



(10) **DE 10 2011 056 216 A1** 2013.06.13

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2011 056 216.8**

(22) Anmeldetag: **09.12.2011**

(43) Offenlegungstag: **13.06.2013**

(51) Int Cl.: **B22F 3/10 (2012.01)**

(71) Anmelder:
DeguDent GmbH, 63457, Hanau, DE

(74) Vertreter:
**Stoffregen, Hans-Herbert, Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.,
63450, Hanau, DE**

(72) Erfinder:
**Hachenberg, Jörg, Dr., 63739, Aschaffenburg,
DE; Popp, Peter, 63826, Geiselbach, DE; Steinke,
Rudi, 63457, Hanau, DE; Wissel, Irmgard, 63579,
Freigericht, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

DE	10 2009 019 041	B4
DE	43 08 244	A1
DE	20 2010 007 606	U1
DE	20 2011 005 465	U1
US	5 362 438	A
EP	0 299 238	A2

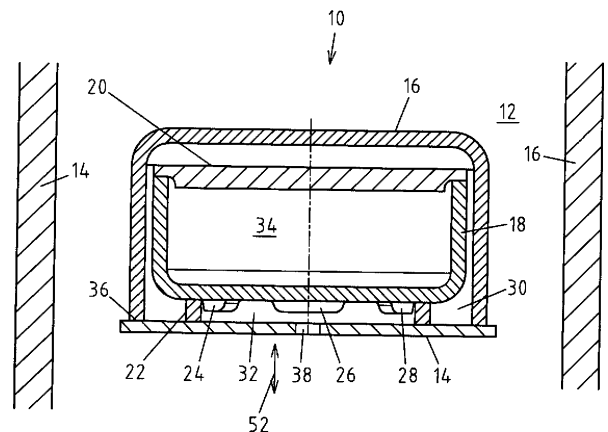
Rechercheantrag gemäß § 43 Abs. 1 Satz 1 PatG ist gestellt.

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Vorrichtung und Verfahren zum Sintern von Sintergut**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung und ein Verfahren zum Sintern von metallischem Sintergut, insbesondere in Form eines Zahngerüstes, insbesondere unter Verwendung einer Vorrichtung umfassend eine das Sintergut aufnehmende auf einer Basisplatte angeordnete Schale, eine die Schale umgebende topfförmige Abdeckung, deren Rand gegenüber der Basisplatte abgedichtet ist, sowie mit von der Abdeckung umgebenem Innenraum verbundene Schutzgaszuführungs- und -ableitungsöffnung, wobei der Innenraum der topfförmigen Abdeckung mit Schutzgas durchspült wird. Um gewünschte Oberflächeneigenschaften des Sinterguts einstellen bzw. erzielen zu können, wird vorgeschlagen, dass dem Schutzgas gezielt Verunreinigungen beigegeben werden oder von dem Schutzgas Verunreinigungen aufgenommen werden und dass die Verunreinigung zumindest ein Element oder mehrere Elemente aus der Gruppe Au, Al, B, Pd, Pt, Ru, Si, Nb, Sn, Ta, Ti, V, Zn, Zr ist.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Sintern von metallischem Sintergut, insbesondere in Form eines Zahngerüstes, insbesondere unter Verwendung einer Vorrichtung umfassend eine das Sintergut aufnehmende auf einer Basisplatte angeordnete Schale, eine die Schale umgebende topfförmige Abdeckung, deren Rand gegenüber der Basisplatte abgedichtet ist, sowie mit von der Abdeckung umgebenem Innenraum verbundene Schutzgaszuführungs- und -ableitungsöffnung, wobei der Innenraum der topfförmigen Abdeckung mit Schutzgas durchspült wird.

[0002] Ferner nimmt die Erfindung Bezug auf eine Vorrichtung zum Sintern von Sintergut, umfassend eine das Sintergut aufnehmende auf einer Basisplatte angeordnete Schale, eine die Schale umgebende topfförmige Abdeckung, deren Rand gegenüber der Basisplatte abgedichtet ist, sowie mit von der topfförmigen Abdeckung umgebenem Innenraum verbundene Schutzgaszuführungs- und -ableitungsöffnung.

[0003] Eine Vorrichtung und ein Verfahren der eingangs genannten Art sind der DE-U-20 2010 007 606 und DE-U-20 2010 002 533 zu entnehmen. Hierzu wird in einem Sinterofen auf einem Schamottblock eine aus Quarz bestehende Schale aufgeständert, in der Dentalgerüste aus einer Silber-Palladium-Legierung oder Chrom-Kobalt-Legierung gesintert werden.

[0004] Der Schamottblock und die Schale werden von einem Quarzbehälter umgeben, der über eine Graphitdichtung gegenüber einer Basisplatte abgedichtet ist, auf der der Schamottblock angeordnet ist. Sowohl die Basisplatte als auch der Schamottblock werden von Bohrungen durchsetzt, um den von dem Quarzbehälter umgebenen Innenraum, innerhalb dessen sich die Quarzschale befindet, mit Schutzgas wie Argon zu durchspülen. Um eine Oxidation der Gerüste zu vermeiden, wird das Sintern unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt. Dabei tritt bei Temperaturen um 1200 °C eine unerwünschte Korrosion des Quarzes auf, so dass dieses zuvor mit einem Bornitridspray beschichtet wird.

[0005] Das zu sinternde Material wird in der Schale auf inerten Kügelchen aus Korund, Alumina oder Zirkonia gelegt.

[0006] Die entsprechende Vorrichtung zeigt den Nachteil, dass ein Einsatz bei Temperaturen oberhalb 1200 °C nicht möglich ist; denn zum einen ist die Lebensdauer von Quarz bei entsprechenden Temperaturen stark begrenzt und zum anderen ist ein Abplatzen auf Grund des Hantierens der Quarzmaterialien dann festzustellen, wenn eine unmittelbare Berührung mit Fingerfett erfolgt.

[0007] Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art so weiterzubilden, dass gewünschte Oberflächeneigenschaften des Sinterguts eingestellt bzw. erzielt werden können.

[0008] Zur Lösung der Aufgabe sieht die Erfindung im Wesentlichen vor, dass dem Schutzgas gezielt Verunreinigungen beigegeben werden oder von dem Schutzgas Verunreinigungen aufgenommen werden und dass die Verunreinigung zumindest ein Element oder mehrere Elemente aus der Gruppe Au, Al, B, Pd, Pt, Ru, Si, Nb, Sn, Ta, Ti, V, Zn, Zr ist.

[0009] Alternativ besteht nach der erfindungsgemäßen Lehre die Möglichkeit, dass das Sintergut vor dem Sintern oberflächlich mit einer ein oder mehrere Elemente der vorgenannten Gruppe enthaltenden Schicht versehen ist, d. h., mit einem oder mehreren Elementen aus der Gruppe Au, Al, B, Pd, Pt, Ru, Si, Nb, Sn, Ta, Ti, V, Zn, Zr.

