

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6444864号  
(P6444864)

(45) 発行日 平成30年12月26日 (2018.12.26)

(24) 登録日 平成30年12月7日 (2018.12.7)

(51) Int. Cl.	F I		
<b>F 2 7 B</b> 5/18	<b>(2006.01)</b>	F 2 7 B	5/18
<b>A 6 1 C</b> 13/00	<b>(2006.01)</b>	A 6 1 C	13/00 K
<b>C 0 4 B</b> 35/48	<b>(2006.01)</b>	C 0 4 B	35/48
<b>F 2 7 B</b> 17/00	<b>(2006.01)</b>	F 2 7 B	17/00 C
<b>F 2 7 B</b> 5/12	<b>(2006.01)</b>	F 2 7 B	5/12

請求項の数 21 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2015-523537 (P2015-523537)
(86) (22) 出願日	平成25年7月24日 (2013.7.24)
(65) 公表番号	特表2015-531048 (P2015-531048A)
(43) 公表日	平成27年10月29日 (2015.10.29)
(86) 国際出願番号	PCT/EP2013/065566
(87) 国際公開番号	W02014/016320
(87) 国際公開日	平成26年1月30日 (2014.1.30)
審査請求日	平成28年7月21日 (2016.7.21)
(31) 優先権主張番号	102012213279.1
(32) 優先日	平成24年7月27日 (2012.7.27)
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)
(31) 優先権主張番号	61/676,647
(32) 優先日	平成24年7月27日 (2012.7.27)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

(73) 特許権者	500058187
	シロナ・デンタル・システムズ・ゲゼルシャフト・ミット・ベシュレンクテル・ハフツング
	ドイツ連邦共和国、デー-64625 ベンスハイム、ファブリークシュトラッセ、31
(74) 代理人	100114775
	弁理士 高岡 亮一
(74) 代理人	100121511
	弁理士 小田 直
(74) 代理人	100191086
	弁理士 高橋 香元

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 焼結材料から成る部材、特にデンタル部材のための焼結炉及びこのような部材の焼結方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

デンタル部材及びセラミックスから成る部材から選択される焼結材料から成る部材(9)のための焼結炉(1)であって、焼結する前記部材(9)のための加熱可能な炉室(2)を含み、前記炉室(2)は焼結する前記部材(9)を当該炉室(2)内へ導入するために開放される壁部分(6)を備えており、また、前記炉室(2)用の加熱装置(5)によって前記炉室(2)の加熱を制御する制御部(11)が設けられている前記焼結炉において、

前記制御部(11)が複数の手段(31、32)を備えており、これら手段によって、前記壁部分(6)の開放、保持及び閉鎖という工程を有する負荷順序の継続時間がそれぞれ加熱された前記炉室(2)において個々の工程で若しくは工程全体で検出可能であり、及び/又は前記工程における前記炉室(2)内の温度低下がやはり個々の工程で若しくは工程全体で検出可能であること、及び前記制御部(11)には、前記負荷順序に続いて設定される前記炉室(2)の複数の温度プロファイルがメモリされており、これら温度プロファイルのうちいずれかが、個々の工程若しくは工程全体の継続時間に依りて、及び/又は個々の工程若しくは工程全体における前記炉室(2)内の温度低下に依りて、前記制御部に設けられた選択手段又は比較手段(33)によってメモリ領域(34)から選択可能であることを特徴とする焼結炉。

【請求項 2】

前記焼結炉を操作するための操作要素(12)が設けられ、前記操作要素(12)を操

作すると、前記制御部（１１）による継続時間及び／又は温度低下の検出が行われることを特徴とする、請求項１記載の焼結炉。

【請求項３】

モータによって前記壁部分（６）を開閉するために複数の駆動手段（１０）及び前記駆動手段（１０）の操作要素（１２'）がさらに設けられ、前記駆動手段（１０）が、あらかじめ設定された負荷順序に応じて前記制御部（１１）を介して前記操作要素（１２'）により操作されていることを特徴とする、請求項１又は２記載の焼結炉。

【請求項４】

デンタル部材及びセラミックスから成る部材から選択される焼結材料から成る部材（９）のための焼結炉（１）であって、焼結する前記部材（９）のための加熱可能な炉室（２）を含み、前記炉室（２）は、焼結する前記部材（９）を当該炉室（２）内へ導入するために開放される壁部分（６）を備えており、前記炉室（２）用の加熱装置（５）が設けられており、制御部（１１）によって前記炉室（２）の加熱が行われる前記焼結炉において、

前記制御部（１１）が、前記壁部分（６）の開放、保持及び閉鎖という工程を有する、あらかじめ設定された負荷順序をそれぞれ加熱された前記炉室において備えていること、前記工程が自動的に実行されるか、又は前記工程の順番が少なくとも１つの信号表示部（３５）によって知覚できるようになっていること、及び前記制御部（１１）が、前記負荷順序に続くあらかじめ設定された前記炉室（２）の温度プロファイルを備えていることを特徴とする焼結炉。

【請求項５】

モータによって前記壁部分（６）を開閉するために、複数の駆動手段（１０）及び該駆動手段（１０）用の制御部（１１）が設けられており、該制御部が前記駆動手段（１０）の操作要素（１２）を備えていること、及び該操作要素（１２）の操作により、前記駆動手段（１０）が前記制御部（１１）を介してあらかじめ設定された負荷順序に合わせて自動的に操作されていることを特徴とする、請求項４記載の焼結炉。

【請求項６】

開放される前記壁部分（６）が、前記部材（９）用のトレイとして形成されているとともに加熱された冷却領域（２１）を形成しており、該冷却領域は、前記炉室（２）に対して間隔をあけて配置されており、前記トレイ上に配置された前記部材（９）は、前記壁部分（６）が開放されている場合に前記炉室（２）によって加熱可能であるが、独立したヒータ装置（３１）を装備することもできること、前記制御部が、焼結過程後に前記壁部分（６）を開放するため、前記冷却領域（２１）に前記壁部分（６）を保持するため、並びに前記炉室（２）又は独立した前記ヒータ装置（３１）の加熱を決定するための冷却順序を有していること、並びに前記制御部（１１）によって作動可能なコントロール信号があり、該コントロール信号は、前記冷却領域（２１）内又は前記炉室（２）内が冷却温度に達したことを表示することを特徴とする、請求項４又は５記載の焼結炉。

