyor belt furnace for Oxycad NT®- nitrocarburizing (Safed)

lichen heutzutage in der Regel eine gleichmäßige Nitrierung bzw. Nitrocarburierung der wesentlichen Werkstoffgrößen. Die Prozessüberwachung und -regelung erfolgen dabei durch Gasanalysatoren, Sauerstoffsonde und Nitrier-sensor.

Die nitrierkennzahlgesteuerte Prozessführung der Safed-Banddurchlaufanlagen mit Einsatz eines H₂-Sensors, der zur in-situ Prozessüberwachung und -dokumentation der KN-Zahl eingesetzt wird, sind „Stand der Technik“ und haben sich in einer Vielzahl von Einsätzen bewährt, wodurch Prozesssicherheit und Reproduzierbarkeit der Wärmebehandlungsergebnisse deutlich verbessert wurden. Ergänzend dazu konnten durch geregelte Prozessführung die Gasverbräuche

und somit die Betriebskosten signifikant reduziert werden, die bei Verwendung von Ammoniak durchaus bis zu 30 % betragen können. Außerdem ist die Regelung der Nitrierkennzahl die notwendige Basis, um die genauen Anforderung und chemischen Zusammensetzungen der Nitrier- und Nitrocarburierschichten „einzustellen“.

Durch einen reproduzierbaren Schichtaufbau können außerdem die Prozesszeiten minimiert werden. Hierfür ist die kontinuierliche Erfassung der Ofenatmosphäre (z. B. H₂) und des eingespeisten Frischgases, als auch der Atmosphären- und Nitrierkennzahl sowie dem Spaltgas oder Wasserstoff zur Anpassung der Nitrierkennzahl durch z. B. automatische Gasdurchflussregler erforderlich.

Anwendungen

Mit dem Oxycad NT®-Verfahren können nahezu alle gängigen Stahlsorten behandelt werden, d. h. unlegierte und auch



Bild 6: Fahrzeugsitzbestandteile, 1.0301, C10, Nitrocarburieren (OXYCAD®)

Fig. 6: Car seat components, 1.0301, C10, nitrocarburizing (OXYCAD®)

hochlegierte Stähle mit mehr als 13 % Chrom, die aufgrund ihrer zur Passivierung neigenden Oberfläche sonst in der Regel nur schwer zu nitrocarburieren sind.

Branchen, in denen dieses Verfahren Verwendung findet, sind u. a. Automobil- und Flugzeugbau, Befestigungstechnik, Elektronik/Elektrotechnik, Maschinenbau, Medizin- und Textilindustrie, Wehrtechnik und Werkzeugbau.

Zu den speziellen Anwendungsbereichen zählen z. B. allgemein Wellen und Bolzen für Verbrennungsmotoren und Kompressoren, Präzisionsteile für optische Geräte, Stanz- und Schmiedeteile Kugelzapfen- oder -bolzen, Kolbenstangen, Scharniere, Scheibenwischer, Stoßdämpfer, Bolzen, Federn.

In den **Bildern 4 bis 6** sind einige Anwendungsbeispiele dargestellt, die im Oxycad NT®-Verfahren behandelt wurden.

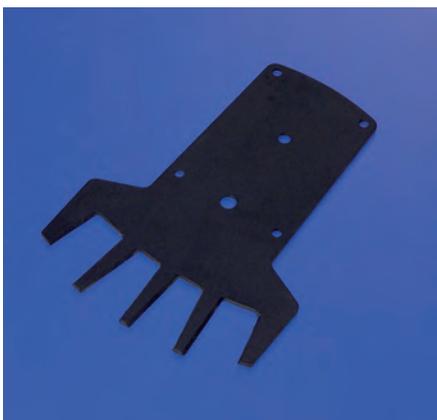


Bild 5: Klinge für Rasenschere, 1.2357, 50Cr-MoV13-14, Nitrocarburieren (OXYCAD®), Nachoxidation, Konservierung

Fig. 5: Blade for grass shears, 1.2357, 50Cr-MoV13-14, nitrocarburizing (OXYCAD®), postoxidation, final coating

