



Patentdirektoratet
TAASTRUP

(21) Patentansøgning nr.: 1344/88
(22) Indleveringsdag: 11 mar 1988
(41) Alm. tilgængelig: 14 sep 1988
(45) Patentets meddelelse bkg. den: 29 jan 1996
(86) International ansøgning nr.: -
(30) Prioritet: 13 mar 1987 US 025438

(51) Int.Cl.6 C 04 B 41/85
A 61 C 7/00
A 61 K 6/06

(73) Patenthaver: *Johnson & Johnson Dental Products Company; 20 Lake Drive; East Windsor; New Jersey, US
(72) Opfinder: Albert C. *Chen; US, Robert D. *DeLuca; US, Robin M. Forbes *Jones; US, Donald S. *Mueller; US,
Mary S. *Yeganeh; US

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

(54) Fremgangsmåde til overfladebehandling af aluminiumoxidgenstande

(56) Fremdragne publikationer

1344-88

(57) Sammendrag:

Aluminiumoxidgenstandes klæbestyrke til acrylklæbemiddelcementer forbedres ved dannelse af en belægning i det væsentlige bestående af siliciumoxid på genstandens bindingsflade ved belægning af overfladen med en organosiliciumforbindelse såsom en silan og efterfølgende pyrolysering af organosiliciumforbindelsen for at forflygtige de organiske komponenter for derved at efterlade en belægning i det væsentlige bestående af siliciumoxid.

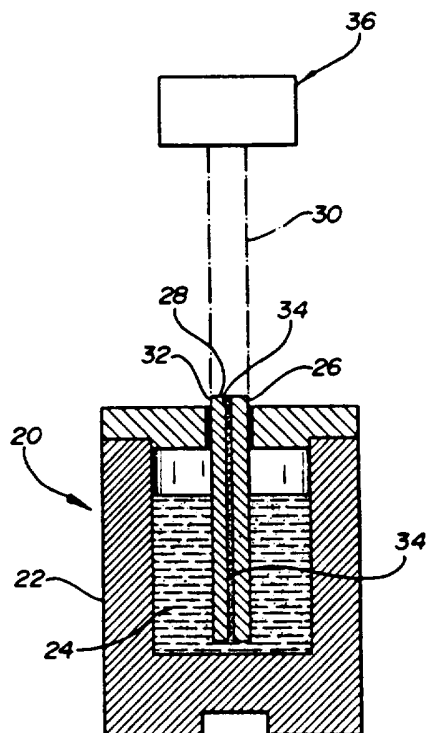


FIG-1

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til frembringelse af en belægning i det væsentlige bestående af siliciumdioxid på overfladen af aluminiumoxidgenstande såsom orthodontiske konsoller.

Orthodontiske konsoller fremstillet af krystallinsk aluminiumoxid (safir) er blevet foreslået. Sådanne konsoller beskrives i US patentskrift nr. 4.639.218.

Orthodontiske konsoller bindes sædvanligvis direkte til tænderne med en acrylcement. Det har vist sig vanskeligt at opnå tilstrækkelig bindestyrke mellem acrylcementer og krystallinske aluminiumoxidkonsoller til at sikre, at sådanne konsoller ikke går af under normal brug.

Et forsøg på at forbedre bindestyrken mellem orthodontiske konsoller af krystallinsk aluminiumoxid og acrylcementer beskrives i US patentskrift nr. 4.595.598 og US patentskrift nr. 4.681.538. Dette forsøg går ud på at danne en tynd vedhæftende belægning af et siliciumholdigt materiale såsom siliciumdioxid på aluminiumoxidets overflade. siliciumdioxidbelægningen øger aluminiumoxidets bindestyrke til acrylcementer, navnlig når det primes med et silankoblingsmiddel. Blandt de i nævnte patentskrifter omhandlede specifikke fremgangsmåder til dannelse af den siliciumholdige belægning på aluminiumoxidet er katodeforstøvning, plasmaaflejring og elektronstrålefordampning.

Den foreliggende opfindelse tilvejebringer en forbedret fremgangsmåde til dannelse af en tynd, vedhæftende belægning af et siliciumholdigt materiale på overfladen af aluminiumoxid, fortrinsvis krystallinsk aluminiumoxid for derved at forbedre bindestyrken til klæbecementer af acryltype.

Opfindelsen tilvejebringer en fremgangsmåde til frembringelse af en siliciumdioxidbelægning på overfladen af aluminiumoxidgenstande såsom orthodontiske konsoller for derved at forbedre klæbestyrken af den således belagte overflade til acrylcementer, hvilken fremgangsmåde omfatter, at man:

- (a) tilvejebringer en aluminiumoxidgenstand med en bindingsflade,
- (b) belægger bindingsfladen med en organosiliciumforbindelse og
- (c) underkaster produktet fra trin (b) forhøjet temperatur i en oxiderende atmosfære for at pyrolysere den organiske del af organosiliciumforbindelsen for derved at frembringe en aluminiumoxidgenstand med en bindingsflade, der er belagt med en sammensætning omfattende siliciumdioxid.

I US patentskrift nr. 4.364.731 beskrives aflejring af et oxidlag såsom aluminiumoxid eller siliciumdioxid på et substrat til forbedring af substratets klæbebinding til polymerer.

Acrylcementer til orthodontiske konsoller er kendte, som det fremgår af US patentskrifterne 4.363.624 og 4.479.782.

I US patentskrift nr. 4.600.390 beskrives aflejring af en belægning af en blanding af siliciumdioxid og carbon på en metallisk dentalprotese ved flammehydrolyse som adhæsionsfremmende lag.

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

fig. 1 er en skematisk afbildning af et apparat til fremstilling af en krystallinsk aluminiumoxidstang, ud fra hvilken orthodontiske konsoller kan fremstilles,

fig. 2 er en plantegning af en matrice, der anvendes i apparatet i fig. 1,

fig. 3 er en perspektivisk afbildning af en krystallinsk aluminiumoxidstang fremstillet med apparatet i fig. 1,

fig. 4 er en perspektivisk afbildning af stangen i fig. 3, hvori der er udformet en buetrådsforfybning,

fig. 5 er en perspektivisk afbildning af en række konsolråemner udskåret fra stangen i fig. 4,

fig. 6 er en plantegning af råemnerne i fig. 5,

fig. 7 er en perspektivisk afbildning af en orthodontisk konsol af krystallinsk aluminiumoxid fremstillet ud fra råemnerne i fig. 6,

fig. 8 er en plantegning af konsollen i fig. 7,

fig. 9 er en lignende afbildning som fig. 4 visende adhæsionsfremmende forfybninger udskåret i stangens bundflade,

fig. 10 er en perspektivisk afbildning af række konsoller fremstillet af stangen i fig. 9,

fig. 11 er en plantegning af konsollerne i fig. 10,

fig. 12 er en forstørret perspektivisk afbildning af en af konsollerne i fig. 10, og

fig. 13 er et sidebillede af konsollen i fig. 12.

