

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 689 025**

51 Int. Cl.:

A61K 6/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.10.2014 PCT/JP2014/005086**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.04.2015 WO15052913**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.10.2014 E 14852052 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.08.2018 EP 3056188**

54 Título: **Kit de adhesivo dental**

30 Prioridad:
10.10.2013 JP 2013212991

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.11.2018

73 Titular/es:
**KURARAY NORITAKE DENTAL INC. (100.0%)
1621, Sakazu, Kurashiki-shi
Okayama 710-0801, JP**

72 Inventor/es:
NOJIRI, YAMATO

74 Agente/Representante:
ISERN JARA, Jorge

ES 2 689 025 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Kit de adhesivo dental

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un kit de adhesivo dental que incluye una imprimación dental y un material de unión dental. La presente invención se refiere en particular a un kit de adhesivo dental utilizado para la unión entre un tejido duro del diente (estructura del diente) y un material de restauración dental tal como una resina compuesta dental, compómero dental o cemento de resina dental.

Antecedentes de la técnica

15 La restauración de estructuras dentales (esmalte, dentina y cemento) dañadas, por ejemplo, por caries dental normalmente usa un material de carga restaurador tal como una resina compuesta de carga o compómero de carga o un material de restauración de la corona tal como una aleación metálica, porcelana o material de resina. Sin embargo, en general, los materiales de carga restauradores y los materiales de restauración de la corona (estos dos materiales pueden denominarse colectivamente "material o materiales restauradores dentales" en la presente descripción) no tienen, por sí mismos, capacidad de unión a las estructuras del diente. Es por esto que la unión entre las estructuras del diente y los materiales restauradores dentales emplea convencionalmente diversos sistemas adhesivos que implican el uso de adhesivos. Un ejemplo de sistemas adhesivos empleados convencionalmente es un sistema adhesivo del tipo denominado de grabado, cuyo uso consiste en someter la superficie de una estructura del diente a un tratamiento de grabado con un agente de grabado ácido tal como una solución acuosa de ácido fosfórico, después aplicar un material de unión que es un adhesivo a la estructura del diente y unir un material restaurador dental a la estructura del diente.

En los últimos años, se han utilizado ampliamente sistemas adhesivos del tipo denominado de autograbado, que no implica el uso de ningún agente de grabado ácido. Dichos sistemas adhesivos incluyen: un sistema adhesivo en dos etapas cuyo uso consiste en aplicar una imprimación de autograbado que contiene un monómero ácido, un monómero hidrófilo y agua a la superficie de una estructura del diente y después aplicar un material de unión que contiene un monómero reticulable y un iniciador de polimerización a la estructura del diente sin lavar con agua; y un sistema adhesivo en una etapa que implica el uso de un adhesivo dental de un solo componente (material de unión de un solo componente) que tiene funciones tanto de una imprimación de autograbado como de un material de unión.

El uso del sistema adhesivo en dos etapas consiste normalmente en aplicar y secar una imprimación en una pieza que se ha de reparar, después aplicar un material de unión a la pieza y provocar el fotocurado. Por tanto, el sistema adhesivo en dos etapas implica el uso de un iniciador de fotopolimerización. La Bibliografía de Patente 1 desvela que el uso de un compuesto de óxido de acilfosfina como iniciador de fotopolimerización en un material de unión de un sistema adhesivo en dos etapas permite un endurecimiento rápido y fuerte y conduce a una alta resistencia y durabilidad de unión a una estructura del diente incluso cuando la imprimación no contiene iniciador de fotopolimerización. Además, la Bibliografía de Patente 2 desvela que el uso de una combinación de un compuesto de óxido de acilfosfina con un compuesto de α -dicetona como iniciador de fotopolimerización en un material de unión de un sistema adhesivo en dos etapas permite un endurecimiento rápido y fuerte y proporciona una gran resistencia y durabilidad a una estructura del diente incluso cuando la imprimación no contiene iniciador de fotopolimerización. Los ejemplos de la Bibliografía de Patente 2 presentan un resultado que indica que la adición de un compuesto de α -dicetona proporciona un aumento en la durabilidad de la unión. Sin embargo, el uso de un iniciador de fotopolimerización que induce un endurecimiento rápido puede provocar desventajosamente un acortamiento del tiempo de operación permisible puesto que el material de unión que contiene un iniciador de fotopolimerización de este tipo puede tener una sensibilidad a la luz demasiado alta y, por tanto, poca estabilidad a la luz ambiental tal como la luz de una lámpara fluorescente o una lámpara digital en una oficina dental. Por tanto, se necesita que un material de unión que contenga un iniciador de fotopolimerización tenga un buen equilibrio entre dos propiedades en conflicto, la estabilidad a la luz ambiental y la fotocurabilidad. En vista de la estabilidad a la luz ambiental y la fotocurabilidad, el párrafo 0028 de la Bibliografía de Patente 2 desvela el uso de 0,01 a 0,5 partes en peso del compuesto de α -dicetona por parte en peso del compuesto de óxido de acilfosfina.

Se han usado convencionalmente dispositivos de irradiación de halógeno como dispositivos de irradiación dental. Sin embargo, en los últimos años, los dispositivos de irradiación de LED, que se caracterizan por una larga vida útil de la lámpara y una alta eficiencia en el uso de la luz, se utilizan cada vez más como una alternativa a los dispositivos de irradiación de halógeno. Un haz de luz emitido desde un dispositivo de irradiación de LED tiene un intervalo más estrecho de longitudes de onda y un espectro de emisión diferente que un haz de luz emitido desde un dispositivo de irradiación de halógeno, aunque estos haces de luz tienen longitudes de onda máximas similares. Por tanto, un material fotocurable dental muestra diferentes comportamientos de curado dependiendo de cuál de entre un dispositivo de irradiación de LED y un dispositivo de irradiación de halógeno se usa para curar el material. En los últimos años, la potencia de salida de los dispositivos de irradiación de LED ha ido en aumento y los dispositivos de

irradiación de LED de alta potencia que permiten acortar el tiempo de curado de las resinas fotopolimerizables se han extendido cada vez más.

Los sistemas adhesivos en dos etapas desvelados en las Bibliografías de Patente 1 y 2 mencionadas anteriormente muestran una buena fotocurabilidad cuando se someten a irradiación con un dispositivo de irradiación de halógeno, que solía ser común. Sin embargo, se ha descubierto que los sistemas adhesivos tienen una desventaja para el fotocurado con un dispositivo de irradiación de LED porque la transmisión de un nivel satisfactorio de estabilidad a la luz ambiental conduce a una reducción en la velocidad de fotocurabilidad. También se ha descubierto que los sistemas adhesivos plantean el problema del bajo nivel y la gran variabilidad de las resistencias de unión al esmalte y la dentina que se obtienen mediante irradiación de corta duración con un dispositivo de irradiación de LED de alta potencia.

La Bibliografía de Patente 3 propone una composición que presenta una alta fotocurabilidad incluso cuando se irradia con un dispositivo de irradiación de LED, incluyendo la composición un iniciador de fotopolimerización que consiste solamente en una combinación de óxido de bisacilfosfina y α -dicetona. La Bibliografía de Patente 3 también desvela que la composición está disponible como material de unión.

Sin embargo, un estudio realizado por los presentes inventores ha revelado que la composición de la Bibliografía de Patente 3 tiene margen de mejora. Específicamente, la composición tiene una baja estabilidad a la luz ambiental, aunque muestra una alta velocidad de fotocurado cuando se irradia con un dispositivo de irradiación de LED. En particular, la composición tiene una estabilidad a la luz ambiental notablemente baja cuando se usa como material de unión en un sistema adhesivo en dos etapas. La patente US4826888 desvela composiciones fotopolimerizables dentales que comprenden monómeros de vinilo y un estabilizador para el almacenamiento tal como un compuesto de benzotriazol.

La Bibliografía de Patente 4 propone una composición fotopolimerizable que tiene una alta estabilidad a la luz ambiental, conteniendo la composición α -dicetona, óxido de acilfosfina, una amina terciaria aromática y un compuesto de benzotriazol. La Bibliografía de Patente 4 desvela que una relación de peso preferida entre la α -dicetona y el óxido de acilfosfina (α -dicetona:óxido de acilfosfina) es de 1:2,5 a 10.

La composición anterior de la Bibliografía de Patente 4 está destinada a su uso como material restaurador dental más que a su uso en un sistema adhesivo dental y está disponible eficazmente como una composición hidrófoba tal como una resina compuesta dental. Sin embargo, una composición utilizada en un sistema adhesivo dental normalmente contiene un componente hidrófilo esencial en términos de penetración en el colágeno de la dentina y compatibilidad con las estructuras del diente. Una composición que contiene tanto un componente hidrófilo como un compuesto de benzotriazol generalmente tiene una baja estabilidad del estado y experimenta la deposición del compuesto de benzotriazol después del almacenamiento durante un corto período de tiempo. La composición de la Bibliografía de Patente 4 es, por tanto, difícil de usar en la práctica en un sistema adhesivo dental, hecho que se conocía anteriormente.

Lista de citas

Bibliografía de Patentes

Bibliografía de Patente 1: JP 2000-16911 A
 Bibliografía de Patente 2: JP 2000-212015 A
 Bibliografía de Patente 3: WO 2010/008077 A1
 Bibliografía de Patente 4: JP 2004-231913 A

Sumario de la invención

Problema técnico

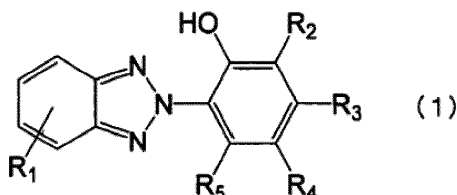
La presente invención tiene por objeto proporcionar un kit de adhesivo dental que incluya un material de unión que tenga una buena estabilidad del estado, que tenga un buen equilibrio entre la fotocurabilidad para la irradiación de luz LED y la estabilidad a la luz ambiental, y que sea capaz de presentar altas resistencias de unión tanto al esmalte como a la dentina con una variabilidad pequeña incluso cuando se somete a fotocurado con un dispositivo de irradiación de LED de alta potencia.

Solución al problema

La presente invención es un kit de adhesivo dental que incluye una imprimación dental (A) y un material de unión dental (B), en el que la imprimación dental (A) incluye un monómero polimerizable que contiene un grupo ácido (A-1), un monómero polimerizable hidrófilo (A-2) y agua (A-3),

el material de unión dental (B) incluye un monómero polimerizable hidrófilo (B-1), un monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2), un monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3), un compuesto de α -dicetona (B-4), un compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) y un compuesto de benzotriazol (B-6) representado por la fórmula (1) que se muestra a continuación,

- 5 un contenido del compuesto de α -dicetona (B-4) es de 0,6 a 2 partes en peso por parte en peso del compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5), y
un contenido del compuesto de benzotriazol (B-6) es de 0,01 a 3 partes en peso por 100 partes en peso del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3).



- 10 En la fórmula, R_1 es un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, y R_2 a R_5 son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo orgánico que tiene de 1 a 12 átomos de carbono y contienen opcionalmente al menos un átomo seleccionado entre el grupo que consiste en un átomo de oxígeno, un átomo de nitrógeno, un átomo de azufre y un átomo de fósforo.

En la presente invención, el compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) es preferentemente un compuesto de óxido de bisacilfosfina.

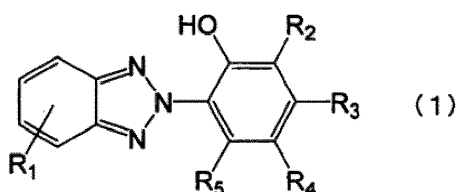
- 20 En la presente invención, un contenido del monómero polimerizable hidrófilo (B-1) es preferentemente del 10 al 70 % en peso, un contenido del monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2) es preferentemente del 10 al 70 % en peso y un contenido del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) es preferentemente del 5 al 50 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).

25 Efectos ventajosos de la invención

- La presente invención proporciona un kit de adhesivo dental que incluye un material de unión que tiene una buena estabilidad del estado, que tiene un buen equilibrio entre la fotocurabilidad para la irradiación de luz LED y la estabilidad a la luz ambiental, y que es capaz de presentar altas resistencias de unión tanto al esmalte como a la dentina con una variabilidad pequeña incluso cuando se someten a fotocurado con un dispositivo de irradiación de LED de alta potencia.

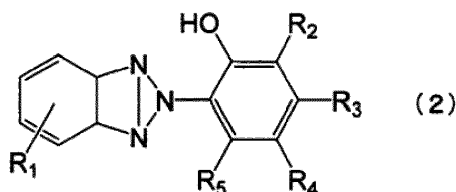
Descripción de las realizaciones

- 35 Un kit de adhesivo dental de la presente invención incluye una imprimación dental (A) y un material de unión dental (B). La imprimación dental (A) incluye un monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1), un monómero polimerizable hidrófilo (A-2) y agua (A-3). El material de unión dental (B) incluye un monómero polimerizable hidrófilo (B-1), un monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2), un monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) y un compuesto de α -dicetona (B-4), un compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) y un compuesto de benzotriazol (B-6) representado por la fórmula (1) que se muestra a continuación. El contenido del compuesto de α -dicetona (B-4) es de 0,6 a 2 partes en peso por parte en peso del compuesto de óxido de bis (bis)acilfosfina (B-5) y el contenido del compuesto de benzotriazol (B-6) es de 0,01 a 3 partes en peso por 100 partes en peso del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3).



- 45 En la fórmula (1), R_1 es un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, R_2 , R_3 , R_4 y R_5 son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo orgánico que tiene de 1 a 12 átomos de carbono y que contiene opcionalmente al menos un átomo seleccionado entre el grupo que consiste en un átomo de oxígeno, un átomo de nitrógeno, un átomo de azufre y un átomo de fósforo.

El compuesto de benzotriazol (B-6) representado por la fórmula (1) puede ser uno representado por la siguiente fórmula (2).



Los caracteres en la fórmula (2) son los mismos que los definidos en la fórmula (1).

- 5 Los componentes utilizados en la presente invención se describen en los siguientes párrafos, en los que la imprimación dental (A) y el material de unión dental (B) se analizan por separado.

Imprimación dental (A)

- 10 Se describirá en detalle en primer lugar la imprimación dental (A).

Monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1)

- 15 El monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) es un componente que tiene efecto de grabado ácido y efecto de imprimación y transmite capacidad de desmineralización y capacidad de penetración a la imprimación dental (A). El monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) tiene capacidad de polimerización y transmite curabilidad a la imprimación dental (A). La inclusión del monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) en la imprimación dental (A) puede contribuir a la potenciación de la capacidad de unión y la durabilidad de la unión a las estructuras del diente.

