

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum

Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
16. Juli 2015 (16.07.2015)(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2015/104244 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

B21B 25/00 (2006.01)

50 rue Roger Salengro, F-59770 Marly (FR). DALMONT, Hélène; 48 rue Milhomme, F-59300 Valenciennes (FR).

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP2015/050065

(74)

(22) Internationales Anmelde datum:

5. Januar 2015 (05.01.2015)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

10 2014 100 107.9

7. Januar 2014 (07.01.2014) DE

(71) Anmelder: VALLOUREC DEUTSCHLAND GMBH [DE/DE]; Theodorstraße 109, 40472 Düsseldorf (DE).

(72) Erfinder: SCHÄFER, Nils; Dorstener Straße 25, 40472 Düsseldorf (DE). KÜMMERLING, Rolf; Altenbrucher Damm 52a, 47249 Duisburg (DE). DEMARS, Stéphanie;

(74) Anwalt: MOSER GÖTZE & PARTNER PATENTANWÄLTE MBB; Paul-Klinger-Str. 9, 45127 Essen (DE).

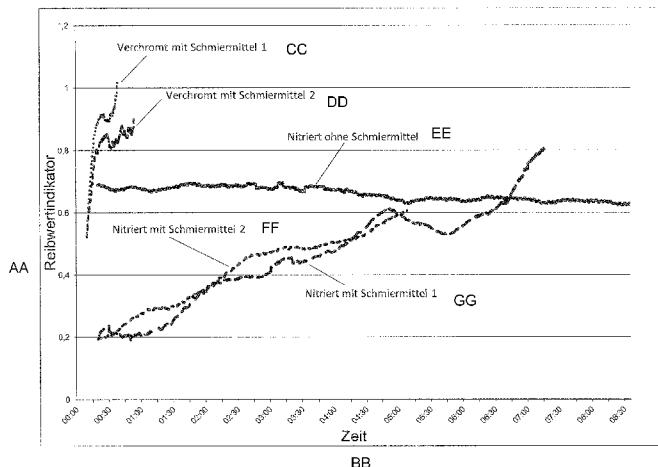
(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: ROLLING ROD AS AN INNER TOOL IN THE PRODUCTION OF SEAMLESS METAL HOLLOW BODIES AND METHOD FOR PRODUCING A METAL HOLLOW BODY

(54) Bezeichnung : WALZSTANGE ALS INNENWERKZEUG BEIM HERSTELLEN VON NAHTLOSEN METALLISCHEN HOHLKÖRPERN UND VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES METALLISCHEN HOHLKÖRPERS



Figur 2

AA Friction coefficient indicator
 BB Time
 CC Chromium-plated with lubricant 1
 DD Chromium-plated with lubricant 2
 EE Nitrided without lubricant
 FF Nitrided with lubricant 2
 GG Nitrided with lubricant 1

dried, wherein the rolling rod is inserted with a play of at least 10 mm with respect to the inside diameter of the hollow block and the hollow block has an average temperature of at least 1000 °C immediately before the start of the insertion of the rod and the rod velocity V_{ST} during the rolling in a rod rolling mill satisfies the following conditions at most: $V_{STmax} = 0.9 \times \text{rod length} / \text{rolling time}$ of last stand (3), $V_{STmax} = 0.9 \times V_{Mmin}$ (4), wherein V_{Mmin} is the minimum velocity of the pipe material during the rolling in the rod rolling mill.

(57) Zusammenfassung:

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,

CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

Die Erfindung betrifft eine Walzstange als Innenwerkzeug beim Herstellen von nahtlosen Hohlkörpern, insbesondere beim Strecken von metallischen Hohlblöcken zu nahtlosen Rohren mittels eines mehrgerüstigen Walzwerks, mit einer eine Nitrierschicht aufweisenden Oberfläche. Um eine Erhöhung der Standzeit der Walzstange zu erreichen, wird vorgeschlagen, dass die Walzstange aus einem warmfesten Stahlwerkstoff besteht mit einem Chromäquivalent $\text{Cr}_{\text{aq.}}$ von mehr als 6,5, berechnet nach $\text{Cr}_{\text{aq.}} = \% \text{ Cr} + \% \text{ Mo} + 1,5 \times \% \text{ Si} + 0,5 \times \% \text{ Nb} + 2 \times \% \text{ Ti}$ (1), mit einer Mindesthärte von 200 HV 0,5, gemessen 0,5 mm unter der Oberfläche der Walzstange, mit einer Streckgrenze von mindestens 450 MPa bei 500°C und mit einer Zugfestigkeit von mindestens 600 MPa bei 500°C, und dass die Nitrierschicht ausgehend von der Oberfläche eine Tiefe von mehr als 0,15 mm und eine Nitrierhärte von mehr als 950 HV 0,5 aufweist. Auch betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines nahtlos warmgewalzten metallischen Hohlkörpers, insbesondere Stahlrohres, bei dem ein zuvor erzeugter Hohlblöck über eine darin eingefädelte vorbeschriebene Walzstange, in einem mehrgerüstigen Walzwerk einem Streckvorgang unterzogen und die Walzstange vor dem Walzeinsatz, also dem Beginn des Einfädelns in den Hohlblöck, mit einem flüssigen Schmiermittel versehen und welches anschließend getrocknet wird, wobei die Walzstange mit einem Spiel zum Innendurchmesser des Hohlblöcks von mindestens 10 mm eingefädel wird und der Hohlblöck unmittelbar vor dem Beginn des Einfädelns der Stange eine mittlere Temperatur von mindestens 1000°C aufweist und die Stangengeschwindigkeit V_{ST} beim Walzen in einem Stangenwalzwerk maximal den folgenden Bedingungen der genügt: $V_{\text{STmax}} = 0,9 \times \text{Stangenlänge} / \text{Walzzeit letztes Gerüst}$ (3), $V_{\text{STmax}} = 0,9 \times V_{\text{Mmin}}$ (4), wobei V_{Mmin} die Mindestgeschwindigkeit des Rohrmaterials beim Walzen im Stangenwalzwerk ist.

