

Aus der Poliklinik für Prothetik und Werkstoffkunde
(Direktor Prof. Dr. med. dent. R. Biffar)
im Zentrum für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Medizinischen Fakultät der Ernst-Moritz-Arndt-Universität
Greifswald

**Vergleichende Untersuchung zum Temperaturverlauf in Abhängigkeit
in unterschiedlichen Keramiköfen und unterschiedlicher
Sinterprogramme**

INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung des akademischen

Grades

Doktor der Zahnmedizin

(Dr. med. dent.)

der Medizinischen Fakultät der
Ernst-Moritz-Arndt-Universität
Greifswald

vorgelegt von:

Christian Lucas

geb. am 25.01.1976

in Osterburg

Dekan: Univ. Prof. Dr. med. Krömer

1. Gutachter
2. Gutachter

Tag des Rigorosums:

Tag der Dissertation:

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	5
2.	Literaturübersicht	7
2.1.	Historische Entwicklung der Dentalkeramik	7
2.2.	Definitionen Keramik	8
2.3.	Zusammensetzung von Dentalgläsern.....	10
2.4.	Einteilung dentalkeramischer Massen.....	14
2.5.	Brennverhalten von Dentalkeramik	14
2.6.	Phasen der Sinterung.....	16
2.7.	Wärme, Wärmeübertragung, Wärmestrahlung und Temperatur.....	18
2.7.1.	Wärme	18
2.7.2.	Wärmeübertragung.....	19
2.7.2.1.	Wärmestrahlung	19
2.7.2.2.	Wärmeleitung.....	20
2.7.2.3.	Konvektive Wärmeübertragung (Konvektion)	21
2.8.	Möglichkeiten der Temperaturmessung.....	22
2.8.1.1.	Thermometer, Expansionsthermometer	24
2.8.1.2.	Infrarotmessung	25
2.8.1.3.	Thermoelemente.....	26
2.8.1.3.1.	Entwicklung der Thermoelemente	26
2.8.1.3.2.	Funktionsweise von Thermosonden (SEEBECK)	27
2.8.1.3.3.	Anwendungsgebiete von Thermosonden	30
3.	Fragestellung.....	31
4.	Material und Methode	32
4.1.	Versuchsaufbau	32
4.1.1.	Sinterofen	33
4.1.1.1.	Auswahl der Sinteröfen.....	33
4.1.1.2.	Keramikofen Nr. 1	34
4.1.1.3.	Keramikofen Nr. 2	35
4.1.1.4.	Keramikofen Nr. 3	36
4.1.2.	Modifikation der verwendeten Sinteröfen	37
4.2.	Thermoelemente.....	39
4.2.1.	Herstellung der Thermosonden	39
4.2.2.	Kalibrierung der Thermoelemente	40
4.2.3.	Positionierung der Thermosonden	42
4.3.	Kalibrierung der Sinteröfen	44
4.4.	Vorversuche Sinteröfen.....	46
4.5.	Datenerfassung und Datenanalyse	47
4.5.1.	Digitalisierung der Messdaten	48
4.5.2.	Temperaturprotokoll / Thermoelementprotokoll	48
4.6.	Störkörperherstellung.....	49
4.7.	Sinterprogramme.....	50

5.	Ergebnisse	52
5.1.	Kalibrierung der Thermosonden	52
5.2.	Ergebnisse Vorversuch	53
5.2.1.	Ergebnisse Vorversuch Teil a: Durchwärmung und Temperaturgradienten der Sinterkammerkammer	53
5.2.2.	Ergebnisse Vorversuch Teil b: Rotation des Brenntellers	55
5.2.3.	Ergebnisse Vorversuch Teil c: Einfluss eines Störkörpers auf den Temperaturgradienten	56
5.3.	Ergebnisse Hauptversuch	58
5.3.1.	Temperaturverlauf bei DEKEMA Austromat 3001 [®] Brennofen 1	58
5.3.2.	Temperaturverlauf bei Vita Vacumat 2500 [®] Brennofen 2	61
5.3.3.	Temperaturverlauf bei CergoPress [®] Brennofen 3	64
5.3.4.	Ergebnisse nach Insertion der Störkörper	67
5.3.4.1.	Ergebnisse Austromat 3001 [®] Brennofen mit inserierten Störkörpern	67
5.3.4.2.	Ergebnisse Vacumat 2500 [®] Brennofen mit inserierten Störkörpern ..	72
5.3.4.3.	Ergebnisse CeroPress [®] Brennofen mit inserierten Störkörpern	77
5.3.5.	Zusammenfassung der Messergebnisse	82
5.3.6.	Aufheizcharakteristika der Sinteröfen	84
5.3.6.1.	Sinterofen Austromat 3001 [®]	84
5.3.6.2.	Sinterofen Vacumat 2500 [®]	85
5.3.6.3.	Sinterofen Cergo Press [®]	86
6.	Diskussion	87
6.1.	Vergleichende Betrachtung der untersuchten Sinteröfen	87
6.2.	Thermisches Verhalten innerhalb der Sinterkammer	88
6.3.	Positionierung der zu sinternden Objekte	89
6.4.	Steuerung der Trägheit	90
6.5.	Thermisches Verhalten in Abhängigkeit der eingebrachten Sinterobjekte	91
6.6.	Vergleich der Brennprozesse	92
6.7.	Einfluss der Möglichkeit der Reduktion der Aufheizrate	93
6.8.	Konsequenz für die zahnärztliche Technik	93
7.	Zusammenfassung / Thesen	96
8.	Literaturverzeichnis	98
9.	Anhang	106
9.1.	Diagramm- und Tabellenverzeichnis	106
9.2.	Abbildungsverzeichnis	107
9.3.	Eidesstattliche Erklärung	111
9.4.	Lebenslauf	112
9.5.	Danksagung	113
9.6.	Anhang	114
9.6.1.	Anhang A	114
9.6.2.	Anhang B	115
9.6.3.	Anhang C	115
9.6.4.	Anhang D	118
9.6.5.	Abkürzungsverzeichnis	119

1. Einleitung

In der Zahnheilkunde hat sich das keramische Verblendsystem als Standardversorgung etablieren können. Seit fast 4 Jahrzehnten konnten in ständiger Verbesserung der Systeme die Voraussetzung geschaffen werden, dass sich dieses Verfahren als sicher bezeichnet und dauerhaft etablieren konnte. Durch ständige Weiterentwicklung wurden keramische Systeme geschaffen, die sich im Bereich der metallkeramischen, aber auch vollkeramischen Versorgungsart auf die Verblendtechnik zurückgreifen.

Jedoch konnte die Beobachtung gemacht werden, dass unterschiedliche Sinterqualitäten erreicht wurden und Verluste dieses System den Erfolg in Frage stellen.

Bei der Verwendung gleicher keramischer Systeme konnte in der zahnärztlichen Technik die Beobachtung gemacht werden, dass bei Anwendung unterschiedlicher Sinteröfen signifikante Abweichungen im Sinterergebnis unter Beibehaltung gleicher Sinterparameter erzielt wurden.

Dies hat dazu geführt, dass in der Diskussion eine Angleichung der Sinterqualitäten in unterschiedlichen Sinteröfen durch Kalibrierungsmaßnahmen, wie von zahlreichen Herstellern angeboten werden, erreicht werden sollte.

Zwar ist die Kalibrierung in der Lage darzustellen, ob ein bestimmter Temperaturbereich während der Sinterung erreicht wurde, andererseits muss in diesem Zusammenhang berücksichtigt werden, dass auch unterschiedliche keramische Systeme innerhalb eines Sinterofens gesintert werden. Zu den hochbrennenden keramischen Systemen sind in der jüngsten Vergangenheit Systeme entwickelt worden, die reduzierte Temperaturbereiche erfordern, die von der Kalibrierung nicht im hochbrennenden Segment nicht abgedeckt sind.

Des Weiteren muss in diesem Zusammenhang berücksichtigt werden, dass innerhalb eines Sinterofens mehrere unterschiedliche Versorgungsarten (Veneer, Verblendkrone und Verblendbrücke, etc.) gesintert werden. Die unterschiedliche

Systematik mit der diese Versorgungsarten gesintert werden und die unterschiedliche (Sinter-)Methodik, die für diese Versorgungsarten notwendig ist, bedingt durch die unterschiedliche Masse und Positionierung einen weiteren Einfluss auf das Sinterergebnis.

Die Fragestellung, die der vorliegenden Untersuchung zu Grunde liegt, soll den Temperaturverlauf innerhalb der Sinterkammer in unterschiedlichen Sinterprogrammen / Temperaturbereichen unter Verwendung mehrerer Sinteröfen darstellen.

Dabei wird in der Hypothese davon ausgegangen, dass neben den Sinterparameter „Temperatur“ auch die Reproduzierbarkeit und Temperaturgenauigkeit innerhalb deckungsgleicher Sinterzyklen von der vertikalen und horizontalen Positionierung zusätzlich eingebrachter Thermoelemente sowie den physikalischen Phänomenen innerhalb der Sinterkammer abhängig ist.

2. Literaturübersicht

2.1. Historische Entwicklung der Dentalkeramik

Die ersten Versuche einer zahntechnischen Emaillierung gehen auf *FAUCHARD* zurück, der 1728 Metallzähne und –brücken (zuerst aus Gold) mit einem silikatischen Überzug versah [27], [81]. Diese Techniken fanden aufgrund der geringen Beständigkeit gegenüber Schlageinwirkung keine Verbreitung [57].

Ende des 19. Jahrhunderts wurden „Vollporzellanbrücken“ mit bis zu 8 Gliedern hergestellt, die Bruchgefahr war jedoch erheblich. Im Sinne einer Schichtverstärkung wurde die mechanisch schwächere Keramikverblendung mit einer stabileren Metallschicht versehen [46]. 1884 fertigten sie die ersten auf Platin-Iridium-Gerüsten basierenden „Porzellanbrücken“. Diese Technik verfeinerten 1934 *SWANN*, *HILTEBRANDT* (Vita) und *HOVESTAD* [15].

Die erste Metallegierung mit niedrigem Schmelzintervall und gleichzeitig ausreichender Härte beschreibt *DE'NES von MATHE'* 1933 mit der Hejcmannschen Emaillekrone [72]. Dieses Verfahren geriet durch die gleichzeitige Erfindung der Kunststoffe, die Edelmetallverknappung vor dem Krieg, die Ungenauigkeit in der Farbgebung in Vergessenheit [27].

1952 wurde durch *WEINSTEIN* das „Permadent“ - Verfahren, welches die erste metallkeramische Technik mit aufeinander abgestimmten Werkstoffen darstellte eingeführt [16, 71], [103]. Die erste Verblendkeramik, die unter 1000°C auf eine Edelmetalllegierung gesintert wurde, entwickelte und patentierte *WEINSTEIN* 1962 [103]. In Europa stellten die Firmen Vita und Degussa mit dem VMK - Degudent - System (1962) ein eigenes, heute weltweit eingesetztes Metall - Keramik - Verbundsystem vor. Erst einige Jahre später, 1965, folgten die Firmen DeTrey und Heraeus mit dem Biodent - Herador - Gold - Keramik-System [16]. Bis heute basiert die Entwicklung neuer Keramiken auf der Grundlage des *WEINSTEIN*-Patentes.

Durch Biokeramiken in Kombination mit niedrigbrennenden Keramiken eröffnen sich ebenfalls niedrigen Temperaturbereiche. Diese Entwicklung führte zu den mittel- und niedrigbrennenden Keramiksystemen.

2.2. Definitionen Keramik

Zu den Keramiken gehören nichtmetallische und anorganische Werkstoffe. Durch einen Sintervorgang können die feinkörnigen Keramikpulver verfestigt und in der vorgegebenen Form gesintert werden.

Zu den wesentlichen Eigenschaften von Keramiken gehören die Druckfestigkeit, der hohe Schmelzpunkt sowie ihre chemische Beständigkeit. Nach ihrer chemischen Zusammensetzung unterscheidet man drei Gruppen von keramischen Werkstoffen: Oxidkeramik, Nichtoxidkeramik und Silikatkeramik [46], [60], [61].

Oxidkeramiken bestehen aus Metalloxidverbindungen. Typische Vertreter sind die Oxide von Aluminium (Al_2O_3), Zirkonium (ZrO_2), Magnesium (MgO) oder Beryllium (BeO) sowie Titandioxid (TiO_2). Werkstoffe dieser Gruppe sind sehr hart, druckfest, chemisch resistent und elektrisch isolierend.

Hartstoffe wie Karbide, Nitride, Boride oder Silivide sind Nichtoxidkeramiken. Aufgrund der besonderen Bindung ihrer Moleküle zeichnen sie sich durch hohe Schmelztemperaturen, hohen Elastizitätsmodul, hohe Festigkeit und hohe Härte aus. Die meisten dieser Werkstoffe sind chemisch resistent und zeigen eine hohe thermische und elektrische Leitfähigkeit. Als wichtigste Oxidkeramik gilt heute Aluminiumoxid hinsichtlich seiner technischen Bedeutung. Durch Variation des Aluminiumgehaltes lassen sich sowohl die Druckfestigkeit als auch der spezifische elektrische Widerstand und maximale Einsatztemperatur variieren. Dementsprechend kann Aluminiumoxidkeramik je nach Zusammensetzung für chemisch und mechanisch beanspruchte Teile ebenso eingesetzt werden für Isolierstoffe, sowie auch als medizinische Implantate.

Silikatkeramiken werden vorwiegend aus drei Rohstoffen Quarz (SiO_2), Ton (Al_2O_3) (Kaolin) und Feldspat (K_2O) hergestellt, die als mehrphasiger Werkstoff, einen Verbund, bilden. Der Grundstoffanteil bestimmt, inwieweit Steingut oder technisches Porzellan entsteht [61], [101].

Gerade die Silikatkeramiken waren anfangs die Grundlage für die derzeit aktuellen dentalen Sinterkeramiken. Heute ist eine Trendwende zu den Silikatgläsern zu verzeichnen, da diese eine deutliche Festigkeitssteigerung bei optimiertem Elastizitätsmodul besitzen [16], [58], [59], [60], [61].

In Abbildung 1 sind die unterschiedlichen Sinterkeramiken dargestellt. Hier werden Gläser, Porzellan und Emaille hinsichtlich der Werkstoffzusammensetzungen unterschieden [46].

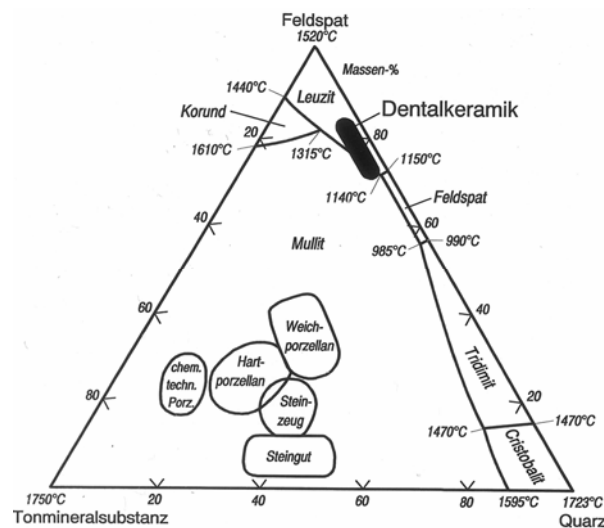


Abbildung 1: 3-Phasendiagramm: Zusammensetzung von Keramiken

Die chemische Ähnlichkeit der Dentalgläser und Keramiken spiegelt sich in dem sehr geringen Anteil an Kaolin 0-5% wieder [26], [58]. Durch die Reduktion des Kaolinanteils konnte die Transparenz der keramischen Materialien deutlich verbessert werden. Als Grundbestandteil der Dentalgläser wird heute Kalifeldspat und Quarz verwendet. Die ausführliche Darstellung der Bestandteile von Dentalgläsern sind in dem Kapitel 2.3. dargestellt.

2.3. Zusammensetzung von Dentalgläsern

Heutige dentalkeramische Verblendmassen und -keramiken sind auf Grund ihrer chemischen Zusammensetzung eher den normalen Gläsern als den Hartporzellanen zuzurechnen (siehe Abbildung 1). Die Dentalkeramik nimmt hier eine Sonderstellung ein. Die Definition von Keramik trifft nicht zu, es handelt sich vielmehr um ein Dentalglas, da es aufgrund der Zusammensetzung (Kalifeldspat und Quarz) dem Glas ähnlicher ist. Chemisch gesehen handelt es sich also bei den Verblendkeramiken um Feldspatkeramiken.

Unter Dentalkeramik, bzw. -gläsern oder „Verblendkeramik“ versteht *GEHRE* in [56] ein System, bestehend aus einer amorphen Glasstruktur (~glasphase) in die ein teilkristalliner Bestandteil eingelagert ist. Es handelt sich somit um ein Zwei/Mehr-Phasen-System.

Die Hauptbestandteile der Verblendkeramik ist Siliziumdioxid (SiO_2) und Aluminiumoxid (Al_2O_3).

Im Allgemeinen finden sich innerhalb der Dentalkeramik je nach Hersteller unterschiedliche Anteile der drei Grundmaterialien [25], [26], [58], [61]:

Quarz (SiO_2)	ca. 15-25 Gew.%
Feldspat ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$)	ca. 60-80 Gew. %
Kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	ca. 0-5 Gew.%

Die Grundsubstanz für die Dentalgläser bildet Quarz in seinen möglichen Modifikationen [25], [26], [58], [61]. Diese stellen besonders bei der Erwärmung (während des Sinterzyklus) eine Strukturveränderung dar. Sieben natürlich vorkommende Modifikationen der Kristallstruktur von Quarzen sind in Form von α - und β - Quarz, α -, β - und γ - Tridymit sowie α - und β - Cristobalit vorhanden.

Modifikationsumwandlungen im Temperaturbereich zwischen 120 °C und 1470 °C zeigen sprunghafte Volumenänderungen des Quarzes, die zwischen 2 – 14 % liegen [39], [40], [61]. Die oben genannten Modifikationen von Quarz beeinflussen den Wärmeausdehnungskoeffizienten der verwendeten Keramik.

Die Umwandlung des Quarzes von der α - Tieftemperaturform in die β - Hochtemperaturform geschieht bei 573 °C mit einem Längenzuwachs von 0,8 %/lin. Auf Grund des hohen Schmelzintervalls von 1400-1600 °C wird Quarz in erster Linie als Magerungsmittel in den Dentalgläsern eingesetzt. Es bildet sich in der Abkühlphase eine amorphe Grundstruktur. Typischer Weise bilden sich SiO_4 -Tetraederstrukturen, die in einem ungeordneten, amorphen Gemisch erstarren. Diese Tetraederstrukturen können als negativ geladenes Anion mit Metallionen in Wechselwirkung treten, wodurch sich die Netzstrukturen auflockern und sich Salze der Kieselsäure (Silikate) bilden [23], [58].

Als Silikate werden H_4SiO_4 , $\text{H}_6\text{Si}_2\text{O}_7$, $\text{H}_8\text{Si}_3\text{O}_{10}$ verwendet, deren charakteristische Bausteine stabile SiO_4 -Tetraeder sind, die über Brückensauerstoffatome miteinander verbunden sind. Darüber weichen die verschiedenen Silikatstrukturen nur minimal von der idealen Form (homogene Tetraeder Struktur) ab. Der Abstand Si-O beträgt 0,162 nm, und der Bindungswinkel O-Si-O ist 109,5° [17].

Die Systematik der Silikatstrukturen beruht auf einer Klassifizierung der verschiedenen Bauverbände, die durch Verknüpfung der SiO_4 -Tetraeder, nahezu ausschließlich über gemeinsame Ecken, entstehen. Die Struktur der Silikate ergibt sich aus den verschiedenen Verknüpfungsmöglichkeiten. Diese Silikate bilden das Grundgerüst für die oben genannten Feldspate [58].

Als Mischkristallsystem ist Feldspat im Gegensatz zu den klassischen Keramiken der Hauptbestandteil in dentalkeramischen Massen, siehe Abbildung 1, Seite 10. Verschiedene Mischkristallsysteme sind in Tabelle 1 dargestellt. Es lassen sich drei Haupttypen des Feldspates unterscheiden:

Tabelle 1: Modifikationen von Feldspat

Kalifeldspat	Mikrolin, Orthoklas	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$
Natronfeldspat	Albit	$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$
Kalkfeldspat	Anorith	$Ca[Al_2Si_2O_8]$, oder $CaO \cdot Al_2O_3 \cdot SiO_2$

Feldspate besitzen von allen natürlichen Silikaten die tiefste Erweichungstemperatur. Kalifeldspat und Natronfeldspat haben die nahezu gleichen Schmelztemperaturen von 1150 °C. Während jedoch der Natronfeldspat völlig schmilzt, bildet Kalifeldspat in der schmelzflüssigen Phase Leuzitkristalle ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$). Erst bei einer Temperatur von 1520 °C gehen auch die Leuzitkristalle völlig in Lösung [46], [58].

Innerhalb dieses Schmelzintervalls verleihen die Leuzitkristalle der keramischen Modellation ihre hohe Viskosität und Standfestigkeit. Dies ist Voraussetzung, dass die modellierte Form nicht zerfließt [2], [3], [15], [17], [22], [23], [33], [40], [42], [55], [58], [61], [67], [68], [69], [84]. Auch die mechanische Festigkeit und der Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK) werden durch den Leuzitgehalt beeinflusst. Über die Modifikationen des Leuzits (Hochtemperaturleuzit und Tieftemperaturleuzit) wird der thermische Ausdehnungskoeffizient für die Aufbrennkeramiken den Legierungen angepasst.

Kaolin ist in den dentalkeramischen Verblendmassen nur noch in einem verschwindend kleinen Anteil vorhanden. Da die heute verwendeten Keramiken eher zu der Werkstoffgruppe der Gläser als den Porzellanen gerechnet werden, haben die Hersteller zunehmend auf die Beimengung von Kaolin verzichtet.

MCLEAN beobachtete 1978 [61], [74] schon die Senkung der Erweichungstemperatur nach Einbringen von Netzwerkbildnern. Dafür finden Alkalioxide und Erdalkalioxide Anwendung, die die Eigenschaften der Verblendkeramiken verbessern [46], [61]. Die Erdalkali und Erdalkalioxide verursachen eine Auflockerung der Netzwerkstruktur, die eine Reduktion der

Schmelztemperatur bewirkt. In erster Linie werden Natrium- und Kalium Ionen für Netzwerkmodifikatoren genutzt. Sie führen zu einer Auflockerung der Si-O-Si Bindungen, also zum Aufreißen des SiO_2 - Netzwerkes und zu einer erhöhten Beweglichkeit der einzelnen Bausteine zueinander.

Die Folge ist eine Senkung der Viskosität des Glases. Es entstehen durch die Trennung der Si-O-Si Bindungen freie endständige Sauerstoffatome, so genannte Trennstellensauerstoffe, deren negative Überschussladung durch Alkali-Ionen abgesättigt wird.

Der Nachteil der netzwerkmodifizierenden Eigenschaften der Alkali und Erdalkalioxide ist die Steigerung der Korrosionsneigung dentaler Gläser [18], [89].

Die Zusammensetzung der modifizierten Gläser liegt in den Hauptbestandteilen (K_2O , Na_2O , Al_2O_3 und SiO_2). Diese Zusammensetzung ist dem natürlich vorkommenden Feldspat Orthoklas am ähnlichsten, weshalb dieses Rohmaterial für die Herstellung von Dentalkeramiken eingesetzt wird.

Darüber hinaus werden Pigmente, z.B. Kobalt-, Chrom-, Eisen- und Titanoxide zur Farbabstimmung beigemischt. Anteile trübender Substanzen, wie zum Beispiel Zirkonium- oder Zinnoxide, können die Transluzenz vermindern [35], [54], [73].

2.4. Einteilung dentalkeramischer Massen

Die Einteilung der dentalkeramischen Massen kann nach ihrer Sintertemperatur sowie ihrem Einsatzgebiet erfolgen.

Es kann bei den Dentalkeramiken in Massen, die zu der Gruppe der hochbrennenden Keramiken gehört, unterschieden werden. Diese Massen haben eine Sintertemperatur ab 901 °C. Durch die Beimengung von ein- und zweiwertigen Netzwerkwandlern kann die Sintertemperatur der mittel- und niedrigbrennenden Dentalkeramiken abgesenkt werden [47], siehe Tabelle 2.

Tabelle 2: Einteilung der dentalkeramischen Massen nach der Brenntemperatur

niedrigbrennende Keramik	(<800°C)
mittelbrennende Keramik	(801 - 900 °C)
hochbrennende Keramik	(>901°C)

Dabei werden die mittelbrennenden Keramiken in einem Bereich von 801 bis 900 °C gesintert, während die niedrigbrennenden Keramiken in einem Temperatursegment angeordnet sind, das unterhalb von 800 °C liegt.

2.5. Brennverhalten von Dentalkeramik

Mit der unter Kapitel 2.3, Seite 10 „Zusammensetzung von Dentalgläsern“ beschriebenen Materialzusammensetzung der Dentalkeramik war die primäre Forderung auf Ausgleich des Wärmeausdehnungskoeffizienten und Vereinfachung der Verarbeitung erfüllt.

Keramische Verblendmassen werden als Verblendmaterial auf ein Gerüst aus einer Dentallegierung, Hartporzellan oder Zirkonoxid aufgesintert. Dabei

durchlaufen die auf ein Gerüst geschichteten Massen mehrere Temperaturbereiche und werden auf dem keramischen Gerüst gesintert. Durch die Temperatur werden einzelne Bestandteile der Dentalkeramik oberhalb der Glastemperatur der entsprechenden Keramik (TG) in einen viskösen Bereich überführt und verdichtet. Bei dem Sinterprozess von Dentalkeramiken werden Bereiche wie Trockenphase, Aufheiz- und Sinterphase (Haltephase) und Abkühlphase unterschieden [18].

Nach *CLAUS* [18], handelt es sich bei der Sinterung von Dentalgläsern um eine „nasse“ Sinterung. Diese „nasse“ Sinterung wird auch als Flüssigphasensintern beschrieben, da bei dieser Sinterung eine geschmolzene Grundsubstanz vorhanden ist. Während dieses Schmelzvorganges verrunden die scharfen Ecken und Kanten der Gemengeteilchen, die sich über Stoffbrücken miteinander verbinden. Zusätzlich wirkt die Kohäsion, die ein Schrumpfen der Sinterobjekte (Gemengeteilchen) zueinander bewirkt. Der Anteil an Schrumpfung steht in direktem Zusammenhang zur Sintertemperatur und Sinterzeit [59], [85].

Unter der Sinterung werden in Anhängigkeit der einwirkenden Energie (Wärme) und Zeit die Leuzitanteile, der Dentalkeramik in einen niedrigviskösen Zustand überführt. Dabei umschließt das visköse Silikatglas die kristallinen Bestandteile des Leuzits. In Abbildung 2 ist ein unvollständig gesintertes Probekörper mit beginnender Verschmelzung dargestellt.



Abbildung 2: Dentalkeramik unter REM, Fa. Degudent, Rossbach

2.6. Phasen der Sinterung

Für die Methodik der keramischen Sinterung wird der geschichtete Grünling in den keramischen Sinterofen eingebracht. Anschließend folgen mehrere, aufeinander zeitlich begrenzte Phasen, die als Vortrockenphase, Aufheizphase, Haltephase und Abkühlphase bezeichnet werden.

In der Vortrockenphase wird der geschichtete Rohling erwärmt, um das in den Spalträumen befindliche Wasser zu verdunsten [18], [31].

Die Vortrocknung ist mit dem Schluss der Sinterkammer beendet. Zusätzlich ist der Grünling trocken und frei von aromatischen Farbstoffen.

Während der Aufheizphase, die über mehrere Minuten von der Vortrockentemperatur bis zur angestrebten Brenntemperatur verläuft, wird die Brennkammertemperatur auf Sintertemperatur erwärmt. Innerhalb dieser Phase wird die Brennkammer kontinuierlich entsprechend der zugeführten Energie erwärmt. Die zugeführte Energie spiegelt sich in dem verwendeten Aufheizquotienten, der zwischen 25 K/min und 150 K/min liegen kann. Die Aufheizphase ist mit dem Erreichen der erforderlichen Sintertemperatur beendet. Während der Aufheizphase und Sinterphase wird dem Grünling die erforderliche Energiemenge, die für die Sinterung notwendig ist kontinuierlich zu geführt. Dabei bestimmt der Aufheizquotient aus Energie pro Minute (K/min) und Haltezeit in der Haltphase, die Wärmemenge, die über ein Integral aus Temperatur und Zeit die für die Sinterung der Dentalkeramik benötigten Wärme(-menge) [102].

Die angestrebte Sintertemperatur hat unterschiedlichen Einfluss auf die Dimensionsstabilität der gesinterten Objekte [6], [7], [9], [11], [12], [14], [19], [20], [28], [29], [30], [32], [34], [45], [50], [51], [76], [88], [90], [91], [97], [99], [105], [106], [107].

Über die anschließende Haltephase, in der Regel 60 Sekunden, wird das zu sinternde Objekt gleichmäßig durchwärmt, ein Verschmelzen der

Gemeineteilchen folgt. Diese Haltephase wird auf Grund der initial eingeleiteten Sinterung (oberhalb der Glasphase der verwendeten Keramik) ab ca. 480 °C als „obere Schmelzzone“ beschrieben. Während der Aufheizphase und Haltephase ist ein kontinuierlicher Unterdruck von bis zu 35 mbar erforderlich, um Porositäten und Lufteinschlüsse zu verringern und dadurch die Transparenz zu steigern [52], [66].

Nach Durchschreiten der Haltephase wird die Brennkammer geöffnet und das Sinterobjekt kühlt auf Raumtemperatur ab.

Nach *CLAUS* und *FISCHER* [18], [31] ist der Abkühlphase eine besondere Bedeutung zuzumessen. Spannungszustände lassen sich mit gezielter Steuerung des Abkühlvorgangs innerhalb der Brennkammer vermeiden. Ein schnelles Abkühlen kann zu Sprüngen bei metallkeramischen Verblendungen führen [5], [11], [18], [25], [31], [37], [38], [59], [65], [69], [70], [92], [97]. In Abhängigkeit des verwendeten Systems muss nach der Sinterung eine Abkühlphase angeschlossen werden.

