RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 479 685**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 81 06994**

(54) **Fil de cuivre pour un dispositif de contrôle des naissances, intra-utérin et sa méthode de fabrication.**

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). **A 61 F 5/47.**

(22) Date de dépôt..... 30 mars 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Finlande, demande de brevet, 2 avril 1980, n° 80 1073.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 41 du 9-10-1981.

(71) Déposant : Société dite : OUTOKUMPU OY, résidant en Finlande.

(72) Invention de : Ahti Arvo Kosonen.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Bugnion Propriété Industrielle SARL,
23-25, rue Nicolas-Leblanc, 59000 Lille.

La présente invention est relative à un fil de cuivre pour un dispositif de contrôle des naissances, intra-utérin, le fil de cuivre ayant une âme anti-corrosion, et une méthode pour fabriquer un tel fil de cuivre.

Il a été observé que, en ce dissolvant dans l'utérus, le fil de cuivre se corrode souvent localement, et par conséquent le fil se fragmente et se désintègre avant que tout le cuivre ait été dissous. Ceci diminue la durée de vie utile des dispositifs intra-utérins. Dans la publication "Fertility and Sterility", 30 (1) (1978) 59-65, il ressort que parmi les dispositifs en cuivre T-200 (fabriqués par HALLMARK PLASTICS INC, U. S.A.) enquêtés, des signes de corrosion ont été détectés dans un cas après seulement huit mois d'utilisation. Des études préliminaires (Population Council's Report (NDA), Wire Fragmentation, 1973) ont montré des signes de corrosion dans les fils de cuivre des dispositifs intra-utérins après seument cinq mois d'utilisation.

Dans les dispositifs intra-utérins courants, le problème est celui de la corrosion et de la fragmentation des fils de cuivre utilisés dans ces derniers. Il a été proposé de déposer électrolytiquement le cuivre sur un fil inoxydable, d'où le cuivre ensuite se dissout. Dans ce cas, le fil de base est réalisé en acier inoxydable. Inoxydable, résistant aux acides ou autres, un tel acier est, cependant, relativement rigide et en cela pas adapté pour une utilisation dans un dispositif intra-utérin. De plus, le revêtement de cuivre électrolytique peut s'écailler quand la corrosion atteint l'acier. De plus, il peut être présumé que, due à la différence de potentiel électrochimique entre l'acier et le cuivre, la corrosion du cuivre est accélérée lorsque l'âme est exposée.

Le but de la présente invention est de fournir un fil de cuivre pour dispositif intra-utérin, le fil ayant une âme résistant à la corrosion et étant caractérisé en ce que l'âme du fil résistant à la corrosion est en métal flexible plus noble que le cuivre, et que le revêtement de cuivre est fixé sur ce métal à l'aide d'une fine couche de diffusion.

Le métal plus noble qui peut être utilisé, sera de préférence l'argent, l'or ou le platine, spécialement l'argent.

Ces métaux ont également l'avantage d'être facilement travaillés avec le cuivre, et parmi les méthodes, le procédé électrolytique peut être utilisé pour unir ces métaux.

Le procédé selon l'invention pour fabriquer un fil de cuivre pour dispositif intra-utérin est caractérisé en ce que le fil de métal flexible

plus noble que le cuivre est ajusté à l'intérieur d'un tube de cuivre, et les deux métaux sont liés ensembles en les travaillant ou en les recuisant de façon à créer une fine couche de diffusion sur l'interface entre le métal plus noble et le cuivre.

Le tube de cuivre, doté d'une paroi épaisse, est fait à partir d'un cuivre de classe médicale soit par extrusion ou par tout autre moyen approprié à la fabrication de tubes. La tige d'argent est faite à partir d'un argent pur à 99,99% par moulage, extrusion, forgeage, ou tout autre moyen connu, et est étirée jusqu'à une dimension appropriée relativement épaisse, de préférence environ 10mm. Ensuite, le tube de cuivre à paroi épaisse est diminué jusqu'à ce que son diamètre intérieur soit adapté, quelque peu supérieur au diamètre de la tige d'argent, et ladite tige d'argent est introduite à l'intérieur du tube. L'épaisseur du tube et la tige d'argent ont été déterminées de telle sorte qu'elles correspondent aux proportions de la coupe transversale dans la dimension finale. Ensuite, le cuivre et la tige d'argent sont étirés ensemble à travers plusieurs passes d'étirage successives et orifices de filière, durant lesquelles le cuivre est fortement pressé sur l'argent. Cependant, cette liaison mécanique n'est pas suffisante, et par conséquent le matériau est traité selon un procédé appelé recuit de diffusion, durant lequel, à une température appropriée et durant un temps approprié, une faible diffusion entre le cuivre et l'argent est réalisée. Il faut noter que la couche de diffusion doit être très fine, parce que l'alliage cuivre-argent se dissout dans les liquides utérins, et une âme d'argent avec un épaisse couche d'alliage d'argent-cuivre pourrait se dissoudre et se fragmenter. Après le recuit de diffusion, ou plusieurs recuits de diffusion si nécessaire , le matériau est étiré à son épaisseur finale, qui est souvent 0.2-0.4 mm. Le fil peut être utilisé tel quel ou adouci par recuit, auquel cas une diffusion excessive doit encore être évitée. Dans ce cas classique, le recuit de détente est la plus avantageuse forme de recuit, parce qu'il ne nécessite qu'un temps court, la diffusion ne peut pas se produire. Ensuite, le fil est prêt à l'usage pour la fabrication de dispositifs intra-utérins.

