

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2010-504164
(P2010-504164A)

(43) 公表日 平成22年2月12日(2010.2.12)

(51) Int.Cl.

A61C 7/14 (2006.01)
A61C 7/28 (2006.01)

F 1

A 6 1 C 7/00

B

テーマコード(参考)

4 C O 5 2

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 33 頁)

(21) 出願番号 特願2009-529317 (P2009-529317)
 (86) (22) 出願日 平成19年9月17日 (2007.9.17)
 (85) 翻訳文提出日 平成21年3月12日 (2009.3.12)
 (86) 國際出願番号 PCT/US2007/078607
 (87) 國際公開番号 WO2008/036581
 (87) 國際公開日 平成20年3月27日 (2008.3.27)
 (31) 優先権主張番号 11/533,633
 (32) 優先日 平成18年9月20日 (2006.9.20)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

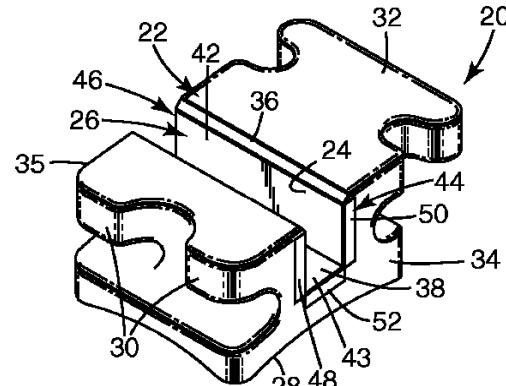
(71) 出願人 505005049
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国、ミネソタ州 55133
 -3427, セント ポール, ポスト オ
 フィス ボックス 33427, スリーエ
 ム センター
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100092624
 弁理士 鶴田 準一
 (74) 代理人 100102819
 弁理士 島田 哲郎
 (74) 代理人 100157211
 弁理士 前島 一夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】フッ素化ポリマーを有する歯科矯正要素及び他の医療器具、並びに方法

(57) 【要約】

医療器具、具体的には歯科矯正要素であって、高分子フィルム（例えば、歯科矯正ブラケットのアーチワイヤスロット内に設けられたライナー）を設けられた表面を備え、そのフィルムは、フッ素化ポリマーと、接着剤を有する処理された表面と、を備えている。



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

アーチワイヤが係合するアーチワイヤスロットを備えるブラケットと、前記アーチワイヤスロット内に設けられたライナーであって、フッ素化ポリマーと、接着剤を有する処理表面とを含むライナーと、を備え、接着剤を有する前記ライナーの前記処理表面が、前記アーチワイヤスロットに接触する、歯科矯正要素。

【請求項 2】

前記フッ素化ポリマーが、ポリマーのブレンドを含む、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

10

【請求項 3】

前記フッ素化ポリマーが、主鎖、側鎖、又はこれらの組み合わせにフッ素を含む、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 4】

前記フッ素化ポリマーが熱可塑性である、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 5】

前記フッ素化ポリマーが過フッ素化されている、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 6】

前記フッ素化ポリマーが結晶質である、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

20

【請求項 7】

前記フッ素化ポリマーが、少なくとも 3 . 3 2 1 0 6 E - 2 0 グラム (2 0 , 0 0 0 ダルトン) の重量平均分子量を有する、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 8】

前記フッ素化ポリマーが、テトラフルオロエチレンのホモポリマー若しくはコポリマー、ヘキサフルオロプロピレンのコポリマー、フッ化ビニリデンのホモポリマー若しくはコポリマー、フッ化ビニルのホモポリマー若しくはコポリマー、クロロトリフルオロエチレンのホモポリマー若しくはコポリマー、ペルフルオロビニルエーテルのコポリマー、非晶質フルオロポリマー、又はこれらの組み合わせを含む、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 9】

前記フッ素化ポリマーが、エチレン、プロピレン、塩化ビニリデン、塩化ビニル、又はこれらの組み合わせを含む非フッ素化モノマーのコポリマーである、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

30

【請求項 10】

前記ライナーの前記処理表面が、ヒドロキシル基、エーテル基、エポキシ基、ペルオキシ基、カルボン酸基、カルボン酸エステル基、カルボニル基、イソシアネート基及びチオイソシアネート基、メルカプタン基、スルフィド基、スルホン酸基、アミン基、イミン基、炭素 - 炭素二重結合、炭素 - 炭素三重結合、及びこれらの組み合わせからなる群から選択される官能基を含む、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 11】

前記ライナーの前記処理表面が、熱的に、化学的に、又は光化学的に処理される、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

40

【請求項 12】

前記ライナーの前記処理表面が、プライマーで処理される、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 13】

前記アーチワイヤスロットが下塗りされる、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 14】

前記ライナーの前記処理表面が、フッ素化ポリマーフィルムの上にグラフトされた機能化ポリマーを含む、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 15】

50

前記処理されたライナーが半透明又は透明である、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 16】

前記接着剤が、感圧性接着剤又はホットメルト接着剤を含む、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 17】

前記接着剤が、エポキシ、シリコーン、(メタ)アクリレート、ウレタン、シリコーンポリ尿素、又はこれらの組み合わせを含む、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 18】

前記ライナーが、フッ素化ポリマーフィルムと、接着剤の層を有する処理表面とを備える、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 19】

前記ブラケットが、多結晶セラミック、有機ポリマー、金属、又はこれらの組み合わせを含む、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 20】

前記ライナーが少なくとも 12.5 ミクロン厚である、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 21】

前記ライナーが、少なくとも 2 時間にわたって 100 の水中で前記ブラケットに付着する、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 22】

前記ライナー及び接着剤の前記ブラケットに対する剥離強度が、少なくとも 1.9 N/cm である、請求項 1 に記載の歯科矯正要素。

【請求項 23】

医療器具の表面と、
前記医療器具の前記表面上に設けられた高分子フィルムであって、フッ素化ポリマーと、接着剤を有する処理表面とを含む高分子フィルムと、を備え、

接着剤を有する前記高分子フィルムの前記処理表面が、前記医療器具の前記表面に接触する、医療器具。

【請求項 24】

歯科矯正要素を調製する方法であって、
アーチワイヤが係合するアーチワイヤスロットを備える歯科矯正ブラケットを用意する工程と、

フッ素化ポリマーを含むライナーを用意する工程と、
表面機能化をもたらすために、前記ライナーの表面を活性化する工程と、
接着剤を前記ライナーの前記機能化された表面に塗布する工程と、
接着剤を有する前記ライナーを前記アーチワイヤスロット内に配置する工程と、を含む調製方法。

【請求項 25】

前記アーチワイヤスロットを、前記ライナー及び接着剤に接触させる前に下塗りする工程を更に含む、請求項 24 に記載の調製方法。

【請求項 26】

前記ライナーの前記表面を活性化する工程が、前記ライナーの前記表面をプライマーで処理することを含む、請求項 24 に記載の調製方法。

【請求項 27】

前記ライナーの前記表面を活性化する工程が、前記表面を光化学的に処理することを更に含む、請求項 26 に記載の調製方法。

【請求項 28】

前記ライナーの前記表面を活性化する工程が、前記表面を熱的に処理することを更に含む、請求項 26 に記載の調製方法。

【請求項 29】

10

20

30

40

50

前記ライナーの前記表面を活性化する工程が、前記表面を熱的に、化学的に、又は光化学的に処理することを含む、請求項 24 に記載の調製方法。

【請求項 30】

前記接着剤が、エポキシ、シリコーン、(メタ)アクリレート、ウレタン、シリコーンポリ尿素、又はこれらの組み合わせを含む、請求項 26 に記載の調製方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

歯科矯正治療において、ブラケットとして知られる小さな器具が、患者の歯に固定される。アーチワイヤが、各ブラケットのスロット内に受容され、ワイヤの結紮によって、又は各ブラケット及びアーチワイヤの周りに延びる小型の弾性Oリングによって、スロット内の定位置に保持される。ブラケットと結合された歯は、アーチワイヤ内に設けられた曲がり及び捻れによって、又は特定のブラケットを相互に結合するエラストマー・モジュールによって、歯科矯正学的に正しい位置に向かって圧迫される。アーチワイヤは、ブラケットの滑り運動を案内するトラックとして働き、その結果、結び付けられた歯は、望ましい位置に向かって移動される。

10

【0002】

過去において、歯科矯正ブラケットは、多くの場合、ステンレス鋼で作られ、アーチワイヤは、ステンレス鋼、又はステンレス鋼、ニッケル、及びチタンを含有する合金で作られていた。一般に、金属製のブラケットの滑り運動に対する摩擦抵抗は、小さくはないが、大部分の矯正歯科医が不十分と見なす要素ではない。しかしながら、金属製のブラケットは美的なものではなく、患者にとって困惑となり得る「ティン・グリン(tin grin)」と呼ばれることがある。

20

【0003】

ポリカーボネートなどの透明なプラスチック材料で作られた歯科矯正ブラケットが、長年にわたり、様々な製造業者によって導入されてきた。不都合にも、いくつかのプラスチック製ブラケットは、ワイヤによってブラケットに矯正力が加えられる時の材料のクリープにより、アーチワイヤスロットの過度な変形を呈する。アーチワイヤスロットの過度な変形は、結び付けられた歯の移動を正確に制御するのを妨げることがあり、また、場合によってはブラケットを破壊せざるを得ない。歯科矯正治療の間のブラケットの取り換えは、時間を要するものであり、多くの場合、矯正歯科医及び患者にとって不快と見なされるものである。

30

【0004】

一つにはプラスチック材料の変形を回避する試みとして、金属製アーチワイヤスロットライナーをプラスチック製ブラケットに設けることが、過去には提案してきた。アーチワイヤスロットライナーの例は、米国特許第3,964,165号、同第4,299,569号、及び同第4,302,532号に記載されている。プラスチック製ブラケット用の金属製アーチワイヤスロットライナーは、すべてが金属製のブラケットが使用される時に観測されるようなスライディングメカニクス(sliding mechanics)に似たスライディングメカニクスをもたらす。

40

【0005】

また、歯科矯正ブラケットは、米国特許第4,954,080号に記載されているように、多結晶酸化アルミニウムなどの半透明のセラミック材料で作られてきた。セラミックは、プラスチックと比較して相対的に硬質な材料であり、アーチワイヤの力を受ける時、アーチワイヤスロットに隣接する領域にクリープ変形を呈することがない。しかしながら、過度の力がアーチワイヤによって加えられると、おそらくは応力集中が相対的に高い領域が局所化されるため、ブラケットが破壊せざるを得ない。セラミック製ブラケット用のアーチワイヤスロットライナーは、米国特許第5,380,196号に記載されている。