[0010] Die Schicht kann durch Auftragen des Elementes z. B. als Paste oder galvanisch, aber auch durch thermische Zersetzung einer das Element enthaltenden chemischen Verbindung erzeugt werden.

[0011] Dabei sollte die Schicht eine Dicke d mit $250 \mu\text{m} \leq d \leq 350 \mu\text{m}$ aufweisen.

[0012] Erfindungsgemäß können dem zuzuführenden Gas gezielt Verunreinigungen beigegeben werden, auf Grund derer oberflächlich auf dem Sintergut gewünschte Legierungszusammensetzungen entstehen. Das gezielte Zuführen von Verunreinigungen ist gleichbedeutend mit der Möglichkeit, dass das Schutzgas Verunreinigungen aufnimmt. Dabei können die Verunreinigungen aus den Materialien angetrieben sein, die zum Sintern des Sinterguts eingesetzt werden, also insbesondere die Schale, die das Sintergut aufnimmt, eine hauben- oder kappenförmige Abdeckung, die die Schale umgibt, eine Basisplatte, auf der die Abdeckung aufgesetzt und die Schale angeordnet ist, sowie insbesondere ein die Funktion eines Deckels ausübendes Verschlusselement, mit dem die Schale vorzugsweise gasdurchlässig abgedeckt wird.

[0013] Insbesondere sollten als Verunreinigungen zumindest eins oder mehrere Elemente aus der Gruppe Au, Al, B, Pd, Pt, Ru, Si, Nb, Sn, Ta, Ti, V, Zn, Zr ausgewählt werden. Insbesondere bei einem aus einer Kobalt-Chrom-Legierung bestehenden Sintergut und Titan als Verunreinigung kann oberflächlich eine TiCo_2 -Legierungsschicht ausgebildet werden.

[0014] Es besteht jedoch auch die Möglichkeit, vor dem Sintern auf das Sintergut eine Schicht aufzutragen, die einen gewünschten Effekt bewirkt. So kann z.B. bei einem Gerüst auf die Oberfläche eine aus

Metall bestehende Filmschicht, wie z. B. Goldschicht aufgetragen werden. Dies kann galvanisch erfolgen, wobei Abscheideticken zwischen 250 µm und 350 µm bevorzugt sind. Aber auch das Auftragen einer Paste mit einem entsprechenden Metall ist möglich. Die Paste kann z. B. aus Pulver in Form von Flakes und organischem Bindemittel bestehen. Alle diese eigenfinderische Merkmale bildenden Möglichkeiten sind aufgrund der erfindungsgemäßen Lehren gegeben.

[0015] Vorrichtungsmäßig wird die Aufgabe im Wesentlichen dadurch gelöst, dass die Schale von einem Verschlusselement abgedeckt ist, wobei Innenraum der Schale bei diese abdeckendem Verschlusselement mit dem Innenraum der Abdeckung gasstrommäßig verbunden ist.

[0016] Alternativ sieht die die erfindungsgemäße Lehre vor, dass die Basisplatte, die Schale und die Abdeckung aus einem Material aus der Gruppe SiC, SiN besteht.

[0017] Auch nach dieser Lehre ist insbesondere vorgesehen, dass die Schale von einem Verschlusselement abgedeckt ist, wobei Innenraum der Schale bei diese abdeckendem Verschlusselement mit dem Innenraum der Abdeckung gasstrommäßig verbunden ist.

[0018] Aufgrund der erfindungsgemäßen Lehre erfolgt ein Sintern des Sinterguts in einer abgedeckten Schale, die zwar von Inertgas durchströmbar ist, jedoch wird das Risiko, dass Störungen wie Sauerstoff in das Innere der Schale gelangen, weitgehend reduziert.

[0019] Insbesondere ist vorgesehen, dass die Abdeckung unmittelbar mit ihrem Rand formschlüssig auf der Basisplatte abgestützt ist. Der Rand der Abdeckung sowie die Basisplatte werden in einem Umfang plan geschliffen, dass erstere ohne zusätzliche Dichtung unmittelbar auf der Basisplatte aufliegen kann, um in einem Umfang eine Abdichtung zu erzielen, dass ein Eindringen von Sauerstoff dem Grunde nach nicht oder nicht wesentlich möglich ist.

[0020] Durch diese Maßnahmen ist sichergestellt, dass Sauerstoff von außen in den Innenraum der Abdeckung, die auch als Glocke bezeichnet werden kann, und folglich auch in den von der Schale umgebenden Innenraum nicht oder weitgehend nicht gelangt.

[0021] Hervorzuheben ist des Weiteren, dass zumindest die Schale und deren Verschlusselement wie Deckel, insbesondere jedoch Basisplatte, Schale, Verschlusselement und topfförmige oder haubenförmige oder glockenförmige Abdeckung aus einem Material aus der Gruppe SiC, SiN besteht. Durch die-

se Materialauswahl ergibt sich der Vorteil, dass ein Sintern bei Temperaturen oberhalb von 1200 °C, insbesondere bis 1350 °C durchgeführt werden kann, ohne dass die Materialien Schaden nehmen. Besonders bevorzugt wird SiC verwendet, da es gegenüber Sauerstoff einen reduzierenden Effekt zeigt.

[0022] Das in den Zwischenraum zwischen Schale und topfförmiger Abdeckung eingeleitete Inertgas, bei dem es sich insbesondere um Argon, gegebenenfalls aber auch um Stickstoff handeln sollte, kann nach einer Weiterbildung der Erfindung aus dem Innenraum der Abdeckung unmittelbar in den die Basisplatte und die Abdeckung umgebenden Sinterraum, also Innenraum eines Sinterofens geführt werden. Dies resultiert in einer weiteren Konzentrationsabsenkung des Sauerstoffs im Sinterraum (Innenraum) des Sinterofens. Auch ein Eindringen von Sauerstoff in den Innenraum der Abdeckung wird erschwert.

[0023] Eine Weiterbildung der Erfindung sieht vor, dass die Schale auf einem Durchbrüche aufweisenden Ring abgestützt ist, der seinerseits auf der Basisplatte angeordnet ist, wobei vorzugsweise die Basisplatte innerhalb des Rings von der Schutzgaszuführungsöffnung und gegebenenfalls der Schutzgasableitungsöffnung durchsetzt ist.

[0024] Alternativ wird vorgeschlagen, dass von der Bodenwandung der Schale Vorsprünge, vorzugsweise zumindest drei gleichmäßig auf einem Kreis angeordnete Vorsprünge, ausgehen, über die die Schale auf der Basisplatte abgestützt ist.

[0025] Durch die diesbezüglichen Maßnahmen ist sichergestellt, dass die Basisplatte eine über die gesamte Fläche gleichbleibende Dicke aufweisen kann, so dass die Gefahr von Rissbildungen aufgrund der beim Sintern auftretenden Temperaturänderungen unterbleibt.