Bild 7: Antriebsritzel für Nockenwellen, 1.7131, 16MnCr5, Nitrocarburieren (OXYCAD®)

Fig. 7: Drive pinion for camshaft, 1.7131, 16MnCr5, nitrocarburizing (OXYCAD®)



Tabelle 1: Schichtaufbau und Oberflächenhärte der Versuchsteile

Table 1: Layer composition and surface hardness of the test parts

Werkstoff	Schichten			Härte		
	Oxyde	ϵ	γ	Oberfläche		Kern
	μm	μm	μm	HV0.1	HV1	HV
QSt 37	<1	24	5	720	400	--
Fer	<1	22	5	630	360	--
SPCC	1	21	7	530	360	--
S50C	1	21	6	700	420	--
SK7	1	21	5	760	415	--
9SMnPb28	1	17	4	740	410	--
Ck55	<1	17	9	600	450	--
C15	<1	25	5	660	450	--
AISI 1080	<1	26	2	625	540	--
C18B	1	23	3	760	600	180
18B3	1	23	3	760	600	235-280
19MnB4	1	22	3	770	580	210-250
P/M FeCuNiMo	1	17	3	--	240-380	--
Ovako225A	<1	13	0	890	720	--
41CrV4	<1	22	3	640	575	--
C75	<1	19	4	830	450	--
50CrV4	<1	19	4	780	500	--

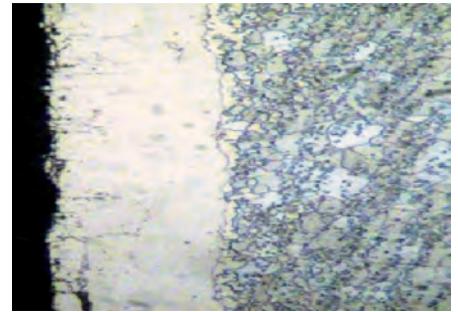


Bild 10: Metallographischer Querschliff (Oxycad NT®)

Fig. 10: Metallographic microsection (Oxycad NT®)

burieren entstehenden „harten und verschleißfesten“ Eisen- und Sondernitride als auch Eisen- und Sondercarbide in der Randschicht des Bauteils. Höchste Härte weisen Aluminium- und Chromnitride wie auch Wolfram- und Chromcarbide auf. Diese Elemente werden daher zur Härtesteigerung den Nitrierstählen hinzulegiert (**Bild 7**).

Da es beim Nitrocarburieren zu keiner Gefügeumwandlung kommt, sind Mass- und Formänderungen im Vergleich zum Einsatzhärten wesentlich geringer.

In **Tabelle 1** sind die mit dem Oxycad NT®-Verfahren erzielten Versuchsergebnisse dargestellt. Durch Variation der Prozessparameter konnten die für die Anwendungen optimalen Nitrierschichteigenschaften hinsichtlich Nitrierhärte (NHT) mit 0,1-0,4 mm (NHT = Kernhärte + 50 HV 0,5) bei einer Oxidschichtdicke (Fe_3O_4) von etwa 1-2 μm und einer Verbindungsschichtdicke von ca. 5-25 μm mit kontrollierter Porosität erreicht werden; die Oberflächenhärte lag in den Versuchsreihen zwischen 500-1150 HV 0,5 (**Bild 8 bis 10**).

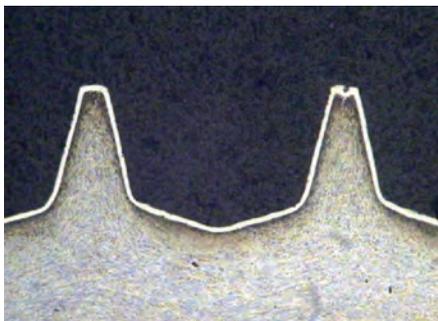


Bild 8: Metallographischer Querschliff einer Oxycad NT®-Schicht eines Zahnrades

Fig. 8: Metallographic microsection of Oxycad NT® layer of a gearwheel

Versuchsergebnisse

Die im vorliegenden Beitrag vorgestellten Versuchsergebnisse zeigen, dass die erwarteten hohen Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeiten durch Oxycad NT® erreicht werden können, so dass dieses Verfahren ergänzend eine interessante Alternative zum Verchromen, Bondern oder auch Vernickeln darstellt.

