



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
22.10.2003 Patentblatt 2003/43

(51) Int Cl.7: **C25F 3/26, C25F 7/00**

(21) Anmeldenummer: **03405236.5**

(22) Anmeldetag: **08.04.2003**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IT LI LU MC NL PT RO SE SI SK TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK

(72) Erfinder: **Piotrowski, Olivier**
1400 Yverdon-les-Bains (CH)

(74) Vertreter: **Althoff, Gerhard**
Dr. Schneider & Partner AG,
Gotthardstrasse 54,
P.O. Box 530
8027 Zürich (CH)

(30) Priorität: **09.04.2002 CH 5942002**

(71) Anmelder: **Piotrowski, Olivier**
1400 Yverdon-les-Bains (CH)

(54) **Vorrichtung und Verfahren zum Elektropolieren von Oberflächen von Titan**

(57) Diese Erfindung betrifft eine Vorrichtung (10) und ein Verfahren zum Polieren von Titanstücken (34) aus Titan Grad 1 bis Titan Grad 10 und ein Anodenmodul (30) zu dieser Vorrichtung. Die Vorrichtung besteht unter anderem aus einer Elektrolyseeinrichtung (20) und einer Kühlvorrichtung (40) für das Elektrolyt, das für den Vorgang auf 5-8 °C gekühlt werden muss und aus

dem Anodenmodul (30) als Halterung für das zu polierende Titanstück (34), wobei das Anodenmodul (30) aus oxydiertem Titan Grad 1 bis Grad 10 besteht. Dieses Verfahren poliert die Oberfläche innerhalb weniger Minuten zu einer hohen Oberflächengüte. Anwendungsbeispiele sind unter anderem Zahnbohrer, Zahnfüllungen, Implantate, Uhrenteile und Schmuck.

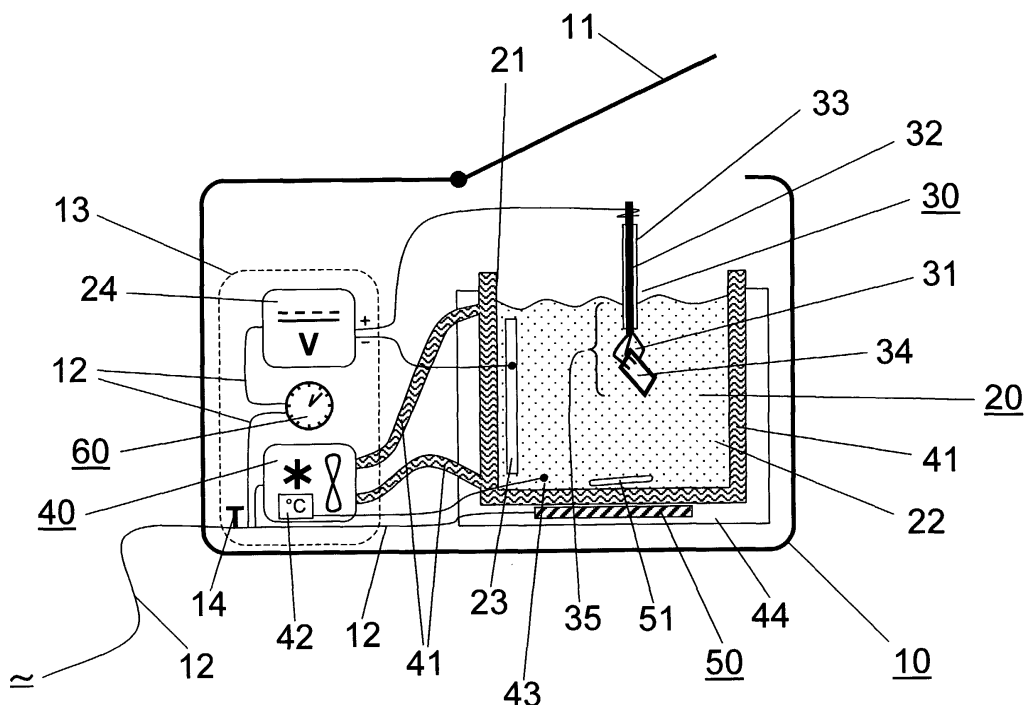


FIG. 1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zum Polieren von Oberflächen von Titan Grad 1 bis Titan Grad 10 sowie ein dazugehöriges Anodenmodul.

