



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **224 875 A1**

4(51) C 22 F 1/18

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 22 F / 263 769 6	(22)	04.06.84	(44)	17.07.85
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Mansfeld Kombinat Wilhelm Pieck, Forschungsinstitut für NE-Metalle, 9200 Freiberg, Lessingstraße 41, DD
(72)	Heier, Erhard, Dr.-Ing. Dipl.-Ing.; Dahle, Karl-Heinz, Dipl.-Ing.; Urbanczyk, Ralf, DD

(54)	Verfahren zur Herstellung von Titanband
------	---

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Titanband. Das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Titanband eignet sich besonders zur Herstellung von nichtrotationssymmetrischen Behältern im Bereich der Medizintechnik. Ziel der Erfindung ist es, Titanband herzustellen, das sich zur Weiterverarbeitung von nichtrotationssymmetrischen Gehäusen nach der Tiefziehtechnologie unter Gewährleistung hoher Qualität eignet. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von Titanband mit guten Tiefzieheigenschaften zu entwickeln. Der Erfindungsgedanke besteht darin, daß das Vormaterial chemisch selektiert wird und nach der Oberflächenbehandlung den Verfahrensschritten Hochvakuumglühung und Kaltwalzen unterworfen wird, wobei der Entverformungsgrad 66–75 % betrug. Das Verfahren kann als Vorbehandlungsstufe in der Gehäusefertigung angewendet werden.

Erfindungsansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Titanband, **gekennzeichnet dadurch**, daß man Titan mit 0,015 Gew.-% C; 0,03 Gew.-% Fe; 0,008 Gew.-% N; 0,035 Gew.-% O und 0,0015 Gew.-% H bei 300°C warmwalzt, das warm gewalzte Band entfettet, einrollt und bei 650°C/1 h im Hochvakuum weichglüht.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß mit einem Kaltverformungsgrad von 65–75% sowie einer HV-Schlußglühung bei 650°C/1 h und 10^{-4} bar die Einstellung der anisotropen mechanischen Eigenschaften durchgeführt wird deren optimale Translationsrichtung um 30° zur Walzrichtung gedreht ist.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Titanband. Das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Titanband eignet sich besonders zur Herstellung von nichtrotationssymmetrischen Behältern im Bereich der Medizintechnik.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

An die in der Medizintechnik eingesetzten Materialien für Implantate werden hinsichtlich Nichtmagnetisierbarkeit, vorteilhafte Korrosionsverhalten, geringes spezifisches Gewicht und gute Oberflächenbeschaffenheit hohe Anforderungen gestellt. Dieser Forderungen wird Titan unter den Metallen und Legierungen in hohem Maße gerecht, so daß es international schon seit einigen Jahren als Gehäusewerkstoff für Herzschrittmacher verwendet wird.

Je nach den technologischen Voraussetzungen und praktischen Möglichkeiten wird die Gehäusefertigung nach verschiedener Verfahren durchgeführt, vorausgesetzt, die Bedingungen an das hermetisch zu verschließende Gehäuse werden erfüllt. Für die Becherfertigung sind in jedem Fall Tiefziehprozesse notwendig.

Einen Weg der Gehäuseherstellung stellt das Tiefziehen von zwei Halbschalen aus Titanblech dar, die mit Hilfe der Laserschweißtechnik zusammengefügt werden. Diese Methode ist elegant, da sie mit relativ wenig technologischen Schritten praktikierbar ist. Erschwerend wirken derzeit noch nicht beherrschbare Halbschalenrichtarbeiten, die den Laserstrahlfügeprozess erschweren und zu Undichtheiten in der Schweißnaht führen.

Eine andere Fertigungslinie führt aus der Titanblechrolle über mehrere Tiefziehstufen zum fertigen Gehäuse. Diese sogenannte Bechertechnologie führt bei handelsüblichem Titanblech in Normalqualität (siehe TGL 25421 für EMO Ti 110 oder ähnliche Sorten) nicht zum Erfolg, weil bei der Herstellung der nichtrotationssymmetrischen Tiefziehbecher dem Werkstoffverhalten große Beachtung geschenkt werden muß.