Walzstange als Innenwerkzeug beim Herstellen von nahtlosen metallischen Hohlkörpern und Verfahren zur Herstellung eines metallischen Hohlkörpers

Die Erfindung betrifft eine Walzstange als Innenwerkzeug beim Herstellen von

5 nahtlosen metallischen Hohlkörpern, insbesondere beim Strecken von metallischen Hohlblöcken zu nahtlosen Rohren mittels eines mehrgerüstigen Walzwerks, mit einer
eine Nitrierschicht aufweisenden Oberfläche. Des Weiteren betrifft die Erfindung ein
Verfahren zur Herstellung eines nahtlos warmgewalzten metallischen Hohlkörpers,
insbesondere Stahlrohres, bei dem ein zuvor erzeugter Hohlblock über eine darin
10 eingefädelte Walzstange gemäß der vorliegenden Erfindung, in einem
mehrgerüstigen Walzwerk einem Streckvorgang unterzogen und die Walzstange vor
dem Walzeinsatz, also dem Beginn des Einfädelns in den Hohlblock, mit einem
flüssigen Schmiermittel versehen und welches anschließend getrocknet wird.

15 Nach der Erfindung der Brüder Mannesmann, aus einem erwärmten Block ein
dickwandiges Hohlblockrohr durch Walzen zu erzeugen, hat es verschiedene
Vorschläge gegeben, dieses Hohlblockrohr in gleicher Hitze in einer weiteren
Warmarbeitsstufe zu strecken, auf das in einer dritten Walzstufe ein Reduzieren des
Außendurchmessers auf den Fertigdurchmesser des Walzwerks erfolgt. Stichworte
20 dazu sind das Pilgerschrittverfahren, das Stoßbankverfahren, das
Stopfenwalzverfahren und das Stangenwalzverfahren. In der ersten Walzstufe
erzeugt ein Schrägwälzwerk aus einem im Regelfall massiven Block einen
sogenannten Hohlblock. In Ausnahmefällen können statt massiver Blöcke auch
vorgebohrte Blöcke zum Einsatz kommen. In der zweiten Walzstufe wird der
25 Hohlblock gestreckt, wobei dafür heute überwiegend mehrgerüstige
Stangenwalzwerke eingesetzt werden. Das Strecken des in das Walzwerk
einlaufenden etwa 1000 bis 1200°C heißen Hohlblocks erfolgt dabei über eine
Walzstange. Dazu wird die Walzstange in den Hohlblock eingefädelt und meist über
eine angetriebene Transportwalze zum ersten Walzgerüst befördert. Die Anzahl der
30 Walzen pro Gerüst beträgt üblicherweise mindestens zwei, heute häufig auch drei,
wobei sich der Prozessablauf wie folgt darstellt.

Stangenwalzwerke werden zum einen unterschieden nach der Art, wie die
Stangengeschwindigkeit kontrolliert wird, und zum anderen nach der Anzahl der
35 Walzen pro Gerüst, wobei zwei oder drei Walzen vorhanden sein können. Es sind

immer mehrere Gerüste hintereinandergeschaltet. Bei der hier betrachteten Verfahrensvariante bewegt sich die Walzstange beim eigentlichen Walzvorgang mit einer konstanten Geschwindigkeit durch das Walzwerk. Dazu muss diese von einem elektromechanischen System zurückgehalten und für die konstante

- 5 Walzstangengeschwindigkeit auch kontrolliert geführt werden. Das Rückhaltesystem wird Retainer genannt. Damit der zu walzende Hohlblock nach dem Einfädeln der Walzstange in den Hohlblock bei der Längsstreckung während des Walzens auf der Walzstange gleiten kann, muss diese zuvor mit einem Schmiermittel versehen sein. Üblicherweise wird dafür ein graphithaltiges Schmiermittel in flüssiger Form auf die
- 10 Walzstange aufgesprüht und bei Temperaturen von 80 bis 130°C getrocknet. Bei niedrigeren Temperaturen trocknet das Schmiermittel nicht sicher vollständig aus, bei höheren Temperaturen kommt es zum sogenannten Leidenfrosteffekt, wodurch sich keine gleichmäßige Schicht einstellt und Teile der Oberfläche ungeschmiert bleiben. Es wird deshalb versucht, die Trocknung bei Temperaturen unterhalb von 100°C
- 15 durchzuführen.

Zusätzlich zur Schmierung der Walzstange werden gemäß der europäischen Patentschrift EP 1 775 038 B1 vor dem Streckvorgang im Stangenwalzwerk, die zu walzenden Hohlblöcke innen mit einem De-Oxidationsmittel (z.B. Borax) besprüht, um den nach dem Walzen des Hohlblocks entstandenen Zunder aufzulösen, wobei der gelöste Zunder wie eine zusätzliche Schmierung wirkt. Nachteilig ist hierbei die Verwendung von Borax, das genverändernd wirken kann und auf dessen Verwendung deshalb verzichtet werden sollte.