Det væsentligste nye ved opfindelsen ligger i, at man belægger bindingsfladen på en aluminiumoxidgenstand med en organosiliciumforbindelse og derefter pyrolyserer belægningen (i luft eller anden oxiderende atmosfære) for at forflygtige de organiske bestanddele i belægningen og

derved efterlade en belægning af et siliciumholdigt materiale, som overvejende er siliciumdioxid. Blandt organosiliciumforbindelser, som kan anvendes til dette formål, er organosilanforbindelser såsom dem, der anvendes som koblingsmidler, silikatestre og andre organosiliciumforbindelser. Blandt specifikke illustrerende eksempler er gamma-methacryloxypropyltrimethoxysilan, gamma-aminopropyltrimethoxysilan, vinyltriethoxysilan, allyltrimethoxysilan, dimethyldiethoxysilan, dihydroxydiphenylsilan, triethoxysilan, trimethoxysilan, triethoxysilanol, 3-(2-aminoethylamino)propyltrimethoxysilan, gamma-glycidoxypropyltrimethoxysilan, methyltrimethoxysilan, vinyltriacetoxysilan, vinyl-tris(2-methoxyethoxy)silan, methyltriethoxysilan, tetraethylorthosilicat og tetramethylorthosilicat.

Bindingsfladen belægges med organosiliciumforbindelsen ved en hvilken som helst hensigtsmæssig fremgangsmåde. For eksempel kan aluminiumoxidgenstanden (a) nedsænkes i en opløsning af organosiliciumforbindelsen i organisk opløsningsmiddel, (b) fjernes fra opløsningen og (c) underkastes moderat forhøjet temperatur til fordampning af opløsningsmidlet, hvorved en belægning af organosiliciumforbindelsen lades tilbage på hele genstandens overflade (inklusive bindingsfladen). Før belægningstrinnet bør genstanden renses og tørres grundigt for at øge organosiliciumforbindelsens adhæsion til overfladen af aluminiumoxidet.

Efter at opløsningsmidlet er fordampet, underkastes de belagte genstande et pyrolysetrin i en oxiderende atmosfære såsom luft for at forflygtige den organiske del af organosiliciumforbindelsen og efterlade en belægning i det væsentlige bestående af siliciumdioxid på aluminiumoxidgenstandens bindingsflade. De specifikke betingelser, som anvendes under pyrolysetrinnet, er ikke kritiske; de vigtige faktorer er anvendelsen af en tilstrækkelig høj temperatur til at forflygtige ("afbrænde") de organiske dele af organosiliciumforbindelsen og at udføre trinnet i tilstrækkelig lang tid til i det væsentlige at forflygtige de organiske dele og omdanne det tilstedeværende silicium til siliciumdioxid. Rutineforsøg vil være tilstrækkelige til at bestemme, hvilke betingelser der er bedst at anvende i et givet tilfælde.

Det eksperimentelle afsnit nedenfor beskriver specifikke udførelsesformer af opfindelsen, hvor aluminiumoxidgenstanden er en orthodontisk konsol af krystallinsk aluminiumoxid, og hvor bindingsfladen (det vil sige den flade, som skal bindes til et substrat) er den flade af

konsollen, som er i kontakt med en tand.

Generelle procedurer

5 A. Rensemethode

Kom 100 ml 45% vandig KOH opløsning i et 200 ml bæger. Mellem 5 og 40 orthodontiske konsoller af safir tilsættes og omrøres magnetisk ved 80°C i 1 time. Konsollerne opsamles på en si og vaskes med deioniseret vand. Konsollerne opsamles igen på en si og omrøres i 100 ml 3% vandig 10 H_3PO_4 (i et 200 ml bæger) ved 80°C i en time. Konsollerne opsamles på en si fra den sure opløsning, vaskes i deioniseret vand og omrøres derefter i 100 ml deioniseret vand ved 80°C i 1 time. Endelig opsamles konsollerne igen på en si.

15 B. Opvarmningsmetode I

Safirkonsoller fra rensemetodetrinnet opvarmes i en ovn på 350°C i 16 timer. De fjernes og opbevares straks i en eksikator indeholdende tørremiddel såsom "drierite".

20 C. Opvarmningsmetode II

Som ovenfor med undtagelse af at opvarmningsskemaet ændres til 600°C i 1 time.

D. Safirkonsoller

25 To typer safirprøveemner er blevet anvendt:

- a. Konsoller - orthodontiske safirkonsoller med trådslidser og bindevinger på oversiden og en svag krumning ved basis og
- b. Chips - safirstykker med lignende dimensioner som konsollerne, men blot med flade overflader ovenpå og ved basis.

30 Da bindestyrkerne for de to typer i det væsentlige er ækvivalente vil begge blive omtalt som "konsoller".

E. Trådnetsubstrat

35 På den flade overflade af en stålcylander med en diameter på 10 mm og en højde på 20 mm loddes et fladt trådnet (dimension 60 mesh) med en størrelse på 6 mm x 6 mm. Dette substrat anvendes til binding af safirkonsoller. Trådnettet giver mekanisk fastholdelse med det orthodontiske

klæbemiddel. Substrat-safirarrangementet testes derefter for bindingsstyrke på et Instron instrument.

Denne procedure anvendes for at sikre, at den målte bindingsstyrke er mellem safiren og acrylcementen og ikke mellem cementen og stålcy-
5 lindersubstratet.

F. Silanopløsning

Til 84 g isopropylalkohol i en 250 ml bredhalset polyethylenflaske sættes 2 g gamma-methacryloxypropyltrimethoxysilan ("Silan A-174" fra
10 Union Carbide), 6 g deioniseret vand og 8 g iseddikesyre. Efter lukning af flasken blandes indholdet ved omrystning, og flasken anbringes i et vandbad på 37°C. Silanopløsningen kan anvendes mellem 2 og 23 timer efter fremstillingen.

15 G. Enkelt primingsproces

Konsoller, som har været underkastet rensemetoden og opvarmningsmetode I (eller opvarmningsmetode II), fjernes fra ekssikkatoren og sæt-
tes til et bæger indeholdende silanopløsningen (ca. 1-2 ml opløsning pr. konsol). Efter 10 minutter opsamles konsollerne på en si og overføres
20 til en aluminiumtørreskål. Skålen opbevares derefter i en ekssikkator (uden tørremiddel) i 30 minutter. De primede konsoller opvarmes derefter i en ovn med luftcirkulation på 110°C i 1 time for at fordampe opløsningsmidlet og hærde silanen på konventionel måde. Konsollerne opbevares derefter i en ekssikkator.

25

H. Pyrolysetrin

Konsollerne, som er blevet enkelt-primet, opvarmes ved opvarmningsmetode I eller opvarmningsmetode II. Opvarmningsmetode I eller II (begge udført i luft) giver, når de udføres på primede konsoller, effektiv py-
30 rolyse af hele den organiske del af silanen, således at der efterlades en belægning i det væsentlige bestående af siliciumdioxid. Konsollerne med belægningen i det væsentlige bestående af siliciumdioxid kan derefter underkastes en anden priming med Silan A-174 ("dobbelt priming"). Det andet primerlag anvendes derefter på den konventionelle måde som
35 koblingsmiddel.

