

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET
KØBENHAVN

(12) FREMLÆGGESESSKRIFT

(11) 152224 B



(21) Patentansøgning nr.: 3852/83

(51) Int.Cl.⁴ C 21 D 1/46

(22) Indleveringsdag: 23 aug 1983

(41) Alm. tilgængelig: 26 feb 1984

(44) Fremlagt: 08 feb 1988

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 25 aug 1982 DE 3231540

(71) Ansøger: *DEGUSSA AKTIENGESELLSCHAFT; Weissfrauenstrasse 9; 6000 Frankfurt 1, DE

(72) Opfinder: Friedrich-Wilhelm *Eysell; DE

(74) Fuldmægtig: Internationalt Patent-bureau

(54) Inert saltbad til opvarmning af stål

(56) Fremdragne publikationer

(57) Sammendrag:

3852-83

Inert saltbad til opvarmning af stål til austenitiseringsstemperaturen bestående af en blanding af i det væsentlige alkali- og jordalkalichlorider og en regenerator, hvilket saltbad ikke viser nogen slamdannelse, ikke forårsager nogen korrosion eller påsmeltninger på overfladerne af de behandlede genstande, og som også kan drives ved relativt lave temperaturer. Dette opnås ved, at saltblandingen tilsættes 0,01 - 2 vægt% carbon- og nitrogenholdig polymer organisk forbindelse, især melon.

DK 152224 B

1

Opfindelsen angår et inert saltbad til opvarmning af stål til austenitiseringstemperaturer, bestående af en blanding af i det væsentlige alkali- og jordalkalichlorider og en regenerator.

- 5 Til hærdning af stålgenstande såsom f.eks. værktøjer, skal genstandene opvarmes til austenitiseringstemperaturen. Denne opvarmning sker i mange tilfælde i saltbade. Herved skal opvarmningen i saltbadet dog ske således, at overfladen på de genstande
10 der skal hærdes på ingen måde undergår kemiske forandringer. De anvendte saltbade skal således f.eks. hverken udøve en oxiderende virkning, hvorved der kunne indtræde afcarbonisering eller give anledning til en carbonisering, der eventuelt ved den pågældende hærdnings-
15 temperatur kan føre til påsmeltninger og derved ødelæggelse af emnerne. De skal ej heller virke korroderende.

- Saltsmelter til opvarmning af stålgenstande til austenitiseringstemperaturen indeholder i almindelighed
20 chlorider af alkali- og jordalkalimetaller, for det meste natrium-, kalium- og bariumchlorider. Sammensætningen retter sig efter det enkelte tilfælde, især efter arbejdstemperaturen, dvs. saltblandingsens smeltepunkt. Smelter af denne type, der fremstilles af meget
25 rene stoffer, opfylder i almindelighed de stillede krav vedrørende overfladekvaliteten, de er inerte. Fremstillingen af sådanne glødningsbade af meget rene stoffer er dog meget kostbar, således at der må anvendes ringere udgangsmaterialer, og badenes inerte egenskab
30 mistes. Hertil kommer at selv oprindeligt inerte glødebade ved indføring af forureninger især ved den uundgåelige indføring af jernoxid, vaskemiddelrester, bearbejdningssolier, osv. mister deres inerte karakter. Herved sker der ikke blot en afcarbonisering af emnerne,
35 men også et forøget korrosionsangreb på genstandene og elektroderne i de ovne, der indeholder saltsmelterne, og dermed højere omkostninger.

For alligevel at opnå den ønskede inerthed for

saltsmelterne arbejdes der med såkaldte regenerators eller regenereringsmetoder. Det er kendt, at man kan sætte methylchlorid til saltsmelter til højtemperatursbade, f.eks. til hærkning af hurtigarbejdsstål, hvorved der undgås en afcarbonisering. Denne behandlings succes er dog ofte ikke tilstrækkelig og i hvert fald forbigående, eftersom der under behandlingen af emner ikke må ske en methylenchloridindføring i smelten.

Andre stoffer der anvendes som regenerators er f.eks. silicium eller siliciumcarbid. Siliciumet opfylder ganske vist i almindelighed den ønskede målsætning, dvs. forhindrer afcarbonisering, dog kommer det ind i mellem til en påsintring af silicium på emneoverfladen, hvorved der til tider opstår ikke reparerbare skader. Endvidere dannes der i almindelighed et vanskeligt fjerneligt sejt slam i saltsmelten.

Siliciumcarbid har så at sige de samme ulemper som selve siliciumet, men kan dog fremfor alt ikke anvendes, såfremt der under alle omstændigheder skal undgås en carbonisering af emneoverfladen.

Tilsvarende arbejder regenereringsmetoder, ved hvilke der anvendes carbon eller grafit, f.eks. i form af stave, der neddykkes i smelten. Også her kan det ikke undgås, at carbonpartikler forbliver i badet og dermed fremkalder en carboniserende virkning.

Særlig virksomme regenereringsstoffer er blevet fundet til de såkaldte højtemperatursbade. Her anvendes magnesiumfluorid i blanding med borttrioxid som regenerator. Sådanne bade er absolut inerte. Dette forudsætter dog at der anvendes forholdsvis store mængder magnesiumfluorid (f.eks. 6%). Denne høje tilsætning fører imidlertid til en forholdsvis stort slamudfældning af jern- og magnesiumoxid, hvilket er ødelæggende i sådanne tilfælde, hvor elektrodeopvarmningen af saltbadene sker fra bunden. I sådanne tilfælde er anvendelsen af disse regenerators ikke mulig. Endvidere er de kun anvendelige ved temperaturer over 1.100°C .

