(B) (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLAGGNINGSSKRIFT 87308

C ( ) [illegible]
Patentti- ja rekisterihallitus 30 12 1992

(51) Kv.lk.5 - Int.cl.5

A 61F 6/14, B 21C 37/04, B 21F 19/00

(21) Patenttihakemus - Patentansökning 862367

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag 03.06.86

(24) Alkupäivä - Löpdag 03.06.86

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig 04.12.86

(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad 15.09.92

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet

03.06.85 DD 276883 P

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(71) Hakija - Sökande

1. **Medical-Produkte Lichtenberg GmbH**, O-9208 Lichtenberg (b. Freiberg/Sa.), BRD, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. **Gropp, Friedrich**, Muldaer Strasse 30, 9208 Lichtenberg, DDR, (DD)
2. **Drechsler, Christopf**, Dorfstrasse 106, 9201 Burkersdorf, DDR, (DD)
3. **Müller, Rudolf**, Strasse am Park 30, 7062 Leipzig, DDR, (DD)
4. **Sausmikat, Herbert**, Dr.-Richard-Beck-Strasse 21, 9200 Freiberg, DDR, (DD)
5. **Griesbach, Jürgen**, Claussallee 43, 9200 Freiberg, DDR, (DD)

(74) Asiamies - Ombud: **Oy Borenius & Co Ab**

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä langan valmistamiseksi kahdesta metallisesta aineksesta
Förfarande för framställning av en tråd av två metalliska ämnen

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

FI C 59720

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö kohdistuu menetelmään langan valmistamiseksi kahdesta metallisesta valmistusmateriaalista, erityisesti hopeisen ydinlangan käsittävän kuparilangan valmistamiseksi, jossa langassa valmistusmateriaalien välinen kosketusvyöhyke on lujitettu diffuusioilmiön avulla. Tehtävän tavoitteena on saavuttaa näiden kahden valmistusmateriaalin välillä parempi sitoutuminen ja suurempi pitolujuus, mikä lisää kohdun sisällä käytettävien pessaarien kliinistä vaikuttavuutta, kun lankaa käytetään ehkäisyvälineissä.

Tähän päästään keksinnön mukaisesti siten, että monien peräkkäisten vetovaiheiden aikana näitä molempia langan muodostavia valmistusaineita, kuparia ja hopeaa, lisäksi välihehkutetaan vakuumissa ,n. 550 °C:n lämpötilassa kulloinkin n. 35 minuutin ajan. Koko vetoprosessin lopussa lankaa hehkutetaan vielä sen uudestaankiteyttämiseksi vakuumissa yhtä pitkän ajanjakson ajan, käyttäen kuitenkin vain n. 450 °C:n lämpötilaa.

Uppfinningen avser ett förfarande för tillverkning av tråd utgående från två metalliska ämnen, och särskilt för tillverkning av en koppartråd omfattande en kärna av silvertråd, i vilken tråd beröringszonen mellan tillverkningsmaterialen är förstärkt med hjälp av ett diffusionsfenomen. Uppgifternas mål är att mellan dessa båda material uppnå en bättre förbindning och en större vidhäftningsstyrka, vilket, då tråden används i preventivmedel, ökar den kliniska inverkan hos pessarer avsedda att användas inuti livmodern.

Detta uppnås enligt uppfinningen sålunda, att de båda tillverkningsmaterialen koppar och silver, vilka bildar tråden, under flere på varandra följande dragskeden ytterligare mellanglödgas vid undertryck i en temperatur om ca. 550 °C och under en tidsrymd om respektive ca. 35 minuter. Under slutet av den fullständiga dragprocessen glödgas tråden ytterligare vid undertryck under en lika lång tidsrymd, för att återkristallisera densamma, varvid man emellertid använder en temperatur om endast ca. 450 °C.

Menetelmä langan valmistamiseksi kahdesta metallisesta aineksesta.
Förfarande för framställning av en tråd av två metalliska ämnen.

Tämä keksintö kohdistuu menetelmään langan valmistamiseksi kahdesta metallisesta valmistusmateriaalista, erityisesti hopeaa olevan ydinlangan käsittävän kuparilangan valmistamiseksi siten, että ydinlangan ja kuparilangan välinen kosketusvyöhyke on lujitettu diffuusioprosessin avulla. Täten pintakerrokseltaan kupariseksi valmistettu lanka voidaan muodostaa kierukaksi ja sitä voidaan käyttää kohdun sisäisenä pessaarina.