Bindingsstyrketestning

De to pastaer af et kemisk hærdet orthodontisk klæbemiddel (for eksempel "Achieve" markedsført af Johnson & Johnson Dental Products Company eller "Concise" markedsført af 3M) blandes og en lille mængde
5 kommes på basen af en primet safirkonsol, som derefter presses mod trådnetssubstratet i 1 minut. De sammenbundne par opbevares i vand på 37°C i 16 timer. Et Instron instrument anvendes til måling af bindingernes forskydningsstyrke ved en krydshovedhastighed på 0,5 mm pr. minut.

Det i disse forsøg anvendte acrylklæbemiddel var "Achieve", en
10 acrylcement indeholdende bis-GMA, bisphenol A-dimethacrylat, triethylen-glykoldimethacrylat og siliciumdioxidfyldstoffer.

Forskydningsstyrketesten udførtes på et Instron prøveapparat som følger:

trådnetssubstratet, hvortil safirkonsollen bindes, fastspændes sik-
15 kert i Instron prøveapparatet. En stang fra Instron apparatet bringes til at hvile mod siden af konsollen med en hastighed på 0,5 mm pr. minut, indtil konsollen går løs fra trådnettet. Den kraft, der kræves for at bryde konsollen løs fra trådnettet, registreres derefter i MPa.

20 Forsøgsresultater

Eksempel 1 - (kontrol)

Tolv uprimede safirkonsoller underkastedes rensemetoden, opvarmingsmetode I og bindingsstyrketestningstrinnene. Den opnåede gennem-
25 snitlige forskydningsstyrke var 3,6 MPa (standardafvigelse 2,6 MPa).

Eksempel 2 - (kontrol)

Toogtyve safirkonsoller behandledes efter rensemetoden og opvarmingsmetode I og primedes derefter med Silan A-174 på konventionel måde.
30 Under enkelt-primingen tørredes halvdelen af konsollerne (gruppe A) og opvarmedes (til 110°C i 1 time) med baserne vendende opad, mens den anden halvdel (gruppe B) opvarmedes med baserne vendende nedad. Bindingsstyrketestning viste, at gruppe A havde forskydningsstyrker på 12,3 MPa (standardafvigelse 7,7 MPa), og at gruppe B havde forskydningsstyr-
35 ker på 16,7 MPa (standardafvigelse 5,3 MPa).

Eksempel 3 - (kontrol)

Identisk med eksempel 2 bortset fra at opvarmningstrinnet (før priming) ændredes til opvarmningsmetode II (600°C/1 h). De gennemsnitlige forskydningsstyrker var: gruppe A 8,8 MPa (standardafvigelse 5,1 MPa) og gruppe B 17,8 MPa (standardafvigelse 6,5 MPa).

Eksempel 4

Tyve safirkonsoller underkastedes rensemetoden og opvarmningsmetode I (350°C/16 h) og enkelt-primedes derefter. Så udførtes dobbelt-priming, efter at belægningen af hærdet silan først var pyrolyseret ved opvarmning af de enkelt-primede konsoller til 350°C i 16 timer i luft. Forskydningsstyrkebestemmelser viste, at gruppe A (baser vendende opad) havde bindingsstyrker på 25,7 MPa (standardafvigelse 6,9 MPa), og gruppe B (baser vendende nedad) havde bindingsstyrker på 24,9 MPa (standardafvigelse 11,3 MPa).

Eksempel 5-7

Tredobbelte forsøg udførtes under anvendelse af opvarmningsmetode II (600°C/1 h) til pyrolyse af den første belægning af hærdet silan efterfulgt af dobbelt-priming. Forskydningsbindsstyrkerne vises nedenfor.

	<u>Gruppe A (baser op)</u>		<u>Gruppe B (baser ned)</u>	
	<u>gennem-</u>	<u>standard-</u>	<u>gennem-</u>	<u>standard-</u>
	<u>snit</u>	<u>afvigelse</u>	<u>snit</u>	<u>afvigelse</u>
Eksempel 5, MPa	36,0	8,2	30,1	7,1
Eksempel 6, MPa	29,6	6,9	31,7	10,6
Eksempel 7, MPa	28,2	8,6	30,8	7,6

30

Eksempel 8 - (kontrol)

Atten safirkonsoller underkastedes enkelt-priming og underkastedes derefter en termocycklus i vand mellem 0°C/30 sekunder og 60°C/30 sekunder. Efter 700 cykler var den gennemsnitlige forskydningsbindingsstyrke 11,6 MPa (standardafgivelse 5,8 MPa). Den gennemsnitlige bindingsstyrke efter opbevaring i vand på 37°C i 16 timer var 18,6 MPa (standardafvigelse 4,3 MPa).

Eksempel 9

Toogtyve safirkonsoller, som gennemgik dobbelt-primingproceduren med opvarmningsprocedure II (i luft) mellem de to primingstrin, blev bundet til trådnetssubstrater og underkastedes en termocycklus mellem
 5 0°C/30 sekunder og 60°C/30 sekunder. Efter 1.000 cykler forblev den gennemsnitlige forskydningsbindingsstyrke praktisk taget uændret på 35,7 MPa (standardafvigelse 11,3 MPa).

Eksempel 10 - (kontrol)

10 Stykker af kvarts (siliciumdioxid) med lignende dimensioner som safirkonsollerne underkastedes rensemetoden, opvarmningsmetode II, enkelt-priming og bindesstyrketestning. Resultaterne er som følger: gruppe A (baser vendende opad) 19,6 MPa (standardafvigelse 9,4 MPa) og gruppe B (baser vendende nedad) 21,4 MPa (standardafvigelse 4,5 MPa).

15

Eksempel 11 (kontrol - illustrerer fremgangsmåde ifølge ansøgerens tidligere ansøgninger)

Baserne af safirkonsoller blev belagt med siliciumdioxid ved katodeforstøvning. Fireogtyve sådanne konsoller enkelt-primedes, og bindingsstyrkerne bestemtes. Resultaterne viser, at gruppe A (baser vendende opad) havde forskydningsstyrker på 26,1 MPa (standardafvigelse 9,0 MPa), og gruppe B (baser vendende nedad) havde forskydningsstyrker på 22,2 MPa (standardafvigelse 7,5 MPa).

25 Eksempel 12

Fire runde safirskiver, 6 mm i diameter og 2 mm tykke, behandles som følger i den viste rækkefølge:

30	<u>Prøve</u>	<u>Rensning</u>	Opvarmning <u>I</u>	Enkelt- <u>priming</u>	Opvarmning <u>II</u>	Dobbelt- <u>priming</u>
	1	ja	ja	nej	nej	nej
	2	ja	ja	ja	nej	nej
	3	ja	ja	ja	ja	nej
35	4	ja	ja	ja	ja	ja

Prøverne analyseredes ved ESCA (elektronspektroskopi til kemisk analyse) ved 285 elektronvolt.

Resultaterne viser, at på overfladen af safiren er forholdet mellem siliciumatomer (fra primeren) og aluminiumatomer (fra safiren) som

5 følger:

	<u>Prøve</u>	<u>Si/Al</u>
	1	0,000
10	2	0,0460
	3	0,1966
	4	0,2376

Denne opfindelse anvendes i forbindelse med aluminiumoxidgenstande,
15 fortrinsvis genstande af krystallinsk aluminiumoxid og mere foretrukket krystallinsk alpha-aluminiumoxid.

