(19) DANMARK

(12) **FREMLÆGGELSESSKRIFT** (11) **163233 B**

Patentdirektoratet
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 1789/85

(22) Indleveringsdag: 22 apr 1985

(41) Alm. tilgængelig: 24 okt 1985

(44) Fremlagt: 10 feb 1992

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 23 apr 1984 US 602874

(51) Int.Cl.5 C 04 B 41/87
A 61 C 13/23
C 04 B 37/00

(71) Ansøger: *JOHNSON & JOHNSON DENTAL PRODUCTS COMPANY INC.; Lake Shore Drive; East Windsor; New Jersey, US

(72) Opfinder: Robert David *DeLuca; US, Robin Mackay Forbes *Jones; US

(74) Fuldmægtig: Th. Ostenfeld Patentbureau A/S

(54) Komposit af krystallinsk aluminiumoxid og fremgangsmåde til fremstilling af et sådant komposit

(56) Fremdragne publikationer

DE off.g.skrift nr. 3019539, 2703814
US pat.nr. 3625740, 4010545

(57) Sammendrag 1789-85

Vedhæftningen af krystallinsk aluminiumoxid til klæbemidler forbedres ved, at den overflade af aluminiumoxidet, som skal være i kontakt med klæbemidlet, belægges med en meget tynd belægning af et siliciumholdigt materiale, såsom siliciumoxid påført ved katodeforstøvning.

DK 163233 B

Den foreliggende opfindelse angår et komposit omfattende en genstand af et Al_2O_3-baseret krystallinsk materiale med en overflade, som er beregnet til ved hjælp af et klæbemiddel at blive bundet til et substrat og en fremgangsmåde til fremstilling af et sådant komposit.

I vor EP patentansøgning nr. 0 161 831 (ans. nr. 85302978.5) beskrives ortodontiske konsoller, der som belastningsbærende organ omfatter krystallinsk aluminiumoxid. Som beskrevet i denne ansøgning er et af de iboende problemer ved anvendelse af ortodontiske konsoller af krystallinsk aluminiumoxid bindingen af disse til tænder (eller til et hvilket som helst andet substrat) på grund af krystallinsk aluminiumoxids høje overfladeenergi.

Den foreliggende opfindelse angår et middel til forbedring af bindingen af krystallinsk aluminiumoxid til substrater. Selv om opfindelsen hovedsagelig er beskrevet ved hjælp af dens anvendelse i forbindelse med ortodontiske konsoller, kan opfindelsen anvendes ved binding af genstande af krystallinsk aluminiumoxid til vilkårlige substrater.

Fra halvlederteknikken kendes genstande fremstillet af enkeltkrystalaluminiumoxid med en belægning af siliciumoxid. Se for eksempel US patentskrift nr. 3.764.507.

I US patentskrift nr. 3.625.740 beskrives en fremgangsmåde til behandling af en safiroverflade med en silan med henblik på at forbedre adhæsionen til en epoxyharpiks.

I DE offentliggørelsesskrift nr. 3 019 539 beskrives en mineraltand med en acrylbaseret plastdel, hvis vedhæftning til mineraltanden forbedres ved hjælp af et silankoblingsmiddel. Tilsvarende benyttes ifølge US patentskrift nr. 3.625.740 en organisk silan til at forbedre vedhæftningen mellem en genstand af aluminiumoxid og en epoxyharpiks.

DE offentliggørelsesskrift nr. 2 703 814 angår en fremgangsmåde til belægning af overfladen af et Al_2O_3-baseret keramisk materiale med et biologisk aktivt glas med det formål at fremstille en knogleprotese. Der sker ikke nogen efterfølgende klæbning til et substrat, og den problematik, der er forbundet med en sådan klæbning, berøres ikke.

US patentskrift nr. 4.010.545 beskriver klæbning af ortodontiske konsoller til tænder ved hjælp af en selvhærdende acrylestermonomersammensætning, der er gjort tixotrop ved tilsætning af silanbehandlet pyrogent siliciumoxid.

Det har overraskende vist sig, at der, når en genstand af et Al_2O_3-baseret krystallinsk materiale, som ved hjælp af et klæbemiddel skal

bindes til et substrat, kan opnås en forbedret klæbestyrke, når genstanden forud for klæbningen belægges med en tynd, vedhæftende belægning af et nærmere angivet siliciumholdigt materiale.

I overensstemmelse hermed angår opfindelsen et komposit omfattende en genstand af et Al_2O_3-baseret krystallinsk materiale med en overflade, som er beregnet til ved hjælp af et klæbemiddel at blive bundet til et substrat, hvilket komposit er ejendommeligt ved, at mindst en del af den overflade, som skal bindes til substratet, er belagt med en tynd, vedhæftende belægning af siliciumholdigt materiale indeholdende siliciumoxid eller glas indeholdende mindst 50 mol-% SiO_2 over for hvilket klæbemidlet har affinitet.

Opfindelsen angår også en fremgangsmåde til binding af en genstand af et Al_2O_3-baseret krystallinsk materiale til et substrat ved hjælp af et klæbemiddel, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig ved, at man belægger i det mindste en del af den overflade af genstanden, som skal bindes til substratet, med en tynd, vedhæftende belægning af siliciumholdigt materiale indeholdende siliciumoxid eller glas indeholdende mindst 50 mol-% SiO_2, over for hvilket klæbemidlet har affinitet.

Opfindelsen beskrives nærmere i det følgende under henvisning til tegningen, hvor

figur 1 i perspektiv viser en ortodontisk konsol fremstillet af krystallinsk alfa-aluminiumoxid,

figur 2 viser konsollen i figur 1 set fra siden,

figur 3 viser konsollen i figur 1 set forfra,

figur 4 viser konsollen i figur 1 set ovenfra,

figur 5 set ovenfra viser en matrice, der anvendes til fremstilling af en krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang med en tværsnitskonfiguration, der i det væsentlige er identisk med konfigurationen af matricens top,

figur 6 er en skematisk afbildning af et apparat til fremstilling af en krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang,

figur 7 i perspektiv viser en krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang fremstillet med apparatet i figur 6,

figur 8 i perspektiv viser et konsolråemne udskåret af den krystallinske alfa-aluminiumoxidstang i figur 7,

figur 9 er en skematisk afbildning af et apparat til forstøvningsbelægning af siliciumoxid på en krystallinsk alfa-aluminiumoxidgenstand,

figur 10 i perspektiv viser en ortodontisk konsol af formstof med

en krystallinsk alfa-aluminiumoxidforing i buetrådsfordybningen,

figur 11 i perspektiv viser en ortodontisk konsol med en formstofbasis, hvor resten af konsollen er af krystallinsk alfa-aluminiumoxid,

figur 12 på tilsvarende måde som figur 5 viser en alternativ konfiguration af matricens top,

figur 13 i perspektiv viser en ortodontisk konsol af krystallinsk alfa-aluminiumoxid med en not i basis med det formål at forbedre bindingen af konsollen til tanden,

figur 14 viser den ortodontiske konsol i figur 13 set fra siden, og

figur 15 i perspektiv viser en "enkeltvinget" ortodontisk konsol fremstillet af krystallinsk alfa-aluminiumoxid.