[0002] In der Medizinaltechnik wie auch in anderen Industrien besitzt Titan einen hohen Stellenwert. Dieses Leichtmetall ist chemisch inert, resistent gegen Korrosion und bioverträglich. So werden heute viele Zahnfüllungen, Zahnbohrer und chirurgische Schneidwerkzeuge sowie medizinische Implantate aus Titan oder Titanlegierungen hergestellt. Weiter ist Titan ein beliebter Werkstoff für Uhren und Schmuck sowie für Brillengestelle.

[0003] Die Qualitäten von reinem Titan werden nach DIN 17850 in Titan Grad 1 (Ti1) bis Titan Grad 4 (Ti4) eingeteilt. Titanlegierungen beschreibt DIN 17851. Die bekanntesten Legierungen sind Ti 6Al 4V (Ti5) und Ti 3Al2 5V (Ti9). Sie finden Verwendung in Motor-, Turbinen- und Triebwerksteilen, Schrauben usw.

[0004] Im Weiteren werden unter der Bezeichnung Titan stets auch alle Titanlegierungen von Ti1 bis Ti10 eingeschlossen.

[0005] Eine besondere Schwierigkeit besteht im Entgraten und Polieren von Titanoberflächen. Eine hohe Oberflächengüte von Titanstücken ist erforderlich, um ein Ausbrechen der Kanten zu verhindern, um die Korrosionsbeständigkeit zu erhöhen und um die Lebensdauer von Bohrern durch Spannungsbeständigkeit zu erhöhen. Weiter ist oftmals ein besonderer Glanz wünschenswert, etwa bei Uhrengehäusen oder bei Schmuckstücken. Aus diesem Grund wuchs in den letzten Jahren die Nachfrage nach einem Verfahren und einer Vorrichtung zum Polieren von Titanoberflächen von komplexen Formen.

[0006] Herkömmlich wurde das Polieren von Hand durchgeführt, was sehr zeitaufwändig ist. Die Oberflächengüte der manuell polierten Titanstücke hängt zudem vom Geschick der durchführenden Person ab. Mikroskopische Betrachtungen von mit grosser Sorgfalt und viel Aufwand polierten Titanoberflächen lassen die Reistrahigkeit der Oberfläche deutlich erkennen.

[0007] Elektrolyseverfahren zum Polieren von metallischen Oberflächen wie zum Beispiel Stahl oder Aluminium sind seit langem bekannt. Bei der Elektrolyse wird Material von der Oberfläche abgetragen, wodurch die Oberfläche schon nach wenigen Minuten gleichmässig glatt wird. Beim Einsatz von Titan ergeben sich aber erhebliche Schwierigkeiten mit der Wahl des Elektrolyten, das den Transport der Kationen und der Anionen ermöglichen soll, sowie mit der Wahl der Parameter bei der Durchführung der Elektrolyse. Es wurden bereits verschiedene Elektrolyte zum Polieren verschiedener Oberflächen entwickelt.

[0008] So wird in der WO 01/00906 eine chemische Zusammensetzung für ein Elektrolyt vorgeschlagen zum Polieren von reinem Titan. Dieses Elektrolyt besteht aus Schwefelsäure, Flusssäure und Essigsäure. Zudem wird ein Elektrolyseverfahren beschrieben, das bei Temperaturen zwischen 20 bis 22 °C stattfinden soll. Erfahrungen haben allerdings gezeigt, dass die Resultate ungenügend sind, speziell in kleinen Radien in der Grössenordnung um 10 µm.

[0009] Bei einem anderen Verfahren, beschrieben in der WO 97/46741, sollen auch bei kleinen Radien gute Resultate erzielt werden. Allerdings ist diese Methode für Titan nicht anwendbar.

[0010] Ein anderes Verfahren, das in der Schrift WO 98/03702 offenbart ist, ist für Titanbeschichtungen TiC, TiN oder Ti(C,N) anwendbar, nicht aber für Titan Ti1 bis Ti10.