- 20 Un ejemplo del monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) en la presente invención es un monómero polimerizable que tiene al menos uno de los grupos ácido tales como un grupo ácido fosfórico, un grupo ácido pirofosfórico, un grupo ácido tiofosfórico, un grupo ácido fosfónico, un grupo ácido sulfónico y un grupo ácido carboxílico, y que tiene al menos uno de los grupos polimerizables tales como un grupo acrilóilo, un grupo metacrilóilo, un grupo vinilo y un grupo estireno. Se presentan a continuación ejemplos específicos del monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1). "Metacrilóilo" y "acrilóilo" se denominan colectivamente "(met)acrilóilo" en la presente descripción.

- 30 Los ejemplos del monómero polimerizable que contiene grupos ácido fosfórico incluyen: dihidrógeno fosfato de 2-(met)acrilóiloxi-etilo, dihidrógeno fosfato de 3-(met)acrilóiloxi-propilo, dihidrógeno fosfato de 4-(met)acrilóiloxi-butilo, dihidrógeno fosfato de 5-(met)acrilóiloxi-pentilo, dihidrógeno fosfato de 6-(met)acrilóiloxi-hexilo, dihidrógeno fosfato de 7-(met)acrilóiloxi-heptilo, dihidrógeno fosfato de 8-(met)acrilóiloxi-octilo, dihidrógeno fosfato de 9-(met)acrilóiloxi-nonilo, dihidrógeno fosfato de 10-(met)acrilóiloxi-decilo, dihidrógeno fosfato de 11-(met)acrilóiloxi-undecilo, dihidrógeno fosfato de 12-(met)acrilóiloxi-dodecilo, dihidrógeno fosfato de 16-(met)acrilóiloxi-hexadecilo, dihidrógeno fosfato de 20-(met)acrilóiloxi-eicosilo, hidrógeno fosfato de bis[2-(met)acrilóiloxi-etilo], hidrógeno fosfato de bis[4-(met)acrilóiloxi-butilo], hidrógeno fosfato de bis[6-(met)acrilóiloxi-hexilo], hidrógeno fosfato de bis[8-(met)acrilóiloxi-octilo], hidrógeno fosfato de bis[9-(met)acrilóiloxi-nonilo], hidrógeno fosfato de bis[10-(met)acrilóiloxi-decilo], dihidrógeno fosfato de 1,3-di(met)acrilóiloxi-propilo, hidrógeno fosfato de 2-(met)acrilóiloxi-etilfenilo, hidrógeno fosfato de 2-(met)acrilóiloxi-etil-2-bromoetilo e hidrógeno fosfato de bis[2-(met)acrilóiloxi-(1-hidroximetil)etilo]; y sus cloruros de ácido, sales de metales alcalinos y sales de amonio.

- 45 Los ejemplos del monómero polimerizable que contiene grupos ácido pirofosfórico incluyen: pirofosfato de bis[2-(met)acrilóiloxi-etilo], pirofosfato de bis[4-(met)acrilóiloxi-butilo], pirofosfato de bis[6-(met)acrilóiloxi-hexilo], pirofosfato de bis[8-(met)acrilóiloxi-octilo] y pirofosfato de bis[10-(met)acrilóiloxi-decilo]; y sus cloruros de ácido, sales de metales alcalinos y sales de amonio.

- 50 Los ejemplos del monómero polimerizable que contiene grupos ácido tiofosfórico incluyen: dihidrógeno tiofosfato de 2-(met)acrilóiloxi-etilo, dihidrógeno tiofosfato de 3-(met)acrilóiloxi-propilo, dihidrógeno tiofosfato de 4-(met)acrilóiloxi-butilo, dihidrógeno tiofosfato de 5-(met)acrilóiloxi-pentilo, dihidrógeno tiofosfato de 6-(met)acrilóiloxi-hexilo, dihidrógeno tiofosfato de 7-(met)acrilóiloxi-heptilo, dihidrógeno tiofosfato de 8-(met)acrilóiloxi-octilo, dihidrógeno tiofosfato de 9-(met)acrilóiloxi-nonilo, dihidrógeno tiofosfato de 10-(met)acrilóiloxi-decilo, dihidrógeno tiofosfato de 11-(met)acrilóiloxi-undecilo, dihidrógeno tiofosfato de 12-(met)acrilóiloxi-dodecilo, dihidrógeno tiofosfato de 16-(met)acrilóiloxi-hexadecilo y dihidrógeno tiofosfato de 20-(met)acrilóiloxi-eicosilo; y sus cloruros de ácido, sales de metales alcalinos y sales de amonio.

- 55 Los ejemplos del monómero polimerizable que contiene grupos ácido fosfónico incluyen: fosfonato de 2-(met)acrilóiloxi-etilfenilo, 5-(met)acrilóiloxi-pentil-3-fosfonopropionato, 6-(met)acrilóiloxi-hexil-3-fosfonopropionato, 10-(met)acrilóiloxi-decil-3-fosfonopropionato, 6-(met)acrilóiloxi-hexil-3-fosfonoacetato y 10-(met)acrilóiloxi-decil-3-fosfonoacetato; y sus cloruros de ácido, sales de metales alcalinos y sales de amonio.

60

Los ejemplos del monómero polimerizable que contiene un grupo ácido sulfónico incluyen ácido 2-(met)acrilamido-2-metilpropanosulfónico, ácido estirenosulfónico y (met)acrilato de 2-sulfoetilo.

5 Los ejemplos del monómero polimerizable que contiene grupos ácido carboxílico incluyen un monómero polimerizable que tiene un grupo carboxilo por molécula y un monómero polimerizable que tiene dos o más grupos carboxilo por molécula.

10 Los ejemplos del monómero polimerizable que tiene un grupo carboxilo por molécula incluyen ácido (met)acrílico, N-(met)acriloilglicina, ácido N-(met)acriloilaspártico, O-(met)acriloil tirosina, N-(met)acriloil tirosina, N-(met)acriloilfenilalanina, ácido N-(met)acriloil-p-aminobenzoico, ácido N-(met)acriloil-o-aminobenzoico, ácido p-vinilbenzoico, ácido 2-(met)acriloiloxibenzoico, ácido 3-(met)acriloiloxibenzoico, ácido 4-(met)acriloiloxibenzoico, ácido N-(met)acriloil-5-aminosalicílico, ácido N-(met)acriloil-4-aminosalicílico, hidrógeno succinato de 2-(met)acriloiloxietilo, hidrógeno ftalato de 2-(met)acriloiloxietílico, hidrógeno malato de 2-(met)acriloiloxietilo y sus haluros de ácido.

15 Los ejemplos del monómero polimerizable que tiene dos o más grupos carboxilo por molécula incluyen: ácido 6-(met)acriloiloxihexano-1,1-dicarboxílico, ácido 9-(met)acriloiloxinonano-1,1-dicarboxílico, ácido 10-(met)acriloiloxidecano-1,1-dicarboxílico, ácido 11-(met)acriloiloxundecano-1,1-dicarboxílico, ácido 12-(met)acriloiloxidodecano-1,1-dicarboxílico, ácido 13-(met)acriloiloxitridecano-1,1-dicarboxílico, trimetilato de 4-(met)acriloiloxietilo, anhídrido de trimetilato de 4-(met)acriloiloxietilo, trimelitato de 4-(met)acriloiloxibutilo, trimelitato de 4-(met)acriloiloxihexilo, trimelitato de 4-(met)acriloiloxidecilo y succinato de 2-(met)acriloiloxietil-3'-(met)acriloiloxi-2'-(3,4-dicarboxibenzoiloxi)propilo; y sus anhídridos de ácido y haluros de ácido.

25 Entre estos monómeros polimerizables que contienen grupos ácido, son preferibles los monómeros (met)acrílicos que contienen grupos ácido fosfórico o pirofosfórico puesto que dichos monómeros proporcionan una mejor capacidad de unión a las estructuras del diente. Se prefieren en particular los monómeros (met)acrílicos que contienen grupos ácido fosfórico. Entre los monómeros (met)acrílicos que contienen grupos ácido fosfórico, es más preferible un monómero (met)acrílico que contiene grupos de ácido fosfórico divalente que tiene como la cadena principal de la molécula un grupo alquilo o alquileo que tiene de 6 a 20 átomos de carbono y es mucho más preferible un monómero (met)acrílico que contiene grupos ácido fosfórico divalente que tiene como la cadena principal de la molécula un grupo alquileo que tiene de 8 a 12 átomos de carbono, tal como dihidrógeno fosfato de 10-metacriloiloxidecilo.

35 Un monómero puede estar contenido solo como el monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) o una combinación de dos o más monómeros puede estar contenida como los monómeros polimerizables que contienen grupos ácido (A-1). Tener un contenido demasiado alto o bajo del monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) puede provocar una disminución en la capacidad de unión. Por tanto, el contenido del monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) está preferentemente en el intervalo del 1 al 50 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 1 al 30 % en peso y mucho más preferentemente en el intervalo del 3 al 20 % en peso, con respecto al peso total de la imprimación dental (A).

Monómero polimerizable hidrófilo (A-2)

45 En el contexto de la presente invención, el monómero polimerizable hidrófilo (A-2) utilizado en la imprimación dental (A) se refiere a un monómero polimerizable, distinto del monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1), (es decir, un monómero polimerizable que no contiene ningún grupo ácido) que tiene una solubilidad del 10 % en peso o más en agua a 25 °C. El monómero polimerizable hidrófilo (A-2) tiene preferentemente una solubilidad del 30 % en peso o más en agua a 25°C y es, más preferentemente, libremente soluble en agua a 25 °C. El monómero polimerizable hidrófilo (A-2) promueve la penetración de los otros componentes de la imprimación dental (A) en una estructura del diente. El monómero (A-2) a su vez también penetra en una estructura del diente y se adhiere a un componente orgánico (colágeno) en la estructura del diente.

50 Los ejemplos del monómero polimerizable hidrófilo (A-2) incluyen (met)acrilato de 2-hidroxietilo, (met)acrilato de 2-hidroxipropilo, (met)acrilato de 3-hidroxipropilo, (met)acrilato de 1,3-dihidroxipropilo, (met)acrilato de 2,3-dihidroxipropilo, cloruro de 2-(trimetilamonio)etil (met)acrilo, di(met)acrilato de polietilenglicol (que tiene nueve o más grupos oxietileno), N,N-dimetil(met)acrilamida, N,N-dietil(met)acrilamida, N,N-di-n-propil(met)acrilamida, N-etil-N-metil(met)acrilamida, N-metilol(met)acrilamida, N-hidroxietil(met)acrilamida y N,N-(dihidroxietil)(met)acrilamida. Entre estos, se prefieren (met)acrilato de 2-hidroxietilo, mono(met)acrilato de glicerina y N,N-dietil(met)acrilamida.

60 Uno de los monómeros anteriores puede estar contenido solo como el monómero polimerizable hidrófilo (A-2) o una combinación de dos o más de los mismos puede estar contenida como el monómero polimerizable hidrófilo (A-2). El contenido del monómero polimerizable hidrófilo (A-2) está normalmente en el intervalo del 0,1 al 95 % en peso, preferentemente en el intervalo del 1 al 70 % en peso y más preferentemente en el intervalo del 10 al 50 % en peso, con respecto al peso total de la imprimación dental (A).

65

Agua (A-3)

El agua (A-3) es un componente que contribuye a la penetración de los monómeros polimerizables en la capa de colágeno de la dentina y que mejora la capacidad de unión y la durabilidad de la unión de la imprimación dental (A) a las estructuras del diente. El agua (A-3) preferentemente no contiene impurezas que puedan tener un efecto adverso y es preferentemente agua destilada o agua sometida a intercambio iónico. El agua (A-3) es un componente disolvente en la imprimación dental (A). El agua (A-3) puede usarse sola como el componente disolvente en la imprimación dental (A) o un disolvente mixto del agua (A-3) y un disolvente orgánico mencionado más adelante puede usarse como el componente disolvente.

El contenido de agua (A-3) está preferentemente en el intervalo del 0,01 al 90 % en peso, más preferentemente en el intervalo de 0.1 a 70 % en peso y mucho más preferentemente en el intervalo de 10 a 60 % en peso, con respecto a el peso total de la imprimación dental (A).

En la presente invención, la imprimación dental (A) se aplica a una superficie del diente y después se seca con una jeringa de aire dental en forma de una capa muy delgada. Por tanto, no se requiere necesariamente que la imprimación contenga un iniciador de polimerización. Sin embargo, es deseable que la imprimación dental (A) contenga un iniciador de polimerización, puesto que puede haber una reducción en la curabilidad y, por tanto, una reducción en la resistencia de unión si, por ejemplo, el facultativo provoca que una cantidad en exceso de la imprimación dental (A) permanezca en la superficie del diente después de secar la imprimación dental (A). El iniciador de polimerización contenido puede ser un iniciador de fotopolimerización habitualmente conocido y/o un iniciador de polimerización química. Por ejemplo, la α -dicetona y un compuesto de óxido de (bis)acilfosfina esencial para el material de unión dental (B) utilizado en la presente invención son adecuados para su uso como el iniciador de fotopolimerización. Pueden usarse otros iniciadores de fotopolimerización tales como tioxantonas, cetales y compuestos de cumarina. Estos iniciadores de polimerización son los mismos que los iniciadores de fotopolimerización mencionados como ejemplos para el material de unión dental (B) que se describe más adelante. La imprimación dental (A) puede contener un acelerador de polimerización mencionado como ejemplo para el material de unión dental (B) que se describe más adelante.

Un ejemplo de iniciadores de polimerización química que son adecuados para su uso como iniciador de polimerización en la presente invención es un sistema iniciador de polimerización redox compuesto de un oxidante y un reductor. El uso de un sistema iniciador de polimerización redox requiere que la imprimación dental (A) utilizada en la presente invención se empaquete en dos o más partes de manera que el oxidante y el reductor estén contenidos por separado el uno del otro. Dado que el kit de adhesivo dental de la presente invención requiere necesariamente el uso combinado de la imprimación dental (A) y el material de unión dental (B), la adición de entre uno de un oxidante y un reductor al material de unión dental (B) permite que la imprimación dental (A) contenga solamente el otro de entre el oxidante y el reductor y se empaquete en una parte.

Como oxidante puede estar contenido, por ejemplo, un peróxido orgánico tal como peróxido de cetona, hidroperóxido, peróxido de diacilo, peróxido de dialquilo, peroxicetal, peroxiéster o peroxidicarbonato. Estos componentes oxidantes son los mismos que los mencionados como ejemplos para el material de unión dental (B) que se describe más adelante.