【請求項７】

前記加熱装置（５）が、前記負荷順序後に、少なくとも平均で１．０ / 秒及び最大値として最大 6 / 秒の前記炉室（２）の加熱速度を有することを特徴とする、請求項１～６のいずれか１項に記載の焼結炉。

【請求項８】

前記制御部（１１）がインプット手段（１２）を備えており、これによって、前記部材（９）の構造寸法に応じて、あるいは焼結する前記部材（９）の最大壁厚又は最大断面積又は体積の幾何学的特徴に応じて、あるいは焼結する前記部材（９）の材料種類又はそれらの組合せに応じて、温度プロファイルを選択することを特徴とする、請求項１～７のいずれか１項に記載の焼結炉。

【請求項９】

前記制御部（１１）が、焼結する前記部材（９）についての情報を有するバーコード及び／又は機械読取り可能なその他の識別記号のための解析手段（１１．１）を備えており

10

20

30

40

50

、それによって、焼結する前記部材(9)の最大壁厚、焼結する前記部材(9)の体積、焼結する前記部材(9)の材料種類又はタイプ、あるいはそれらの組合せを考慮して温度プロファイルを自動的に規定することを特徴とする請求項1~7のいずれか1項に記載の焼結炉。

【請求項10】

請求項1~9のいずれか1項に記載の焼結炉(1)における、デンタル部材及びセラミックスから成る部材から選択される焼結材料から成る部材(9)の焼結方法であって、以下の工程：

a) 炉ヒータ(5)をオンにして炉室(2)を予熱するとともに前記炉室(2)の壁部分(6)を開放する；

b) 焼結する前記部材(9)を開放された前記壁部分(6)上の支持部(8)に取り付けることで前記炉室(2)にロードする；

c) 前記炉室(2)を閉鎖する；

d) 継続時間 $H U 2$ の間に保持温度 $T_H$ まで前記炉室(2)を加熱する；

e) 継続時間 $H$ の間、保持温度を維持する；

f) 炉ヒータをオフ又は炉ヒータをオンにして前記炉室(2)を開放する；

g) 第1の冷却段のため、加熱された第1の冷却領域(21)に前記部材(9)を、前記部材(9)が載せられている前記支持部(8)と一緒に運搬し、冷却継続時間 $C D 1$ の間放置する；

i) 前記支持部(8)から前記部材(9)を取り除き、前記部材(9)を室温の台座(26)に載せることでもう1つの冷却段のためにもう1つの冷却領域(27)に運搬し、冷却継続時間 $C D 3$ の間放置すること

を含み、

j) このとき、

- 少なくとも2秒、最大で2分の継続時間 $L$ のステップa)~c)；

- 最大で8分の継続時間 $H U 2$ のステップd)

- 最大で15分の継続時間 $H$ のステップe)；

- 少なくとも0.5分、最長でも5分の冷却継続時間 $C D 1$ のステップf)及びg)

；

- 少なくとも0.5分、最長でも10分の冷却継続時間 $C D 3$ のステップi)

が実行される方法。

【請求項11】

前記第1の冷却段と前記もう1つの冷却段との間に、第2の冷却段があり、前記支持部(8)と共に前記部材(9)が、前記第1の冷却領域(21)から前記第2の冷却段のための第2の冷却領域へ運搬され、1~5分の冷却継続時間 $C D 2$ の間とどまっていることを特徴とする、請求項10記載の方法。

【請求項12】

前記部材(9)の構造寸法、又は焼結する前記部材(9)の最大壁厚若しくは最大部材断面積若しくは体積の幾何学的特徴、又は焼結する前記部材(9)の材料種類又は焼結される前記部材(9)のそれらの組合せに関する情報を、バーコード及び/又は機械読取り可能なその他の識別記号から解析手段(11.1)によって自動的に解析すること、及び温度特性が自動的に特定されることを特徴とする、請求項10又は11記載の方法。

【請求項13】

前記工程a)~i)の各継続時間が、焼結する前記部材についての情報に基づき前記解析手段(11.1)によって自動的に特定され、焼結する前記部材の最大壁厚、焼結する前記部材の体積、焼結する前記部材の材料種類若しくはタイプ、又はそれらの組合せが自動的に解析されることを特徴とする、請求項12記載の方法。

【請求項14】

前記第1の冷却段の加熱された前記第1の冷却領域(21)が、前記炉室(2)によって加熱されることを特徴とする、請求項10~13のいずれか1項に記載の方法。

10

20

30

40

50

## 【請求項 15】

前記支持部(8)上に配置された焼結する前記部材(9)が、前記炉室(2)の外部において、開放された前記壁部分(6)上に配置されることを特徴とする、請求項10~14のいずれか1項に記載の方法。

## 【請求項 16】

焼結性を有する酸化物セラミックス又はガラスセラミックスと、粉末冶金により製造された焼結性の非鉄金属材料とから成る部材(9)が使用されることを特徴とする、請求項10~15のいずれか1項に記載の方法。

## 【請求項 17】

酸化ジルコニウム及び半透明の酸化ジルコニウムから成る歯科技工部材(9)が0.1~6mmの壁厚で焼結されることを特徴とする、請求項10~16のいずれか1項に記載の方法。

10

## 【請求項 18】

コーピングの場合には前記部材(9)の壁厚が0.3~最大0.8mmであること、全部被覆冠の場合には前記部材(9)の材料厚さが0.3~最大4mmであること、及びブリッジ構造の場合には前記部材(9)の結合部断面積が最大20mm<sup>2</sup>であることを特徴とする、請求項10~17のいずれか1項に記載の方法。

## 【請求項 19】

前記工程e)の間、前記炉室(2)内の温度T<sub>0</sub>を最低でも、少なくとも80%の焼結度による焼結が可能であるような高さに調整すること、及び前記工程e)の間、前記炉室(2)内の前記温度T<sub>0</sub>を最大でも、この温度T<sub>max</sub>より上で生じる不利な相転移が回避されるような高さに調整することを特徴とする、請求項10~18のいずれか1項に記載の方法。

20

## 【請求項 20】

4.5~6質量%の酸化イットリウムY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加割合を有する基礎タイプの酸化ジルコニウムZrO<sub>2</sub>に基づく歯科的な酸化ジルコニウムのために、前記工程e)における前記炉室(2)内の温度T<sub>0</sub>が、少なくとも1550、最大で1600であることを特徴とする、請求項10~19のいずれか1項に記載の方法。