2.7. Wärme, Wärmeübertragung, Wärmestrahlung und Temperatur

2.7.1. Wärme

Für eine suffiziente Sinterung ist Energie notwendig, die auf das keramische Objekt übertragen werden muss.

Die Wärme, kann als eine Form der „inneren Energie“, die nicht auf der Verrichtung von Arbeit oder der Änderung der Stoffmenge beruht, beschrieben werden [49]. Sie ist quantitativ äquivalent zu den anderen Energieformen. Die Wärmeenergie von Materie besteht aus der Bewegungsenergie ihrer Atome und Moleküle. In einem einatomigen (idealen) Gas handelt es sich um die translatorische Energie der Atome, in einem zweiatomigen Gas um die translatorische Energie und Rotationsenergie der Moleküle und Atome. In einem festen Kristall ist es die Vibrationsenergie der Atome um ihre Gleichgewichtslagen im Gitter, also die Schwingungsenergie der Gitterschwingungen (Phononen) [49].

Thermische Energie kann zudem noch in weiteren mikroskopischen Freiheitsgraden von Materie gespeichert sein, so z.B. in elektronisch angeregten Zuständen der Atome oder auch in magnetisch angeregten Zuständen. Am absoluten Nullpunkt der Temperatur (0K oder $-273,16^{\circ}\text{C}$) verschwindet die thermische Energie vollständig, jedoch bleibt nach der Quantenmechanik eine (kleine) Bewegungsenergie (die Nullpunktsenergie) bestehen [4], [13], [49], [79], [96].

Die energetische Äquivalenz von Wärme und Arbeit wurde erstmals von *R. Meyer* [75] gezeigt und spiegelt sich in der Formulierung des ersten Hauptsatzes der Thermodynamik durch Helmholtz wieder. Im zweiten Hauptsatz der Thermodynamik kommt zum Ausdruck, dass die Umformung in andere Energieformen im Allgemeinen nicht verlustfrei erfolgen kann [4], [13], [49], [79], [96].

Die Wärme, die bei verschiedenen thermodynamischen Prozessen ausgetauscht wird, kann durch spezielle Begriffe belegt sein, z.B. Umwandlungswärme, Reaktionswärme, Joulesche Wärme [4], [13], [49], [79], [96].

Der zeitliche Austausch von Wärme zwischen Teilsystemen mit unterschiedlichen Temperaturen erfolgt durch Wärmeleitung oder Wärmestrahlung [4], [13], [49], [79], [96].

2.7.2. Wärmeübertragung

Unter Wärmeübertragung (Wärmeausbreitung, Wärmetransport) versteht man die Übertragung von Wärme von einem Ort höherer Temperatur zu einem Ort tieferer Temperatur. Wärmeübertragung kann durch Wärmeleitung, Wärmekonvektion und Wärmestrahlung erfolgen (sowie durch Kombination dieser grundsätzlichen Arten der Wärmeübertragung, zum Beispiel bei Wärmedurchgang und Wärmeübergang) [4], [13], [49], [79], [96].

2.7.2.1. Wärmestrahlung

Wärmestrahlung, stellt allgemein die Wärmeübertragung durch elektromagnetische Strahlung, insbesondere für Infrarotstrahlung, dar. Wenn die abgestrahlte Energie nur aus der Wärmeenergie des Strahlers stammt, spricht man von Temperaturstrahlung (Temperaturstrahler). Beim Auftreffen auf einen anderen Körper wird die Wärmestrahlung von diesem teilweise absorbiert und in Wärme verwandelt. Ein Teil der Wärmestrahlung wird in Abhängigkeit der Körperoberfläche in den Raum reflektiert. Zur Messung der Wärmestrahlung dienen unter anderem Bolometer, Pyrometer, Radiometer und Thermoelemente. Während des Sinterprozesses erfolgt die Erwärmung der Sinterobjekte in erster Linie über die Wärmestrahlung und zu einem geringen Teil über Wärmeleitung [4], [13], [24].

Die Wärmestrahlung aller realen Körper kann rechnerisch erfasst werden. Dabei ist die Wärmestrahlung auf das Abstrahlverhalten des schwarzen Körpers bezogen. Die Intensität der Abstrahlung des schwarzen Körpers ist von der Wellenlänge λ abhängig. Für die spektrale Strahldichte L ergibt sich nach Planck folgende Formel (1), [4], [13]:

$$L_{i\lambda}(\lambda, T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{hc}{\lambda kT}} - 1} * \frac{1}{\Omega_0}$$

(1)

Variablen: h Planck-Konstante c Lichtgeschwindigkeit
 k Boltzmann-Konstante Ω_0 Einheitsraumwinkel
 λ Wellenlänge

Demnach ist die Strahldichte umgekehrt proportional zur Wellenlänge des abstrahlenden Körpers.

2.7.2.2. Wärmeleitung

Wärmeleitung, ist eine weitere Form der Wärmeübertragung durch Energietransport- oder Austauschprozesse, die durch einen Temperaturunterschied hervorgerufen ist. Dabei wird der zu erwärmende (oder abzukühlende) Körper mit einem wärmeren (beziehungsweise kälteren Körper) in Kontakt gebracht, sodass die im Mittel kinetisch, schnelleren Teilchen des wärmeren Bereichs durch Stöße kinetischer Energie an die im Mittel kinetisch, langsameren Teilchen des kälteren Bereichs weitergeben. Auf gleiche Weise erfolgt die Wärmeleitung zwischen den verschiedenen warmen Orten innerhalb des Körpers [24]. Die Wärmeleitung ist ein irreversibler, thermodynamischer Prozess in dem Energiediskrepanzen ausgeglichen werden.

Das Ausmaß der Wärmeleitung ist von der relativen Atomzahl der verwendeten Legierung abhängig. Legierungen höherer Dichte stellen eine höhere Leitfähigkeit als feste Körper mit geringerer Dichte dar [49].

2.7.2.3. Konvektive Wärmeübertragung (Konvektion)

Unter Konvektion oder konvektive Wärmeübertragung wird ein Wärmetransport durch sich bewegende Teilchen (Fluidteilchen) beschrieben. Wird eine Oberfläche eines Körpers einer bestimmten Temperatur von einem Fluid einer anderen Temperatur angeströmt, findet eine Wärmeübertragung durch Leitung statt. Das Ausmaß des Wärmestroms ist von der treibenden Temperaturdifferenz abhängig. Alle anderen Größen, die die Wärmeübertragung beeinflussen, können durch den Wärmeübergangskoeffizient α in der Formel (2) zusammengefasst werden [4], [13].

$$\dot{q} = \alpha(T_{\infty} - T_{\text{Oberfläche}}) \text{ demnach ist } \alpha = \frac{\dot{q}}{T_{\infty} - T_{\text{Oberfläche}}} \quad (2)$$

Der Koeffizient α hängt von der Wärmestromdichte q von dem Temperatur- und Geschwindigkeitsfeld im Fluid oberhalb der Platte/Oberfläche ab.

Im Hinblick auf die Energieübertragung während des keramischen Brandes müssen die Wärmekonvektion als Hauptanteil bei der Wärmeübertragung betrachtet werden. Eine Wärmeleitung findet lediglich an der Oberfläche der Sinterobjekte, der Thermoelemente sowie der Isolationsstoffe, statt.

2.8. Möglichkeiten der Temperaturmessung

Die Temperaturmessung beschreibt sämtliche Verfahren zur Bestimmung der Temperatur eines thermodynamischen Systems durch Vergleich mit einer Temperaturreferenz, z.B. Thermometer.

Hier kann jede physikalische Größe (z.B. Länge, elektrischer Widerstand, Strahlungsgrößen) oder chemische Eigenschaft (z.B. Temperaturmessfarben) verwendet werden, die sich mit der Temperatur ändert [4], [13].

Die Bestimmung der absoluten Temperatur eines Systems ist trotz der alltäglichen Anwendungen nicht ohne weitere Eichungen der Messsysteme möglich. In der Internationalen Temperaturskala von 1990 sind 17 Temperaturfixpunkte (Fixpunkte) festgelegt, denen Temperaturen »zugeordnet« werden. Die erste Beschreibung der absoluten Temperatur erfolgte über *CELSIUS*, der die Zahlenwerte der Temperaturskala empirisch auf einem Messsystem (Thermometer) festgelegt hat [87].

Als Grundlage dient die absolute Temperaturskala oder Kelvin-Skala. Zwischen den Temperaturfixpunkten, die im Allgemeinen mit kompliziert arbeitenden Primärthermometern festgelegt wurden, wird die Temperatur mit leicht anwendbaren Sekundärthermometern gemessen „geeicht“.

Unterschieden werden Messverfahren zwischen der berührenden Messung (z.B. mit Thermometern) und der berührungslosen, spektroskopischen Messung (z.B. mit Pyrometern).

Jede Messung kann zu Messfehlern führen, die durch geeignete Methoden, z.B. Kalibrieren, minimiert werden müssen (Fadenkorrektur).

Je nach Temperaturbereich kommen speziell geeignete Verfahren zum Einsatz. Die Temperaturmessung über 700 °C kann unter anderem spektroskopisch durch Strahlungsmessverfahren (Pyrometer) erfolgen. Temperaturen bis +3000 °C werden mit geeigneten Thermosonden gemessen, deren Schenkel aus Kohle bestehen.

Die Induktionsmethode wird zum Messen tiefer Temperaturen eingesetzt, wobei die Eigenschaft paramagnetischer Salze genutzt wird. Deren magnetische Suszeptibilität

$$X = C/T \quad (3)$$

proportional zu T^{-1} (C ist die Curie-Konstante) ist. Die Berechnung der absoluten Temperatur ist in der Formel (3) dargestellt [49].

Für die Kalibrierung der Thermometer (systemunabhängig) wurde die internationale Temperaturskala von 1990, (ITS-90) geschaffen, die eine praktische Temperaturskala zur Darstellung thermodynamischer (absoluter) Temperaturen ist. Zur Unterscheidung von vorangegangenen praktischen Temperaturskalen werden die in der ITS-90 gemessenen Werte durch den Index 90 am Formelzeichen gekennzeichnet (T_{90} bzw. t_{90}). Die ITS-90 erstreckt sich von 0,65 K bis zu den höchsten Temperaturen, die mit Hilfe des Planckschen Strahlungsgesetzes messbar sind. Sie stützt sich auf 17 reproduzierbare thermodynamische Gleichgewichtszustände (sog. definierende Fixpunkte), denen bestimmte Temperaturen zugeordnet sind (siehe Anhang 9.6.1, Seite 114).

Temperaturen zwischen den Fixpunkten werden in Abhängigkeit von dem zu vermessenden Temperaturbereich mit Hilfe von festgelegten Normalgeräten bestimmt, die an den Fixpunkten kalibriert werden. Für die Interpolation werden vereinbarte Definitionsgleichungen verwendet. Ein Beispiel für die Berechnung des Thermoelements Platin/Platin-Rhodium vom Typ S ist im Anhang B 9.6.2, Seite 115 dargestellt.

Die Differenzen zwischen verschiedenen Bereichen der Normalgeräte sind zu vernachlässigen. Die ITS-90 löste am 1.1.1990 die vorherige Internationale Praktische Temperaturskala von 1968 (Internationale Temperaturskala, IPTS-68) ab, die an vielen Stellen von der thermodynamischen Temperatur abwich, und nähert die thermodynamischen Temperaturen auch für Präzisionsmessungen an [87].

2.8.1.1. Thermometer, Expansionsthermometer

Das Expansionsthermometer basiert auf der thermisch-linearen Ausdehnung von Flüssigkeiten. In diesem Verfahren werden Temperaturen durch geeichte Skalen dargestellt. Die Genauigkeit des Thermometers ist von der verwendeten Flüssigkeit, von dem verwendeten Volumen und der Präzision der Skaleneinteilung abhängig.

In unmittelbarem Kontakt mit dem Messkörper kann das Berührungsthermometer die Temperaturmessung direkt ausführen. Zur weiteren Temperaturbestimmung dienen indirekte Thermometer, die die vom Messobjekt ausgesandte Strahlung (Strahlungs-Thermometer, z. B. Bolometer, Pyrometer) bestimmen. Des Weiteren werden Ausdehnungsthermometer, zum Beispiel Quecksilber-Thermometer (-39 bis 630 °C) oder Alkohol-Thermometer (Toluol, -90 bis 110 °C) genutzt. Dort wird die Volumenänderung von Flüssigkeiten (Flüssigkeits-Thermometer) oder Gasen (Gas-Thermometer) dargestellt. Die Ausdehnung wird an einer Skala gemessen, die nach Celsius in 100, nach Fahrenheit in 180 Teile unterteilt ist. Demnach ergibt sich für den Gefrierpunkt von 0 °C eine adäquate Temperatur von 32 °F) und 212 °F für den Siedepunkt (100 °C von Wasser bei normalem Luftdruck (101325 Pa). Die Kelvin-Skala ist eine theoretische Temperaturskala, ausgehend vom absoluten Nullpunkt.

2.8.1.2. Infrarotmessung

Die Infrarot-Temperaturmessung ist ein Verfahren zur berührungslosen Temperaturmessung. Physikalische Grundlage ist das Stefan-Boltzmann-Gesetz (siehe Formel (4)), [4], [13].

$$S = K * T^4 \tag{4}$$

Variablen: S = Strahlungsstrom T = Temperatur

K = Boltzmann'sche Konstante = $1,3805 \cdot 10^{-23}$ J/K

Die Formel (4) beschreibt die Grundlagen für den Strahlungsstrom. Danach strahlt jeder Körper Wärmeenergie ab, die der vierten Potenz seiner Temperatur proportional ist. Die Strahlung der Erdoberfläche liegt im Infrarot (IR-)Bereich mit einer Wellenlänge um $10\mu\text{m}$. Sie kann mit Wärmestrahlungsthermometern oder Infrarot-Scannern (Wärmebildkameras) mit Photodetektoren (z.B. Quecksilber – Cadmium – Tellurid - Detektoren) dargestellt werden [63].

Eine weitere Möglichkeit der Temperaturbestimmung kann mit Thermoelementen erfolgen. Diese bestehen im Allgemeinen aus zwei Drähten verschiedener Metalle oder Legierungen, die an einem Ende verbunden sind (siehe Abb. 3, Seite 23).

Sie lassen sich je nach der verwendeten Legierungskombination als Sekundärthermometer in Bereichen von 3 bis 3500 K anwenden.

2.8.1.3. Thermoelemente

Das Thermoelement stellt ein Gerät zur Temperaturmessung unter Ausnutzung des Seebeck-Effektes dar [8], [98]. Thermoelemente bestehen im Allgemeinen aus zwei Drähten verschiedener Metalle oder Legierungen, die an einem Ende verbunden sind (siehe Abb. 3, Seite 27).

Sie lassen sich je nach der verwendeten Legierungskombination als Sekundärthermometer in Bereichen von 3-3500 K anwenden.

2.8.1.3.1. Entwicklung der Thermoelemente

In den Jahren 1822/23 beschrieb *T.J. SEEBECK* [98] in den „Abhandlungen der Akademie der Wissenschaften (Berlin)“ eine Erscheinung, die er als ein Auftreten von freiem Magnetismus in miteinander verbundenen verschiedenartigen Leitern unter einer Temperaturdifferenz deutete.

Aus dieser Beschreibung geht hervor, dass *SEEBECK* [98] die thermoelektrischen Ströme entdeckt hatte, die in einem geschlossenen Kreis aus verschiedenartigen Leitern auftreten, wenn die Kontaktstellen auf verschiedenen Temperaturen gehalten werden.

Die von *SEEBECK* [80], [95], [98], [104], aufgestellte umfangreiche thermoelektrische Reihe hat heute noch teilweise Bedeutung.

2.8.1.3.2. Funktionsweise von Thermosonden (*SEEBECK*)

Die Thermosonden nach *SEEBECK* bestehen aus zwei Thermoschenkeln verschiedener Metalle bzw. Legierungen, die auf unterschiedlichen Temperaturen gehalten werden. In Abbildung 3 ist eine Thermosonde schematisch dargestellt.

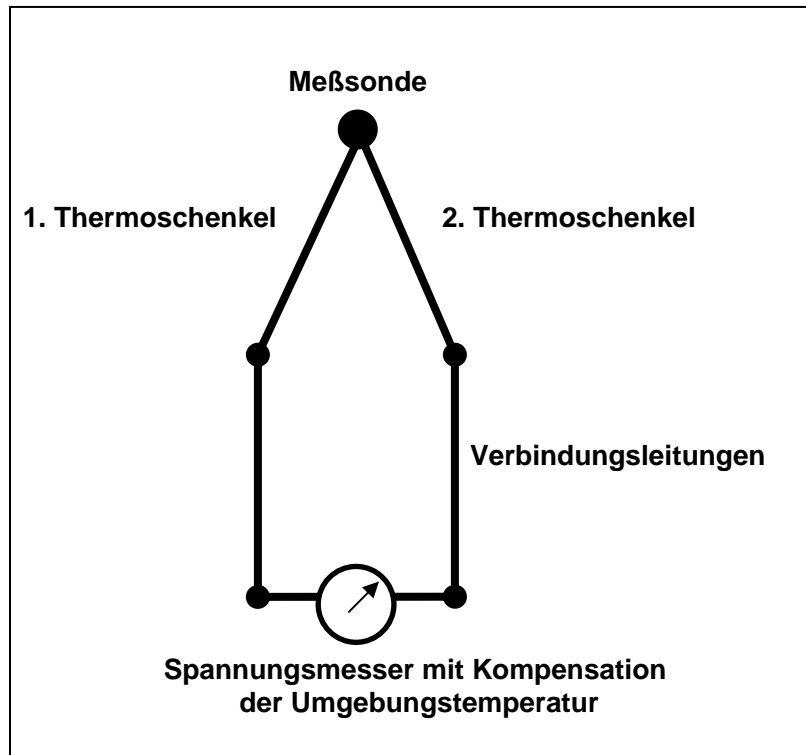


Abbildung 3: schematische Darstellung einer Thermosonde

Die Bestimmung der Messtemperatur an der Meßsondenspitze erfolgt durch Kompensation der thermoelektrischen Ströme. Die Kompensation erfolgt bei Meßsystemen aktueller Hersteller im Spannungsmesser. Ältere Meßsystemen verwendeten eine Kompensation über eine eingeschaltete zusätzliche Thermosonde, die bei definierter Temperatur fixiert wurde. Für die Einstellung der Kompensationsmesssonde wird Eiswasser mit einer Temperatur von 0 °C genutzt.

Die elektrische Auswertung der Messung erfolgt über eine Nullkompensation des Stromflusses, bei dem der Stromfluss in den Thermosonden auf 0 Ampere kompensiert wird. Bei erfolgreicher Kompensation ist eine Spannung über den beiden Thermosonden zu bestimmen. Diese Spannung kann in die jeweilige Temperatur transferiert werden.

Die Berechnung der Temperatur über die kompensierte Thermospannung ist in der zusammengefassten Formel (siehe Anhang B, Kapitel 9.6.2, Seite 115) für das Thermosonden-Paar Pt-Pt10Rh dargestellt [8], [48], [53], [78], [100].

Die gemessene Größe ist die Spannung mit einer hohen Empfindlichkeit von bis zu ca. $8 \mu\text{V K}^{-1}$ [8], [78], [100].

Die Instabilität des Eiswassers kann den Messaufbau negativ beeinflussen. Für den industriellen Einsatz wurden praktikable Geräte mit automatischer, integrierter Nullstellenkompensation entwickelt [1], [43], [44], [49], [82], [86], [87], [93].

Unterschiedliche Thermoelementpaarungen können für die entsprechenden Messanforderungen genutzt werden. Eine Übersicht gibt Tabelle 3 wieder [21]. Für jede Thermoelementpaarung kann ein optimales Messintervall dargestellt werden.

Tabelle 3: Übersicht über Thermoelementpaarungen

Typ	Material	Temperaturbereich
B	Pt30Rh-Pt6Rh	100.. 1820°C
E	NiCr-CuNi	-40.. 900°C
J	Fe-CuNi	-180.. 750°C
K	NiCr-NiAl	-180.. 1350°C
N	NiCrSi-NiSi	-270.. 1300°C
R	Pt13Rh-Pt	-50.. 1700°C
S	Pt10Rh-Pt	-50.. 1750°C
T	Cu-CuNi	-250.. 400°C
L	Fe-CuNi	-200.. 900°C
U	Cu-CuNi	-200.. 600°C

Im Gegensatz zu den metallischen Leitern werden Halbleiter bei Temperaturen bis 200°C eingesetzt. Die Thermokraft (Thermospannung) von Halbleitern ist um mindestens eine Größenordnung höher als die von Metallen. Halbleiter haben Empfindlichkeiten (α -Werte) mit bis zu 1000 μ V/K, während Metalle nicht mehr als 20 μ V/K und Metalllegierungen höchstens 50 μ V/K liefern. Durch die erhöhte Empfindlichkeit bzw. höhere Thermokraft ist die Temperaturbestimmung von Halbleitern präziser [64], [87].

Da aber die Halbleiter im Messbereich bis 1000K instabil werden, muss auf metallische Thermoelemente zurückgegriffen werden.

2.8.1.3.3. Anwendungsgebiete von Thermosonden

Schon lange werden Thermoelementpaarungen für die Messung von Temperaturen und Strahlungsenergien angewandt. Tabelle 3 gibt eine Auswahl der unterschiedlichen Thermoelementpaarungen, die nach der DIN-EN 584-1:1995 aufgeführt sind, wieder. Für jede Temperatur lässt sich mit Hilfe von definierten Tafeln die entsprechende Thermospannung am Thermoelement ermitteln.

In besonders beanspruchten Messplätzen, zum Beispiel im Bereich der Kernkraftwerkssteuerung, in Bereichen der metallverarbeitenden Industrie sowie in präzisen Regel- und Steuerprozessen im Rahmen von thermodynamischen Prozessen werden Thermosonden eingesetzt [62], [78], [100].

Das Platin/Platinrhodium Thermoelement der Klasse S zeichnet sich durch besonders große Widerstandsfähigkeit und Korrosionsbeständigkeit im Temperaturbereich bis 1750°C aus.

Die kontinuierliche Steuerung und Protokollierung der Sinterzyklen in Brennkammern erfolgt industriell über oxidationsstabile Thermoelemente mit der Bezeichnung Platin/Platin10Rhodium oder Platin/Platin13Rhodium.

3. Fragestellung

Ziel dieser vorliegenden Untersuchung war es,

- I. die im Sinterzyklus durchlaufenen Temperaturbereiche darzustellen,
- II. die Temperaturverteilung in Abhängigkeit der Positionierung innerhalb der Brennkammer zu messen und grafisch zu verdeutlichen,
- III. den Einfluss von Störfaktoren auf den Temperaturverlauf sowie
- IV. den Einfluss der Störfaktoren auf die Temperaturverteilung innerhalb der Sinterkammer zu evaluieren.

Weiterhin sollte die Untersuchung klären,

- V. ob durch Veränderung der Sinterparameter verschiedener Sinterzyklen eine Verbesserung der Wärmeübertragung erzielt werden kann.

4. Material und Methode

4.1. Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau besteht aus den Sinteröfen, den Thermosonden, einem Analog-Digital-Wandler und der nachfolgenden rechnergestützten Erfassung und Dokumentation. In Abbildung 4 ist der Messaufbau exemplarisch für einen der verwendeten Sinteröfen dargestellt.

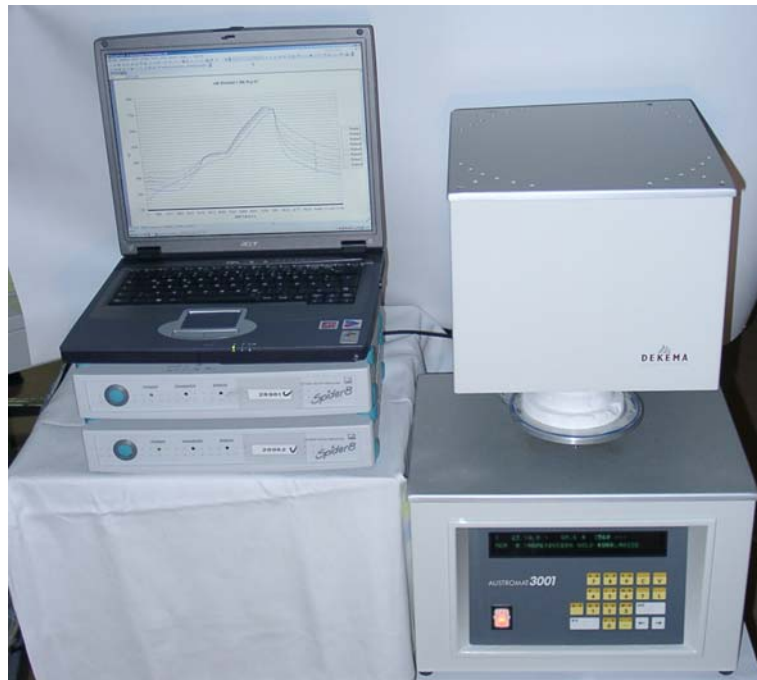


Abbildung 4: Messplatz mit Brennofen Austromat 3001[®], Fa. Dekema, Freilassing

4.1.1. Sinteröfen

4.1.1.1. Auswahl der Sinteröfen

In der vorliegenden Untersuchung wurden Sinteröfen verwendet, die über ein Liftsystem die Sinterkammer verschlossen. Durch eine Perforation der Brennteller konnten die Thermosonden in der Sinterkammer inseriert werden.

Die kontinuierliche Kalibrierung der Sinterkammern erfolgt jeweils monatlich. Eine spezielle Auswahl der Keramiköfen von Seiten der Hersteller erfolgte nicht. Eine kurze Übersicht der verwendeten Brennöfen ist in Tabelle 4 dargestellt. Die ausführliche Vorstellung der Brennöfen im Detail ist in Kapitel 4.1.1.2 bis 4.1.1.4 Seite 34 ff. aufgezeigt.

Tabelle 4: Übersicht der verwendeten Sinteröfen

Hersteller	Dekema,	Vita,	Degudent,
Ofentyp	Austromat 3001 [®]	Vacumat 2500 [®]	CergoPress [®]
Baujahr	1997	2000	2000
Größe der Sinterkammer	8,0cm Durchmesser, 6,0 cm Höhe => 301,59 cm ³	9,0 cm Durchmesser, 7,0 cm Höhe => 445,32 cm ³	9,5 cm Durchmesser, 5 cm Höhe => 354,41 cm ³
Anzahl, Anordnung der Thermosonden	1, zentral an der Kammerdecke	1, zentral an der Kammerdecke	2, parazentral an der Kammerdecke
Anzahl und Art der Heizwicklungen	5, Quarzglas isolation	6, Quarzglas isolation	6, Quarzglas isolation
Besonderheiten	Schnittstelle für Qualitätsmanagement	Schnittstelle für Qualitätsmanagement	Schnittstelle für Qualitätsmanagement, Pressoption

4.1.1.2. Keramikofen Nr. 1



Abbildung 5 und 6: Austromat 3001[®], Fa. Dekema, Brennkammerübersicht

Beschreibung:

Hersteller:	Dekema, Freilassing
Typ:	Austromat 3001 [®]
Baujahr:	1997
Brennkammergröße:	8,0 cm Durchmesser 6,0 cm Höhe ->301,59 cm ³
Liftsystem:	Hublift
Isolation:	Schamotte ohne nähere Angabe des Herstellers
Thermosonden:	1x Pt/PtRh, 5 mm unter der Brennkammerdecke
Bedienung:	Folientastatur
Dokumentation:	kontinuierliche Temperatur und Programmanzeige, Datenerfassung über MS-DOS Programm mit integrierter RS 232 Schnittstelle
Zusatzoptionen:	Dokumentationsdrucker

4.1.1.3. Keramikofen Nr. 2

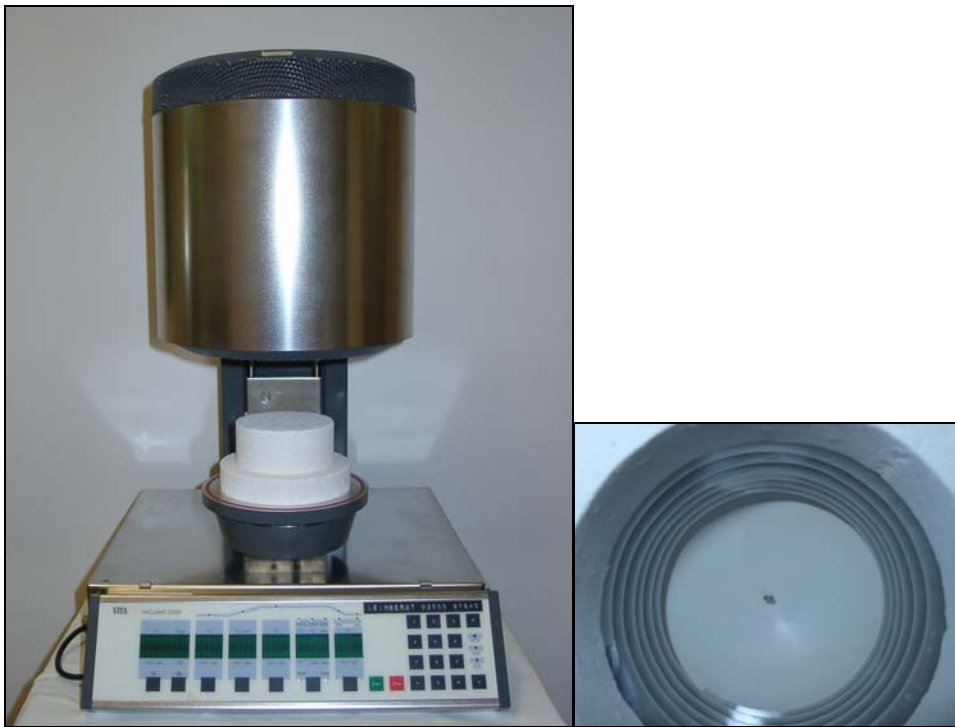


Abbildung 7 und 8: Vacumat 2500[®], Fa. Vita, Brennkammerübersicht

Beschreibung:

Hersteller:	Vita, Bad Säckingen
Typ:	Vacumat 2500 [®]
Baujahr:	2000
Brennkammergröße:	10,0 cm Durchmesser 6,0 cm Höhe -> 445,32 cm ³
Liftsystem:	Hublift
Isolation:	Schamotte, ohne nähere Angabe des Herstellers
Thermosonden:	1x Pt/PtRh 5 mm unter der Brennkammerdecke
Bedienung:	Folientastatur
Dokumentation:	kontinuierliche Temperatur und Programmanzeige, Zentrale Datenerfassung mit Exportfunktion über RS-232 Schnittstelle
Zusatzoptionen:	Dokumentation mehrerer Keramiköfen gleichzeitig möglich

4.1.1.4. Keramikofen Nr. 3



Abbildung 9 und 10: CergoPress[®], Fa. Degudent, Brennkammerausschnitt;
(1), (2) Thermosonden der ofeninternen Steuerung

Beschreibung:

Hersteller:	Degudent, Rossbach
Typ:	Cergo Press [®]
Baujahr:	2000
Brennkammergröße:	9,5 cm Durchmesser 5,0 cm Höhe -> 354,41 cm ³
Liftsystem:	Absenkung der Brennkammer auf den Brennteller
Isolation:	Schamotte, ohne nähere Angaben des Herstellers
Thermosonden:	2x Pt/PtRh parazentral (Position 1 u. 2), 5 mm unterhalb der Brennkammerdecke mit 5 mm Abstand
Bedienung:	Folientastatur und Drehtaster
Dokumentation:	kontinuierliche Temperatur und Programmanzeige
Zusatzoptionen:	integrierte Pressoption für Presskeramiken Chipkartenprogrammierung für standardisierte Sinterprogramme des Ofenherstellers

4.1.2. Modifikation der verwendeten Sinteröfen

Die untersuchten Sinteröfen konnten nicht direkt mit 8 Thermosonden ausgestattet werden. Es mussten kleine, vergleichbare Modifikationen im Bereich des Brenntellers und der Sinterkammer vorgenommen werden.