[0011] Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung mit den notwendigen Modulen und ein Verfahren anzugeben, um Titanstücke zu polieren. Diese Vorrichtung soll bedienerfreundlich und prozesssicher sein und auch in einem Kleinlabor einsetzbar sein.

[0012] Die Aufgabe wird erfindungsgemäss gelöst durch eine Vorrichtung gemäss Anspruch 1 und ein Verfahren gemäss Anspruch 4 sowie durch ein Anodenmodul gemäss Anspruch 9.

[0013] Die Erfindung wird nachfolgend unter Bezugnahme auf die Zeichnungen näher beschrieben. Es zeigen:

Fig. 1 ein geeignetes Ausführungsbeispiel einer erfindungsgemässen Vorrichtung und

Fig. 2 a-c Vergrösserungen von Titanoberflächen in verschiedenen Zuständen

[0014] In der Figur 1 ist eine Vorrichtung (10) dargestellt, die als Hauptkomponenten eine Elektrolysevorrichtung (20), ein Anodenmodul (30), eine Kühlvorrichtung (40), ein Magnetrührmodul (50) und einen Zeitschalter (60) enthält. Die Elektrolysevorrichtung (20) besteht aus einem säurebeständigen Behälter (21), der mit einem geeigneten Elektrolyten (22) gefüllt wird, einer Katode (23) im Innern des Behälters und einer Gleichspannungsquelle (24). Die Katode (23) besteht aus einem elektrisch leitenden Metall, beispielsweise aus Stahl mit einer sehr sauberen Oberfläche und ist mit dem Minuspol der Gleichspannungsquelle (24) verbunden.

[0015] Entscheidend für die Durchführbarkeit ist die Verwendung eines geeigneten Elektrolyten. Vorzugsweise wird 5 bis 35 vol. % Schwefelsäure (94 bis 99 %) mit einem Alkohol, beispielsweise Methanol oder einem Gemisch von mehreren Alkoholen gemischt. Erfindungsgemäss soll der Schwefelsäureanteil 15 bis 25 vol. % betragen.

[0016] Das Anodenmodul (30) besteht aus einer Klemmvorrichtung (31) für das Titanstück (34) und einer Verlänge-

rung (32), wobei die Klemmvorrichtung (31) mit der Verlängerung (32) fest verbunden ist. Das Anodenmodul (30) ist erfindungsgemäss aus oxydiertem Titan Ti1 bis Ti10. Um die dem Elektrolyten ausgesetzte Fläche zu minimieren, kann auf einem Teil des Anodenmoduls mit einem Elektrolyten-beständigen Material, beispielsweise mit Silikon, eine Ummantelung (33) angebracht werden.

[0017] Das zu reinigende Titanstück (34) ist am Anodenmodul (30) derart befestigt, dass der Elektrolysestrom gut über die Kontaktstellen von der Klemmvorrichtung (31) zum Titanstück (34) fliessen kann. Während der Elektrolyse ist das zu reinigende Titanstück (34) vollständig im Elektrolyten (22) eingetaucht.

[0018] Im Falle eines zu polierenden Bohrers wird beispielsweise nur die Spitze des Bohrers ins Elektrolyt (22) eingetaucht, da nur die Spitze poliert werden muss. In diesem Fall bildet der Bohrer selbst das Anodenmodul (30), da die Verlängerung des Bohrers während der Elektrolyse aus dem Elektrolyten (22) herausragt und da somit kein weiterer elektrischer Kontakt innerhalb des Elektrolyten (22) erforderlich ist. Der Bohrer besitzt an seiner nicht zu polierenden Oberfläche die erforderliche Oxydschicht.