Wie hinlänglich bekannt, beruht der Effekt der Härtesteigerung beim Nitrocarburieren nicht durch die martensitische Härte, sondern durch die beim Nitrocar-

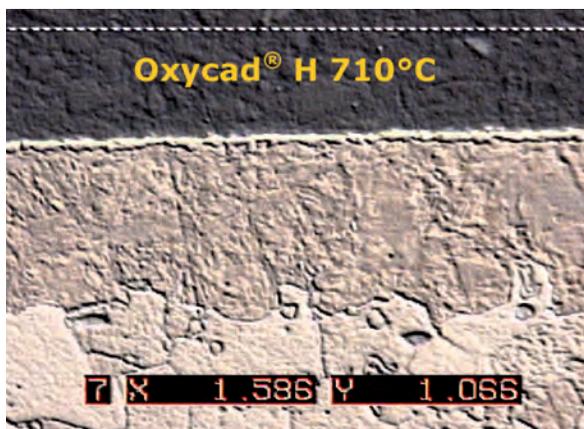


Bild 9: Metallographischer Querschliff einer Oxycad NT®-Schicht

Fig. 9: Metallographic microsection of an Oxycad NT® layer

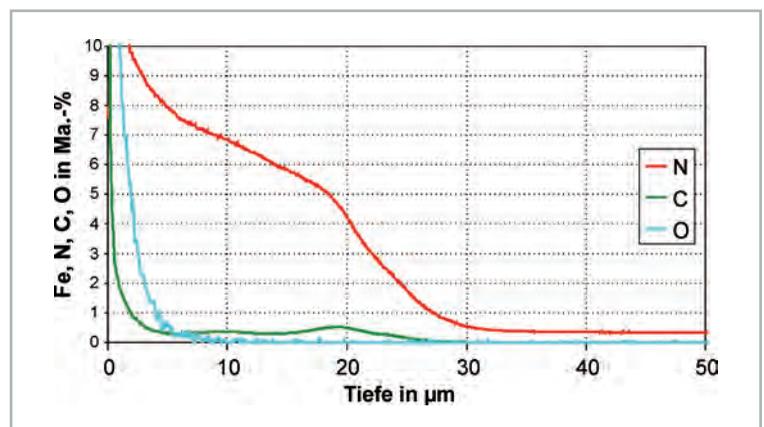


Bild 11: GDOS – Elementtiefenverlauf (Oxycad NT®)

Fig. 11: GDOS – element depth profile (Oxycad NT®)

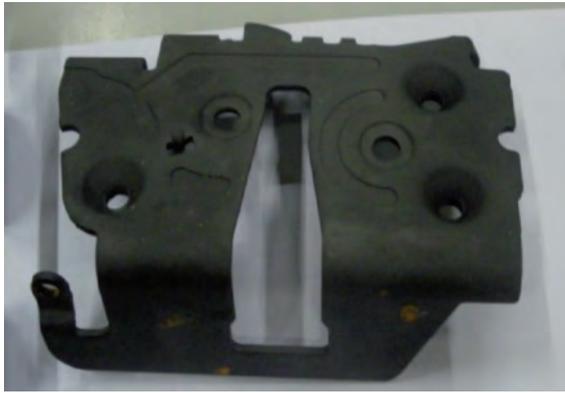


Bild 12: Salzsprühnebeltest nach DIN ISO 50021 nach 240 h (nach 168 h noch keine Korrosion!), mit $T = 35 \pm 5$ °C, $\text{PH} = 6,5 \div 7,2$, $\text{NaCl} = 5$ %, Sprühdruck = $0.7 \div 1.4$ bar

Fig. 12: Results of salt spray due to DIN ISO 50021 after 240 h (after 168 h still no corrosion!), with $T = 35 \pm 5$ °C, $\text{PH} = 6,5 \div 7,2$, $\text{NaCl} = 5$ %, spray pressure = $0.7 \div 1.4$ bar

Die in den Untersuchungen eingestellten Prozesstemperaturen lagen zwischen 520 und 580 °C. Dadurch konnte erreicht werden, dass sich je nach Werkstoff eine Oberflächenhärte von bis zu 1250 HV einstellt. Mit weiter zunehmender Temperatur sinkt die Härte der Nitrocarburierschicht jedoch wieder ab.