Folgende Modifikationen wurden an allen drei Sinteröfen identisch durchgeführt:

- a. zusätzliche Bohrung mit Gewinde parazentral im Brennteller für die Aufnahme des Thermoelementbaumes (Durchmesser 28mm)
- b. Aushöhlung des Schamottekernes für die Durchführung der Thermosonden
- c. Minimale Perforation der Schamotteträgeroberfläche des Schamottekegels

Für die Modifikationen wurden original Ersatzteile der Ofenhersteller verwendet. Die Bohrung bzw. das Gewinde im Brennteller war in allen Brennöfen identisch, um den Versuchsaufbau transferieren zu können. In Abbildung 11 ist schematisch der Messaufbau für die Keramiköfen Austromat 3001[®], Fa. Dekema, Vacumat 2500[®], Fa. Vita und CergoPress[®], Fa. Degudent dargestellt.

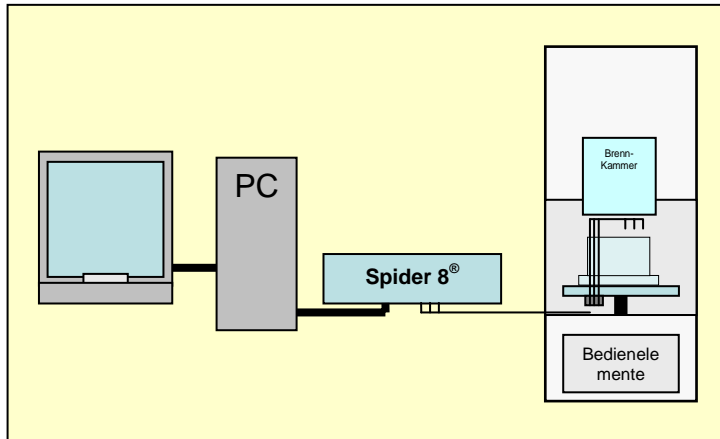


Abbildung 11: schematischer Versuchsaufbau mit Datenerfassung

Unter den ofeneigenen Brenntellern wurde eine Leiterplatte mit den Abmaßen 35 x 55 mm fixiert. Über diese Leiterplatte wurden die Thermosonden mit dem verbindenden Flachbandkabel über Schraub- bzw. Steckverbindungen fixiert.

Weitere Modifikationen an der Isolation wurden nicht vorgenommen.

4.2. Thermoelemente

Für den Versuch wurden auf Thermoelemente des Typs S mit der Kombination von Platin-PlatinRhodium zurückgegriffen. Die Thermoschenkel hatten eine Länge von 250mm und einen Durchmesser von 0,2mm. Beide Thermoelementschenkel wurden in Al_2O_3 -Röhrchen der Fa. Haldenwanger (Pythagoras-Rohre[®] Typ 610 nach DIN VDE 0335, 2,1mm x 0,6mm doppelummig) fixiert.

4.2.1. Herstellung der Thermosonden

Die Thermosonden, mit den Thermoschenkeln Platin / Platin-10-Rhodium vom Typ S, wurden mit dem Dentallaser CONNECTION[®] (Fa. Degudent) am Ende über eine Laserschweißung verbunden. Als Laserparameter wurden für die Schweißung folgende Parameter verwendet: Stromstärke 120 A, Zeit 5,0 ms, Fokus 0,8 mm.

Nachträglich wurden die Kontaktstellen der Thermosonden vermessen. Die vorbereiteten Thermosonden stellten im Bereich der Thermobrücke eine Kugel mit einem Durchmesser von 0,6 mm dar. Ein geringerer Durchmesser beeinflusst die Haltbarkeit im untersuchten Temperatursegment negativ [41], [62], [77], [87], [93], [100].

Nach der Laserung der Thermopaare wurden die Thermoelementschenkel im doppelummigen Al_2O_3 -Röhrchen fixiert und elektrisch gegeneinander isoliert, um Berührungen (Kurzschlüsse) der Thermoelemente untereinander, sowie der Thermoschenkel gegeneinander auszuschließen.

4.2.2. Kalibrierung der Thermoelemente

Nach der Herstellung der Thermosonden erfolgte die Kalibrierung in Anlehnung an die Internationale Temperaturskala (IST-90) im Messbereich von 900- 1000 °C mittels Feinsilberschmelze [83]. Für die Silberschmelze wurde auf Feinsilber mit einem Reinheitsgrad von 999‰ zurückgegriffen. Die hohe Reinheit bedingt kein Schmelzintervall, sondern einen für Silber typischen Schmelzpunkt.

Durch eine Masse von 40g Feinsilber in der Kalibrierungsschmelze konnten Messfehler reduziert werden [21], [44], [83], [93], [94].

Um die Thermosonden gegen die elektrisch leitende Silberschmelze zu isolieren, wurde an der Spitze der Thermosonden auf eine hochschmelzende Keramik, Vita Omega 95[®], der Fa. Vita Zahnfabrik, (Sinterparameter: Vorwärmtemperatur 600 °C, Sintertemperatur 930 °C) zurückgegriffen. Diese Keramikisolation wurde mittels feinen Pinsels auf die Enden der Thermosonden aufgetragen und bei normalen Luftdruckbedingungen über 15 Minuten gesintert.

Auf einen Unterdruck während der Sinterung wurde verzichtet.

Die Schmelzprobe des Feinsilbers erfolgte in einem Keramikschmelztiegel im Vakuum-Druckguss-Automaten CL-G[®], Fa. Heraeus Kulzer (schematische Darstellung, siehe Abbildung 12). Dabei wurden die isolierten Thermosonden in der geschmolzenen Feinsilberschmelze fixiert.

Während der langsamen Abkühlphase im Guss-Automaten konnte der Temperaturverlauf über den Messaufbau zur Kalibrierung der Thermosonden protokolliert werden [36], [94].

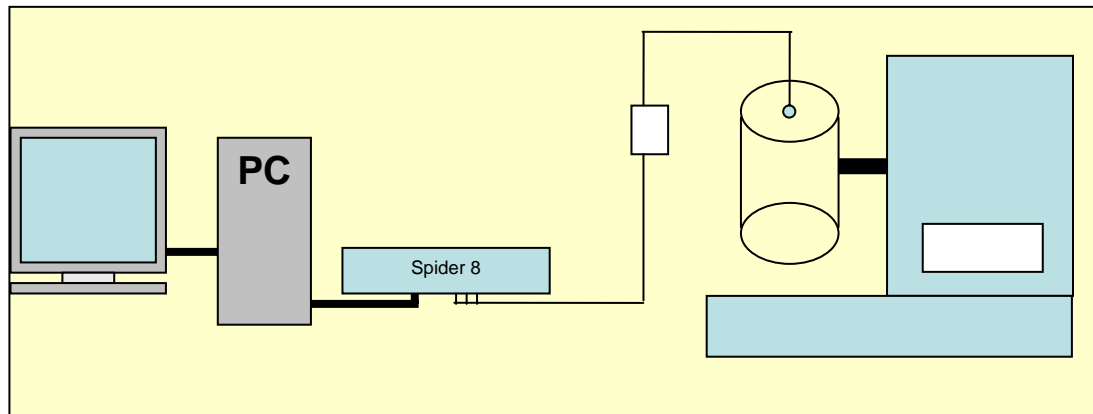


Abbildung 12: schematische Darstellung des Kalibrierungsaufbaus

Der vollständige Messaufbau für die Erfassung der Messdaten wurde in die Kalibrierung mit übernommen.

Nach erfolgreicher Erfassung der Messdaten, wurde die Feinsilberschmelze erneut aufgeschmolzen, um die Thermosonden möglichst schonend vom Feinsilber zu befreien. Die Thermosonden wurden nach dem Abkühlen auf Beschädigungen geprüft. Fehlerquellen während der Kalibrierung wurden durch Erneuerung der lasergeschweißten Kontaktstelle mit nachfolgender erneuter Eichung durchgeführt.

Eine Gegenprobe in Eiswasser (0°C) wurde durchgeführt. Die Ergebnisse der Kalibrierungen sind in Kapitel 5.1, Seite 52 dargestellt.

Nach erfolgreicher Kalibrierung wurde vorsichtig die Keramikisolation entfernt. Die doppelumigen Al₂O₃-Röhrchen wurden auf einer Länge von 1,0 cm vor der thermischen Messstelle entfernt, da auch die Al₂O₃-Röhrchen eine geringe, aber nicht zu vernachlässigende Wärmeabsorption beinhalten. Dies erfolgte in Orientierung an die an die Erarbeitung der physikalischen Grundlagen (siehe Kapitel 2.8.1.3, Seite 26). Nachfolgend wurden die Thermosonden im Brennteller der jeweiligen Sinteröfen fixiert. Nach erfolgreichen Probeläufen (Vorversuchen) konnte die Messdatenerfassung und Auswertung durchgeführt werden, siehe Kapitel 5.2, Seite 53.

4.2.3. Positionierung der Thermosonden

Die Positionierung der Thermoelemente erfolgte in radiärer Anordnung in einer Ebene und im Abstand von 5,0 mm (siehe Tabelle 6). Die Durchführung und Positionierung der Thermosonden sind in den Abbildungen 13 und 14 dargestellt.



Abbildung 13: Positionierung der Thermosonden in der Brennkammer Austromat 3001[®], Fa. Dekema, Freilassing

Kurzschlüsse in den Thermosonden bzw. unter den Thermosonden wurden durch direkte Kontrollen vor den Messzyklen reduziert. Eine gute Übersicht konnte über eine Rotation des Brenntellers erreicht werden. Diese Rotation wurde vor dem Brennzyklus zurückgesetzt und über eine farbliche Markierungen am Brennteller und Brennofen von extern kontrolliert.

Durch die Flexibilität der Thermosonden, konnten diese mit leichten Biegungen in der Brennkammer radiär und in einer Höhe angeordnet werden (siehe Abbildung 13 und 14). Zwischen dem Wechsel der Ebenen (Ebene 0 – Ebene 3) wurden die Thermosondenenden in Orientierung an Tabelle 5 und 6 in der Vertikalen und Horizontalen fixiert. Scharfe Instrumente und Zangen wurden nicht genutzt, da

sonst an den Biegestellen Stromspitzen das Messergebnis negativ beeinflussen würden. Für geringfügige Modifikationen wurde eine Pinzette in ausreichender Länge (ca. 25 cm) genutzt. Mit einer weiteren Pinzette wurden die Störkörper im Zentrum der Brennkammer direkt auf dem Schamotteträger positioniert (siehe Abbildung 14).

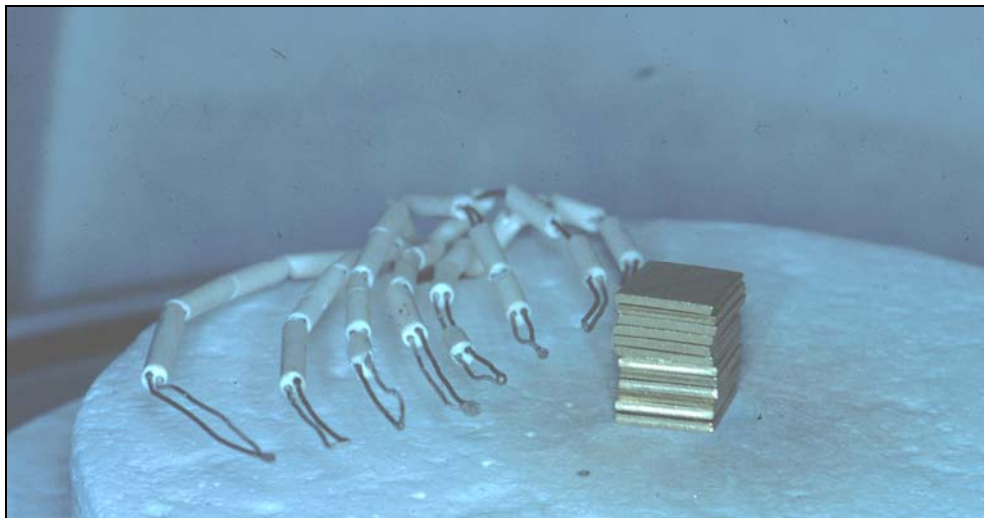


Abbildung 14: Positionierung der Störkörper auf dem Brenngutträger

Tabelle 5: vertikale Positionierung der Thermosonden

	Höhe über dem Schamotteträger in mm
Ebene 0	0-1
Ebene 1	6
Ebene 2	12
Ebene 3	18

Tabelle 6: horizontale Positionierung der Thermosonden

Thermosonde	Abstand vom Zentrum
1	5,0 mm
2	10,0 mm
3	15,0 mm
4	20,0 mm
5	25,0 mm
6	30,0 mm
7	35,0 mm
8	40,0 mm

4.3. Kalibrierung der Sinteröfen

Die Kalibrierung der einzelnen Keramiköfen wurde durch die Silberschmelzprobe in der Brennkammer bei gleichen Umweltbedingungen (Zimmertemperatur 20°) durchgeführt. Diese Eichung war erforderlich um eine gleichmäßige Ausgangssituation für alle drei Brennkammern zu schaffen. Mit einer gleichmäßigen Aufheizrate von 40 K/min wurden die Keramiköfen auf die Zieltemperatur von 962°C aufgewärmt. Nach Öffnung der Brennkammer stellte sich uns die Silberschmelzprobe dar.

In Abbildung 15 sind eine untertemperierte, eine positive und eine übertemperierte Silberschmelzprobe dargestellt.

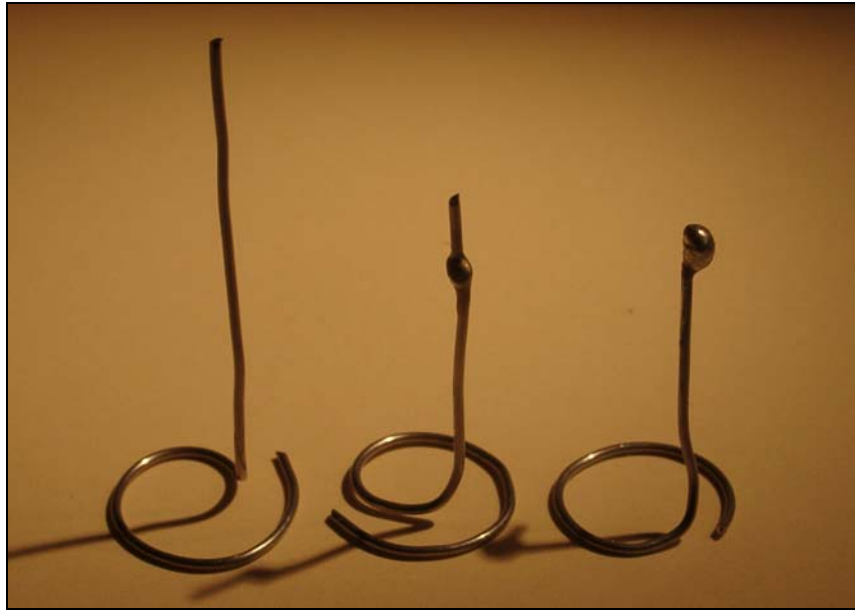


Abbildung 15: Darstellung Silberprobe,

links: Zieltemperatur nicht erreicht

Mitte: Zieltemperatur erreicht

rechts: Zieltemperatur überschossen

Die in Abbildung 15 links dargestellte Schmelzprobe beschreibt eine Temperatur unterhalb der Silberschmelzprobe in der Brennkammer. Eine übermäßige Erwärmung der Schmelzprobe ist in der rechten Probe ersichtlich. Eine optimale Silberschmelzprobe konnte in Abbildung 15 in der Mitte mit einer Schmelzperle im oberen Drittel aufgezeigt werden. Über die in Abbildung 15 dargestellten Silberproben kann jeder herkömmliche Keramikbrennofen kalibriert werden. Nach den Empfehlungen der Ofenhersteller sollten in regelmäßige Kalibrierungen durchgeführt werden (z.B. Dekema alle 1000 Sinterzyklen).

Diese einfache Art der Kalibrierung und Kontrolle zeigte, dass in der Sinterkammer der untersuchten Keramikbrennöfen die angestrebte Temperatur von 962°C vorhanden war. Eine erneute Kalibrierung nach den durchgeführten Untersuchungen zeigte, dass es während der Untersuchung zu keinerlei Abweichungen gekommen ist.

4.4. Vorversuche Sinteröfen

Der Versuchsablauf gliederte sich in die Vorversuche und Hauptversuche.

Die Vorversuche sollten zum Ausschluss von systemischen und systematischen Fehlern dienen. Andererseits sollte geklärt werden, ob die Hypothese, dass die Sinterkammer in einen Zylinder / Kegel abstrahiert werden kann, zu trifft.

Dazu sollte mit den acht inserierten, externen Thermosonden die Durchwärmung in Abhängigkeit der Rotation des Brenntellers überprüft werden.

Hierzu wurde der Brennteller vor jedem Programmstart um 90° rotiert.

Dazu wurde exemplarisch das Sinterprogramm für die hochbrennende Keramik (A, 920 °C Sintertemperatur) verwendet.

Weiterhin sollte geklärt werden, ob die in den Vorversuchen dargestellten Temperaturgradienten durch die Insertion von Störkörpern beeinflusst werden können. Hierzu wurden ein CoCrMo-Würfel mit je 6 g und 12 g in die Sinterkammer eingebracht. Die erfassten Messreihen wurden grafisch dargestellt.

Auf die Verwendung eines Unterdruckes in der Brennkammer wurde in allen Versuchen verzichtet, da die basale Insertion der Thermoelemente technisch keinen Unterdruck zuließ.

4.5. Datenerfassung und Datenanalyse

Die Datenerfassung wurde mittels Spider8[®] der Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, einem AD-Wandler durchgeführt (siehe Kapitel 4.5.1).

Die Messdaten wurden in einer Frequenz von 10 Hz über den gesamten Untersuchungszeitraum protokolliert und in Tabellen gespeichert. Für einen normalen Sinterprozess von 20 Minuten wurden die Messdaten in einer Tabelle zusammengefasst. Diese Tabellen waren Grundlage für die spätere Datenanalyse. Die vorliegenden Rohdaten wurden entsprechend der Thermosondenposition transferiert.

Zur besseren Handhabung der Daten wurden die Rohdaten in der Sequenz auf die

- jeweiligen Maxima während des Sinterdurchganges,
- Schnittpunkt der Gerade (Aufheizphase / Haltephase) und
- Sinterendtemperaturen (Ende Haltezeit) reduziert.

Die Maxima innerhalb eines Sinterzyklus wurden elektronisch generiert, die Werte für die Temperatur zu Beginn der Haltezeit und Sinterendtemperatur (nach einer Minute) wurden über optische Darstellung (Diagramm) bestimmt. Zur besseren Übersicht wurden Diagramme mit vollständigem Sinterverlauf und Ausschnittdarstellung erstellt. Die Skalierung im Bereich der Sintertemperatur wurde auf ± 75 K um den Sinterpunkt reduziert.

Die Berechnung und Auswertung der Messdaten wurde mit der Tabellenkalkulation Microsoft Excel[®] Version XP durchgeführt.

4.5.1. Digitalisierung der Messdaten

Für die Digitalisierung der Messwerte wurden zwei Analog-Digitalwandler Spider-8[®] Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH eingesetzt. Dieses System war in der Lage je 4 getrennte Thermoelementkanäle über 16-bit zeitsynchron zu digitalisieren. Die Datenerfassung der Messwerte wurde über einen handelsüblichen Personalcomputer fortgesetzt. Für die Schnittstelle zwischen dem Spider8[®] und dem PC wurde die parallele Schnittstelle verwandt, da diese in der Lage war, große Datenmengen in der dementsprechenden Zeit zu übertragen.

Technische Details des verwendeten Messsystems Spider 8[®]:

- 8 – Kanal 16 –Bit A/D-Wandler mit Abtastraten bis zu 1.000 Hz
- Datenübertragung: bidirektionale Centronic Schnittstelle
- Parallele 4-Kanal A/D Wandlung für Thermosonden mit integrierter 0°C-Abgleichung (Kompensationsausgleich)
- Stromversorgung über externes Netzteil 12 V

4.5.2. Temperaturprotokoll / Thermoelementprotokoll

Für die Digitalisierung der Temperaturmessungen wurden auf die standardisierten Tabellen für Thermoelemente aus den Formel und Tafelwerken zurückgegriffen [64], [87]. Für die Digitalisierung der gemessenen Thermospannungen konnte die ITS90-Skala Verwendung finden. Im Rahmen der Digitalisierung wurden die gemessenen Ströme direkt in der Software Catman Ver. 2 rel.2.22[®] der Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, transferiert. Über die Datenerfassung wurden Daten in Blöcken zu 500 Zeilen mit jeweils 8 Kanälen und zusätzlich einer Zeitachse dargestellt. Die Messdaten wurden kontinuierlich auf der Festplatte archiviert. Eine Zuordnung erfolgte zeitlich bzw. dem Sinterprogramm zugehörig.

4.6. Störkörperherstellung

Für die Insertion von Störkörpern in die Brennkammern der untersuchten Sinteröfen wurden einfache reproduzierbare geometrische Körper gewählt. Zur Anwendung kam die Nichtedelmetalllegierung (NEM) Biosil F[®] (Fa. Degudent, Rossbach). Die Zusammensetzung ist im Anhang 9.6.4, Seite 118 dargelegt.

Die geometrische Form bestand aus einem sechseckigen Prisma mit einer Höhe von 9,0 mm und einer Breite von 9,0 mm. Die Masse belief sich auf 6,1 g.

Da diese Störkörper nach den Sinterzyklen ausgeprägte Oxydschichten an der Oberfläche bildeten die sich schlecht entfernen ließen, wurde auf eine hochgoldhaltige aufbrennfähige Legierung (Degunorm[®] Fa. Degudent, Rossbach) zurückgegriffen.

Diese aufbrennfähige Legierung zeichnete sich durch eine relativ geringe Oxidation an der Oberfläche aus.

Diese edelmetallhaltigen Störkörper bestanden aus 6 bzw. 12 Legierungsplättchen, die durch Laserschweißung miteinander verbunden wurden. In der Höhe von 6 mm erfolgte eine Vertiefung und Markierung, in die die Thermosonde zur Messung der Oberflächentemperatur des Störkörpers inseriert wurde.

Für die Laserschweißung der Störkörper wurden die Parameter des Dentallasers CONNEXION[®] (Fa. Degudent, Rossbach) angewendet: Stromstärke: 130 A, Zeit 5,5 ms, Durchmesser 0,7 mm.

Anschließend wurden die Störkörper mit Glasperlen (Fa. Renfert) 50 μ m und 2,5 bar abgestrahlt.

Nach jeder Messreihe wurden eventuelle die Oxydreste auf der Oberfläche der Störkörper durch eine Einlage in ein Ätzbad (Neacid[®], Fa. Degudent, Rossbach) über 20 Minuten entfernt. Nach Abspülen unter fließendem Wasser wurden die Störkörper getrocknet und mit Glasperlen erneut abgestrahlt.

Die Entfettung der Störkörper erfolgte mittels Dampfstrahler und Abspülen in aqua dest. Die anschließende Trocknung erstreckte sich über 24 Stunden bei Raumtemperatur.

Nach der Reinigungs- und Klimatisierungsphase standen die Störkörper für weitere Messungen wieder zur Verfügung.

Die Störkörper wurden vor den Messungen mittig auf den Schamottekern des Brenntellers aufgestellt. Ein eigentlicher Brenngutträger als zusätzlicher Störkörper wurde bei den Untersuchungen nicht verwendet.

4.7. Sinterprogramme

Für die Auswahl der Brennprogramme wurden Sinterzyklen für niedrig-, mittel- und hochbrennende Verblendkeramiken verwendet (siehe Tabelle 7). Zusätzlich wurde die Aufheizrate im Bereich von 50-150 K/min variiert. Exemplarisch wurde bei einem Sinterprogramm (Keramik A, hochbrennend) die Aufheizrate von 55 K/min auf 25 K/min bzw. 150 K/min (maximale Aufheizrate) geändert. Alle Brennprogramme begannen mit einer Vorwärmtemperatur von 450 – 600 °C. Den Tabellen im Anhang Kapitel 0, Seite 115 können alle Sinterparameter in den untersuchten Sinteröfen entnommen werden.

Eine Übersicht der Sinterprogramme zueinander ist in Tabelle 7 dargestellt.

Tabelle 7: Sinterprogramme der untersuchten Sinteröfen

	Vorwärmen (°C)	Vorwärmen (Sek.)	Aufheizquo- tient (K/min)	Endtemp. (°C)	Haltezeit (Sek.)	Abkühltemp. (°C)
Hochbrennend						
Keramik A	575	180	75	920	60	575
Keramik B	600	300	55	920	60	600
Mittelbrennend						
Keramik C	450	360	55	785	60	450
Keramik D	575	240	150	820	60	575
Keramik E	450	480	55	750	30	450
Niedrigbrennend						
Keramik F	450	360	55	680	60	450
Sonderprogramme						
Keramik A-1	575	180	25	920	60	575
Keramik A-2	575	180	150	920	60	575

5. Ergebnisse

5.1. Kalibrierung der Thermosonden

Die Kalibrierung der Thermosonde wurde in einer Feinsilberschmelze (999‰) überprüft. Die Abbildung 16 zeigt die Abkühlungskurve. Das für die Schmelze typische Schmelzplateau liegt bei 962 °C.

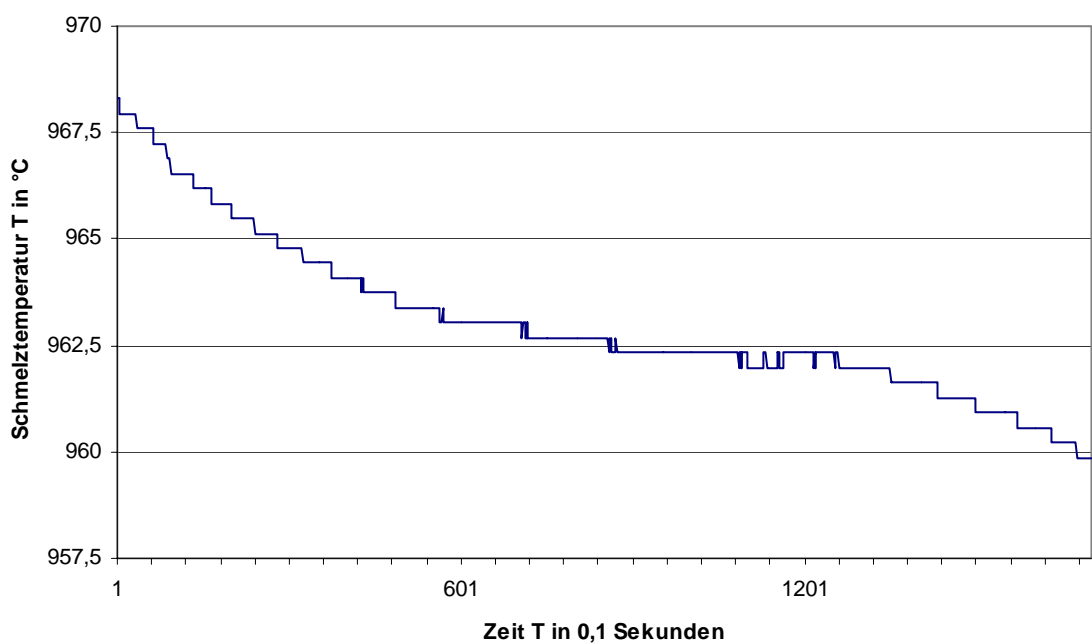


Abbildung 16: Eichkurve exemplarisch für ein Thermoelement

Die Stufenbildung in Abbildung 16 veranschaulicht die Grenzen der Digitalisierung mit einer Empfindlichkeit von 0,348K (durch die 16-Bit-Digitalisierung bedingt).

In den Kalibrierungskurven der Thermosonden konnte ein Sinterplateau bei einer Temperatur von 962 °C dargestellt werden.