Som udtrykket "krystallinsk aluminiumoxid" anvendes her, er det hensigten udelukkende at indbefatte i det væsentlige monokrystallinsk aluminiumoxid, det vil sige aluminiumoxid opbygget af et enkelt krystal
20 eller to eller flere enkeltkrystaller, som er sammenvokset på langs, men adskilt ved en korngrænse af forholdsvis lille vinkel (sædvanligvis inden for 4°, bestemt i forhold til tilgrænsende enkeltkrystallens C-akser).

I et foretrukket aspekt af opfindelsen er aluminiumoxidgenstanden
25 en orthodontisk konsol udelukkende fremstillet af krystallinsk alpha-aluminiumoxid. En sådan konsol kan fremstilles ved først at trække en krystallinsk alpha-aluminiumoxidstang fra en smelte, så stangen har en forudbestemt tværsnitskonfiguration, udskære stangen til individuelle råemner og derefter bearbejde råemnerne til fremstilling af konsollen.
30 Som det vil fremgå af den efterfølgende diskussion, er tværsnitskonfigurationen af stangen tilnærmelsesvis konfigurationen af tværsnittet af en orthodontisk konsol taget i et plan, som er vinkelret på konsollens top- og bundflader og tilnærmelsesvis parallelt med konsollens to sideflader. (Med "tilnærmelsesvis parallel" menes der, af årsager for hvilke der vil
35 blive gjort rede nedenfor, ikke mere end ca. 12° fra parallel). Udtrykkene "top- og bundflader" og "sideflader" henviser henholdsvis til top-, bund- og sideoverfladerne af konsollen, når man ser direkte mod konsol-

lens front ("konsollens front" er overfladen modsat overfladen i kontakt med tanden) i den position konsollen vil indtage, når den er anbragt på en tand med patienten i opret position. I de her illustrerede udførelsesformer har konsollerne to par bindevinger, og planet er taget gennem et par bindevinger. Den nævnte forudbestemte tværskonfiguration vil således fortrinsvis indbefatte to par bindevinger og en base.

Den foretrukne procedure til fremstilling af en krystallinsk alpha-aluminiumoxidstang med forudbestemt tværskonfiguration er EFG modifikationen (hvor EFG står for Edge-defined, Film-fed, Growth) af Czocharalski processen til dyrkning af krystallinsk alpha-aluminiumoxid. 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 US patentskrifterne nr. 3.591.348, 3.870.477, 3.701.636 og 3.915.662 og andre patentskrifter og artikler citeret i artiklen i Journal of Crystal Growth.

Fig. 1 er en skematisk afbildning af et apparat til fremstilling af en krystallinsk alpha-aluminiumoxidstang med en forudbestemt tværskonfiguration ved EFG processen. Apparatet 20 indbefatter en digel 22 indeholdende smeltet aluminiumoxid 24. En matrice 26 fremstillet af et passende materiale såsom molybdæn eller iridium er anbragt således, at bunden af matricen 26 er nedsænket i det smeltede aluminiumoxid 24, og toppen af matricen 26 befinder sig over overfladen af smelten 24. En lodret afstand fra toppen af smelten 24 til topperfladen af matricen 26 op til 50 mm er tilladelig. (I fig. 1 er denne afstand overdrevet for tydelighedens skyld).

Fig. 2 viser topfladen 28 af matricen 26. Topfladen 28 er glat, flad og har den samlede tilnærmelsesvis form af den ønskede konfiguration af tværnittet af den krystallinske alpha-aluminiumoxidstang 30 (vist i fig. 3), ud fra hvilken der fremstilles konsoller, indbefattende konfigurationen af et par bindevinger, vist som 29 og 31 og basen af konsollen vist som 33. Det er vigtigt, at matricens 26 sider 32 og topperflade 28 mødes i en skarp vinkel på 90° for at minimere fejl i overfladen af den voksende stang 30. Matricen 26 indeholder en kapillarkanal 34, gennem hvilken smeltet aluminiumoxid 24 trækkes. Smelten 24 trækkes fra diglen 22 gennem kapillaret 34 til topperfladen 28 af matricen 26, hvor den breder sig ud og fuldstændigt dækker topperfladen 28 med en film af smeltet aluminiumoxid. Da smeltet aluminiumoxid og

molybdæn eller iridium har det korrekte befugtningsforhold, standser filmen af smeltet aluminiumoxid imidlertid ved kanten af overfladen 28. Derfor indtager et krystallinsk alpha-aluminiumoxidkrystal, som er vokset eller trukket ud fra denne film af smeltet aluminiumoxid, en tværskonfiguration, der i det væsentlige nøjagtigt er mage til konfigurationen af topoverfladen 28 af matricen 26. Den stang 30 (som er startet med et podekrystal som i Czochralski processen), som trækkes med en trækemekanisme 36 ud fra filmen af smeltet aluminiumoxid på matricens 26 topoverflade 28, vil således have en tværskonfiguration, der i det væsentlige er identisk med konfigurationen af matricens 26 topoverflade 28. Det har vist sig hensigtsmæssigt at lade stangen 30 vokse til en længde på ca. 5 cm for at minimere eventuelle bearbejdningsproblemer, som kunne blive fremkaldt, hvis stangen ikke voksede nøjagtigt lige.

15 Krystalorienteringen i den voksende stang kan vise sig at være vigtig (i det mindste økonomisk og muligvis også ud fra et egenskabsmæssigt synspunkt) ved udøvelse af opfindelsen. I tilfælde af krystallinsk alpha-aluminiumoxid kan krystalorienteringen defineres ved henvisning til krystallets C-akse. (C-aksen er vinkelret på det plan, som indeholder det simpleste arrangement af atomer i krystalenhedscellen. Sagt på 20 en anden måde er C-aksen vinkelret på det plan, som indeholder a_1 - og a_2 -akserne.) Den minimale mængde deformation udviklet i det voksende krystal vil forekomme, hvis C-aksen befinder sig i et plan vinkelret på stangens 30 længdeakse L. (Se fig. 3). Dette har vist sig at være den 25 optimale krystalorientering i visse tilfælde. (Som bekendt vil det voksende krystal antage podekrystallets krystalorientering.) Uanset stangens 30 krystalorientering foretrækkes det at normalisere stangen 30 forud for bearbejdning for derved at aflaste spændinger i krystallet, så risikoen for brud under bearbejdning minimeres. En typisk normaliseringscyklus vil være at opvarme stangen 30 fra stuetemperatur til 1950-2000°C med jævn hastighed i løbet af to timer, holde stangen 30 på 1950-2000°C i 4 til 6 timer og derefter køle stangen 30 ned til stuetemperatur med en ensartet hastighed over to timer. Hele normaliseringscyklen udføres fortrinsvis under en inert atmosfære såsom argon.

35 Bueetrådsfordybningen kan udformes i stangen ved slibning til frembringelse af den i fig. 4 viste med fordybning forsynede stang 86. (I fig. 4-8 og 10-11 er bueetrådsfordybningen afgrænset af vægge 88a, 88b og

88c.)