Una amina terciaria aromática, una amina terciaria alifática, un ácido sulfínico o una sal de ácido sulfínico son adecuados para su uso como reductor. Estos componentes reductores son los mismos que los mencionados como ejemplos para el material de unión dental (B) que se describe más adelante.

Uno de estos iniciadores de polimerización puede estar contenido solo o puede estar contenido en una combinación de dos o más de los mismos. El contenido (total) del iniciador o los iniciadores de polimerización está normalmente en el intervalo del 0,01 al 20 % en peso, preferentemente en el intervalo del 0,05 al 10 % en peso y más preferentemente en el intervalo del 0,1 al 5 % en peso, con respecto al peso total de la imprimación dental (A).

Puede usarse un monómero polimerizable adicional distinto del monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) y el monómero polimerizable hidrófilo (A-2) en la imprimación dental (A) de la presente invención cuando se desee. En este caso, puede usarse un monómero polimerizable por radicales habitualmente conocido que no tenga ningún grupo ácido, que tenga una solubilidad inferior al 10 % en peso en agua a 25 °C, y que tenga un grupo insaturado polimerizable como el monómero polimerizable adicional sin ninguna otra limitación. En general, los monómeros polimerizables a base de (met)acrilato y a base de (met)acrilamida son adecuados para su uso en vista de la velocidad de curado y las propiedades mecánicas del producto curado resultante.

Puede añadirse un disolvente volátil tal como etanol o acetona, un acelerador de polimerización, un inhibidor de polimerización, un colorante, un agente fluorescente y un absorbente de ultravioleta cuando se desee. Para transmitir propiedades antibacterianas, puede añadirse un monómero polimerizable antibacteriano que tenga un grupo catiónico, tal como bromuro de (met)acrililoxidodecylpiridinio, cloruro de (met)acrililoxidihexadecylpiridinio o cloruro de (met)acrililoxidecilamonio. Para transmitir anticariogenia, puede añadirse un fluoruro de metal tal como fluoruro de sodio. Además, puede añadirse una carga en una cantidad que no provoque una pérdida en la fluidez de

la imprimación dental (A). Estos componentes son los mismos que los mencionados como ejemplos para el material de unión dental (B) que se describe más adelante.

Material de unión dental (B)

5

A continuación, se describirá en detalle el material de unión dental (B).

Monómero polimerizable hidrófilo (B-1)

10 Los monómeros polimerizables que pueden usarse como el monómero polimerizable hidrófilo (B-1) del material de unión dental (B) en la presente invención son los mismos que los mencionados como ejemplos del monómero polimerizable hidrófilo (A-2) de la imprimación dental (A). Entre los monómeros polimerizables, se prefieren (met)acrilato de 2-hidroxietilo, mono(met)acrilato de glicerina y N,N-dietil(met)acrilamida en vista de la penetración en la capa de colágeno de la dentina.

15

Puede usarse uno de estos monómeros solo como los monómeros polimerizables hidrófilos (B-1) o puede usarse una combinación de dos o más de los mismos como los monómeros polimerizables hidrófilos (B-1). En general, el contenido del monómero polimerizable hidrófilo (B-1) está preferentemente en el intervalo del 10 al 70 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 15 al 60 % en peso y mucho más preferentemente en el intervalo del 20 al 50 %, con respecto al peso total del material de unión dental (B). El contenido del monómero polimerizable hidrófilo (B-1) es preferentemente de 100 a 500 partes en peso, más preferentemente de 110 a 400 partes en peso e incluso más preferentemente de 120 a 350 partes en peso, por 100 partes en peso del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) contenido en el material de unión dental (B).

20

25 Monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2)

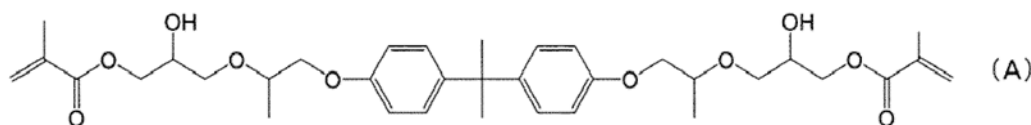
El monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2) es un componente diferente del monómero polimerizable hidrófilo (B-1) y tiene una solubilidad inferior al 10 % en peso en agua a 25 °C. El monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2) no tiene ningún grupo ácido. El monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2) mejora las características tales como la resistencia mecánica y las propiedades de manipulación del material de unión dental (B).

30

Los ejemplos del monómero polimerizable aromático bifuncional (B-2) incluyen 2,2-bis((met)acriloiloxifenil)propano, 2,2-bis[4-(3-(met)acriloiloxi-2-hidroxiopropoxi)fenil]propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxidiofenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxipolietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxidietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxitrietoifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxitetraetoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxipentaetoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxidipropoxifenil)propano, 2-(4-(met)acriloiloxidietoxifenil)-2-(4-(met)acriloiloxidietoxifenil)propano, 2-(4-(met)acriloiloxidietoxifenil)-2-(4-(met)acriloiloxidietoxifenil)propano, 2-(4-(met)acriloiloxidipropoxifenil)-2-(4-(met)acriloiloxidipropoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxipropoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxiisopropoxifenil)propano y un compuesto de bisfenol A representado por la siguiente fórmula (A) (un examen disponible en el mercado es "EPOXY ESTER 3002M" (nombre comercial), un aducto de ácido metacrílico de 2 moles de aducto de óxido de propileno de bisfenol A diglicidil éter, fabricado por Kyoieisha Chemical Co., Ltd):

35

40



Entre estos se prefieren 2,2-bis[4-(3-metacriloiloxi-2-hidroxiopropoxi)fenil]propano y el compuesto de bisfenol A representado por la fórmula (A). Se prefiere mucho más 2,2-bis[4-(3-metacriloiloxi-2-hidroxiopropoxi)fenil]propano.

50 Puede usarse uno de los monómeros anteriores solo como el monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2) o puede usarse una combinación de dos o más de los mismos como el monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2). En general, el contenido del monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2) está preferentemente en el intervalo del 10 al 70 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 15 al 60 % en peso y mucho más preferentemente en el intervalo del 20 al 50 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).

55

Monómero polifuncional bifuncional alifático (B-3)

El monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) es un componente diferente del monómero polimerizable hidrófilo (B-1) y tiene una solubilidad inferior al 10 % en peso en agua a 25 °C. El monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) mejora las características tales como la resistencia mecánica y las propiedades de manipulación del material de unión dental (B) y contribuye a la disolución del compuesto de benzotriazol (B-6) en el material de unión dental (B).

60

- Los ejemplos del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) incluyen di(met)acrilato de glicerol, di(met)acrilato de etilenglicol, di(met)acrilato de dietilenglicol, di(met)acrilato de trietilenglicol, di(met)acrilato de propilenglicol, di(met)acrilato de butilenglicol, di(met)acrilato de neopentilglicol, di(met)acrilato de 1,3-butanodiol, di(met)acrilato de 1,5-pentanodiol, di(met)acrilato de 1,6-hexanodiol, di(met)acrilato de 1,10-decanodiol, 1,2-bis(3-metacrililoiloxi-2-hidroxipropilo)etano y di(met)acrilato de 2,2,4-trimetilhexametileno bis(2-carbamoiloxietilo). Entre ellos, son preferibles el di(met)acrilato de neopentilglicol, di(met)acrilato de trietilenglicol, di(met)acrilato de 1,6-hexanodiol, di(met)acrilato de 1,10-decanodiol y el di(met)acrilato de neopentilglicol es el más preferido, en vista de la disolución del compuesto de benzotriazol (B-6).
- Puede usarse uno de los monómeros anteriores solo como el monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) o puede usarse una combinación de dos o más de los mismos como el monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3). En general, el contenido del monómero polimerizable está preferentemente en el intervalo del 5 al 50 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 7 al 45 % en peso y mucho más preferentemente en el intervalo del 10 al 40 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).
- Puede usarse un monómero polimerizable trifuncional o superior que tenga una solubilidad inferior al 10 % en peso en agua a 25 °C y que no tenga ningún grupo ácido en el material de unión dental (B) de la presente invención cuando se desee. Los ejemplos del monómero polimerizable trifuncional o superior incluyen tri(met)acrilato de trimetilolpropano, tri(met)acrilato de trimetiloetano, tri(met)acrilato de trimetilolmetano, tri(met)acrilato de pentaeritritol, tetra(met)acrilato de pentaeritritol, tri(meta)acrilato de dipentaeritritol, tetra(met)acrilato de dipentaeritritol, penta(met)acrilato de dipentaeritritol, tetrametacrilato de N,N-(2,2,4-trimetilhexametileno)-bis[2-(aminocarboxi)propano-1,3,3-diol] y 1,7-diacrililoiloxi-2,2,6,6-tetraacrililoiloximetil-4-oxiheptano.
- Un monómero polimerizable que contiene grupos ácido no es un componente esencial que el material de unión dental (B) deba contener para que tenga una capacidad de unión suficiente a las estructuras del diente y los materiales restauradores. Sin embargo, es deseable que el material de unión dental (B) contenga un monómero polimerizable que contenga grupos ácido con el fin de potenciar adicionalmente la capacidad de unión. Son monómeros utilizables como un monómero polimerizable que contiene grupos ácido de este tipo, los mismos que los utilizables como el monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) en la imprimación dental (A) de la presente invención. En particular, el material de unión dental (B) que contiene un monómero polimerizable que contiene grupos ácido fosfórico es preferible debido a su excelencia en la resistencia de unión a estructuras del diente o materiales restauradores tales como un metal, resina y porcelana. El contenido (total) del monómero o monómeros polimerizables que contiene grupos ácido está normalmente en el intervalo del 0,1 al 50 % en peso y preferentemente en el intervalo del 1 al 30 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).
- α -dicetona (B-4)
- La α -dicetona (B-4) actúa como un iniciador de fotopolimerización. Los ejemplos de la α -dicetona (B-4) utilizada en la presente invención incluyen diacetilo, dibencilo, canforquinona, 2,3-pentadiona, 2,3-octadiona, 9,10-fenantrenoquinona, 4,4'-oxibencilo y acenaftenoquinona. Entre estos se prefiere en particular la canforquinona, puesto que muestra una absorción máxima a una longitud de onda en la región visible. Una α -dicetona (B-4) puede estar contenida sola o puede estar contenida una combinación de dos o más α -dicetonas (B-4).
- Óxido de (bis)acilfosfina (B-5)
- El material de unión dental (B) utilizado en la presente invención contiene adicionalmente el compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) como iniciador de fotopolimerización. El material de unión dental (B) puede tener una fotocurabilidad aumentada y puede producir una alta resistencia de unión en virtud de que contiene el compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5). El óxido de bisacilfosfina y el óxido de acilfosfina se denominan colectivamente "óxido de (bis)acilfosfina" en la presente descripción.
- Los ejemplos del compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) utilizado en la presente invención incluyen un óxido de acilfosfina, un óxido de bisacilfosfina y un óxido de acilfosfina soluble en agua.
- Los ejemplos del óxido de acilfosfina utilizado como el compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) incluyen óxido de 2,4,6-trimetilbenzoildifenilfosfina, óxido de 2,6-dimetoxibenzoildifenilfosfina, óxido de 2,6-diclorobenzoildifenilfosfina, óxido de 2,4,6-trimetilbenzoilmetoxifenilfosfina, óxido de 2,4,6-trimetilbenzoiletoxifenilfosfina, óxido de 2,3,5,6-tetrametilbenzoildifenilfosfina y di-(2,6-dimetilfenil)fosfonato de benzoílo.
- Los ejemplos del óxido de bisacilfosfina incluyen óxido de bis-(2,6-diclorobenzoil)fenilfosfina, óxido de bis-(2,6-diclorobenzoil)-2,5-dimetilfenilfosfina, óxido de bis-(2,6-diclorobenzoil)-4-propilfenilfosfina, óxido de bis-(2,6-diclorobenzoil)-1-naftilfosfina, óxido de bis-(2,6-dimetoxibenzoil)fenilfosfina, óxido de bis-(2,6-dimetoxibenzoil)-2,4,4-trimetilpentilfosfina, óxido de bis-(2,6-dimetoxibenzoil)-2,5-dimetilfenilfosfina, óxido de bis-(2,4,6-trimetilbenzoil)fenilfosfina y óxido de (2,5,6-trimetilbenzoil)-2,4,4-trimetilpentilfosfina.

El óxido de acilfosfina soluble en agua tiene preferentemente un ion de metal alcalino, un ion de metal alcalinotérreo, un ion piridinio o un ion amonio en la molécula de óxido de acilfosfina. Por ejemplo, el óxido de acilfosfina soluble en agua puede sintetizarse mediante un método desvelado en el documento EP 0009348 B1 o el documento JP 57-197289A.