Som nævnt ovenfor vil opfindelsen blive beskrevet ved hjælp af binding af ortodontiske konsoller af krystallinsk aluminiumoxid, fortrinsvis krystallinsk alfa-aluminiumoxid, til substrater, herunder tænder, selv om den kan anvendes til andre genstande af krystallinsk aluminiumoxid.

Som udtrykket "krystallinsk aluminiumoxid" anvendes her, er det hensigten, at det kun skal indbefatte i det væsentlige monokrystallinsk aluminiumoxid, d.v.s. aluminiumoxid i form af et enkelt krystal eller to eller flere enkeltkrystaller, som er vokset sammen på langs, men adskilt af en korngrænse af forholdsvis lille vinkel (sædvanligvis inden for 4° bestemt i forhold til C-akserne af naboenkeltkrystallerne).

Den ortodontiske konsol er fortrinsvis udelukkende krystallinsk alfa-aluminiumoxid. En sådan konsol kan fremstilles ved først at trække en krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang fra en smelte, så stangen har en forudbestemt tværsnitskonfiguration, opskære stangen i individuelle råemner og derefter bearbejde råemnerne til fremstilling af konsollen. En detaljeret beskrivelse af denne proces følger.

Den foretrukne fremgangsmåde til fremstilling af en krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang med forudbestemt tværsnitskonfiguration er EFG-modifikationen af Czochralski-processen til dyrkning af krystallinsk alfa-aluminiumoxid (EFG står for Edge-defined, Filmfed Growth). EFG-processen er beskrevet af LaBelle i "EFG - The Invention and Application to Sapphire Growth" i Journal of Crystal Growth, 50, side 8-17 (september 1980). Se også LaBelle, US patentskrift nr. 3.591.348, LaBelle et al., US patentskrift nr. 3.701.636 og 3.915.662 og andre patentskrifter og artikler citeret i artiklen i Journal of Crystal Growth.

Figur 6 er en skematisk afbildning af et apparat til fremstilling

af en safirstang med en forudbestemt tværsnitskonfiguration ved EFG-processen. Apparatet 20 indbefatter en digel 22, der indeholder smeltet aluminiumoxid 24. En matrice 26 fremstillet af et passende materiale såsom molybdæn eller iridium er anbragt således, at matricens 26 bund er nedsænket i det smeltede aluminiumoxid 24, og matricens 26 top befinder sig over smeltens 24 overflade. En vertikal afstand over smelten 24 på op til 50 mm er tilladelig. Figur 5 viser topoverfladen 28 af matricen 26. Topoverfladen 28 er glat, flad og har samme form som den ønskede konfiguration af tværsnittet af den krystallinske alfa-aluminiumoxidstang 30 (vist i figur 7), af hvilken konsollerne fremstilles. Det er vigtigt, at siden 32 af matricen 26 og topoverfladen 28 af matricen støder sammen i en præcis vinkel på 90° for at minimere fejl i overfladen af den voksende stang 30. Matricen 26 indeholder en kapillarpassage 34, gennem hvilken smeltet aluminiumoxid 24 trækkes. Smelten 24 trækkes fra diglen 22 gennem kapillaret 34 til topoverfladen 28 af matricen 26, hvor den spredes ud og fuldstændigt dækker topoverfladen 28 med en film af smeltet aluminiumoxid. Men da smeltet aluminiumoxid og molybdæn eller iridium har et passende indbyrdes befugtelighedsforhold, stopper den smeltede aluminiumoxidfilm ved kanten af overfladen 28. Derfor antager et aluminiumoxidkrystal, der er vokset frem eller trukket af denne film af smeltet aluminiumoxid, en tværsnitskonfiguration, der i det væsentlige er nøjagtig den samme som konfigurationen af matricens 26 topoverflade 28. Stangen 30 (der er påbegyndt med et podekrystal som ved Czochralski-processen), der trækkes med en trækkemekanisme 36 fra filmen af smeltet aluminiumoxid på matricens 26 topoverflade 28, vil således have en tværsnitskonfiguration, der i det væsentlige er identisk med konfigurationen af matricens 26 topoverflade 28.

Krystalorienteringen i den voksende stang kan vise sig at være vigtig (i det mindste økonomisk og muligvis også fra et egenskabsmæssigt synspunkt) ved udøvelse af opfindelsen. For krystallinsk alfa-aluminiumoxids vedkommende kan krystalorienteringen defineres i forhold til krystallets C-akse. (C-aksen er vinkelret på det plan, der indeholder det enkleste arrangement af atomer i krystalenhedscellen. Sagt på en anden måde er C-aksen vinkelret på det plan, der indeholder a_1- og a_2-akserne.) Den minimale spænding, der udvikles i det voksende krystal, vil indtræffe, hvis C-aksen findes i et plan vinkelret på den langsgående akse L af stangen 30 (se figur 7). Dette kan vise sig at være den optimale krystalorientering i nogle tilfælde. (Som bekendt vil det voksende

krystal antage podekrystallets krystalorientering.)

I andre tilfælde kan det imidlertid være foretrukket at orientere C-aksen i en vinkel α med den langsgående akse L af stangen 30 (figur 7), således at C-aksen ligger i en konisk flade dannet ved at dreje C-aksen 360° omkring ethvert skæringspunkt mellem C-aksen og den langsgående akse L, hvor vinklen mellem L- og C-aksen er α. I dette tilfælde er vinklen α mellem 30 og 60°. Begrundelsen for at orientere krystallet på denne måde er at mindske risikoen for, at der springer fliser af det krystallinske alfa-aluminiumoxid under bearbejdning.

Uanset krystalorienteringen i stangen 30 foretrækkes det at normalisere stangen 30 før bearbejdning for at aflaste spændinger i krystallet, så risikoen for brud under bearbejdning minimeres. En typisk normaliseringscyklus vil bestå i, at stangen 30 opvarmes fra stuetemperatur til 1850°C med ensartet hastighed i ca. 12 timer, holdes på 1850°C i 4 til 6 timer og derefter nedkøles til stuetemperatur med ensartet hastighed i 18 til 24 timer.