[0019] Eine Kühlvorrichtung (40) ist erforderlich, um das Elektrolyt (22) auf geeignete Temperaturen zu kühlen. In dieser Ausführung ist die Kühlvorrichtung (40) erfindungsgemäss derart angeordnet, dass der Behälter (21) gekühlt werden kann. Dies wird erreicht, indem eine Kühlflüssigkeit (41) kontinuierlich um den Behälter (21) in einem geeigneten System zirkuliert. Ein Temperaturregler (42) kann mit Hilfe eines Temperatursensors (43), beispielsweise eines Thermoelements, das die Temperatur des Elektrolyten (22) misst, das Elektrolyt (22) auf die gewünschte Temperatur regeln. Eine die Kühlflüssigkeit (41) umschliessende Isolation (44) kann zur Effizienz der Kühlvorrichtung (40) beitragen.

[0020] Unter dem Behälter (21) ist ein Magnetrührmodul (50) angebracht. Durch den entsprechenden Magnetrührer (51) im Behälter (21) wird das Elektrolyt (22) ständig in Bewegung gehalten und durchgerührt, wodurch die Temperatur im gesamten Volumen des Elektrolyten (22) homogene Werte annimmt.

[0021] Durch eine geeignete Vorrichtung (nicht gezeichnet) kann die Gleichspannungsquelle (24) auf den gewünschten Wert eingestellt werden. Die Gleichspannungsquelle (24) ist in diesem Ausführungsbeispiel erfindungsgemäss an einen Zeitschalter (60) gekoppelt, die den Vorgang nach einer gegebenen Zeit durch Unterbruch der Stromversorgung (12) beendet. Aus Sicherheitsgründen kann zusätzlich ein Notstoppschalter (14) angebracht werden, durch dessen Betätigung die Elektrolyse ebenfalls sofort beendet werden kann.

[0022] Erfindungsgemäss ist die gesamte Vorrichtung (10) in einem Gerät bedienungsfreundlich angeordnet mit einer Anzeige- und Bedienungskonsole (13), an der beispielsweise die Spannungsstärke und die Prozessdauer eingestellt werden können und an der sich der Notstoppschalter (14) befindet. Weiter verfügt die Vorrichtung (10) über eine Öffnung (11) für die Bedienung des Elektrolyten (22).

[0023] Zur Vorbereitung für das erfindungsgemässe Verfahren muss das Titanstück (34) von seiner Oxydschicht auf geeignete Weise befreit werden. Dies kann zum Beispiel chemisch oder mechanisch, beispielsweise durch Sandstrahlen, erreicht werden. Anschliessend wird das gereinigte Titanstück (34) an der Klemmvorrichtung (31) gut befestigt und in den auf zwischen 5 und 8 °C vorgekühlten Elektrolyten (22) vollständig eingetaucht. Durch Anschliessen der Anode (35) an den Pluspol der Gleichspannungsquelle (24) von zwischen 3 und 50 V, vorzugsweise zwischen 10 und 30 V, wird die Elektrolyse gestartet.

[0024] Entscheidend für das Gelingen des Polierens ist die Wahl der dem Elektrolyten (22) ausgesetzte Oberfläche der Anode (35). Während der Elektrolyse wird Material von oxydfreien Titanoberflächen abgetragen, wodurch diese Oberflächen poliert werden. Daher muss vorgängig die Oxydschicht der zu polierenden Oberflächen säuberlich entfernt werden. Die Befestigungsstellen der Klemmvorrichtung (31) zum Titanstück (34) bilden auch die elektrischen Kontaktstellen. Das Anodenmodul (30) muss aus einem Elektrolyt-resistenten Material sein, das den Strom gut leitet. Da das Anodenmodul allerdings nicht poliert werden soll, wird erfindungsgemäss oxydiertes Titan verwendet. Die Oxydschicht trägt sich während der Elektrolyse langsam ab. Das Anodenmodul (30) muss ersetzt werden, wenn die Oxydschicht zu sehr abgetragen wurde, da sonst der Strom über das Anodenmodul (30) anstatt über das Titanstück (34) läuft.