## 【請求項 21】

前記炉室(2)が、工程d)の間、少なくとも平均で1.0 / 秒及び最大値として最大6 / 秒の加熱率を有することを特徴とする、請求項10~20のいずれか1項に記載の方法。

30

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、焼結材料から成る部材、特にデンタル部材及び特にセラミックスから成る部材のための焼結炉並びにこのような部材の焼結方法に関する。歯科修復のための部材は、技術部材と比べてわずかな体積、わずかな壁厚及び小さな部材断面積を有している。

## 【背景技術】

## 【0002】

40

焼結炉の形成に重要なのは、焼結する材料である。基本的に金属製又はセラミックス製の成形体が焼結され、この成形体は、粉体をプレスしたものであり、必要に応じて直接又は焼結プロセス後にフライスプロセス又は研削プロセスによって更に加工されている。この材料により、必要な温度プロファイルが特定される。部材の大きさ及び量により、炉の構造寸法と、また温度プロファイルも特定される。炉が高温になればなるほど、断熱部の壁厚が大きくなる。炉の構造寸法、部材及び希望する加熱速度により、ヒータシステム及び制御特性の設計が特定される。このとき、電流供給も役割を担う。結果的に、実験室のための歯科用炉と工業用の焼結炉とを区別しているのは、とりわけ構造寸法である。

## 【0003】

熱処理プロセス、詳細には、焼結炉を使用して、あらかじめ焼結されたセラミックス又

50

は金属から成る歯科修復部を完全に焼結するプロセスは、今日、80分～数時間かかる。準備工程と次の工程も必要とする歯科修復部の製造プロセスは、個々の工程のこの時間要求によって大きく中断される。したがって、酸化ジルコニウムのいわゆる迅速焼結は、最短で80分を必要とする。現在、プロセス進行時間の短縮が可能となるのは、はるかに短い熱処理しか必要ないか、又は熱処理が全く不要な代替材料を使用する場合だけである。

【0004】

従来技術から、焼結する部材のための加熱可能な炉室を含む焼結炉が知られており、この炉室は、焼結する部材を炉室に入れるために開放される壁部分を備えている。壁部分をモータによって開閉するために複数の駆動手段が設けられており、また、これら駆動手段の操作要素を有する駆動手段用制御部も設けられている。さらに、炉室用の加熱装置が設けられているとともに、制御部は炉室の加熱に用いられる。

10

【0005】

このような焼結炉は、ベンスハイム(Bensheim)(ドイツ)のSirona Dental Systems GmbHによって、inFire HTC speedの名称で、ドイツにおいて2011年1月に市場に出された。この焼結炉により、フレームが二酸化ジルコニウムから成る場合、焼結過程が75%まで削減されることで、実験室におけるCAD/CAMプロセスがかなり加速される。この時間的利点は、特別なヒータ要素と、内部断熱材と、皿状の焼結台座と、平面平行状の底面及びロード面を有する角柱状又は円筒状の成形体とによって達成される。

【0006】

20

この焼結炉によって、最大5つの部分から成る二酸化ジルコニウム製のブリッジフレームを90分で密に焼結することが可能である。したがって、コンピュータで支援されて外装された多層ブリッジの製造が1日以内に可能である。さらに、通常の焼結プログラムと迅速な焼結プログラムの選択が、それぞれあらかじめ設定された焼結セラミックスの材料タイプに応じて行われる。指定された材料タイプとは無関係に、さらなる長時間の焼結プログラム及び迅速な焼結プログラムを個々にプログラムすることが可能である。その上、歯科技工士が夜間に焼結を行えるようにする時間選択機能が設定されている。より短い加熱時間及び冷却時間により、基本的に、機器は明らかに優れたエネルギー効率を達成する。

【0007】

30

国際公開第2012/057829号には、義歯部分が磁石コイルの中央へ配置されるように、密閉フランジを介して開放されている反応器内のガイド部上にこの義歯部分を配置することが開示されている。誘導加熱又はマイクロ波誘導されたプラズマの点火により、数時間の焼結時間が数分間へと短縮される。結合媒体として酸化ジルコニウムを指定するのは、この目的には適さない。なぜなら、この材料は約800以上でようやく使用可能なまでに導電性となるからである。

【0008】

セラミックス部材又は粉末冶金部材の製造経験に基づき、焼結のような熱処理プロセスは従来式に調整される。重要なのは、部材の全体加熱が常に炉の温度推移に従っていることにより、温度勾配を避けることである。なぜなら、温度勾配は、形状に応じて材料特性の不均一な形成を引き起こし、幾何学的遅延の原因となるおそれがあるためである。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】国際公開第2012/057829号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

したがって、本発明の課題は、製造時間をさらに短縮すること、しかしながらこのとき、焼結される部材の材料特性は維持したまま、この部材がさらに要件を満たしていること

50

にある。

【課題を解決するための手段】

【0011】

焼結材料から成る部材、特にデンタル部材及び特にセラミックスから成る部材のための本発明による焼結炉は、焼結する部材のための加熱可能な炉室を含み、この炉室は焼結する部材を当該炉室内へ導入するために開放される壁部分を備えており、また、炉室用の加熱装置によって炉室の加熱を制御する制御部が設けられている。この制御部は複数の手段を備えており、これら手段によって、壁部分の開放、保持及び閉鎖という工程を有する負荷順序の継続時間がそれぞれ加熱された炉室において個々の工程で若しくは工程全体で検出可能であり、及び/又は上記工程における炉室内の温度低下がやはり個々の工程で若しくは工程全体で検出可能である。制御部には、負荷順序に続いて設定される炉室の複数の温度プロファイルがメモリされており、これら温度プロファイルのうちいずれかが、個々の工程又は工程全体の継続時間に応じて、及び/又は個々の工程若しくは工程全体における炉室内の温度低下に応じて、制御部に設けられた選択手段又は比較手段によってメモリ領域から選択可能である。