Obwohl führende Titanhersteller auf dem Weltmarkt unterschiedliche Qualitäten von unlegiertem Halbzeug zur Herstellung von Kapseln für Herzschrittmacher anbieten, die sich hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung und der Werkstoffeigenschaften unterscheiden, konnte ermittelt werden, daß nur aus Titanblech mit außerordentlich niedrigen Gasgehalten in mehreren Tiefziehgängen nichtrotationssymmetrische Tiefziehbecher hergestellt werden können.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, Titanband herzustellen, das sich zur Weiterverarbeitung von nichtrotationssymmetrischen Gehäusen nach der Tiefziehtechnologie unter Gewährleistung hoher Qualität eignet.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von Titanband zu entwickeln, durch das die technologischen Parameter Rekristallisationstextur, Korngröße und Tiefzieheigenschaften im richtigen Verhältnis zum Anisotropieverhalten des Titanbandes optimiert werden.

Das so hergestellte Titanband soll über solche Eigenschaften verfügen, die es zur Weiterverarbeitung nach der Tiefziehtechnologie günstig erscheinen lassen.

Es wurde gefunden, daß die technologischen Parameter chemische Reinheit, Rekristallisationstextur, Korngröße und Tiefzieheigenschaften aufeinander eingestellt werden müssen.

Das erfindungsgemäße Verfahren besteht darin, daß die vorgeschmiedeten Titanplatten, deren Verunreinigungen maximal an

C = 0,015

Fe = 0,03

N = 0,008

O = 0,035 und

H = 0,0015 Gew.-%

betragen sollen, einer Spannungsfreiglühung bei 720°C/1 h an Atmosphäre und einer anschließenden Oberflächenbearbeitung durch Sandstrahlen und Hobeln sowie einer ersten Warmwalzstufe bei 300°C unterzogen werden.

Anschließend wird die Oberfläche entfettet, das Band eingerollt und eine Hochvakuumglühung bei 650°C/1 h und 10^{-4} bar durchgeführt. Nach dem Glühen werden die Lagen des Bandes gelockert und die Oberfläche in einem Gemisch von HNO_3 , HF und H_2O gebeizt.

Das nachfolgende Kaltwalzen und die Schlußglühung bei 650°C/1 h und 10^{-4} bar ermöglichen die Einstellung der Korngröße und der Rekristallisationstextur.

Es wurde weiterhin gefunden, daß durch einen Endverformungsgrad von 65 bis 75% die Tiefzieheigenschaften des Titanbandes günstig beeinflusst werden.

Eine weitere vorteilhafte Wirkung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß durch die Intensität der Textur das Anisotropieverhalten des Titanbandes so beeinflusst wird, daß die Basisebene des hexagonalen Gitters im Band um 30° zur Blechnormalen geneigt ist. Somit ist auch die Translationsrichtung um 30° zur Walzrichtung gedreht.

Das nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Titanband besitzt folgende Eigenschaften:

$R_m = 290\text{--}300\text{ MPa}$

$A_{10} = 59\text{--}63\%$

Erichsentiefung = 13,7–15,0 mm

Ausführungsbeispiel

Die vorgeschmiedeten Platten EMO Ti 110 haben die Abmessung $40 \times 106 \times 300$ mm. Die chemische Analyse der verwendeten Charge ergab:

$C = 0,0016\%$, $Fe = 0,028\%$, $N = 0,008\%$, $O = 0,028\%$, $H = 0,0016\%$.

In einem widerstandsbeheizten Kammerofen wird die Homogenisierungs- oder Spannungsfreiglühung bei $720^\circ\text{C}/1\text{ h}$ durchgeführt.

Nach der Oberflächenbearbeitung wird bis 2,0 mm bei 300°C warmgewalzt, entfettet, eingerollt und bei $650^\circ\text{C}/1\text{ h}$ im Hochvakuum 10^{-4} bar rekristallisierend geglüht. Anschließend wird die Oberfläche in einem Gemisch von HNO_3 , HF und H_2O gebeizt, auf 0,5 mm fertiggewalzt und die HV-Schlußglühung bei $650^\circ\text{C}/1\text{ h}$ durchgeführt.

Die Bandprüfung ergab folgende Werte:

$R_m = 300,5\text{ MPa}$, Dehnung $A_{10} = 60,15\%$, Erichsentiefung = 12,9 mm.

Diese mechanischen Eigenschaften sind Voraussetzung für die Herstellung von Tiefziehbechern in einem sechsstufigen Werkzeugsatz, wobei die Becherlängsachse um 30°C zur Walzrichtung des Bandes verdreht wird.