[0025] Prinzipiell kann der Prozess auch bei Temperaturen bis zu -20 °C durchgeführt werden, doch bei zu tiefen Temperaturen steigen die praktischen Probleme der Durchführbarkeit. Bei Temperaturen unter 5 °C gelangt Wasser durch Kondensation in das Elektrolyt (22), bei Temperaturen unter dem Gefrierpunkt bilden sich Eiskristalle. Bei höheren Temperaturen als 15 °C beginnt das Titanstück (34) zu oxydieren. Unter Berücksichtigung der Grösse des Titanstückes (34) sollte bei der Auslegung der Spannungsstärke, des Volumens des Elektrolyten (22) und der Oberfläche der Katode (23) darauf geachtet werden, dass das Elektrolyt (22) durch die elektrischen Ströme nicht zu sehr aufgeheizt wird.

[0026] Für Teile in der Grössenordnung von Zahnfüllungen oder von Bohrern sind 2 bis 3 Liter Elektrolyt (22) angemessen und liefern gute Resultate. Eine höhere Viskosität des Elektrolyten (22) bewirkt einen niedrigeren Stromfluss, wodurch das Elektrolyt (22) weniger geheizt wird und demzufolge weniger gekühlt werden muss. Bei kleineren Strömen der Elektrolyse dauert es länger, bis die zu entfernende Schicht abgebaut ist.

[0027] Die Dauer der erforderlichen Elektrolyse beträgt erfahrungsgemäss 0.5 bis 15 Minuten, in der Regel sind die gewünschten Oberflächengüten nach etwa 1 bis 5 Minuten erreicht. Die Dauer ist abhängig von der Menge des Ma-

terials, das abgeführt werden muss. Nach abgeschlossener Elektrolyse wird das Titanstück (34) aus dem Elektrolyten (22) herausgenommen und sogleich abgespült, beispielsweise mit Wasser.

[0028] In der Figur 2 sind 500-fache Vergrößerungen von Titanoberflächen abgebildet. Figur 2a zeigt zwei unbehandelte Oberflächen mit ausgebrochenen Kanten. Figur 2b zeigt zwei Oberflächen, die mechanisch entgratet und gebürstet wurden. Figur 2c zeigt zwei Oberflächen, die mit dem beschriebenen Verfahren poliert wurden.

[0029] Der Vorteil dieser Erfindung liegt in der kurzen Bearbeitungszeit der Teile und der höheren Oberflächengüte, die durch dieses Verfahren erzielt werden kann. Obwohl dieses Verfahren speziell für Titan entwickelt wurde, kann als zu polierende Anode auch eine beliebige andere Titanlegierung oder ein anderes Metall oder Leichtmetallen verwendet werden.

Beispiel:

[0030]

Elektrolyt	0.5 l Schwefelsäure 2.0 l Methanol
Temperatur Elektrolyt	5 °C
Katode	gereinigter Stahl, 50 cm ² Oberfläche
Anode	Titan Ti4, ca. 5 cm ² Oberfläche
Spannung	24 V DC
Leistung	36 W
Dauer	250 Sekunden

Liste der Bezeichnungen

[0031]

10 Vorrichtung

- 11 Öffnung
- 12 Stromversorgung
- 13 Anzeige- und Bedienungskonsole
- 14 Notstoppschalter

20 Elektrolysevorrichtung

- 21 Behälter
- 22 Elektrolyt
- 23 Katode
- 24 Gleichspannungsquelle

30 Anodenmodul

- 31 Klemmvorrichtung
- 32 Verlängerung
- 33 Ummantelung
- 34 Titanstück
- 35 Anode