Den krystallinske alfa-aluminiumoxidstang 30 udskæres i individuelle råemner 38 (figur 8), som hver især bearbejdes til en konsol. Figur 1 til 4 er forskellige afbildninger af en ortodontisk konsol 40, der udelukkende er fremstillet af krystallinsk alfa-aluminiumoxid. Konsollen 40 er fremstillet af råemnet 38 ved en række skære-, slibe- og poleringstrin under anvendelse af kendte teknikker til bearbejdning af krystallinsk alfa-aluminiumoxid. Et diamantskærehjul eller en slibeslamstrådsav kan anvendes til udskæring af buetrådsfordybningen 42 og "sadlen" 43 i en dobbeltvinget konsol (som vist i figur 1). En enkeltvinget konsol 41 vises i figur 15. Kanter kan affases ved slibning, og hjørner afrundes ved polering ved hjælp af kendte teknikker. Efter bearbejdning anbefales endnu et normaliseringstrin under de ovenfor foreslåede betingelser til aflastning af spændinger fremkaldt ved bearbejdningen.

Som vist på tegningen er den overflade 74 af konsollen, som er i kontakt med tanden, udformet således, at den passer til den krumme overflade på en tand. Denne kontur frembringes ved en konventionel slibeprocedure.

I alternative udførelsesformer fremstilles de mest kritiske belastningsbærende afsnit af konsollen af krystallinsk alfa-aluminiumoxid, mens resten fremstilles af et andet transparent materiale, såsom polycarbonat eller polysulfonformstof, der er billigere, lettere at bearbejde og lettere at binde til tanden. Figur 10 viser én sådan alternativ

udførelsesform, hvor konsollen 44 overvejende er fremstillet af transparent formstof 46 (for eksempel polycarbonat), men hvor der i buetrådsfordybningen er en foring 48 af krystallinsk alfa-aluminiumoxid, som er cementeret dertil ved hjælp af et klæbemiddel i overensstemmelse med opfindelsen. I en anden udførelsesform, der vises i figur 11, har konsollen 50 en transparent formstofbasis 52, som er cementeret til et krystallinsk alfa-aluminiumoxidlegeme 54 med et klæbemiddel i overensstemmelse med opfindelsen. I begge disse alternative udførelsesformer kan de krystallinske alfa-aluminiumoxidafsnit være fremstillet ved en modifikation af den ovenfor beskrevne fremgangsmåde begyndende med en krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang af passende form, som er fremstillet ved EFG-processen.

Som nævnt ovenfor, er det ikke så ligetil at binde en krystallinsk alfa-aluminiumoxidkonsol til tanden (eller til en formstofbasis eller et hvilket som helst andet substrat). Krystallinsk aluminiumoxid har en høj overfladeenergi, og mange af de sædvanlige ortodontiske cementer (der sædvanligvis er acrylharpikser) vil ikke klæbe tilstrækkelig godt til krystallinsk alfa-aluminiumoxid til at kunne anvendes uden, at der træffes foranstaltninger til at bedre adhæsionen. Én måde, hvorpå adhæsionen af en krystallinsk alfa-aluminiumoxidkonsol til tanden kan bedres, illustreres i figur 13 og 14, hvori der vises en konsol 56, hvori der er en underskæring eller not 58 i bunden eller den overflade 74 af konsollen 56, som er i kontakt med tanden. Ortodontisk cement, der er fyldt i noten 58, vil have forbedret mekanisk adhæsion til konsollen 56 på grund af det underskårne afsnit. Denne konsol 56 kan fremstilles ved en fremgangsmåde, der er analog med den ovenfor beskrevne begyndende med EFG-processen under anvendelse af en molybdænmatrice 60 med en topoverflade af den i figur 12 viste kontur.

Opfindelsen tilvejebringer andre midler til forbedring af adhæsionen af cementer, såsom acrylharpikser, til en konsol af krystallinsk aluminiumoxid ved ændring af overfladen af det krystallinske aluminiumoxid på en sådan måde, at styrken af klæbebindingen mellem det krystallinske aluminiumoxid og cementen forbedres. Det vides for eksempel, at mange forskellige siliconekoblingsmidler kan anvendes til at forbedre klæbekraften mellem siliciumholdige substrater og mange forskellige termohærdende formstoffer. Imidlertid vil denne kendte teknik muligvis ikke være fyldestgørende i det foreliggende tilfælde, fordi de kendte koblingsmidler muligvis ikke forbedrer acrylcementers binding til alumini-

umoxid til den styrke, der er nødvendig ved ortodontisk applikation. Manglen på tilgængelighed af fyldestgørende koblingsmidler for aluminiumoxid omgås ifølge opfindelsen ved, at den overflade af det krystallinske aluminiumoxid, som skal være i kontakt med cementen, belægges med en tynd belægning (sædvanligvis tyndere end ca. 10.000 Ångstrøm og fortrinsvis op til ca. 1.000 Ångstrøm) af et siliciumholdigt materiale såsom siliciumoxid, hvorefter siliconekoblingsmidler anvendes til forbedring af bindingen mellem denne overflade og cementen på analog måde med den nuværende teknik. Eksempler på midler til belægning af overfladen af krystallinsk aluminiumoxid med et siliciumholdigt materiale er katodeforstøvning, plasmaaflejring og elektronstrålefordampning, der alle er kendte teknikker, navnlig inden for halvlederteknikken. Figur 9 er en skematisk afbildning af et apparat, der kan anvendes til anbringelse af siliciumoxid som belægning på overfladen af en ortodontisk konsol af krystallinsk aluminiumoxid ved forstøvning. Apparatet, der er vist generelt ved 62, indbefatter et forstøvningskammer 64 (der er vakuumtæt), et mål 66, i dette tilfælde siliciummetal, der bringes på katodepotential, en RF- eller DC-strømforsyning 68 og en plade 70 til at holde det rensede og tørrede substrat 72, som skal belægges, hvor pladen 70 bringes på anodepotential. En oxygenkilde (ikke vist) indfører oxygen i kammeret 64, således at siliciummetallet 66 vil blive omdannet til siliciumdioxid på substratet 72. Reaktiv forstøvning, som kort er skitseret her, er kendt. Se for eksempel "The Basics of Sputtering" udgivet i december 1980 af Materials Research Corporation, Orangeburg, New York 10962.