Konsolråemnerne 92, som udskæres fra stangen 86, udskæres i en lille vinkel, som det ses i fig. 5 og 6. I stedet for at udføre snittene i stangen 86 i et plan vinkelret på stangens længdeakse L udføres snittene således på følgende måde:

Idet stangen 86 holdes i position med længdeaksen L i et vandret plan og fladen med den langsgående fordybning opad, udføres hvert snit i et lodret plan, som er vinklet let (for eksempel op til ca. 12°) i en vinkel α fra det lodrette plan, som er vinkelret på stangens 86 længdeakse L. Dette ses bedst i fig. 6.

"Sadlerne" (afgrænset af vægge 140, 142 og 144, se fig. 12) og de to basiskonkaviteter (vist som 73 og 74 i fig. 7) kan udformes i konsollen ved bearbejdning før udskæring af de enkelte konsoller fra stangen 86. Dette foretrækkes, da det er lettere at håndtere stangen 86 end de individuelle konsolråemner 92. Bearbejdningen af sadlerne kan så foretages med en diamantslibeskive ved trinvis fødning af stangen til skiven og udskæring af en række fordybninger hen over stangen, hvor fordybningerne vil være orienteret i hovedsagen vinkelret på stangens 86 længdeakse L (selv om snittet, når rhomboide konsoller fremstilles, vil afvige fra normalen med vinklen α som omtalt ovenfor) og de to basiskonkaviteter kan slibes på lignende trinvis måde med en dobbeltkontur-diamantslibeskive, hvis slibekant er afrundet eller radieret i passende grad, således at de to konkaviteter kan slibes på samme tid. Fig. 10 og 11 viser sadlerne og begge konkaviteter, som allerede er udført i konsollerne 150, da stangen er udskåret i individuelle konsoller.

Efter bearbejdning normaliseres konsollerne fortrinsvis under de ovenfor omtalte betingelser for trukne stænger. Derefter kan konsollerne poleres for at afglatte konturerne og fjerne eventuelle fejl i overfladen, som kunne medvirke til propagering af revner. Hvis et poleringstrin benyttes, vil en fluxpoleringsprocedure være at anbefale, ved hvilken fluxen delvis mættes med aluminiumoxid, således at fjernelsen af aluminiumoxid fra konsollens overflade vil forløbe med kontrollerbar hastighed. En foretrukket flux indeholder 51,2% LiBO_2 , 12,8% $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, 16% Al_2O_3 og 20% LiF (procent er vægtprocent). De bearbejdede konsoller nedsænkes i smeltet flux på 850 til 900°C i nogle få minutter, for eksempel fra ca. fire til ca. tredive minutter og fjernes derefter. Efter køling kan konsollerne nedsænkes i vandig flussyre for at fjerne

eventuel flux, der hæfter til konsollernes overflader. Erfaringen har vist, at poleringstrinnet kan udelades, og det kan i realiteten være uønsket i mange tilfælde på grund af de problemer, det fremkalder med hensyn til at overholde dimensionsspecifikationerne navnlig i buetråds-
5 fordybningerne.

Andre fremgangsmåder til polering af overfladen af genstande af krystallinsk alpha-aluminiumoxid kendes og kan anvendes om ønsket. Sådanne andre fremgangsmåder beskrives for eksempel i US patentskrifterne nr. 4.339.300 og 3.546.036.

10 Et middel til forbedring af konsollens mekaniske adhæsion til tandoverfladen vises i fig. 9-13. Små fordybninger 120 kan skæres i stangens 122 bundflade som vist i fig. 23. Fordybningerne 120 strækker sig over hele stangens 122 længde. Fordybningerne 120 vil typisk være fra ca. 152,4 μm (6 mils) til 381 μm (15 mils) bredde med en dybde på ca. halv-
15 anden gange bredden. Fordybningerne 120 befinder sig fortrinsvis i en lille vinkel (ca. 12-15° med en retning, der i hovedsagen er vinkelret på den tandkontaktende overflade af konsollen 150, således som det tydeligst ses i fig. 13). Fordybningerne 120 vil forløbe i en retning, som i hovedsagen er parallel med buetrådsfordybningens orientering. Det
20 vil sige, at fordybningerne 120 i hovedsagen vil være parallelle med de vægge 88a, 88b og 88c, som afgrænser buetrådsfordybningen.

Selv om opfindelsen specielt er blevet beskrevet udtrykt ved binding af orthodontiske konsoller af krystallinsk aluminiumoxid til overfladen af tænder ved hjælp af acrylklæbemiddelcementer kan den an-
25 vendes til binding af en hvilken som helst genstand af krystallinsk aluminiumoxid til et hvilket som helst substrat under anvendelse af en acrylcement. Blandt sådanne andre aluminiumoxidgenstande er orthodontiske konsoller af keramisk polykrystallinsk aluminiumoxid såsom de i US patentskrifterne nr. 4.216.583, 4.322.206 og 4.219.617 beskrevne.

PATENTKRAV

1. Fremgangsmåde til frembringelse af en belægning i det væsentlige bestående af siliciumdioxid på overfladen af aluminiumoxidgenstande til forbedring af en sådan overflades klæbestyrke til acrylcementer, 5
KENDETEGNET ved, at man
- (a) tilvejebringer en aluminiumoxidgenstand med en bindingsflade,
 - (b) belægger bindingsfladen med en organosiliciumforbindelse og
 - (c) underkaster produktet fra trin (b) forhøjet temperatur i en 10
oxiderende atmosfære for at pyrolysere den organiske del af organosiliciumforbindelsen for derved at frembringe en aluminiumoxidgenstand med en bindingsflade, der er belagt med en sammensætning omfattende siliciumdioxid.
- 15 2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, **KENDETEGNET** ved, at organosiliciumforbindelsen er en silan.
3. Fremgangsmåde ifølge krav 2, **KENDETEGNET** ved, at silanen er gamma-methacryloxypropyltrimethoxysilan. 20
4. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 1-3, **KENDETEGNET** ved, at aluminiumoxidgenstanden er en genstand af krystallinsk aluminiumoxid.
- 25 5. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 1-4, **KENDETEGNET** ved, at genstanden af krystallinsk aluminiumoxid er en orthodontisk konsol.