- 25 Der auf der Walzstange befindliche Hohlblock wird dann im Stangenwalzwerk zu einem sogenannten Mutterrohr ausgewalzt. Mutterrohr deshalb, weil in der dritten Walzstufe durch Maßwalzen oder Streckreduzieren aus der gleichen Mutterrohrabmessung Rohre mit verschiedenen Fertigdurchmessern erzeugt werden können. Die Walzstange selbst besteht im Regelfall aus einem Arbeitsteil und einem
- 30 Blindteil. Der Blindteil ist erforderlich, um prozesstechnisch notwendige Distanzen zu überbrücken. Auf dem Blindteil der Walzstange wird deshalb nicht gewalzt. Im Folgenden wird der Einfachheit halber der Begriff Stangenlänge für die Länge des Arbeitsteils verwendet.
- 35 Obwohl üblicherweise als Stangenwerkstoff hochwarmfeste Stähle auf Basis Chrom-

- Molybdän eingesetzt werden, sind besonders die schwer umformbaren Werkstoffe problematisch zu walzen. Solche Werkstoffe enthalten häufig Chrom, wie z.B. 100 Cr6 oder die korrosionsbeständigen Stähle für den Energiesektor mit Chromgehalten größer 5 Gew.-%. Die Walzstange wird durch diese Werkstoffe übermäßig thermisch und abrasiv beansprucht und die Standzeit der Walzstange deutlich reduziert. Mit zunehmendem Chrom-Gehalt der Stähle nimmt dieses Problem zu. Zudem ist die Gefahr von Fehlern an der Innenoberfläche der Rohre durch frühzeitig verschlissene Walzstangen deutlich erhöht.
- 10 Zur Minimierung des Reibbeiwertes ist aus der deutschen Offenlegungsschrift DE 37 42 155 A1 bekannt, die Walzstangenoberfläche zu verchromen und ein Schmiermittel aufzubringen. Beim Verchromen wird jedoch giftiges und umweltschädliches Chrom VI freigesetzt, weshalb Alternativlösungen gesucht wurden.
- 15 Um die Standzeit dieser hoch thermisch und abrasiv beanspruchten Walzstangen beim Walzen insbesondere chromhaltiger Stähle zu erhöhen und reibungsbedingte Fehler an den Innenoberflächen der Rohre zu minimieren, ist es aus der japanischen Offenlegungsschrift JP 06262220 A bekannt, die Walzstangen anstatt zu verchromen mit einer Nitrierschicht zu versehen, die eine Rauigkeit von 0,5 bis 5,0 µm aufweist.
- 20 Angaben zu erforderlichen Schichtdicken werden nicht gegeben.
- In der japanischen Offenlegung JP 2009045632 A wird zum Erzielen einer ausgezeichneten Lebensdauer der Walzstange die nitrierte Schicht um eine darauf aufzubringende Oxidschicht ergänzt. Die Schichtdicke der Nitrierschicht wird mit 50 – 25 500 Mikrometer, die Oxidschicht mit 3 – 20 Mikrometer angegeben.
- Bei Versuchen hat sich herausgestellt, dass beim Abreißen des Schmierfilms während des Walzens nitrierte Oberflächen zwar über Notlaufeigenschaften verfügen, die Standzeit der so behandelten Walzstangen aber noch nicht wesentlich verbessert 30 und Fehler an den Innenoberflächen der Rohre noch nicht wesentlich verringert werden konnten.
- Die Schwierigkeit der Verwendung von an sich bekannten oberflächennitrierten Walzstangen besteht darin, den gesamten Prozess, von der Herstellung der 35 Walzstangen über die Vorbehandlung des Hohlblöcks, das Schmieren der Stange und

den Walzprozess selbst, so aufeinander abzustimmen, dass sowohl für Stahlrohre aus unlegierten Stahlgüten bis hin zu schwer warmumformbaren chromhaltigen Stählen ein gesicherter Walzprozess gewährleistet ist.

- 5 Des Weiteren ist aus der deutschen Patentschrift DE 197 14 317 C1 bereits ein Walzdorn bekannt, der mittels eines PVD (Physical Vapour Deposition) – Verfahren mit einer Oberflächenschicht auf CrN-Basis versehen ist.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, eine Walzstange als Innenwerkzeug beim Herstellen von nahtlosen metallischen Hohlkörpern, insbesondere beim Strecken von metallischen Hohlblöcken zu nahtlosen Rohren mittels eines mehrgerüstigen Walzwerks, und ein Verfahren zur Herstellung eines nahtlos warmgewalzten metallischen Hohlkörpers, insbesondere Stahlrohres, anzugeben, womit bei schwer umformbaren Rohrwerkstoffen, insbesondere chromhaltigen Rohrwerkstoffen, eine verbesserte Standzeit der Walzstange erreicht und beim Walzen entstehende Fehler an der Innenoberfläche des Rohres wirksam minimiert beziehungsweise vermieden werden. Weiter soll im Vergleich zu den bekannten nitrierten Walzstangen eine vergleichbare oder bessere Lebensdauer unter Verzicht auf das De-Oxidieren der Hohlblockinnenoberfläche mit boraxhaltigen Mitteln erzielt werden.

20 Für die Walzstange wird diese Aufgabe mit den Merkmalen des Anspruches 1 gelöst. Für das Verfahren wird diese Aufgabe durch die Merkmale des Anspruches 7 gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Walzstange und des Verfahrens sind Gegenstand von Unteransprüchen.

25 Nach der Lehre der Erfindung wird eine Walzstange als Innenwerkzeug beim Herstellen von nahtlosen metallischen Hohlkörpern, insbesondere beim Strecken von metallischen Hohlblöcken zu nahtlosen Rohren mittels eines mehrgerüstigen Walzwerks, verwendet, mit einer eine Nitrierschicht aufweisenden Oberfläche, wobei die Walzstange aus einem warmfesten Stahlwerkstoff besteht

- mit einem Chromäquivalent Cr_{eq} von mehr als 6,5, berechnet nach $Cr_{eq} = \% Cr + \% Mo + 1,5 \times \% Si + 0,5 \times \% Nb + 2 \times \% Ti$ (1),
- mit einer Mindesthärte von 200 HV 0,5, gemessen 0,5 mm unter der Oberfläche der Walzstange,
- mit einer Streckgrenze von mindestens 450 MPa bei 500°C und

- mit einer Zugfestigkeit von mindestens 600 MPa bei 500°C, und
- die Nitrierschicht ausgehend von der Oberfläche eine Tiefe von mehr als 0,15 mm und eine Nitrierhärte von mehr als 950 HV 0,5 aufweist.