Dabei lag die Streuung in einem Bereich von $\pm 2,5$ K. Diese Streuung gibt die Schwankungsbreite der Thermoelemente wieder.

5.2. Ergebnisse Vorversuch

In den Vorversuchen wurden:

- a. die Durchwärmung der Sinterkammer mit Darstellung der Temperaturgradienten bestimmt
- b. Möglichkeit der Abstrahlung der Brennkammer auf einen zylindrischen / kegelförmigen Körper
- c. der Einfluss eines Störkörpers auf den Temperaturgradienten dargestellt.

5.2.1. Ergebnisse Vorversuch Teil a: Durchwärmung und Temperaturgradienten der Sinterkammerkammer

In Abbildung 17: sind ist der Temperaturverlauf eines Sinterzyklus grafisch dargestellt. Am Ende der Aufheizphase erreichen die Thermosonden die angestrebte Temperatur von maximal 966,65 °C und kühlen während der Haltephase auf maximal 948,41 °C ab.

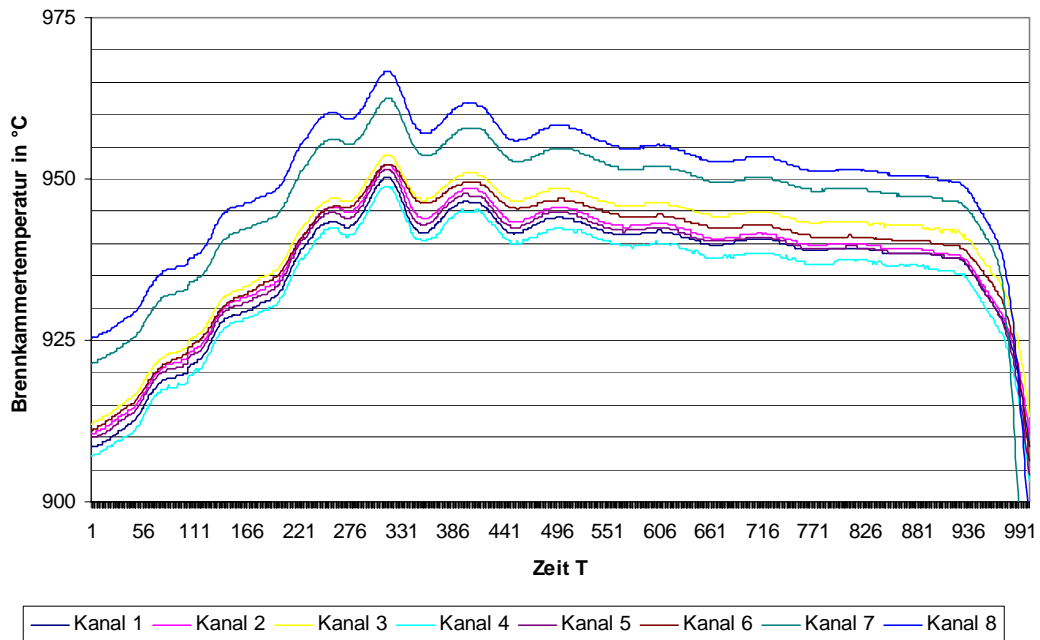


Abbildung 17: exemplarischer Temperaturverlauf, Keramik A, 920°C Sintertemperatur, Dekema®

Es stellen sich Temperaturdifferenzen innerhalb der Brennkammer zu Beginn der Haltezeit mit bis zu 17,9 K zu Beginn der Haltezeit und mit bis zu 13,1 K dar.

Am Ende der Aufheizphase lag maximale Temperatur bei 966,3 °C, die zentralen Thermosonden stellten eine Temperatur von 948,4 °C dar. Am Ende der Haltezeit reduzierte sich die Differenz der peripheren Thermosonden auf 948,1 °C, während zentralen Thermosonden 935,0 °C darstellten.

Vergleichende Vorversuche wurden im mittel brennenden und niedrigbrennenden Temperatursegment durchgeführt.

Die horizontalen Temperaturdifferenzen wurden in einer Ebene (Ebene 1 = 6 mm) über dem Schamotteträger bestimmt.

Bei Veränderung der Messposition (Ebene 0 zu Ebene 1) der Thermosonden in der Vertikalen konnten Temperaturdifferenzen von 9,8 K bestimmt werden.

Die Bestimmung der Temperaturdifferenzen ist im Hauptversuch umfassend dargestellt (siehe Kapitel 5.3, Seite 58 ff).

5.2.2. Ergebnisse Vorversuch Teil b: Rotation des Brenntellers

Die Möglichkeit der Abstrahlung der Brennkammer auf einen zylindrischen bzw. kegelförmigen Hohlraum konnte nach Auswertung der Ergebnisse nach Rotation des Brenntellers bestätigt werden.

Die Überlagerung der Temperaturverläufe in Abbildung 18 zeigt zwei zeitlich versetzte und um 90° rotierte Sinterzyklen. Durch die dargestellte Überlagerung der Temperaturverläufe nach Rotation des Brenntellers konnte keine Abweichung der Temperatur dargestellt werden.

Die Differenzen ($\pm 1,25$ K) der beiden Temperaturverläufe liegen im Bereich des Messfehlers der Thermosonden.

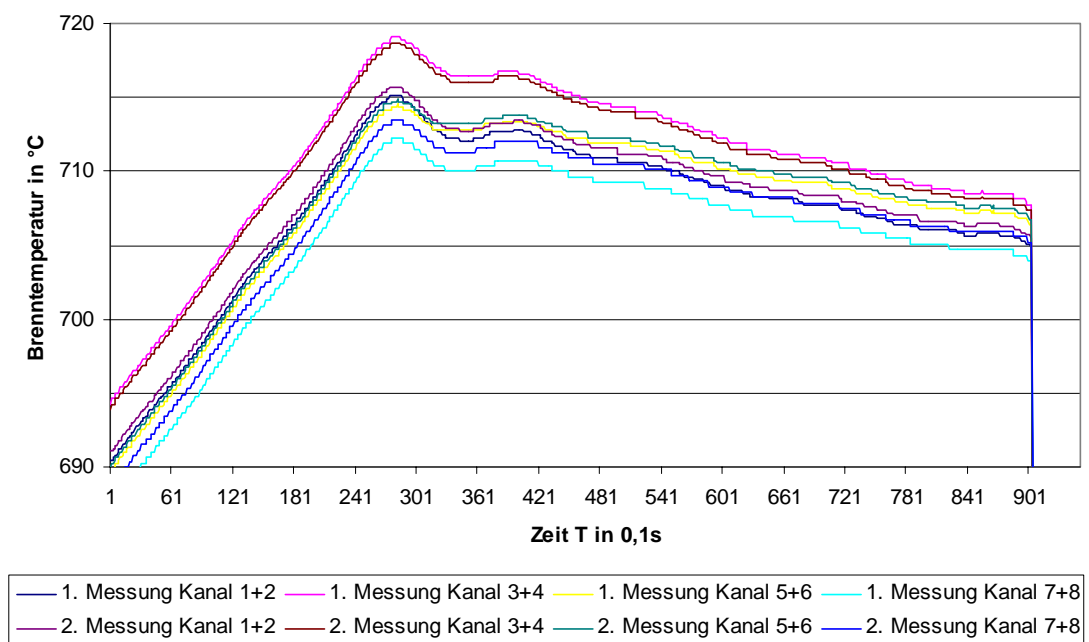


Abbildung 18: Auswertung der Rotation des Brenntellers um 90°

5.2.3. Ergebnisse Vorversuch Teil c: Einfluss eines Störkörpers auf den Temperaturgradienten

Nach Insertion eines Störkörpers (6,1 g) konnte eine zusätzliche, signifikante Abweichung der Sintertemperatur an der Oberfläche des Störkörpers dargestellt werden. Die Abbildung 19 beschreibt den Sinterprozess mit inseriertem Störkörper 6,1g bei dem Sinterprogramm der Keramik A.

An Thermoelement 1 ist die Oberflächentemperatur am Störkörper dargestellt.

Deutliche Differenzen bezüglich der angestrebten Sintertemperatur stellen sich dar. Eine Differenz der Temperatur zu Beginn der Haltphase von 935,4 °C zu 924,1 °C wird in unmittelbarer Nachbarschaft zum Thermoelement 2 deutlich. Weitere Darstellungen der Temperaturdifferenzen werden im Kapitel 5.3, Seite 58 ausgewertet.

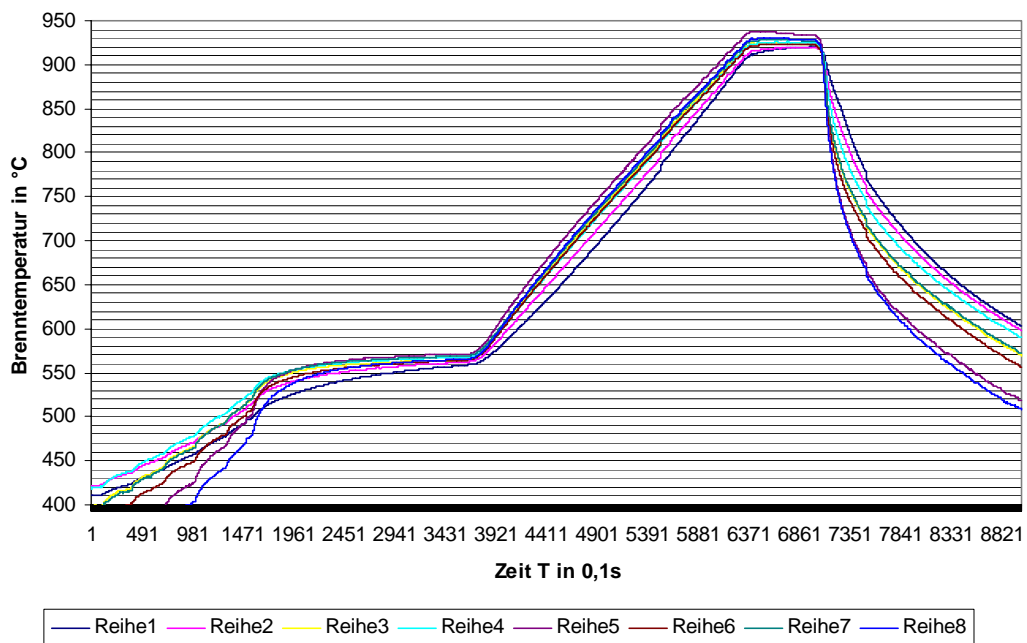


Abbildung 19: Austromat 3001[®], CoCr Störkörper 12,2g, Ebene 2, hochbrennend, Keramik A, Kanal 1 entspricht Oberflächentemperatur des Störkörpers

Der Temperaturgradient (Kanal 2-Kanal 8) innerhalb der Sinterkammer kann mit maximal 11,3 K während der maximalen Sintertemperatur aufgezeigt werden.

Deutlicher stellt sich die Differenz innerhalb der Sinterkammer im Vergleich der zentralen Thermosonde (Störkörperoberfläche) und peripherem Thermoelement mit 22,6 K dar.

Zum Ende der Haltzeit reduziert sich die maximale Temperaturdifferenz innerhalb der Sinterkammer auf 6,0 K bzw. 6,7 K im Vergleich zum inserierten Störkörper.

5.3. Ergebnisse Hauptversuch

5.3.1. Temperaturverlauf bei DEKEMA Austromat 3001[®] Brennofen 1

Die maximalen Temperaturabweichungen zu Beginn der Haltezeit bei dem Sinterprogramm (Keramik C, Ebene 3) betragen bis 65,2 K über der geforderten Sintertemperatur. Die aufgeschlüsselten absoluten Maxima sind in der Abbildung 20 dargestellt.

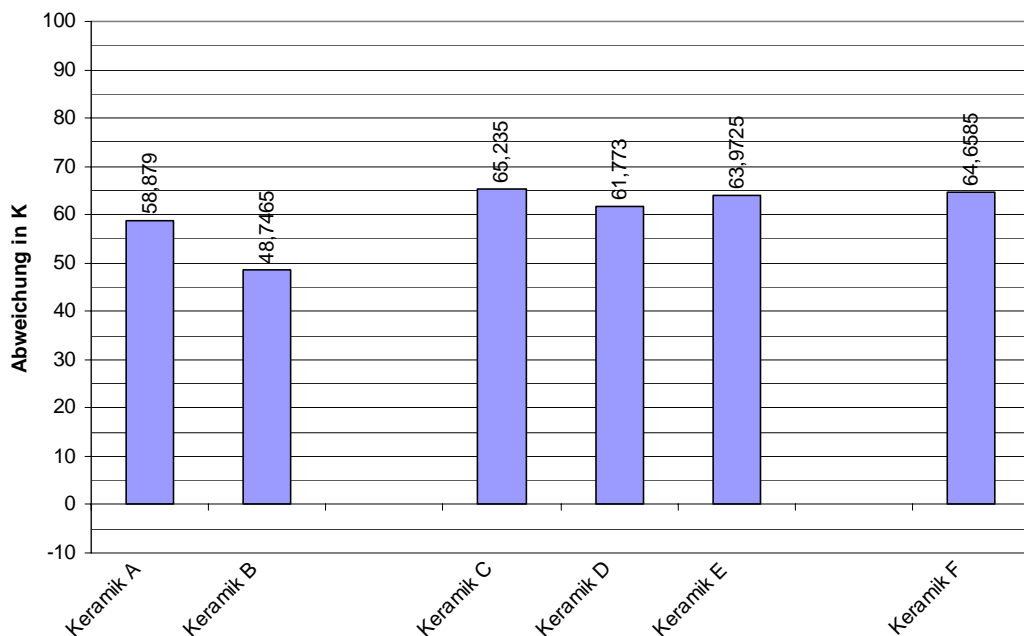


Abbildung 20: maximale absolute Abweichung Sinterofen 1 von der geforderten Sintertemperatur

Eine Auswertung bezüglich der Ebenen der Messreihen (siehe Tabelle 5, Kapitel 4.2.3, Seite 42 f.) ist in Abbildung 21 dargestellt. Die geringsten absoluten Abweichung sind bei den Keramiken A und B (hochbrennende Keramiken) dargestellt (+58,9 bzw. +48,8 K) über der geforderten Sintertemperatur.

In der Auswertung der Ebenen zueinander stellt sich eine maximale Abweichung von bis zu 13,4 K in Ebene 0 zu Ebene 2 (Keramik A) dar.

Die geringsten Abweichungen der Ebenen zueinander stellt Keramik C mit 0,36 K (in der Ebenen 2 zur Ebene 3) dar.

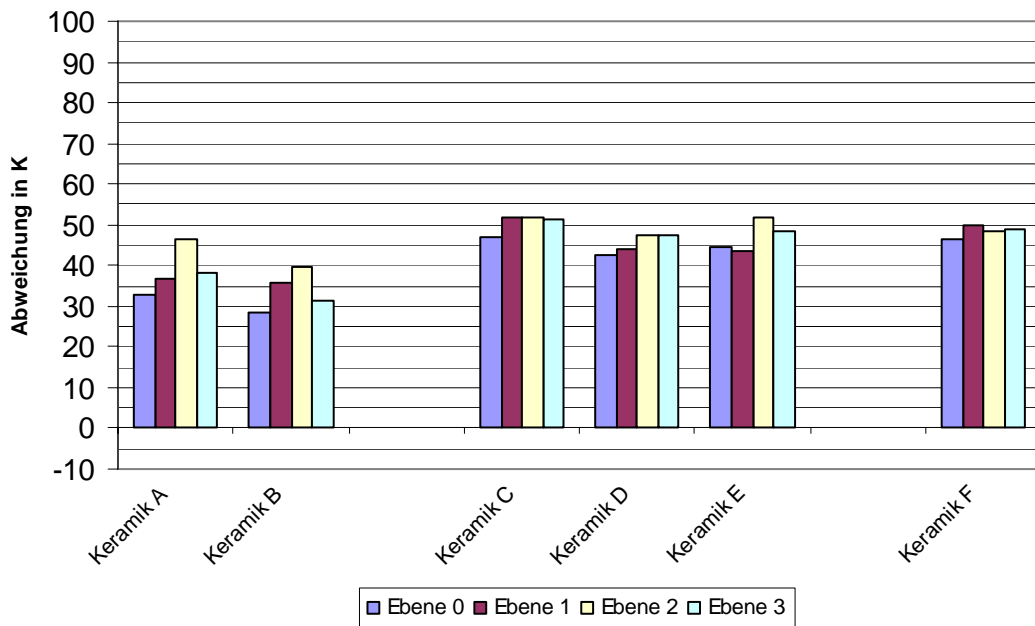


Abbildung 21: durchschnittliche Abweichung Austromat 3001[®] Darstellung in der Vertikalen ohne Störkörper

Die vertikale Auswertung der Thermosonden kann in Abbildung 22 für die einzelnen Sinterprogramme in den jeweiligen Ebenen dargestellt werden. Eine geringere Streuung der Grafen beschreibt eine gleichmäßige Verteilung der maximalen Sintertemperaturen.

Im Bereich der Kanäle 4 bis 6 sind in allen Sinterzyklen geringe Abweichungen von 0,35 K (Ebene 0, Keramik B, hochbrennend) bis 7,8 K (Ebene 1, Keramik D, mittelbrennend) im radiären Verlauf zu verzeichnen. Im Durchschnitt betrug die Temperaturdifferenz 4,0 K des zentralen zum peripheren (Kanal 4-6).

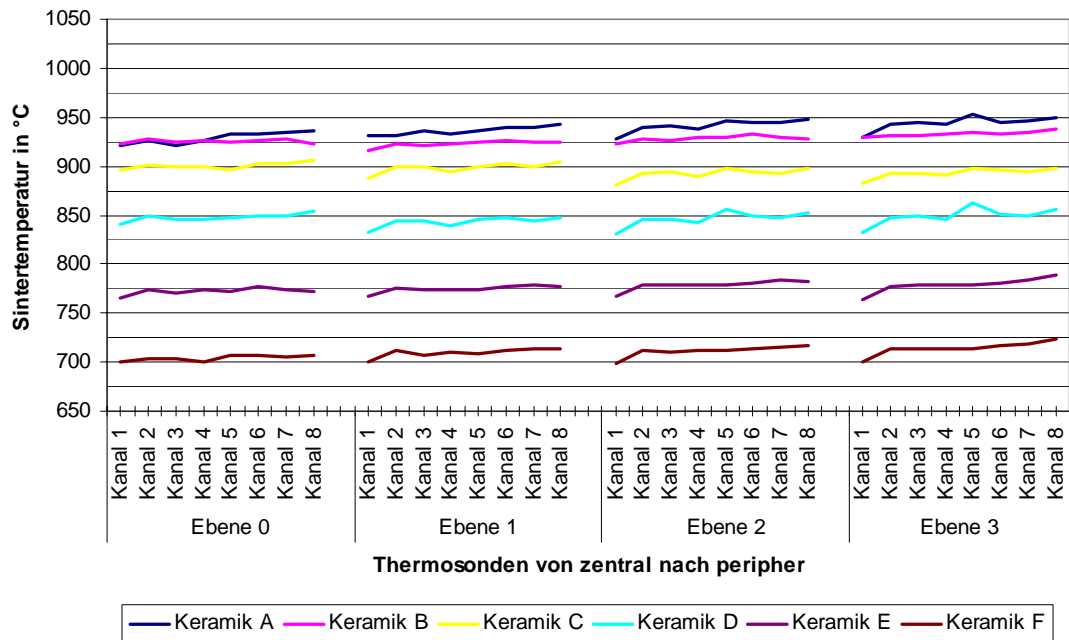


Abbildung 22: horizontale Auswertung aller maximalen Sintertemperaturen, Austromat 3001[®]

Die geringsten Abweichungen in der Sinterkammer zu den Mittelwerten konnte die Messreihe der Keramik B in Ebene 0 und 1 mit 2,4 K bzw. 3,3 K aufzeigen.

5.3.2. Temperaturverlauf bei Vita Vacumat 2500[®] Brennofen 2

Die maximalen Temperaturabweichungen zu Beginn der Haltezeit betragen bis zu 98,8 K (Keramik D, Ebene 3) über der geforderten Sintertemperatur. Die aufgeschlüsselten absoluten Maxima sind in der Abbildung 23 dargestellt.

Im hochbrennenden Temperatursegment stellte sich die geringste maximale Abweichung in Höhe von 67,8 K über der geforderten Sintertemperatur dar.

In den Sinterzyklen der Keramiken B, C, E und F konnten ähnliche Abweichungen in Höhe von 76,8 K bis 73,4 K aufgezeigt werden.

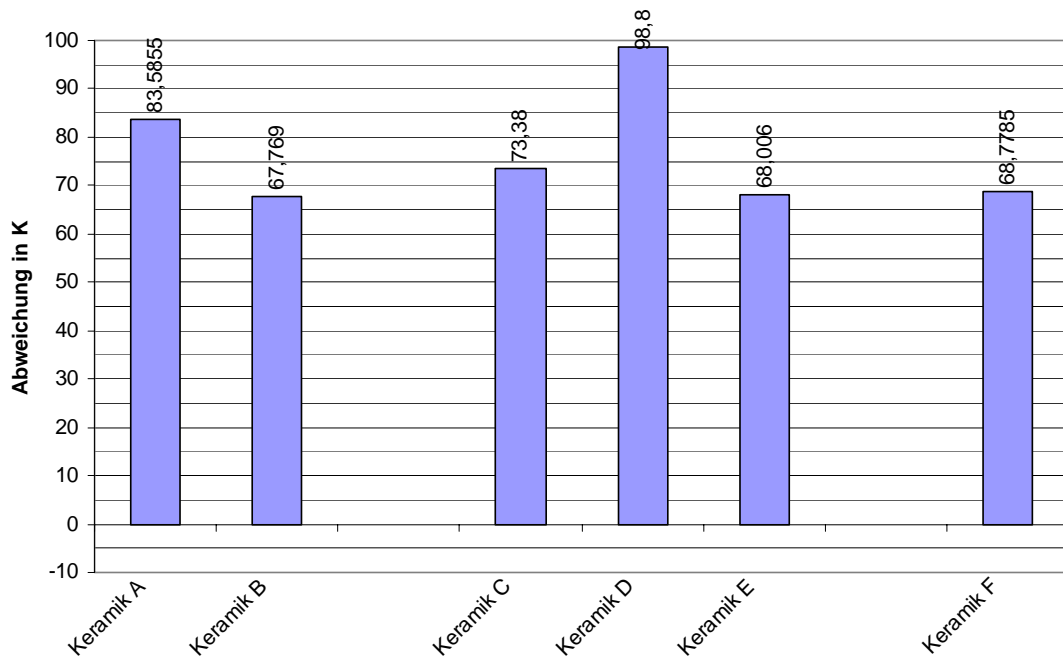


Abbildung 23: maximale absolute Abweichung Vacumat 2500[®], Vita, von der geforderten Sintertemperatur

Eine Auswertung bezüglich der Ebenen (siehe Tabelle 5, Kapitel 4.2.3, Seite 42 ff.) ist in der Abbildung 24 dargestellt. Die geringsten absoluten Abweichungen innerhalb sind bei der Keramik F mit 51,2 K (Ebene 0) und Keramik E mit 51,8 K (Ebene 0) über der geforderten Sintertemperatur dargestellt.

Maximale Abweichungen konnten bei Keramik D Ebene 3 mit 98,1 K aufgezeigt werden.

In allen drei untersuchten Temperaturbereichen (Sinterzyklus der Keramiken B, C, E und F) konnten ähnliche Abweichungen dargestellt werden. Eine minimale Temperaturdifferenz zwischen der Ebene 1 und Ebene 3 konnte mit bis zu 3,6 K (Keramik A) dargestellt werden (siehe Abbildung 24).

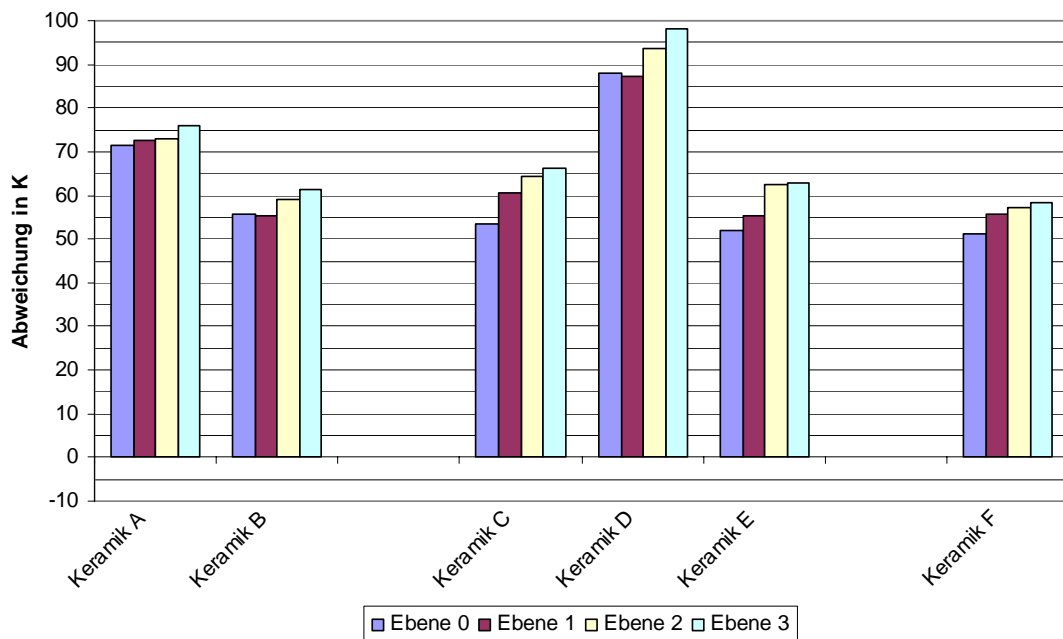


Abbildung 24: durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®], Darstellung in der Vertikalen ohne Störkörper

Die minimalen Temperaturdifferenzen in der horizontalen und vertikalen Darstellung lassen sich in Abbildung 25 darstellen.

Bei dem Sinterprogramm der Keramik B in Ebene 1 konnte eine minimale Temperaturdifferenz von zentral nach peripher in Höhe von 4,5 K dargestellt werden, maximale Temperaturdifferenzen stellten sich bei dem Sinterprogramm der Keramik D in Ebene 2 mit 24,4 K dar.

Der Temperaturgradient zwischen den Thermosonden (Kanal 4 und 6) konnte mit minimal 0,5 K (Keramik A, Ebene 1) und maximal mit 16,7 K (Keramik D, Ebene 0) dargestellt werden.

Die Abweichungen vom Mittelwert konnte bei den Messzyklen der Keramik B, Ebene 1, minimal 2,0 K und maximal bei Keramik D, Ebene 2, mit 19,5 K aufgezeigt werden.

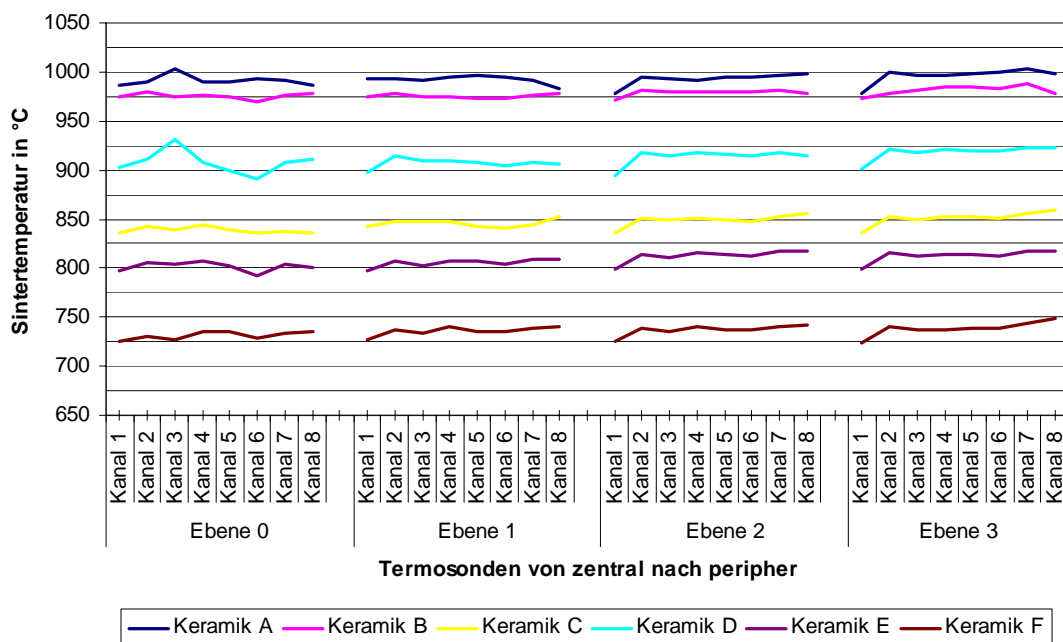


Abbildung 25: horizontale Auswertung aller maximalen Sintertemperaturen, Vacumat 2500®

5.3.3. Temperaturverlauf bei CergoPress® Brennofen 3

Auch in dem nun folgend dargestellten Sinterofen sind Temperaturgradienten in der Horizontalen und Vertikalen darstellbar.

Die absoluten Temperaturabweichungen von der geforderten Sintertemperatur belaufen sich minimal 12,0 K (Keramik B, Ebene bzw. maximal 42,3 K (Keramik D, Ebene 3). Die zusammengefassten Maxima sind in Abbildung 26 dargestellt.

Bei den Sinterprogrammen der Keramiken D, E und F wurden vergleichbare maximale Temperaturabweichung von 38,4 - 42,4 K dargestellt.