40 Kühlvorrichtung

- 41 Kühlflüssigkeit
- 42 Temperaturregler
- 43 Temperaturfühler
- 44 Isolation

50 Magnetrührmodul

- 51 Magnetrührer

60 Zeitschalter

Patentansprüche

1. Vorrichtung (10) zum Polieren von Oberflächen aus Titan Grad 1 bis Grad 10 bestehend aus einer Elektrolysevorrichtung (20), **gekennzeichnet durch** ein Anodenmodul aus Titan Grad 1 bis Grad 10 (30), eine Kühlvorrichtung (40) für das Elektrolyt (22) und ein Magnetrührmodul (50) für das Elektrolyt.
2. Vorrichtung (10) gemäss Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Kühlvorrichtung (40) mit einem Temperaturregler (42) ausgestattet ist.
3. Vorrichtung (10) gemäss Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Stromversorgung (12) der Gleichspannungsquelle (24) der Elektrolysevorrichtung (20) mit einem Zeitschalter (60) gekoppelt ist.
4. Verfahren zum Polieren von Oberflächen von Titanstücken (34) aus Titan Grad 1 bis Grad 10 durch eine Elektrolyse, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Elektrolyt (22) auf eine Temperatur zwischen 5 und 8 °C gekühlt wird, die zu polierende Oberfläche von seiner Oxydschicht befreit wird, das Titanstück (34) so weit ins Elektrolyt (22) eingetaucht wird, bis die gesamte oxydfreie Oberfläche vom Elektrolyten (22) umschlossen ist wobei der restliche Teil der Anode aus oxydiertem Titan Grad 1 bis Grad 10 besteht, dass eine Spannung zwischen dem Titanstück (34) und einer im Elektrolyten (22) eingetauchten Katode (23) angelegt wird und dass das Titanstück (34) nach einer geeigneten Zeitspanne aus dem Elektrolyten (22) herausgenommen und sofort abgespült wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Elektrolyt (22) zu 5 bis 35 vol. % aus einer 94 bis 99 prozentigen Schwefelsäure ergänzt mit einem Alkohol oder einem Gemisch von mehreren Alkoholen besteht.
6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Schwefelsäureanteil im Elektrolyten (22) 20 bis 30 vol. % beträgt.
7. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Elektrolyse unter einer Spannung von weniger als 50 V, vorzugsweise von zwischen 10 und 30 Volt durchgeführt wird.
8. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** die oxydfreie Oberfläche (34) während 0.5 bis 15 Minuten, vorzugsweise während zwischen 1 und 5 Minuten der Elektrolyse (22) ausgesetzt bleibt.
9. Anodenmodul (30) zur Befestigung eines zu polierenden Titanstückes (34) als Anode (35) einer Elektrolysevorrichtung (20) bestehend aus einer geeignet ausgestalteten Klemmvorrichtung (31) und einer Verlängerung (32), **dadurch gekennzeichnet, dass** das Anodenmodul aus oxydiertem Titan Grad 1 bis Grad 10 besteht.
10. Anodenmodul nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Teil seiner Oberfläche mit einer säurebeständigen Ummantelung (33) isoliert ist.