5 Des Weiteren stellt die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines nahtlos warmgewalzten metallischen Hohlkörpers, insbesondere Stahlrohres, bei dem ein zuvor erzeugter Hohlblock über eine darin eingefädelte und zuvor beschriebene erfindungsgemäße Walzstange in einem mehrgerüstigen Walzwerk einem Streckvorgang unterzogen und die Walzstange vor dem Walzeinsatz, also dem 10 Beginn des Einfädelns in den Hohlblock, mit einem flüssigen Schmiermittel versehen und welches anschließend getrocknet wird, wobei die Walzstange mit einem Spiel im Sinne eines umlaufenden Umfangsspiels zum Innendurchmesser des Hohlblocks von mindestens 10 mm eingefädelt wird und der Hohlblock unmittelbar vor dem Beginn des Einfädelns der Stange eine mittlere Temperatur von mindestens 1000°C aufweist 15 und die Stangengeschwindigkeit V_{ST} beim Walzen in einem Stangenwalzwerk im Sinne einer Maximalgeschwindigkeit den folgenden Bedingungen genügt:
- $V_{ST_{max}} = 0,9 \times \text{Stangenlänge} / \text{Walzzeit letztes Gerüst}$ (3),
- $V_{ST_{max}} = 0,9 \times V_{M_{min}}$ (4),
wobei $V_{M_{min}}$ die Mindestgeschwindigkeit des Rohrmaterials beim Walzen im 20 Stangenwalzwerk ist.

Im Sinne der Erfindung ist unter einer Walzstange eine Stange zu erstehen, die entgegen einer Dornstange keinen Kopf mit vergrößerten Durchmesser aufweist sondern eine Stange mit einer runden Querschnitt mit gleichbleibender Größe ist.

25 Das vorgeschlagene Verfahren und die dafür verwendete Walzstange haben den Vorteil, dass jetzt auch Hohlkörper aus schwer umformbaren Werkstoffen mit optimaler Innenoberfläche wirtschaftlich herstellbar sind bei gleichzeitig deutlich erhöhter Standzeit der Walzstange.

30 Dabei hat sich bei Versuchen überraschend herausgestellt, dass erst die Kombination der erfindungsgemäßen Merkmale aus Walzstangenwerkstoff, Nitrierschicht und Länge des Arbeitsteils der Walzstange den erhofften Erfolg beschert.

35 Im Rahmen der durchgeführten Versuche wurden in einem ersten Schritt aus der

Menge der Warmarbeitsstähle diejenigen ausgewählt, die für das Nitrieren geeignet sind und eine für den Walzprozess ausreichende Grundhärte ausweisen. Aus Tabelle 1 ist zu entnehmen, dass hierfür ein Chromäquivalent von größer 6,5 erforderlich ist, wobei sich hier das Chromäquivalent nach folgender Gleichung berechnet:

$$5 \quad \text{Cr}_{\text{äq.}} = \% \text{ Cr} + \% \text{ Mo} + 1,5 \times \% \text{ Si} + 0,5 \times \% \text{ Nb} + 2 \times \% \text{ Ti} \quad (1)$$

Um erfolgreich das Einfahren von Walzstangen zu gewährleisten, muss vor dem Nitrieren die Stangenoberfläche eine bestimmte Mindesthärte aufweisen.

Untersuchungen haben gezeigt, dass diese Grenze bei 200 HV 0,5 gemessen 0,5 10 mm unter der Oberfläche der unnitrierten Stange liegt. Es ist hierbei von Vorteil, wenn diese Mindesthärte bis in den Kern der Stange reicht, wobei bei 50 % des Durchmessers der Walzstange noch mindestens 60 % der Mindesthärte vorhanden sein sollten.

15 Das Aufbringen der Nitrierschicht auf die Walzstange geschieht nach einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung bei einer Temperatur, die maximal 20% unterhalb der Anlasstemperatur des Stahlwerkstoffs der Walzstange liegt.

Für das Nitrieren spielt die Methode, ob Gas- oder Plasma-basiert, keine Rolle.

20 Wichtig ist allein die Ausbildung der Nitrierschicht in der geforderten Ausprägung. Diese sollte vorteilhaft eine Nitrierhärtetiefe von mehr als 0,15 mm aufweisen. Weiter ist eine oberflächennahe Härte von mehr als 950 HV 0,5 notwendig, gemessen an Querschliffen von beim Nitrierprozess mitlaufenden Referenzproben. Die folgende Tabelle 1a zeigt die chemische Zusammensetzung verschiedener untersuchter 25 Stangenwerkstoffe.

Material		C	Si	Mn	Cr	Mo	V
A	min	0,3	0,7	0,4	4,5	1	0,8
	max	0,4	1,2	0,6	5,5	1,2	1
B	min	0,33	0,8	0,25	4,8	1,1	0,3
	max	0,41	1,2	0,5	5,5	1,5	0,5
C	min	0,35	0,8	0,25	4,8	1,2	0,85
	max	0,42	1,2	0,5	5,5	1,5	1,15
D	Ref.	0,32	0,2	0,2	3	2,8	0,5

E	Ref.	0,55	0,3	0,8	1,1	0,45	0,1
---	------	------	-----	-----	-----	------	-----

Die nachfolgende Tabelle 1b zeigt die errechneten Werte für das Chromäquivalent $\text{Cr}_{\text{äq}}$ - berechnet nach der Gleichung (1) $\text{Cr}_{\text{äq.}} \text{ (Gew.-\%)} = \% \text{ Cr} + \% \text{ Mo} + 1,5 \times \% \text{ Si} + 0,5 \times \% \text{ Nb} + 2 \times \% \text{ Ti}$ und ob eine ausreichende Nitrierschichtdicke, Nitrierschichttiefe und Grundhärte erreicht wurden.