10

【0012】

壁部分の開放、保持及び閉鎖という工程を有する負荷順序の継続時間を検出する手段として、それぞれ加熱された炉室において個々の工程で若しくは工程全体で時間計測装置が用いられ、この時間計測装置は、壁部分の動きに伴って自動的に作動するか、壁部分がいつ最終位置を離れたか、及び/又はいつ最終位置に達したかを検出する。上記工程における炉室の温度低下は、ここでも個々の工程で若しくは工程全体で温度測定機器によって検出することができ、温度測定機器は壁部分の動きに伴って自動的に読み取られるか、又は、壁部分が最終位置を離れたとき、及び/又は最終位置に到達したときに読み取られる。所定の温度プロファイルの選択に代えて、複数の既存の温度プロファイルから適合する温度プロファイルを算出することも可能である。

20

【0013】

好ましくは、制御部と連動して作用する操作要素を設けることができ、この操作要素を操作すると、制御部による継続時間及び/又は温度低下の検出が行われる。

【0014】

さらに、モータによって壁部分を開閉するために複数の駆動手段を設けることもでき、これらの駆動手段は、あらかじめ設定された負荷順序に応じて制御部を介して操作要素により操作されている。

30

【0015】

焼結材料から成る部材、特にデンタル部材及び特にセラミックスから成る部材のための、本発明によるもう1つの焼結炉は、焼結する部材のための加熱可能な炉室を含み、この炉室は、焼結する部材を当該炉室内へ導入するために開放される壁部分を備えている。モータによって壁部分を開閉するために、複数の駆動手段及びこれらの駆動手段用の制御部が設けられており、この制御部は、駆動手段の操作要素を備えている。さらに、炉室用の加熱装置も設けられており、制御部によって炉室の加熱が行われる。焼結プロセスを実行するための継続時間を最適化するため、制御部は、壁部分の開放、保持及び閉鎖という工程を有するとともに炉室の加熱を決定する、あらかじめ設定された自動的な駆動手段の負荷順序を備えている。操作要素の操作により制御部の負荷順序が作動し、駆動手段が制御部を介して負荷順序に合わせて自動的に操作される。

40

【0016】

正確に規定された負荷順序により、炉室の冷却及びこれに伴う温度損失がほぼ把握されるため、通常は室温において、開放された高温の壁部分を介して炉室内へ導入される焼結する部材の加熱状態も同様にほぼ把握されている。

【0017】

有利には、開放される壁部分が、部材用トレイとして形成可能であるとともに、開いた状態において加熱された冷却領域を形成しており、この冷却領域は、炉室に対して間隔を

50

あけて配置されている。トレイ上に配置された部材は、壁部分が開放されている場合に炉室によって加熱可能であるが、独立したヒータ装置を装備することもできる。制御部は、焼結過程後に壁部分を開放するため、冷却領域に壁部分を保持するため、並びに炉室又は独立したヒータ装置の加熱を決定するための冷却順序を有することができ、制御部によって作動可能なコントロール信号があってもよく、このコントロール信号は、冷却領域内又は炉室内が冷却温度に達したことを表示する。

【 0 0 1 8 】

冷却プロセスにおいて所定の条件を有する加熱された冷却領域を使用することで、時間的に最適化された再現可能な手順が可能になるとともに、熱衝撃としても知られる急速な冷却の危険が軽減されるため、材料の損傷が防止される。

10

【 0 0 1 9 】

継続時間を短くするために、加熱装置を抵抗ヒータとして形成できるため、加熱装置は、負荷順序後に、少なくとも平均で 1 . 0 / 秒及び最大値として最大 6 / 秒の炉室の加熱速度を有する。このとき、抵抗ヒータのヒータ要素は、最初から最大の電流消費で作動させることができる。

【 0 0 2 0 】

有利には、制御部がインプット手段を備えてもよく、これによって、部材の構造寸法に応じて、又は焼結する部材の最大壁厚若しくは最大断面積若しくは体積などの幾何学的特徴に応じて、又は焼結する部材の材料種類又はそれらの組合せに応じて、温度プロファイルを選択することができる。

20

【 0 0 2 1 】

このことは、時間的に最適化された温度プロファイルによって、焼結プロセスを焼結する部材に適合させられるという利点を有している。

【 0 0 2 2 】

有利には、制御部が、焼結する部材についての情報をバーコード及び/又は機械読取り可能なその他の識別記号から解析するための解析手段を備えていてもよく、それによって、部材の構造寸法、あるいは焼結する部材の最大壁厚又は最大部材断面積又は体積などの幾何学的特徴、あるいは焼結する部材の材料種類又は、あるいはそれらの組合せを考慮して、温度プロファイルを自動的に決定することができる。

【 0 0 2 3 】

30

焼結する部材の幾何形状に基づき、寸法、体積、壁厚及び断面積が分かる。特定される経験的プロセスモデルにより、温度プロファイルを上述の変数及びそれらから成る組合せに割り当てたり、温度プロファイルを生成したりすることが可能である。

【 0 0 2 4 】

本発明は、さらに、焼結材料から成る部材、特に焼結炉におけるデンタル部材の焼結方法にも関し、この方法は、以下の工程：

- a ) 炉ヒータをオンにして炉室を予熱するとともに炉室の壁部分を開放する；
  - b ) 特に炉室の外部で、支持部に配置された焼結する部材を開放された壁部分に取り付けることで炉室にロードする；
  - c ) 炉室を閉鎖する；
  - d ) 継続時間 H U 2 の間に保持温度まで炉室を加熱する；
  - e ) 継続時間 H の間、保持温度を維持する；
  - f ) 炉ヒータをオフ又は炉ヒータをオンにして炉室を開放する；
  - g ) 第 1 の冷却段のため、加熱された第 1 の冷却領域に部材を支持部と一緒に運搬し、冷却継続時間 C D 1 の間放置する；
  - h ) 第 2 の冷却段のため、第 1 の冷却領域から第 2 の冷却領域に部材を支持部と一緒に運搬し、冷却時間 C D 2 の間放置する；
  - i ) 支持部からの部材を取り除き、部材をほぼ室温の台座に載せることで第 3 の冷却段のために第 3 の冷却領域に運搬し、冷却継続時間 C D 3 の間放置する
- を含み、