Die Untersuchungsergebnisse zur Korrosionsbeständigkeit, die nach DIN ISO 50021 mit dem Salzsprühnebeltest durchgeführt wurden, belegen, dass die mit dem Oxycadverfahren behandelten Teile, je nach Bauteilgeometrie und Werkstoffwahl, die gewünschten Stand-

zeiten von 240 h und mehr erzielen (**Bilder 11** und **12**).

Fazit

Die Versuchsergebnisse haben gezeigt, dass Oxycad NT® die positiven Verfahrensmerkmale des Nitrocarburierens, d. h. Steigerung der Oberflächenhärte und hohem Korrosionswiderstand verbindet. Gerade die deutlichen Steigerungen im Korrosionswiderstand gemäß Salzsprühnebeltest macht dieses Verfahren für eine Vielzahl von Anforderungen geeignet und stellt ein interessante Alternative zu in der Vergangenheit ein-

gesetzten kombinierten Verfahren aus Wärmebehandlung und Galvanotechnik dar.

Das Oxycad NT®-Verfahren hat die Vorteile:

- Optimierung der mechanischen Eigenschaften
- Optimierung des Korrosionsschutzes: > 300 h im Salzsprühtest
- Ersatz für galvanische Verfahren
- geringerer Verzug
- Energieeinsparung und Senkung der Betriebskosten
- Schwarzfärbung der Oberfläche. ■

Dr.-Ing. Olaf Irretier
Industrieberatung für
Wärmebehandlungstechnik
IBW Dr. Irretier, Kleve

Tel.: 02821/71 53 948
olaf.irretier@ibw-irretier.de



Dipl.-Ing. David Salerno
Safed Suisse, Delemont,
Schweiz

Tel. : +41 32/421 4469
salerno.d@safed.ch



Anlagen und Lösungen für die Wärmebehandlung von Präzisions- und Serienteilen...

... für folgende Industriezweige :

- Fahrzeuge
- Uhren- und Feinmechanik
- Befestigungstechnik
- Lager- und Halbzeuge
- Werkzeuge
- Messer- und Bestecke
- Möbelbeschläge
- sowie diverse Sonder-Anwendungen



Komplette Wärmebehandlungs-Linien bestehend aus Beschickung, Härteofen, Abschreckung in Salz, Öl oder Emulsion, Reinigungsanlage vor und nach der Wärmebehandlung, Anlassofen. Ergänzt durch Schutzgasgeneratoren und Prozess-Steuerung.



Schüttelherdöfen Typ Vi

mit Muffel und integriertem Abschreck-Behälter; werden hauptsächlich für sehr kleine Teile mit geringem Produktionsvolumen eingesetzt. Härten, Aufkohlen, Karbonitrieren mit Öl- oder Polymerabschreckung, Bainit- und Martensithärten mittels Salz-Abschreckung.

Förderbandöfen Typ T/TG

mit Muffel und integriertem Abschreckbehälter. Diese Anlagentechnik bietet hohe Präzision, Reproduzierbarkeit und erfüllt strengste metallurgische Ansprüche. Härten, Aufkohlen, Karbonitrieren mit Öl- oder Polymer-Abschreckung, Bainit- und Martensithärten mittels Salz-Abschreckung, Nitrocarburieren OXYCAD®



Retortenöfen Typ SN/SL/SG

mit Atmosphären-Umwälzung, auch in evakuierbarer Ausführung für die Wärmebehandlung von Chargen. Austenitisieren, Aufkohlen, Karbonitrieren, Anlassen, Glühen, Vorwärmen, Wärmebehandlung von Leichtmetallen.