50

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】**【0006】**

金属製スロットライナー（例えば、ステンレス鋼製スロットライナー）は、ブラケット強度が向上すること、スライディングメカニクスが高められること、及び破壊剥離の際にセラミックの破片が保持されることなどの利点をセラミック製ブラケットにもたらす。破壊剥離については、米国特許第5,439,379号に記載されている。しかしながら、金属製スロットライナーは、細いステンレス鋼製ワイヤが使用される場合、早期治療の段階において目で認識することができる。更に、半透明のセラミック製ブラケットと共に使用される場合、ステンレス鋼製ライナーは、わずかに灰色がかった色を半透明のブラケット本体に付与する。金属製ライナーのこれらの特性は、製品の全体的な審美的品質を減じことがある。審美性を良好にすると共に摩擦を低下させるために、ガラス製ライナーが提案されてきたが、ガラス製ライナーは脆性であるため、破壊剥離の際にセラミックの破片を保持しない。したがって、審美性を良好にすると共に摩擦を低下させ、更に破壊剥離の際にセラミックの破片を保持する、歯科矯正要素用の、特に歯科矯正ブラケット用の、スロットライナーが必要とされている。

10

【課題を解決するための手段】**【0007】**

本発明は、医療器具に関し、具体的には、歯科矯正要素などの歯科要素、及び製作方法に関する。

20

【0008】

一実施形態においては、歯科矯正要素が提供され、その歯科矯正要素は、アーチワイヤが係合するアーチワイヤスロットを有するブラケットと、アーチワイヤスロット内に設けられたライナーであって、フッ素化ポリマーと、接着剤を有する処理表面とを含むライナーと、を備え、接着剤を有するライナーの処理表面は、アーチワイヤスロットに接触する。

【0009】

別の実施形態においては、医療器具が提供され、その医療器具は、医療器具の表面と、医療器具の表面上に設けられた高分子フィルムであって、フッ素化ポリマーと、接着剤を有する処理表面とを含む高分子フィルムと、を備え、接着剤を有するフィルムの処理表面は、医療器具の表面に接触する。

30

【0010】

更に別の実施形態においては、歯科矯正要素を調製する方法が提供される。その方法は、アーチワイヤが係合するアーチワイヤスロットを有する歯科矯正ブラケットを用意する工程と、フッ素化ポリマーを含むライナーを用意する工程と、表面機能化をもたらすために、ライナーの表面を活性化する工程と、接着剤をライナーの機能化された表面に塗布する工程と、接着剤を有するライナーをアーチワイヤスロット内に配置する工程と、を含む。

【0011】

本願において、本発明の「高分子フィルム」（例えば、歯科矯正ブラケット用ライナー）は、寸法安定性のあるフィルムを指す。

40

【0012】

「含む（comprises）」という用語及びその変形は、それらの用語が説明及び請求項に出現する箇所において、限定的な意味を有するものではない。

【0013】

「好ましい」と「好ましくは」という語は、特定の状況下で特定の利点をもたらし得る本発明の実施形態を指す。しかしながら、他の実施形態もまた、同じく又は他の状況下で好ましいこともある。更に、1つ以上の好ましい実施形態を詳述することは、他の実施形態が有用でないことを暗示するものではなく、また、他の実施形態を本発明の範囲から除外することを意図するものでもない。

【0014】

50

本願で使用する時、「a」、「an」、「the」、「少なくとも1つの」、及び「1つ以上の」は、同じ意味で使用されている。したがって、例えば、フルオロポリマー("a" fluoropolymer)を含むフィルムは、このフィルムが「1つ以上の」フルオロポリマーを有することを意味すると解釈されることができる。

【0015】

「及び／又は」という用語は、列挙された要素のうちの1つ以上又はすべてを意味する。

【0016】

同様に、本願において、数値の範囲を端点まで列挙したものは、その範囲に包含されるすべての数値を含む(例えば、1～5は、1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、5などを含む)。

【0017】

本願で使用する時、「室温」という用語は、約20～約25又は約22～約25の温度を指す。

【0018】

上記の本発明の「課題を解決するための手段」は、本発明の開示した各実施形態又はすべての実現形態を説明することを意図したものではない。以下の説明により、例示的な実施形態をより具体的に例示する。本出願の全体にわたる複数箇所で、例のリストによって指針が与えられており、それらの例は、様々な組み合わせで使用されることができる。いずれの場合にも、記載したリストは、代表的な群としてのみ役立つものであり、排他的なリストとして解釈されるべきものではない。

【図面の簡単な説明】

【0019】

本発明について、図面を参照して更に説明することにする。

【図1】本発明の代表的な実施形態による歯科矯正ブラケット用ライナーの斜視図。

【図2】図1に示すライナーを有するブラケットの斜視図。

【図3】図1に示すライナーを有し、クリップを備える自己結紮ブラケットの斜視図。

【発明を実施するための形態】

【0020】

本発明は、医療器具に関し、具体的には、歯科矯正要素などの歯科要素、及び製作方法に関する。例示的な器具は、医療器具の表面上に設けられた高分子フィルムを備え、そのフィルムは、フッ素化ポリマーでできており、接着剤を有する処理表面を有している。フィルムの、接着剤を有する処理表面は、医療器具の表面に接触している。

【0021】

医療器具とは、ヒト若しくは他の動物における、疾患若しくは他の状態の診断での使用、又は、疾患の治療、緩和、処理、若しくは予防での使用を目的とするか、あるいは、ヒト又は他の動物の体の構造又は機能に作用することを目的とし、主たる使用目的のいずれも化学作用を通じて達成しないと共に主たる使用目的のいずれかの達成のために代謝されることのない構成部品又は付属品を備えた、器械、装置、用具、機械、考案品、インプラント、又は他の類似する若しくは関連する物品である。そのような器具には、インプラント、薬剤容器、義歯床用ライナー、医療用チューブ、ステント、カテーテルなどの医療器具、並びに、セラミック製ブラケット、非金属製ブラケット、金属製ブラケット、バッカルチューブ、バンド、金属製結紮糸、クリップ、アーチワイヤ、ヘッドギアチューブ、補助チューブ、クラスIIのコレクタ、ヘッドギア、手用器械、及び様々な他の道具を含めた様々な歯科器具が挙げられる。

【0022】

好ましい実施形態において、この医療器具は、アーチワイヤが係合するアーチワイヤスロットを有するブラケットと、アーチワイヤスロット内に設けられたライナーと、を有する歯科矯正要素である。ライナーは、フッ素化ポリマーでできた高分子フィルムであり、接着剤を有する処理表面を有している。ライナーの、接着剤を有する処理表面は、アーチ

10

20

30

40

50

ワイヤスロットに接触している。

【0023】

この好ましい歯科矯正の実施形態を参照すると、本発明の一実施形態による歯科矯正プラケット20が、図2に示されている。プラケット20は、細長いチャネル24を有するセラミック製プラケット本体22を有している。ライナー26は、嵌合する様式でチャネル24内にぴったりと受容されており、また図1に単独で示されている。

【0024】

プラケット本体22は、ベース28を有しており、このベース28は、プラケット20を直接患者の歯に取り付けるための複合輪郭を有している。本体22の唇側の面は、一対の離間した咬合側のタイウイング(tiewing)30、30と、近心ノッチ及び遠心ノッチを有する歯肉側のフック32と、を備えている。本体22のチャネル24は、本体22の中央の近心-遠心軸に沿って、近心側の側部34からその反対側の遠心側の側部35に延びている。一対の対向する面取りされた壁区分36が、本体22の唇側の面とチャネル24との間に位置しており、アーチワイヤをライナー26に挿入するのを容易にしている。

【0025】

ライナー26(図1及び2)は、底側の壁38と、咬合側の壁40と、歯肉側の壁42と、を有する中央部分を備えている。咬合側の壁40と歯肉側の壁42は、互いに平行であり、底側の壁38に垂直な方向に延びている。壁38、40、42は、長手方向に横切る基準平面においてU字形状の構成を有するアーチワイヤスロット43を示している。アーチワイヤスロット43のU字形状の外形は、同様の横断面寸法を有する矩形のアーチワイヤの横断面形状と合致しており、したがって、エッジワイス療法として知られる技法による歯科矯正処置のために、アーチワイヤを縫り嵌めの関係で相補的に受容するようになされている。

【0026】

図2を参照すると、ライナー26は、それぞれ近心側の側部34及び遠心側の側部35を越えて延びる近心側の末端部分44と遠心側の末端部分46とを備えている。図1に示されているように、ライナー26の末端部分44、46の双方は、咬合方向に延びる咬合側の区分48と、歯肉方向に延びる歯肉側の区分50と、舌方向に延びる舌側の区分52と、を備えることができる。区分48、50、52は、所望によるものであり、それぞれの下にある側部34、35に平行な(及びぴったりと接触する)方向に延びている。図2に示すプラケット20において、近心側及び遠心側の側部34、35は、アーチワイヤスロット43の長手方向軸に垂直であり、したがって、ライナーの末端部分44、46の折り返された区分48、50、52は、アーチワイヤスロット43の長手方向軸に実質的に垂直な、それぞれの共通の基準平面において延びている。しかしながら、アーチワイヤスロットの長手方向軸に対して90度以外の角度で延びる近心側及び遠心側の側部を備える、本発明によるプラケットを構成することも可能であり、この場合、ライナーの折り返された末端部もまた、90度でない実質的に同じ角度で延びることになる。区分48、50、52は、所望によるものであり、セラミック製アーチワイヤスロットを幾分か更に保護している。あるいは、ライナー26は、アーチワイヤスロット43を完全に覆って嵌められてもよい。

【0027】

別の実施形態において、医療器具は、アーチワイヤが係合するアーチワイヤスロットを備えるプラケットと、アーチワイヤスロット内に設けられたライナーと、プラケットベースから外向きに延びる近心側及び遠心側の突出部に嵌り、アーチワイヤをアーチワイヤスロット内に取り外し可能に保持する近心側及び遠心側のクリップと、を備える歯科矯正要素である。ライナーは、フッ素化ポリマーでできた高分子フィルムであり、接着剤を有する処理表面を有している。ライナーの、接着剤を有する処理表面は、図3に示すように、アーチワイヤスロット及び両方の突出部に接触している。

【0028】

図3の歯科矯正の実施形態を参照すると、本発明の一実施形態による歯科矯正プラケツ

10

20

30

40

50

ト100が示されている。ブラケット100は、細長いチャネル124を備えている。ライナー126（図1に示すライナー26と類似）は、嵌合する様式でチャネル124内にぴったりと受容されている。

【0029】

装具100は、ベース112を備えており、このベース112は、接着剤を使用することによって、装具を患者の歯のエナメル質に接合するためのものである。好ましくは、ベース112は、外向きに面する凹状の複合輪郭を有しており、この凹状の複合輪郭は、ベース112が接合される患者の歯の表面の凸状の複合輪郭と合致する。所望により、ベース112は、溝、粒子、くぼみ、アンダーカット、化学的な結合増強用材料又は任意の他の材料若しくは構造、あるいは、装具100を直接患者の歯の表面に接合するのを容易にする、前述のものの任意の組み合わせを備える。