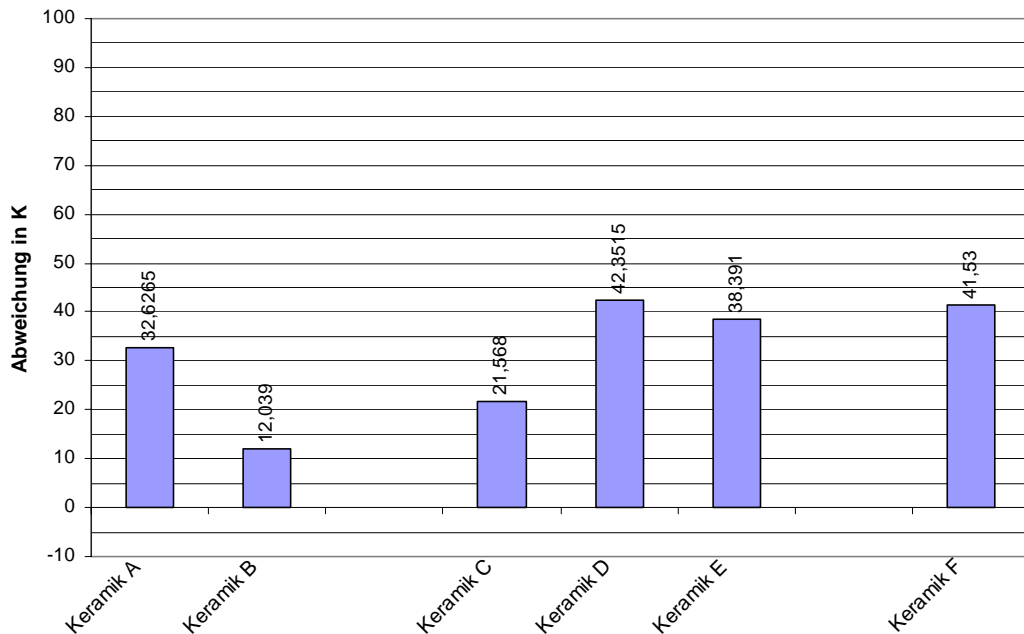


Abbildung 26: maximale Abweichung CergoPress® von der geforderten Sintertemperatur

Die Darstellung der einzelnen Sinterstufen zueinander ist in Abbildung 27 zusammengefasst. Die maximalen Abweichungen belaufen sich auf 32,7 K (Keramik F, Ebene 3), bzw. minimal 2,7 K (Keramik B, Ebene 1).

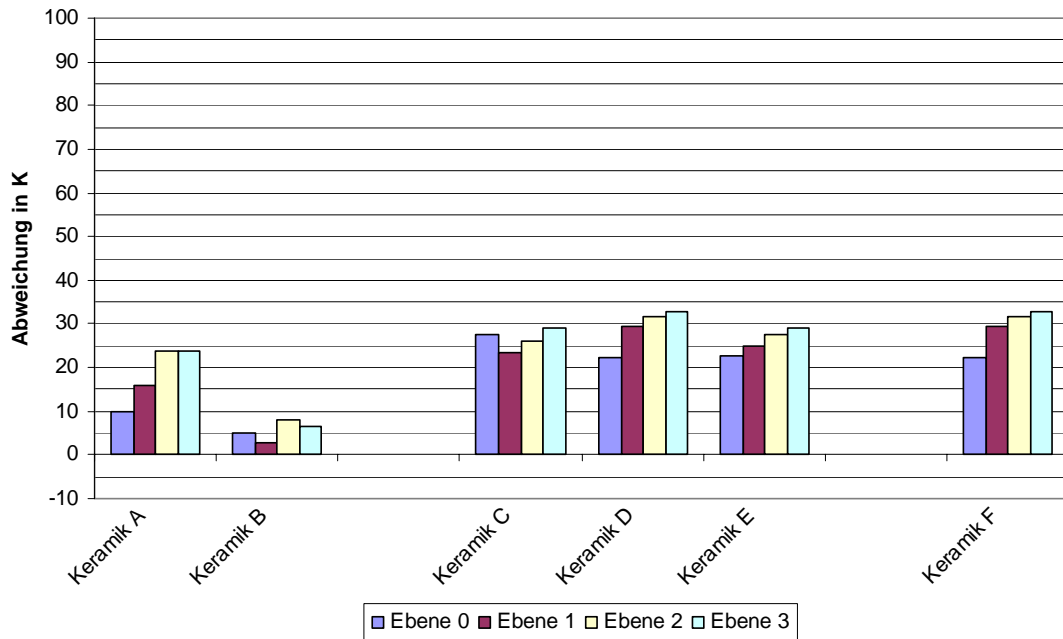


Abbildung 27: durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Darstellung in der Vertikalen ohne Störkörper

Die geringsten Abweichungen vom Sollwert stellen die Sinterprogramme der Keramik B (Ebene 0-3) dar. Die Sinterprozesse der Keramiken C, D, E und F erzielen ähnliche Werte in der durchschnittlichen Abweichung von der geforderten Sintertemperatur.

Die Temperaturdifferenzen der Ebenen zueinander belaufen sich auf minimal 5,3 K (Keramik B) und maximal 14,2 K (Keramik A).

In der horizontalen Darstellung konnten maximale Abweichungen mit 30,6 K (Keramik D, Ebene 3) und minimale Abweichungen mit 5,5 K (Keramik B, Ebene 0) dargestellt werden (siehe Abbildung 28).

In der Auswertung der Kanäle 4-6 konnten reduzierte Differenzen von 2,4 K bzw. 2,5 K bei Keramik B, Ebene 0 bzw. Ebene 3 aufgezeigt werden. Maximale Differenzen zum Mittelwert konnten bei dem Sinterprogramm der Keramik A, Ebene 3 mit 14,9 K berechnet werden.

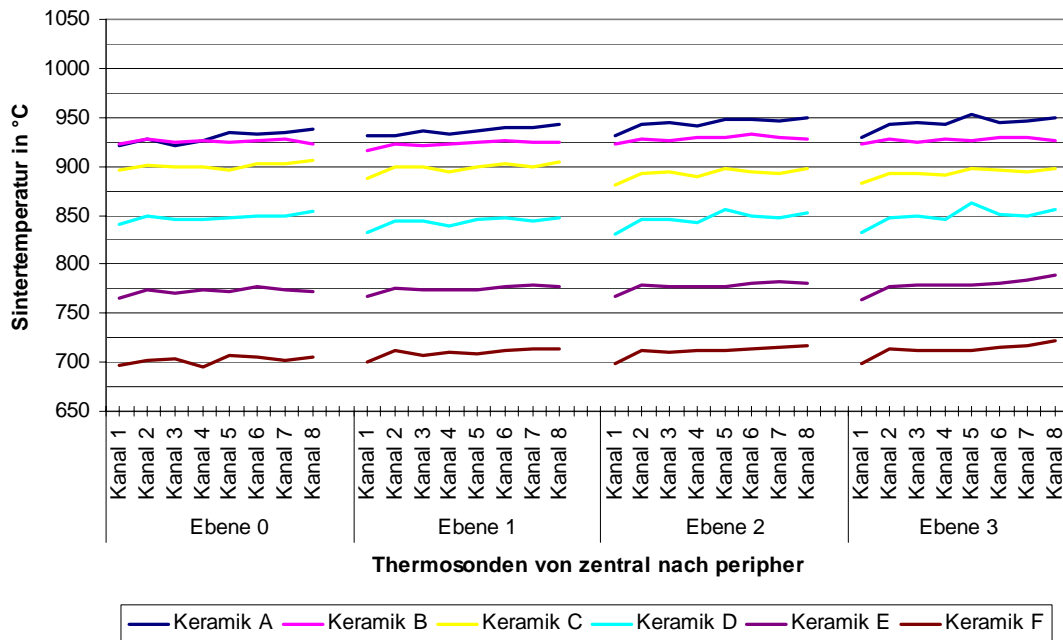


Abbildung 28: horizontale Auswertung aller maximalen Sintertemperaturen, Vacumat 2500®

Die gering erreichten angestrebten Sintertemperaturen bei dem Sinterprogramm der Keramik B zeigen ein sehr präzises Steuern des Keramikbrennofen.

Inwieweit dieser geringe Sicherheitsbereich für die ausreichende Durchwärmung der Brennkammer nach Insertion von Störkörpern noch ausreichend ist, soll in den folgenden Abschnitten dargestellt werden.

5.3.4. Ergebnisse nach Insertion der Störkörper

5.3.4.1. Ergebnisse Austromat 3001[®] Brennofen mit inserierten Störkörpern

Nach Insertion von Störkörpern konnten deutliche Abweichungen in der maximalen Sintertemperatur gefunden werden (siehe Abbildung 29).

Die Temperatur in der Brennkammer ist gegenüber der Sintertemperatur ohne Störkörper reduziert (bis 5,7 K bei einem Störkörper, sowie 6,1 K bei 2 Störkörpern (Keramik B)). Minimale Abweichungen stellen sich bei den Sinterprogrammen der Keramiken D, E, und F mit 0 - 3,1 K dar.

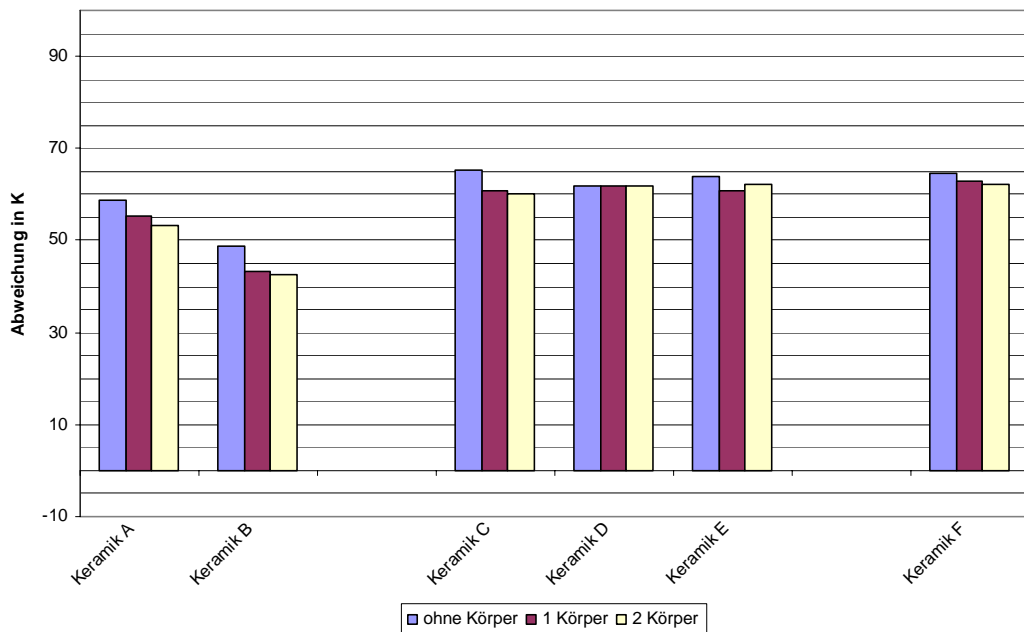


Abbildung 29: durchschnittliche Abweichung Austromat 3001[®] von der geforderten Sintertemperatur mit inserierten Störkörpern, Darstellung Oberflächentemperatur des Störkörpers bzw. zentrale Thermosonde

In der getrennten vertikalen Darstellung der maximalen Sintertemperaturen mit inseriertem Störkörper konnten maximale Differenzen innerhalb der Sinterkammer mit 19,3 K (Keramik A, 6 g Störkörper), bzw. 18,6 K (Keramik A,

12 g Störkörper) dargestellt werden (siehe Abbildung 30, 31 und 34).

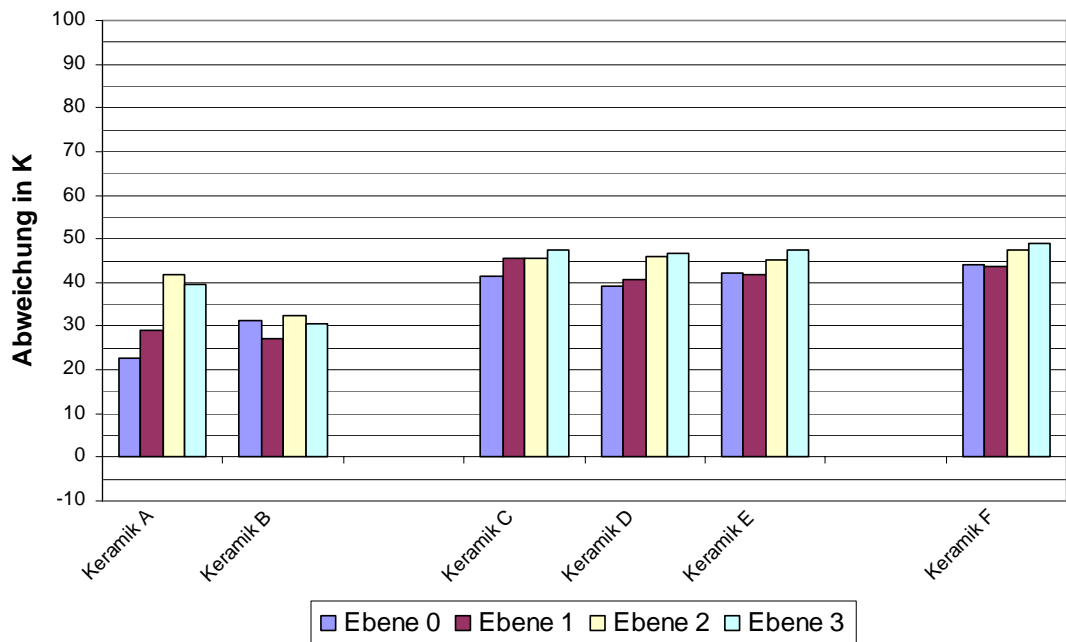


Abbildung 30: durchschnittliche Abweichung Austromat 3001[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 1 Störkörper

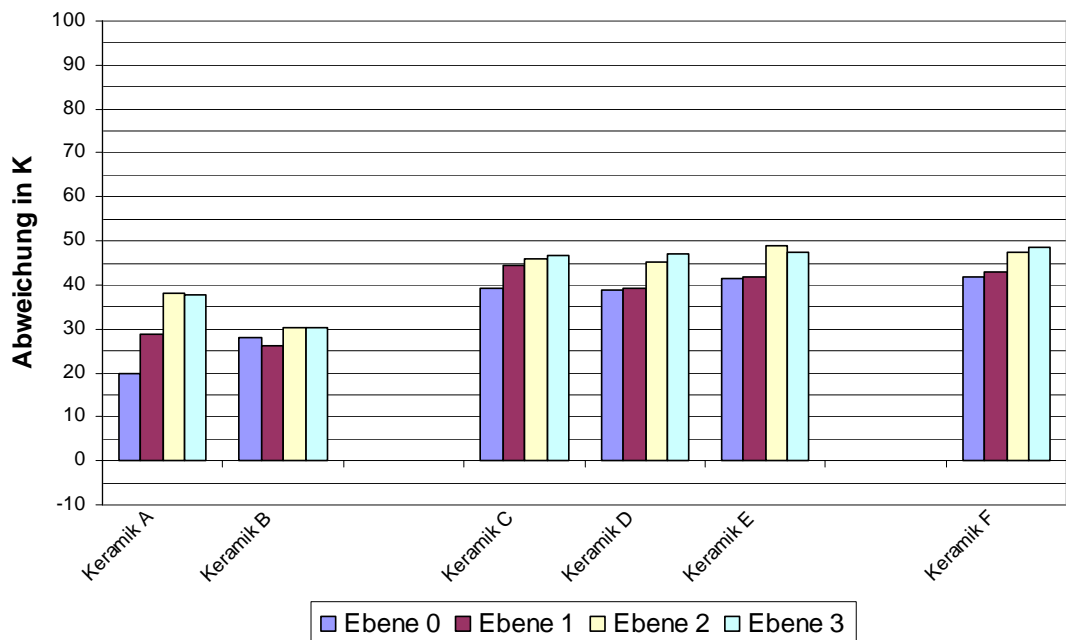


Abbildung 31: durchschnittliche Abweichung Austromat 3001[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 2 Störkörper

Eine Reduktion der Temperatur zu Beginn der Haltezeit innerhalb der Sinterkammer konnte um durchschnittlich 3,8 K bei den Sinterzyklen mit Störkörpern (6,0 g bzw. 12,0 g) aufgezeigt werden (siehe Abbildung 32 und 33).

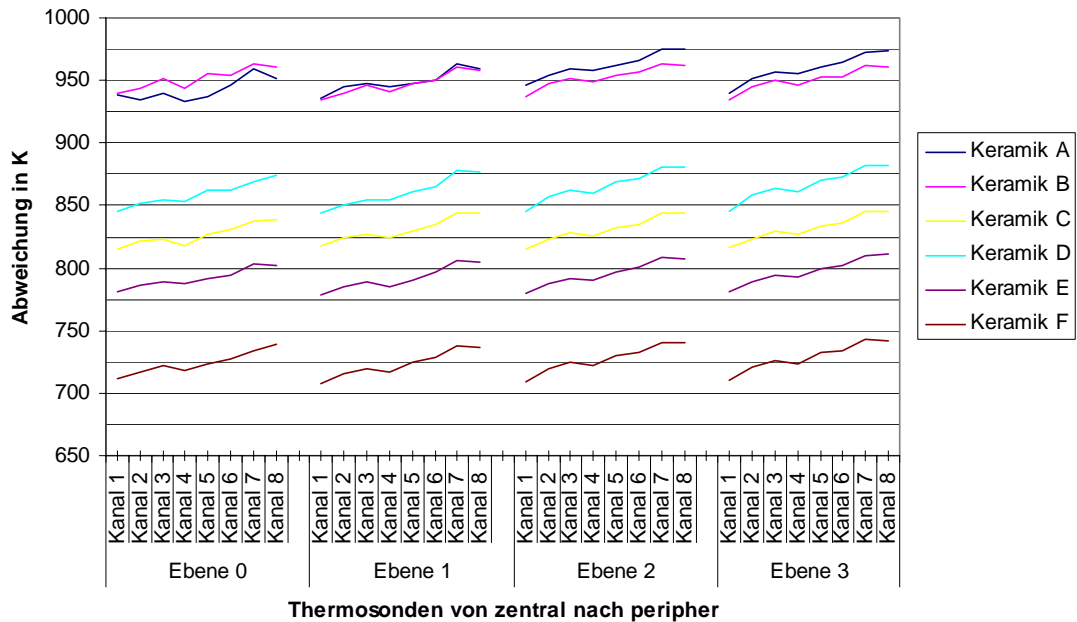


Abbildung 32: durchschnittliche Abweichung Austromat[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 1 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers

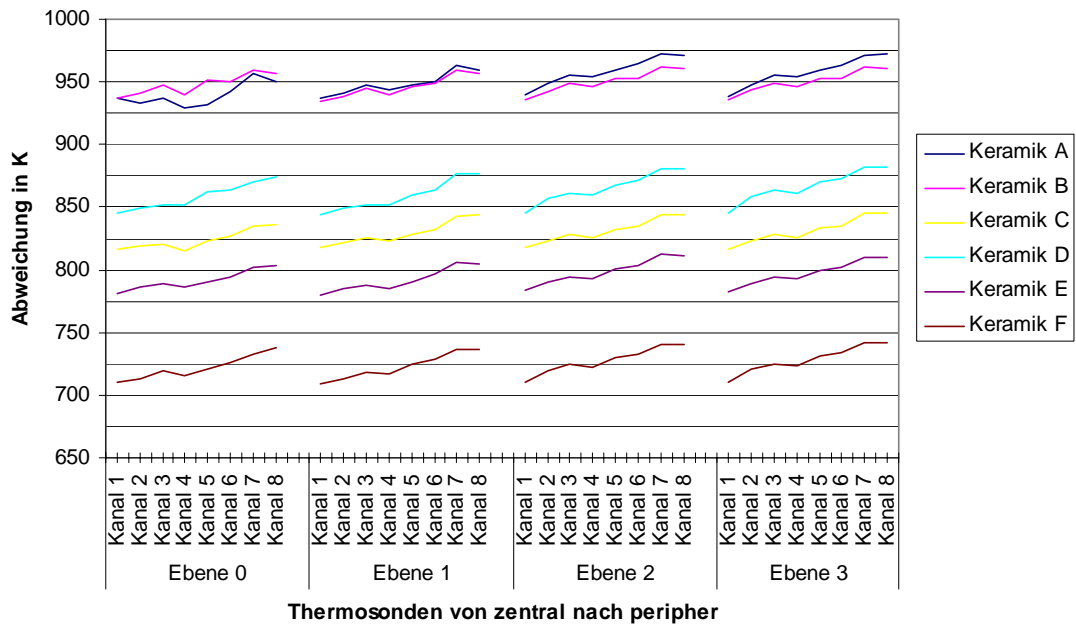


Abbildung 33: durchschnittliche Abweichung Austromat 3001®, Auswertung in der horizontalen Ebene, 2 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers

Die Beeinflussung des Temperaturgefüges in der Sinterkammer kann in der folgenden Darstellung (Abbildung 34) mit der lokalen Temperaturdifferenz (minimale / Oberflächentemperatur des Störkörpers, maximale und Temperatur an Thermosonde 2) optimal dargestellt werden.

Minimale Temperaturdifferenzen zwischen den Sinterprogrammen der Keramiken beschreiben die Sinterzyklen der Keramiken C und D mit 0,0 bzw. 0,2 K an der Oberfläche der Störkörper. Diese Oberflächentemperatur steht in Relation zum Ausgangswert mit bis zu 11,1 K (Keramik A).

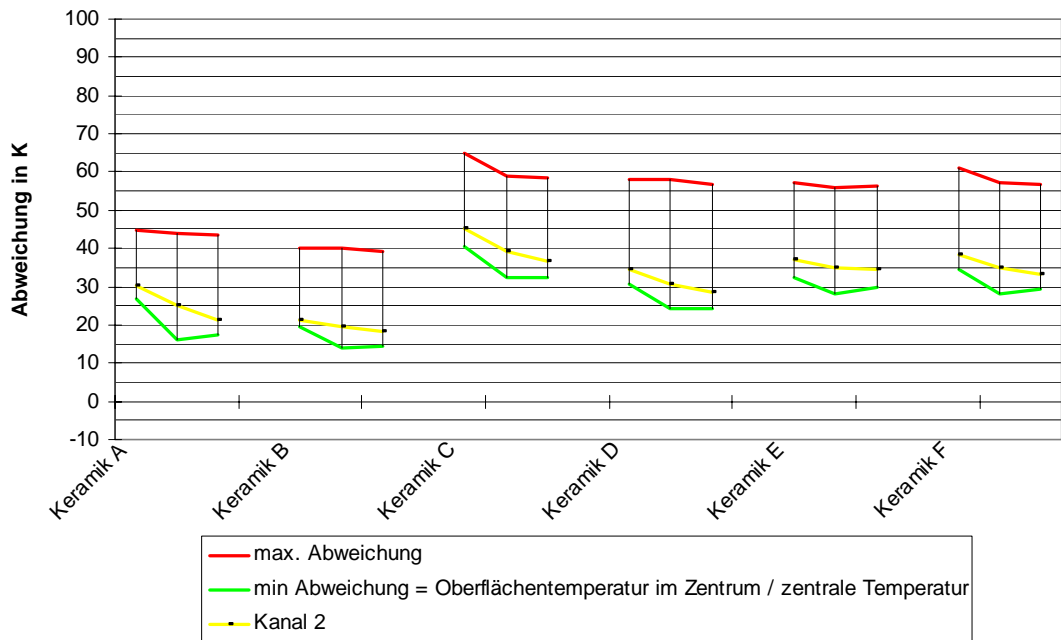


Abbildung 34: Streuung der Sinterendtemperaturen Ebene 1 Austromat 3001 (0, 1, bzw. 2 Störkörper)

Zusammenfassend können in den Diagrammen 32, 33 und 34 die Sinterbereiche mit optimaler Temperaturverteilung dargestellt werden. Die minimale Abweichung Kanal 1 (entspricht Oberflächentemperatur) zu Kanal 4 konnte bei den Sinterprogrammen der Keramik C, Ebene 1 mit 6,8 K bestimmt werden. Die maximale Differenz stellt Keramik D in Ebene 3 mit bis zu 36,4 K dar (Kanal 8). Die geforderte Mindesttemperatur der jeweiligen Sinterprogramme wurde in diesen Messzyklen (Sinterofen Austromat 3001, Fa. Dekema) immer erreicht.

5.3.4.2. Ergebnisse Vacumat 2500[®] Brennofen mit inserierten Störkörpern

Nach Insertion von Störkörpern (siehe Abbildung 35, 36 und 37) stellte sich eine maximale Abweichung von der geforderten Sintertemperatur in Höhe von 102,7 bzw. 100,2 K dar. Temperaturdifferenzen in der vertikalen Auswertung konnten mit bis zu 10,7K (Keramik D, 1 Störkörper) und 11,64K (Keramik D, 2 Störkörper) abgebildet werden.

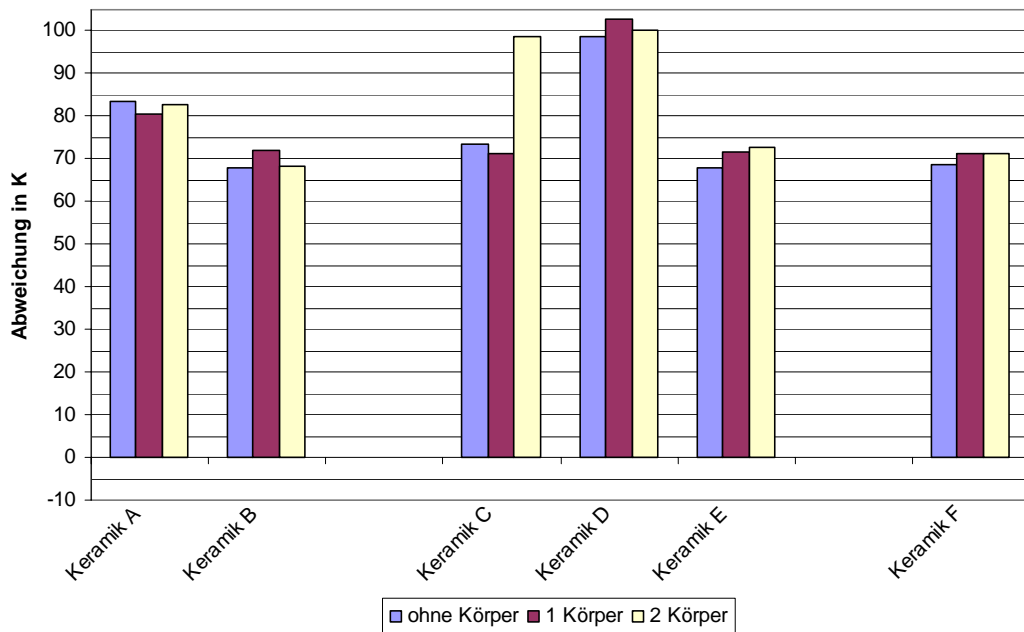


Abbildung 35: durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®] von der geforderten Sintertemperatur mit inserierten Störkörpern, Darstellung Oberflächentemperatur des Störkörpers bzw. zentrale Thermosonde

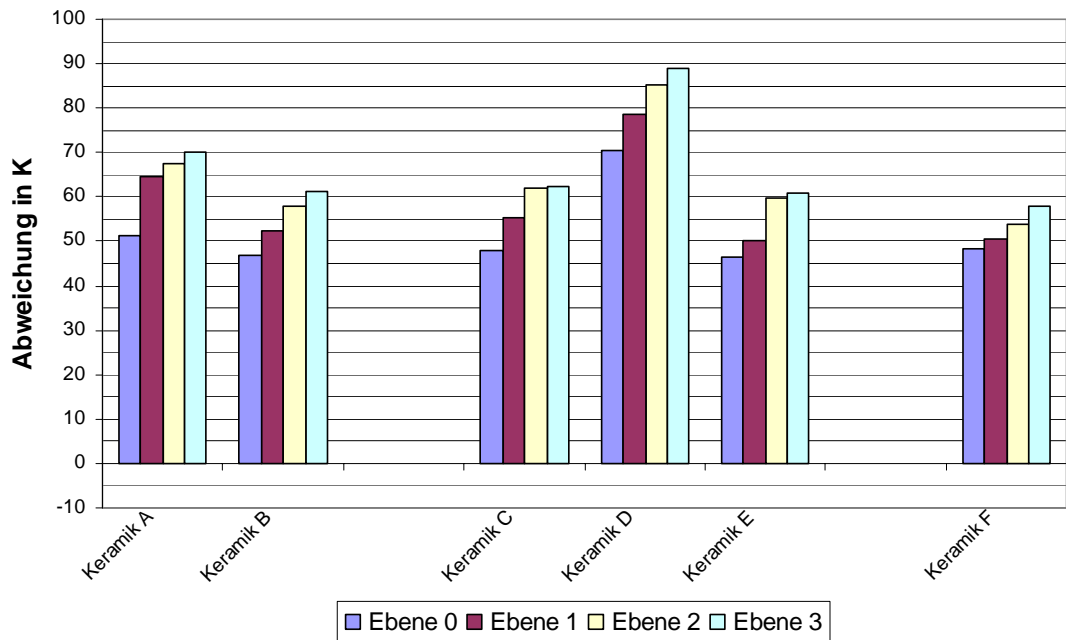


Abbildung 36: durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 1 Störkörper

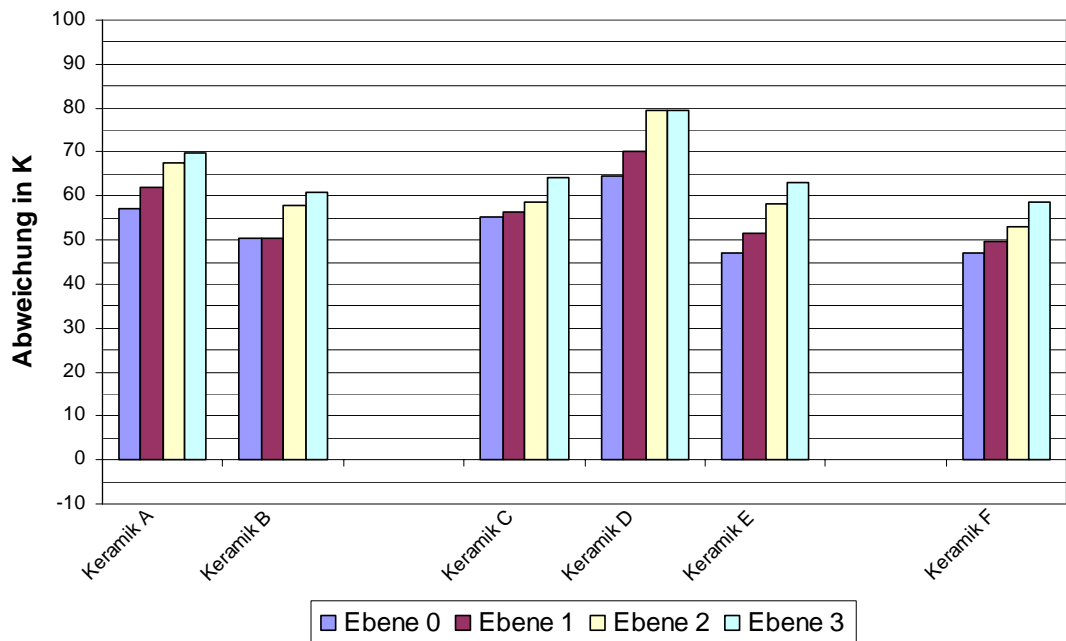


Abbildung 37: durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 2 Störkörper

Den Bereich der geringsten Temperaturdifferenzen innerhalb der Sinterkammer kann über die Diagramme 38 und 39 dargestellt werden. Die Sinterprogramme der Keramik B, Ebene 1 mit einem Störkörper, bzw. Keramik A, Ebene 2 mit 2 Störkörpern stellen minimale Temperaturdifferenzen in Höhe von 20,8 K bzw. 3,5 K dar.