[0026] Des Weiteren zeichnet sich die Erfindung dadurch aus, dass das Sintergut in der Schale auf Schüttgut gelagert wird, das aus Vollkugeln aus Keramik, insbesondere Zirkoniumoxid oder Aluminiumoxid besteht. Bei Zirkoniumdioxid ergibt sich der Vorteil, dass sich dieses unter Sauerstoffabschluss teilweise zu Zirkoniummonooxid umwandelt. Die durch den Sauerstoffmangel entstehenden Fehlstellen führen zu einer dunklen Verfärbung. Überraschenderweise hat diese anfängliche Sauerstoffabgabe keinen negativen Effekt und kann im Folgenden reduzierend und als Indikator dienen, da dieser Effekt im Falle eines Sauerstoffeinbruchs reversibel ist.

[0027] Aufgrund der erfindungsgemäßen Lehre wird sichergestellt, dass ein Sintern von Metalllegierungen, insbesondere Kobalt-Chrom-Legierungen wie Kobalt-Chrom-Molybdän-Legierungen bei Temperaturen von 1200 °C und mehr, insbesondere um 1250

°C durchgeführt werden kann, ohne dass die Gefahr von Oxidation und unkontrollierten Verfärbungen besteht. Dabei wird das Sintergut in einer Schale mit dieser verschließendem Verschlusselement angeordnet, wobei sichergestellt ist, dass der das Sintergut aufnehmende Innenraum mit einem Schutzgas zum Wegführen von gegebenenfalls vorhandenem Sauerstoff durchspült wird. Das Verschlusselement wirkt wie ein Deckel bzw. ist ein solcher.

[0028] Ist bevorzugterweise das die Schale abdeckende Verschlusselement nicht dicht auf der Schale angeordnet, so könnte auch ein dichtes Aufliegen erfolgen, sofern z. B. in dem Verschlusselement selbst z. B. durch Laser ausgebildete feine Bohrungen vorgesehen sind, durch die ein Schutzgasaus-tausch möglich ist.

[0029] Zusätzlich besteht die Möglichkeit, die topf- oder glockenförmige Abdeckung, also die sogenannte Glocke von Schutzgas zu umspülen, das aus dem Innenraum der Abdeckung nach außen geführt wird.

[0030] Insbesondere ist auch von Vorteil, dass die Materialien für ein Sintern bei hohen Temperaturen geeignet sind, wobei insbesondere auf Grund der reduzierenden Wirkung Siliziumcarbid hervorzuheben ist. Alternativ ist Siliziumnitrid gegebenenfalls einsetzbar.

[0031] Erfindungsgemäß ist bevorzugterweise vorgesehen, dass die Schale nach Einbringen des Sinterguts in diese von einem Verschlusselement abgedeckt wird, über die oder zumindest eine Öffnung in dem Verschlusselement oder der Schale Schutzgas ins Innere der Schale eindringt, und dass der Innenraum der topfförmigen Abdeckung mit einem ein Anheben der Abdeckung ausschließenden Überdruck mit dem Schutzgas beaufschlagt wird, insbesondere mit einem Überdruck p mit $1 \text{ mbar} \leq p \leq 25 \text{ mbar}$, insbesondere $2 \text{ mbar} \leq p \leq 10 \text{ mbar}$ über Umgebungsdruck.

[0032] Insbesondere ist vorgesehen, dass als Sintergut ein größeres Objekt, insbesondere ein dentales Brückengerüst, insbesondere ein Brückengerüst mit zumindest drei Brückengliedern, vorzugsweise zumindest fünf Brückengliedern, verwendet wird, und dass das Sintergut in einem Sinterraum von Zimmertemperatur auf eine Temperatur T_1 mit $800 \text{ °C} \leq T_1 \leq 1100 \text{ °C}$ mit einer Heizrate R_1 mit $5 \text{ K/min} \leq R_1 \leq 100 \text{ K/min}$, insbesondere $20 \text{ K/min} \leq R_1 \leq 80 \text{ K/min}$, aufgeheizt, nach gegebenenfalls einer Haltezeit t_1 bei der Temperatur T_1 mit $1 \text{ min} \leq t_1 \leq 10 \text{ min}$ auf eine Temperatur T_2 mit $1200 \text{ °C} \leq T_2 \leq 1350 \text{ °C}$ mit einer Heizrate R_2 mit $5 \text{ /min} \leq R_2 \leq 30 \text{ K/min}$ aufgeheizt wird, das Sintergut bei der Temperatur T_2 für eine Zeit t_2 mit $5 \text{ min} \leq t_2 \leq 120 \text{ min}$, insbesondere $15 \text{ min} \leq t_2 \leq 50 \text{ min}$ gehalten wird, wobei gegebenenfalls das Sintergut anschließend auf eine Temperatur T_3 mit T_3

$> T_2$ zum oberflächlichen Schmelzen des Sinterguts erhitzt wird, und sodann von der Temperatur T_2 bzw. T_3 auf eine Temperatur unterhalb 400 °C mit einer Abkühlrate R_3 abgekühlt wird, die vorzugsweise zumindest zu Beginn des Abkühlens beträgt $5 \text{ K/min} \leq R_3 \leq 100 \text{ K/min}$.

[0033] Die Erfindung sieht auch vor, dass das Sintergut zum Sintern in einem Sinterraum von Zimmertemperatur auf eine Temperatur T_2 wie $1200 \text{ °C} \leq T_2 \leq 1350 \text{ °C}$ mit einer Heizrate R_1 aufgeheizt wird, bei der Temperatur T_2 über eine Zeit t_2 mit $5 \text{ min} \leq t_2 \leq 220 \text{ min}$, insbesondere $15 \text{ min} \leq t_2 \leq 60 \text{ min}$ gehalten wird, wobei gegebenenfalls das Sintergut anschließend auf eine Temperatur T_3 mit $T_3 > T_2$ zum oberflächlichen Aufschmelzen des Sinterguts erhitzt wird, und sodann von der Temperatur T_2 bzw. T_3 auf eine Temperatur unterhalb 400 °C mit einer Abkühlrate R_3 abgekühlt wird, wobei die Abkühlrate R_3 vorzugsweise anfänglich $5 \text{ K/min} \leq R_3 \leq 100 \text{ K/min}$ beträgt.

[0034] Dabei ist insbesondere vorgesehen, dass die Heizrate R_1 auf einen Wert mit $5 \text{ K/min} \leq R_1 \leq 100 \text{ K/min}$, insbesondere $20 \text{ K/min} \leq R_1 \leq 80 \text{ K/min}$ eingestellt wird.

[0035] Das Aufheizen auf eine Temperatur T_1 und das gegebenenfalls erfolgende Halten bei der Temperatur T_1 , um sodann auf eine Temperatur T_2 weiter aufgeheizt zu werden, wird für größere Objekte wie Brückengerüste bevorzugt durchgeführt.

[0036] Das zunächst erfolgende Aufheizen auf die Temperatur T_1 und sodann auf die Temperatur T_2 mit einer gegebenenfalls abweichenden Aufheizrate kann dahingehend geändert werden, dass unmittelbar ein Aufheizen auf die Temperatur T_2 erfolgt, sofern es sich bei dem Sintergut um kleinere Objekte, wie ein Gerüst für einen Zahn handelt.