10

【0030】

本体114は、概ね頬唇の方向にベース112から外向きに延びている。本体114は、近心側の本体部分116と、その近心側の本体部分116から離間した遠心側の本体部分118と、を備えている。この実施形態において、部分116、118の各々は、咬合側のタイティング120と、歯肉側のタイディング122と、を備えているが、タイティング120、122の1つ以上が、所望により省かれことがある。好ましくは、図3に示すように、本体114（本体部分116、118を含む）は、ベース112に一体に結合されており、本体114とベース112は、単一の一体型構成要素を形成している。

20

【0031】

また、装具100は、本体部分116、118に固定されたアーチワイヤスロットライナー124を備えている。アーチワイヤスロットライナー124は、アーチワイヤスロット126の咬合側、歯肉側、及び舌側の側部を画定している。アーチワイヤスロット126は、本体部分116、118のチャネルを通過することを含めて、装具100の全体にわたって概ね近心-遠心方向に長手方向に延びている。アーチワイヤスロットライナー124は、幾分か「T字形状」を成す近心の延びを有して、ネック134及びヘッド132によって示される概ねT字形状の外形と合致するようになっていてもよい。しかしながら、他の構造もまた可能である。

20

【0032】

装具100は、それぞれ近心側の本体部分116及び遠心側の本体部分118に一体に結合される近心側の支柱128と遠心側の支柱130とを備えている。支柱128、130は、互いからそして本体114から離れる反対側の方向に外向きに延びている。好ましくは、各支柱128、130は、アーチワイヤスロット126の長手方向軸に平行な基準軸に沿って延びる。近心側の支柱128は、最も外側のヘッド132と、ネック134とを備えており、このネック134は、ヘッド132と近心側の本体部分116とを一体に結合する。

30

【0033】

また、装具100は、アーチワイヤをアーチワイヤスロット内に取り外し可能に保持するためのラッチを備えている。図示の実施形態において、ラッチは、近心側の支柱128に結合される近心側のクリップ136と、遠心側の支柱130に結合される遠心側のクリップ138と、を備えている。

40

【0034】

歯科矯正ブラケットは、多結晶若しくは単結晶セラミック、有機ポリマー（例えば、ポリカーボネート、ポリアクリル）、金属、又はこれらの組み合わせ（例えば、有機／無機複合材料）で作られることができる。特定の実施形態では、歯科矯正ブラケットは、多結晶セラミックで作られる。

【0035】

特定の実施形態で、セラミック製ブラケットは、上に重なる材料の接着を増進するために、例えば、シラン、ジルコン酸塩、チタン酸塩、又はこれらの組み合わせを含む接着増進材料で処理することができるが、金属製ブラケットは、シランで処理されることができ

50

る。そのような処理手順及び材料の例が、PCT国際特許出願公開第00/69393号及び米国特許第6,960,079号に記載されている。

【0036】

歯科矯正要素のライナー（又は他の器具の高分子フィルム）は、好ましくは、少なくとも12.5ミクロン厚である。歯科矯正要素のライナー26（又は他の医療器具の高分子フィルム）の最大厚さは用途に依存し、典型的には、500ミクロン厚以下、多くの場合、250ミクロン厚以下、更に多くの場合、125ミクロン厚以下である。

【0037】

歯科矯正要素のライナー（又は他の医療器具の高分子フィルム）を作るために使用される材料は、少なくとも1つのフッ素化ポリマーを含んでいる。フッ素原子は、主鎖、側鎖、又はこれらの組み合わせに存在することができる。特定の実施形態で、フッ素化ポリマーは過フッ素化される。フッ素化ポリマーは、ホモポリマー又はコポリマー（即ち、ターポリマー、テトラポリマーなどを含む、2種以上の異なるモノマーから調製されたポリマー）であることができる。

10

【0038】

ライナーを作るために使用される材料は、ポリマーのブレンドであってもなくてもよい。フッ素化ポリマーのブレンドは、2種以上のフッ素化ポリマーのブレンド（FEP（フッ素化エチレン-プロピレンコポリマー）/THV（テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン-フッ化ビニリデンターポリマー）のブレンドなど）、又はフルオロポリマーと非フッ素化ポリマーのブレンド（PMMA（ポリメタクリル酸メチル）/PVDF（二フッ化ポリビニリデン）、PVDF（二フッ化ポリビニリデン）/PEMA（ポリメタクリル酸エチル）、及び、二フッ化ポリビニリデンとポリ酢酸ビニル、の相溶性ブレンドなど）のいずれかであることができる。

20

【0039】

フッ素化ポリマーは、エラストマー、熱可塑性、又は熱硬化性となることができる。特定の実施形態で、フッ素化ポリマーは熱可塑性である。所望により、歯科矯正要素のライナー（又は他の医療器具の高分子フィルム）は、共押出層を有していてもよく、その共押出層は、フッ素化若しくは非フッ素化ポリマー（例えばポリオレフィン）、又は接着材料を有していてもよい。

30

【0040】

特定の実施形態で、フッ素化ポリマーは結晶質である。好ましくは、結晶化度のレベルは、30%超である。これは、示差走査熱量計（DSC）を使用することによって測定することができる。

【0041】

特定の実施形態で、フッ素化ポリマーは、少なくとも3.32106E-20グラム（20,000ダルトン）、他の実施形態で、少なくとも8.30265E-20グラム（50,000ダルトン）、更に他の実施形態で、少なくとも1.66053E-19グラム（100,000ダルトン）の重量平均分子量を有する。

【0042】

好適なフッ素化ポリマーの例には、テトラフルオロエチレンホモポリマー（ポリテトラフルオロエチレン、つまり「PTFE」など）；テトラフルオロエチレンコポリマー（E.I.デュポン・ドウ・ヌムール社（E.I. DuPont de Nemours and Co.）（デラウェア州ウィルミントン（Wilmington））からTEFZELの商標名で入手可能なエチレン-テトラフルオロエチレンコポリマー、及び、テトラフルオロエチレンとヘキサフルオロプロピレンとからなる、フッ素化エチレン-プロピレンコポリマーつまり「FEP」など）；ヘキサフルオロプロピレンコポリマー（3M・ダイニオン社（3M Dyneon）（ミネソタ州オークデール（Oakdale））からのヘキサフルオロプロピレン-テトラフルオロエチレン-エチレンつまり「HTE」のフッ素樹脂ターポリマーなど）、フッ化ビニリデンホモポリマー（ベデカープラスチクス社（Boedeker Plastics, Inc.）（テキサス州シャイナー（Shiner））から商標標記KYNARで入手可能な二フッ化ポリビニリデンつまり「PVDF

40

50

F」など) ; フッ化ビニリデンコポリマー(例えば3M・ダイニオン社から入手可能な、テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン-フッ化ビニリデンターポリマ-つまり「THV」、及び、ソルベイ・ソレクシス社(Solvay Solexis)(ニュージャージー州ソロフェア(Thorofare))からTECNOFLONの商標標記で入手可能な、フッ化ビニリデンとヘキサフルオロプロピレンのフルオロエラストマーコポリマー) ; フッ化ビニルホモポリマー(デュポン・ドゥ・ヌムール社(デラウェア州ウィルミントン)からTEDLARの商標標記で入手可能なものなど) ; フッ化ビニルコポリマー；クロロトリフルオロエチレンホモポリマー(3M社(3M Co.)(ミネソタ州セントポール(St. Paul))からKEL-Fの商標名で、及び、ハニーウェル社(Honeywell)(ミネソタ州ミネアポリス(Minneapolis))からACLARの商標名で入手可能なものの「PCTFE」) ; クロロトリフルオロエチレンコポリマー(ソルベイ・ソレクシス社(ニュージャージー州ソロフェア)からHALARの商標名で入手可能な、エチレンクロロトリフルオロエチレンつまり「ECTFE」など) ; ペルフルオロビニルエーテルコポリマー(3M・ダイニオン社から入手可能な、テトラフルオロエチレンとペルフルオロピルビニルエーテルつまり「PFA」のコポリマーなど) ; 非晶質フルオロポリマー(3M・ダイニオン社によるテトラフルオロエチレン-ペルフルオロメチルビニルエーテルのコポリマー、及び、E.I.デュポン・ドゥ・ヌムール社(デラウェア州ウィルミントン)からTEFLON(登録商標)AFの商標名で、ベレックス・インターナショナル社(Bellex International Corp.)(デラウェア州ウィルミントン)からCYTOPの商標名で、また、3M・ダイニオン社(ミネソタ州オークデール)からFLUORELの商標名で入手可能なものなど)、又はこれらの組み合わせが挙げられる。
10
20

【0043】

特定の実施形態において、フッ素化ポリマーは、エチレン、プロピレン、塩化ビニリデン、塩化ビニル、又はこれらの組み合わせなどの非フッ素化モノマーから誘導されたコポリマーである。そのようなポリマーの例には、プロピレン-テトラフルオロエチレンコポリマー、ソルベイ・ソレクシス社(ニュージャージー州ソロフェア)からHALARの商標名で入手可能なエチレン-クロロトリフルオロエチレンつまり「ECTFE」、及び、E.I.デュポン・ドゥ・ヌムール社(デラウェア州ウィルミントン)からTEFZELの商標名で入手可能なエチレン-クロロトリフルオロエチレンコポリマーが挙げられる。
30

【0044】

フルオロポリマーは、概して摩擦係数が低く、概して化学安定性が高く、概して汚染に対する耐性が高いために、本出願において望ましい。しかしながら、不都合にも、フルオロポリマーは、他の基材に接着するのが困難となることがある。これは、本発明において接着剤の使用により、また、特定の実施形態においては、様々な表面機能化をもたらすための、プライマーの使用を含めた様々な技法を用いた表面活性化により克服される。
30

【0045】

したがって、特定の実施形態で、高分子フィルム(例えば、歯科矯正ブラケット内のライナー)の少なくとも1つの表面が、熱的に(特に、部分的にフッ素化された材料に対して)、化学的に(例えば、レーザーアブレーションなどにおけるレーザー、酸エッティング、ナトリウムアミド処理、コロナ処理、電子ビーム加工、プラズマエッティング、グロー放電、若しくは火炎処理)、又は光化学的に(例えば、紫外線放射などの化学線)処理される。そのような表面改質法が、例えば、米国特許第4,743,327号(グロー放電反応)、同第6,057,414号(点火されたメタンプラズマ)、及び同第5,219,894号(熱分解)、特開2004/107593号(紫外線放射)、及び米国特許第4,219,520号、並びに、ブレナン・J.(Brennan, J.)の博士論文「ポリ(フッ化ビニリデン)の表面化学(Surface Chemistry of Poly(vinylidene fluoride))」(1991年)(ナトリウム/アンモニアの表面改質)に記載されている。この処理表面は、好ましくは、接着剤を有し、高分子フィルムと接着剤との接着力を強化する。
40