Den krystallinske aluminiumoxidkonsol, hvis basisoverflade 74 (se figur 2) er forstøvningsbelagt med siliciumoxid eller et andet siliciumholdigt materiale, såsom et glas, har en stærkt forbedret affinitet over for silan- eller siliconekoblingsmidler såsom gamma-methacryloxypropyltrimethoxysilan, og ved anvendelse af sådanne koblingsmidler forøges konsollens adhæsion til acryliske ortodontiske cementer stærkt. Dette illustreres i eksemplerne nedenfor.

Eksempel 1 og kontroleksempel 1 til 6

Formålet med de nedenfor beskrevne forsøg var at måle forskydningsstyrken mellem forskellige materialer og en prop af klæbemiddel. Forsøgene udførtes ved indsætning af en stang af krystallinsk alfa-aluminiumoxid med en diameter på 0,5 cm (0,2'') (eller en stålstang for at simulere en ortodontisk konsol af stål), som var behandlet på forskellige

måder, i enden af et kort stykke "Tygon"-laboratorierør efterfulgt af opbygning af en prop af acrylisk ortodontisk cement på enden af stangen ved, at den stampedes i røret mod enden af stangen. Efter hærdning af cementen måltes forskydningsstyrken mellem stangen og cementen ved den nedenfor beskrevne testprocedure.

Den anvendte acryliske ortodontiske cement var en topastaformulering med følgende sammensætning.

Komponent	Vægt% Universal	Katalysator
2,2-bis[4-(3-methacryloxy-2-hydroxy-propoxy)phenyl]propan ("Bis-GMA")	12,60	12,80
Bisphenol-A-dimethacrylat	1,40	1,42
Triethylenglycol-dimethacrylat	6,09	6,09
2-hydroxy-4-methoxybenzophenon	0,20	0,20
Butyleret hydroxytoluen	0,01	0,03
N,N-di(2-hydroxyethyl)-p-toluidin	0,50	-
Benzoylperoxid	-	0,40
Kvartspulver, silanbehandlet	75,00	75,86
Pyrogent kolloidt siliciumoxid	3,20	3,20
Pigmenter	1,00	-

Cirka lige store mængder af de to pastaer blandedes umiddelbart før brug, og i alt ca. 0,5 g af den blandede cement anbragtes ved hjælp af en spatel i den åbne ende af røret og stampedes mod enden af stangen til opbygning af en kort cementprop. Efter hærdning af cementen (inden for 3 til 5 minutter) blev røret skåret væk, og prøven anbragtes i vand på 37°C i 48 timer, hvorefter den afprøvedes.

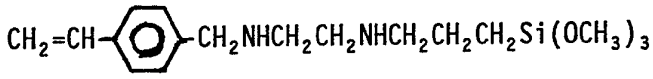
Der anvendtes et testapparat af mærket "Instron". Prøven anbragtes på siden i en "V"-formet stålblok og spændtes fast deri. Ved denne test blev den hærdede cement forskudt væk fra stang/cementgrænsefladen med et stålblad fastgjort til "Instron"-apparatets krydshoved. Bladet anbragtes så nær grænsefladen som muligt, ca. ½ til 1 mm fra grænsefladen på cementsiden af denne, og den ved grænsefladen udøvede forskydningskraft bestemtes under anvendelse af en krydshovedhastighed på 0,127 cm/minut (0,05''/minut).

Følgende prøver undersøgtes:

Kontrol 1 - Netbundet rustfri stålstang. Stangen var af rustfrit stål med et kvadratisk vævet metaltrådnet med en åbning på 0,177 mm (80 mesh) slagloddet til enden af stangen.

Kontrol 2 - Krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang ætset i svovlsyre (20% vandig) ved kogning i 2 minutter (alle stængerne af krystallinsk alfa-aluminiumoxid ætsedes i svovlsyre for at rense dem grundigt før behandling, med mindre andet er angivet). Denne stang behandledes ikke yderligere.

Kontrol 3 - Krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang behandlet med en 1% opløsning af "Z-6032" silan fra Dow Corning i ethanol. Denne silan har følgende struktur:



Kontrol 4 - Krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang behandlet med en 1% opløsning af gamma-methacryloxypropyltrimethoxysilan ("A-174") i ethanol.

Kontrol 5 - Krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang behandlet med en 1% opløsning i ethanol (baseret på vægten af silan) af en epoxy/silan-primer fremstillet som følger:

6,13 g "A-1100" silan (gamma-aminopropyltriethoxysilan) og 19,3 g diglycidyldiether af bisphenol-A sattes til en reaktionsbeholder og opvarmedes til 60°C. 4,77 g methacrylsyre dryppedes til blandingen i løbet af 3 timer. Når blandingen blev temmelig tykflydende, tilsattes ethanol. Ved afslutningen af methacrylsyretilsætningen tilsattes mere ethanol, så der opnåedes en 1% opløsning baseret på silanen.

Kontrol 6 - Krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang behandlet med en Bis-GMA/silanprimer, der fremstilledes på følgende måde:

91,9 milliækvivalenter Bis-GMA omsattes med 22,85 millimol "A-1100" silan i nærvær af 5 dråber eddikesyre i ethanolopløsning ved en Michael-addition. Omsætningsproduktet anbragtes på safiren i form af en 1% ethanolopløsning.

Eksempel 1 - Krystallinsk alfa-aluminiumoxidstang belagt med et lag siliciumoxid, ca. 10.000 Ångstrøm tykt, ved elektronstrålefordampning. (Denne stang syreætsedes ikke, da elektronstrålebehandlingen renser overfladen tilstrækkeligt.) Før behandling af den siliciumoxidbelagte

stang med et silankoblingsmiddel opvarmedes den belagte stang i luft til 350°C i 1 time. Herved omdannes siliciumoxidoverfladen til en form, der har større affinitet over for silanen. (Det viser sig, at der herved dannes silanolgrupper, idet fugtighedsindholdet i luften er tilstrækkeligt til at fremme deres dannelse.) Opvarmning i ethylenchlorid har af årsager, der ikke er klarlagt, samme virkning. Den siliciumoxidbelagte stang behandledes med en ½% opløsning af "A-174" silan i ethanol ved sprøjtning efterfulgt af tørring i luft. Derefter hydrolyseredes silanen ved nedsænkning i vand i 1 time ved stuetemperatur.