[0037] Das kurzzeitige Aufschmelzen der Oberfläche, das unabhängig von der Größe des Objekts durchgeführt werden kann, stellt dabei einen eigenfinderischen Vorschlag dar, der auch dann zur Anwendung gelangen kann, wenn zum Sintern eine Vorrichtung benutzt wird, die von der erfindungsgemäßen Lehre abweicht.

[0038] Zusätzlich kann vorgesehen sein, dass nach dem Abkühlen des Sinterguts auf die Temperatur T_1 die Basisplatte mit der Schale, deren Verschlusselement und der Abdeckung aus dem Sinterraum zumindest bereichsweise, vorzugsweise vollständig entfernt wird. Der Sinterraum kann Innenraum eines Sinterofens sein.

[0039] Unabhängig von den zuvor angegebenen Temperaturen und Heizraten ist als eigenfinderisches Merkmal noch hervorzuheben, dass die Möglichkeit besteht, nach dem Dichtsintern ein zusätz-

liches Aufheizen durchzuführen, auf Grund dessen das Sintergut oberflächlich schmilzt, um gewünschte Oberflächeneigenschaften zu erzielen.

[0040] Insbesondere ist vorgesehen, dass die Schutzgaseinlass- und/oder -auslassöffnung mit einer Zu- bzw. Ableitung verbunden ist, die aus Aluminiumoxid besteht. Dabei kann die Leitung mit einem Hochtemperaturklebstoff, insbesondere auf Aluminiumoxidbasis mit der Basisplatte verbunden werden.

[0041] Bei der Wahl von SiC als Material für die Basisplatte, die Abdeckung, die Schale und deren Verschlusselement nutzt man die gute Wärmeleitfähigkeit und nahezu vollständige Dichtigkeit des Materials aus. Infolgedessen werden Temperaturunterschiede innerhalb der Bauteile minimiert. Thermische Spannungen werden dadurch reduziert. Infolgedessen sind schnelle Temperaturwechsel auch bei großen Bauteilen von z. B. Durchmesser von 100 mm möglich. Ferner zeigt SiC einen Reduziereffekt und ist in der Lage, Restsauerstoff in der Atmosphäre mit dem enthaltenen Kohlenstoff zu Kohlenmonoxid umzuwandeln. Dieser Effekt geht nicht verloren. Gleichzeitig ist keine messbare Abnahme der Wandstärken der Materialien feststellbar.

[0042] Die Lagerung des Sinterguts in einer nicht dicht verschlossenen Sinterschale verbessert das Sinterergebnis. Grund für die Verbesserung kann die Schaffung eines in Bezug auf Sauerstoff mit reduzierenden Wänden versehenen Innenraums sein. Es erfolgt eine Abschwächung der Störung durch Sauerstoff. Entsprechende Störungen können das Sintergut nicht mehr direkt erreichen. Es steigt die Wahrscheinlichkeit, dass die Störungen ausgewaschen und somit gemildert werden.

[0043] Das kontrollierte Zuführen und Abführen von Inertgas stellt sicher, dass der Innendruck in der Abdeckung nicht derart ansteigen kann, dass diese angehoben wird. Auf diese Weise gelingt ein Sauerstoffausschluss. Anstelle von einer oder mehrerer Schutzgasableitungsöffnungen in der Basisplatte kann auch in der Abdeckung z. B. zumindest eine durch Laser ausgebildete Öffnung vorhanden sein, um kontrolliert Inertgas auslassen zu können.

[0044] Abweichend von üblichen Techniken werden keine Hohlkugeln zum Lagern des Sinterguts in der Schale eingesetzt. Hohlkugeln können Sauerstoff speichern und vergiften somit bei hohen Temperaturen die Atmosphäre in unmittelbarer Nähe des Sinterguts. Erfindungsgemäß werden dichte Kugeln eingesetzt, die Sauerstoff nicht speichern können. Dabei zeigt sich Zirkoniumoxid als Material für die Kugeln überraschenderweise als geeignet, obwohl dieses anfänglich in sauerstoffarmer Atmosphäre zur Sauerstoffabgabe neigt. Nach erfolgter Sauerstoffabgabe, die z. B. durch einen Temperaturzyklus er-

zielt wird, zeigen entsprechende Vollkugeln aus Zirkoniumoxid reduzierende Wirkung für Sauerstoff.

[0045] Um die Abdeckung und die Schale ordnungsgemäß auf der Basisplatte zu positionieren, sieht der Stand der Technik üblicherweise Stufen vor. Hiervon löst sich die Erfindung und setzt eine ebene Platte ein, die auf einfache Weise im Bereich der Kontaktflächen mit der Abdeckung poliert werden kann, damit in einem Umfang eine Abdichtung erfolgt, dass ein Eindringen von Sauerstoff dem Grunde nach nicht oder nicht wesentlich möglich ist. Da keine Stufen vorhanden sind, ergeben sich auch keine Dickenunterschiede in der Basisplatte, so dass infolgedessen thermische Spannungen reduziert werden.

[0046] Die kurzzeitig hohen Temperaturen im Inneren der Schale führen zu einem oberflächlichen Schmelzen, so dass bei Gerüsten die Oberfläche annähernd wie bereits zahntechnisch poliert erscheint.

[0047] Durch die Verwendung von Siliziumcarbidmaterialien ergibt sich des Weiteren der Vorteil, dass während der Temperaturzyklen Silizium abgegeben wird, wodurch der Schmelzpunkt von Legierungen herabgesetzt wird, insbesondere von Kobalt-Chrom-Legierungen. Die Kontamination des Silizium führt somit überraschenderweise zu einem gewünschten Effekt.

[0048] Weitere Einzelheiten, Vorteile und Merkmale der Erfindung ergeben sich nicht nur aus den Ansprüchen, den diesen zu entnehmenden Merkmalen – für sich und/oder in Kombination-, sondern auch aus der nachfolgenden Beschreibung von den Zeichnungen zu entnehmenden bevorzugten Ausführungsbeispielen.

[0049] Es zeigen:

[0050] [Fig. 1](#) eine erste Ausführungsform einer Vorrichtung zum Sintern von Sintergut,

[0051] [Fig. 2](#) eine zweite Ausführungsform einer entsprechenden Vorrichtung und

[0052] [Fig. 3](#) ein Zeittemperaturdiagramm.

[0053] In den [Fig. 1](#) und [Fig. 2](#), in denen grundsätzlich für gleiche Elemente gleiche Bezugszeichen verwendet werden, ist jeweils rein prinzipiell eine Ausführungsform einer Vorrichtung **10**, **100** dargestellt, mit der metallisches Sintergut, insbesondere Zahngerüste gesintert werden. Wie sich aus der [Fig. 1](#) prinzipiell ergibt, befindet sich die Vorrichtung **10** – entsprechend die Vorrichtung **100** – in einem Innen- oder Sinterraum **12** eines Sinterofens, von dem Wandungen **14**, **16** prinzipiell und im Ausschnitt dargestellt sind. In dem Sinterraum **12** werden die erforderlichen Temperaturen eingestellt, um in der Vorrich-

tung **10, 100** vorhandenes Sintergut im erforderlichen Umfang zu sintern.