Hensigten med opfindelsen er derfor at angive et inert saltbad til opvarmning af stål til austenitiseringsstemperaturen bestående af en blanding af i det væsentlige alkali- og jordalkalichlorider samt en

5 regenerator, hvilke saltbad også virker ved relativt lave temperaturer, ikke fremkalder nogen korrosion eller påsmeltninger på de behandlede deles overflade og ikke forårsager nogen slamdannelse i saltsmelten.

Dette opnås ifølge opfindelsen ved at salt-

10 blandingen som regenerator tilsættes 0,01 - 2 vægt% carbon- og nitrogenholdig polymer organisk forbindelse. Disse forbindelser kan tilsættes badet under driften eller allerede ved fremstillingen af saltblandingen eller saltet.

15 Polymere triazinforbindelser, polymere cyanhydrogensyrer, polymere carbonsyreamider og/eller polymere urinstoffer har vist sig særlig gode som regenerators. Polymerisationsgraden skal herved vælges således, at reaktionen i badet ikke forløber for

20 stormende. Polymerisationsgrader $n \geq 3$ har til dels vist sig allerede at være tilstrækkelige. De ligger dog fortrinsvis væsentlig højere.

Egnede regenerators er triaminotriazinformaldehyd-kondensationsprodukter og især melon, et polymerisationsprodukt af melamin fremstillelig ved opvarmning

25 af melamin til temperaturer på 500°C. Dog har andre nitrogenholdige polymere organiske forbindelser, såsom cyanursyre eller azulminsyre, vist sig gode. Badene kan drives ved temperaturer fra 700 - 1300°C.

30 De følgende eksempler belyser det omhandlede saltbad nærmere:

1. Et glødesaltbad med 70% bariumchlorid og 30% alkali-chlorid anvendes ved temperaturer fra 1050°C til at hærde værktøjer til varmarbejdsstål. På trods af
- 35 regenerering med silicium, viser en stålfolie med et carbonindhold på 1%, der hænger i 20 minutter ved denne temperatur i badet og derefter afkøles, et kraftigt vægttab på ca. 180 mg/dm². Stålværktøjer,

der behandledes i dette bad, viste især på de finbearbejdede overflader kraftige ætsninger, der gjorde den videre forarbejdning af værktøjet umulig.

Værktøjerne var kassable.

5 Det samme bad tilsattes derefter 0,05% melon.

Efter afslutning af den efter tilsætningen begyndende reaktion viste en folie, der behandledes som ovenfor, kun et ringe vægttab på ca. 20 mg/dm^2 . Stålværktøjet, der behandledes deri, havde fejlfrie overflader.

10 2. Ved et yderligere forsøg under betingelser, som beskrevet ved eksempel 1, blev det nævnte glødebad tilsat en blanding, der udover alkali- og jordalkalichlorider indeholdt ca. 1% melon. De i dette bad behandlede værktøjer af varmarbejdsstål var fri
15 for overfladekorrosion.

3. Et magnesiumfluoridholdigt bad sammensattes som følger:

ca. 98,0% bariumchlorid.

ca. 1,0% magnesiumfluorid.

20 ca. 0,2% B_2O_3 .

0,5% melon.

Værktøjer af hurtigarbejdsstål, der var behandlet i et sådant bad, har ingen afcarbonisering.

En i 20 minutter ved 1220°C behandlet folie med et udgangscarbonindhold på 1,0% havde ved afslutningen af
25 denne behandling stadig et carbonindhold på over 0,9%, hvilket beviser at badet praktisk taget ikke afcarboniserer. Vægttabet af en folie ligger ved 80 mg/dm^2 , uden tilsætning af melon fører sådanne smelter til vægttab
30 på over 200 mg/dm^2 .

Forsøget gentages efter 50 driftstimer for badet.

Ved de små magnesiumchloridindhold ville badet uden melontilsætning have vist en stærkt afcarboniseringsvirkning. Med melontilsætning optrådte badet imidlertid

35 lige så inert som ved idriftstagelsen.

P A T E N T K R A V

1. Et inert saltbad til opvarmning af stål til austenitiseringstemperaturen bestående af en blanding af i det væsentlige alkali- og jordalkalichlorider og en regenerator, k e n d e t e g n e t ved, at salt-
5 blandingen som regenerator er tilsat 0,01 - 2 vægt% carbon- og nitrogenholdig polymer organisk forbindelse.

2. Inert saltbad ifølge krav 1 , k e n d e - t e g n e t ved, at der som regenerator er tilsat polymere triazinformbindelser, polymere cyanhydrogensyrer,
10 polymere carbonsyreamidier og/eller polymere urinstoffer.

3. Inert saltbad ifølge krav 1 og 2 , k e n d e t e g n e t ved, at der som regenerator er tilsat melon.

4. Inert saltbad ifølge krav 1 - 3, k e n d e -
15 t e g n e t ved, at det anvendes mellem 700 og 1300°C.