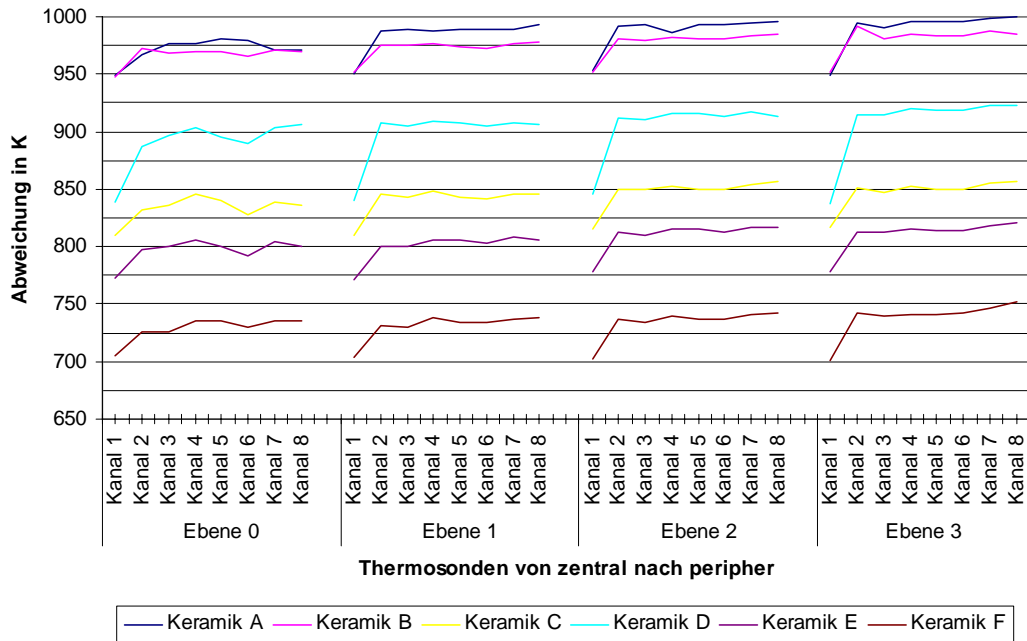


Abbildung 38: durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 1 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers

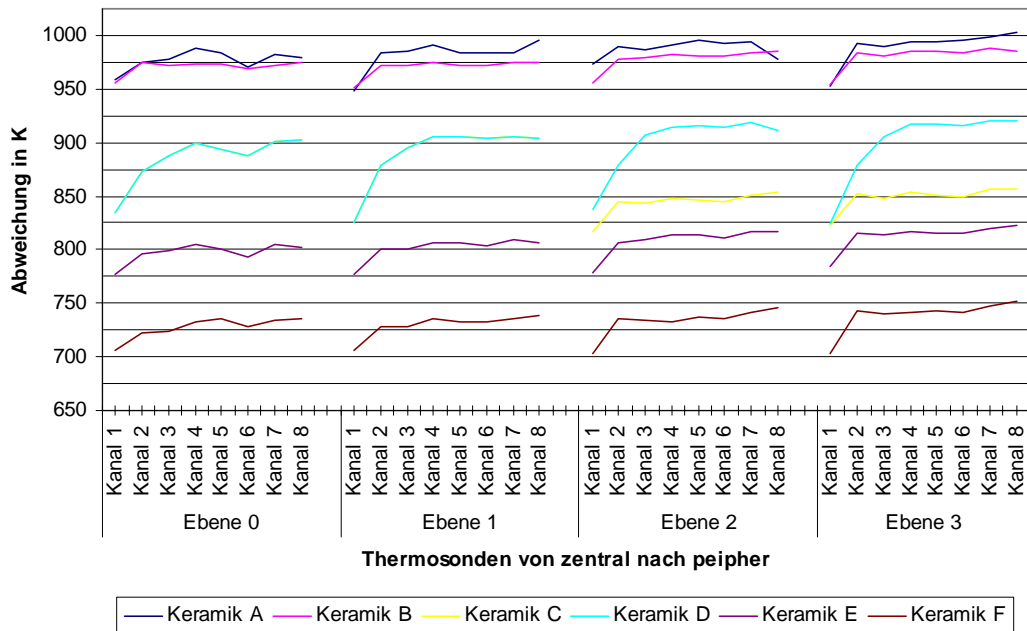


Abbildung 39: durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 2 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers

Die Abbildung 40 stellt den Temperaturverlauf der Sintertemperaturen in unmittelbarer Nähe zum inserierten Störkörper dar. Die Temperaturdifferenzen zur geforderten Sintertemperatur konnten um 3 K reduziert werden. Die Abweichung innerhalb der Sinterkammer betrug weiterhin 22,3 K.

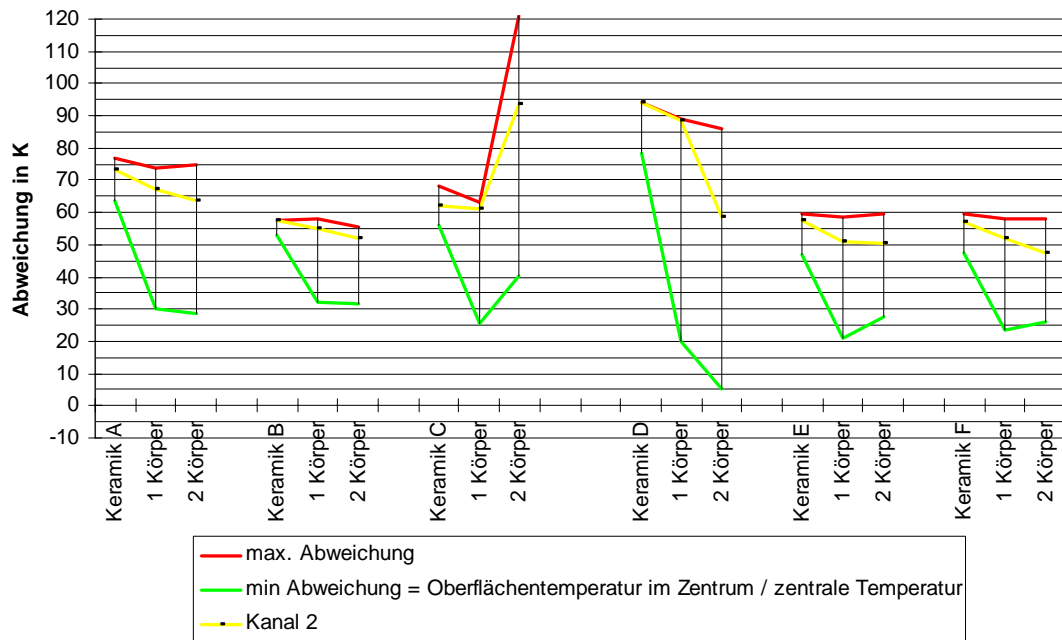


Abbildung 40: Streuung der Sinterendtemperaturen Ebene 1 Vacumat 2500® (ohne, 1, bzw. 2 Störkörper)

Die geforderte Mindesttemperatur der jeweiligen Sinterprogramme wurde in diesem Messzyklus (Sinterofen Vacumat 2500, Fa. Vita) immer erreicht.

5.3.4.3. Ergebnisse CeroPress® Brennofen mit inserierten Störkörpern

In der Darstellung des Vergleichs des Einflusses der Störkörper zueinander konnten Differenzen von bis zu 5,3 K (Keramik A) berechnet werden (siehe Abbildung 41). Diese Differenzen sind in den Diagrammen 44 und 45 in der vertikalen und horizontalen Darstellung umfassend dargestellt.

In den Sinterprozessen des Keramikbrennofens CergoPress® konnte die geforderte Sintertemperatur (-1,4 K) an der Oberfläche des Störkörpers zu Beginn der Haltezeit nicht erreicht werden (Abbildung 43, Keramik B, Ebene 0, 2 Störkörper).

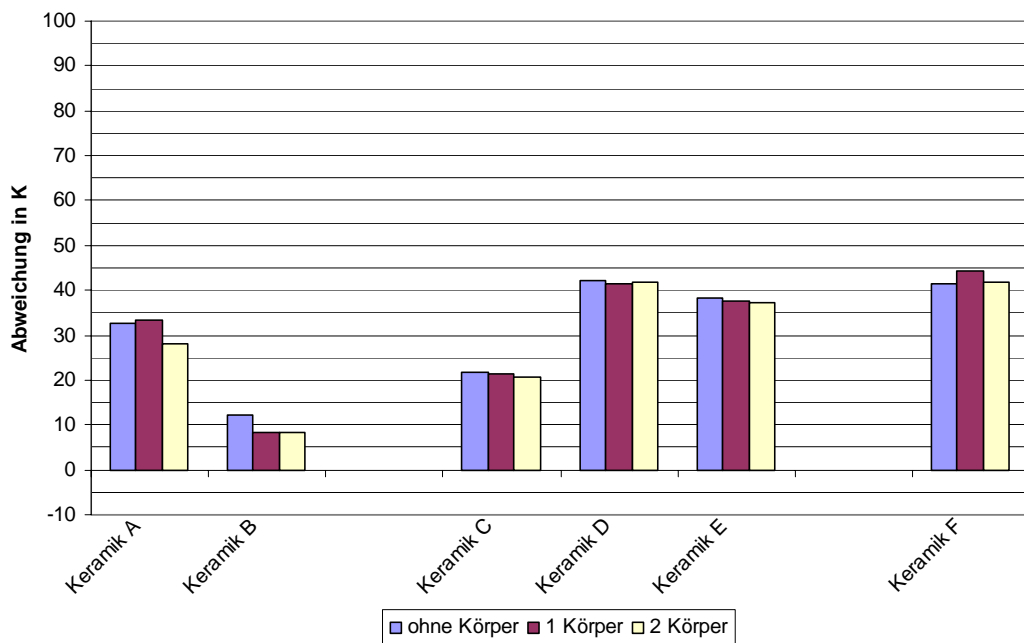


Abbildung 41: durchschnittliche Abweichung CergoPress® von der geforderten Sintertemperatur mit inserierten Störkörpern, Darstellung Oberflächentemperatur des Störkörpers bzw. zentrale Thermosonde

Nach Eingliederung der Störkörper ist eine maximale Temperaturdifferenz von maximal 16,6 K (Keramik A, 1 Körper) und minimal 2,4 K (Keramik B, 1 Körper) darstellbar (siehe Abbildung 42 und 43).

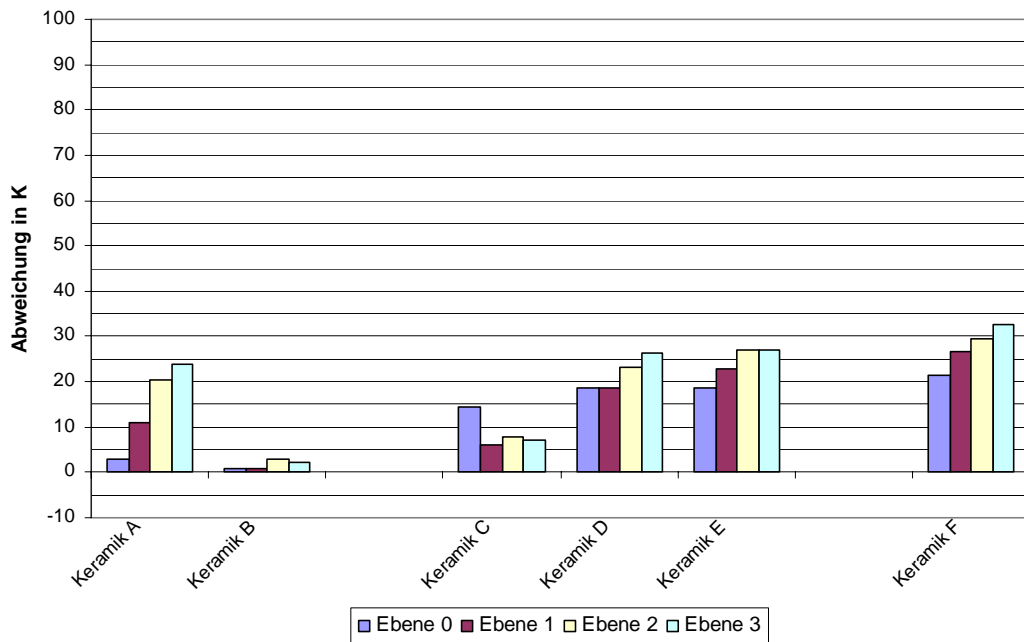


Abbildung 42: durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 1 Störkörper

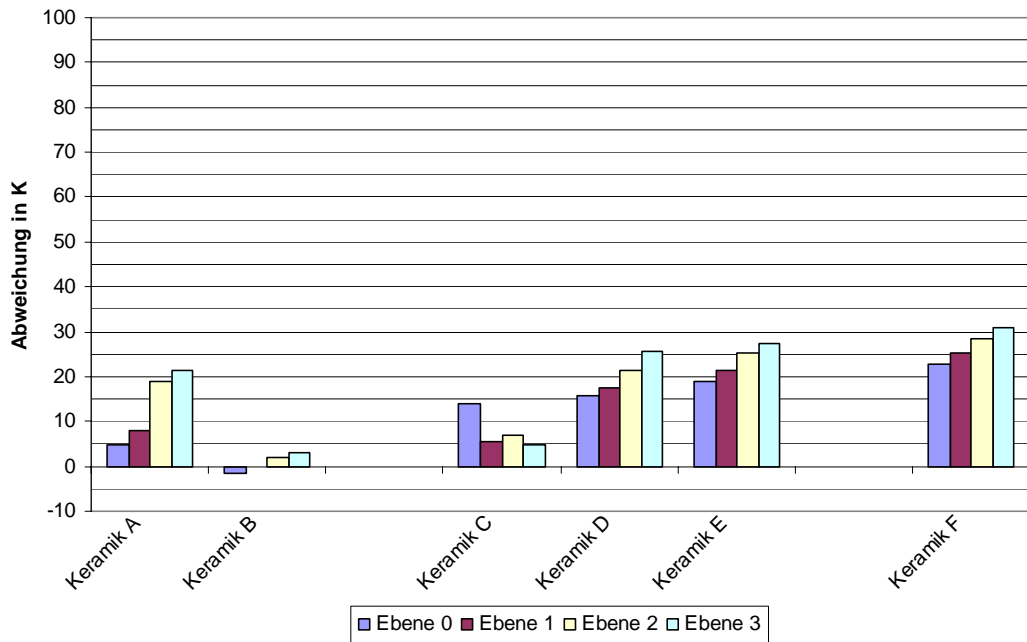


Abbildung 43: durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 2 Störkörper

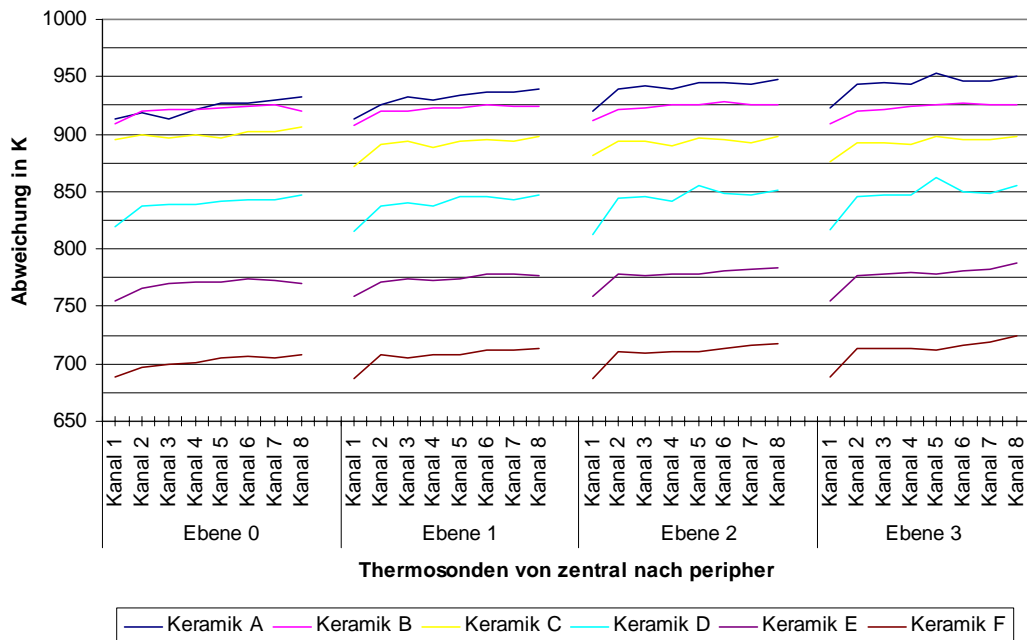


Abbildung 44: durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 1 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers

Die geringste Temperaturdifferenz von 4,1 K innerhalb des Sinterprogramms lassen sich bei dem Sinterprogramm der Keramik C, Ebene 1 darstellen. Die maximalen Temperaturdifferenzen innerhalb der Sinterkammer belaufen sich auf 44,5 K (Keramik D, Ebene 3). Diese ausgeprägte Differenz ist durch die Nähe der Thermosonden zu den Heizwendeln der Brennkammer verursacht worden (siehe Abbildung 45).

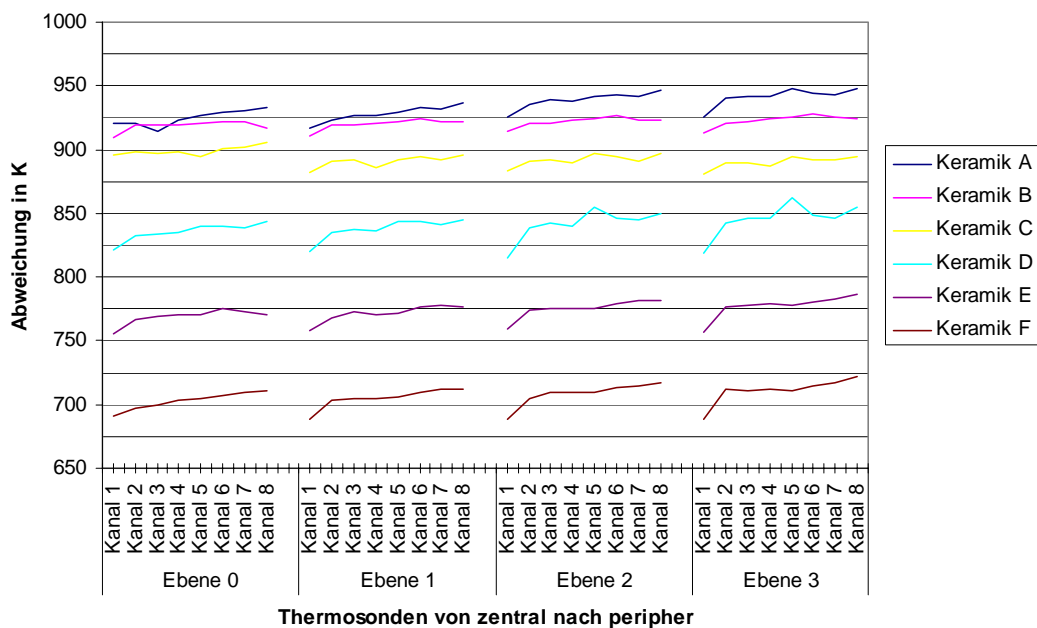


Abbildung 45: durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 2 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers

Die Streuung der Temperaturen zum Beginn der Haltezeit um die Störkörper werden im Abbildung 46 dargestellt. Die geringsten Differenzen zwischen der Oberfläche der Störkörper und der Thermosonde 2 (in unmittelbarer Nähe (2 mm Abstand)) beträgt bei Keramik E und B 6,1 K bzw. 8,2 K. Berichtigender Weise muss erwähnt werden, dass bei den Sinterzyklen der Keramik B in Ebene 0 die angestrebte Temperatur zu Beginn der Haltephase nicht erreicht wurde.

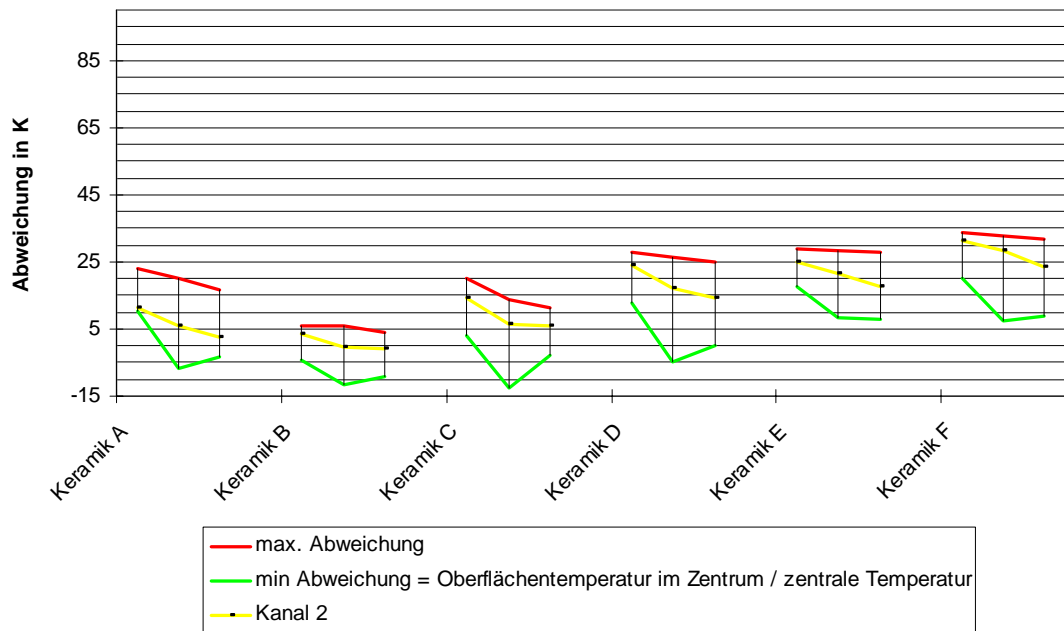


Abbildung 46: Streuung der Sinterendtemperaturen Ebene 1 CergoPress® (ohne, 1, bzw. 2 Störkörper)

5.3.5. Zusammenfassung der Messergebnisse

Zusammenfassend konnte in allen untersuchten Sinteröfen die geforderte Sintertemperatur in der Ebene 1-3 ohne Störkörper erreicht werden. Nur in unmittelbarer Nachbarschaft der Schamotteträgeroberfläche (Ebene 0) wurde die geforderte Sintertemperatur bei dem Brennofen 3 in einem Sinterprogramm (Keramik B, 1 Störkörper) nicht erreicht. In allen Brennöfen konnte in der Ebene 0 keine gleichmäßige, reproduzierbare Temperaturverteilung aufgezeigt werden. Im Vergleich der Sinterebenen zueinander konnten in den Ebenen 1-2 geringere Temperaturdifferenzen der Brennkammern dargestellt werden (siehe Abbildung 47 und 48).

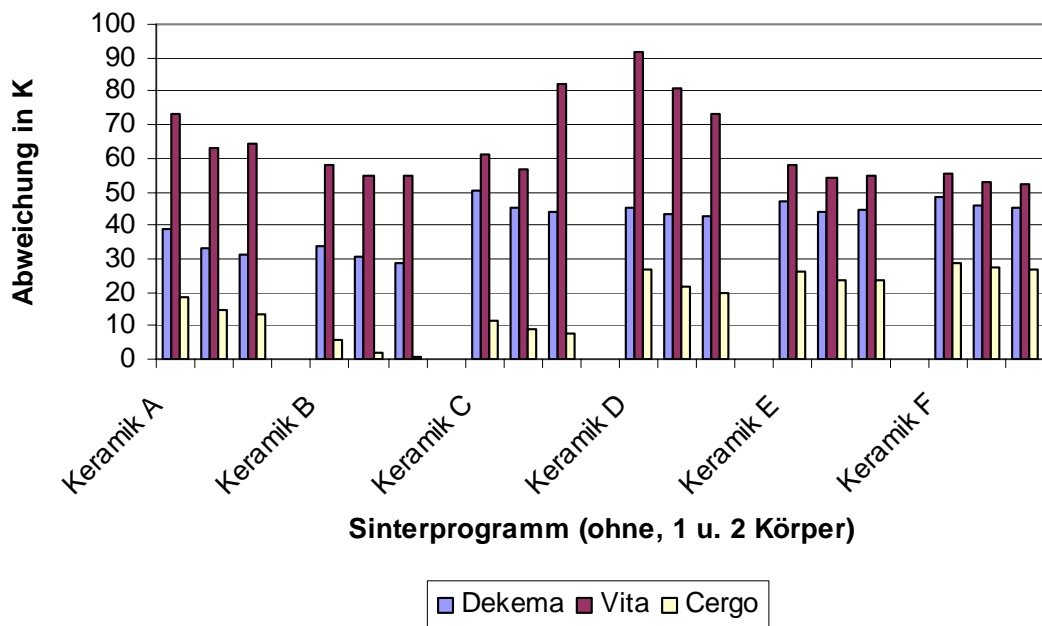


Abbildung 47: vergleichende Darstellung der Abweichungen der Sinteröfen zueinander

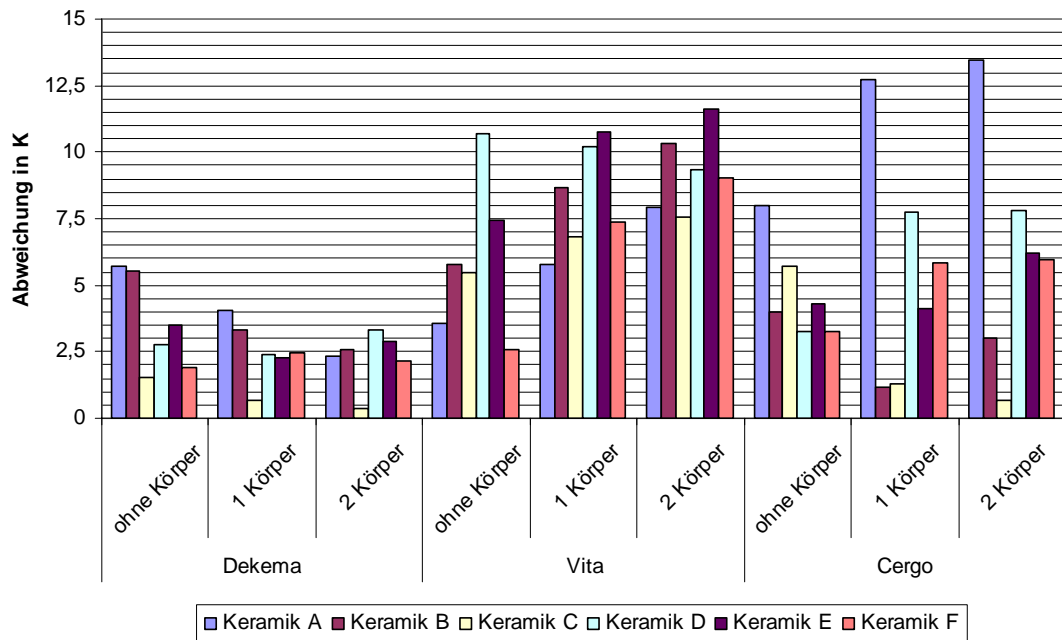


Abbildung 48: Differenzen der Sinterebenen 1 und 2

Minimale Differenzen der Ebenen zueinander konnten bei dem Brennofen 1 und teilweise bei Brennofen 3 mit 2,2 K bis 7,8 K dargestellt werden. Es lassen sich bei Keramikofen Nr 3 deutliche Ausreißer (Keramik A) mit bis zu 13,45 K in der Vertikalen darstellen.

5.3.6. Aufheizcharakteristika der Sinteröfen

5.3.6.1. Sinterofen Austromat 3001®

In der postexperimentellen Darstellung der Sinterprogramme konnten Unterschiede in der terminalen Aufheizcharakteristik aufgezeigt werden. Diese Unterschiede lassen sich in den grafisch dargestellten Sinterprogrammen aufzeigen. Bei dem Brennofen Austrmat 3001® zeigt sich eine spitz zulaufende Aufheizkurve, die nach Erreichen des Maximums langsam bis zum Ende der Haltzeit abfällt. Am Ende der Haltezeit zeigt sich ein schneller/rapider Abfall der Temperatur in der Sinterkammer. Ein Beispiel für den oben beschriebenen Temperaturverlauf stellt die Abbildung 49 dar.