【0046】

特定の実施形態で、高分子フィルム(例えば、歯科矯正ブラケット内のライナー)の少
50

なくとも 1 つの表面が、プライマーでの処理を通じて活性化される。好適なプライマーは、充填されていないか又はわずかに（例えば 15 重量 % 未満の充填剤で）充填された樹脂である。ポリマー表面は、アミン（脂肪族又は芳香族）、ポリエチレンイミン、ホスフィン、フェノール、チオフェノール、フェノラート、チオフェノラート、チオエーテル、及びこれらの組み合わせなどの電子供与体化合物を含むプライマーを用いた光化学処理によって活性化されてもよい。また、ポリマー表面の化学的活性化は、テトラアルキル若しくはテトラアリールホスホニウム若しくはアンモニウム塩、クラウンエーテル、又はこれらの組み合わせなどの相間移動触媒の存在下で、水溶性の金属硫化物、金属硫化水素 (meta l hydrogen sulfide)、金属水酸化物 (metal hydroxide)、及びこれらの組み合わせなどの求核性化合物を含み得るプライマー液 (priming solution) を用いた処理によっても達成される。また、例示的なプライマーが、米国特許第 6,752,894 号及び同第 6,844,030 号、並びに米国特許出願公開第 2003/0049455 号及び同第 2005/0080212 号に開示されている。この下塗りされた表面は、好ましくは、接着剤を有し、高分子フィルムと接着剤との接着力を高める。

10

【0047】

特定の実施形態で、高分子フィルム（例えば歯科矯正ブラケット内のライナー）の少なくとも 1 つの表面は、プライマーで処理され、それと同時に及び / 又はその後に、熱的処理、光化学的処理、又は双方がなされる。一実施形態において、例えば、フルオロポリマー表面は、電子供与体化合物で処理され、また化学線に曝露され、好ましくは、電子供与体化合物は、フルオロポリマーを通じて化学線に曝露される。

20

【0048】

また、機能化は、あるポリマーが別のポリマーの表面の上にグラフトすることによって生じてもよい（例えば、フルオロポリマーを含有する高分子フィルム）。グラフトされるポリマーは、好ましい官能基を高分子主鎖又は側鎖のいずれかに有していてもよい。また、機能化されたポリマーは、官能基を含有するモノマーとの反応を介して、第 1 のポリマーの高分子表面において、その場で形成されグラフトができる。例えば、官能基を含有する高分子鎖がフルオロポリマー表面の上に放射線グラフトされてもよく、又は、所望の官能基を有するモノマーが、フルオロポリマー表面から放射線グラフトされても、つまり「成長 (grown)」してもよい。加えて、適切な官能基を含有するか又はポリマー表面から成長したポリマーを、ペルオキシ基の熱開裂から生じたラジカル部位を介して熱的にグラフトするために、ペルヒドロオキシド又は他のペルオキシ化合物などの化学剤が使用されてもよい。このグラフトされた表面は、好ましくは、接着剤を有し、高分子フィルムと接着剤との接着力を高める。

30

【0049】

接着力を高めるための望ましい化学官能基を接着剤に生じさせるように、フルオロポリマー表面が改質されることに加えて、例えば、高分子表面の化学的改質と物理的改質の双方によって接着力が改善される程度に、何らかの物理的な粗面化が生じてもよい。

【0050】

化学官能基は、フルオロポリマー表面の中に不規則に組み込まれてもよく、また、パターン化されてもよい。不規則な混入が好ましい。

40

【0051】

また、ポリマー表面のうちの外側の数ミクロン以下のみを改質して、フルオロポリマーの嵩の変化を制限するようにすることが好ましい。更に、フルオロポリマーフィルムの一方の側のみが改質され、反対側の表面の表面特性、例えば、半透明性、耐汚染性、摩擦特性、及び他の物理的特性が残されることが好ましい。

【0052】

したがって、好ましい表面活性化プロセスにより、高分子フィルムの処理表面側は、器具（例えば歯科矯正ブラケット）表面への優れた接着力に寄与し、一方で、高分子フィルムの半透明性又は透明性など、高分子フィルムの望ましい特性を維持することが可能となる。これは、接着剤と化学的に相互作用する化学的官能基の形成によって生じると考えら

50

れている。この相互作用は、結果として、フルオロポリマーと接着剤との間の強固な結合を形成する、最も好ましい化学結合をもたらすことがあり、また、より弱いファンデルワールス力、あるいは化学結合とファンデルワールス力の双方を伴うことがある。フルオロポリマー表面上の官能基（例えば、アミン又はヒドロキシル基）と接着剤（例えば、ケトン若しくはアルデヒド又はカルボン酸）との間の水素結合は、改質されたポリマー表面と接着剤との間の接着力を改善することができるもう1つの方法である。

【0053】

低い割合であっても極性のある又は親水性のある官能基が、フルオロポリマー表面上に形成されると、結果として、フルオロポリマーへの接着剤の濡れが改善され、それによって接着力が改善される。好適な官能基の例には、ヒドロキシル基、エーテル基、エポキシ基、ペルオキシ基（ヒドロペルオキシを含む）、カルボン酸又はエステル基、カルボニル基（ケトン及びアルデヒドを含む）、イソシアネート基及びチオイソシアネート基、メルカプタン（-SH）基、スルフィド基、スルホン酸基、アミン基（第一、第二、又は第三）、イミン基、並びに炭素-炭素二重結合及び三重結合が挙げられる。10

【0054】

特定の実施形態で、好ましい官能基には、カルボン酸、カルボン酸エステル、硫化物、及びエーテル官能基が挙げられる。特定の実施形態で、好ましい官能基には、ケトン、アルデヒド、ペルオキシ（ヒドロペルオキシを含む）、及びエポキシ官能基が挙げられる。特定の実施形態で、好ましい官能基には、アミン（求核的な性質、及びエポキシなどの接着剤内で官能基と共有結合する能力により、第一及び第二アミンが第三アミンよりも好ましい）、イミン、メルカプタン、ヒドロキシル、並びに炭素-炭素二重及び三重結合が挙げられる。化学官能基の組み合わせが、接着力の改善のために使用されてもよいが、特定の接着剤のための、より高密度の最も好ましい官能基が、表面に存在することが好ましい。例えば、エポキシ接着剤が使用される時、アミンが、表面においてエーテル基よりも高密度であることが好ましい。20

【0055】

接着剤に応じて、異なる官能基が、望ましい結果をもたらすように選択されてもよい。典型的には、化学基は、求核性、求電子性、更にはラジカル開始性として特徴付けができる。求核基は、エポキシ及びアクリレートなどの接着剤に最も好ましい。アミン及びメルカプタンは、求核基の例であり、これらは、エポキシなどの接着層において、化学官能基との化学反応を開始することができ、それによって、強固な化学結合を生じ、機能化フルオロポリマーと接着剤との間の強固な接着を促進するため、望ましいものである。また、表面のアミンは、接着剤内の官能基、例えばカルボン酸又は他のカルボニル官能基と水素結合することができ、またその逆に、フルオロポリマーの表面上のカルボン酸基が、接着剤内のアミンと水素結合してもよい。ヒドロペルオキシ及びペルオキシ化合物は、ラジカル反応開始剤の例であり、これらは、熱活性化されると、アクリレートを含む多数の様々な接着剤と架橋することができる。30

【0056】

また、表面の求電子基（例えば、エポキシ、イソシアネート）は、機能化フルオロポリマーと接着剤との間の接着力を強化するために使用されるタイプのポリマー表面改質において使用される。一例として、フルオロポリマーの表面における安定な求電子基は、例えば、四塩化チタンなどのルイス酸で処理され、次いで接着剤内からの求核体を持つ表面の求電子基（例えば、アミン又はチオール）と反応する表面のヒドロキシル基から形成することができる。もう1つの例は、例えば、フルオロポリマー表面（例えば、アミン、チオール）上で求電子部位と反応し、それによって強固な共有結合を形成することができるエポキシ接着剤内のエポキシ基などの安定な求電子基を接着剤に供給することである。エポキシ基は、上述のようにルイス酸で処理することによって、更に求電子性にことができる。

【0057】

特定の実施形態で、高分子フィルム／接着剤の組み合わせを設けられる医療器具の表面

10

20

30

40

50

(例えばアーチワイヤスロット)は、更に接着力を強化するためにプライマーで処理される。好適なプライマーは、充填されていないか又はわずかに(例えば15重量%未満の充填剤で)充填された樹脂である。例示的なプライマーが、米国特許第6,752,894号及び同第6,844,030号、並びに米国特許出願公開第2003/0049455号及び同第2005/0080212号などで、本明細書において先に開示されている。

【0058】

特定の実施形態で、処理された高分子フィルム(例えば、歯科矯正ブラケット用ライナー)は、半透明又は透明である。本願において使用する時、「半透明」とは、フィルムが光を通過させるが、反対側の物体が明瞭には見えないように光を拡散させることを意味し、「透明」とは、フィルムが、反対側の物体が明瞭に見えるように、光を殆ど又は全く拡散させることなく透過させることを意味する。

10

【0059】

特定の実施形態で、接着剤は、高分子フィルム(例えば、歯科矯正ブラケット用ライナー)を表面(例えば、歯科矯正ブラケットのアーチワイヤスロット)に取り付けるために使用される。接着剤は、別個の層が識別可能にならないか、又は、高分子フィルムが、フッ素化ポリマーフィルムと、そのフィルムの処理された表面上に設けられた接着剤の別個の層とを備えることができるよう、高分子フィルムに化学的に取り付けられることができる。

20

【0060】

好適な接着剤は、感圧性接着剤及びホットメルト接着剤を含めて、種々様々なものであることができる。好適な接着剤は、プライマーよりも充填剤の添加量の多い(例えば、少なくとも60重量%の充填剤)樹脂である。それらには、エポキシ、シリコーン、(メタ)アクリレート、ウレタン、シリコーンポリ尿素、又はこれらの組み合わせを挙げることができる。好適な市販の接着剤の例には、LOCTITE 3981エポキシ(ヘンケル社(Henkel Corp.) (コネチカット州ロッキー・ヒル(Rocky Hill))、SCOTCH-WELD 2216A/Bエポキシ接着剤(Epoxy Adhesive)(3M社(3M Co.)(ミネソタ州セントポール(St. Paul)))、及びSCOTCH-WELD DP-460エポキシ接着剤((3M社(3M Co.)(ミネソタ州セントポール(St. Paul)))が挙げられる。

30

【0061】

特定の実施形態で、接着剤は半透明又は透明である。特定の実施形態で、接着剤は、耐汚染性をも持つように選択される。

【0062】

接着剤は、更なる強度をもたらすための充填剤、架橋剤、レオロジー変性剤(例えば米国特許第6,126,922号に記載)、熱安定性のための添加剤などを含めた、様々な添加剤を有することができる。それらはまた、シラン、ジルコン酸塩、チタン酸塩などの接着促進剤を含有してもよい。