FIG-1

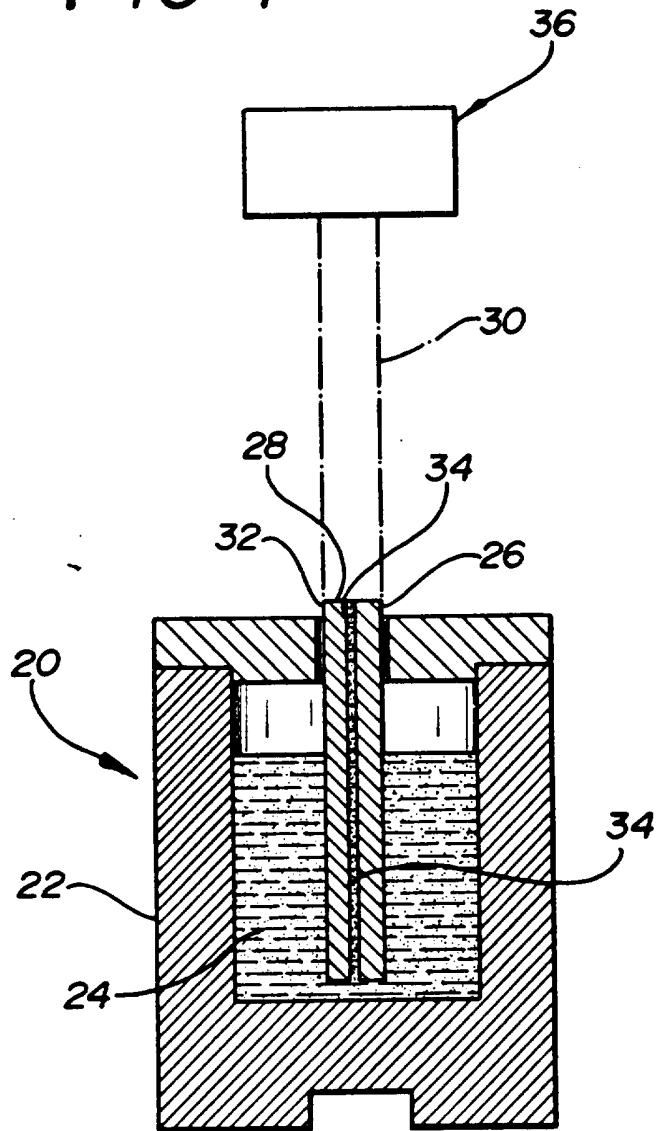


FIG-2

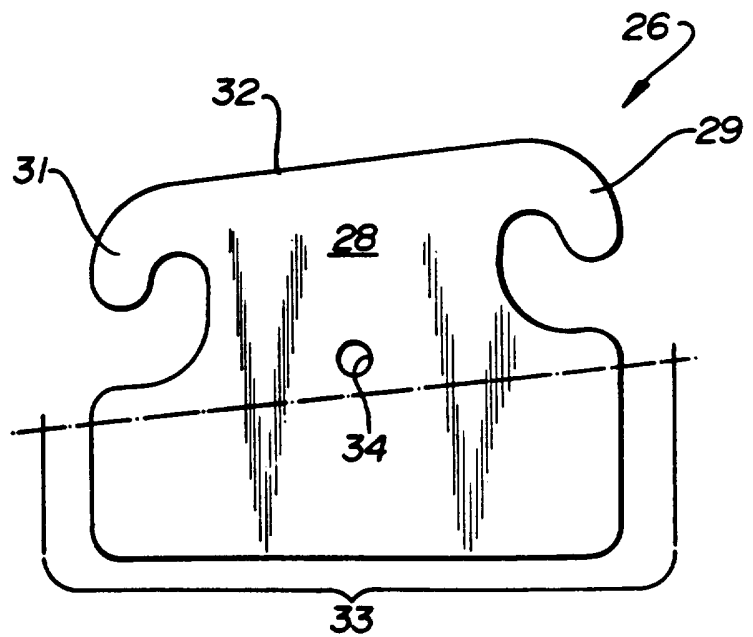


FIG-3

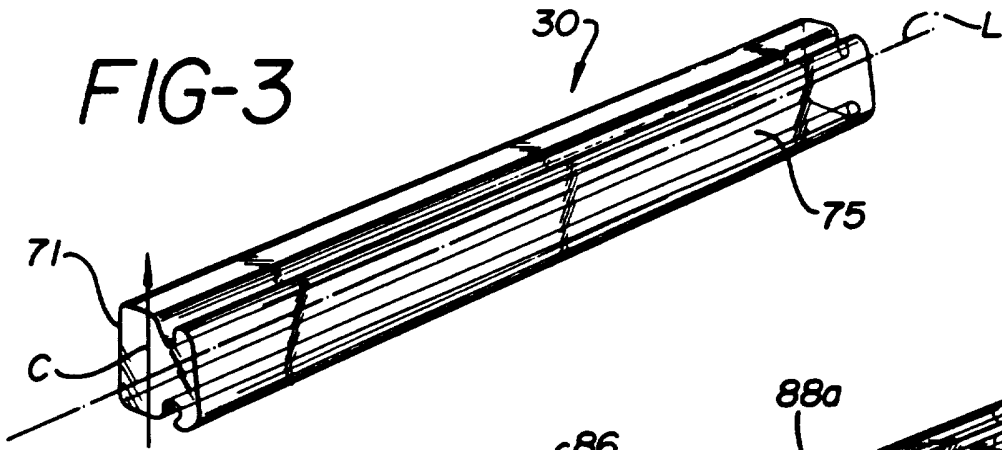


FIG-4

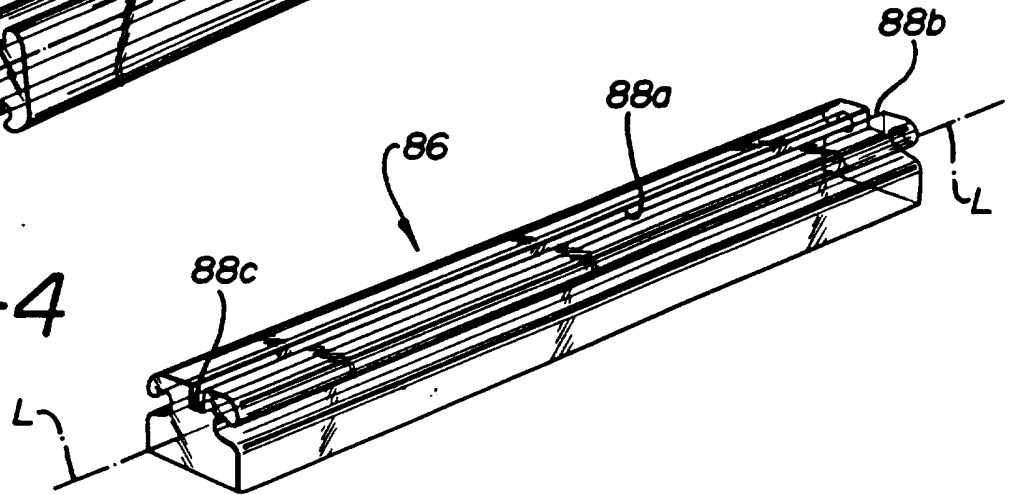