Material		$\text{Cr}_{\text{äq.}}$	ausreichende Nitrierschichtdicke, Nitrierschichttiefe und Grundhärte
A	min max	6,6 8,5	ja
B	min max	7,1 8,8	ja
C	min max	7,2 8,8	ja
D	Ref.	6,1	nein
E	Ref.	2,0	nein

- 10 Die Werkstoffe A, B und C haben ein Chromäquivalent, welches über dem geforderten Wert von 6,5 liegt, während die Referenzwerkstoffe D und E niedrigere Werte aufweisen.

- 15 Für die ersten zwei Stangenmaterialien A, B nach Tabellen 1a und 1b zeigt Figur 1, welche Härte und welche Nitrierschichttiefen beim Nitrieren erzielt wurden. Dabei ist zu erkennen, dass die geforderte Mindesthärte von 200 HV 0,5 sicher auch bei größeren Tiefen als 0,5 mm ausgehend von der Oberfläche der Walzstange erreicht wird.

- 20 Da sich beim Walzen die Walzstangen deutlich, im Regelfall auf über 500°C, an der Oberfläche erwärmen und damit diese Erwärmung nicht zu Festigkeitsverlusten oder

Schädigungen führt, muss der verwendete Warmarbeitsstahl zusätzlich zu dem bereits genannten Chromäquivalent noch eine Streckgrenze von mindestens 450 MPa und eine Zugfestigkeit von mindestens 600 MPa bei 500°C aufweisen.

- 5 Auch das Schmiermittel muss bestimmten Bedingungen genügen. Schmiermittel enthalten beim Aufsprühen auf die Walzstange noch Wasser, das möglichst vor dem Einfädeln in den Hohlblöck vollständig verdampft sein sollte. Damit ein vollständiges Verdampfen gewährleistet ist, sollte die Oberflächentemperatur der Walzstange vor dem Aufbringen des Schmiermittels vorteilhaft mindestens 70°C betragen.

10

- Bei den Versuchen hat sich außerdem herausgestellt, dass als verbleibende Trockenmenge ein Flächengewicht von mindestens 40 g/m² Schmiermittel auf der Walzstange erforderlich ist, um eine ausreichende Schmierwirkung während des Walzens zu gewährleisten. Als besonders vorteilhaft hat es sich beim Walzen von 15 Stählen mit einem Chromanteil von mehr als 5 Gew.-% herausgestellt, wenn eine mindestens doppelt so große Trockenmenge an Schmiermittel, also mindestens 80 g/m², auf die Walzstange aufgebracht wird. Die aufgebrachte Menge des Schmiermittels ist hier auf die Oberfläche der Walzstange bezogen.

- 20 Es hat sich weiterhin bei den Versuchen herausgestellt, dass eine Zeit nach dem Ende des Schmiermittelauftrags auf die Walzstange bis zum Beginn des Einfädelns der Walzstange in den Hohlblöck von mindestens 60 Sekunden erforderlich ist, damit das Schmiermittel ausreichend trocknen kann.

- 25 Für die Lebensdauer der Stange ist es darüber hinaus förderlich, wenn die Belastung auf eine möglichst große Länge verteilt wird. Andererseits darf der Arbeitsteil der Walzstange L_{ST} nicht zu lang werden, da sonst die Stangengewichte zu groß werden. Als besonders vorteilhaft hat sich herausgestellt, wenn die Stangenlänge auf maximal 50 % der im Stangenwalzwerk maximal möglichen Walzlänge begrenzt wird.

30

Hierfür gilt die Formel:

- L_{STmax} = 0,5 x maximale Rohrauslauflänge, letztes Gerüst eines mehrgerüstigen Walzwerks (2).

- 35 Hierbei besteht die Walzstange aus einem Arbeitsteil und einem Blindteil, wobei

zumindest das Arbeitsteil mit der Nitrierschicht versehen ist.

Gleichzeitig darf die Geschwindigkeit der Stange V_{ST} einen maximalen Wert für das

Verhältnis Stangenlänge/Walzzeit nicht überschreiten, weil sonst der Arbeitsbereich

- 5 der Stangen beim Walzen überschritten wird. Als Walzzeit ist hier die Walzzeit des letzten Gerüsts des Stangenwalzwerks definiert.

Für einen gesicherten Prozessablauf empfiehlt es sich jedoch, die mögliche

Geschwindigkeit nicht komplett auszunutzen und eine Obergrenze von 90 % dieses

- 10 Wertes nicht zu überschreiten.

Es gilt die Formel: $V_{ST\max} = 0,9 \times \text{Stangenlänge} / \text{Walzzeit letztes Gerüst}$.

Zudem darf die Stangengeschwindigkeit V_{ST} nie die Geschwindigkeit V_M des

- 15 Rohrmaterials beim Walzen im Stangenwalzwerk überschreiten, da sich sonst die Richtung der Reibkräfte umkehrt. Auch hier ist eine Begrenzung auf 90 % des maximal erlaubten Wertes der Mindestgeschwindigkeit des Rohrmaterials $V_{M\min}$ sinnvoll.

- 20 Es gilt also die Formel: $V_{ST\max} = 0,9 \times V_{M\min}$

Zwei weitere Größen, die einen entscheidenden Einfluss auf das erfolgreiche

Verwenden von nitrierten Walzstangen haben, sind die Differenz von

Hohlblockinnendurchmesser zum Walzstangendurchmesser, Spiel genannt, und die

- 25 Temperatur des Hohlblocks im Moment des Einfädelns der Walzstange.

Um ein mögliches Abstreifen des Schmiermittels von der Walzstange beim Einfädeln

in den Hohlblock zu vermeiden und dennoch ein sicheres Einfädeln zu gewährleisten,

sollte dieses Spiel mindestens 10 mm betragen und die mittlere Temperatur des

- 30 Hohlblocks über 1000°C liegen.