40

【0063】

特定の実施形態で、好適なライナー/接着剤の組み合わせは、少なくとも2時間にわたって100の水中でブラケットに付着するものである。特定の実施形態で、ブラケットに対する好適なライナー/接着剤の組み合わせの剥離強度は、少なくとも1.9N/cm(2ポンド毎インチ)、好ましくは少なくとも4.8N/cm(5ポンド毎インチ)、より好ましくは少なくとも9.6N/cm(10ポンド毎インチ)、更により好ましくは少なくとも14.5N/cm(15ポンド毎インチ)である。

【実施例】

【0064】

本発明の目的及び利点について、以下の実施例によって更に説明する。しかしながら、これらの実施例に記載する特定の材料及びその量、並びに他の条件及び詳細は、本発明を不適に限定するように解釈されるべきでないことに留意されたい。特に明記しない限り、すべての部及び百分率は重量によるものであり、すべての水は脱イオン水であり、すべて

50

の分子量は重量平均分子量である。すべての化学物質及び試薬は、シグマアルドリッヂ社 (Sigma-Aldrich, Corp.) (ミズーリ州セントルイス (St. Louis)) から入手したものである。

【0065】

本願において使用する時、各用語は以下の通りである。

【0066】

「FEP」は、テトラフルオロエチレンとヘキサフルオロプロピレンのコポリマー (3M社 (ミネソタ州セントポール) / ダイニオン LLC社 (Dyneon LLC) (ミネソタ州オークデール)) を指す。

【0067】

「THV」は、3M社 (ミネソタ州セントポール) / ダイニオン LLC社 (ミネソタ州オークデール) から THV 800 の商標標記で入手可能な、テトラフルオロエチレンと、ヘキサフルオロプロピレンと、フッ化ビニリデンのコポリマーを指す。

【0068】

「PFA」は、テトラフルオロエチレンとペルフルオロビニルエーテルのコポリマー (E.I.デュポン・ドウ・ヌムール社 (デラウェア州ウィルミントン)) を指す。

【0069】

「PTFE」は、ポリテトラフルオロエチレン (3M社 (ミネソタ州セントポール) / ダイニオン LLC社 (ミネソタ州オークデール)) を指す。

【0070】

「LOCATE」は、ヘンケル社 (コネチカット州ロックヒル) から LOCATE 3981 の商標標記で市販されているエポキシ接着剤を指す。

【0071】

「SCOTCH-WELD」は、3M社 (ミネソタ州セントポール) から SCOTCH-WELD 2261 の商標標記で入手可能な二液型半透明エポキシ接着剤を指す。

【0072】

「SCOTCBOND」は、3M社 (ミネソタ州セントポール) から ADPER SCOTCBOND 多目的接着剤 (Multi-Purpose Adhesive) の商標標記で入手可能なメタクリレート系の歯科接着剤を指す。

【0073】

「KEN-REACT」は、ケンリッチ・ペトロケミカルズ社 (Kenrich Petrochemicals Inc.) (ニュージャージー州ベイヨーン (Bayonne)) から Ken-React KZ-TPP の商標標記で入手可能なカップリング剤を指す。

【0074】

グリシジルオキシプロピルトリメトキシシラン溶液を用いたシラン処理
37.0 g のエチルアルコールに、0.5 g のグリシジルオキシプロピルトリメトキシシラン (GEシリコーンズ社 (GE Silicones) (コネチカット州ダンベリー (Danbury)) から入手可能な SILQUEST A-187) 、12.45 g の水、及び 0.05 g の冰酢酸を加えて、プライマー液とした。プライマー液の層をアルミナ基材の上に塗り、対流式オープンで 1 時間にわたって 600 度焼いた。基材を室温に冷却した後、プライマー液の第 2 の層を塗り、引き続き 100 度更に 1 時間にわたって焼いた。次いで、処理されたアルミナを取り出し、室温まで冷却した。基材の下塗りされた表面をエチルアルコールで穏やかにすすぎ、結合していないシランを除去した。最後に、下塗りされた基材を空气中で乾燥し、直ちに接着結合に使用した。

【0075】

3M E S P E R e l y - X ブランドのセラミックプライマーでのシラン処理

先端に発泡体の付いたブラシを使用して、Rely-X セラミックプライマー (Ceramic Primer) (3M社 (ミネソタ州セントポール) から入手可能) をアルミナ基材の表面に塗布した。次いで、基材を 1 分間当たり 5 の傾斜率 (ramp rate) で 700 に加熱し、1 時間にわたって保ち、有機成分を分解した。次いで、加熱炉の電源を断ち、アルミナ

10

20

30

40

50

を室温に冷却した。次いで、Rely-Xセラミックプライマーの第2の層を塗布し、100で1時間にわたって焼き、室温に冷却した。基材の下塗りされた表面をエチルアルコールで穏やかにすすぎ、結合していないシランを除去した。最後に、下塗りされた基材を空气中で乾燥し、直ちに接着接合に使用した。

【0076】

汚染試験

標準的な外観試験を用いて、フルオロポリマーフィルムの試料の耐汚染能力を測定した。使用した汚染剤は、入れたてのフレンチロースト(French Roast)コーヒー、リプトン(LIPTON)ブランドのペコー(Pekoe)をカットした紅茶(1つのティーバッグを1杯の湯に5分間にわたって浸した)、ラグ(RAGU)ブランドのオールド・ワールド・スタイル(Old World Style)スパゲティソース、及びフレンチ(FRENCH'S)ブランドのクラシック・イエロー(Classic Yellow)マスタードである。試料を、密封されたポリプロピレン容器内の各汚染剤に十分に浸漬し、60のオープンに1日、1週間、及び2週間の期間にわたって置いた。汚染の程度を、汚染されていない对照標準と比較して視覚的に判断した。

10

【0077】

液槽式熱衝撃試験

試験チャンバモデル(Test Chamber Model)No.LTSI-2-CHA(ESPEC社(ESPEC Corporation)(ミシガン州グラントラピッズ(Grand Rapids)))を使用して、プラケット試料の熱サイクルを達成した。接着接合されたフルオロポリマー試験試料を、一方は5にもう一方は55に維持された2つの一定温度の水槽に交互に浸漬した。試料を1サイクル当たり30秒間にわたって各槽に入れた。各試料に、剥離強度試験に先立って1000サイクルを与えた。

20

【0078】

剥離強度試験

インスツルメンツ社(Instrumentors Inc.)SP-2000滑り/剥離試験機(Slip/Peel Tester)(IMASS社(IMASS Inc.)マサチューセッツ州アコード(Accord))を使用して、ライナーとプラケットの間の接着の品質を測定した。まず、幅1.27cm(0.5インチ)、長さ約3.175cm(1.25インチ)のフルオロポリマーストリップを、所与の接着剤を使用して基材材料に接合した。次いで、1分間当たり15.24cm(6インチ)の剥離速度での動的平衡状態で、ストリップを基材に対して180°の角度で剥離することによって、1秒間の遅延と5秒間の剥離強度平均化時間を伴って剥離強度を得た。試料の時間平均剥離強度を2で乗算することによって、剥離強度をポンド毎インチ(ppi)単位で求めた。記載した各剥離強度の値は、2回から4回の反復測定の平均値である。

30

【0079】

古典的な摩擦の試験

QTEST/5機械的試験機(MTSシステムズ社(MTS Systems Corporation)(ミネソタ州エデンプレイリー(Eden Prairie)))用の特注治具を使用して、アーチワイヤとプラケットとの間の古典的な摩擦を測定した。結紮ワイヤによって加えられる垂直力をデジタル式で監視する6軸センサーと接続された支柱に、試験用のプラケットを接合した。ワイヤをプラケットのスロットに1分間当たり0.1mmの速度で通すのに必要な力を、9.07kg(20ポンド)のロードセルを使用して測定した。ワイヤを通すのに必要な力を2で除算したものに等しい平均動摩擦力及び平均垂直力を、6つの垂直力、400g、600g、100g、300g、200g、及び500g(試験の順に記載)の各々に対して計算した。平均垂直力に対する平均動摩擦力のプロットに適合する線形回帰線の傾きとして、動摩擦力係数を求めた。

40

【0080】

(実施例1~5)

実施例1~5において、有機溶剤又は水中に有機アミンを含有するプライマー液を使用

50

して、フルオロ熱可塑性フィルムの光化学的な改質を達成した。この澄んだプライマー液は、2.0 g のメタノールを0.4 g のポリエチレンイミン液（製品番号40,870-0、純度99%、シグマアルドリッヂ社（ミズーリ州セントルイス）製）及びN,N-ジメチルアニリン（製品番号515124、純度99%、シグマアルドリッヂ社（ミズーリ州セントルイス）製）2滴に加えて調製したものである。プライマー液4滴を、5.08×7.62 cm (2×3インチ) のガラス顕微鏡スライドに置いた。次いで、フルオロポリマーフィルム（25.4ミクロン（1ミル）～406.4ミクロン（16ミル）の厚さを有する）の5.08×7.62 cm (2×3インチ) の矩形片をスライドの上に置いて、フィルムとスライドとの間に溶液を挟んだ。気泡を穏やかに押し出して、フィルム表面とスライド表面の双方が、メタノール液で十分に湿潤されるようにした。次いで、スライド、エッチング液、及びポリマーフィルムアセンブリを、45.72 cm (18インチ) 、15ワットの6つの殺菌紫外線（UV）ランプ（G15T8）（ゼネラルエレクトリック社（General Electric Company）（コネチカット州フェアフィールド（Fairfield））の列の下方に置いた。フィルムアセンブリを、ランプから2.54 cm (1インチ) 離れたフィルムの上面に、ぴったりと置いた。

10

20

【0081】

紫外線曝露が完了した後、フルオロポリマーフィルムをガラススライドから取り外し、水で2分間にわたって完全にすすぎ、最後にアセトンですすいで、残留するプライマー液を除去した。次いで、フィルムを周囲温度で空気中で乾燥させた。フルオロポリマーは、アセトンですすいだ後の1時間以内に結合した。改質されたフルオロポリマーフィルムを、アルミナ基材（厚さ635ミクロン（0.025インチ）、純度96%、クアーズテック社（CoorsTek）（コロラド州グランドジャンクション（Grand Junction））製）に対して積層し、以下で述べるように接着層を下塗りした。実施例1～5の調製において用いられた曝露時間、フルオロポリマーの種類、フルオロポリマーの厚さ、基材の種類、及び接着剤の種類が、表1に示されている。

【0082】

【表1】

表1. 基材と結合する、紫外線でエッチングされたフルオロポリマーの例

実施例	紫外線曝露時間(分)	フルオロポリマー	フィルムの厚さ (ミクロン) (ミル)	基材	接着剤
1	15	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミナ	LOCTITE
2	15	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミナ	LOCTITE
3	15	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミナ	LOCTITE
4	15	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミナ	SCOTCH-WELD
5	20 ^(c)	PTFE	229ミクロン (9ミル)	アルミナ ^(a)	LOCTITE ^(b)