Une autre méthode de fabrication adaptée est de lier les deux matériaux ensembles, à un taux approprié, par une extrusion hydrostatique car par cette méthode une température très basse peut être utilisée qui ne permet pas une diffusion excessive.

Le fil de cuivre réalisé selon l'invention a été testé en pratique dans un dispositif intra-utérin appelé NOVA T. Parce que la dissolu-

tion du cuivre est très lente, il n'a pas été possible jusqu'à présent d'obtenir de preuves certaines du fait que le fil travaille comme il est décrit ci-dessus. Jusqu'ici, après un essai sur une période approximative de 4 ans, des dispositifs ont été vus sur lesquels le cuivre s'est dissout et l'âme d'argent a été exposée. Aucun signe de dissolution n'a été détecté sur l'âme, et ainsi le fil de cuivre selon l'invention est utilisable.

L'exemple suivant est donné à titre d'illustration de l'invention concernant la fabrication du fil de cuivre.

EXEMPLE

Selon l'invention décrite ci-dessus, un tube est fabriqué à partir de cuivre pur en le laminant jusqu'à une épaisseur de 46/30 mm (diamètre extérieur/diamètre intérieur), et ensuite il est étiré jusqu'à un diamètre de 22/9. Une tige d'argent est fabriquée en la moulant à une épaisseur de 12 mm, et elle est étirée jusqu'à 8,5 mm. La tige d'argent est introduite à l'intérieur du tube de cuivre dont le diamètre intérieur est de 9 mm, et ils sont étirés ensemble jusqu'à ce que leurs diamètres extérieurs atteignent 18 mm, ensuite un recuit est réalisé à une température de 500° C pendant approximativement 20 minutes. 500° C a été déterminé pour la raison que la diffusion entre le cuivre et l'argent n'a pas lieu à cette température. Ensuite, le matériau est étiré jusqu'à 12,8 mm, et un recuit à 500° C pendant 20 minutes est réalisé. Ensuite, il est étiré jusqu'à 8 mm, et après un recuit de diffusion à 600° C est réalisé pendant 20 minutes. Ensuite, le fil est aminci jusqu'à un diamètre de 0,3 mm par deux opérations d'étirage en séries, utilisant un recuit de détente pour adoucir durant les séries d'étirage. Dans le recuit de détente il n'y a pas suffisamment de temps pour que la diffusion décrite ci-dessus prenne place.

REVENDICATIONS

1. Fil de cuivre pour dispositif intra-utérin de contrôle des naissances, le fil de cuivre ayant une âme centrale résistant à la corrosion, caractérisé en ce que l'âme centrale anti-corrosion est en métal flexible plus noble que le cuivre, et le revêtement de cuivre est fixé sur ce métal au moyen d'une fine couche de diffusion.

2. Fil de cuivre selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'âme centrale anti-corrosion est en argent, or ou platine, de préférence l'argent.

3. Fil de cuivre selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'épaisseur du fil résistant à la corrosion représente approximativement 10 à 15 % du diamètre extérieur du revêtement de cuivre.

4. Fil de cuivre selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'épaisseur finale du cuivre est de 0.2 à 0.4 mm.

5. Procédé de fabrication du fil selon la revendication 1, caractérisé en ce que un fil dans un métal flexible plus noble que le cuivre est introduit dans un tube de cuivre, et les deux métaux sont liés l'un à l'autre par travail et recuit de façon à produire une fine couche de diffusion sur l'interface entre le métal plus noble et le cuivre.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le tube de cuivre et ledit fil sont liés l'un à l'autre par extrusion hydrostatique.