Wenngleich mit der erfindungsgemäßen Walzstange und dem erfindungsgemäßen

Walzverfahren schon hervorragende Standzeiten der Walzstangen realisiert werden

können, ohne dass es einer zusätzlichen De-Oxidierung der Innenoberfläche des

- 35 Hohlblocks bedarf, kann es bei sehr schwer umzuformenden Werkstoffen fallweise

vorteilhaft sein, eine zusätzliche De-Oxidation vorzunehmen, wobei dann das Flächengewicht des De-Oxidationsmittels mindestens 100 g/m² und die Zeit zwischen dem Ende des Aufbringens des De-Oxidationsmittels und dem Beginn des Walzens auf der Walzstange mindestens 30 s betragen sollte. Die aufgebrachte Menge des

5 De-Oxidationsmittels ist dabei bezogen auf die Innenoberfläche des Hohlblocks.

Untersuchungsergebnisse zum Reibverhalten von unbehandelten, verchromten und nitrierten Walzstangen in Verbindung mit unterschiedlichen Schmiermitteln sind in Figur 2 dargestellt.

10

Es zeigt sich, dass die verchromte und geschmierte Oberfläche sogar schlechtere Werte für den Reibwertindikator ergibt als die unbehandelte, geschmierte Oberfläche (nicht in Figur 2 dargestellt). Weiter ist zu sehen, dass die ungeschmierte, nitrierte Oberfläche über sehr gute Notlaufeigenschaften verfügt. Der zugehörige

15 Reibwertindikator liegt bereits nach kurzer Zeit deutlich unter den Werten für die geschmierten, verchromten Oberflächen. Diese Abhängigkeiten sind weitgehend unabhängig von den unterschiedlichen Schmiermitteln 1 oder 2.

Dieses Verhalten ist auch aus der Praxis bekannt. Das Schmiermittel haftet schlecht

20 auf neu verchromten Stangen, so dass hier das De-Oxidieren des Hohlblocks, welches einen zusätzlichen Schmierfilm bewirkt, die Schmierung unterstützen muss. Zudem werden häufig weitere Maßnahmen wie Doppelschmieren oder Sonderschmiermittel zum Einfahren der Walzstange eingesetzt, was sehr aufwändig ist und zusätzliche Kosten verursacht.

25

In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung wird die Nitrierung der Oberfläche der erfindungsgemäßen Walzstange so ausgeführt, dass die Bildung von zur Oberfläche hin offenen Poren begünstigt wird, die als Schmiermitteltaschen bzw. Reservoir wirken und so die Standzeit der Walzstange durch verbesserte