5 Los ejemplos específicos del óxido de acilfosfina soluble en agua incluyen monometil acetilfosfonato de sodio, monometil (1-oxopropil)fosfonato de sodio, monometil benzoilfosfonato de sodio, monometil (1-oxobutil)fosfonato de sodio, monometil (2-metil-1-oxopropil)fosfonato de sodio, acetilfosfonato de sodio, monometil acetilfosfonato de sodio, acetilmetilfosfonato de sodio, sal de sodio de 4-(hidroximetoxifosfinil)-4-oxobutanoato de metilo, sal monosódica de metil-4-oxo-fosfonobutanoato, sal de sodio acetilfenilfosfinato, (1-oxopropil)pentilfosfinato de sodio, sal de sodio de metil-4-(hidroxipentilfosfinilo)-4-oxobutanoato, acetilpentilfosfinato de sodio, acetiletifosfinato de sodio, metil(1,1-dimetil)metilfosfinato de sodio, (1,1-dimetoxietil)metilfosfinato de sodio, (1,1-dietoxietil)metilfosfinato de sodio, sal de litio de metil-4-(hidroximetilfosfinil)-4-oxobutanoato, sal de dilitio del ácido 4-(hidroximetilfosfinil)-4-oxobutanoico, sal de sodio de metil(2-metil-1,3-dioxolan-2-il)fosfinato, sal de sodio de metil(2-metil-1,3-tiazolidin-2-il)fosfonato, sal de sodio de (2-metilperhidro-1,3-diazin-2-il)fosfonita, sal de sodio de acetilfosfinato, sal de sodio de (1,1-dietoxietil)fosfonita, sal de sodio de (1,1-dietoxietil)metilfosfonita, sal de sodio de metil(2-metiloxatiolan-2-il)fosfinato, sal de sodio de metil(2,4,5-trimetil-1,3-dioxolan-2-il)fosfinato, sal de sodio de metil(1,1-propoxietil)fosfinato, sal de sodio de (1-metoxivinil)metilfosfinato, sal de sodio de (1-etiltiovinil)metilfosfinato, sal de sodio de metil(2-metilperhidro-1,3-diazin-2-il)fosfinato, sal de sodio de metil(2-metilperhidro-1,3-tiazin-2-il)fosfinato, sal de sodio de metil(2-metil-1,3-diazolidin-2-il)fosfinato, sal de sodio de metil(2-metil-1,3-tiazolidin-2-il)fosfinato, sal de sodio de (2,2-diciano-1-metiletinil)fosfinato, sal de sodio de oxima de acetilmetilfosfinato, sal de sodio de acetilmetilfosfinato-O-benciloximilo, sal de sodio de 1-[(N-etoximimino)etil]metilfosfinato, sal de sodio metil(1-feniliminoetil)fosfinato, sal de sodio de metil(1-fenilhidrazonoetil)fosfinato, sal de sodio de [1-(2,4-dinitrofenilhidrazono)etil]metilfosfinato, sal de sodio de la semicarbazona de acetilmetilfosfinato, sal de sodio de (1-ciano-1-hidroxi)etilmetilfosfinato, sal de sodio de (dimetoximetil)metilfosfinato, sal de sodio de formilmetilfosfinato, sal de sodio de (1,1-dimetoxipropil)metilfosfinato, sal de sodio de metil(1-oxopropil)fosfinato, sal de dodecilguanidina de (1,1-dimetoxipropil)metilfosfinato, sal de isopropilamina de (1,1-dimetoxipropil)metilfosfinato, sal de sodio de tiosemicarbazona de acetilmetilfosfinato, 1,3,5-tributil-4-metilamino-1,2,4-triazolio(1,1-dimetoxietil)-metilfosfinato, 1-butil-4-butilaminometilamino-3,5-dipropil-1,2,4-triazolio(1,1-dimetoxietil)-metilfosfinato, sal de sodio del óxido de 2,4,6-trimetilbenzoilfenilfosfina, sal de potasio del óxido de 2,4,6-trimetilbenzoilfenilfosfina y sal de amonio del óxido de 2,4,6-trimetilbenzoilfenilfosfina. Los ejemplos del óxido de acilfosfina soluble en agua incluyen adicionalmente compuestos que se especifican en el documento JP 2000-159621A.

Entre estos óxidos de acilfosfina, óxidos de bisacilfosfina y óxidos de acilfosfina solubles en agua, son preferibles el óxido de 2,4,6-trimetilbenzoildifenilfosfina, el óxido de 2,4,6-trimetilbenzoilmetoxifenilfosfina, la sal de sodio del óxido de 2,4,6-trimetilbenzoilfenilfosfina y los óxidos de bisacilfosfina. Son más preferibles los óxidos de bisacilfosfina y el óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil)fenilfosfina es el más preferible. Puede usarse un compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) solo o pueden usarse dos o más compuestos de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) en combinación según sea necesario.

En vista de, por ejemplo, la curabilidad del material de unión dental (B), es recomendable ajustar el contenido de la α -dicetona (B-4) y el compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) de manera que el contenido total del compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) y la α -dicetona (B-4) es normalmente del 0,5 al 5 % en peso, preferentemente del 0,7 al 4 % en peso y más preferentemente del 1 al 3 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).

Más específicamente, pueden estar contenidas de 0,6 a 2 partes en peso de la α -dicetona (B-4) por parte en peso del compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5). En este caso, el material de unión dental (B) muestra una alta curabilidad cuando se somete a irradiación con luz LED y presenta constantemente una buena capacidad de unión con una variabilidad pequeña en la resistencia de unión incluso cuando se irradia con un dispositivo de irradiación de LED de alta potencia. La α -dicetona (B-4) está contenida preferentemente en una cantidad de 0,6 a 1,5 partes en peso y más preferentemente en una cantidad de 0,6 a 1,2 partes en peso.

Puede usarse una amina terciaria como acelerador de polimerización en el material de unión dental (B) cuando se desee. La amina terciaria utilizada en la presente invención puede ser una amina alifática o una amina aromática.

Los ejemplos de la amina terciaria alifática incluyen N-metildietanolamina, N-etildietanolamina, N-n-butildietanolamina, N-laurildietanolamina, metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo, dimetacrilato de N-metildietanolamina, dimetacrilato de N-etildietanolamina, monometacrilato de trietanolamina, dimetacrilato de trietanolamina, trimetacrilato de trietanolamina, trietanolamina, trimetilamina, trietilamina y tributilamina. Entre estos, se usan más preferentemente metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo y trietanolamina en vista de la curabilidad y la estabilidad de almacenamiento del material de unión dental (B).

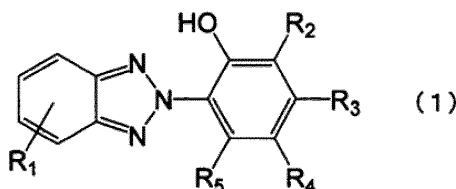
Los ejemplos de la amina aromática incluyen N,N-bis(2-hidroxi)etil-3,5-dimetilanilina, N,N-di(2-hidroxi)etil-p-toluidina, N,N-bis(2-hidroxi)etil-3,4-dimetilanilina, N,N-bis(2-hidroxi)etil-4-etilanilina, N,N-bis(2-hidroxi)etil-4-isopropilanilina, N,N-bis(2-hidroxi)etil-4-t-butilanilina, N,N-bis(2-hidroxi)etil-3,5-di-isopropilanilina, N,N-bis(2-hidroxi)etil-3,5-di-t-

butilanilina, N,N-dimetilanilina, N,N-dimetil-p-toluidina, N,N-dimetil-m-toluidina, N,N-dietil-p-toluidina, N,N-dimetil-3,5-dimetilanilina, N,N-dimetil-3,4-dimetilanilina, N,N-dimetil-4-etilanilina, N,N-dimetil-4-isopropilanilina, N,N-dimetil-4-t-butilanilina, N,N-dimetil-3,5-di-t-butilanilina, 4-(N,N-dimetilamino)benzoato de etilo, 4-(N,N-dimetilamino)benzoato de metilo, N,N-dimetilaminobenzoato de n-butoxietilo, 4-N,N-dimetilaminobenzoato de 2-(metacrililoxi)etilo, 4-N,N-dimetilaminobenzofenona y 4-dimetilaminobenzoato de butilo. Entre estos, se usa preferentemente al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en N,N-di(2-hidroxi)etil)-p-toluidina, 4-(N,N-dimetilamino)benzoato de etilo, N,N-dimetilaminobenzoato de n-butoxietilo y 4-N,N-dimetilaminobenzofenona en vista de su capacidad para transmitir una alta curabilidad al material de unión dental (B). Una amina terciaria puede estar contenida sola o puede estar contenida una combinación de dos o más aminas terciarias.

El contenido (total) de la amina o aminas terciarias utilizadas está preferentemente en el intervalo del 0,05 al 10 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 0,1 al 7 % en peso, e incluso más preferentemente en el intervalo del 0,5 al 5 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).

15 Compuesto de benzotriazol (B-6)

El compuesto de benzotriazol (B-6) actúa como un estabilizador contra la luz ambiental. El compuesto de benzotriazol (B-6) tiene una estructura representada por la fórmula (1).



En la fórmula (1), R₁ es un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, y R₂ a R₅ son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo orgánico que tiene de 1 a 12 átomos de carbono y que contiene opcionalmente al menos un átomo seleccionado entre el grupo que consiste en un átomo de oxígeno, un átomo de nitrógeno, un átomo de azufre y un átomo de fósforo.

Los ejemplos del átomo de halógeno representado por R₁ a R₅ incluyen un átomo de flúor, un átomo de cloro, un átomo de bromo y un átomo de yodo. Se prefiere un átomo de cloro.

El grupo alquilo representado por R₁ que tiene de 1 a 6 átomos de carbono puede ser lineal, ramificado o cíclico. Los ejemplos del grupo alquilo incluyen grupos metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, ciclopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, ciclobutilo, n-pentilo, isopentilo, neopentilo, terc-pentilo, ciclopentilo, n-hexilo, isohexilo y ciclohexilo.

El grupo orgánico representado por R₂ a R₅ que tiene de 1 a 12 átomos de carbono y que contiene opcionalmente al menos un átomo seleccionado entre el grupo que consiste en un átomo de oxígeno, un átomo de nitrógeno, un átomo de azufre y un átomo de fósforo puede ser alifático o aromático y puede estar saturado o insaturado. El grupo orgánico puede tener una estructura ramificada y puede tener una estructura cíclica. Los ejemplos del grupo orgánico que tiene de 1 a 12 átomos de carbono incluyen un grupo hidrocarbonado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono. El grupo hidrocarbonado puede estar sustituido con uno seleccionado entre el grupo que consiste en un grupo hidroxilo, un grupo amino y un grupo mercapto, puede contener, por ejemplo, -O-, -S- o -NH- interpuesto entre átomos de carbono, puede contener, por ejemplo, un átomo de nitrógeno o -P(=O)- interpuesto entre átomos de carbono y que sirve como un punto de ramificación a partir del cual se origina una ramificación, y puede tener una estructura heterocíclica que contiene un átomo de oxígeno, un átomo de nitrógeno, un átomo de azufre y/o un átomo de fósforo.

Los ejemplos del grupo hidrocarbonado incluyen grupos alquilo, alquenilo, alquinilo, arilo, alquilarilo, arilalquilo, alquilariloalquilo y alquenilarilo.

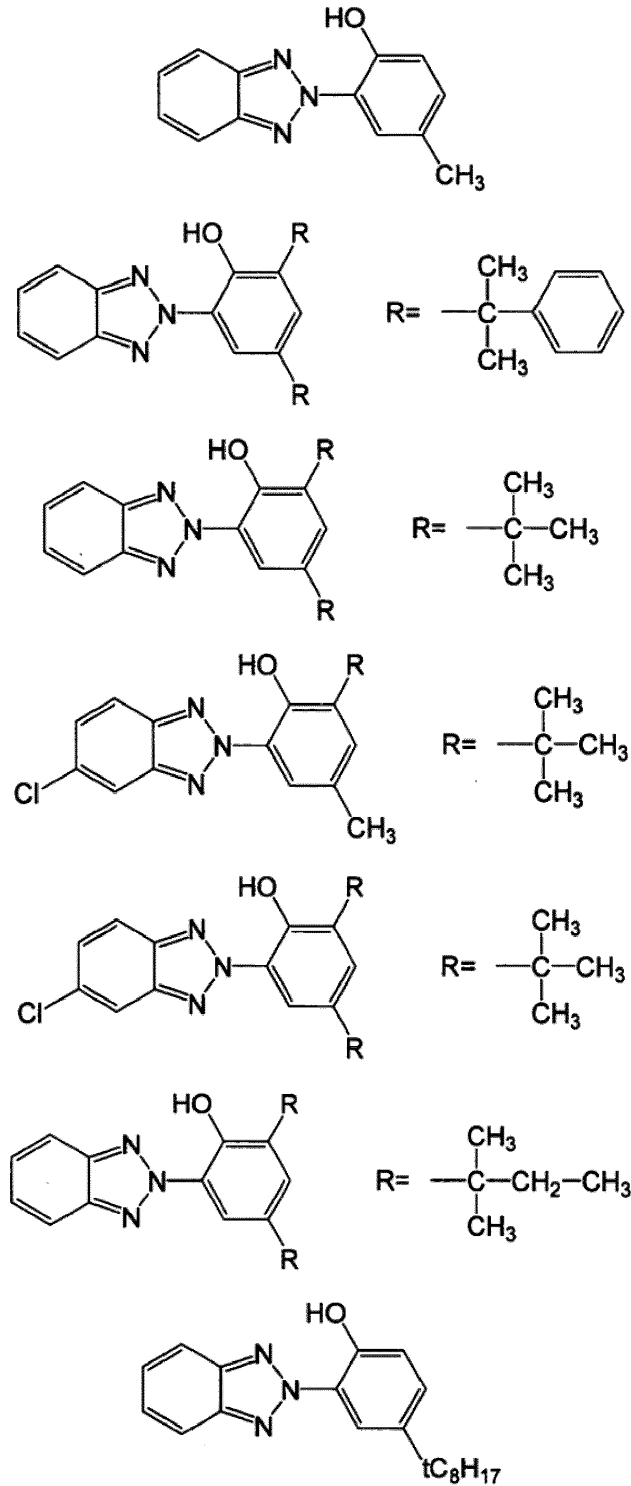
El compuesto de benzotriazol (B-6) es preferentemente un compuesto que tiene la estructura representada por la fórmula (1), donde R₁ es un átomo de hidrógeno o un átomo de cloro presente en la posición 5 en la estructura de benzotriazol, R₃ y R₅ son cada uno un átomo de hidrógeno, y al menos R₂ o R₄ es un grupo hidrocarbonado que tiene 1 a 12 átomos de carbono (R₂ y R₄ pueden ser iguales o diferentes cuando cada uno de ellos es un grupo hidrocarbonado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono). Más preferentemente, R₂ y R₄ son cada uno independientemente un grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono o un grupo fenilalquilo que tiene de 7 a 12 átomos de carbono.

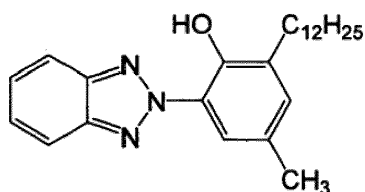
Los ejemplos del grupo alquilo lineal o ramificado que tiene de 1 a 12 átomos de carbono incluyen grupos metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, isopentilo, neopentilo, terc-pentilo, n-

hexilo, isohexilo, terc-hexilo, n-heptilo, terc-heptilo, n-octilo, 2-etilhexilo, terc-octilo, n-nonilo, n-decilo, n-undecilo y n-dodecilo.

5 Los ejemplos del grupo fenilalquilo que tiene de 7 a 12 átomos de carbono incluyen grupos bencilo, α,α -dimetilbencilo y fenetilo.

Se muestran a continuación compuestos de ejemplo específicos particularmente preferidos como el compuesto de benzotriazol (B-6).





5 En vista de la disolución en el material de unión dental (B), el contenido del compuesto de benzotriazol (B-6) es de 0,01 a 3 partes en peso, preferentemente de 0,05 a 2,5 partes en peso y más preferentemente de 0,1 a 2 partes en peso, por 100 partes en peso del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3). El contenido del compuesto de benzotriazol (B-6) es de 0,005 a 1,7 partes en peso, preferentemente de 0,01 a 1,6 partes en peso, más preferentemente de 0,1 a 1,5 partes en peso y de forma particularmente preferible de 0,3 a 1,3 partes en peso, por 100 partes en peso del monómero polimerizable hidrófilo (B-1).