Resultaterne af forskydningstestene vises nedenfor i tabel I:

TABEL I

Prøve	Forskydningsstyrke psi	kg/cm²
Kontrol 1	1630 (650)	114 (45,7)
Kontrol 2	570 (310)	40,1 (21,8)
Kontrol 3	1010 (420)	71,0 (29,5)
Kontrol 4	700 (515)	49,2 (36,2)
Kontrol 5	1170 (320)	82,3 (22,5)
Kontrol 6	970 (33)	68,2 (2,32)
Eksempel 1	1420 (165)	99,8 (11,6)

Værdierne i parenteserne er standardafvigelserne. Der undersøgtes 3 prøveemner af hver prøve. Den værdi, der opnåedes for kontrol 1, den netbundne stålstang, anses for at være den omtrentlige maksimalt opnåelige værdi med den afprøvede cement. Ved kontrol 1 var det selve cementen, der svigtede, og ikke grænsefladen.

Som det foregående forsøg viser, gør additionen af en tynd vedhæftende belægning af et siliciumholdigt materiale (i dette tilfælde siliciumoxid) til overfladen af krystallinsk aluminiumoxid det muligt at opnå en stærk klæbebinding mellem krystallinsk aluminiumoxid og klæbemidler. Ved den foretrukne måde at udøve opfindelsen på anvendes et silankoblingsmiddel til forbedring af bindingen mellem den siliciumholdige belægning og klæbemidlet. Silantypen, der anvendes, afhænger på kendt måde af klæbemidlets art. For eksempel vil silanen (for eksempel "A-

174"), når en acrylharpiks anvendes som klæbemiddel (eller faktisk ethvert klæbemiddel, der hærder ved polymerisation af en ethylenisk dobbeltbinding), almindeligvis indeholde en ethylenisk dobbeltbinding, der vekselvirker med harpiksen. Hvis et epoxyklæbemiddel anvendes, vil silanen (for eksempel "A-1100") sædvanligvis indeholde en aminogruppe, fortrinsvis en primær aminogruppe, der vil vekselvirke med den polymeriserende epoxyharpiks. Principperne med hensyn til udvælgelse af et koblingsmiddel til forbedring af bindingen mellem et siliciumholdigt materiale og et klæbemiddel er kendte, og de kendte principper kan anvendes her.

Opfindelsen er specielt blevet beskrevet i relation til anvendelse af krystallinsk alfa-aluminiumoxid (safir) som det materiale, hvoraf ortodontiske konsoller fremstilles. Imidlertid kan andre krystallinske aluminiumoxidmaterialer anvendes ifølge opfindelsen. De begrænsende krav til en ortodontisk konsol er passende brudmodul (d.v.s. større end ca. 2.460 kg/cm^2 (35.000 psi), der er flydestyrken for det stål, der for tiden anvendes til de fleste ortodontiske konsoller) og tilstrækkelig transparens til, at den naturlige tandfarve kan ses gennem konsollen. Andre krystallinske aluminiumoxidmaterialer, der kan anvendes, er yttriumaluminiumgranat, magnesiumaluminiumspinel og alfa-aluminiumoxid, hvori en lille procendel af aluminiumatomerne er erstattet med andre grundstoffer til forbedring af krystallets farve og/eller fluorescens. For eksempel kan krystallet gøres fluorescerende ved tilsætning af små mængder (for eksempel mindre end 1 mol%) terbiumoxid eller ceriumoxid til aluminiumoxidet.

Opfindelsen er heller ikke begrænset til ortodontiske konsoller. Den kan anvendes til et hvilket som helst komposit, hvor en krystallinsk aluminiumoxidgenstand skal bindes til en anden genstand.

Den siliciumholdige belægning på aluminiumoxidet er fortrinsvis siliciumoxid, men kan også være andre siliciumholdige materialer, såsom glasser, der indeholder betydelige mængder, sædvanligvis mindst 50 mol% siliciumoxid. Blandt andre materialer, som kan forefindes i det siliciumholdige materiale er alkalimetaloxider, jordalkalimetaloxider, boroxid, blyoxid, aluminiumoxid, oxider af sjældne jordarter (til fremkaldelse af fluorescens) og lignende.

PATENTKRAV

1. Komposit omfattende en genstand af et Al_2O_3-baseret krystallinsk materiale med en overflade, som er beregnet til ved hjælp af et klæbemiddel at blive bundet til et substrat, KENDETEGNET ved, AT mindst en del af den overflade, som skal bindes til substratet, er belagt med en tynd, vedhæftende belægning af siliciumholdigt materiale indeholdende siliciumoxid eller glas indeholdende mindst 50 mol-% SiO_2 over for hvilket klæbemidlet har affinitet.

2. Komposit ifølge krav 1, KENDETEGNET ved, AT klæbebindingen mellem belægningen af siliciumholdigt materiale og klæbemidlet er forbedret ved hjælp af et silankoblingsmiddel.

3. Komposit ifølge krav 2, KENDETEGNET ved, AT klæbemidlet er et acrylisk materiale, og AT silankoblingsmidlet indeholder ethylenisk umættethed.

4. Komposit ifølge krav 2, KENDETEGNET ved, AT klæbemidlet er en epoxyharpiks, og AT silankoblingsmidlet indeholder en aminogruppe.

5. Komposit ifølge et hvilket som helst af kravene 1 til 4, KENDETEGNET ved, AT det krystallinske materiale er krystallinsk alfa-aluminiumoxid.

6. Komposit ifølge et hvilket som helst af kravene 1 til 4, KENDETEGNET ved, AT genstanden omfatter en ortodontisk konsol.

7. Fremgangsmåde til binding af en genstand af et Al_2O_3-baseret krystallinsk materiale til et substrat ved hjælp af et klæbemiddel, KENDETEGNET ved, AT i det mindste en del af den overflade af genstanden, som skal bindes til substratet, belægges med en tynd, vedhæftende belægning af siliciumholdigt materiale indeholdende siliciumoxid eller glas indeholdende mindst 50 mol-% SiO_2, over for hvilket klæbemidlet har affinitet.

8. Fremgangsmåde ifølge krav 7, KENDETEGNET ved, AT klæbebindingen mellem klæbemidlet og den siliciumholdige belægning forbedres ved anvendelse af et silankoblingsmiddel.

9. Fremgangsmåde ifølge krav 8, KENDETEGNET ved, AT klæbemidlet er et acrylisk materiale, og AT silankoblingsmidlet indeholder ethylenisk umættethed.

10. Fremgangsmåde ifølge krav 8, KENDETEGNET ved, AT klæbemidlet er en epoxyharpiks, og AT silankoblingsmidlet indeholder en aminogruppe.

11. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 7 til 10, KENDETEGNET ved, AT det krystallinske materiale er krystallinsk alfa-aluminiumoxid.

12. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 7 til 11, KENDETEGNET ved, AT genstanden omfatter en ortodontisk konsol.