30 Schmierung erhöhen.

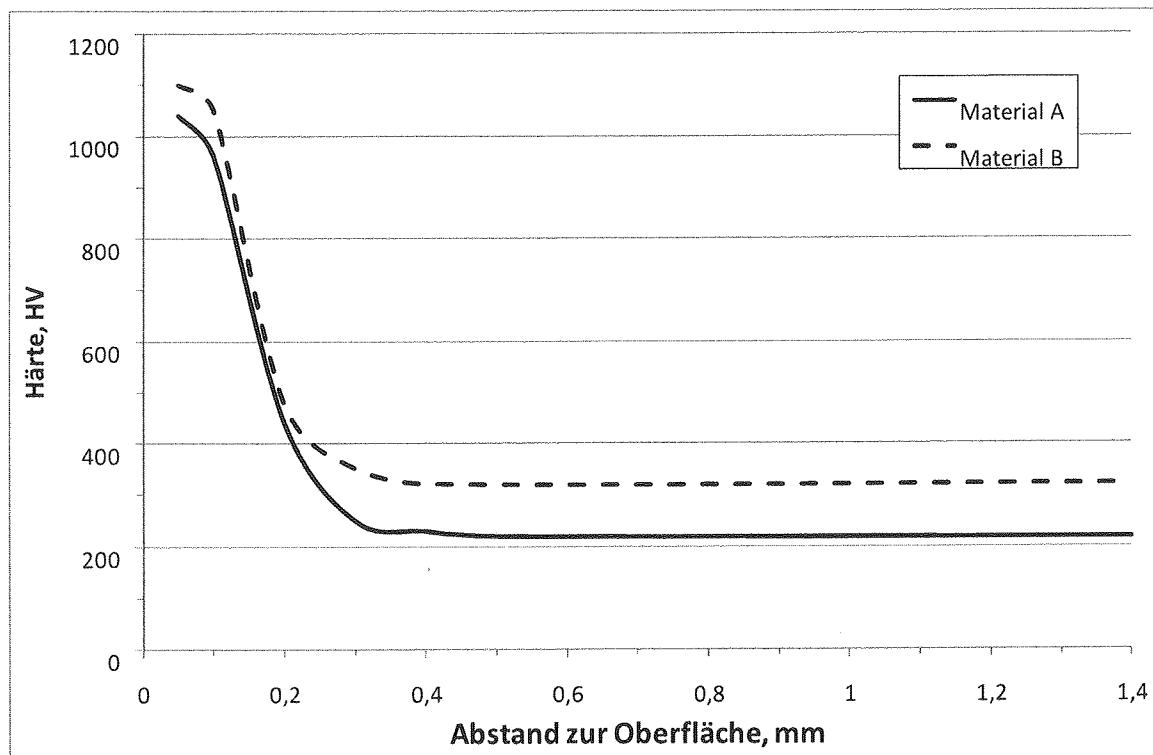
Patentansprüche

1. Walzstange als Innenwerkzeug beim Herstellen von nahtlosen metallischen Hohlkörpern, insbesondere beim Strecken von metallischen Hohlblöcken zu nahtlosen Rohren mittels eines mehrgerüstigen Walzwerks, mit einer eine Nitrierschicht aufweisenden Oberfläche, dadurch gekennzeichnet, dass die Walzstange aus einem warmfesten Stahlwerkstoff besteht mit einem Chromäquivalent $Cr_{\text{äq.}}$ von mehr als 6,5, berechnet nach $Cr_{\text{äq.}} = \% \text{ Cr} + \% \text{ Mo} + 1,5 \times \% \text{ Si} + 0,5 \times \% \text{ Nb} + 2 \times \% \text{ Ti}$ (1), mit einer Mindesthärte von 200 HV 0,5, gemessen 0,5 mm unter der Oberfläche der Walzstange, mit einer Streckgrenze von mindestens 450 MPa bei 500°C und mit einer Zugfestigkeit von mindestens 600 MPa bei 500°C, und dass die Nitrierschicht ausgehend von der Oberfläche eine Tiefe von mehr als 0,15 mm und eine Nitrierhärte von mehr als 950 HV 0,5 aufweist.
- 15 2. Walzstange nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass bei 50 % des Durchmessers der Walzstange noch mindestens 60 % der Mindesthärte vorhanden sind.
3. Walzstange nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Walzstange eine bei maximal 20 % unterhalb der Anlasstemperatur des Stahlwerkstoffes aufgebrachte Nitrierschicht aufweist.
- 20 4. Walzstange nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass ein vor dem Walzeinsatz auf die Oberfläche der Walzstange aufgebrachtes und getrocknetes Schmiermittel ein Flächengewicht von mindestens 40 g/m² hat.
- 25 5. Walzstange nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass für ein Walzen von Stählen mit Chrom-Gehalten von mehr als 5 Gew.-%, das Flächengewicht des auf die Walzstange aufgebrachten Schmiermittels mindestens 80 g/m² beträgt.
- 30 6. Walzstange nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Walzstange aus einem Arbeitsteil und einem Blindteil besteht und der Arbeitsteil der Walzstange L_{ST} eine maximale Länge besitzt, berechnet nach Gleichung $L_{\text{ST max}} = 0,5 \times \text{maximale Rohrauslauflänge letztes Gerüst eines mehrgerüstigen Walzwerks}$ (2).

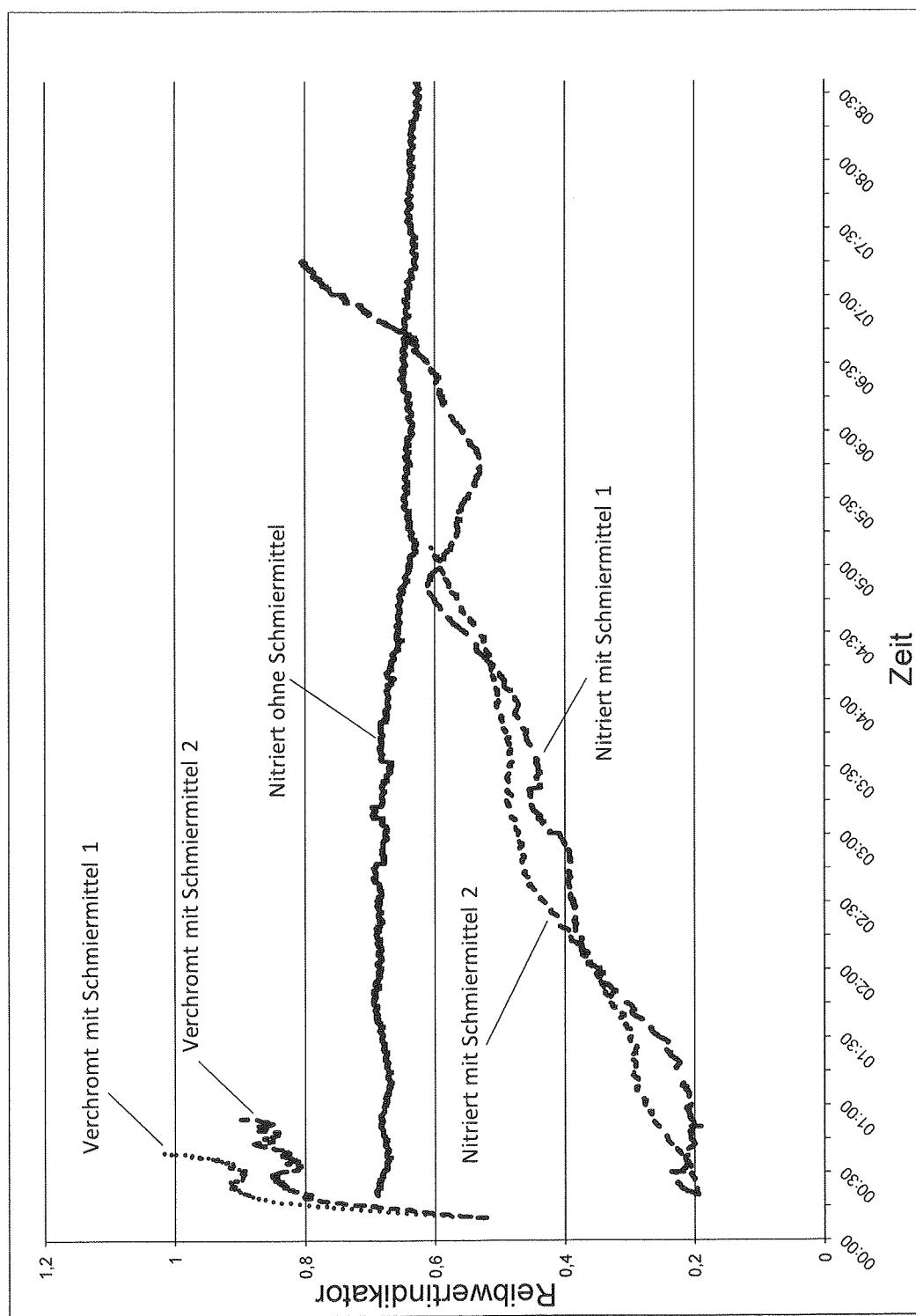
7. Verfahren zur Herstellung eines nahtlos warmgewalzten metallischen Hohlkörpers, insbesondere Stahlrohres, bei dem ein zuvor erzeugter Hohlblock über eine darin eingefädelte Walzstange gemäß den Ansprüchen 1 bis 6, in einem mehrgerüstigen
- 5 Walzwerk einem Streckvorgang unterzogen und die Walzstange vor dem Walzeinsatz, also dem Beginn des Einfädelns in den Hohlblock, mit einem flüssigen Schmiermittel versehen und welches anschließend getrocknet wird, dadurch gekennzeichnet, dass die Walzstange mit einem Spiel zum Innendurchmesser des Hohlblocks von mindestens 10 mm eingefädelt wird und der Hohlblock unmittelbar vor
- 10 dem Beginn des Einfädelns der Stange eine mittlere Temperatur von mindestens 1000°C aufweist und die Stangengeschwindigkeit V_{ST} beim Walzen in einem Stangenwalzwerk maximal den folgenden Bedingungen genügt: $V_{ST_{max}} = 0,9 \times$ Stangenlänge/ Walzzeit letztes Gerüst (3), $V_{ST_{max}} = 0,9 \times V_{M_{min}}$ (4), wobei $V_{M_{min}}$ die Mindestgeschwindigkeit des Rohrmaterials beim Walzen im Stangenwalzwerk ist.
- 15
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass eine Trocknungszeit zwischen dem Ende des Schmierens der Walzstange und vor dem ersten Walzeinsatz von mindestens 60 Sekunden eingehalten wird.
- 20 9. Verfahren nach Anspruch 7 und 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Auftragen des flüssigen Schmiermittels auf die Walzstange bei einer Oberflächentemperatur der Walzstange von mindestens 70°C erfolgt.
- 25 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Dosierung der Menge des aufgebrachten flüssigen Schmiermittelmenge so erfolgt, dass ein Flächengewicht nach dem Trocknen von mindestens 40 g/m² erreicht wird.
- 30 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Dosierung der Menge des aufgebrachten Schmiermittelmenge für ein Walzen von Stählen mit einem Chromanteil von mehr als 5 % so erfolgt, dass ein Flächengewicht nach dem Trocknen von mindestens 80 g/m² erreicht wird.
- 35 12. Verfahren nach Ansprüchen 7 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Hohlblock innen vor dem Einfädeln der Walzstange mit einem De-Oxidationsmittel beaufschlagt wird, wobei die Menge des De-Oxidationsmittels mindestens 100 g/m²