^(a) グリジルオキシプロピルトリメトキシシランプライマー液で更に下塗りした^(b) 1重量パーセントのKEN-REACTカップリング剤を含有していた^(c) 10分間の紫外線曝露の後にエッチング液を水でフルオロポリマーフィルムからすすぎ落とし、次いで、新たなエッチング液を塗布し、フィルムアセンブリを10分間にわたって再び紫外線に曝露した

【0083】

接合用のアルミナ基材を調製するために、SCOTCHブランド1280サーキット・プレイティング(Circuit Plating)テープ(107ミクロン(4.2ミル)、3M社(ミネソタ州セントポール))の幅0.953cm(0.375インチ)の片を接合表面の3つの外側縁部に貼り付けて、1.91×3.81cm(0.75×1.5インチ)の矩形の接合表面を画定した。先端に発泡体の付いたブラシを使用して、エポキシ接着剤の薄い層を、接合表面、及びフルオロポリマーフィルムの2.54×3.81cm(1×1.5インチ)の片の表面に塗布した。エポキシでコーティングされた表面を互いに押し付け、目に見える気泡を穏やかに押し出して、接合が均一となるようにした。この構造を、シ

リコーンを下塗りされた 2 枚のポリエステル剥離ライナー（ 3 M 社（ミネソタ州セントポール））の間に挿入し、次いで、 2 枚の $5.08 \times 7.62 \text{ cm}$ (2×3 インチ) のガラススライドの間に再び挿入した。アセンブリ全体を、 1 つの大型の（収容能力 2.54 cm (1 インチ) 、幅 5.08 cm (2 インチ) ）金属製バインダークリップ（ B C 100 、ストック番号 99100 、オフィスインターナショナル社（ Office International Corp. ）（ニュージャージー州エジソン（ Edison ）））で、基材の中央の下で互いにしっかりと保持した。エポキシの硬化は、アセンブリを 100 の強制空気オーブンに 50 分間にわたって置くことによって達成された。

【 0084 】

調製に続いて、接合されたフルオロポリマーフィルムのいくつかを温度サイクル（液槽式熱衝撃試験を参照）にさらし、その他を水中で 2 時間にわたって煮沸し、残りのフィルムをそのままで使用した。先に述べた実験手順に従って、接合されたフィルムの剥離試験を続けた。また、剥離試験中に分離が生じた場所として定義される破壊モードも記載した。先行試験の条件付け、測定された剥離強度、及び破壊モードを、実施例 1 ~ 5 について以下の表 2 に示す。

10

【 0085 】

【 表 2 】

20

表 2. 実施例 1 ~ 5 における剥離試験の結果

30

実施例	条件	剥離強度	破壊モード
1	調製後のまま	22.2 N/cm (12.7 ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤
2	温度サイクルを実施	0.333 N/cm (0.190 ppi)	アルミナにおける接着剤
3	水中で 2 時間にわたって煮沸	10.8 N/cm (6.18)	アルミナにおける接着剤
4	調製後のまま	16.1 N/cm (9.21)	フルオロポリマーにおける接着剤
5	調製後のまま	2.02 N/cm (1.15)	フルオロポリマーにおける接着剤

【 0086 】

（実施例 6 ~ 11 ）

実施例 6 ~ 11 について、水性のプライマー液を使用して光化学的な改質を行った。ここで、エッティング液は、 0.2 g のテトラブチルホスホニウムプロマイド（ 製品番号 189138 、純度 98 % 、シグマアルドリッヂ社（ ミズーリ州セントルイス ）製）及び 2.0 g の硫化ナトリウム九水和物（ 製品番号 208043 、純度 98 % 、シグマアルドリッヂ社（ ミズーリ州セントルイス ）製）を 5.5 g の水に加え、澄んだ溶液が観測されるまで室温で 20 分間にわたって攪拌することによって調製したものである。次いで、水溶液 4 滴を、 $5.08 \times 7.62 \text{ cm}$ (2×3 インチ) のガラス製顕微鏡スライドの表面に置いた。アセトンで濡らした実験用ワイプを使用して、フルオロポリマーフィルムの $5.08 \times 7.62 \text{ cm}$ (2×3 インチ) の片を清浄化した後、スライドの上に置いて、溶液をフィルムとガラススライドとの間に挟んだ。フィルムとガラスとの間の気泡を穏やかに追い出して、両表面が溶液によって十分に湿潤されるようにした。次いで、スライド、プライマー液、及びポリマーフィルムアセンブリを、 45.72 cm (18 インチ) 、 15 ワットの 6 つの殺菌紫外線（ UV ）ランプの列の下方に置いた。フィルムアセンブリを、ランプから 2.54 cm (1 インチ) 離れたフィルムの上面に、ぴったりと置いた。実施例

40

50

6～11で用いられた紫外線曝露時間及びフルオロポリマーの種類を、表3に記載する。

【0087】

紫外線曝露が完了した後、フルオロポリマーフィルムをガラススライドから取り外し、水で2分間にわたって完全にすすぎ、最後に、アセトン吹付けボトルを使用して、アセトンで15秒間にわたってすいで、残留するプライマー液を除去した。次いで、フィルムを空気中で周囲温度で60分間以下にわたって乾燥させた。実施例6～11において使用した基材の種類及び接着剤を、同様に表3に示す。

【0088】

【表3】

表3. 基材と接合する、紫外線でエッチングされたフルオロポリマーの実施例

実施例	フィルムの曝露時間	フルオロポリマー	フィルムの厚さ	基材	接着剤
6	20分間	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミニウム ^(a)	LOCTITE ^(b)
7	20分間	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミニウム ^(a)	LOCTITE ^(b)
8	20分間	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミニウム ^(a)	LOCTITE ^(b)
9	20分間	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミニウム ^(d)	SCOTCHBOND
10	20分間 ^(c)	PTFE	229ミクロン (9ミル)	アルミニウム ^(a)	LOCTITE ^(b)
11	20分間 ^(c)	PFA	45.7ミクロン (1.8ミル)	アルミニウム ^(a)	LOCTITE ^(b)

(a) グリシジルオキシプロピルトリメトキシシリコンプライマー液で更に下塗りした

(b) 1重量パーセントのKEN-REACTカッティング剤を含有していた

(c) 10分間の紫外線曝露の後にエッチング液を水でフルオロポリマーフィルムからすすぎ落とし、次いで、新たに

エッチング液を塗布し、フィルムアセソブリを10分間にわたりて再び紫外線に曝露した
(d) 3M ESPE Reley-Xブランドのセラミックプライマー（3M社（ミネソタ州セントポール））を使用してシラシ処理した

【0089】

すべての試料をアルミニウム基材に接合した。このことを達成するために、1280サーキット・プレイティング(Circuit Plating)テープの0.953cm(0.375インチ)幅の片を基材の3つの外側縁部に貼り付けることによって、3.81×3.81cm(1.5×1.5インチ)四方の接合表面を画定した。次いで、先端に発泡体の付いたブラシを使用し、黄色の安全光の下で、所与の接着剤の薄い層を接合表面に、更にフルオロポ

リマーフィルムの $2.54 \times 3.81\text{ cm}$ ($1 \times 1.5\text{ インチ}$)の矩形片の表面に塗布した。接着剤でコーティングされた2つの表面を互いに押し付け、目に見える気泡を押し出して、接合が均一となるようにした。この構造を、シリコーンを下塗りされた2つのポリエステル剥離ライナーの間に挿入し、次いで、 $5.08 \times 7.62\text{ cm}$ ($2 \times 1.5\text{ インチ}$)の2枚のガラススライドの間に再び挿入した。最後に、この構造全体を、1つの大型の金属製バインダークリップで、中央の下で互いにしっかりと締め付けた。

【0090】

実施例6、7、8、10、及び11では、LOC TITEエポキシ接着剤を接合に使用した。エポキシの硬化は、アセンブリを100℃の強制空気オーブンに50分間にわたって置くことによって達成された。実施例9では、SCOTCHBOND接着剤を接合に使用した。この場合、3M ESP E LIPARブランドの2500ハロゲン硬化ライト(Halogen Curing Light)(3M社(ミネソタ州セントポール))を60秒間にわたって使用して接着剤を照射することによって、硬化を達成した。金属製バインダークリップを取り外し、次いで、 236 W/cm (600ワット毎インチ)で動作するフュージョン(Fusion)Dバルブを備えたフュージョン(Fusion)UVシステムズ(Systems)UVプロセッサ(VPS-6電源、EPIQ 6000照射器、フュージョンUVシステムズ社(Fusion UV Systems Corp.)(メリーランド州ロックビル(Rockville)))に、 6.10 m (20フィート)毎分のライン速度でアセンブリを2回通すことによって、アセンブリを更に硬化した。最後に、硬化されたアセンブリを、強制空気オーブン内で25分間にわたって100℃でポストベークした。

10

20

【0091】

調製の後、いくつかのフィルムアセンブリを、液槽式熱衝撃試験に従って温度サイクルにさらし、その他を水中で2時間にわたって煮沸し、残りのフィルムをそのまままで使用した。先に述べた実験手順に従って、接合されたフィルムの剥離試験を続けた。また、剥離試験中に分離が生じた場所として定義される破壊モードも記載した。先行試験の条件付け、剥離強度、及び破壊モードを、実施例6～11について以下の表4に示す。

【0092】

【表4】

30

表4. 実施例6～11における剥離試験の結果

実施例	条件	剥離強度	破壊モード
6	調製後のまま	$>30.0\text{ N/cm}$ ($>17.1\text{ (a) ppi}$)	フルオロポリマーにおける接着剤
7	温度サイクルを実施	フィルム強度を超える	該当せず
8	水中で2時間にわたって煮沸	13.3 N/cm (7.57 ppi)	凝集
9	調製後のまま	4.43 N/cm (2.53 ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤
10	調製後のまま	4.38 N/cm (2.50 ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤
11	調製後のまま	4.87 N/cm (2.78 ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤

40

(a) フルオロポリマーが場合によっては裂け、接着力がフィルムの強度を超えていた

【0093】

(実施例12～21)

実施例12～21において、試料は、以下のように熱化学的な表面改質プロセスを受けた。エッティング液を調製するために、1.0gのテトラブチルホスホニウムプロマイド(

50

製品番号 189138、純度 98%、シグマアルドリッヂ社（ミズーリ州セントルイス）製）、3.0 g の硫化ナトリウム九水和物（製品番号 203043、純度 98%、シグマアルドリッヂ社（ミズーリ州セントルイス）製）、及び 3.0 g の水酸化カリウム（製品番号 221473、純度 85%、シグマアルドリッヂ社（ミズーリ州セントルイス）製）を、ねじ込みキャップ式ガラスジャー内の 60 mL の水に加え、その溶液を周囲温度で 20 分間にわたって強く攪拌した。次いで、キャップした溶液をオープンに置き、65 ℃ に加熱した。厚さ 127 ミクロン（5 ミル）又は 406 ミクロン（16 ミル）の THV フィルムの 5.08 × 7.62 cm (2 × 3 インチ) の片を、アセトンで濡らした実験用ワイプを使用して清浄化し、次いで、30 秒間から 5 分間の範囲の既定期間にわたって、エッティング液に浸した。こうして処理されたフィルムを取り出し、空气中で乾燥した。