13. Komposit ifølge krav 6 til anbringelse på en patients tænder.

FIG-1

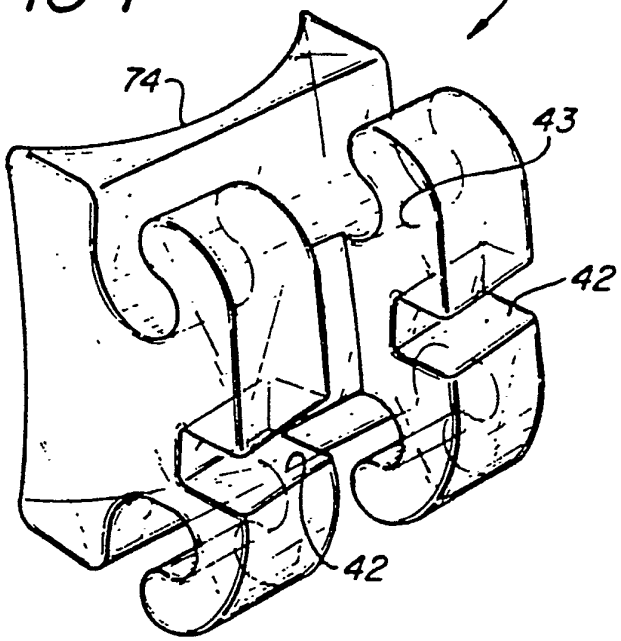
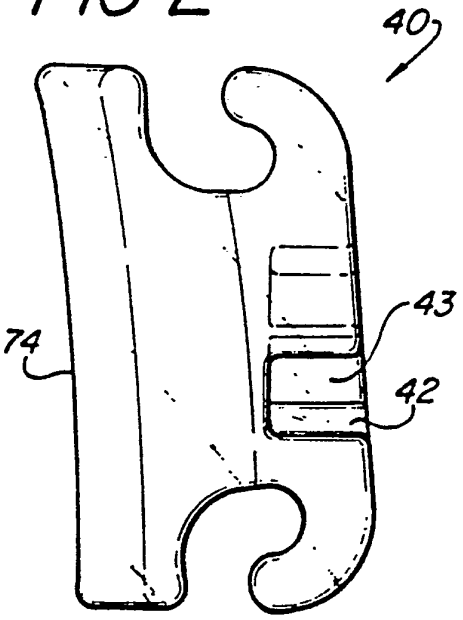