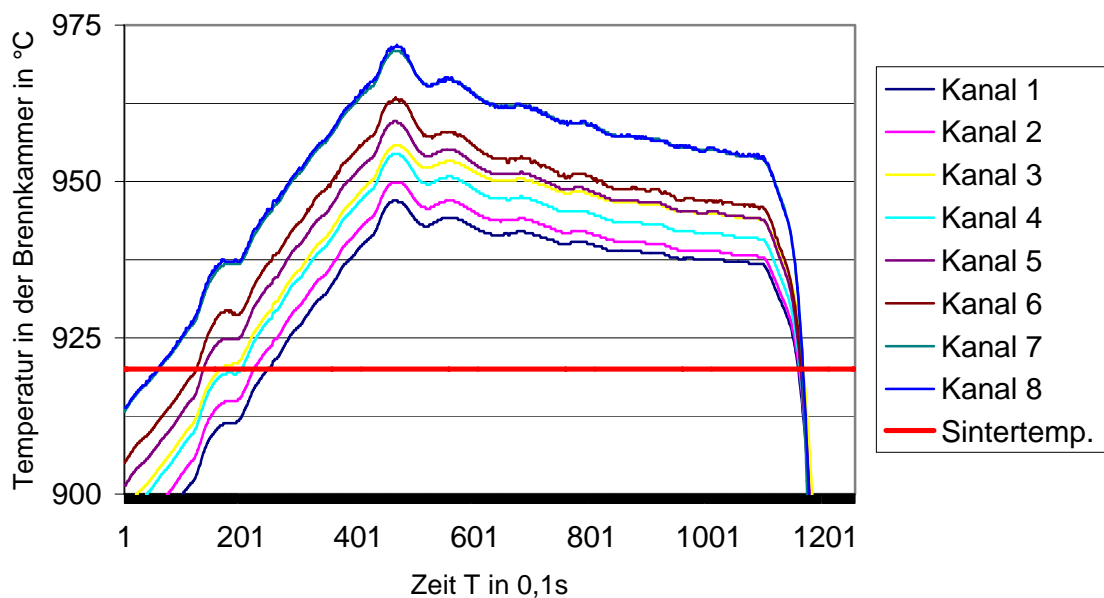


Abbildung 49: Ausschnitt aus Sinterprogrammverlauf Keramik A, Ebene 1, Austromat 3001® ohne Störkörper

Die geforderte Brenntemperatur für dieses Programm belief sich auf 920°C. In dieser Darstellung wurde die Sintertemperatur an allen Thermosonden erreicht und überschritten. Die weiteren Sinteröfen sind in den Kapiteln 5.3.6.2, Seite 85 und 5.3.6.3 Seite 86 dargestellt.

5.3.6.2. Sinterofen Vacumat 2500[®]

Der Temperaturverlauf der Thermosonden des Sinterofens Vacumat 2500[®] stellt uns eine schnellansprechende Steuerung dar. Den in Abbildung 50 dargestellten Temperaturverlauf beschreibt ein stetiges Aufheizen bis auf das Maximum der dargestellten Temperaturen. Anschließend erfolgt ein relativ schnelles Abkühlen auf ein Plateau mit ca. 35 K über der geforderten Sintertemperatur.

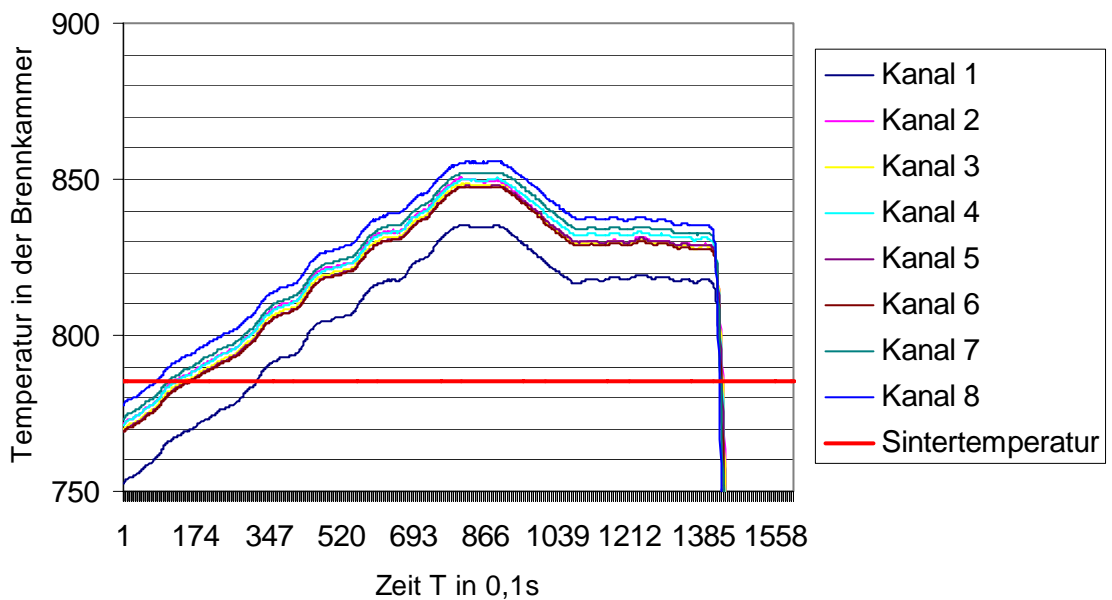


Abbildung 50: Ausschnitt aus Sinterprogrammverlauf Keramik C, Ebene 2, Vacumat 2500[®] ohne Störkörper

5.3.6.3. Sinterofen Cergo Press®

Die terminale Aufheizphase des Keramikbrennofens CergoPress gestaltet sich ähnlich der zuvor dargestellten Brennöfen. Als deutlichen Unterschied konnte nur eine Reduktion des Aufheizquotienten wenige Sekunden vor Erreichen der Zieltemperatur grafisch dargestellt werden. Diese geringe Reduktion lässt sich in Abbildung 51 darstellen.

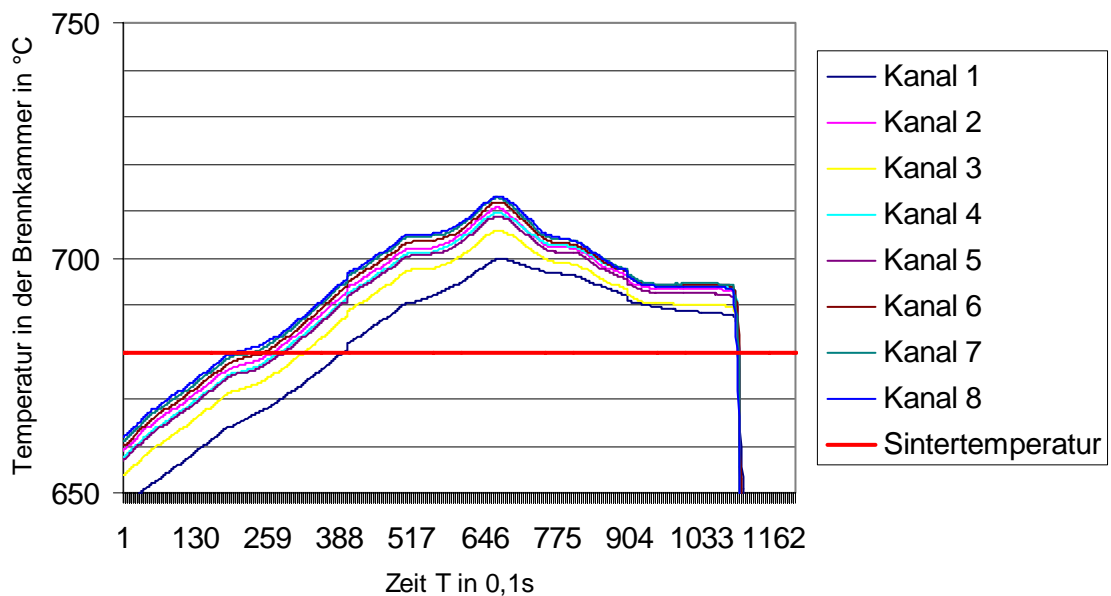


Abbildung 51: Ausschnitt aus Sinterprogrammverlauf Keramik F, Ebene 1, ohne Störkörper, CergoPress®

Die angestrebte Sintertemperatur konnte auch von diesem Brennofen an allen Thermosonden erreicht werden. Die Oberflächentemperatur der Störkörper konnte bei Keramik B nicht die geforderte Sintertemperatur erreichen.

6. Diskussion

In der vorliegenden Untersuchung wurden drei modifizierte Sinteröfen während Sinterzyklen durch inserierten externen, ofenunabhängigen Thermosonden untersucht. Als Sinterzyklen wurden exemplarisch Sinterprogramme für niedrig-, mittel- und hochbrennende Keramiken verwendet. Der Temperaturverlauf wurde in Abhängigkeit des Sinterzyklus', der radiären (horizontalen) und der Höhe (vertikalen) Messposition untersucht.

6.1. Vergleichende Betrachtung der untersuchten Sinteröfen

Im Vergleich der untersuchten Sinteröfen konnten marginale Unterschiede innerhalb der Größe der Sinterkammer in festgestellt werden. Dabei liegen die Kammervolumina in einer annähernd vergleichbaren Größe von 301 bis 445 cm³. Die ofeninternen Thermoelemente (Steuerelemente) unterschieden sich von ihrer Position, bei den Sinteröfen 1 und 2 konnte eine zentrale Lage im Kammerdach festgestellt werden. Im Ofen Nr. 3, der zusätzlich über eine Pressoption verfügte, lag das Thermoelement parazentral innerhalb der Kammerdecke. Jeweils sechs (Ofen Nr. 2 und 3) bzw. fünf Heizwicklungen (Ofen Nr. 1) in ein Quarzglasrohr eingefasste Heizwendeln waren im oberen Schamotte sichtbar.

Das auf dem Brennteller zu sinternde Objekt, das in Abhängigkeit des verwendeten Brenngutträger in der Höhe zwischen 9 u. 14 mm variiert, wird bei allen drei verwendeten Sinteröfen mittels Liftsystem in die Brennkammer eingeführt. Während bei Sinteröfen Nr. 2 der Lift eine Auf- bzw. Abwärtsbewegung das Sinterobjekt in die Sinterkammer einfährt, senkt sich bei Sinteröfen Nr. 3 die Sinterkammer auf das zu sinternde Objekt.

Die intermediäre Liftführung wird bei Sinteröfen Nr. 2 initial bzw. terminal mit einer Vorschubbewegung abgegrenzt.

Der Durchmesser der ofeninternen Thermosondenspitze variierte geringfügig 0,5 ± 0,1 mm. Obwohl als marginal zu bezeichnende Konstruktionsunterschiede der

untersuchten Sinteröfen vorliegen, sind bei allen Öfen die physikalischen Einflussfaktoren (Wärmestrahlung, -absorption, -reflexion und -leitung) als identisch anzunehmen.

Der wesentliche Unterschied zwischen den untersuchten Sinteröfen zeigten die mittels Protokoll aufgezeichneten Temperaturverläufe. Die ofentypische Charakteristik zeigte sich in der Aufheiz- und Haltephase wieder.

Während bei Ofen Nr. 1 und 3 nach Kammerschluss eine als linear zu bezeichnende Aufheizphase mit entsprechendem Aufheizquotienten dargestellt werden konnte, ist bei Ofen Nr. 2 eine initial steile Steuerkurve, während die terminale Steuerkurve eine flachere Steuerkurve aufweist.

Ein wesentliches Kriterium bei dem hier angestrebten Vergleich sollte die reproduzierbare Ansteuerung der programmierten Solltemperatur in Abhängigkeit der eingebrachten Störkörper sein.

6.2. Thermisches Verhalten innerhalb der Sinterkammer

Bei allen untersuchten Sinteröfen zeigte sich entsprechend des Studienprotokolls eine Temperaturdifferenzen innerhalb eines Sinterverlaufes. Im Vergleich der untersuchten Brennöfen wurde die angestrebte Sintertemperatur zum Ende der Aufheizphase auf unterschiedlichem Wege erreicht. Die maximale Sintertemperatur konnte zu Beginn der Haltephase bestimmt werden. Zum Ende der Haltphase stellte sich eine gleichmäßige Durchwärmung in allen Brennkammern dar.

Die Temperaturverläufe in den untersuchten Sinteröfen beschreiben eine relativ gleichmäßige Durchwärmung mit einer Differenz von minimal 0,35 K (Ofen Nr. 1) bis maximal 24,4 K (Ofen Nr. 2) bzw. 30,6 K (Ofen Nr. 3) von peripher nach zentral. Die maximale Abweichung bei Brennofen 1 (Austromat 3001®) beläuft sich auf 7,8 K.

In der vertikalen Ausrichtung der Thermoelemente konnte nur eine geringe Temperaturdifferenzen von 0,36 bis 13,4 K (Ofen Nr. 1), 3,6 K bis 12,8 K (Ofen Nr. 2) bzw. 5,3 bis 14,2 K (Ofen Nr. 3) dargestellt werden.

Diese Temperaturdifferenz ist als unwesentlich zu bezeichnen, da sie in einer Varianzbreite von 15 K deutlich unterhalb der radiären Temperaturdifferenz liegt.

In der Ebene 2 konnten praxisnahe Messbedingungen gefunden werden. Die Ebene 0 (unmittelbare Schamotteträgeroberfläche) wurde in den Auswertungen zur Bestimmung der Temperaturdifferenz der Ebenen zueinander nicht mit herangezogen, da die Unregelmäßigkeiten der Schamottekernoberfläche zu Messfehlern führte.

Die absolute Darstellung der maximalen Sintertemperaturen von 48,7 K bis 66,2 K (Ofen Nr. 1), 73,4 K bis 76,8 K (Ofen Nr. 2) und 12,0 K bis 42,3 K (Ofen Nr. 3) beschreiben den durch die Hersteller eingerichteten Sicherheitsbereich. Dieser Bereich könnte durch Optimierung des Prozessverlaufes und Bestimmung der Oberflächentemperatur der zu sinternden Objekte reduziert werden.

Nach Beendigung der Haltephase im Verlauf des Sinterprozesses öffnet der Keramikofen, was zum rapiden Abfallen der Temperatur führt. Bei den zentral gelegenen Thermosonden fällt die Temperatur langsamer ab, als bei den peripher gelegenen Thermosonden. Der Abkühlungsquotient ist von der Umgebungstemperatur (Raumtemperatur) und vom Abstand der Thermosonden zum Zentrum des Schamottekernes und der Heizwicklung abhängig. Durch die Öffnungsbewegung des Keramikofens Nr. 2, die den Liftteller leicht nach vorn verschiebt, konnte ein deutlich schnellerer Abkühlungsquotient dargestellt werden.

6.3. Positionierung der zu sinternden Objekte

Auf Grund der Ergebnisse in den Kapiteln 5.3.4.1, 5.3.4.2 und 5.3.4.3 konnte gezeigt werden, dass eine optimale Positionierung der Sinterobjekte nicht in radiärer Form, sondern in tangentialer Form positioniert werden sollen. Die Temperaturgradienten innerhalb der Sinterkammer sind in der Vertikalen um die

Hälfte geringer als in der Horizontalen. Auch nach Insertion der Störkörper konnte der Bereich der Thermosondenposition 4-6 (siehe Kapitel 4.2.3, Seite 42) der Bereich nicht signifikant negativ beeinflusst werden.

6.4. Steuerung der Trägheit

Die Trägheit des komplexen Sinterprozesses wird durch die Komponenten: Thermosonden, Auswertelektronik, Steuerelektronik der Heizwendeln, der Heizwendeln, der Wärmekapazität des Isolationsmaterials und der Wärmekapazität zusätzlicher eingebrachter Störkörper beeinflusst.

Bei einer Prozessoptimierung im Sinne einer Reduktion der Trägheit kann durch die Bestimmung der Temperatur in unmittelbarer Nachbarschaft zum zu sinternden Objekt verbessert werden. Die Steuerung der Sintertemperatur (Sinterprozess) über die ofeninternen Thermosonden an der Brennkammerdecke verursacht Fehlmessungen. Diese Fehlmessungen konnten zum Teil durch die Insertion von zwei Thermosonden in unterschiedlichem Abstand von Zentrum eine Verbesserung der Steuerung des Sinterprozesses reduziert werden.

Mit zunehmender Verbesserung der Prozessoren kann eine höhere Auslesegeschwindigkeit der Thermosonden erreicht werden. Eleganter kann die Steuerung der Trägheit über das fraktionierte Ansteuern der Heizwendel erfolgen (Impulssteuerung).

Die Möglichkeit einer Erhöhung der Schutzisolation des Schamottekernes (Brenntellerisolation) sollte für weitere Planungen in Betracht gezogen werden. Es sollte zusätzlich die Oberfläche optimiert werden.

Durch die Insertion zusätzlicher schwerer Störkörper kann das genaue Erreichen der Zieltemperatur optimiert werden. Dies hat zur Folge, dass dem System mehr Energie für die Grunderwärmung (Sinterkammer, Schamotte und Speicher) zugeführt werden muss.

Zusammenfassend kann mit den Möglichkeiten der Optimierung der Steuerung der Heizwendeln eine Optimierung des Sinterverlaufes aus Sicht der Trägheit des Systems erreicht werden.

6.5. Thermisches Verhalten in Abhängigkeit der eingebrachten Sinterobjekte

Mit Insertion von Störkörpern vergrößerte sich der Temperaturgradient innerhalb der Sinterkammer im Verlauf des Sinterzyklus. Die Temperaturgradienten innerhalb der Sinterkammer stiegen auf 36,4 K/ 35,8 K (Ofen Nr. 1), 85,5 K / 96,5 K (Ofen Nr. 2) bzw. 44,5 K / 43,5 K (Ofen Nr. 3). Diese erhöhten Differenzen spiegeln aber auch die Speicherung der Energie der Störkörper wieder. Die unter Kapitel 6.4, Seite 90 vorgeschlagene Empfehlung der Erhöhung der Wärmekapazität zur Reduktion des Überschießens der maximalen Sintertemperatur steht die unkontrollierte Wärmeleitung in das umgebene Isolationsmaterial bzw. die Energieabsorption von den zu sinternden Objekten.

Zusammenfassend stellt sich in allen untersuchten Sinteröfen eine Erhöhung des Temperaturgradienten innerhalb der Sinterkammer dar. Ein übermäßiges Befüllen des Brenngutträgers ist nicht zu empfehlen. Den Einfluss der unterschiedlichen Brenngutträger (mit deren unterschiedlichen Wärmekapazitäten und Wärmeleitungen) auf die Temperaturverteilung innerhalb der Sinterkammer ist zum gegenwärtigen Zeitpunkt weiterführender Arbeiten.

6.6. Vergleich der Brennprozesse

Diesen Keramiksystemen können wir die von uns untersuchten Brennprogrammen zuweisen [10]:

- | | | |
|------|--------------------------|--------------------|
| I. | Hochbrennende Keramik: | Keramik A und B |
| II. | Mittelbrennende Keramik: | Keramik C, D und E |
| III. | Niederbrennende Keramik: | Keramik F |

Zusätzlich unterschieden sich die Brennprogramme hinsichtlich ihrer Trocknungs- und Vorwärmphase:

- | | | |
|------|---|--------------------|
| I. | 4 Minuten Trocknungs- und Vorwärmphase: | Keramik D |
| II. | 5 Minuten Trocknungs- und Vorwärmphase: | Keramik B |
| III. | 6 Minuten Trocknungs- und Vorwärmphase: | Keramik A, C und F |
| IV. | 8 Minuten Trocknungs- und Vorwärmphase: | Keramik E |

Ein drittes Unterscheidungsmerkmal hinsichtlich der Vorwärmtemperatur:

- | | | |
|------|---------|--------------------|
| I. | 450 °C: | Keramik C, E und F |
| II. | 575 °C: | Keramik A und D |
| III. | 600 °C: | Keramik B |

Ein weiteres Unterscheidungsmerkmal ist in der Aufheizrate zu finden:

- | | | |
|------|-----------------------------------|-----------------------|
| I. | 55 K/min: | Keramik B, C, E und F |
| II. | 75 K/min: | Keramik A |
| III. | 150 K/min: | Keramik D |
| IV. | experimentell-prospektiv 25 K/min | |

6.7. Einfluss der Möglichkeit der Reduktion der Aufheizrate

Die prospektive Reduktion der Aufheizrate zu Gunsten einer gleichmäßigen Temperaturverteilung innerhalb der Sinterkammer und einer Reduktion des Überschießens der maximalen Sintertemperatur konnte bestätigt werden. Eine Erhöhung der Aufheizrate bewirkt eine weniger optimale gesteuerte maximale Sintertemperatur. Die gleichmäßige Temperaturverteilung innerhalb der Sinterkammer ist nicht mehr sichergestellt (siehe Auswertung Brennofen Nr. 2, Kapitel 5.3.4.3, Seite 77 ff.)

6.8. Konsequenz für die zahnärztliche Technik

Temperaturdifferenzen und –diskrepanzen, wie sie in den untersuchten Dentalkeramiköfen dargestellt werden konnten, beeinträchtigen die Qualität der keramischen Sinterobjekte. Als Ursache für die unterschiedliche Qualität von voll- bzw. verblendkeramischen zahntechnischen Arbeiten können in der inhomogenen Durchwärmung der Sinterkammer einerseits und erheblicher Temperaturdifferenzen bei Erreichen der angestrebten Sintertemperatur andererseits erörtert werden. Die klinische Beobachtung von Abplatzungen und Sprüngen innerhalb der keramischen Schicht können damit eine Erklärung finden.

Weiterhin definiert sich die Güte der keramischen Verblendung durch die Oberflächengüte und ausreichende Transparenz der keramischen Schicht. Bestehen innerhalb der Sinterkammer erhebliche Temperaturdifferenzen zu erforderlichen Temperatur resultiert eine profilierte Oberfläche, die die Anlagerung von Plaque erleichtert, weiterhin erscheint die keramische Scherbe milchig trüb. Grund für diesen Effekt sind maßgebliche Abweichungen innerhalb des Sicherheitsabstandes zu dem Glaspunkt (T_G) der verwendeten Keramik.

Wird die keramische Masse während der Sinterung nicht oberhalb des Glaspunktes erwärmt, können Bläschen und Schichtungsdefekte nicht an die Oberfläche entweichen, da die Viskosität der keramischen Schichtung eine

Wanderung der defektauslösenden Artefakte unterbindet. Allein das Vorliegen von kleinsten Luftbläschen reduziert die Transparenz und führt dazu, dass Farbeffekte reduziert werden.

Besonders bei Verwendung niedrigbrennenden Keramiken konnte beobachtet werden, dass die keramische Schichtung an den Rändern und Ecken verrundet. Da die keramischen Sinteröfen in dem hochbrennenden Temperatursegment deutlich geringeren Abweichungen zu der erforderliche Temperatur zeigten, ist die exakte Sinterführung bei den niedrigbrennenden Keramiken von besonderer Bedeutung.

Wird die Sintertemperatur nicht erreicht muss mit deutlichen Oberflächenrauigkeiten und Qualitätseinbußen gerechnet werden. Wird die für die Sinterung notwendige Temperatur deutlich übertroffen, resultiert eine zu glatte, wenig profilierte Oberfläche, die zudem sämtliche modellierte Strukturen aufgelöst hat.

So ist während des dentalkeramischen Sinterprozesses zu erreichen, dass die Sinterparameter einerseits, andererseits die notwendigen Voraussetzungen für eine optimale, werkstoffkonforme/- suffiziente Sinterung ermöglicht werden.

Dieses beinhaltet die regelmäßige Überprüfung des Sinterofens durch periodisch wiederkehrende Kalibrierungszyklen. Damit wird in regelmäßigen Abschnitten die gerätespezifische Voraussetzung geprüft und die Frage beantwortet, ob der Ofen die notwendigen Temperaturregionen im Stande ist zu erreichen. Sollte die Temperatur im Kalibrierungszyklus aufgrund eines Abbrandes der Thermoelemente sowie andererseits der Oxidation der Thermosonden zurückgeführt werden.

Aufgrund der Tatsache, dass im zahntechnischen Labor unterschiedliche keramische Massen verwendet werden, kann durch die Programmkalibrierung für die verwendeten Keramiken evaluiert werden, ob Sinterparameter für die jeweilige Keramik in dem Temperatursegment unter Berücksichtigung weiterer Einflussfaktoren noch zutrifft.

Dazu hat sich in den Diskussionen die Kalibrierung über Keramikbrennproben etablieren können. Der wesentliche Vorteil dieser Kalibrierungsmethode ist, dass zudem weitere, zusätzliche Parameter wie der Aufheizquotient, die Positionierung innerhalb der Sinterkammer und den Einfluss des verwendeten Sinterträgers evaluiert werden können.

Sollte es bei beiden Kalibrierungsmethoden zu einer Abweichung im Sinterresultat kommen, kann durch Versuchsreihen eine Angleichung an das Optimum durchgeführt werden.

Die physikalischen Vorgänge innerhalb des keramischen Sinterofen, der aufgrund seiner physikalischen Faktoren einen wesentlichen Einfluss auf die dentalkeramische Sinterung hat und fester Bestandteil der Methodik der keramischen Sinterung darstellt, waren Bestandteil der vorliegenden Arbeit, die einen Beitrag dazu leisten soll, das Geschehen innerhalb der Sinterkammer darzustellen und verstehen zu lernen.

7. Zusammenfassung / Thesen

- Eine qualitativ hochwertige Sinterung von keramischen Brennobjekten ist in allen getesteten Brennöfen möglich.
- Die Sintertemperatur ist in allen Sinteröfen, bis auf das Programm B im Sinterofen (Brennofen 2, Cergo[®], Fa. Degudent, Rossbach) erreicht worden. Größtenteils sogar bis zu 70K überschritten worden.
- In der Vertikalen ist eine Höhe von ca. 1-2 cm über dem Schamotteträger anzustreben. Brennwatte ohne Brenngutträger ist auf Grund der Höhe der Sinterobjekte abzulehnen.
- Der Temperaturgradient in der Brennkammer kann durch optimale Positionierung der Sinterobjekte reduziert werden. Demnach kann die Qualität der Sinterobjekte positiv beeinflusst werden.
- Schwere zu sinternde Objekte (großspannige Brücken) stören das homogene Temperaturgefälle.
- Die maximale Sintertemperatur sollte kontinuierlich durch ein kalibriertes System kontrolliert werden (Silberprobe, Sinterzyklen mit zusätzlichem inseriertem Thermoelement). Eine Alterung der Thermoelemente ist nach mehreren Tausend Sinterzyklen dadurch auszuschließen.
- Ein Überschießen der Sintertemperatur bei hochbrennenden Keramiken ist im Vergleich der Öfen zueinander geringer, als bei niedrig und mittelbrennenden

Keramiken. Eine terminale Reduktion der Aufheizrate zu Gunsten eines homogenen Temperaturgefälles in der Brennkammer kann das Überschießen reduzieren.

- Weiterführende Untersuchungen mit unterschiedlich wärmeleitenden Störkörpern, sowie unterschiedlichen Brenngutträgern können die Vorhersagbarkeit optimaler Brennergebnisse bestätigen.
- Für ein optimales Sinterobjekt ist nicht nur die Erfahrung des Zahntechnikers, sondern auch die Frage nach der Menge der inserierten Störkörper verantwortlich.
- Für ein geringeres Überschießen der Sintertemperaturen sollten die Ofenhersteller die Steuerung der Brennöfen optimieren. Zusätzlich empfehle ich die Messung der Sintertemperatur in direkter Nachbarschaft zum sinternden Objekt. Eine Temperaturmessung in der Kuppel der Sinterkammer kann die optimale Temperatur in der Brennkammer nicht präzise steuern.