10 En vista de la curabilidad, el material de unión dental (B) puede contener un iniciador de polimerización distinto de la α -dicetona (B-4) y el compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5). El iniciador de polimerización utilizado puede ser un iniciador de polimerización habitualmente conocido. En particular, se usa un iniciador de polimerización para fotopolimerización o polimerización química solo o se usan dos o más iniciadores de polimerización para fotopolimerización o polimerización química en una combinación apropiada.

15 Los ejemplos del iniciador de fotopolimerización incluyen tioxantonas, sales de amonio cuaternario de tioxantonas, cetales, cumarinas, compuestos de benzoín alquil éter y compuestos de α -aminocetona.

20 Los ejemplos de las tioxantonas y las sales de amonio cuaternario de tioxantonas que pueden usarse como el iniciador de fotopolimerización incluyen tioxantona, 2-clorotioxanten-9-ona, cloruro de 2-hidroxi-3-(9-oxo-9H-tioxanten-4-iloxi)-N,N,N-trimetil-propanaminio, cloruro de 2-hidroxi-3-(1-metil-9-oxo-9H-tioxanteno-4-iloxi)-N,N,N-trimetil-propanaminio, cloruro de 2-hidroxi-3-(9-oxo-9H-tioxanteno-2-iloxi)-N,N,N-trimetil-propanaminio, cloruro de 2-hidroxi-3-(3,4-dimetil-9-oxo-9H-tioxanten-2-iloxi)-N,N,N-trimetil-1-propanaminio, cloruro de 2-hidroxi-3-(3,4-dimetil-9H-tioxanteno-2-iloxi)-N,N,N-trimetil-1-propanaminio y cloruro de 2-hidroxi-3-(1,3,4-trimetil-9-oxo-9H-tioxanteno-2-iloxi)-N,N,N-trimetil-1-propanaminio.

30 Una tioxantona particularmente preferida entre las tioxantonas mencionadas anteriormente es 2-clorotioxanten-9-ona y una sal de amonio cuaternario particularmente preferida de una tioxantona entre las sales de amonio cuaternario de tioxantonas mencionadas anteriormente es cloruro de 2-hidroxi-3-(3,4-dimetil-9H-tioxanteno-2-iloxi)-N,N,N-trimetil-1-propanaminio.

Los ejemplos de los cetales que pueden usarse como el iniciador de fotopolimerización incluyen bencil dimetil cetal y bencil dietil cetal.

35 Los ejemplos de los compuestos de cumarina que pueden usarse como el iniciador de fotopolimerización incluyen compuestos desvelados en el documento JP 9-3109 A y el documento JP 10-245525 A, tales como 3,3'-carbonilbis(7-dietilaminocumarina), 3-(4-metoxibenzoil)cumarina, 3-tienoilcumarina, 3-benzoil-5,7-dimetoxicumarina, 3-benzoil-7-metoxicumarina, 3-benzoil-6-metoxicumarina, 3-benzoil-8-metoxicumarina, 3-benzoilcumarina, 7-metoxi-3-(p-nitrobenzoil)cumarina, 3-(p-nitrobenzoil)cumarina, 3,5-carbonilbis(7-metoxicumarina), 3-benzoil-6-bromocumarina, 3,3'-carbonilbiscumarina, 3-benzoil-7-dimetilaminocumarina, 3-benzoilbenzo[f]cumarina, 3-carboxicumarina, 3-carboxi-7-metoxicumarina, 3-etoxicarbonil-6-metoxicumarina, 3-etoxicarbonil-8-metoxicumarina, 3-acetilbenzo[f]cumarina, 7-metoxi-3-(p-nitrobenzoil)cumarina, 3-(p-nitrobenzoil)cumarina, 3-benzoil-6-nitrocumarina, 3-benzoil-7-dietilaminocumarina, 7-dimetilamino-3-(4-metoxibenzoil)cumarina, 7-dietilamino-3-(4-metoxibenzoil)cumarina, 7-dietilamino-3-(4-dietilamino)cumarina, 7-metoxi-3-(4-metoxibenzoil)cumarina, 3-(4-nitrobenzoil)benzo[f]cumarina, 3-(4-etoxicinamoil)-7-metoxicumarina, 3-(4-dimetilaminocinamoil)cumarina, 3-(4-difenilaminocinamoil)cumarina, 3-[(3-dimetilbenzotiazol-2-iliden)acetil]cumarina, 3-[(1-metilnafto[1,2-d]tiazol-2-iliden)acetil]cumarina, 3,3'-carbonilbis(6-metoxicumarina), 3,3'-carbonilbis(7-acetoxicumarina), 3,3'-carbonilbis(7-dimetilaminocumarina), 3-(2-benzotiazol)-7-(dietilamino) de la cumarina, 3-(2-benzotiazol)-7-(dibutilamino)cumarina, 3-(2-benzoimidazol)-7-(dietilamino)cumarina, 3-(2-benzotiazol)-7-(dioctilamino)cumarina, 3-acetil-7-(dimetilamino)cumarina, 3,3'-carbonilbis(7-dibutilaminocumarina), 3,3'-carbonil-7-dietilaminocumarina-7'-bis(butoxi)etilaminocumarina, 10-[3-[4-(dimetilamino)fenil]-1-oxo-2-propenil]-2,3,6,7-tetrahidro-1,1,7,7-tetrametil-1H,5H,11H-[1]benzopirano[6,7,8-ij]quinolizin-11-ona y 10-(2-benzotiazol)-2,3,6,7-tetrahidro-1,1,7,7-tetrametil-1H,5H,11H-[1]benzopirano[6,7,8-ij]quinolizin-11-ona.

55 Entre los compuestos de cumarina anteriores, son particularmente preferibles 3,3'-carbonilbis(7-dietilaminocumarina) y 3,3'-carbonilbis(7-dibutilaminocumarina).

60 Los ejemplos de benzoín alquil éteres que pueden usarse como el iniciador de fotopolimerización incluyen benzoín metil éter, benzoín etil éter, benzoín isopropil éter y benzoín isobutil éter.

Los ejemplos de las α -aminocetonas que pueden usarse como iniciadores de fotopolimerización incluyen 2-metil-1-[4-(metiltio)fenil]-2-morfolinopropan-1-ona.

5 Se usa preferentemente un peróxido orgánico como el iniciador de polimerización química en la presente invención. El peróxido orgánico utilizado como el iniciador de polimerización química no está particularmente limitado y puede ser un peróxido orgánico habitualmente conocido. Los ejemplos típicos del peróxido orgánico incluyen peróxidos de cetona, hidroperóxidos, peróxidos de diacilo, peróxidos de dialquilo, peroxicetales, peroxiésteres y peroxidicarbonatos.

10 Los ejemplos de los peróxidos de cetona que pueden usarse como el iniciador de polimerización química incluyen peróxido de metil etil cetona, peróxido de metil isobutil cetona, peróxido de metilciclohexanona y peróxido de ciclohexanona.

15 Los ejemplos de los hidroperóxidos que pueden usarse como el iniciador de polimerización química incluyen 2,5-dimetilhexano-2,5-dihidroperóxido, hidroperóxido de diisopropilbenceno, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de t-butilo y hidroperóxido de 1,1,3,3-tetrametilbutilo.

20 Los ejemplos de los peróxidos de diacilo que pueden usarse como el iniciador de polimerización química incluyen peróxido de acetilo, peróxido de isobutirilo, peróxido de benzoílo, peróxido de decanoílo, peróxido de 3,5,5-trimetilhexanoílo, peróxido de 2,4-diclorobenzoílo y peróxido de lauroílo.

25 Los ejemplos de los peróxidos de dialquilo que pueden usarse como el iniciador de polimerización química incluyen peróxido de di-t-butilo, peróxido de dicumilo, peróxido de t-butilcumilo, 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano, 1,3-bis(t-butilperoxiisopropil)benceno y 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)-3-hexina.

Los ejemplos de peroxicetales que pueden usarse como iniciadores de polimerización química incluyen 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 1,1-bis(t-butilperoxi)ciclohexano, 2,2-bis(t-butilperoxi)butano, 2,2-bis(t-butilperoxi)octano y 4,4-bis(t-butilperoxi)valerato de n-butilo.

30 Los ejemplos de los peroxiésteres que pueden usarse como el iniciador de polimerización química incluyen peroxineodecanoato de α -cumilo, peroxineodecanoato de t-butilo, peroxipivalato de t-butilo, peroxi-2-etilhexanoato de 2,2,4-trimetilpentilo, peroxi-2-etilhexanoato de t-amilo, peroxi-2-etilhexanoato de t-butilo, peroxiisofalato de di-t-butilo, peroxihexahidroterefalato de t-butilo, peroxi-3,3,5-trimetilhexanoato de t-butilo, peroxiacetato de t-butilo, peroxibenzoato de t-butilo y ácido t-butil peroximaleico.

35 Los ejemplos de los peroxidicarbonatos que pueden usarse como el iniciador de polimerización química incluyen di-3-metoxi peroxidicarbonato, peroxidicarbonato de di-2-etilhexilo, peroxidicarbonato de bis(4-t-butilciclohexilo), peroxidicarbonato de diisopropilo, peroxidicarbonato de di-n-propilo, peroxidicarbonato de di-2-etoxietilo y peroxidicarbonato de dialilo.

40 Entre estos peróxidos orgánicos, los peróxidos de diacilo se usan preferentemente en vista del equilibrio general de seguridad, estabilidad de almacenamiento y potencial de formación de radicales. Entre los peróxidos de diacilo, se usa en particular preferentemente peróxido de benzoílo.

45 En vista de la curabilidad, el material de unión dental (B) de la presente invención puede contener un acelerador de polimerización distinto de la amina terciaria. El acelerador de polimerización utilizado en la presente invención puede ser un acelerador de polimerización habitualmente conocido. Puede usarse un acelerador de polimerización solo o pueden usarse dos o más aceleradores de polimerización en una combinación apropiada.

50 Los ejemplos del acelerador de polimerización incluyen aminas primarias y secundarias, ácidos sulfínicos, sulfatos, compuestos de borato, derivados de ácido barbitúrico, compuestos de triazina, compuestos de cobre, compuestos de estaño, compuestos de vanadio, compuestos de halógeno, aldehídos, compuestos de tiol, sulfitos, sulfitos de hidrógeno y compuestos de tiourea.

55 Los ejemplos de las aminas primarias y secundarias incluyen: aminas primarias tales como n-butilamina, n-hexilamina y n-octilamina; aminas secundarias tales como diisopropilamina, dibutilamina y N-metiletanolamina.

60 Los ejemplos de ácidos sulfínicos y sulfinatos que pueden usarse como el acelerador de la polimerización incluyen ácido p-toluenosulfínico, p-toluenosulfinato de sodio, p-toluenosulfinato de potasio, p-toluenosulfinato de litio, p-toluenosulfinato de calcio, ácido bencenosulfínico, bencenosulfinato de sodio, bencenosulfinato de potasio, bencenosulfinato de litio, bencenosulfinato de calcio, ácido 2,4,6-trimetilbencenosulfínico, 2,4,6-trimetilbencenosulfinato de sodio, 2,4,6-trimetilbencenosulfinato de potasio, 2,4,6-trimetilbencenosulfinato de litio, 2,4,6-trimetilbencenosulfinato de calcio, ácido 2,4,6-trietilbencenosulfínico, 2,4,6-trietilbencenosulfinato de sodio, 2,4,6-trietilbencenosulfinato de potasio, 2,4,6-trietilbencenosulfinato de litio, 2,4,6-trietilbencenosulfinato de calcio, ácido 2,4,6-trisopropilbencenosulfínico, 2,4,6-trisopropilbencenosulfinato de sodio, 2,4,6-trisopropilbencenosulfinato

de potasio, 2,4,6-triisopropilbencenosulfonato de litio y 2,4,6-triisopropilbencenosulfonato de calcio. Se prefieren en particular bencenosulfonato de sodio, p-toluenosulfonato de sodio y 2,4,6-triisopropilbencenosulfonato de sodio.

El compuesto de borato utilizado como el acelerador de polimerización es preferentemente un compuesto de borato de arilo. Son ejemplos específicos de compuestos de borato de arilo que son adecuados para su uso como el acelerador de polimerización incluyen compuestos de borato que tienen un grupo arilo por molécula, tales como sales de sodio, sales de litio, sales de potasio, sales de magnesio, sales de tetrabutilamonio, sales de tetrametilamonio, sales de tetraetilamonio, sales de metilpiridinio, sales de etilpiridinio, sales de butilpiridinio, sales de metilquinolinio, sales de etilquinolinio y sales de butilquinolinio de trialquilfenilboro, trialquil(p-clorofenil)boro, trialquil(p-fluorofenil)boro, trialquil[(3,5-bistrifluorometil)fenil]boro, trialquil[3,5-bis(1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-metoxi-2-propil)fenil]boro, trialquil(p-nitrofenil)boro, trialquil(m-nitrofenil)boro, trialquil(p-butilfenil)boro, trialquil(m-butilfenil)boro, trialquil(p-butiloxifenil)boro, trialquil(m-butiloxifenil)boro, trialquil(p-octiloxifenil)boro y trialquil(m-octiloxifenil)boro (sus grupos alquilo son cada uno al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste, por ejemplo, en un grupo n-butilo, un grupo n-octilo y un grupo n-dodecilo).

Los ejemplos del compuesto de borato incluyen aquellos que tienen dos grupos arilo por molécula, tales como sales de sodio, sales de litio, sales de potasio, sales de magnesio, sales de tetrabutilamonio, sales de tetrametilamonio, sales de tetraetilamonio, sales de metilpiridinio, sales de etilpiridinio, sales de butilpiridinio, sales de metilquinolinio, sales de etilquinolinio y sales de butilquinolinio de dialquildifenilboro, dialquildi(p-clorofenil)boro, dialquildi(p-fluorofenil)boro, dialquildi[di(3,5-bis-trifluorometil)fenil]boro, dialquildi[3,5-bis(1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-metoxi-2-propil)fenil]boro, dialquildi(p-nitrofenil)boro, dialquildi(m-nitrofenil)boro, dialquildi(p-butilfenil)boro, dialquildi(m-butilfenil)boro, dialquildi(p-butiloxifenil)boro, dialquildi(m-butiloxifenil)boro, dialquildi(p-octiloxifenil)boro y dialquildi(m-octiloxifenil)boro (sus grupos alquilo son cada uno al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste, por ejemplo, en un grupo n-butilo, un grupo n-octilo y un grupo n-dodecilo).