Förderbandöfen Typ TC/TCG ohne Muffel, mit integriertem Abschreckbehälter. Neben den Vorteilen der Baureihe T/TG vor allem für besonders große Kapazitäten geeignet. Härten, Aufkohlen, Karbonitrieren mit Öl- oder Polymer-Abschreckung, Bainit- und Martensithärten mittels Salz-Abschreckung, Zwischenstufen-Vergüten.



Integrierte Schutzgaserzeuger

mit im Ofen eingebauter Retorte zur Methanol- oder Erdgas-Spaltung für Baureihen T/TG oder externem Verdampfer für Baureihen TC/TCG. Kontrollierte und reproduzierbare Gaszusammensetzung.

Stationäre Schutzgaserzeuger

beinhalten endothermische Gasgeneratoren auf Basis von Erdgas oder Propan, Methanol- und Ammoniakspalter.

Förderbandöfen Typ BdL/BdLT

mit Luftumwälzung durch Turbinen. Gas- oder elektrisch beheizt. Wärmebehandlung von Stählen und Gusseisen, Anlassen, Glühen, Stabilisieren, Altern von Aluminium. Für BdLT mit integriertem Wasser-Abkühlbehälter.



Trommelwaschmaschinen Typ TRAS

Aufgabe der Teile als Schüttgut, diese durchlaufen dann kontinuierlich eine Trommel aus nichtrostendem Stahl mit mehreren Zonen: Waschen, Entphosphatieren, Spülen und Trocknen mit Heissluft. Auslegung je nach Anwendung und gewünschtem Reinigungs-Ergebnis.



Förderbandöfen Typ Bd/BdT

mit Muffel und angebautem Kühlkanal. Gas- oder elektrisch beheizt. Blankhärten, Blankglühen, Sintern und Anlassen von Eisen, Nichteisen und rostfreien Materialien. Für BdT mit integriertem Wasser-Abkühlbehälter.



Bandwaschmaschinen Typ TPAS

Aufgabe der Teile als Schüttgut oder in definierter Position (z.B. durch Roboter), diese durchlaufen dann kontinuierlich die Anlage auf einem Transportband aus nichtrostendem Stahl mit mehreren Zonen: Waschen, Entphosphatieren, Spülen, Trocknen mit Heissluft. Auslegung je nach Anwendung. Optimales Reinigungsergebnis auch für beschädigungsempfindliche Teile.

Förderbandöfen Typ T9

mit Muffel und integriertem Abschreckbehälter. Kompakte Anlagen mit Steuerung und Gasversorgungs-Tafel speziell für Kleinteile der Uhren- und Mikromechanik-Industrie. Bietet auf kleinstem Raum hohe Präzision, Reproduzierbarkeit und erfüllt strengste metallurgische Ansprüche. Härten, Aufkohlen, Karbonitrieren.



SAFED⁺

Heat Treatment Solutions

Typische Wärmebehandlungslinie für OXYCAD[®] NT



SAFED Suisse SA

36, Rue Emile-Boéchat
CH - 2800 Delémont
Telefon (+41) (32) 421 44 60
Telefax (+41) (32) 421 44 64
contact@safed.ch

SAFED FRANCE

Fours Electriques de Besançon
F - 25004 Besançon Cedex
Telefon (+33) (381) 48 37 00
Telefax (+33) (381) 53 45 93
contact@safed.fr

SAFED Industrieöfen GmbH

Robert-Bosch-Straße 4
D - 73463 Westhausen
Telefon (+49) (7363) 50 71
Telefax (+49) (7363) 50 73
contact@safed.de

SAFED AICHELIN s.r.l.

Via E. D'Adda, 2
I - 22066 Mariano Comense (CO)
Telefon (+39) (031) 750 640
Telefax (+39) (031) 750 803
contact@safed.it

AICHELIN Ges.m.b.H.

Postfach 210
A-2340 Mödling
Telefon (+43) (2236) 236 46 - 0
Telefax (+43) (2236) 22 229
marketing@aichelin.com

<http://www.aichelin.com>

<http://www.safed.ch>

AICHELIN Group