40

50

- j) このとき、
1. 最大で2分、好ましくは1分の継続時間Lのステップa) ~ c) ;
  2. 最大で8分、好ましくは4 ~ 5分の継続時間H U 2のステップd) ;
  3. 最大で15分、好ましくは4 ~ 8分の継続時間Hのステップe) ;
  4. 少なくとも0.5分、最長でも5分の冷却継続時間C D 1のステップf) 及びg) ;
  5. 1 ~ 5分の冷却継続時間C D 2のステップh) ;
  6. 少なくとも0.5分、最長でも10分の冷却継続時間C D 3のステップi) ;
- が実行される。

## 【0025】

10

このような方法に基づき動作する焼結炉により、最長35分の製造時間を実現することができ、それぞれ示された好ましい範囲では、15 ~ 20分の総時間を実現することが可能である。このような熱処理のためのプロセス時間の短縮は、時間節約の範囲内で、プロセス進行時間の短縮に直接影響を及ぼす。これにより、ほぼ中断のない義歯部分の製造が可能である。

## 【0026】

熱処理は部材の体積並びに壁厚及び部材断面のような形状特徴に大きく左右される。したがって、部材の構造寸法、又は焼結する部材の最大壁厚若しくは最大部材断面積若しくは体積などの幾何学的特徴、又は焼結する部材の材料種類又はそれらの組合せに関する情報を有するバーコード及び/又は機械読取り可能なその他の識別記号から解析手段によって、情報を自動的に解析して、温度特性が自動的に特定される場合は有利である。

20

## 【0027】

焼結する部材のタイプとして、歯科分野の場合は枚挙にいとまがないが、インレー、アンレー、ベニア、コーピング、全部被覆冠、ブリッジ枠台、完全に解剖学的に形成されたブリッジ、インプラントアパットメントが使用される。

## 【0028】

有利には、工程a) ~ i) の各継続時間、特に工程e) からの継続時間Hが、焼結する部材についての情報に基づき解析手段によって自動的に特定され、焼結する部材の最大壁厚、焼結する部材の体積、焼結する部材の材料種類若しくはタイプ、又はそれらの組合せが自動的に解析される。

30

## 【0029】

第1の冷却段の加熱された冷却領域が、焼結炉、詳細には炉室によって加熱される場合は、コントロールされた第1の冷却領域を提供することが可能である。

## 【0030】

有利には、本方法が、焼結性を有する酸化物セラミックス又はガラスセラミックスと、特にCoCr、CoCrMo、CoCrW又はCoCrMoWをベースとする、粉末冶金により製造された焼結性の非鉄金属材料とから成る部材において使用される。

## 【0031】

さらに、本方法によって、酸化ジルコニウム及び半透明の酸化ジルコニウムから成る歯科技工部材が0.1 ~ 6mmの壁厚で焼結されることが有利である。

40

## 【0032】

有利には、コーピングの場合には壁厚が0.3 ~ 最大0.8mmであり、全部被覆冠の場合には材料厚さが0.3 ~ 最大4mmであり、ブリッジ構造の場合には結合部断面積が最大20mm<sup>2</sup>であってよい。

## 【0033】

有利には、工程e) の間、炉室内の温度を最低でも、この温度と設定された継続時間とにおいて少なくとも80%の焼結度による焼結が可能であるような高さに調整することができ、工程e) の間、炉室内の温度を最大でも、この温度より上で生じる不利な相転移が回避されるような高さに調整することができる。

## 【0034】

50

焼結は、規格で要求される、部材の材料特性及び光学特性が達成される焼結度を有する必要がある。このとき、焼結度は相対密度で表わされ、必要な特性を得るために、99.5%より大きな相対密度は必ずしも必要ではない。

【0035】

有利には、4.5~6質量%の酸化イットリウム $Y_2O_3$ の添加割合を有する基礎タイプの酸化ジルコニウム $ZrO_2$ に基づく歯科的な酸化ジルコニウムのために、工程e)における炉室内の温度が、少なくとも1550、最大で1600であってよい。これにより、保持時間における不利な相転移が回避される。

【0036】

有利には、炉室が、工程d)の間、少なくとも平均で1.0 /秒及び最大値として最大6 /秒の加熱率を有する。

10

【0037】

これにより、焼結する部材の加熱時の変形を実際にかなり抑制することができ、また、加熱出力は、例えば230Vの家庭用電源と最大16アンペアのヒューズとによって提供可能である。家庭用電源による地域の電源供給の制限が15アンペアである場合には、それでも十分である。

【0038】

本発明のもう1つの対象は、焼結炉を使用した焼結プロセス中の温度制御方法を実行するための、機械読取り可能なコードを有する機械読取り可能な媒体にメモリされているコンピュータプログラムであり、このとき、焼結する部材の焼結プロセスのための温度プロファイルの選択は、焼結する部材のための焼結炉の負荷順序に応じて行われる。

20

【図面の簡単な説明】

【0039】

以下に、図面に基づき本発明を説明する。

【0040】

【図1】焼結材料から成る部材、特にデンタル部材のための本発明による焼結炉の部分図である。

【図2】焼結炉全体の側面図における、図1に基づく部分を示す図である。

【図3】本発明によるこのような部材の焼結方法の温度プロファイルを示す図である。

【図4】負荷順序の温度低下及び/又は継続時間に応じたさまざまな温度プロファイルを示す図である。

30

【図5】制御の原理図である。

【図6A】典型的なデンタル部材を示す図である。

【図6B】典型的なデンタル部材を示す図である。

【図6C】典型的なデンタル部材を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0041】

図1には炉室2を備えた焼結炉1(図2)の一部が示されており、炉室の壁部3は、高温の炉室を周囲に対して保護するための断熱部4を有している。炉室2を加熱するために、炉室2内には複数の加熱要素を有する加熱装置5が配置されている。炉室は焼結される部材を炉室内へ導入するために開放される壁部分6を備えており、この壁部分は、ここでは下側の壁部分、すなわち炉室2の底部である。この底部6は同様に絶縁部7を備えており、この絶縁部上には、焼結される部材9のための台座8が置かれている。この台座は、支持部8とも呼ばれる。支持部8としては、セラミックス又は高融点の金属から成るブラケット又は垂直に立ったピンが使用され、これらブラケット又はピン上には、デンタル部材が載置される。ヒータ要素31により、独立したヒータ装置を用意してもよい。

40

【0042】

モータによって壁部分6を開閉するために複数の駆動手段10が設けられており、これにより、壁部分6は炉室2を開放するために下降し、また炉室2を閉鎖するために上昇することができる。