beträgt und die Zeit zwischen dem Ende des Aufbringens des De-Oxidationsmittels und dem Beginn des Walzens mindestens 30 s beträgt.

1/2

**Figur 1**

2/2



Figur 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/050065

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. B21B25/00
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B21B C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 601 932 A1 (SUMITOMO METAL IND [JP]) 15 June 1994 (1994-06-15) column 9, line 20 - column 10, line 1; figure 1 ----- JP 2009 045632 A (SUMITOMO METAL IND) 5 March 2009 (2009-03-05) cited in the application abstract ----- EP 1 637 245 A1 (SUMITOMO METAL IND [JP]) 22 March 2006 (2006-03-22) paragraph [0032]; figure 4 -----	1-12 1 6



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
4 March 2015	12/03/2015

Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Frisch, Ulrich
--	--

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/050065

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 0601932	A1 15-06-1994	CN	1093622 A	19-10-1994
		DE	69318520 D1	18-06-1998
		DE	69318520 T2	24-12-1998
		EP	0601932 A1	15-06-1994
		JP	2924523 B2	26-07-1999
		JP	H06179003 A	28-06-1994
		US	5501091 A	26-03-1996
<hr/>				
JP 2009045632	A 05-03-2009	JP	4992603 B2	08-08-2012
		JP	2009045632 A	05-03-2009
<hr/>				
EP 1637245	A1 22-03-2006	CN	1795061 A	28-06-2006
		EP	1637245 A1	22-03-2006
		JP	4196990 B2	17-12-2008
		US	2006130548 A1	22-06-2006
		WO	2004108311 A1	16-12-2004
<hr/>				

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2015/050065

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. B21B25/00
ADD.

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
B21B C23C

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 601 932 A1 (SUMITOMO METAL IND [JP]) 15. Juni 1994 (1994-06-15) Spalte 9, Zeile 20 - Spalte 10, Zeile 1; Abbildung 1 -----	1-12
A	JP 2009 045632 A (SUMITOMO METAL IND) 5. März 2009 (2009-03-05) in der Anmeldung erwähnt Zusammenfassung -----	1
A	EP 1 637 245 A1 (SUMITOMO METAL IND [JP]) 22. März 2006 (2006-03-22) Absatz [0032]; Abbildung 4 -----	6



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

4. März 2015

12/03/2015

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Frisch, Ulrich

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2015/050065

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 0601932	A1 15-06-1994	CN	1093622 A	19-10-1994
		DE	69318520 D1	18-06-1998
		DE	69318520 T2	24-12-1998
		EP	0601932 A1	15-06-1994
		JP	2924523 B2	26-07-1999
		JP	H06179003 A	28-06-1994
		US	5501091 A	26-03-1996
<hr/>				
JP 2009045632	A 05-03-2009	JP	4992603 B2	08-08-2012
		JP	2009045632 A	05-03-2009
<hr/>				
EP 1637245	A1 22-03-2006	CN	1795061 A	28-06-2006
		EP	1637245 A1	22-03-2006
		JP	4196990 B2	17-12-2008
		US	2006130548 A1	22-06-2006
		WO	2004108311 A1	16-12-2004
<hr/>				