[0054] Die Vorrichtung **10** besteht aus einer Basisplatte **14**, einer als Glocke zu bezeichnenden topf- oder haubenförmigen Abdeckung **16**, einer im Schnitt U-förmigen Schale **18** sowie einem als Verschlusselement bezeichneten Deckel **20**, mittels dessen die Schale **18**, die im Ausführungsbeispiel im Schnitt eine U-Form aufweist, grundsätzlich nicht völlig dicht verschlossen wird.

[0055] Des Weiteren ist die Schale über ein Ringelement **22** auf der Basisplatte **14** abgestützt. Das Ringelement **22** weist Aussparungen **24, 26, 28** auf, damit eine Verbindung zwischen dem von der Glocke **16** umgebenen Innenraum **30** und dem von dem Ringelement **22** umgebenen Raum **32** besteht. Der von der Schale **18** umgebene und von dem Deckel **20** abgeschlossene Innenraum wird mit dem Bezugszeichen **34** gekennzeichnet, in dem das in [Fig. 1](#) nicht dargestellte Sintergut angeordnet wird.

[0056] Entsprechend der erfindungsgemäßen Lehre sind die Basisplatte **14**, die Glocke **16**, die Schale **18**, der Deckel **20** sowie das Ringelement **22** bevorzugterweise aus SiC hergestellt, gleichwenn als alternative Materialien auch SiN in Frage kommen kann.

[0057] Die Basisplatte **14** und der umlaufende Rand **36** der Glocke **16** sind in einem Umfang plan geschliffen, dass ein formschlüssiges Aufstehen der Glocke **16** auf der Basisplatte **14** sichergestellt ist. Hierdurch wird dem Grunde nach ein Eindringen von Sauerstoff verhindert.

[0058] Erfindungsgemäß sollte der Deckel **20** den Innenraum **34** der Schale **18** nicht vollständig abdichten, so dass strömungstechnisch eine Verbindung zwischen dem Innenraum **30**, der sich zwischen der Schale **18** und der Glocke **16** erstreckt, mit dem von der Schale **18** umgebenden Innenraum **34** besteht. Liegt der Deckel **20** abdichtend auf der Schale **18**, so weist der Deckel **20** zumindest eine Durchbrechung auf, damit ein Durchspülen des Innenraums **34** der Schale **18** erfolgen kann. Äquivalent wäre eine Durchbrechung in der Schale **18**.

[0059] Um Oxidation und Verfärbungen zu vermeiden, wird dem Innenraum **30** über eine im Ausführungsbeispiel in der Basisplatte **14** vorhandene Öffnung **38** ein Schutzgas wie z.B. Argon oder Stickstoff zugeführt. Dieses Schutzgas gelangt in den von der Schale **18** umgebenen Innenraum **34**, da erwähnenswertenmaßen der Deckel **20** die Schale **18** nicht abdichtet. Alternativ oder ergänzend gelangt das Schutzgas über die zumindest eine Durchbrechung in dem Deckel **20** und/oder in der Schalenwandung.

[0060] Das dem Innenraum **30** zugeführte Gas strömt sodann über eine vorzugsweise gleichfalls in der Basisplatte **14** vorhandene Öffnung aus. Es besteht jedoch auch die Möglichkeit, in der Umfangswandung der Glocke **16** z. B. mittels Laser zumindest eine Öffnung herzustellen, über die Gas ausströmt. Dabei wird das ausströmende Gas vorzugsweise derart in den Sinterraum **12** geleitet, dass die Glocke **16** zumindest im Bereich deren umlaufenden Randes **30** mit Schutzgas umspült wird.

[0061] Dadurch, dass der Deckel **20** nicht abdichtend auf der Schale **18** aufliegt, kann Schutzgas in den von der Schale **18** umgebenen Innenraum **34** strömen, in dem sich das Sintergut befindet. Gleichzeitig wird jedoch ein Eindringen von Sauerstoff durch Störungen reduziert. Entsprechendes gilt in Bezug auf die zumindest eine Durchbrechung.

[0062] Dem Schutzgas können gezielt Verunreinigungen beigemischt werden, um gewünschte Oberflächenlegierungen auf dem Gerüst auszubilden. Bei den Verunreinigungen kann es sich um eine oder mehrere Elemente vorzugsweise aus der Gruppe Au, Al, B, Pd, Pt, Ru, Si, Nb, Sn, Ta, Ti, V, Zn, Zr handeln. Die Verunreinigungen können auch Elemente sein, die von der Vorrichtung an das Schutzgas abgegeben werden.

[0063] Ergänzend oder alternativ besteht auch die Möglichkeit, das zu sinternde Gerüst mit einer Metallschicht zu versehen, um eine gewünschte Legierung herzustellen. Diese Schicht kann z. B. galvanisch oder in Form einer Paste aufgetragen werden. Typische Schichtdicken sollten zwischen 250 µm und 350 µm liegen, ohne dass hierdurch die erfindungsgemäße Lehre eingeschränkt wird.

[0064] Der Innenraum **30** sollte gegenüber der Umgebung einen erhöhten Druck aufweisen, wobei ein Überdruck zwischen 1 mbar und 25 mbar, insbesondere zwischen 2 mbar und 10 mbar zu bevorzugen ist.

[0065] Das Ausführungsbeispiel der [Fig. 2](#) unterscheidet sich von dem der [Fig. 1](#) dahingehend, dass die Schale **18** nicht auf einem Ring **22**, sondern von von der Bodenwandung **40** abragende Vorsprünge **42, 44** abgestützt ist. Dabei sind insbesondere drei Vorsprünge vorgesehen, die gleichmäßig verteilt auf einem Kreis angeordnet sind. Ansonsten entspricht die Ausführungsform der [Fig. 1](#), so dass auf die diesbezüglichen Erläuterungen verwiesen wird.

[0066] Durch die Abstützung der Schale **18** auf dem Ring **22** oder über die Vorsprünge **42, 44** ergibt sich der Vorteil, dass die Basisplatte **14** eine gleichbleibende Dicke aufweist, so dass Dickenunterschiede vermieden und infolgedessen interne Spannungen reduziert werden.

[0067] Damit beim Sintern das in dem Innenraum **34** vorhandene Sintergut **46** die Innenflächen der Schale **18** nicht berührt, ist auf der Innenseite **48** der Bodenwandung **40**, also der Bodenfläche ein kugeliges Schüttgut **50** eingebracht, das aus Vollkugeln besteht. Als Materialien kommen bevorzugterweise Aluminiumoxid oder Zirkoniumoxid in Frage. Die Vollkugeln haben den Vorteil, dass Sauerstoff nicht gespeichert werden kann. Dies gilt auch für Zirkoniumoxidkugeln, die zwar in sauerstoffarmer Atmosphäre anfangs zu Sauerstoffabgabe neigen. Nach erfolgter Sauerstoffabgabe zeigen diese jedoch reduzierende Wirkung.