50

## 【 0 0 4 3 】

加熱装置 5 及び駆動手段 1 0 のために制御部 1 1 が設けられており、この制御部は、スピンドルバー 1 0 . 1 と、駆動されるスピンドルナット 1 0 . 2 とから成る駆動手段 1 0 の操作要素 1 2、及び必要に応じて加熱装置 5 を制御するためにその他のパラメータをインプットする操作要素 1 2 も備えている。独立した複数の制御部及び他の複数の持上げ装置を設けることも可能である。

## 【 0 0 4 4 】

制御部 1 1 は、壁部分 6 の開放、保持及び閉鎖という工程を備えるとともに炉室 2 の加熱 5 を決定する、駆動手段 1 0 . 1、1 0 . 2 のためのあらかじめ設定された、自動的な負荷順序を有するように、かつ操作要素 1 2 の操作によって制御部 1 1 の負荷順序が作動し、駆動手段 1 0 が制御部を介して負荷順序に合わせて操作されるように形成されている。さらに、C A D データセットのための解析手段 1 1 . 1 が含まれている。

10

## 【 0 0 4 5 】

負荷順序の自動的な進行に代えて、この負荷順序を純粹に手動でも実行するか、又はそれぞれ手動で作動させることも可能であり、負荷順序の個々の工程の順番は、使用者に対する信号表示部 3 5 によって、例えば視覚的又は聴覚的に知覚できるようになっている。信号表示部 3 5 は、同様に制御部 1 1 に接続されている。

## 【 0 0 4 6 】

別の形態は、負荷順序の個々の工程をその継続時間の中で検出し、及び/又はほぼ任意に進行可能な負荷順序の温度低下を検出して、次に続く焼結過程のために炉室の温度プロファイルを相応に適合させるか、あるいはこの温度プロファイルを複数の中から選択する。

20

## 【 0 0 4 7 】

焼結プロセス後に生じる炉室 2 の開放状態においては、焼結された部材 9 が配置された支持部 8 が、炉室 2 に対して間隔を置くとともに、炉室 2 から出て加熱された、温度 T K 1 を有する第 1 の冷却領域 2 1 に配置されている。

## 【 0 0 4 8 】

図 2 には焼結炉 1 全体の側面図がされており、図 1 に基づく部分は、底部 2 3 上に立っている後壁部 2 2 に固定されている。

## 【 0 0 4 9 】

通常、焼結炉 1 は、作業テーブル(図示されていない)又は作業プレート(図示されていない)上にあり、例えば洗浄の理由から必要な場合には、重量がかなりあってもこれを持ち上げて、移動させることが可能である。

30

## 【 0 0 5 0 】

炉室の開放された状態の図は、焼結された部材が載せられている支持部が、温度 T K 1 を有する加熱された第 1 の冷却領域 2 1 から取り除かれる。焼結炉 1 又はこの直近には、第 2 の冷却段が設定されており、この第 2 の冷却段は加熱されず、支持部 8 とその上に配置された部材 9 を収容する室温の耐火性台座 2 4 を備えている。このとき、周囲温度に比べまだ加熱状態にある支持部 8 により、冷却領域 2 5 は周囲温度 T U よりも高い温度 T K 2 を有する温度分布となる。

40

## 【 0 0 5 1 】

第 3 の冷却段は、例えば室温を有する金属プレートである、放熱性の大きい台座 2 6 を含んでいるため、この台座上に配置された部材は周囲温度にさらされており、T K 3 の温度を有する第 3 の冷却領域が存在している。

## 【 0 0 5 2 】

炉温が上昇するにつれて、加熱率が累減する。加熱率は、負荷順序の直後には最初の 1 分において 3 . 3 ~ 3 . 5 / 分となる。2 分以降は、1 . 0 ~ 1 . 2 5 / 分となる。そして、最後の 1 分においては、加熱率は 0 . 1 ~ 0 . 1 2 / 分へ低下する。負荷順序後の加熱率は、平均で 1 . 1 6 ~ 1 . 2 5 / 分である。

## 【 0 0 5 3 】

50

図3には、本発明に基づく、焼結炉におけるこのような部材の焼結方法の温度プロファイルが、炉温 $T_o$ 及び部材温度 $T_B$ について示されている。

【0054】

有効なプロセス時間の短縮は、加熱時間の撤廃、保持時間の短縮、及びそれぞれ所定の温度分布を有する3つの冷却領域によって冷却をコントロールすることによって実現される。炉の予熱は先行するプロセスと並行して行うことができるため、全プロセス時間は、炉へのロードから冷却後の部材の把持までの時間のみで決定される。この時間は、材料の負荷容量及び種類に応じて15分未満であり得る。短縮されたプロセス進行時間により、歯科医にとって、歯科的なCAD/CAMシステムに関連して「チェアサイド」として知られた治療が可能となる。これは、修復の迅速な形成に基づき1つの診察のみで、しっかりと固着された義歯を患者に提供できることを意味する。

10

【0055】

これにより、歯科技工士も、修復を重大な中断なく製作することが可能である。個々の注文は、注文がきてすぐ一度に製作可能である。短い進行時間により、歯科技工士にとって緊急の任務において短い時間で対応することができる。

【0056】

実際の焼結前に、酸化ジルコニウムのため、例えば1600の保持温度 $T_H$ まで炉が予熱される。焼結する部材を、並行して進行する製造プロセスにおいて製造することが可能である。

【0057】

ロードのため、炉室2は加熱された状態で開放され、このとき、部材台座8及び部材9はロード時にまだ室温 $T_u$ を有している。

20

【0058】

いかなる材料も任意に耐熱衝撃性を有していないため、迅速な加熱及び短い保持時間に続いて、コントロールされた所定の冷却プロセスが行われ、必要な材料特性を維持しつつ時間的に最適に調整される。

【0059】

少なくとも焼結にとって望ましい保持温度 $T_H$ までの炉室2の予熱に続くプロセスは、操作要素12の操作によって開始され、この操作要素は、制御部11に含まれる負荷順序を作動させる。このとき、操作要素12が操作される前に炉室2がどのくらいの時間保持温度 $T_H$ に保持されたかは重要でない。