FIG-5

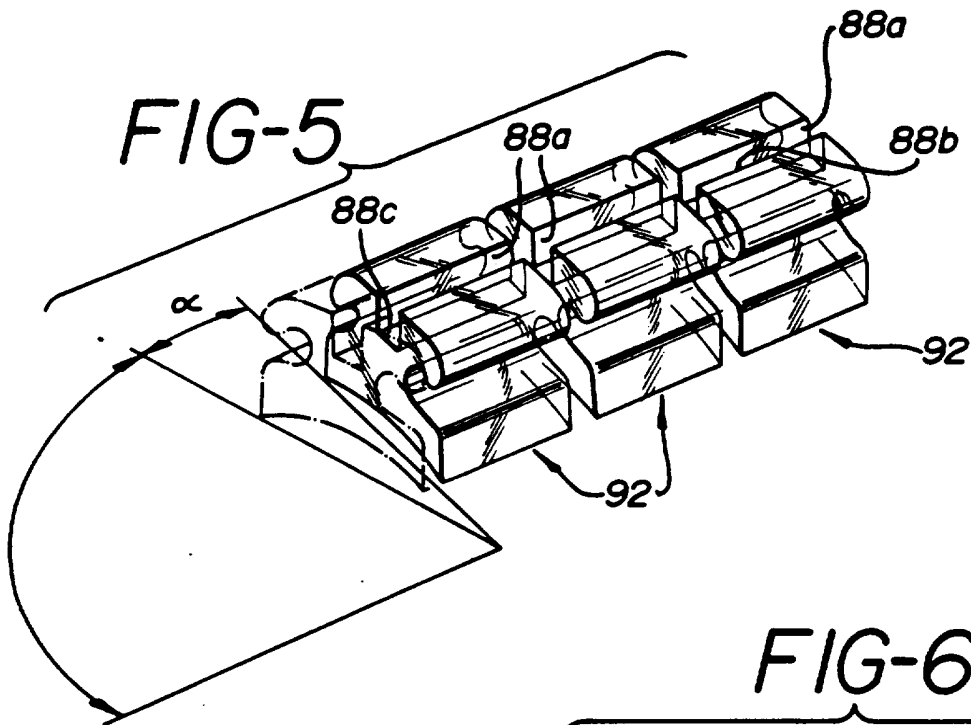


FIG-6

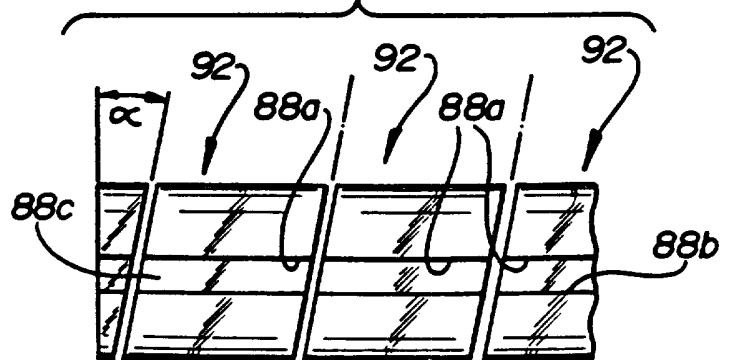


FIG-7

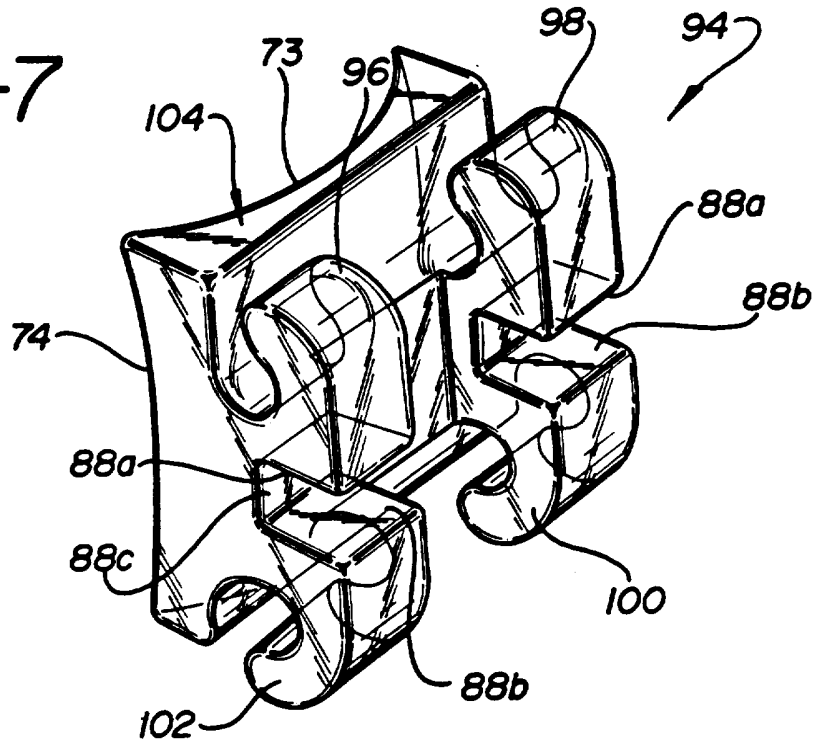
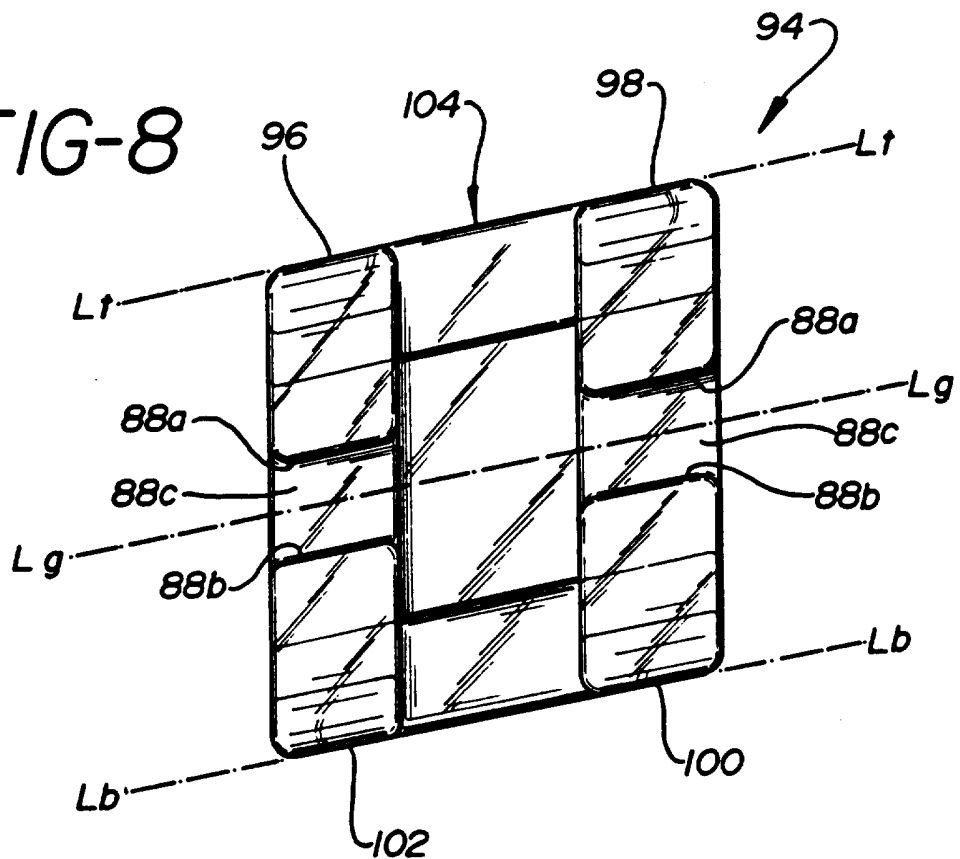