Los ejemplos del compuesto de borato incluyen adicionalmente aquellos que tienen tres grupos arilo por molécula, tales como sales de sodio, sales de litio, sales de potasio, sales de magnesio, sales de tetrabutilamonio, sales de tetrametilamonio, sales de tetraetilamonio, sales de metilpiridinio, sales de etilpiridinio, sales de butilpiridinio, sales de metilquinolinio, sales de etilquinolinio y sales de butilquinolinio de monoalquiltrifenilboro, monoalquiltri(p-clorofenil)boro, monoalquiltri(p-fluorofenil)boro, monoalquiltri(3,5-bis-trifluorometil)fenilboro, monoalquiltri[3,5-bis(1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-metoxi-2-propil)fenil]boro, monoalquiltri(p-nitrofenil)boro, monoalquiltri(m-nitrofenil)boro, monoalquiltri(p-butilfenil)boro, monoalquiltri(m-butilfenil)boro, monoalquiltri(p-butiloxifenil)boro, monoalquiltri(m-butiloxifenil)boro, monoalquiltri(p-octiloxifenil)boro y monoalquiltri(m-octiloxifenil)boro (sus grupos alquilo son cada uno al menos uno seleccionado entre, por ejemplo, un grupo n-butilo, un grupo n-octilo y un grupo n-dodecilo).

Los ejemplos del compuesto de borato incluyen adicionalmente aquellos que tienen cuatro grupos arilo por molécula, tales como sales de sodio, sales de litio, sales de potasio, sales de magnesio, sales de tetrabutilamonio, sales de tetrametilamonio, sales de tetraetilamonio, sales de metilpiridinio, sales de etilpiridinio, sales de butilpiridinio, sales de metilquinolinio, sales de etilquinolinio y sales de butilquinolinio de tetrafenilboro, tetraquis(p-clorofenil)boro, tetraquis(p-fluorofenil)boro, tetraquis[(3,5-bistrifluorometil)fenil]boro, tetraquis[3,5-bis(1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-metoxi-2-propil)fenil]boro, tetraquis(p-nitrofenil)boro, tetraquis(m-nitrofenil)boro, tetraquis(p-butilfenil)boro, tetraquis(m-butilfenil)boro, tetraquis(p-butiloxifenil)boro, tetraquis(m-butiloxifenil)boro, tetraquis(p-octiloxifenil)boro, tetraquis(m-octiloxifenil)boro, (p-fluorofenil)trifenilboro, (3,5-bistrifluorometilfenil)trifenilboro, (p-nitrofenil)trifenilboro, (m-butiloxifenil)trifenilboro, (p-butiloxifenil)trifenilboro, (m-octiloxifenil)trifenilboro y (p-octiloxifenil)trifenilboro.

En vista de la estabilidad de almacenamiento, es más preferible usar los compuestos de borato que tienen tres o cuatro grupos arilo por molécula entre los compuestos de borato de arilo anteriores. Puede usarse uno de estos compuestos de borato de arilo solo o puede usarse una mezcla de dos o más de los mismos.

Los ejemplos de los derivados de ácido barbitúrico que pueden usarse como el acelerador de polimerización incluyen: ácido barbitúrico, ácido 1,3-dimetilbarbitúrico, ácido 1,3-difenilbarbitúrico, ácido 1,5-dimetilbarbitúrico, ácido 5-butilbarbitúrico, ácido 5-etilbarbitúrico, ácido 5-isopropilbarbitúrico, ácido 5-ciclohexilbarbitúrico, ácido 1,3,5-trimetilbarbitúrico, ácido 1,3-dimetil-5-etilbarbitúrico, ácido 1,3-dimetil-5-n-butilbarbitúrico, ácido 1,3-dimetil-5-butilbarbitúrico, ácido 1,3-dimetilbarbitúrico, ácido 1,3-dimetil-5-ciclopentilbarbitúrico, ácido 1,3-dimetil-5-ciclohexilbarbitúrico, ácido 1,3-dimetil-5-fenilbarbitúrico, ácido 1-ciclohexil-1-etilbarbitúrico, ácido 1-bencil-5-fenilbarbitúrico, ácido 5-metilbarbitúrico, ácido 5-propilbarbitúrico, ácido 1,5-dietilbarbitúrico, ácido 1-etil-5-metilbarbitúrico, ácido 1-etil-5-isobutilbarbitúrico, ácido 1,3-dietil-5-butilbarbitúrico, ácido 1-ciclohexil-5-metilbarbitúrico, ácido 1-ciclohexil-5-etilbarbitúrico, ácido 1-ciclohexil-5-octilbarbitúrico, ácido 1-ciclohexil-5-hexilbarbitúrico, ácido 5-butil-1-ciclohexilbarbitúrico, ácido 1-bencil-5-fenilbarbitúrico y ácido tiobarbitúrico; y sales de los ácidos barbitúricos (son particularmente preferibles sales de metales alcalinos y sales de metales alcalinotérreos). Los ejemplos de las sales de los ácidos barbitúricos incluyen 5-butilbarbiturato de sodio, 1,3,5-trimetilbarbiturato de sodio y 1-ciclohexil-5-etilbarbiturato de sodio.

Los ejemplos de derivados de ácido barbitúrico particularmente preferidos incluyen ácido 5-butilbarbitúrico, ácido 1,3,5-trimetilbarbitúrico, ácido 1-ciclohexil-5-etilbarbitúrico, ácido 1-bencil-5-fenilbarbitúrico y sales de sodio de estos ácidos barbitúricos.

- Los ejemplos de los compuestos de triazina que pueden usarse como el acelerador de la polimerización incluyen 2,4,6-tris(triclorometil)-s-triazina, 2,4,6-tris(tribromometil)-s-triazina, 2-metil-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-metil-4,6-bis(tribromometil)-s-triazina, 2-fenil-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(p-metoxifenil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(p-metiltiofenil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(p-clorofenil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(2,4-diclorofenil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(p-bromofenil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(p-tolil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-n-propil-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(α,α,β -tricloroetil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-estiril-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-[2-(p-metoxifenil)etenil]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-[2-(o-metoxifenil)etenil]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-[2-(p-butoxifenil)etenil]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-[2-(3,4-dimetoxifenil)etenil]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-[2-(3,4,5-trimetoxifenil)etenil]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(1-naftil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(4-bifenilil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-[2-{N,N-bis(2-hidroxi)etil}amino}etoxi]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-[2-{N-hidroxi)etil-N-etilamino}etoxi]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-[2-{N-hidroxi)etil-N-metilamino}etoxi]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina y 2-[2-{N,N-dialilamino}etoxi]-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina.
- Entre los compuestos de triazina mencionados anteriormente como ejemplos, se prefiere en particular 2,4,6-tris(triclorometil)-s-triazina en términos de actividad de polimerización. En términos de estabilidad de almacenamiento, se prefieren en particular 2-fenil-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina, 2-(p-clorofenil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina y 2-(4-bifenilil)-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina. Los compuestos de triazina anteriores pueden usarse solos o puede usarse una mezcla de dos o más de los mismos.
- Los ejemplos de los compuestos de cobre que son adecuados para su uso como el acelerador de polimerización incluyen acetilacetato de cobre, acetato de cobre (II), oleato de cobre, cloruro de cobre (II) y bromuro de cobre (II).
- Los ejemplos de los compuestos de estaño que pueden usarse como el acelerador de polimerización incluyen dimaleato de di-n-butilestaño, dimaleato de di-n-octilestaño, dilaurato de di-n-octilestaño y dilaurato de di-n-butilestaño. Son compuestos de estaño particularmente preferidos dilaurato de di-n-octilestaño y dilaurato de di-n-butilestaño.
- El compuesto de vanadio utilizado como el acelerador de la polimerización es preferentemente un compuesto de vanadio tetravalente y/o pentavalente. Los ejemplos del compuesto de vanadio tetravalente y/o pentavalente incluyen compuestos mencionados en el documento JP 2003-96122 A, tales como tetróxido de divanadio (IV), acetilacetato de óxido de vanadio (IV), oxalato de vanadilo (IV), sulfato de vanadilo (IV), oxobis(1-fenil-1,3-butanodionato)vanadio (IV), bis(maltolato)oxovanadio (IV), pentóxido de vanadio (V), metavanadato de sodio (V) y metavanadato de amonio (V).
- Los ejemplos de los compuestos de halógeno que son adecuados para su uso como el acelerador de polimerización incluyen cloruro de dilaurildimetilamonio, cloruro de laurildimetilbencilamonio, cloruro de benciltrimetilamonio, cloruro de tetrametilamonio, cloruro de bencildimetilcetilamonio y bromuro de dilaurildimetilamonio.
- Los ejemplos de los aldehídos que pueden usarse como el acelerador de polimerización incluyen tereftalaldehído y derivados de benzaldehído. Los ejemplos de derivados de benzaldehído incluyen dimetilaminobenzaldehído, p-metiloxibenzaldehído, p-etiloxibenzaldehído y p-n-octiloxibenzaldehído. Entre estos, se usa preferentemente p-n-octiloxibenzaldehído en vista de la curabilidad.
- Los ejemplos de los compuestos de tiol que pueden usarse como el acelerador de polimerización incluyen 3-mercaptopropiltrimetoxisilano, 2-mercaptobenzoxazol, decanotiol y ácido tiobenzoico.
- Los ejemplos de los sulfitos que pueden usarse como el acelerador de la polimerización incluyen sulfito de sodio, sulfito de potasio, sulfito de calcio y sulfito de amonio.
- Los ejemplos de los sulfitos de hidrógeno que pueden usarse como el acelerador de polimerización incluyen hidrógeno sulfito de sodio e hidrógeno sulfito de potasio.
- Los ejemplos de los compuestos de tiourea que pueden usarse como el acelerador de polimerización incluyen 1-(2-piridil)-2-tiourea, tiourea, metiltiourea, etiltiourea, N,N'-dimetiltiourea, N,N'-dietiltiourea, N,N'-di-n-propiltiourea, N,N'-diclohexiltiourea, trimetiltiourea, trietiltiourea, tri-n-propiltiourea, triciclohexiltiourea, tetrametiltiourea, tetraetiltiourea, tetra-n-propiltiourea y tetraciclohexiltiourea.
- El material de unión dental (B) puede contener un fluoruro en la medida en que el efecto de la presente invención no se deteriore. Puede usarse cualquier fluoruro que sea soluble en agua y pueda liberar ion de flúor. Los ejemplos específicos del fluoruro incluyen fluoruro de litio, fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, fluoruro de rubidio, fluoruro de cesio, fluoruro de berilio, fluoruro de magnesio, fluoruro de calcio, fluoruro de estroncio, fluoruro de bario, fluoruro de aluminio, fluoruro de manganeso (II), fluoruro de hierro (II), fluoruro de hierro (III), fluoruro de cobalto (II), fluoruro de cobre (II), fluoruro de cinc, fluoruro de antimonio (III), fluoruro de plomo (II), fluoruro de plata (I), fluoruro de cadmio, fluoruro de estaño (II), fluoruro de estaño (IV), fluoruro de diamina de plata, fluoruro de amonio, fluoruro de hidrógeno de sodio, fluoruro de hidrógeno de amonio, fluoruro de hidrógeno de potasio, fluorofosfato de sodio,

hexafluorotitanato de potasio, hexafluorosilicato de sodio, hexafluorofosfato de sodio, hexafluoroestannato de sodio (IV), hexafluoroestannato de alanina (IV), pentafluoroestannato de sodio (II) y hexafluorocirconato de potasio.

5 Dependiendo de la realización empleada, el material de unión dental (B) preferentemente contiene adicionalmente una carga. Las cargas generalmente se clasifican ampliamente en una carga orgánica, una carga inorgánica y una carga compuesta orgánica-inorgánica. Los ejemplos del material de la carga orgánica incluyen metacrilato de polimetilo, metacrilato de polietilo, copolímero de metacrilato de metilo-metacrilato de etilo, metacrilato de polimetilo reticulado, metacrilato de polietileno reticulado, poliamida, cloruro de polivinilo, poliestireno, caucho de cloropreno, caucho de nitrilo, copolímero de acetato de etileno-vinilo, copolímero de estireno-butadieno, copolímero de acrilonitrilo-estireno y copolímero de acrilonitrilo-estireno-butadieno. Estos pueden usarse solos o puede usarse una mezcla de dos o más de los mismos. La forma de la carga orgánica no está particularmente limitada y el diámetro de partícula de la carga utilizada puede seleccionarse según corresponda. En vista de las características tales como las propiedades de manipulación y la resistencia mecánica del material de unión dental (B) resultante, el diámetro de partícula promedio de la carga orgánica es preferentemente de 0,001 a 50 μm y más preferentemente de 0,001 a 10 μm .

10 Los ejemplos del material de la carga inorgánica incluyen cuarzo, sílice, alúmina, sílice-titania, óxido de sílice-titania-bario, sílice-circonia, sílice-alúmina, vidrio de lantano, vidrio de borosilicato, vidrio de soda, vidrio de bario, vidrio de estroncio, vidrio de cerámica, vidrio de aluminosilicato, vidrio de boroaluminosilicato de bario, vidrio de boroaluminosilicato de estroncio, vidrio de fluoroaluminosilicato, vidrio de fluoroaluminosilicato de calcio, vidrio de fluoroaluminosilicato de estroncio, vidrio de fluoroaluminosilicato de bario y vidrio de fluoroaluminosilicato de calcio y estroncio. Estos pueden usarse solos o puede usarse una mezcla de dos o más de los mismos. La forma de la carga inorgánica no está particularmente limitada y el diámetro de partícula de la carga utilizada puede seleccionarse según corresponda. En vista de las características tales como las propiedades de manipulación y la resistencia mecánica del material de unión dental (B) resultante, el diámetro de partícula promedio de la carga inorgánica es preferentemente de 0,001 a 50 μm y más preferentemente de 0,001 a 10 μm .

15 Los ejemplos de la forma de la carga inorgánica incluyen una forma irregular y una forma esférica. La carga inorgánica utilizada es preferentemente una carga esférica, en vista de la potenciación de la resistencia mecánica del material de unión dental (B). La expresión "carga esférica" como se usa en el presente documento se refiere a una carga cuyas partículas tienen forma redondeada como se observa en un área unitaria del campo de visión en una fotografía de la carga tomada mediante un microscopio electrónico de barrido (que se abreviará a continuación en el presente documento "MEB") y tienen una relación de aspecto promedio de 0,6 o más calculada como un promedio de valores determinados dividiendo el diámetro de cada partícula en una dirección perpendicular al diámetro máximo de la partícula por el diámetro máximo. El diámetro de partícula promedio de la carga esférica es preferentemente de 0,1 a 5 μm . Un diámetro de partícula promedio inferior a 0,1 μm podría provocar un menor grado de carga del material de unión dental (B) con la carga esférica y, por tanto, una resistencia mecánica reducida. Un diámetro de partícula promedio de más de 5 μm podría provocar una reducción en el área superficial de la carga esférica, lo que da como resultado un fallo en la obtención de un producto curado que tiene una alta resistencia mecánica.