30

【0060】

以下の工程が、最大2分、好ましくは1分の継続時間Lにおける開放、保持及び閉鎖の負荷順序として自動的に進行する：

a) 炉ヒータをオンにして炉室2を予熱した状態で炉室2の壁部分6を開放する；

b) 詳細には、炉室2の外部で、支持部8上に配置された焼結する部材9を開放された壁部分6に取り付けることで炉室にロードする；

c) 炉室2を閉鎖する。

【0061】

支持部8上に配置された焼結する部材9を炉室へ導入する時にすでに、壁部分6への取付けと周知の負荷順序とによって、周知の温度プロファイルを有する部材9の加熱が行われる。というのも、負荷順序はすでに周知であるためである。

40

【0062】

炉室へのロード及びこれに関連して必要な炉室開放のための継続時間中における炉室2の温度低下を、焼結にとって望ましい保持温度 $T_H$ よりできる限り低くならないように維持し、開放後の加熱時間を短縮するために、炉室2をより高い保持温度 $T_H'$ へ予熱することも可能である。

【0063】

時間経過が周知であることにより、結果的に炉室2で所定の冷却が行われる負荷サイクル後に、焼結にとって望ましい保持温度 $T_H$ までの炉室2の加熱が最大8分、好ましくは

50

4～5分の継続時間H U 2に行われ、これに対応して部材9もこの時間に加熱される。

【0064】

一定の保持温度 $T_H$ で焼結を実行するために、最大で15分、好ましくは4～8分の継続時間Hにおいて保持温度 $T_H$ が維持される。

【0065】

一定の保持温度 $T_H$ によるこの焼結の後、炉ヒータ5をオフにした状態で、又は炉ヒータ5をオンにした状態で炉室2が開放され、支持部8を有する部材9は、第1の冷却段のために加熱された第1の冷却領域21へ運ばれ、少なくとも0.5分、最長でも5分の冷却継続時間C D 1の間放置される。

【0066】

支持部を有する部材は、第2の冷却段として、第1の冷却領域21から第2の冷却領域25へ運ばれ、1～5分の冷却時間C D 2の間放置される。このとき、支持部8自体が放熱する。

【0067】

最後に、支持部8から部材9が除去され、この部材は実質的に室温 $T_u$ を有する台座26上に載置され、部材の第3の冷却段のために第3の冷却領域27に運搬され、少なくとも0.5分、最長で10分の冷却継続時間C D 3の間そこに放置される。ここで、熱は、部材9自体のみからのものである。

【0068】

3つの連続した冷却領域における温度 $T_{K1}$ 、 $T_{K2}$ 、 $T_{K3}$ は常に低下し、第1の冷却領域は第2の冷却領域よりも高温であり、第2の冷却領域は第3の冷却領域よりも高温である。必要であれば、第2及び第3の冷却領域を加熱することも可能である。

【0069】

図4には異なる温度プロファイル $T_{p1}$ 、 $T_{p2}$ 、 $T_{p3}$ が温度低下及び/又は負荷順序の継続時間に応じて示されており、異なる継続時間デルタ $t_{p1}$ 、デルタ $t_{p2}$ 及びデルタ $t_{p3}$ も示されている。負荷順序が短くなればなるほど、また温度低下が少なくなればなるほど負荷順序に続く加熱段階及び保持段階も短くなる。

【0070】

図5には制御部11の一部の原理図が示されており、この原理図では、負荷順序の継続時間を検出するための手段31と、選択又は比較手段33を有する温度の検出のための手段32とが連動して作用し、それによって、メモリ領域34に保存された多数の炉室の温度プロファイルから適合するものを選択し、選択された温度プロファイルに基づいて炉室を動作させる。

【0071】

酸化ジルコニウム及び半透明の酸化ジルコニウムの場合には、図6A～図6Cに示された、プロセス時間を短縮するための形状特徴の以下の寸法が仮定される：

- 図6Aによるコーピングの場合、両矢印で図示されているように、壁厚は0.3～最大0.8mmの範囲にある；

- 図6Bによる全部被覆冠の場合、両矢印で図示されているように、材料厚さは0.3～最大4mmの範囲にある；

- 図6Cによるブリッジ構造の場合、右側の両矢印で図示されているように、接続断面積は最大20mm<sup>2</sup>であり、これは、5mmの厚さにほぼ相当する。左側の両矢印で示された中間部分の断面積はより大きくてもよい。なぜなら、焼結プロセスにおいて達成される焼結度は依然として十分であるため、必要とされる強度が確保されるからである

【0072】

図6A～図6Cに示された幾何形状的な寸法により、歯科修復部が同様の材料及びエネルギー消費によってより迅速に加熱される。形状特徴である壁厚及び部材断面積に応じて、熱処理のパラメータ、すなわち加熱率及び冷却率、保持時間などをソフトウェア支援によってあらかじめ設定することが可能である。

【0073】

10

20

30

40

50

酸化ジルコニウムについては、所定の温度領域を有する複数の温度段が実験的に算出された：

【 0 0 7 4 】

保持時間の経過後に炉室が開放され、支持部 8 は、部材 9 と共に炉室 2 から移動するが、炉室 2 の壁部分 6 上にとどまっている。炉室 2 の温度領域と、壁部分 6、支持部 8 及び部材 9 の温度領域とは重複するとともに、温度  $T_u$  に対して顕著に低い室内空気による温度補償に緩衝的に作用する。支持部の温度が 600 未満かつ 275 より高くなると、冷却段 2 への移行が行われる。

【 0 0 7 5 】

使用者に冷却段 2 への移行を通知するために、炉の制御が音による信号を出力し、この信号は、炉室における温度測定箇所において 1000 が計測されると出力される。開放された壁部分 6 あるいは支持部 8 の、指定された範囲内の表面温度が炉室内のこの温度に該当していることから、このことは十分であることが判明した。指示信号は、視覚的なもの、例えば場合によっては間欠的に光を発するコントロールライト又は同様に間欠的に光を発するディスプレイ内の表示によって出されてもよい。

10

【 0 0 7 6 】

支持部 8 は部材 9 と共に第 1 の冷却領域 21 から、したがって炉室 2 の温度放出領域から取り除かれ、室温を有する耐火性の台座上へ置かれる。このとき、室温  $T_u$  と部材 9 を有する支持部 8 との間で温度交換が行われ、第 2 の冷却領域 25 が形成される。