8. Literaturverzeichnis

1. Alvermann W, Stottmann P: Temperaturmessungen mit Thermoelementen in Verbrennungsgasen : (Katalytische Effekte, erforderliche Messwertkorrekturen). Zentralstelle f. Luftfahrtdokumentation u. -information (ZLDI), München 1964
2. Anusavice KJ, Hojjatie B: Effect of Thermal Tempering of Strength and Crack Propagation of Feldspathic Porcelains. J Dent Res 70, 1009-1013 (1991)
3. Anusavice KJ, Shen C, Lee RB: Strengthening of Feldspathic Porcelain by Ion Exchange and Tempering. J Dent Res 71, 1134-1138 (1992)
4. Baehr HD, Kabelac S: Thermodynamik : Grundlagen und technische Anwendungen. Springer Bln, Berlin 2005
5. Baharav H, Laufer B-Z, Mizrachi A, Cardash HS: Effect of different cooling rates on fracture toughness and microhardness of glazed alumina reinforced porcelain. J PROSTH DENT 76, 19-22 (1986)
6. Bertolotti RL, Shelby JE: Viscosity of Dental Porcelain as a Function of Temperature. J Dent Res 58, 2001-2004 (1979)
7. Bethanis S, Cheeseman CR, Sollars CJ: Effect of sintering temperature on the properties and leaching of incinerator bottom ash. Waste Manag Res 22, 255-264 (2004)
8. Bettermann G: Beitrag zur Ermittlung des Messfehlers bei der Temperaturmessung mit Thermoelementen in strömenden, heissen Gasen unter besonderer Berücksichtigung der Gasstrahlung. 1964
9. Biffar R, Klinke T: Einfluss von Sintertemperatur und Haltezeit auf die Oberflächenbeschaffenheit hydrothermalen Verblendkeramik. Rostocker Med Beitr Universität Rostock 4, 169 (1995)
10. Biffar R: persönliche Mitteilungen zur Einteilung der Keramikmassen. (2002)
11. Campbell SD: The effect of sintering temperature on the dimensional stability of a new ceramic coping. J Prosth Dent 55, 309-312 (1986)
12. Campbell SD, Kelly JR: The Influence of Surface Preparation on the Strength and Surface Mikrostructure of a Cast Dental Ceramic. Inter J Prosth 2, 459-466 (1989)

13. Cerbe G, Hoffmann H-J: Einführung in die Thermodynamik : von den Grundlagen zur technischen Anwendung ; mit 38 Tafeln, 130 Beispielen, 135 Aufgaben und 175 Kontrollfragen. Hanser, München [u.a.] 2002
14. Cheung KC, Darvell BW: Sintering of dental porcelain: effect of time and temperature on appearance and porosity. Dent Mat 18, 163-173 (2002)
15. Claus H: Werkstoffkundliche Grundlagen der Dentalkeramik. dental labor (1980, Nr28) 10, 1743-1750 (1980)
16. Claus H, Säckingen) B: Entwicklung der Metallkeramik. Zahnärztliche Welt 89, 36-39 (1980)
17. Claus H: Die Bedeutung des Leuzits für die Dentalkeramik. Zahnärztliche Welt 90, 44-46 (1981)
18. Claus H: Dentalkeramische Massen vor, während, und nach dem Brennprozess. ZWR 94, 612-647 (1994)
19. Clupper DC, Mecholsky JJ, Jr., LaTorre GP, Greenspan DC: Sintering temperature effects on the in vitro bioactive response of tape cast and sintered bioactive glass-ceramic in Tris buffer. J Biomed Mater Res 57, 532-540 (2001)
20. Cook PA, Griswold WH, Post AC: The effect of superficial colorant and glaze on the surface texture of vacuum-fired porcelain. J PROSTH DENT 51, 476-484 (1984)
21. Degussa-Aktiengesellschaft. Messtechnik: Programmübersicht : Thermolemente. Degussa-Messtechnik, Hanau 1975
22. DeHoff PH, Anusavice KJ: Tempering stresses in feldspathic porcelain. J Dent Res 68, 134-138 (1989)
23. Denry IL, Holloway JA, Rosenstiel SF, Mackert JR: Effect of cubic leucite stabilization on the flexural strength of feldspathic dental porcelain. J Dent Res 75, 1928-1935 (1996)
24. Der Brockhaus in Text und Bild. Brockhaus, Leipzig [u.a.] 1999
25. Dorsch P: Spannungen in metallkeramischen Systemen. Ber Dtsch Keram Ges 58, 1-6 (1981)
26. Eichner K, Kappert HF: Werkstoffe unter klinischen Aspekten ; mit 164 Abbildungen und 35 Tabellen. Hüthig, Heidelberg 1981
27. Eichner K: Gegenwärtiger Stand der Werkstoffkundlichen und klinischen Metallkeramik. ZWR 106, 477-485, 562-567 (1997)

28. Esquivel JF, Chai J, Wozniak WT: The physical properties of low-fusing porcelains for titanium. *Inter J Prosth* 6, 563-571 (1996)
29. Fairhurst CW, Hashinger DT, Twiggs SW: Glass transition temperatures of dental porcelain. *J Dent Res* 60, 995-998 (1981)
30. Fischer J, Kappert HF, Krämer V: Qualitative Untersuchungen zur Oberflächen-Kristallisation dentaler Glaskeramik (Dicor). *Dtsch Zahnärztl Z* 44, 891-893 (1989)
31. Fischer J: Der Sinterprozess dentaler Aufbrennkeramik. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 104, 848-853 (1994)
32. Fischer J: [The sintering process of fired dental metal-ceramic alloys]. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 104, 848-853 (1994)
33. Freesmeyer WB, Lindemann W: Einfluss der Brennbedingungen auf das Rekristallisationsverhalten aufbrennkeramischer Massen. *Dtsch zahnärztl Z* 40, 461-465 (1985)
34. Fuzzi M, Zaccheroni Z, Vallania G: Scanning electron microscopy and profilometer evaluation of glazed and polished dental porcelain. *Inter J Prosth* 9, 452-458 (1996)
35. Geis-Gerstorfer J, Frank G: [Improved bonding with silanes. An advance in dental technology]. *Dent Labor (Munch)* 34, 1543-1546 (1986)
36. Geissler M: Kompensation der durch die Wärmekapazität von Thermoelementen bedingten Zeitkonstanten unter Berücksichtigung von weissem Rauschen. Lehrstuhl für Theoretische Elektrotechnik der Techn. Hochschule, Hannover 1966
37. GuinIII J, Grisworld WH, Vermilyea SG: The effect of cooling rate on apperent bond strength of porcelain-metal couples. *J PROSTH DENT* 48, 551-554 (1982)
38. Hermansson L, Carlsson R: On the Crystallization of the Glassy Phase in Whitewares. *Trans J Brit Ceram Soc* 77, 32-35 (1978)
39. Hohmann W, Kocjancic B: [All-ceramic single unit restorations using dental veneer ceramic materials in a sintering process]. *Dtsch Zahnärztl Z* 43, 1040-1044 (1988)
40. Hohmann W: *Dentalkeramik auf der Basis hydrothermalen Gläser*. Quintessenz Verlags GmbH, Berlin 1993
41. Höhne W: *Verfahren zur Herstellung trägheitsarmer Thermoelemente und Widerstandsthermometer*. Akademie-Verl., Berlin 1963

42. Hojjatie B, Anusaive KJ: Effects of initial temperature and tempering medium on thermal tempering of dental porcelains. *J Dent Res* 72, 566-571 (1993)
43. Irrgang K, Michalowsky L: *Temperaturmesspraxis mit Widerstandsthermometern und Thermoelementen*. Vulkan-Verl., Essen 2004
44. Jäger G, Technische Universität. Fakultät für Maschinenbau: *Selbstkalibrierende Thermoelemente : Schlussbericht, Abschluss des Vorhabens am 31.12.1995*. 1995
45. Jager Nd, Feilzer AJ, Davidson CL: The influence of surface roughness on porcelain strength. *Dent Mat* 16, 381-388 (2000)
46. Kappert HF, Hennicke HW: *Vollkeramik : Werkstoffkunde - Zahntechnik - klinische Erfahrung*. Quintessenz-Verl., Berlin [u.a.] 1996
47. Kappert HF, Kah M: *Keramiken - eine Übersicht, Dentalkeramiken und zahntechnische Verfahren zur Herstellung von keramischen Zahnersatz*. Quintessenz Zahntech 27, 668-687 (2001)
48. Kaspar F: *Thermobimetalle der Elektrotechnik*. VEB Verlag Technik, Berlin (1960)
49. Kilian U, Weber C: *Lexikon der Physik : Buch- und CD-ROM - Gesamtausgabe*. Spektrum Akademischer Verlag GmbH, Heidelberg, Neckar 1998
50. Klinke T, Biffar R: Einfluß von Sinterbedingungen auf die Sintergüte von Verblendkeramik. *Quintessenz Zahntech* 26, 1317-1330 (2000)
51. Klinke T, Biffar, R.: Sintering Specifics of Low-Fusing Ceramics for PFM-Restorations. *Key Engineering Materials* 192-195, 909-916 (2001)
52. Klinke T, Biffar, R.: The Dependence of Sintering Parameters on the Surface Quality and Roughness of Ceramic Veneered PFM-Restorations. *Key Engineering Materials* 240-242, 875-878 (2003)
53. Knopp EHO: *Untersuchungen über Thermoelemente*. Kaemmerer, Halle 1909
54. Komma O: *Hydothermal dental ceramic systems*. Rosbach, Germany, Ducera Dental GmbH (1993)
55. Kon M, Kawano F, Asaoka K, Matsumoto N: Effect of leucite crystals on the strength of glassy porcelain. *Dent Mat* 13, 138-147 (1994)

56. Körber K, Ludwig K: Zahnärztliche Werkstoffkunde und Technologie : 54 Tabellen. Thieme, Stuttgart [u.a.] 1993
57. Kreuzmann HA: [Baking ceramic]. Zahntechnik (Berl) 20, 11-16 (1979)
58. Krumbholz K: Leuzit-Kristallisation in keramischen Aufbrennmassen. Quintessenz Zahntech 9, 1175-1179 (1983)
59. Krumbholz K: Wärmedehnung keramischer Massen. Dent Lab 34, 1935-1937 (1986)
60. Krumbholz K: Stand und Entwicklung von Dentalkeramiken. Zahnärztliche Welt 101, 193 (1992)
61. Krumbholz K: Entwicklung und Eigenschaften der Aufbrennkeramik. dental labor (1998, Nr46) (1998)
62. Leiling W: Hülltemperaturmessung mit Thermoelementen an vorbestrahlten LWR-Brennstab-Prüflingen. Kernforschungszentrum, Karlsruhe 1981
63. Lexikon der Geowissenschaften [Elektronische Ressource]. Spektrum, Heidelberg 2002
64. Linseis-Messgeräte-GmbH: Handbuch der Messdatenerfassung : Erfassen, Registrieren, Auswerten, Speichern ; mit internationalen Grundwertreihen für Thermoelemente. Linseis, Selb [u.a.] 1987
65. Lui JL: The effect of firing shrinkage on the marginal fit of porcelain jacket crowns. Brit dent J 149, 43-45 (1980)
66. Lund PS, Piotrowski TJ: Color changes of porcelain surface colorants resulting from firing. Inter J Prosth 5, 22-27 (1992)
67. Mackert JR, Butts MB, Fairhurst CW: The effect of the leucite transformation on dental porcelain expansion. Dent Mat 2, 32-36 (1986)
68. Mackert JR, Russel CM: Leucite crystallization during processing of a heat-pressed dental ceramic. Inter Dent J 9, 261-265 (1996)
69. Mackert JRJ, Evans AL: Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains. J Dent Res 70, 137-139 (1991)
70. Mackert JRJ, Williams AL: Microcracks in dental porcelain and their behavior during multiple firing. J Dent Res 75, 1484-1490 (1996)
71. MacLean JW: Wissenschaft und Kunst der Dentalkeramik. Quintessenz, Berlin [u.a.] 1978

72. Mathe´ D: Über die Hejcmannsche Emailkrone. Dtsch Zahnärztl Wsch 45, 1003 (1933)
73. Mattmuller A, Wassmann J, Biffar R: Hydrothermal ceramic for porcelain-fused-to-metal crowns: an initial experience report from clinical practice. Quintessence Int 27, 521-526 (1996)
74. McLean JW: The search for improved metal-ceramics. Quintessence Dent Technol 2, 51-59 (1978)
75. Meyer J: Einführung in die Thermodynamik aus energetischer Grundlage. Knapp, Halle a. S. 1906
76. Meyer JM, O´Brien WJ, Yu CU, (University of Michigan AA, Michigan, USA): Sintering of dental porcelain enamels. Journal of Dental Research (July-August 1976; Nr4) 55, 696-699 (1976)
77. Morgenroth O: Elektronenröhren, Spannungs-Stabilisatorröhren, Quarze, Thermoelemente und Thermoumformer, Gerätesicherungen. Dt. Militärverl., Berlin 1964
78. Most K-H: Festspannungsregler, Thermoelemente, Temperaturmessung, Thermolinearisierer, Analog-Digitalwandler, Digital-Analogwandler, Optokoppler, Spannungs-Frequenzwandler. Frech, Stuttgart 1989
79. Müller H: Technische Thermodynamik : Grundlagen der Synthese und Berechnung thermischer Systeme. Zentrum für Energie- und Umwelttechnik (ZEUT) e.V., Wismar 2002
80. Peters F: Thermoelemente und Thermosäulen : ihre Herstellung und Anwendung ; Mit 192 in den Text gedruckten Abbildungen. Knapp, Halle a. S. 1908
81. Petzold A, Pöschmann H: Email und Emailiertechnik. Dt. Verl. für Grundstoffindustrie, Leipzig 1992
82. Philips Industrie Elektronik: Temperaturmessungen mit Philips Miniatur-Mantel-Thermoelementen Thermocoax. [Timm], [Hamburg] 1964
83. Physikalisch-Technische Bundesanstalt: Kalibrierung von Thermoelementen : Richtlinie. Wirtschaftsverl. NW, Bremerhaven 2000
84. Piché PW, O´Brien J, Groh CL, Boenke KM: Leucite content of selected dental porcelains. J Biomed Mat Res 28, 603-609 (1994)
85. Pliefke M, Lenz J, Thies M, Schweizerhof K: Wärmespannungen und Lastspannung einer metallkeramischen Brücke. Quintessenz Zahntechnik (August 2000, Nr 8) 26, 817-833 (2000)

86. Puchta L, Köhler G, Hochschule für Architektur und Bauwesen. Sektion Baustoffverfahrenstechnik: Temperaturmessung mit Thermoelementen. 1971
87. Regeltechnik TM-u: Handbuch zur Temperaturmessung mit Thermoelementen und Widerstandsthermometern.
88. Reppel P-D: Gefügeveränderungen einer hochgoldhaltigen Aufbrennlegierung durch den Brennvorgang. Dtsch zahnärztl Z 41, 259-263 (1986)
89. Risito C, Lüthy H, Loeffel O, Schärer P: Chemische Löslichkeit und Festigkeit von niedrigschmelzenden Dentalporzellanen. Schweiz Monatsschr Zahnmed 105, 611-616 (1995)
90. Rusnah M, Andanastuti M, Idris B: The influence of sintering temperature on the porosity and strength of porous hydroxyapatite ceramics. Med J Malaysia 59 Suppl B, 158-159 (2004)
91. Schäfer A: Experimentelle Untersuchung über den Einfluss der Brandführung auf Wärmedehnung und Biegefestigkeit keramischer Massen für die Aufbrenntechnik. Quintessenz Zahntechnik 19, 825-832 (1993)
92. Schmid M, Salk M, Fischer J: Microgefüge leucitverstärkter Glaskeramiken. Schweizerische Monatsz 102, 1046-1053 (1993)
93. Schmidt H: Schnellansprechende Thermolemente. Gesellschaft für Kernforschung mbh, Karlsruhe 1971
94. Schückerk M: Kontrolle von Thermolementen der Diatermie-Thermostromuhr. Nieders. Staats- u. Univ.-Bibl., Göttingen 1995
95. Schulze A: Metallische Werkstoffe für Thermolemente. Lüttke, Berlin 1940
96. Schürmann HW, Schwarzer E: Einführung in die chemische Thermodynamik : Grundlagen und Anwendungen. Univ.-Verl. Rasch, Osnabrück 2002
97. Schwickerath H, Mokbel AM: Über den Einfluß unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten in der Metallkeramik. Dtsch zahnärztl Z 38, 1033-1036 (1983)
98. Seebeck: Über den Magnetismus der galvanischen Kette : vorgelesen am 14. Dez. 1820 und am 8. Febr. 1821. Reimer, Berlin 1822
99. Smith BB, Schmidseder J, Bockelbrink W: Schnellbrennmethoden für Keramikinlays. Colloquium med dent 27, 367-377 (1983)

100. Stärk H: Genaue Temperaturmessungen mit Thermoelementen. Hartmann & Braun AG, Frankfurt/M. 1964
101. Strackenbrock B, Altheide H-J: Wie funktioniert das? : Technik heute. Meyers Lexikonverl., Mannheim [u.a.] 1998
102. Twiggs SW, Hashinger DT, Morena R, Fairhurst CW: Glass transition temperatures of dental porcelains at high heating rates. J Biomed Mat Res 20, 293-300 (1986)
103. Weinstein M, Katz S, Weinstein AB: Permament Products Corporation. US 3 052 982 (=DE 1 441 336), 1962
104. Westerfeld P: Thermoelemente und Widerstandsthermometer : Tabellenbuch. Hartmann & Braun, [Frankfurt] 1984
105. Zaazou AM, (Operative Dentistry FoD, Alexandria University, Kairo, Egypt): Porosity in fused dental porcelain. Egyptian Dental Journal (April 1974; Nr 2) 20, 15-18 (1974)
106. Zhang B, Chen JH, Sun LJ: [The effect of sintering temperature on the physical and mechanical properties of dental zirconia toughened ceramic]. Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi 38, 304-305 (2003)
107. Zhang Y, Griggs JA, Benham AW: Influence of powder/liquid mixing ratio on porosity and translucency of dental porcelains. J Prosthet Dent 91, 128-135 (2004)

9. Anhang

9.1. Diagramm- und Tabellenverzeichnis

1. Einteilung Felspat, Vollkeramik – Werkstoffkunde, Zahntechnik, klinische Erfahrung, Friedrich Kappert, Quintessenz Verlags-GmbH, 1996, 45
2. Einteilung dentalkeramischer Massen, Eichner K., zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. Hüthig-Verlag, Heidelberg 1981.
3. Thermoelementpaarungen mit Anwendungstemperaturen, Handbuch zur Temperaturmessung mit Thermoelementen und Widerstandsthermometern, TC Mess- u. Regeltechnik GmbH, 7
4. Übersicht der verwendeten Sinteröfen
5. vertikale Positionierung der Thermosonden
6. horizontale Positionierung der Thermosonden
7. Zusammenfassung der Unterschiede der Sinterprogramme
8. Internationale Temperaturskala von 1990: Definierende Fixpunkte
9. Sinterprogramme Brennofen 1 (Austromat[®], Fa. Dekema)
10. Sinterprogramme Brennofen 2 (Vacumat 2500[®], Fa. Vita)
11. Sinterprogramme Brennofen 3 (CergoPress[®], Fa. Degudent)

9.2. Abbildungsverzeichnis

1. 3-Phasendiagramm, Vollkeramik, Werkstoffkunde-Zahntechnik-klinische Erfahrung, Friedrich Kappert, Quintessenz Verlag 1996, 44
2. Bild einer Keramik unter einem Rasterelektronischen Mikroskop, Poliklinik f. Prothetik und Werkstoffkunde ZZMK, Universität Greifswald, 2003
3. Thermoelementpaar, Taschenatlas Physik für Mediziner, Breuer, Springer Verlag Berlin 1989
4. Messplatz mit Brennofen Austromat 3001[®], Fa. Dekema
5. Brennofen Austromat 3001[®], Fa. Dekema
6. Brennkammerübersicht, Austromat 3001[®], Fa. Dekema
7. Brennofen Vacumat 2500[®], Fa. Vita
8. Brennkammerübersicht, Vacumat 2500[®], Fa. Vita
9. Brennofen CergoPress[®], Deudent
10. Brennkammerübersicht CergoPress[®], Deudent
11. schematischer Versuchsaufbau mit Datenerfassung
12. schematische Darstellung des Kalibrierungsaufbaus
13. Positionierung der Thermosonden in der Brennkammer Austromat 3001[®], Fa. Dekema
14. Positionierung der Störkörper auf dem Brenngutträger
15. Darstellung Silberprobe: links Zieltemperatur nicht erreicht, Mitte: Zieltemperatur erreicht, rechts: Zieltemperatur überschossen
16. Eichkurve exemplarisch für ein Thermoelement
17. exemplarischer Temperaturverlauf, Keramik A, 920°C Sintertemperatur, Dekema[®]
18. Auswertung der Rotation des Brenntellers um 90°

19. Austromat 3001[®], CoCr Störkörper 6,1g, Ebene 0, niedrigbrennend
20. absolute Abweichung Austromat 3001[®] von der geforderten Sintertemperatur
21. durchschnittliche Abweichung Austromat 3001[®], Darstellung in der Vertikalen ohne Störkörper
22. horizontale Auswertung aller maximalen Sintertemperaturen, Austromat 3001[®]
23. maximale absolute Abweichung Vacumat 2500[®], Vita, von der geforderten Sintertemperatur
24. durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®], Darstellung in der Vertikalen ohne Störkörper
25. horizontale Auswertung aller maximalen Sintertemperaturen, Vacumat 2500[®]
26. maximale Abweichung CergoPress[®] von der geforderten Sintertemperatur
27. durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Darstellung in der Vertikalen ohne Störkörper
28. horizontale Auswertung aller maximalen Sintertemperaturen, CergoPress[®]
29. durchschnittliche Abweichung Austromat 3001[®] von der geforderten Sintertemperatur mit inseriertem Störkörper
30. durchschnittliche Abweichung Austromat 3001[®], 1 Störkörper
31. durchschnittliche Abweichung Austromat 3001[®], 2 Störkörper
32. durchschnittliche Abweichung Austromat[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 1 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers
33. durchschnittliche Abweichung Austromat[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 2 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers

34. Streuung der Sinterendtemperaturen Ebene 1 Austromat 3001 (0, 1, bzw. 2 Störkörper)
35. absolute Abweichung Vacumat 2500[®], Vita, von der geforderten Sintertemperatur mit inserierten Störkörpern
36. durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 1 Störkörper
37. durchschnittliche Abweichung Vacumat 2500[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 2 Störkörper
38. durchschnittliche Abweichung Austromat[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 1 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers
39. durchschnittliche Abweichung Austromat[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 2 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers
40. Streuung der Sinterendtemperaturen Ebene 1 Vacumat 2500[®] (ohne, 1, bzw. 2 Störkörper)
41. durchschnittliche Abweichung CergoPress[®] von der geforderten Sintertemperatur mit inserierten Störkörpern, Darstellung Oberflächentemperatur des Störkörpers bzw. zentrale Thermosonde
42. durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 1 Störkörper
43. durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Auswertung in der vertikalen Ebene, 2 Störkörper
44. durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 1 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers

45. durchschnittliche Abweichung CergoPress[®], Auswertung in der horizontalen Ebene, 2 Störkörper, Kanal 1 Oberflächentemperatur des Störkörpers
46. Streuung der Sinterendtemperaturen Ebene 1 CergoPress[®] (ohne, 1, bzw. 2 Störkörper)
47. vergleichende Darstellung der Abweichungen der Sinteröfen zueinander
48. Differenzen der Sinterebenen 1 und 2
49. Ausschnitt aus Sinterprogrammverlauf Keramik A, Ebene 1, Austromat 3001[®] ohne Störkörper
50. Ausschnitt aus Sinterprogrammverlauf Keramik C, Ebene 2, Vacumat 2500[®] ohne Störkörper
51. Ausschnitt aus Sinterprogrammverlauf Keramik F, Ebene 1, ohne Störkörper, CergoPress[®]

9.3. Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass die vorliegende Dissertation selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel benutzt habe.

Christian Lucas

9.4. Lebenslauf

Persönliche Information

- Name: Christian Lucas
- Geburtsdatum: 25.01.1976
- Geburtsort: Osterburg
- Staatsangehörigkeit: deutsch
- Familienstand: verheiratet
- Kinder: Friederike
- Mutter (Zahntechnikerin
- Vater (niedergelassener Zahnarzt)

Ausbildung

- | | |
|----------------------------------|---|
| 1982 – 1983 | Grundschule in Seehausen / Altmark |
| 1983 - 1986 | Grundschule in Vitte / Hiddensee |
| 1986 - 1989 | Realschule in Vitte / Hiddensee |
| 1989 - 1994 | Gymnasium in Bergen / Rügen |
| • Abschluss: Mittlere Reife 1994 | |
| 1994 -1995 | Zivilersatzdienst im SANA –
Krankenhaus Bergen |
| 1995 | Immatrikulation an der Ernst-
Moritz-Arndt-Universität
Greifswald im Fach Zahnmedizin |
| 1997 | naturwissenschaftliche Vorprüfung |
| 1998 | Zahnärztliche Vorprüfung |
| 2000 | Examen zum Zahnarzt mit der
Note: gut |

9.5. Danksagung

Danke!!!

9.6. Anhang

9.6.1. Anhang A

Tabelle 8: Internationale Temperaturskala von 1990: Definierende Fixpunkte zur Darstellung (DT: Dampfdruckthermometer, GT: Gasthermometer, Pt-WT: Platin-Widerstandsthermometer, SP: Spektralpyrometer).

Gleichgewichtszustand	T ₉₀ in K	t ₉₀ in °C	Normalgeräte	Meßunsicherheit (ca.)
Dampfdruck des Heliums	3 bis 5	-270,15 bis -268,15	DT (bis 3,2 K mit ³ He, 1,2 K bis 5 K mit ⁴ He)	
Tripelpunkt des Gleichgewichtswasserstoffs	13,8033	-259,3467	GT (mit ³ He oder ⁴ He), Pt-WT	1 mK (Pt-WT)
Dampfdruck des Gleichgewichtswasserstoffs	17,025 bis 17,045 20,26 bis 20,28	-256,125 bis - 256,105 -252,89 bis -252,87	GT (mit ³ He oder ⁴ He), Pt-WT	
Tripelpunkt des Neons	24,5561	-248,5939	Pt-WT	
Tripelpunkt des Sauerstoffs	54,3584	-218,7916	Pt-WT	
Tripelpunkt des Argons	83,8058	-189,3442	Pt-WT	
Tripelpunkt des Quecksilbers	234,3156	-38,8344	Pt-WT	
Tripelpunkt des Wassers	273,16	0,01	Pt-WT	
Schmelzpunkt des Galliums	302,9146	29,7646	Pt-WT	
Erstarrungspunkt des Indiums	429,7485	156,5985	Pt-WT	
Erstarrungspunkt des Zinns	505,078	231,928	Pt-WT	
Erstarrungspunkt des Zinks	692,677	419,527	Pt-WT	
Erstarrungspunkt des Aluminiums	933,473	660,323	Pt-WT	5 mK (Pt-WT)
Erstarrungspunkt des Silbers	1234,93	961,78	SP	10 mK (Pt-WT), 0,01 K (SP)
Erstarrungspunkt des Golds	1337,33	1064,18	SP	
Erstarrungspunkt des Kupfers	1357,77	1084,62	SP	2 K (SP bei 2500 K)

9.6.2. Anhang B

Formel für die Berechnung der kompensierten Thermospannung des Platin/Platin-
 Rhodium Thermoelementes vom Typ S:

$$E = \sum_{i=1}^n a_i (T-90)^i \mu V \quad (5)$$

$$\begin{aligned} a_1 &= 5,403\ 133\ 086\ 31, & a_2 &= 1,259\ 342\ 897\ 40 \cdot 10^{-2}, \\ a_3 &= -2,324\ 779\ 686\ 89 \cdot 10^{-5}, & a_4 &= 3,220\ 288\ 230\ 36 \cdot 10^{-8}, \\ a_5 &= -3,314\ 651\ 963\ 89 \cdot 10^{-11}, & a_6 &= 2,557\ 442\ 517\ 86 \cdot 10^{-14}, \\ a_7 &= -1,250\ 688\ 713\ 93 \cdot 10^{-17}, & a_8 &= 2,71443176145 \cdot 10^{-21} \end{aligned}$$

bei -50°C bis $1064,18^{\circ}\text{C}$

9.6.3. Anhang C

Tabelle 9: Sinterprogramme Brennofen 1 (Austromat[®], Fa. Dekema):

	Vortrocknen (°C)	Vortrocknen (min)	Schließen (min)	Vorwärmen (min)	Aufheizrate (K/min)	Endtemperat ur (°C)	Haltezeit (min)	Abkühltemp. (°C)
hochbrennend								
Keramik A	575	180	180	180	75	920	60	575
Keramik B	600	180	120	120	55	920	60	600
mittelbrennend								
Keramik C	450	180	180		55	785	60	450
Keramik D	575	120	120	120	149	820	60	575
Keramik E	450	300	180	180	55	750	30	450
niedrigbrennend								
Keramik F	450	180	180	120	55	680	60	450
Sonderprogramme								
Keramik A-1	575	180	180	180	25	920	60	575
Keramik A-2	575	180	180	180	150	920	60	575

Tabelle 10: Sinterprogramme Brennofen 2 (Vacumat 2500[®], Fa. Vita):

	Vortrocknen (°C)	Vortrocknen (Sek.)	Schließen (Sek.)	Aufheizrate (K/min)	Endtemperatur (°C)	Haltezeit (Sek.)
hochbrennend						
Keramik A	575	180	360	75	920	60
Keramik B	600	180	240	55	920	60
mittelbrennend						
Keramik C	450	180	180	55	785	60
Keramik D	575	120	240	149	820	60
Keramik E	450	300	360	55	750	30
niedrigbrennend						
Keramik F	450	180	300	55	680	60
Sonderprogramme						
Keramik A-1	575	180	360	25	920	60
Keramik A-2	575	180	360	150	920	60

Tabelle 11: Sinterprogramme Brennofen 3 (CergoPress[®], Fa. Degudent):

	Vortrocknen (°C)	Vortrocknen (Sek.)	Schließen (Sek.)	Vorwärmen (°C)	Vorwärmen (Sek.)	Aufheizrate (K/min)	Endtemperatur (°C)	Haltezeit (Sek.)	Abkühltemp. (°C)
hochbrennend									
Keramik A	575	180	180	575	180	75	920	60	575
Keramik B	600	180	120	600	120	75	920	60	600
mittlbrennend									
Keramik C	450	180	180	450		55	785	60	450
Keramik D	575	120	120	575	120	149	820	60	575
Keramik E	450	300	180	450	180	55	750	30	450
niedrigbrennend									
Keramik F	450	180	180	450	120	55	680	60	450
Sonderprogramme									
Keramik A-1	575	180	180	575	180	25	920	60	575
Keramik A-2	575	180	180	575	180	150	920	60	575

9.6.4. Anhang D

Biosil F®, Fa. Degudent Rossbach

Technische Daten Biosil F

Typ:	extrahard
Farbe:	silber
Zusammensetzung in	Massen -%
Co	64,8
Cr	28,5
Mo	5,3
Si	0,5
Mu	0,5
C	0,4

Degunorm® (GoldenGate System), Fa. Degudent, Rossbach

Technische Daten Degunorm

Typ: extrahard, Typ 4 gemäß ISO 1562, aufbrennfähig
 mit Duceragold® gemäß ISO 9693

Farbe:	gelb
Zusammensetzung in	Massen-% (Atom-%)
Au + Pt – Gruppen-Metalle	82,9 (68,1)
Gold (Au)	73,8 (60,5)
Platin (Pt)	9,0 (7,5)
Iridium (Ir)	0,1 (0,1)
Silber (Ag)	9,2 (13,8)
Kupfer (Cu)	4,4 (11,2)
Zink (Zn)	2,0 (4,9)
Indium (In)	1,5 (2,1)

Schmelzintervall	°C	900 – 990
Mittlerer linearer WAK	µm/m*K	16,7 (25 - 500°C) 16,8 (25 – 600°C)
Vickershärte	HV 5	a 230 b 200
0,2%-Dehngrenze	N/mm ²	b 480 a 500
Zugfestigkeit	N/mm ²	b 630 a 650
Breuchdehnung	%	b 12 a 6
Dichte	g/cm ³	16,7

9.6.5. Abkürzungsverzeichnis

- K Kelvin
- mm Millimeter
- cm Zentimeter
- μV Millivolt
- Fa. Firma
- Gew% Gewichtsprozent
- M% Massenprozent
- mBar Millibar