20 La carga inorgánica puede tratarse en su superficie de antemano con un agente de tratamiento de superficie habitualmente conocido tal como un agente de acoplamiento de silano cuando sea necesario con el fin de ajustar la fluidez del material de unión dental (B). Los ejemplos del agente de tratamiento de superficie incluyen viniltrimetoxisilano, viniltrietoxisilano, viniltriclorosilano, viniltri(β -metoxietoxi)silano, γ -metacriloiloxipropiltrimetoxisilano, 11-metacriloiloxundeciltrimetoxisilano, γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, γ -mercaptopropiltrimetoxisilano y γ -aminopropiltrimetoxisilano.

25 La carga compuesta orgánica-inorgánica utilizada en la presente invención puede obtenerse mediante la adición de un compuesto monomérico a la carga inorgánica anterior, conformando la mezcla en una pasta, después sometiendo la pasta a polimerización y triturando el producto polimérico resultante. La carga compuesta orgánica-inorgánica utilizada puede ser, por ejemplo, una carga de TMPT (que puede obtenerse mezclando metacrilato de trimetilolpropano y una carga de sílice, sometiendo la mezcla a polimerización y después triturando el producto polimérico resultante). La forma de la carga compuesta orgánica-inorgánica no está particularmente limitada y el diámetro de partícula de la carga utilizada puede seleccionarse según corresponda. En vista de las características tales como las propiedades de manipulación y la resistencia mecánica del material de unión dental (B) resultante, el diámetro de partícula promedio de la carga compuesta orgánica-inorgánica es preferentemente de 0,001 a 50 μm y más preferentemente de 0,001 a 10 μm . En la presente invención, el diámetro de partícula promedio de la carga puede determinarse tomando una fotografía de las partículas ultrafinas de la carga con un microscopio electrónico de barrido (fabricado por Hitachi, Ltd., S-4000) y midiendo los diámetros de partícula de (200 o más) partículas observadas en un área unitaria del campo de visión en la fotografía mediante el uso de un software de análisis de distribución del tamaño de partícula analizador de imágenes (Macview fabricado por Mountech Co., Ltd.). El diámetro de cada partícula se determina como un diámetro equivalente a un círculo correspondiente al diámetro de un círculo que tiene la misma área que la partícula. Se calcula un diámetro de partícula promedio primario a partir del número de partículas y sus diámetros de partícula.

El contenido de la carga utilizada en la presente invención no está particularmente limitado. El contenido de la carga está preferentemente en el intervalo del 0,1 al 30 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 0,5 al 20 % en peso y mucho más preferentemente en el intervalo del 1 al 10 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).

5 El material de unión dental (B) puede contener un material liberador de iones de flúor para transmitir una resistencia al ácido a una estructura del diente. Los ejemplos del material liberador de iones de flúor incluyen: materiales de vidrio de flúor tales como vidrio de fluoroaluminosilicato; fluoruros de metal tales como fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, monofluorofosfato de sodio, fluoruro de litio y fluoruro de iterbio; polímeros liberadores de iones de flúor
10 tales como un copolímero de metacrilato de metilo y fluoruro de metacrilóilo; y fluorhidrato de cetilamina.

El material de unión dental (B) puede contener un disolvente de acuerdo con una necesidad práctica. Los ejemplos del disolvente incluyen agua, un disolvente orgánico y un disolvente mixto de los mismos.

15 El material de unión dental (B) que contiene agua promoverá la acción desmineralizante del monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1) en una estructura del diente. El agua utilizada debe estar sustancialmente libre de impurezas que afecten adversamente a la capacidad de unión. El agua es preferentemente agua destilada o agua sometida a intercambio iónico. Tener un contenido de agua demasiado bajo podría conducir a la imposibilidad de proporcionar un efecto de promoción suficiente sobre la acción desmineralizante, mientras que tener un contenido
20 de agua demasiado alto podría provocar una capacidad de unión reducida. Por tanto, el contenido de agua está preferentemente en el intervalo del 1 al 50 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 5 al 30 % en peso y mucho más preferentemente en el intervalo del 10 al 20 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).

25 El material de unión dental (B) que contiene un disolvente orgánico proporcionará una mejora adicional en términos de capacidad de unión, propiedades de recubrimiento y penetración en estructuras del diente, y el disolvente orgánico contenido evitará que los componentes del material de unión dental (B) se separen el uno del otro. El disolvente orgánico utilizado tiene normalmente un punto de ebullición de 150 °C o inferior a presión normal y tiene una solubilidad del 5 % en peso o más en agua a 25 °C. El disolvente orgánico tiene más preferentemente una
30 solubilidad del 30 % en peso o más en agua a 25°C y mucho más preferentemente es libremente soluble en agua a 25 °C.

Los ejemplos del disolvente orgánico incluyen metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-metil-2-propanol, acetona, metil etil cetona, tetrahidrofurano, dietil éter, diisopropil éter, hexano, tolueno, cloroformo, acetato de etilo y acetato de butilo. Entre estos, es preferible un disolvente orgánico soluble en agua como el disolvente orgánico en
35 vista tanto de la seguridad para los organismos vivos como de la facilidad de retirada usando la volatilidad. Específicamente, se usan preferentemente etanol, 2-propanol, 2-metil-2-propanol, acetona y tetrahidrofurano. El contenido del disolvente orgánico no está particularmente limitado. Algunas realizaciones no tienen necesidad de contener el disolvente orgánico. En realizaciones que usan el disolvente orgánico, el contenido del disolvente orgánico está preferentemente en el intervalo del 1 al 70 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 5 al 50 % en peso y mucho más preferentemente en el intervalo del 10 al 30 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).

45 Además, el material de unión dental (B) puede contener, por ejemplo, un ajustador de pH, un inhibidor de polimerización, un absorbente de ultravioleta, un espesante, un colorante, un agente fluorescente o un aromatizante en la medida en que el efecto de la presente invención no se deteriore. Adicionalmente, el material de unión dental (B) puede contener una sustancia antibacteriana tal como cloruro de cetilpiridinio, cloruro de benzalconio, bromuro de (met)acrilóiloxidodecilmiridinio, cloruro de (met)acrilóiloxidohexadecilmiridinio, cloruro de (met)acrilóiloxidecilamonio o triclosán.

50 El kit de adhesivo dental de la presente invención es un kit de adhesivo dental para unir entre sí una estructura del diente y un material de carga restaurador tal como un compómero de carga o resina compuesta de carga. El kit de adhesivo dental puede usarse también en combinación con un material de obturación, tal como un cemento de resina, cemento de ionómero de vidrio, cemento de fosfato de cinc, cemento de policarboxilato, cemento de silicato o
55 cemento de eugenol y óxido de cinc. Además, el kit de adhesivo dental puede usarse por sí mismo como sellador de fisuras para fosas y fisuras, como material de recubrimiento para superficies radiculares y áreas interproximales, o como un sellador de los túbulos dentinarios destinado a inhibir la hipersensibilidad, sin el uso de un material de carga restaurador.

60 El kit de adhesivo dental también puede usarse para objetos distintos de las estructuras del diente, tales como un metal, porcelana y material compuesto curado y, de este modo, puede aplicarse, por ejemplo, a un material restaurador roto en una cavidad oral. Además, el kit de adhesivo dental puede usarse en combinación con una imprimación de adhesión de metal dental disponible en el mercado, imprimación de adhesión de porcelana dental, agente de grabado ácido o agente de limpieza de superficies del diente que contiene hipoclorito.

65

En el kit de adhesivo dental de la presente invención, el material de unión tiene una buena estabilidad del estado y no experimenta deposición del compuesto de benzotriazol. El kit de adhesivo dental de la presente invención tiene un excelente equilibrio entre la fotocurabilidad para la irradiación de luz LED y la estabilidad a la luz ambiental. El kit de adhesivo dental presenta altas resistencias de unión tanto al esmalte como a la dentina con una pequeña variabilidad incluso cuando se somete a fotocurado con un dispositivo de irradiación de LED de alta potencia. Por tanto, el kit de adhesivo dental puede producir constantemente un cierto nivel de capacidad de unión, lo que significa que el kit de adhesivo dental tiene una baja sensibilidad a la técnica del profesional. Un método normal empleado convencionalmente para la evaluación de la capacidad de unión solía ser el ensayo de la unión frente a la tracción. Hoy en día, sin embargo, el ensayo de cizalla con borde muescado (que puede denominarse "ensayo de la unión frente a la cizalla Ultradent" en la presente descripción) se ha generalizado en Japón y en países extranjeros y se especifica como un ensayo convencional en las normas ISO. El kit de adhesivo dental de la presente invención produce altas resistencias de unión tanto al esmalte como a la dentina tanto en el ensayo de la unión frente a la tracción como en el ensayo de la unión frente a la cizalla Ultradent, incluso cuando se somete a irradiación de corta duración con un dispositivo de irradiación de LED de alta potencia.

Ejemplos

La presente invención se describirá ahora en más detalle por medio de los Ejemplos. Ha de observarse que la presente invención no se limita a los Ejemplos que se proporcionan a continuación. Las abreviaturas utilizadas a continuación en el presente documento son las siguientes.

[Imprimación dental (A)]

[Monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1)]

MDP: dihidrógeno fosfato de 10-metacrililoixidecilo

[Monómero polimerizable hidrófilo (A-2)]

HEMA: metacrilato de 2-hidroxietilo

[Agua (A-3)]

Agua purificada

[Iniciador de polimerización]

CQ: Canforquinona

DMAEMA: metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo

[Material de unión dental (B)]

[Monómero polimerizable que contiene grupos ácido]

MDP: dihidrógeno fosfato de 10-metacrililoixidecilo

MHP: dihidrógeno fosfato de 6-metacrililoixihexilo

[Monómero polimerizable hidrófilo (B-1)]

HEMA: metacrilato de 2-hidroxietilo

GLM: metacrilato de 2,3-dihidroxipropilo

DEAA: N,N-dietilacrilamida

[Monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2)]

Bis-GMA: 2,2-bis[4-(3-metacrililoixi-2-hidroxipropoxi)fenil]propano

3002M: "Epoxi Ester 3002M"

[Monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3)]

NPG: dimetacrilato de neopentilglicol

3G: dimetacrilato de trietilenglicol

HD: dimetacrilato de 1,6-hexanodiol

DD: dimetacrilato de 1,10-decanodiol

[Compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5)]

BAPO: Óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil)fenilfosfina
 TMDPO: Óxido de 2,4,6-trimetilbenzoildifenilfosfina

5

[Compuesto de benzotriazol (B-6)]

BNT1: 2-(3-t-butil-5-metil-2-hidroxifenil)-5-clorobenzotriazol
 BNT2: 2-(2'-hidroxi-5'-metilfenil)benzotriazol

10

[Amina terciaria]

DABE: 4-(N,N-dimetilamino)benzoato de etilo
 DEPT: N,N-di(2-hidroxietil)-p-toluidina
 DMAEMA: metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo

15

[Carga]

Carga inorgánica 1: "AEROSIL (marca registrada) R972" fabricado por Nippon Aerosil Co., Ltd. (sílice pirógena hidrófoba) que tiene un diámetro de partícula promedio de 16 nm)
 Carga inorgánica 2: "AEROSIL (marca registrada) Ar380" fabricado por Nippon Aerosil Co., Ltd. (sílice particulada que tiene un diámetro de partícula promedio de 7 nm)

20

[Otro componente]

BHT: 2,6-di-t-butil-4-metilfenol (estabilizador (inhibidor de polimerización))

25

Se prepararon imprimaciones compuestas como se muestra en la Tabla 1. Se prepararon materiales de unión compuestos como se muestra en las Tablas 2 a 4. La unidad de los valores presentados para los componentes enumerados en las tablas es partes en peso. Los detalles de los Ejemplos y los Ejemplos Comparativos se proporcionarán a continuación en el presente documento, seguidos de una descripción de los métodos para su evaluación.

30

<Ejemplos 1 a 4>

35

Se prepararon materiales de unión mediante la mezcla de MDP, HEMA, Bis-GMA, NPG, CQ, BAPO, DABE, DEPT, BHT, cargas inorgánicas y BNT1 como el compuesto de benzotriazol (B-6) en relaciones en peso que se muestran en la Tabla 2. Estos materiales de unión se evaluaron para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado de acuerdo con los métodos del ensayo de estabilidad a la luz ambiental, la medición del tiempo de fotocurado y el ensayo de estabilidad del estado que se describe más adelante. Además, las capacidades de unión conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1 (con la imprimación 2 en el Ejemplo 3) se midieron de acuerdo con los métodos del ensayo de la unión frente a la tracción y el ensayo de la unión frente a la cizalla Ultradent que se describe más adelante.

40

<Ejemplo 5>

45

Un material de unión preparado usando BNT2 como compuesto de benzotriazol (B-6) como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

50

<Ejemplo 6>

Un material de unión preparado usando GLM como el monómero polimerizable hidrófilo (B-1) como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

55

<Ejemplo 7>

60

Un material de unión preparado usando DEAA como el monómero polimerizable hidrófilo (B-1) como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

65

<Ejemplo 8>

5 Un material de unión preparado usando 3002M como el monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2) como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

<Ejemplo 9>

10 Un material de unión preparado usando 3G como el monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

15 <Ejemplo 10>

20 Un material de unión preparado usando HD como el monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

<Ejemplo 11>

25 Un material de unión preparado usando DD como el monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

30 <Ejemplo 12>

35 Un material de unión preparado usando MHP como el monómero polimerizable que contiene grupos ácido como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

<Ejemplo 13>

40 Un material de unión que no contenía MDP como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

<Ejemplo 14>

45 Un material de unión preparado usando TMDPO como el compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) como se muestra en la Tabla 2 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

50 <Ejemplos 15 a 18>

55 Se prepararon materiales de unión mediante la mezcla de MDP, HEMA, Bis-GMA, NPG, CQ, BAPO, DABE, DEPT, BNT1, BHT y cargas inorgánicas en relaciones de peso que se muestran en la Tabla 3. Los materiales de unión se evaluaron para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinaron para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

<Ejemplo comparativo 1>

60 Un material de unión que no contenía compuesto de benzotriazol (B-6) como se muestra en la Tabla 4 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

65

<Ejemplo comparativo 2>

5 Un material de unión preparado usando NPG como el monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) y que contenía 0,75 partes en peso del compuesto de benzotriazol (B-6) como se muestra en la Tabla 4 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

<Ejemplo comparativo 3>

10 Un material de unión preparado usando 3G como el monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) y que contenía 0,75 partes en peso del compuesto de benzotriazol (B-6) como se muestra en la Tabla 4 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

< Ejemplo comparativo 4>

20 Un material de unión que no contenía compuesto de benzotriazol (B-6) y que contenía 0,4 partes en peso del compuesto de α -dicetona por parte en peso del compuesto de óxido de acilfosfina como se muestra en la Tabla 4 se evaluó para determinar la estabilidad a la luz ambiental, el tiempo de fotocurado y la estabilidad del estado, y se examinó para determinar la resistencia de la unión a la tracción y la resistencia de la unión a la cizalla Ultradent conseguidas mediante el uso combinado con la imprimación 1.