On yleisesti tunnettua, että esimerkiksi kohdun sisällä sijaitsevan kuparikierukan ulkopinta saa aikaan spermaa tappavaa vaikutusta, joka kestää koko pintakerroksen liukenemiseen saakka. US patenttijulkaisussa 3 563 235 selitetään tähän vaikutustapaan liittyen, että kupari lähettää fysiologisesti vaikuttavaa ionisäteilyä. US patenttijulkaisun 3 200 815 mukaan kierukkamuodolla päästään parhaiten siihen, että tämä säteily on tasaista kohtuonkalon poikkileikkauksen suhteen. Ongelmana näiden kohdun sisällä käytettävien ehkäisyvälineiden tapauksessa oli kuitenkin kuparia vapauttavan kierukan katkeaminen, joka kierukka myöhemmin varustettiin muuta metallista valmistusmateriaalia olevalla ydinlangalla (DE-OS 22 07 939). Aineiden lujitus toisiinsa saavutetaan paineen ja korkean lämpötilan avulla, tunnettuja diffuusiomenetelmiä käyttäen.

Kosketuspinnoistaan toisiinsa liitettävien aineiden välisissä diffuusiotapahtumissa, esimerkiksi kuparin ja sinkin, kuparin ja hopean tai hopean ja kullan muodostamissa diffuusiojärjestelmissä, diffuusion suuruus voi luonnollisestikin olla erilainen. Tässä yhteydessä viitattakoon lisäksi valmistusmateriaaleja käsittelevässä oppikirjassa "Einführung in die Werk-

stoffkunde", VEB Verlag Technik, Berliini, painettu 1961 (nide 1, Allgemeine Metallkunde) julkaistuun, metallien diffuusiota käsittelevään kappaleeseen IX, jolla on otsikkona "Die Diffusion in Metallen".

Diffuusioilmiöihin liittyvää tietoutta kahden metallisen valmistusmateriaalin väliseen tarpeelliseen lujuuteen pääsemiseksi voidaan täten käyttää hyväksi myös siinä tapauksessa, että hedelmöittymistä estävän kemikaalin tuottaja, esimerkiksi kupari, on tarkoitus kiinnittää jonkin toisen metallin, esimerkiksi hopean, pinnalle. Vaikka erilaisia, kohdun sisäisinä pessaareina käytettäviä välineitä onkin ehdotettu hedelmöittymisen ehkäisemiseksi, niin kuitenkaan mikään niistä, esimerkiksi taipuisan muovikappaleen päälle sijoitetun kuparikierukan käyttö, tai metallirenkailla yhdistettyjen, taipuisan muovikappaleen yhteisen varren päälle sijoitettujen metallien käyttö, ei ole osoittautunut täysin tyydyttäväksi.

Kuten US-aikakauslehdessä "Contraception", Los Altos 19 (1979) 1, ilmestyneessä julkaisussa esitetään, hedelmöittymistä ehkäisevän kierukan kuparipinnoite on levitetty korroosiota kestävän hopeisen ydinlangan päälle täten aikaansaadun diffuusiokerroksen avulla. Ydinlangan paksuus on 10...35 prosenttia kuparipinnoitteen ulkohalkaisijasta, ja kuparipinnoite on puolestaan määrätyn kokoinen, 0,2...0,4 mm. Ulkohalkaisijan tällä koolla kuparikierukkaan saadaan aikaan spermaa tappava pinta, joka tunnetaankin jo patenttijulkaisun DE-OS 29 25 993 perusteella. Tämän kuparikierukaksi kierretyn, hopeisen ytimen käsittävän kuparisen vaippalangan on tarkoitus estää kierukan liian varhainen liukeneminen ja katkeaminen kohdussa näiden molempien metallien diffuusion avulla. Ohuen diffuusiokerroksen valmistamiseksi menetellään siten, että puhtaasta kuparista puristetaan putki, jonka ulottuvuudet (ulkohalkaisija/sisähalkaisija) ovat 46 mm/30 mm, jonka jälkeen se vedetään paksuuteen 20 mm/9 mm. Hopeatanko valetaan 12 millimetrin paksuiseksi, ja vedetään tämän jälkeen halkaisijaltaan 8,5 millimetrin suuruiseksi. Tämän jälkeen hopeatanko työnnetään

kupariputken 9 millimetrin suuruiseen aukkoon, ja sitten molemmat valmistusmateriaalit vedetään yhdessä ulkohalkaisijaltaan 18 millimetrin suuruiseksi. Sitten materiaaleja hehkutetaan 500 °C:n lämpötilassa noin 20 minuutin ajan. Kokemuksen mukaisesti tässä lämpötilassa ei vielä esiinny lainkaan kuparin ja hopean välistä diffuusiota.