FIG-2



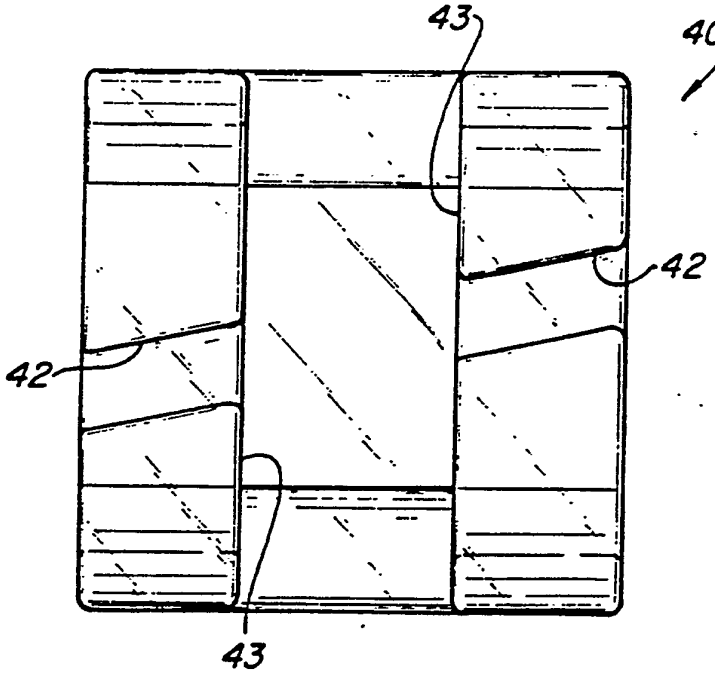


FIG-3

FIG-4

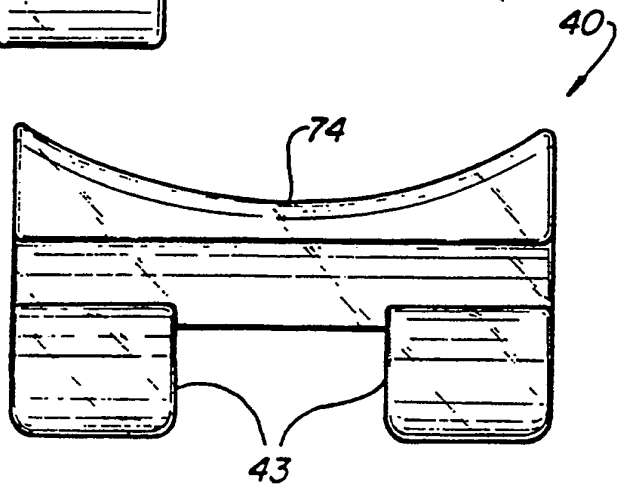


FIG-5

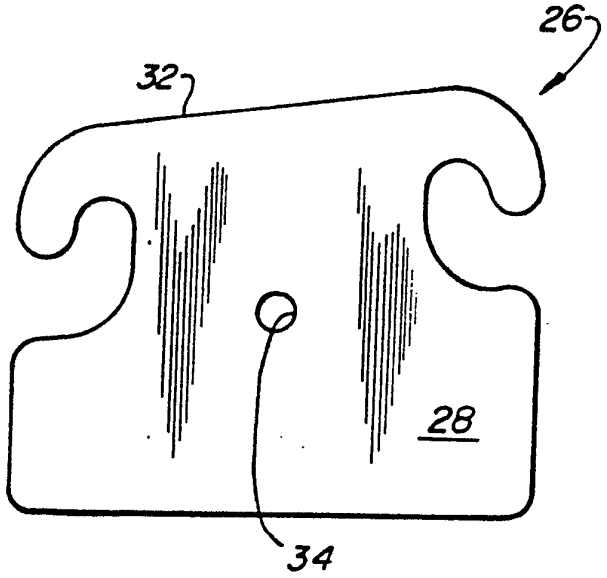


FIG-6

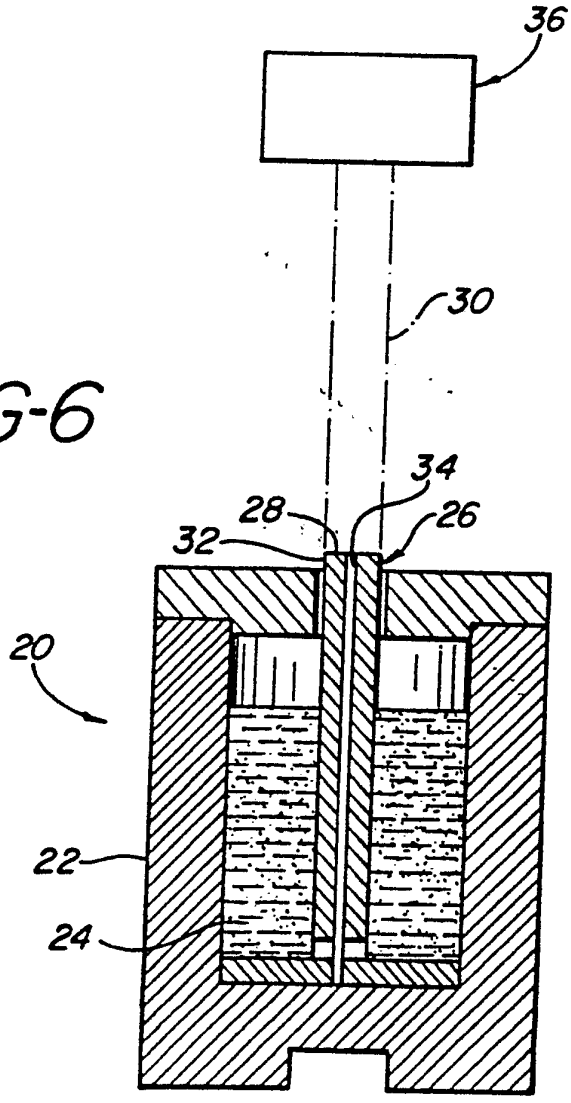


FIG-7

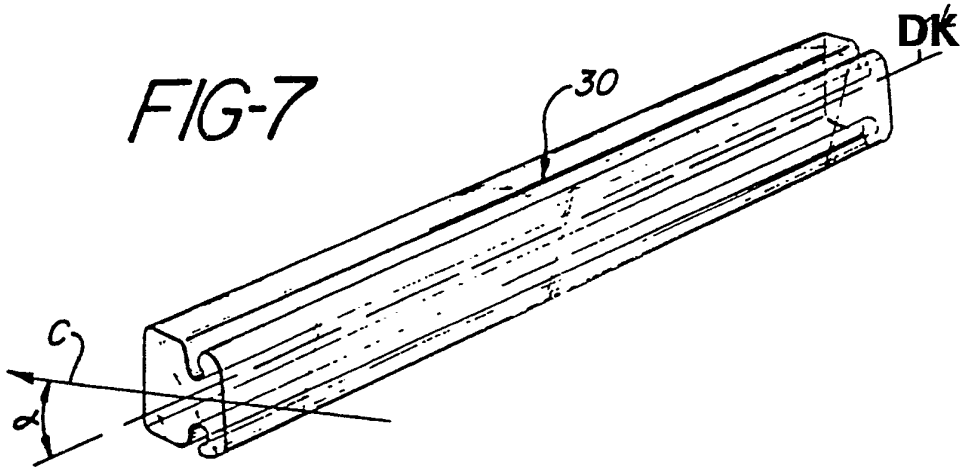


FIG-8

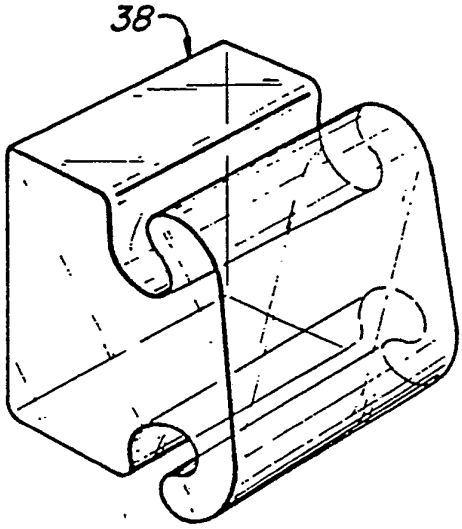


FIG-10

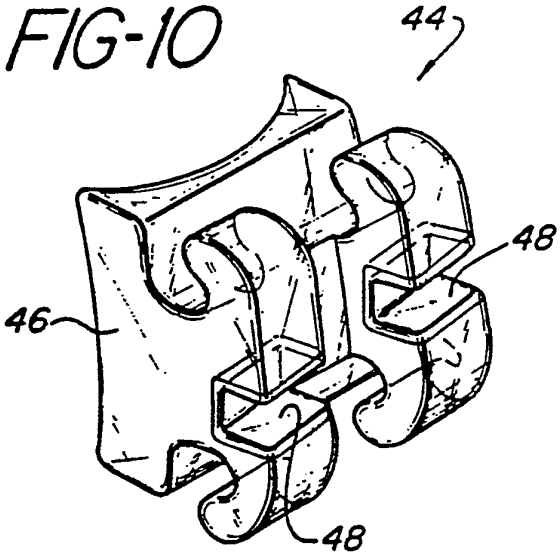


FIG-11