【 0 0 7 7 】

起こり得る熱衝撃を補償するために、ここでは支持部 8 が温度緩衝部の機能を担っている。

20

【 0 0 7 8 】

2 分後、支持部 8 の温度は、ロードに応じて 100 ~ 200 にある。次に、部材 9 を第 3 の冷却段へ移行させることが可能である。

【 0 0 7 9 】

冷却段 2 から冷却段 3 へ移行する場合、支持部及び部材が最長で 2 分後に人肌程度になるとともに更に加工できるようになるまで、部材 9 は支持部 8 から室温  $T_u$  を有する金属製の台座 26 上へ載置される。

【 0 0 8 0 】

冷却時の規定された温度範囲の遵守は、アクティブ又はパッシブに加熱された複数の台座によって支援されることが可能である。

30

【 0 0 8 1 】

基本的に、このプロセスは、歯冠、コーピング、全部被覆冠、ブリッジ、ブリッジ枠台、インレー及びベニアに適している。前述のパラメータは、酸化ジルコニウム及び半透明の酸化ジルコニウムの焼結のために算出された。

【 0 0 8 2 】

保持温度、保持時間及び冷却段の適用時には、上述のプロセスは、他の焼結性を有する酸化物セラミックス又はガラスセラミックスに対しても同様に使用可能である。これは、CoCr、CoCrMo、CoCrW 又は CoCrMoW ベースの、粉末冶金によって製造された焼結性の非鉄金属材料にも同様に当てはまる。

40

【 0 0 8 3 】

コンピュータプログラムを使って、焼結プロセスのための温度プロファイルの選択が焼結炉の負荷順序に応じて行われる。

【 図 1 】

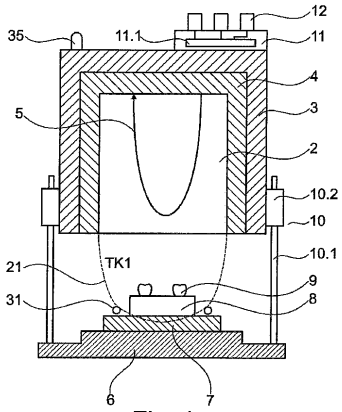


Fig. 1

【 図 2 】

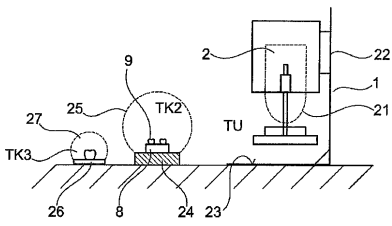


Fig. 2

【 図 5 】

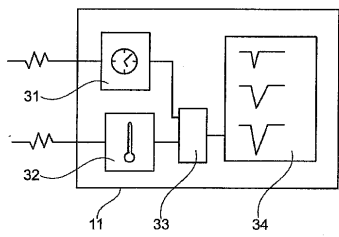


Fig. 5

【 図 6 A 】

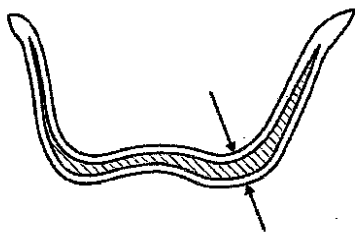
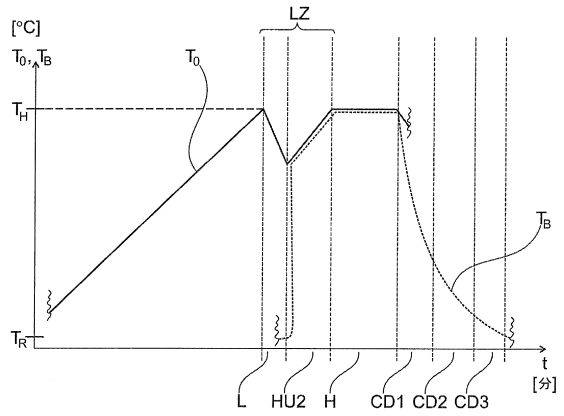


Fig. 6A

【 図 3 】



【 図 4 】

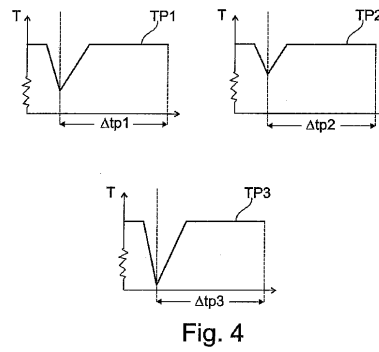


Fig. 4

【 図 6 B 】

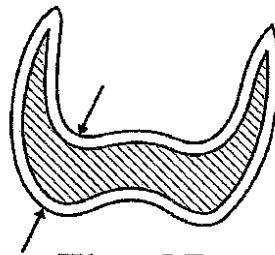


Fig. 6B

【 図 6 C 】

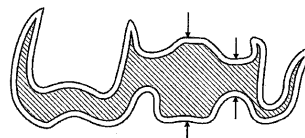


Fig. 6C

## フロントページの続き

- (72)発明者 シュミット, クリステリアン  
ドイツ連邦共和国, 6 4 6 2 5 ベンスハイム, ジャコブスウェグ 7 0
- (72)発明者 フィッグ, デービッド  
ドイツ連邦共和国, 6 4 6 2 5 ベンスハイム, ニーベルンゲンシュトラッセ 9 3
- (72)発明者 グレディッツシュ, シーグフリード  
ドイツ連邦共和国, 6 4 6 4 6 ヘッペンハイム, パートルト プレヒト ウェグ 5 1
- (72)発明者 フォーノフ, ペーター  
ドイツ連邦共和国, 6 4 3 8 5 ライチェルシャイム, ブンシュバッヒャー シュトラッセ 3 エ  
ー

審査官 市川 篤

- (56)参考文献 独国特許出願公開第19824497 (DE, A1)  
米国特許出願公開第2010/0047731 (US, A1)  
独国特許出願公開第04340200 (DE, A1)  
米国特許第04498865 (US, A)  
実公昭48-040638 (JP, Y1)  
特開2002-357391 (JP, A)  
特開平05-172470 (JP, A)

## (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

F 2 7 B 5 / 0 0 - 7 / 4 2  
F 2 7 B 1 7 / 0 0 - 1 7 / 0 2  
F 2 7 D 1 7 / 0 0 - 9 9 / 0 0  
A 6 1 C 1 3 / 0 0