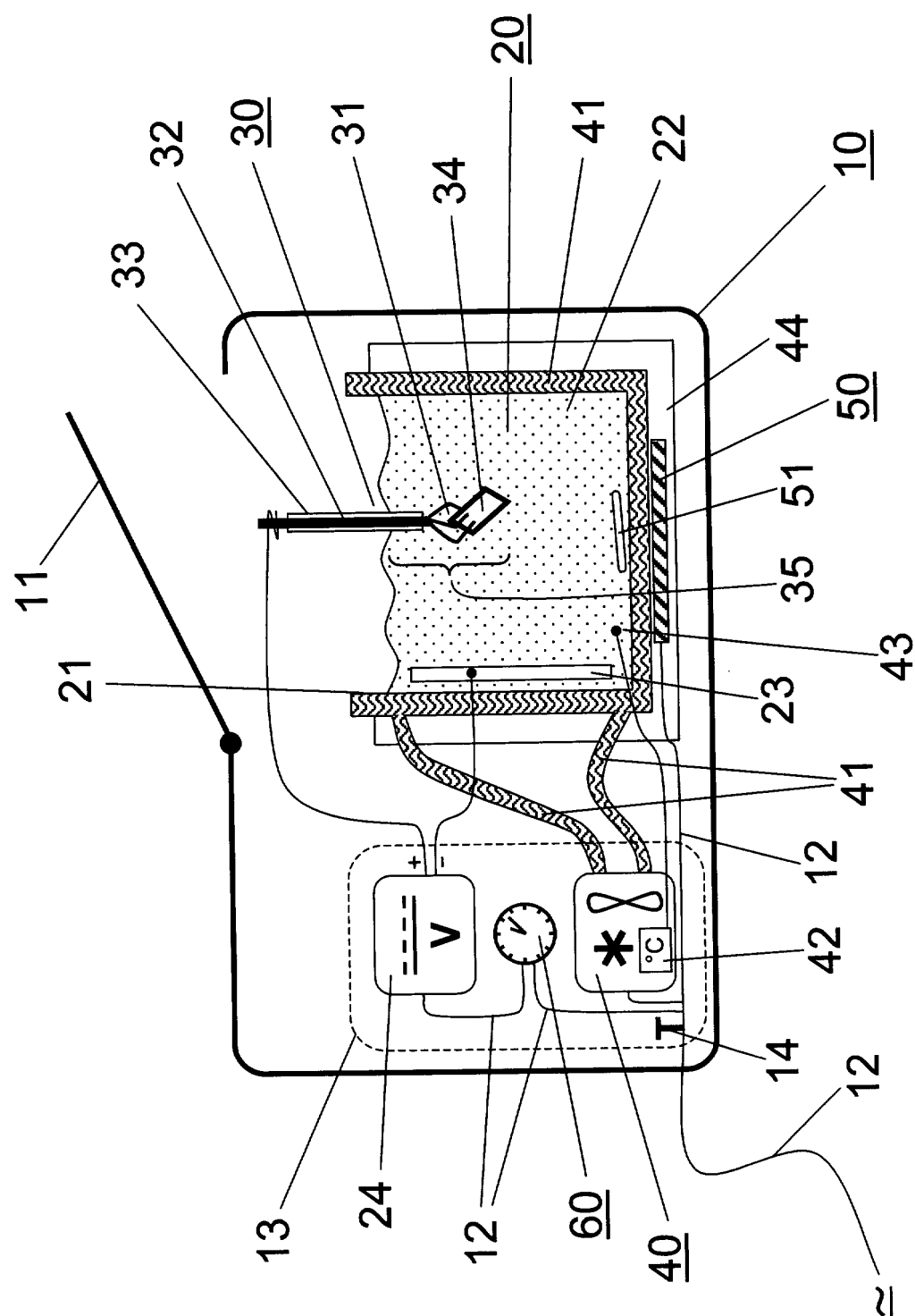
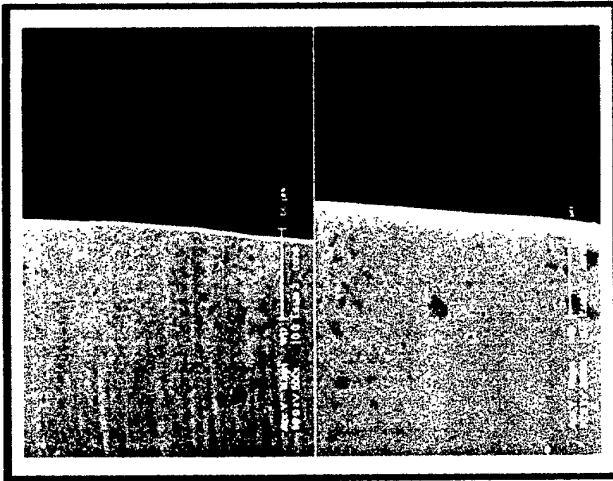
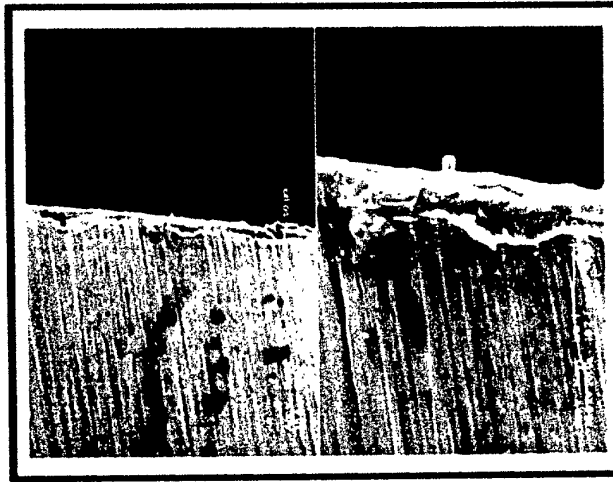


FIG. 1



2c



2b



2a

FIG. 2