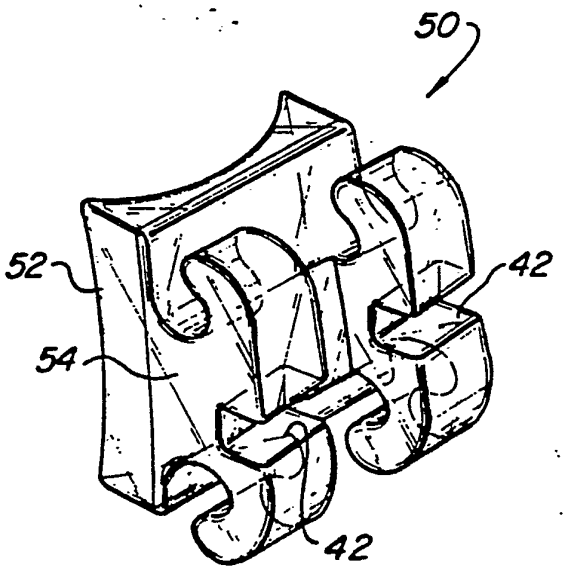


FIG-9

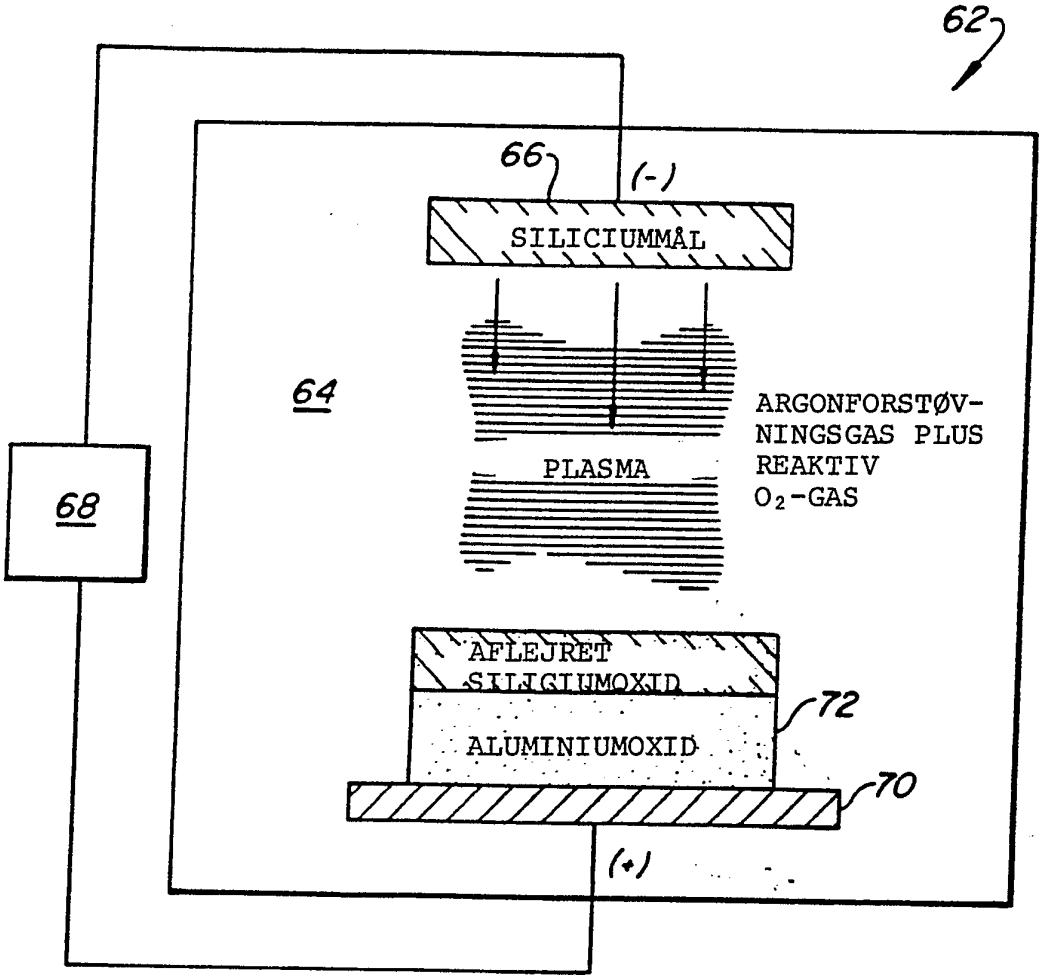

62
66
(-)
SILICIUMMÅL
64
ARGONFORSTØV-
NINGSGAS PLUS
REAKTIV
O_2-GAS
PLASMA
68
AFLEJRET
SILICIUMOXID
72
ALUMINIUMOXID
70
(+)

FIG-12

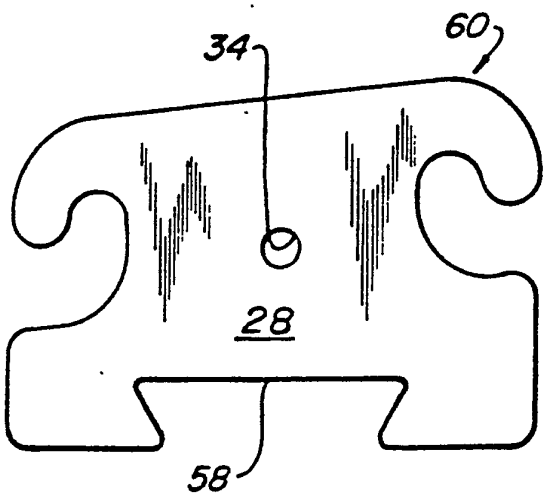


FIG-13

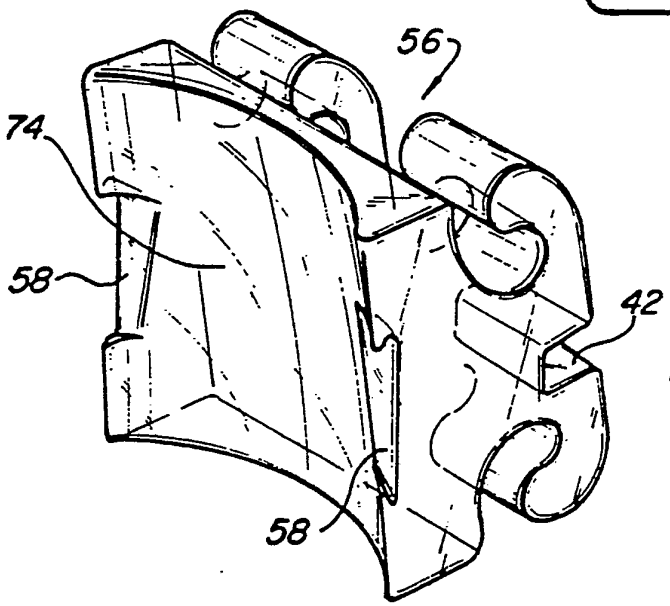


FIG-14

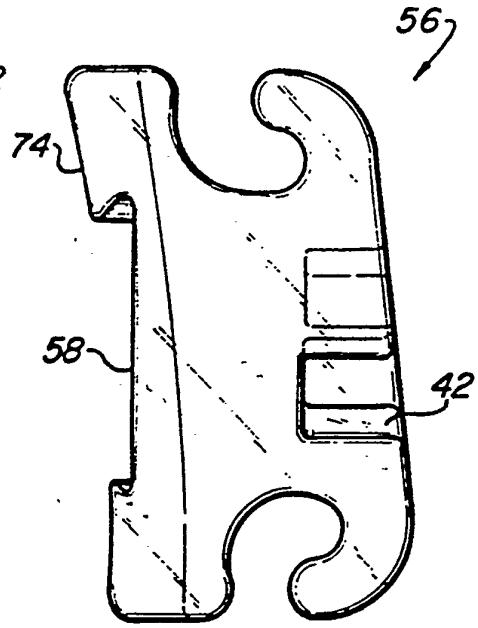


FIG-15