[0068] Als bevorzugte Abmessungen der insbesondere aus Siliziumcarbid bestehenden Bauelemente sind anzugeben:

Basisplatte 14 :	Durchmesser 90 mm bis 110 mm, Dicke 2 bis 4 mm;
Glocke 16 :	Außendurchmesser 95 mm bis 105 mm, Wandstärke 3 mm bis 5 mm, Höhe 50 mm bis 55 mm;
Ringelement 22 :	4 mm bis 8 mm, Außendurchmesser 60 mm bis 70 mm, Wandstärke 3 mm bis 5 mm;
Sinterschale 18 :	Höhe 30 mm bis 35 mm, Außendurchmesser 80 mm bis 90 mm, Wandstärke 3 mm bis 5 mm;
Deckel 20 :	gleich Außendurchmesser Schale 18 , Dicke im Randbereich 2 mm bis 5 mm, Dicke Mittenbereich 4 mm bis 8 mm.

[0069] Wie sich aus der zeichnerischen Darstellung ergibt, kann der Abstand zwischen Außenfläche der Schale **18** und Innenfläche der Glocke **16** relativ klein gewählt werden. Dies hat den Vorteil, dass hierdurch ein Eindringen von Sauerstoff in den Innenraum **34** der Schale **18** zusätzlich behindert wird, insbesondere dann, wenn sich die Schutzgasauslassöffnung im Randbereich der Glocke **16** befindet und diese durchsetzt.

[0070] Der **Fig. 3** ist eine Heiz- und Kühlkurve zu entnehmen, um das Sintergut **46** zu sintern. Die Kurve gemäß **Fig. 3** gilt für ein größeres Objekt, das zu sintern ist. Als Beispiel ist ein zahntechnisches Brückengerüst mit 4 Gliedern zu nennen.

[0071] Rein prinzipiell ergibt sich, dass der Sinterofen und damit der Sinterraum **12** infolgedessen auch das Sintergut **46** zunächst von der Zimmertemperatur T_2 auf eine Temperatur T_1 aufgeheizt wird, wobei T_1 zwischen 800 °C und 1100 °C bei Kobalt-Chrom-Legierungen als Material für das Sintergut **46** liegt. Die Aufheizrate sollte bevorzugterweise zwischen 20 K/min und 80 K/min liegen. Auf der Temperatur T_1 wird

das Sintergut **46** über eine Zeit t_1 zwischen 1 min und 10 min gehalten. Sodann erfolgt eine Aufheizung von der Temperatur T_1 auf eine Temperatur T_2 zwischen 1200 °C und 1350 °C mit einer Aufheizrate zwischen 5 K/min und 30 K/min. Bei der Temperatur T_2 wird das Sintergut **46** über eine Zeit t_2 zwischen 5 und 120 min gehalten und sodann auf eine Temperatur unterhalb von 400 °C abgekühlt, wobei zumindest eine Abkühlrate zwischen 5 K/min und 100 K/min zu wählen ist.

[0072] Sodann erfolgt eine Abkühlung auf Zimmertemperatur, wobei bevorzugterweise die Vorrichtung **10**, **100** aus dem Sinterraum **12** entfernt wird. Hierzu kann die Vorrichtung **10**, **100** abgesenkt werden, wie durch den Doppelpfeil **52** symbolisiert wird. Gegebenenfalls kann das Sintergut nach dem Abkühlen auf die Temperatur T_1 über eine Zeit zwischen 1 min und 10 min bei der Temperatur T_1 gehalten werden.

[0073] Wie sich aus der Prinzipdarstellung der **Fig. 3** ergibt, kann das Sintergut nach Erreichen der Temperatur T_2 kurzfristig auf eine höhere Temperatur T_3 (gestrichelter Bereich) erhitzt werden, um ein oberflächliches Aufschmelzen zu erreichen.

[0074] Das Aufheizen auf die Temperatur T_1 , Halten bei dieser Temperatur und sodann das weitere Aufheizen auf die Temperatur T_2 mit gegebenenfalls voneinander abweichenden Aufheizraten beim Sintern kleiner Objekte, wie ein Gerüst für einen Zahn, ist nicht erforderlich. Vielmehr kann ein unmittelbares Aufheizen von der Zimmertemperatur auf die Temperatur T_2 erfolgen. Unabhängig hiervon besteht gleichfalls die Möglichkeit, nach dem Halten auf der Temperatur T_2 eine kurzfristige Temperaturerhöhung auf eine Temperatur T_3 durchzuführen, um ein oberflächliches Aufschmelzen des Sintergutes zu erreichen.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- DE 202010007606 U [[0003](#)]
- DE 202010002533 U [[0003](#)]

Patentansprüche

1. Verfahren zum Sintern von metallischem Sintergut, insbesondere in Form eines Zahngerüstes, insbesondere unter Verwendung einer Vorrichtung umfassend eine das Sintergut aufnehmende auf einer Basisplatte angeordnete Schale, eine die Schale umgebende topfförmige Abdeckung, deren Rand gegenüber der Basisplatte abgedichtet ist, sowie mit von der Abdeckung umgebenem Innenraum verbundene Schutzgaszuführungs- und -ableitungsöffnung, wobei der Innenraum der topfförmigen Abdeckung mit Schutzgas durchspült wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass dem Schutzgas gezielt Verunreinigungen beigegeben werden oder von dem Schutzgas Verunreinigungen aufgenommen werden und dass die Verunreinigung zumindest ein Element oder mehrere Elemente aus der Gruppe Au, Al, B, Pd, Pt, Ru, Si, Nb, Sn, Ta, Ti, V, Zn, Zr ist.

2. Verfahren zum Sintern von metallischem Sintergut, insbesondere in Form eines Zahngerüstes, insbesondere unter Verwendung einer Vorrichtung umfassend eine das Sintergut aufnehmende auf einer Basisplatte angeordnete Schale, eine die Schale umgebende topfförmige Abdeckung, deren Rand gegenüber der Basisplatte abgedichtet ist, sowie mit von der Abdeckung umgebenem Innenraum verbundene Schutzgaszuführungs- und -ableitungsöffnung, wobei der Innenraum der topfförmigen Abdeckung mit Schutzgas durchspült wird, dadurch gekennzeichnet, dass das Sintergut vor dem Sintern oberflächlich mit einer ein Element oder mehrere Elemente aus der Gruppe Au, Al, B, Pd, Pt, Ru, Si, Nb, Sn, Ta, Ti, V, Zn, Zr Metall enthaltenden Schicht versehen wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht galvanisch oder als Paste aufgetragen oder durch thermische Zersetzung einer das zumindest eine Element enthaltenden Verbindung erzeugt wird.

4. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Schicht mit einer Dicke d mit $250 \mu\text{m} \leq d \leq 350 \mu\text{m}$ aufgetragen wird.

5. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Schale nach Einbringen des Sinterguts in diese von einer Verschlusseinrichtung abgedeckt wird, über die Schutzgas ins Innere der Schale eindringt, und dass der Innenraum der topfförmigen Abdeckung mit einem ein Anheben der Abdeckung ausschließenden Überdruck mit dem Schutzgas beaufschlagt wird, insbesondere mit einem Überdruck p mit $1 \text{ mbar} \leq p \leq 20 \text{ mbar}$.

6. Verfahren nach zumindest Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Sintergut ein grö-

ßeres Objekt, insbesondere ein dentales Brückengerüst, insbesondere ein Brückengerüst mit zumindest drei Brückengliedern, insbesondere fünf Brückengliedern, verwendet wird, und dass das Sintergut in einem Sinterraum von Zimmertemperatur auf eine Temperatur T_1 mit $800 \text{ }^\circ\text{C} \leq T_1 \leq 1100 \text{ }^\circ\text{C}$ mit einer Heizrate R_1 mit $5 \text{ K/min} \leq R_1 \leq 100 \text{ K/min}$, insbesondere $20 \text{ K/min} \leq R_1 \leq 80 \text{ K/min}$, aufgeheizt, nach gegebenenfalls einer Haltezeit t_1 bei der Temperatur T_1 mit $1 \text{ min} \leq t_1 \leq 10 \text{ min}$ auf eine Temperatur T_2 mit $1200 \text{ }^\circ\text{C} \leq T_2 \leq 1350 \text{ }^\circ\text{C}$ mit einer Heizrate R_2 mit $5 \text{ /min} \leq R_2 \leq 30 \text{ K/min}$ aufgeheizt wird, das Sintergut bei der Temperatur T_2 für eine Zeit t_2 mit $5 \text{ min} \leq t_2 \leq 120 \text{ min}$, insbesondere $15 \text{ min} \leq t_2 \leq 50 \text{ min}$ gehalten wird, wobei gegebenenfalls das Sintergut anschließend auf eine Temperatur T_3 mit $T_3 > T_2$ zum oberflächlichen Schmelzen des Sinterguts erhitzt wird, und sodann von der Temperatur T_2 bzw. T_3 auf eine Temperatur unterhalb $400 \text{ }^\circ\text{C}$ mit einer Abkühlrate R_3 abgekühlt wird, die vorzugsweise zumindest zu Beginn des Abkühlens beträgt $5 \text{ K/min} \leq R_3 \leq 100 \text{ K/min}$.

7. Verfahren nach zumindest Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Sintergut zum Sintern in einem Sinterraum von Zimmertemperatur auf eine Temperatur T_2 mit $1200 \text{ }^\circ\text{C} \leq T_2 \leq 1350 \text{ }^\circ\text{C}$ mit einer Heizrate R_2 aufgeheizt wird, bei der Temperatur T_2 über eine Zeit t_2 mit $5 \text{ min} \leq t_2 \leq 220 \text{ min}$, insbesondere $15 \text{ min} \leq t_2 \leq 60 \text{ min}$, gehalten wird, wobei gegebenenfalls das Sintergut anschließend auf eine Temperatur T_3 mit $T_3 > T_2$ zum oberflächlichen Aufschmelzen des Sinterguts erhitzt wird, und sodann von der Temperatur T_2 bzw. T_3 auf eine Temperatur unterhalb $400 \text{ }^\circ\text{C}$ mit einer Abkühlrate R_3 abgekühlt wird, wobei die Abkühlrate R_3 vorzugsweise anfänglich $5 \text{ K/min} \leq R_3 \leq 100 \text{ K/min}$ beträgt.

8. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizrate R_2 auf einen Wert mit $5 \text{ K/min} \leq R_2 \leq 100 \text{ K/min}$, insbesondere $20 \text{ K/min} \leq R_2 \leq 80 \text{ K/min}$ eingestellt wird.

9. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zum Abkühlen oder während des Abkühlens des Sinterguts die Basisplatte mit der Schale, deren Verschlusselement und der Abdeckung aus dem Sinterraum zumindest bereichsweise, vorzugsweise vollständig entfernt wird.

10. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Sintergut ein solches verwendet wird, das aus einer Kobalt-Chrom-Legierung, vorzugsweise aus einer CoCrMo-Legierung besteht.

11. Vorrichtung (**10**, **100**) zum Durchführen des Verfahrens nach zumindest Anspruch 1 oder An-

spruch 2, umfassend eine das Sintergut aufnehmende auf einer Basisplatte (14) angeordnete Schale (18), eine die Schale umgebende topfförmige Abdeckung (16), deren Rand (36) gegenüber der Basisplatte abgedichtet ist, sowie mit von der topfförmigen Abdeckung umgebenem Innenraum (30) verbundene Schutzgaszuführungs- und -ableitungsöffnung (38), dadurch gekennzeichnet, dass die Schale (18) von einem Verschlusselement (20) abgedeckt ist, wobei Innenraum (34) der Schale bei diese abdeckendem Verschlusselement mit dem Innenraum der Abdeckung gasstrommäßig verbunden ist und/oder dass die Basisplatte (14), die Schale (18) und die Abdeckung (16) aus einem Material aus der Gruppe SiC, SiN besteht.

12. Vorrichtung nach zumindest Anspruch 11, dass die Abdeckung (16) unmittelbar mit ihrem Rand (36) gasdicht auf der Basisplatte (14) abgestützt ist.

13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Schale (18) auf einem Durchbrüche (24, 26, 28) aufweisenden Ring (22) abgestützt ist, der seinerseits auf der Basisplatte (14) angeordnet ist, wobei vorzugsweise die Bodenplatte innerhalb des Rings von der Schutzgaszuführungsöffnung (38) und gegebenenfalls der Schutzgasableitungsöffnung durchsetzt ist.