10

【0094】

アルミナとステンレス鋼の基材（マクマスター・カー社（McMaster-Carr Co.）（米国イリノイ州シカゴ（Chicago））から入手可能な、0.953 cm (0.375 インチ) 厚の 17-4 ステンレス鋼の棒材であり、使用前に 3.81 cm (1.5 インチ) 四方の片に切断し研磨したもの）の双方を使用して、結合される試料を調製した。接合用の基材を調製するために、1280 サーキット・プレイティング（Circuit Plating）テープの幅 0.953 cm (0.375 インチ) の片を、接合表面の 3 つの外側縁部に貼り付けた。先端に発泡体の付いたブラシを使用して、接着剤の薄い層を、接合表面に、及び、フルオロポリマー・フィルムの 2.54 × 3.81 cm (1 × 1.5 インチ) の片の表面に塗布した。接着剤でコーティングされた表面を互いに押し付け、目に見える気泡を穏やかに押し出して、接合が均一となるようにした。この構造を、シリコーンを下塗りされた 2 つのポリエステル剥離ライナーの間に挿入し、次いで、5.08 × 7.62 cm (2 × 1.5 インチ) の 2 枚のガラススライドの間に再び挿入した。アセンブリ全体を、1 つの大型の金属製バインダークリップで、基材の中央の下で互いにしっかりと保持した。フルオロポリマーの種類、フィルムの曝露時間、フィルムの厚さ、基材の種類、及び接着剤を、以下の表 5 に示す。

20

【0095】

【表5】

表5. 基材と接合する、熱でエッチングされたフルオロポリマーの実施例

実施例	フルオロポリマー	フィルムの曝露時間	フィルムの厚さ	基材	接着剤
1 2	T H V	5分間	2 29ミクロン (9ミル)	アルミニナ ^(a)	LOCTITE ^(b)
1 3	T H V	5分間	2 29ミクロン (9ミル)	アルミニナ ^(a)	LOCTITE ^(b)
1 4	T H V	5分間	2 29ミクロン (9ミル)	アルミニナ ^(a)	LOCTITE ^(b)
1 5	T H V	5分間	2 29ミクロン (9ミル)	アルミニナ ^(a)	LOCTITE ^(b)
1 6	T H V	5分間	2 29ミクロン (9ミル)	アルミニナ ^(a)	LOCTITE ^(b)
1 7	T H V	5分間	2 29ミクロン (9ミル)	アルミニナ ^(a)	LOCTITE ^(b)
1 8	T H V	1分間	2 29ミクロン (9ミル)	アルミニナ ^(a)	LOCTITE ^(b)
1 9	T H V	5分間	2 29ミクロン (9ミル)	ステンレス鋼	LOCTITE ^(b)
2 0	T H V	5分間	2 29ミクロン (9ミル)	アルミニナ ^(c)	SCOTCHBOND
2 1	T H V	5分間	1 27ミクロン (5ミル)	アルミニナ ^(a)	LOCTITE ^(b)

(a) グリシジルオキシプロピルトリメトキシシラシンプライマー液で更に下塗りした

(b) 1重量%のKEN-REACTカップリング剤を含有していた

(c) 3M ESPE E L I P A R ブランドの2500ハロゲン硬化ライト(Halogen Curing Light)(3M社(ミネソタ州セントポール))を60秒間にわたって使用して接着

【0096】

実施例12～19及び21において、エポキシ接着剤を使用した。これらの場合、硬化は、アセンブリを100の強制空気オーブンに50分間にわたって置くことによって発生した。実施例20において、SCOTCHBOND接着剤を使用し、この接着剤の硬化を、3M ESPE E L I P A R ブランドの2500ハロゲン硬化ライト(Halogen Curing Light)(3M社(ミネソタ州セントポール))を60秒間にわたって使用して接着

剤を照射することによって達成した。金属製バインダークリップを取り外し、次いで、236 W / cm (600 ワット毎インチ) で動作するフュージョン (Fusion) D バルブを備えたフュージョン (Fusion) UV システムズ (Systems) UV プロセッサ (VPS - 6 電源、EPIQ 6000 照射器、フュージョン UV システムズ社 (Fusion UV Systems Corp.) (メリーランド州ロックビル (Rockville))) に、6.10 m (20 フィート) 每分のライン速度でアセンブリを 2 回通すことによって、アセンブリを更に硬化した。最後に、硬化されたアセンブリを、強制空気オーブン内で 25 分間にわたって 100 °C でポストペークした。

【0097】

次いで、いくつかの接合されたフルオロポリマーフィルムを、液槽式熱衝撃試験に従う温度サイクルにさらし、その他を水中で 2 時間にわたって煮沸し、残りのフィルムをそのまま使用した。先に述べた実験手順に従って、接合されたフィルムの剥離試験を続けた。また、剥離試験中に分離が生じた場所として定義される破壊モードも記載した。先行試験の条件付け、剥離強度、及び破壊モードを、実施例 12 ~ 21 について以下の表 6 に示す。

【0098】

【表 6】

表 6. 実施例 12 ~ 21 における剥離試験の結果

実施例	条件	剥離強度	破壊モード
12	調製後のまま	21.31 N/cm (12.2 ^(a) ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤
13	温度サイクルを実施	22.5 N/cm (12.8 ^(a) ppi)	凝集
14	水中で 2 時間にわたって煮沸	22.98 N/cm (13.1 ^(a) ppi)	凝集
15	調製後のまま	フィルム強度を超える	該当せず
16	温度サイクルを実施	フィルム強度を超える	該当せず
17	水中で 2 時間にわたって煮沸	フィルム強度を超える	該当せず
18	調製後のまま	フィルム強度を超える	該当せず
19	調製後のまま	フィルム強度を超える	該当せず
20	調製後のまま	15.2 N/cm (8.67 ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤
21	調製後のまま	フィルム強度を超える	該当せず

^(a) THV 800 フィルムが場合によっては裂け、接着力がフィルムの強度を超えていた

【0099】

比較例 1 ~ 9

比較例 1 ~ 9 において、フルオロポリマーフィルムをアルミナ基材とステンレス鋼基材の双方に、ただし事前に光化学的な又は熱化学的な表面改質をせずに接合した。

【0100】

先の実施例において、基材は、SCOTCH ブランド 1280 サーキット・プレイティング (Circuit Plating) テープの幅 0.953 cm (0.375 インチ) の片を接合表面の 3 つの外側縁部に貼り付けて、3.81 cm (1.5 インチ) 四方の領域を画定することによって、接合用に調製された。先端に発泡体の付いたブラシを使用して、接着剤の薄い層を、接合表面、及びフルオロポリマーフィルムの 2.54 × 3.81 cm (1 × 1.5 インチ) の片の表面に塗布した。接着剤でコーティングされた表面を互いに押し付け、目に見える気泡を穏やかに押し出して、接合が均一となるようにした。この構造を、シ

10

20

30

40

50

リコーンを下塗りされた 2 つのポリエステル剥離ライナーの間に挿入し、次いで、 $5 \times 0.8 \times 7.62 \text{ cm}$ (2×1.5 インチ) の 2 枚のガラススライドの間に再び挿入した。アセンブリ全体を、1 つの大型の金属製バインダークリップで、基材の中央の下で互いにしっかりと保持した。フルオロポリマーの種類、フィルムの曝露時間、フィルムの厚さ、基材の種類、及び接着剤を、以下の表 7 に示す。

【0101】

【表 7】

表 7. 基材に接合する、無処理のフルオロポリマーの比較例

比較例	フルオロポリマー	フィルムの厚さ	基材	接着剤
1	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミナ ^(a)	LOCTITE
2	FEP	229ミクロン (9ミル)	アルミナ	SCOTCH-WELD
3	PTFE	229ミクロン (9ミル)	アルミナ ^(a)	LOCTITE
4	PFA	46ミクロン (1.8ミル)	アルミナ ^(a)	LOCTITE
5	ETFE	127ミクロン (5ミル)	アルミナ ^(a)	LOCTITE
6	THV	229ミクロン (9ミル)	アルミナ ^(a)	LOCTITE
7	THV	127ミクロン (5ミル)	アルミナ ^(a)	LOCTITE
8	THV	229ミクロン (9ミル)	アルミナ ^(b)	SCOTCHBOND
9	THV	229ミクロン (9ミル)	ステンレス鋼	LOCTITE

(a) グリシジルオキシプロピルトリメトキシシランプライマー液で更に下塗りした

(b) 3M ESPE Reliy-X ブランドのセラミックプライマーを使用してシラン処理した

【0102】

比較例 1 ~ 7 及び 9 において、エポキシ接着剤を使用した。これらの場合、硬化は、アセンブリを 100 の強制空気オープンに 50 分間にわたって置くことによって達成された。

【0103】

比較例 8 において、SCOTCHBOND メタクリレート系接着剤を接合に使用した。この接着剤を、3M ESPE E L I P A R ブランドの 2500 ハロゲン硬化ライト (Halogen Curing Light) を 60 秒間にわたって使用して接着剤に照射することによって硬化した。金属製バインダークリップを取り外し、次いで、 236 W/cm (600 ワット毎インチ) で動作するフュージョン (Fusion) D バルブを備えたフュージョン (Fusion) UV システムズ (Systems) UV プロセッサに、 6.10 m (20 フィート) 每分のライズ速度でアセンブリを 2 回通すことによって、アセンブリを更に硬化した。最後に、硬化したアセンブリを、強制空気オープン内で 25 分間にわたって 100 でポストベークした。

【0104】

接合したすべてのフルオロポリマーフィルムを、そのままで使用した。先に述べた実験

10

20

30

40

50

手順に従って、接合したフィルムの剥離試験を続けた。また、剥離試験中に分離が生じた場所として定義される破壊モードも記載した。先行試験の条件付け、剥離強度、及び破壊モードを、比較例1～9について以下の表8に示す。

【0105】

【表8】

表8. 比較例1～9における剥離試験の結果

比較例	条件	剥離強度	破壊モード
1	調製後	測定可能な接着力なし	フルオロポリマーにおける接着剤
2	調製後	測定可能な接着力なし	フルオロポリマーにおける接着剤
3	調製後	測定可能な接着力なし	フルオロポリマーにおける接着剤
4	調製後	測定可能な接着力なし	フルオロポリマーにおける接着剤
5	調製後	測定可能な接着力なし	フルオロポリマーにおける接着剤
6	調製後	>26.0 N/cm (>14.9 ^(a) ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤
7	調製後	>20.4 N/cm (>11.7 ^(a) ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤
8	調製後	測定可能な接着力なし	フルオロポリマーにおける接着剤
9	調製後	21.6 N/cm (12.3 ppi)	フルオロポリマーにおける接着剤