FIG-8



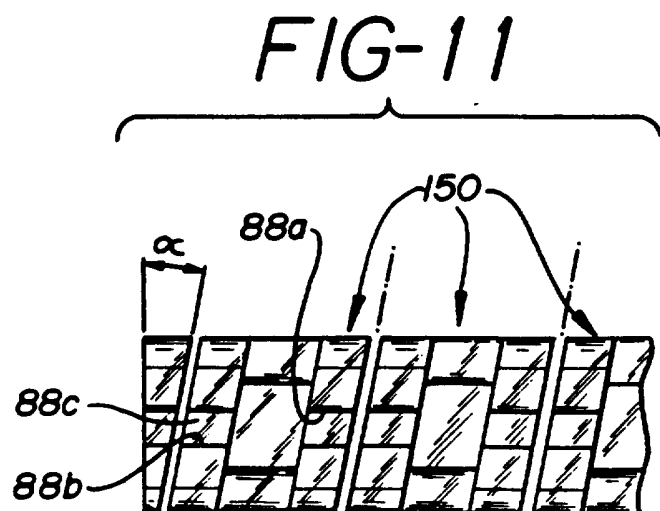
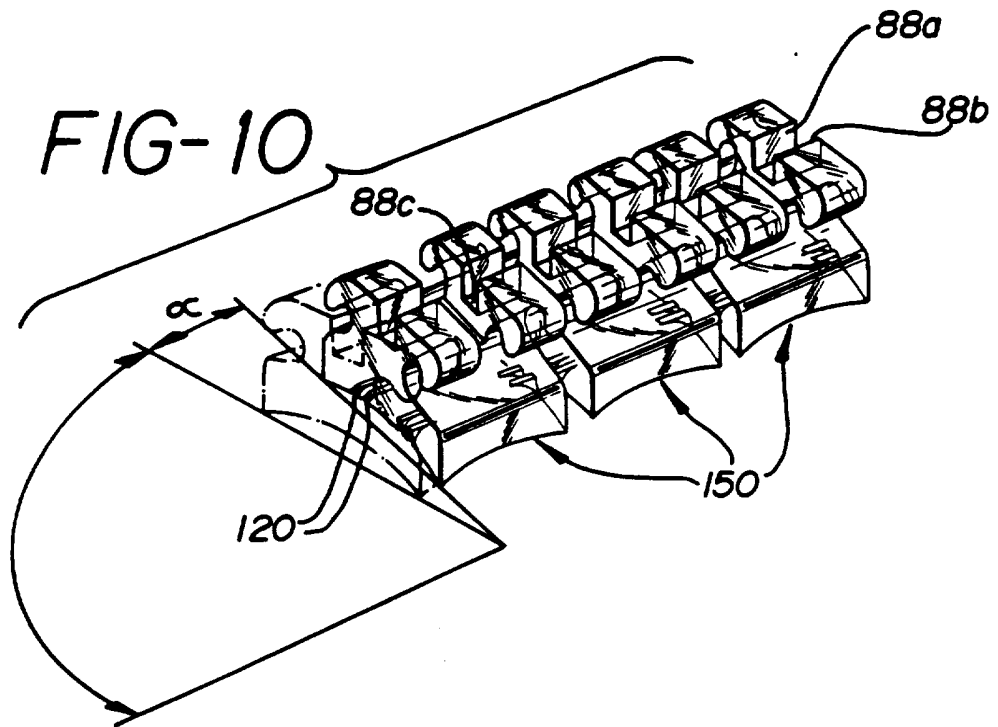
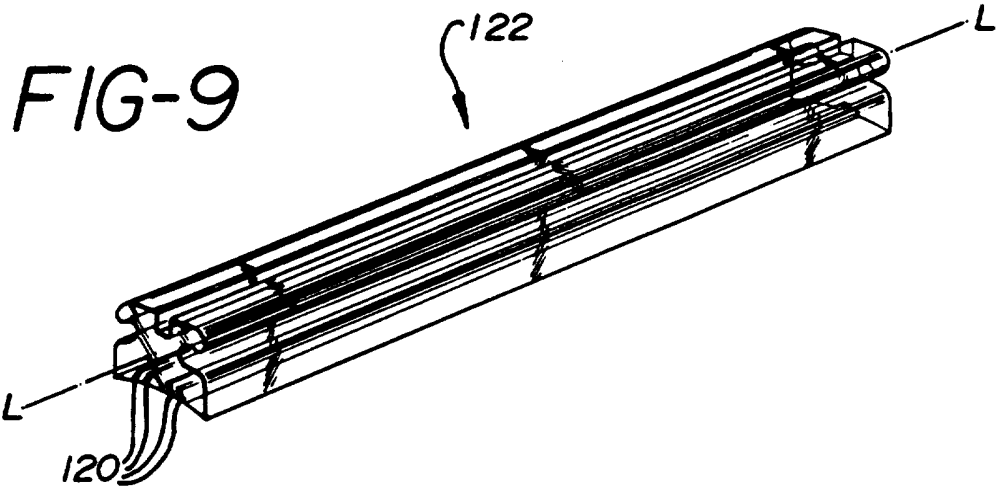


FIG-12

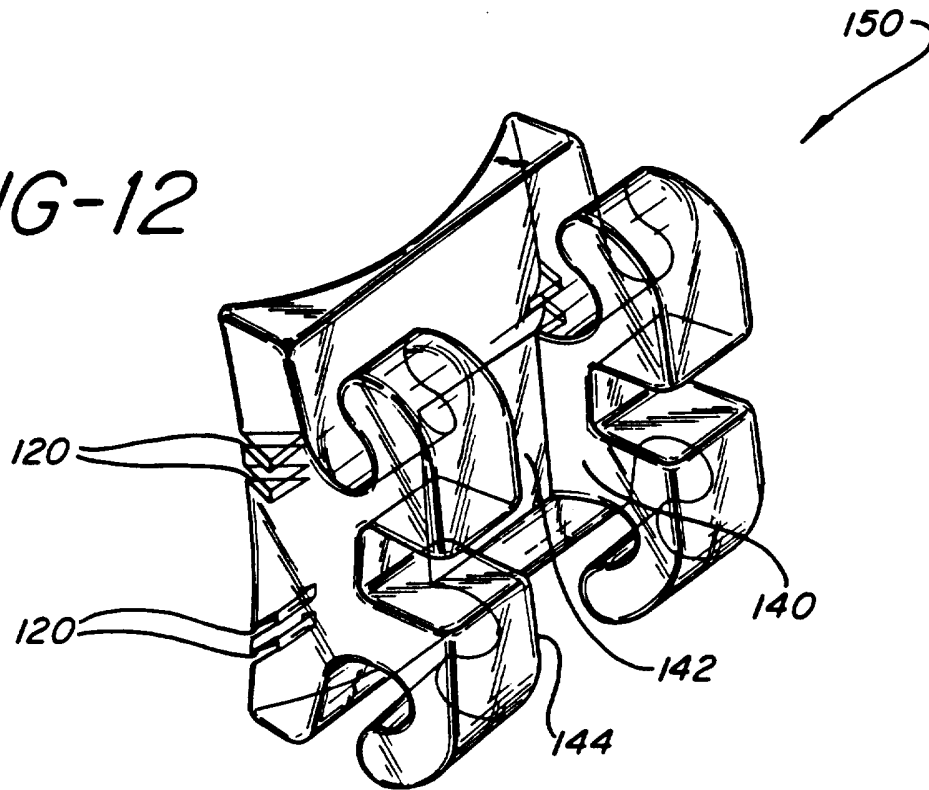


FIG-13