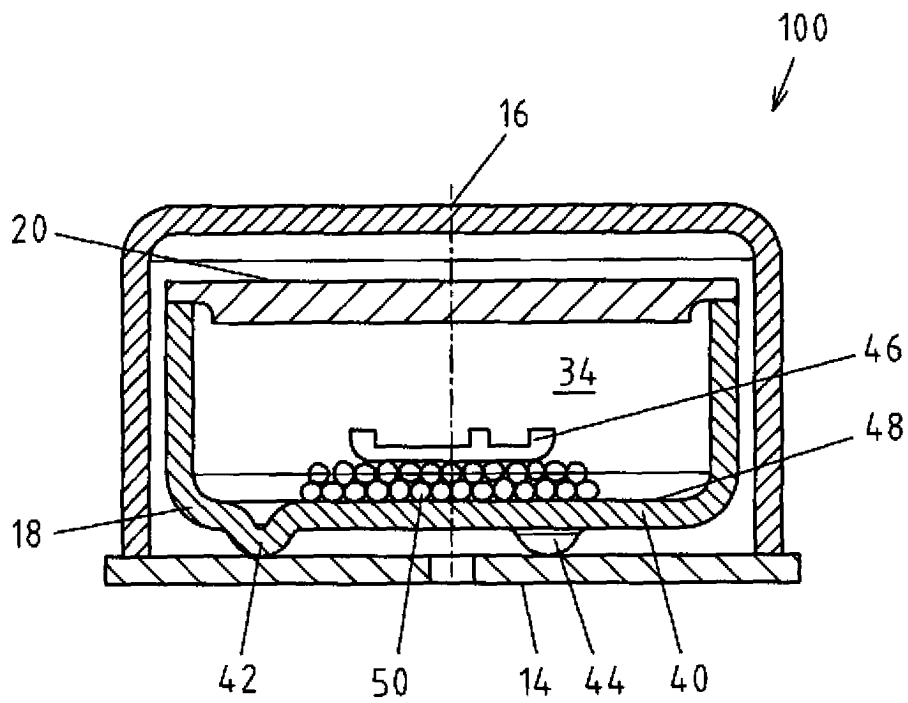
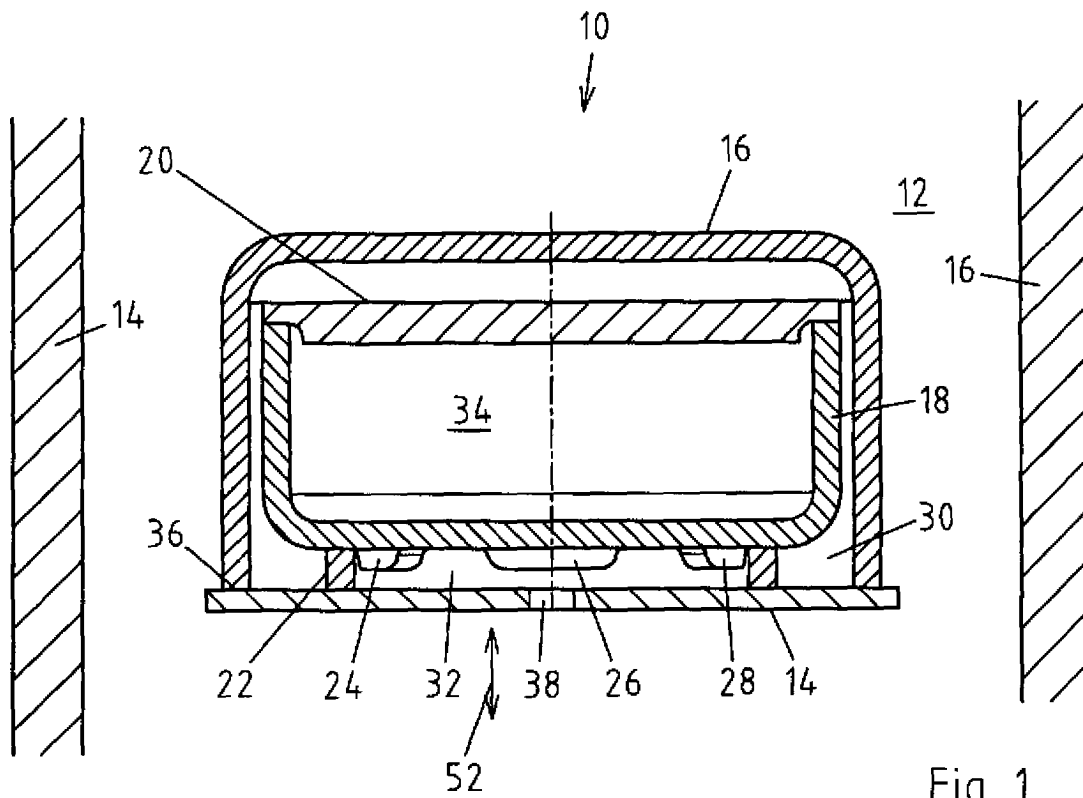
14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass von der Bodenwandung (40) der Schale (18) Vorsprünge (42, 44), vorzugsweise zumindest drei gleichmäßig auf einem Kreis angeordnete Vorsprünge, ausgehen, über die die Schale auf der Basisplatte (14) abgestützt ist.

15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass in der Schale (18) das Sintergut (46) auf Schüttgut (50) in Form von Vollkugeln aus Keramik, insbesondere aus Zirkoniumoxid oder Al_2O_3 angeordnet ist.

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass der Innenraum (30) der Abdeckung (16) mit einem ein Anheben der Abdeckung ausschließenden Überdruck, insbesondere mit einem Überdruck p mit $1 \text{ mbar} \leq p \leq 25 \text{ mbar}$, vorzugsweise $2 \text{ mbar} \leq p \leq 10 \text{ mbar}$, gegenüber Umgebungsdruck beaufschlagt ist.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen



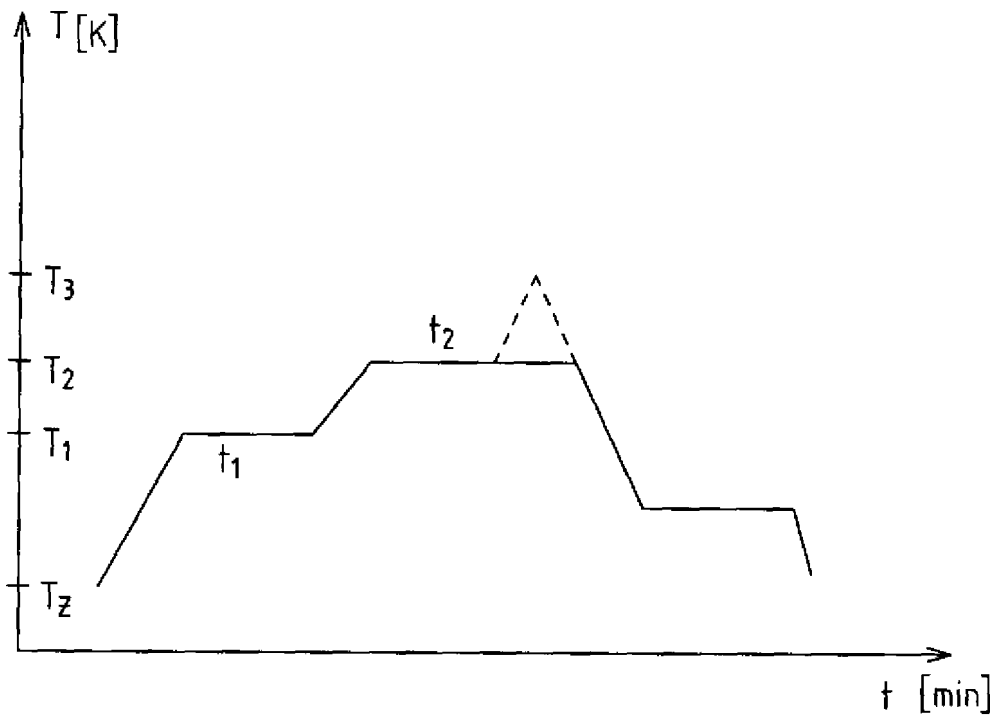


Fig. 3