Tätä menetelmää jatketaan siten, että valmistusmateriaalit vedetään ensin halkaisijaltaan 12,8 millimetrin suuruiseksi, jonka jälkeen niitä hehkutetaan toistamiseen noin 20 minuuttia samassa lämpötilassa, sitten ne vedetään edelleen halkaisijaltaan 8 millimetrin suuruiseksi, ja sen jälkeen niitä hehkutetaan noin 20 minuuttia 600 °C:n diffuusiolämpötilassa. Tämän jälkeen lanka vedetään tavanomaiseen 0,3 millimetrin loppupaksuuteensa kahteen kertaan vetämällä sitä samanaikaisesti vastushehkuttamalla pehmentäen. Käytetty vastushehkuttaminen on ajallisesti niin rajoitettua, ettei mainittua diffuusioilmiötä ehdi esiintyä. Kuvattu mekaaninen teknologia on esitetty esimerkiksi metallien valumis- ja ryömintäilmiöitä käsittelevässä ammatillisessa kirjassa "Fliessen und Kriechen der Metalle", Metall-Verlag GmbH (1955)-WB. Tällä ja muilla tunnetuilla menetelmillä molempiin metalleihin voidaan aiheuttaa niin erilainen diffuusiokyky, että usein kosketusvyöhykkeen tarvittavaa lujuutta ei saavuteta, koska toisen metallin atomit siirtyvät liian nopeasti toiseen metalliin.

Tämän keksinnön tavoitteena on päästä eroon mainituista haitoista. Keksinnön puitteissa voidaan lisäksi päästä käyttöarvon kasvuun, joka parantaa erityisesti kohdun sisällä käytettävien pessaarien kliinistä vaikuttavuutta.

Tämä keksintö perustuu tehtävään muuntaa alussa kuvattua menetelmää siten, että kuparipeitteen ja hopeisen ydinlangan välillä päästään parempaan metalliseen sitoutumiseen tai suurempaan pitolujuuteen menetelmään liitettyjen lisäparametrien avulla. Tämä tehtävä ratkaistaan keksinnön mukaisesti siten, että monien peräkkäisten vetovaiheiden aikana molempia langan

muodostavia valmistusmateriaaleja, kuparia ja hopeaa, välihehkutetaan lisäksi vakuumissa n. 550 °C:n lämpötilassa kulloinkin n. 35 minuutin ajan, ja koko vetoprosessin lopussa lankaa hehkutetaan uudestaankiteyttämiseksi vakuumissa n. 450 °C:n lämpötilassa n. 35 minuutin ajan.

Keksinnön toisessa suoritusmuodossa välillä suoritettava hehkuttaminen voidaan toteuttaa silloin, kun lanka on kulloinkin saavuttanut tietyn halkaisijan, joiden suuruus on tarkoituksenmukaisesti asetettu arvoihin 25 mm, 11,5 mm, 4,5 mm ja 0,8 mm. Edelleen ehdotetaan, että kun langan halkaisija on kulloinkin saavuttanut arvon 4,5 mm ja 0,8 mm, mutta ennen välillä toteutettavaa hehkuttamista, langasta poistetaan rasva trikloorietyleenillä höyryttämällä. Trikloorietyleenin lämpötila on tällöin alueella 87...95 °C.

Keksinnön mukaisen menetelmän etuna on se, että siinä päästään kuparipeitteen ja ydinlangan paremman pitolujuuden lisäksi diffuusiokykyyn ydinlankaa heikentämättä. Tämä johtaa siihen, että ydinlanka pysyy lujasti sitoutuneena kuparipeitteeseen myös siinä tapauksessa, että kuparipeitettä käytetään hedelmöittymistä ehkäisevänä kemikaalina.

Menetelmä langan valmistamiseksi kahdesta metallisesta valmistusaineesta, erityisesti hopeisen ydinlangan käsittävän kuparilangan valmistamiseksi, osoittaa selvästi keksinnön mukaisen diffuusion edut, sekä sen toteuttamisen yksinkertaisuuden. Menetelmä toteutetaan siten, että ytimen valmistusmateriaalina käytettävä hienohopea Ag 99, 96 sulatetaan ensin ja siitä valetaan tappeja suojakaasun ilmakehässä, sitten se suulakepuristetaan lämpimänä 12,5 millimetrin halkaisijaan, ja tämän jälkeen siitä vedetään kylmänä tankoja, joiden halkaisija on 11,8 mm. Puhdasta kuparia SE-Cu 99, 95 olevasta vaippamateriaalista valmistetaan edeltä käsin kupariputkia siten, että suulakepuristettuun tappiin, jonka halkaisija on 50 mm, tehdään tapin läpi kulkeva, 12,5 millimetrin suuruinen kanava sen jälkeen, kun tapin pintaa on sorvattu 45 millimetrin suurui-

seen ulkohalkaisijaan pääsemiseksi.