^(a) フルオロポリマーフィルムが場合によっては伸張し裂け、接着力がフィルムの強度を超えていた

【0106】

同時に、実施例1～21(表2、4、及び6)と比較例1～9(表8)についての剥離強度試験の結果は、セラミック基材への接着力を改善する上での、熱可塑性フィルムの化学的機能化の利点を示している。化学的機能化により、特に、機能化前には測定可能な接着力が観測されなかったFEP、PTFE、及びPFAの剥離強度が改善した。THV500及び800では、機能化により、その接着力は、剥離強度が熱可塑性樹脂の引き裂き強さを超える程度まで改善され、機能化されていないフィルムに勝った。

【0107】

(実施例22～23)

幅0.076 cm (0.030インチ)のアーチワイヤスロット(3Mユニテック社(3M Unitek)(カリフォルニア州モンロビア(Monrovia)))を有する多結晶アルミニナ製歯科矯正ブラケットを、SCOTCH 137P両面テープ(Double Sided Tape)を上面に有するガラス製顯微鏡スライド上に、ブラケットのアーチワイヤスロットが整列するように配置した。光化学的に機能化されたFEPフィルムの幅0.635 cm (0.25インチ)のストリップを切断し、エポキシ熱硬化性接着剤(LOC TITE又はSCOTCH-WELDのいずれか)の薄い層を、機能化されたFEP表面に、先端に発泡体の付いたブラシで塗布した。FEPフィルムを、エポキシ接着剤の側が露出した状態でセラミック製の心棒に巻き付け、歯科矯正ブラケットのアーチワイヤスロットに押し込んだ。次いで、心棒をアルミホイルテープ(Aluminum Foil Tape)425(3M社(ミネソタ州セントポール))で定位置に固定して、エポキシでコーティングされたFEPをブラケットのアーチワイヤスロット表面に接触させた状態に保った。アセンブリを125℃に35分間にわたって加熱して、エポキシ接着剤を十分に硬化した。アルミニウムテープを取り外し、カミソリの刃をセラミック製の心棒に当てて、過剰なFEPフィルムを取り除いた。次いで、心棒を取り出し、1丁の小さなハサミを使用して個々のブラケットを分離した。

【0108】

10

20

30

40

50

実施例 2 2 及び 2 3 は、以下の表 9 に示す種類のフルオロポリマー及びプラケットを使用して調製したものである。先に述べた古典的な摩擦の試験を用いて両方の試料を評価し、また、動摩擦係数及び r^2 値を表 9 に示した。

【 0 1 0 9 】

【 表 9 】

表 9. フルオロポリマーフィルムをプラケットに接合する実施例

実施例	フルオロポリマー	プラケットの種類	動摩擦係数	r^2 値
2 2	F E P	アルミナ製左下犬歯用プラケット（実験用、3 M ユニテック社（カリフォルニア州モンロビア）から入手）	0. 17	0. 8
2 3	F E P	アルミナ製左上犬歯用プラケット（実験用、3 M ユニテック社（カリフォルニア州モンロビア）から入手）	0. 19	0. 92

10

20

30

40

【 0 1 1 0 】

比較例 1 0 ~ 1 3

実施例 2 2 及び 2 3 との比較のため、フルオロポリマーフィルムをアーチワイヤスロット内に設けずに、比較例 1 0 ~ 1 3 を調製した。プラケットの種類を以下の表 1 0 に示す。先に述べた古典的な摩擦の試験を用いてすべての試料を評価し、また、動摩擦係数及び r^2 値を表 1 0 に示した。

【 0 1 1 1 】

【 表 1 0 】

表 1 0. 接合されていないプラケットの比較例

比較例	プラケットの種類	動摩擦係数	r^2 値
1 0	アルミナ製上臼歯用プラケット (CLARITY ROTH、3 M ユニテック社)	0. 19	0. 92
1 1	ステンレス鋼製上臼歯用プラケット (VICTORY SERIES MBT、3 M ユニテック社)	0. 19	0. 88
1 2	アルミナ製上臼歯用プラケット (TRANSCEEND 2000 ROTH、3 M ユニテック社 (カリフォルニア州モンロビア))	0. 27	0. 87
1 3	アルミナ製右上犬歯用プラケット (Alumina upper right cuspid) (実験用、3 M ユニテック社 (カリフォルニア州モンロビア) から入手)	0. 22	0. 86

【 0 1 1 2 】

F E P を接合されたすべてのプラケットに対する測定された動摩擦係数は、接合されていない対照標準プラケットの動摩擦係数以下であった。この結果が示唆するところによれば、古典的な摩擦の測定で説明されるようなスライディングメカニクスもまた、一般的な矯正プラケットと同様であるか又はそれよりも良好であるはずである。

【 0 1 1 3 】

（実施例 2 4 ）

実施例 2 4 において、幅 0 . 0 7 6 c m (0 . 0 3 0 インチ) のアーチワイヤスロット

50

を有する多結晶アルミナ製歯科矯正ブラケット8個を、S C O T C H 137P両面テープ(Double Sided Tape)を上面に有するガラス製顕微鏡スライド上に、ブラケットのアーチワイヤスロットが整列するように配置した。光化学的に機能化されたFEPフィルムの幅0.635cm(0.25インチ)のストリップを切断し、LOCATEエポキシ熱硬化性接着剤の薄い層を、機能化されたFEP表面に、先端に発泡体の付いたブラシで塗布した。FEPフィルムを、エポキシ接着剤の側が露出した状態でセラミック製の心棒に巻き付け、歯科矯正ブラケットのアーチワイヤスロットに押し込んだ。次いで、心棒をアルミホイルテープ(Aluminum Foil Tape)425で定位置に固定して、エポキシでコーティングされたFEPをブラケットのアーチワイヤスロット表面に接触させた状態に保った。アセンブリを125℃に35分間にわたって加熱して、エポキシ接着剤を十分に硬化した。アルミニウムテープを取り外し、カミソリの刃をセラミック製の心棒に当てて、過剰なFEPフィルムを取り除いた。次いで、心棒を取り出し、1丁の小さなハサミを使用して個々のブラケットを分離した。

10

【0114】

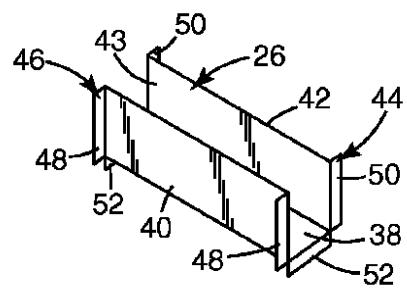
次いで、接合したブラケットに、先に述べた手順に従う汚染試験を行った。この試験において、接合されたブラケットを、4つの汚染剤、つまり、コーヒー、紅茶、トマトソース、及びマスタードに曝露し、汚染されていない対照標準試料と視覚的に比較した。サンプルサイズ2のブラケットを各条件に使用した。これらの試験では、コーヒー、紅茶、及びトマトソースにおいて軽度の汚染が、またマスタードで中程度の汚染が生じた。いずれの場合も、汚染は、接着剤が過剰な領域に限られ、FEPライナー自体には存在しなかった。

20

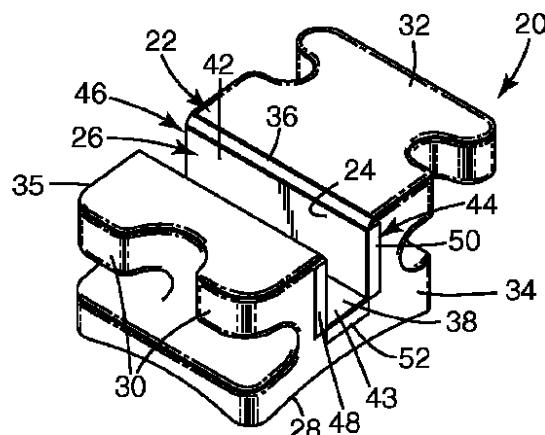
【0115】

本発明に対する様々な修正形態及び代替形態が、本発明の範疇及び趣旨から逸脱することなく、当業者には明らかとなろう。理解されたいこととして、本発明が、本明細書に記載した説明のための実施形態及び実施例によって不適当に限定されることはない意図されておらず、また、そのような実施例及び実施形態は、本願に記載した特許請求の範囲によってのみ限定されるよう意図された本発明の範囲と共に、単に一例として提示したものである。

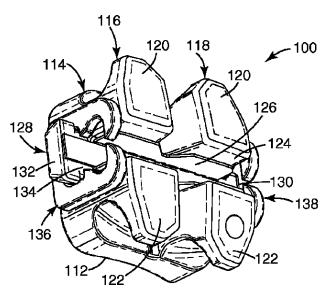
【図 1】

***Fig. 1***

【図 2】

***Fig. 2***

【図 3】

***Fig. 3***

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2007/078607
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>A61C 7/14(2006.01)i, A61C 7/28(2006.01)i</i>		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 8, A61C 7/14		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) STN(CAPLUS)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 6960079 B2 (3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY) 01 Nov. 2005 cited in the application see the entire document.	1 - 22, 24 - 30
A	US 6528555 B1 (3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY) 04 Mar. 2003 see the entire document.	1 - 22, 24 - 30
A	US 5380196 (MINNESOTA MINING AND MANUFACTURING COMPANY) 10 Jan. 1995 cited in the application see the entire document.	1 - 22, 24 - 30
A	US 4954080 (UNITEK CO.) 04 Sep. 1990 cited in the application see the entire document.	1 - 22, 24 - 30
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search 18 FEBRUARY 2008 (18.02.2008)	Date of mailing of the international search report 18 FEBRUARY 2008 (18.02.2008)	
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 139 Seonsa-ro, Seo-gu, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140	Authorized officer LEE, Jae Jeong Telephone No. 82-42-481-5893	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/US2007/078607**Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.: because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.: 23 because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

The claim is too broad to make meaningful search.
3. Claims Nos.: because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family membersInternational application No.
PCT/US2007/078607

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 6960079 B2	01-11-2005	WO 03088928 A1 EP 1501466 A1 JP 2005529637 T2	30-10-2003 02-02-2005 06-10-2005
US 6528555 B1	04-03-2003	WO 0230363 A2 EP 1326573 A2 JP 2004510796 T2	18-04-2002 16-07-2003 08-04-2004
US 5380196	10-01-1995	DE 69421959 T2 EP 0624354 A2 JP 06327701 A2	11-05-2000 17-11-1994 29-11-1994
US 4954080	04-09-1990	None	

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MT,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SV,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100112357

弁理士 廣瀬 繁樹

(74)代理人 100140028

弁理士 水本 義光

(72)発明者 ワイリー, ウィリアム イー . , ザ セカンド

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427, スリーエム センター

(72)発明者 チン, ナイヨン

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427, スリーエム センター

(72)発明者 ブレナン, ジョアン ブイ.

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427, スリーエム センター

(72)発明者 アーニー, デイビッド エス.

アメリカ合衆国, ミネソタ 55133-3427, セント ポール, ポスト オフィス ボック
ス 33427, スリーエム センター

F ターム(参考) 4C052 JJ02