Sen jälkeen, kun hopeatanko on viety kupariputken sisään, näitä molempia valmistusmateriaaleja kylmävalssataan yhteisen, 8 millimetrin suuruisen ulkomitan saavuttamiseksi. Siinä välissä, eli kun avainhalkaisija saavuttaa kulloinkin n. 25 mm ja 11,5 mm, valmistusmateriaaleja hehkutetaan välillä vakuumissa 550 °C:n lämpötilassa, hehkutusajan ollessa 35 minuuttia. Sitten valmistusmateriaaleja vedetään kylmänä viidessä vetovaiheessa 4,5 millimetrin suuruiseen halkaisijaan, jonka jälkeen niitä hehkutetaan välillä vakuumissa samassa lämpötilassa ja samaa hehkutusaikaa käyttäen.

Menetelmän tämän vaiheen jälkeen langan poikkileikkausta pienennetään edelleen vetämällä sitä kylmänä 15 vetovaihetta käyttäen lopulliseen 0,35 millimetrin halkaisijaan, lankaa välillä kaksi kertaa hehkuttaen. Vetojen välinen hehkuttaminen toteutetaan jälleen vakuumissa samassa noin 550 °C:n hehkutuslämpötilassa, hehkutusajan ollessa kulloinkin noin 35 minuuttia, silloin, kun langan ulkohalkaisija on saavuttanut arvon 2,0 mm ja sitten arvon 0,8 mm. Ennen välillä suoritettavia hehkutuksia langasta poistetaan rasva trikloorietyleenillä höyryttämälä, jolloin trikloorietyleenin lämpötila on 87...95 °C.

Lopuksi lankaa hehkutetaan vakuumissa sen uudestaankiteyttämiseksi, hehkutuslämpötilan ollessa noin 450 °C ja hehkutusajan noin 35 minuuttia, mikä päättää hopeisen ydinlangan käsittävän kuparilangan valmistusprosessin. Diffuusiota esiintyy kulloistenkin, välillä toteutettavien hehkutusten aikana siten, että lopputuotteessa on noin 4 mikrometrin syvyinen, diffuusiotapahtuman seurauksena muodostunut diffuusiovyöhyke. Tämän keksinnön mukainen menetelmä mahdollistaa sen, että kohdun sisäisinä ehkäisyvälineinä käytettävien kierukoiden tapauksessa välttämätön kuparilangan laatu pysyy toistettavana.

Menetelmään liittyen huomautettakoon lisäksi, että ennen hopeatangon työntämistä kupariputken sisään, molempien toisiinsa sidottavien metallipintojen tulee olla erittäin puhtaita, jotta alkuaineiden ja molekyylien diffuusio kosketuspinnan alueella olisi mahdollista.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä kohtupessarissa käytettävän, hopeisen ydinlangan käsittävän kuparilangan valmistamiseksi, jossa langassa valmistusaineiden välinen kosketusvyöhyke on lujitettu diffuusiotapahtumien avulla, t u n n e t t u siitä, että useiden peräkkäisten vetovaiheiden aikana molempia valmistusaineita lisäksi välihehkutetaan vakuumissa n. 550°C:n lämpötilassa, kulloinkin n. 35 minuutin ajan, ja että koko vetoprosessin lopussa lankaa hehkutetaan sen uudestaankiteyttämiseksi vakuumissa n. 450°C:n lämpötilassa, hehkutusajan ollessa tällöin n. 35 minuuttia.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että välillä suoritettava langan hehkuttaminen toteutetaan kulloinkin silloin, kun langan halkaisija on saavuttanut arvon n. 25 mm, n. 11,5 mm, n. 4,5 mm, n. 2,0 mm ja n. 0,8 mm.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kun langan halkaisija kulloinkin on saavuttanut arvon n. 2,0 mm ja n. 0,8 mm, mutta ennen välillä toteutettavaa hehkuttamista, langasta poistetaan rasva trikloorietyleenillä höyryttämällä, lämpötilassa 87...95°C.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av en i intrauterinpessarer användbar koppartråd med en kärntråd av silver, varvid beröringszonen mellan framställningsämnena befästs medelst diffusionsförfaranden, k ä n n e t e c k n a t av att man ytterligare och under flere på varandra följande dragskeden mellanglödgar de båda framställningsämnena under vakuum och vid en temperatur om ca 550°C och vid varje tillfälle under ca 35 minuter, och att man vid slutet av den totala dragprocessen underkastar tråden en omkristallisationsglödgning under vakuum vid ca 450°C och under en tid om ca 35 minuter.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t av att mellanglödgningen alltid följer då trådens diameter uppnått ca 25 mm, ca 11,5 mm, ca 4,5 mm, ca 2,0 mm och ca 0,8 mm.

3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e - t e c k n a t av att var gång då trådens diameter uppnått måttet ca 2,0 mm och ca 0,8 mm, men innan mellanglödgningen av tråden, utförs en ångavfettning av tråden med trikloretylen vid en temperatur mellan 87 och 95°C.