25 [Ensayo de estabilidad a la luz ambiental]

30 En una habitación oscura con luz de una lámpara de xenón que tenía una película de conversión de temperatura de color y un filtro de ultravioleta insertado en la misma, se colocó una placa mezcladora (fabricada por Kuraray Noritake Dental Inc., Producto N.º "n.º 912 (TB)") a una altura donde la iluminancia era de 8000 lux. Se puso una sola gota de material de unión en el plato de mezcla. La muestra se expuso a la luz durante un período de tiempo predeterminado. Después, el plato de mezcla sobre el cual se puso la gota de la muestra se sacó del área iluminada y la muestra se inspeccionó inmediatamente para determinar su homogeneidad física. El tiempo durante el cual la muestra mantuvo la homogeneidad se determinó como el tiempo de operación permisible.

35 En general, puede usarse un material de unión para su uso en un sistema adhesivo en dos etapas, que requiere solamente un tiempo relativamente corto para el procesamiento, con fines clínicos sin ningún problema en la medida en que el material de unión ofrezca un tiempo de operación permisible de 20 segundos o más bajo luz ambiental. El tiempo de operación permisible bajo luz ambiental es más preferentemente de 25 segundos o más y más preferentemente de 30 segundos o más.

40 [Método de medición del tiempo de fotocurado]

45 Se puso una gota de material de unión que pesaba 0,015 g dentro de un orificio de 4 mm de diámetro de una arandela unida a un portaobjetos de vidrio preparado. Un termopar (fabricado por Okazaki Manufacturing Company con el código de producto "SKC/C") conectado a un registrador (fabricado por Yokogawa Electric Corporation con el código de producto "Type 3066") se sumergió en el material de unión colocado dentro de la arandela, y el material de unión se irradió con luz a través de la superficie inferior del portaobjetos preparado usando un dispositivo de irradiación con luz LED dental (fabricado por Morita Corporation con el nombre comercial "PenCure 2000"). El tiempo desde el comienzo de la irradiación de luz hasta la aparición de la parte superior del pico exotérmico resultante del curado se determinó como el tiempo de fotocurado (segundos).

50 [Estabilidad del estado]

55 Después de la preparación, se dejaron materiales de unión que no mostraron ningún estado defectuoso particular en una cámara de almacenamiento en frío (a 2 a 8 °C) durante 3 meses. Posteriormente, los materiales de unión se sacaron de la cámara, se les permitió alcanzar una temperatura normal y se evaluó su estabilidad en función de los cambios de estado, tales como la deposición. La estabilidad del estado se calificó como "buena" para los materiales de unión que no se sometieron a deposición observable y sin cambio desde el estado preparado, mientras que la estabilidad del estado se calificó como "deficiente" para los materiales de unión que mostraban claramente deposición.

60 [Ensayo de unión a la tracción]

65 Las superficies labiales de los incisivos mandibulares bovinos se trituraron con papel de carburo de silicio n.º 80 (fabricado por Nihon Kenshi Co., Ltd.) con agua corriente para obtener muestras con una superficie de esmalte plana expuesta y muestras con una superficie dentinaria plana expuesta. Cada una de las muestras obtenidas se

trituro adicionalmente con papel de carburo de silicio n.º 1000 (fabricado por Nihon Kenshi Co., Ltd.) con agua corriente. Después de completar la trituración, cada muestra se secó retirando el agua de su superficie mediante soplado de aire. A la superficie lisa seca se unió una cinta adhesiva de aproximadamente 150 µm de espesor que tenía un orificio circular de 3 mm de diámetro, de manera que se delimitó un área adhesiva.

5 Se aplicó una imprimación de muestra preparada dentro del orificio circular con un cepillo y se dejó durante 20 segundos, después de lo cual se secó la imprimación aplicada sometiendo su superficie a soplado de aire hasta que la imprimación perdió su fluidez. A continuación, se aplicó un material de unión sobre la imprimación aplicada y se secó sobre la superficie del diente. Posteriormente, la imprimación y el material de unión aplicados se curaron mediante irradiación con luz de 10 segundos (denominada "irradiación normal") con un dispositivo de irradiación de luz dental (fabricado por Morita Corporation con el nombre comercial "PenCure 2000") en modo normal o mediante irradiación de luz de 3 segundos (denominada "irradiación de corta duración") con el dispositivo de irradiación de luz dental configurado en modo de alta potencia.

15 A la superficie del producto curado obtenido del material de unión se le aplicó una resina compuesta de carga dental (fabricada por Kuraray Noritake Dental Inc. con el nombre comercial "CLEARFIL AP-X" (marca registrada)), que se cubrió con una película de liberación (hecha de poliéster). A continuación, se colocó un portaobjetos de vidrio y se presionó contra la película de liberación para aplanar la superficie de la resina compuesta aplicada. Posteriormente, la resina compuesta se curó sometiendo la resina a una irradiación de 20 segundos a través de la película de liberación usando el dispositivo de irradiación "PenCure 2000" ajustado en modo normal o sometiendo la resina a irradiación de luz de 3 segundos (irradiación de corta duración) dos veces a través de la película de liberación usando el dispositivo de irradiación configurado en modo de alta potencia.

25 Usando un cemento de resina dental disponible en el mercado (fabricado por Kuraray Medical Inc. con el nombre comercial "PANAVIA 21" (marca registrada)), se unió una varilla cilíndrica de acero inoxidable (con un diámetro de 7 mm y una longitud de 2,5 cm) en su una cara extrema (cara extrema circular) a la superficie del producto curado obtenido de la resina compuesta de carga dental. Por tanto, se preparó una muestra de ensayo. Se prepararon un total de 20 de dichas muestras de ensayo (10 muestras con una superficie de esmalte expuesta y 10 muestras con una superficie de dentina expuesta). A continuación, cada muestra de ensayo sumergida en agua destilada contenida en un recipiente de muestra se dejó en un termostato ajustado a 37 °C durante 24 horas, después de lo cual se tomó la muestra de ensayo y se midió la resistencia de la unión. La medición de la fuerza de unión (resistencia de la unión a la tracción) se realizó usando una máquina de ensayo universal (fabricada por Shimadzu Corporation) con la velocidad de la cruceta ajustada a 2 mm/minuto. Se empleó un promedio de los valores medidos de las 10 muestras de ensayo como el valor de la resistencia de la unión.

35 Para las muestras sometidas a la irradiación de corta duración, se determinó un coeficiente de variación como una medida de su sensibilidad técnica. El coeficiente de variación es un coeficiente de variación [desviación típica (σ)/promedio] definido en el documento JIS Z 8101-1 (1999). Un coeficiente de variación más pequeño de la resistencia de la unión de un material indica que el material tiene una sensibilidad menor a la técnica del profesional y puede presentar constantemente un cierto nivel de capacidad de unión con menos variabilidad.

Se puede determinar que un material que muestra un coeficiente de variación de 0,3 o menos tiene una baja sensibilidad técnica. El coeficiente de variación es más preferentemente de 0,25 o menos.

45 [Ensayo de la unión frente a la cizalla Ultradent]

Las superficies labiales de los incisivos mandibulares bovinos se trituraron con papel de carburo de silicio n.º 80 (fabricado por Nihon Kenshi Co., Ltd.) con agua corriente para obtener muestras con una superficie del esmalte plana expuesta y muestras con una superficie de dentina plana expuesta. Cada diente de muestra se fijó en una cinta adherida a la superficie inferior de un molde de 15 orificios (fabricado por Ultradent Products, Inc. y que tiene un diámetro de 35 mm y una altura de 25 mm). Se cargó yeso en el molde y se dejó durante aproximadamente 30 minutos para permitir que el yeso se cure. La muestra se retiró del molde y se molió con papel de carburo de silicio n.º 600 (fabricado por Nihon Kenshi Co., Ltd.) con agua corriente hasta un tamaño (diámetro de 2,38 mm o más) lo que permite la provisión de una superficie de adherencia. Después, la muestra se lavó después con agua bajo una onda ultrasónica durante 5 minutos.

Se aplicó una imprimación a la superficie adherente de la muestra con un cepillo y se dejó durante 20 segundos, después de lo cual se secó la imprimación aplicada sometiendo su superficie a soplado de aire hasta que la imprimación perdió su fluidez. A continuación, el material de unión se aplicó sobre la imprimación aplicada y se secó sobre la superficie del diente. Posteriormente, la imprimación y el material de unión aplicados se curaron mediante irradiación con luz de 10 segundos con un dispositivo de irradiación con luz LED dental (fabricado por Morita Corporation con el nombre comercial "PenCure 2000") ajustado en modo normal.

Se montó un molde para la carga de CR con un diámetro de 2,38 mm (BONDING MOLD INSERT, fabricado por Ultradent Products, Inc.) en un instrumento dedicado (BONDING CLAMP, fabricado por Ultradent Products, Inc.). El molde se movió hacia abajo hasta la posición de la imprimación procesada y el material de unión y se puso en

estrecho contacto con la superficie de adherencia. Una resina compuesta para carga dental (fabricada por Kuraray Noritake Dental Inc. con el nombre comercial "CLEARFIL AP-X" (marca registrada)) se puso en el orificio del molde y se extendió a un pequeño espesor de 1 mm o menos. Posteriormente, AP-X se puso adicionalmente en el molde (hasta un espesor total de aproximadamente 1,5 mm, que correspondía a aproximadamente 3/4 de la altura del molde). El AP-X se sometió a una irradiación de luz de 20 segundos con el dispositivo de irradiación "PenCure 2000" ajustado en modo normal. La muestra se retiró del molde y se usó como muestra de ensayo. De esta manera, se prepararon un total de 20 de muestras de ensayo de este tipo (10 muestras con una superficie de esmalte expuesta y 10 muestras con una superficie de dentina expuesta). A continuación, cada muestra de ensayo sumergida en agua destilada mantenida en un recipiente de muestra se dejó en un termostato ajustado a 37 °C durante 24 horas, después de lo cual se tomó la muestra de ensayo y se midió la resistencia de la unión. La medición de la resistencia de la unión (resistencia de la unión a la cizalladura) se realizó en cada muestra de ensayo unida a un soporte específico (TEST BASE CLAMP, fabricado por Ultradent Products, Inc.) utilizando una plantilla dedicada (CROSSHEAD ASSEMBLY, fabricada por Ultradent Products, Inc.) y una máquina de ensayo universal (fabricada por Shimadzu Corporation) con la velocidad de la cruceta ajustada a 1 mm/minuto. Se empleó un promedio de los valores medidos de las 10 muestras de ensayo como el valor de la resistencia de la unión.

[Tabla 1]

Componentes (Unidad: partes en peso)		Imprimación 1	Imprimación 2
Monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1)	MDP	15	15
Monómero polimerizable hidrófilo (A-2)	HEMA	40	40
Agua (A-3)	agua	45	45
Iniciador de polimerización	CQ	0,3	-
	DMAEMA	0,5	-

[Tabla 2]

Componentes (Unidad: partes en peso)		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10
Monómero polimerizable que contiene grupos ácido	MDP	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Monómero polimerizable hidrófilo (B-1)	HEMA	40	40	40	40	40			40	40	40
	GLM						40				
	DEAA							40			
Monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2)	Bis-GMA	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
	3002M							40			
Monómero polifuncional bifuncional alifático (B-3)	NPG	20	20	20	20	20	20	20	20		
	3G									20	
	HD										20
α-dicetona (B-4)	CQ	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5)	BAPO	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
	DABE	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Amina terciaria	DEPT	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	BNT1	0,15	0,3	0,3	0,5	0,5	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Compuesto de benzotriazol (B-6)	BNT2						0,3				
	BHT	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Carga	carga inorgánica 1	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0
	carga inorgánica 2	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Estabilidad a la luz ambiental (segundos) a 8000 lux		25	30	30	35	25	30	25	30	30	30
Tiempo de fotocurado (segundos)		6,8	6,8	6,8	6,9	6,7	6,7	6,6	6,9	6,6	6,4
Estabilidad del estado		Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena

Componentes (Unidad: partes en peso)		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	
Resistencia de la unión (MPa)	Imprimación utilizada en combinación	Imprimación 1	Imprimación 1	Imprimación 2	Imprimación 1							
	Resistencia de la unión a la tracción (irradiación normal)	Esmalte	22,6	23,1	22,4	23,3	21,8	22,1	21,7	22,6	22,5	20,7
		Dentina	21,2	21,5	20,6	20,7	20,6	20,8	20,6	20,9	20,5	19,8
	Resistencia de la unión a la tracción (irradiación a corto plazo)	Esmalte	21,2	20,7	20,4	21,1	20,7	20,6	20,4	20,3	21,1	20,6
		Coefficiente de variación	0,21	0,18	0,18	0,24	0,24	0,23	0,21	0,21	0,23	0,19
		Dentina	19,6	19,4	18,9	19,3	19,1	19,3	18,8	18,7	18,3	18,2
		Coefficiente de variación	0,19	0,22	0,21	0,23	0,24	0,22	0,23	0,23	0,24	0,24
	Resistencia de la unión a la cizalla Ultradent	Esmalte	42,4	43,2	41,1	42,7	41,4	42,2	41,7	41,9	40,3	39,9
		Dentina	50,8	51,3	50,1	50,3	50,2	50,6	50,2	51,0	48,5	48,2

[Tabla 3]

Componentes (Unidad: partes en peso)		Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo 14	Ejemplo 15	Ejemplo 16	Ejemplo 17	Ejemplo 18	
Monómero polimerizable que contiene grupos ácido	MDP	5			5	5	5	5	5	
	MHP		5							
Monómero polimerizable hidrófilo (B-1)	HEMA	40	40	40	40	40	30	50	30	
	bis-GMA	40	40	40	40	40	50	30	30	
Monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3)	NPG		20	20	20	20	15	15	25	
	DD	20								
α -dicetona (B-4)	CQ	0,8	0,8	0,8	1,2	0,9	0,8	0,8	0,8	
	BAPO	1,0	1,0	1,0		0,5	1,0	1,0	1,0	
Compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5)	TMDPO				2,0					
	DABE	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	
Amina terciaria	DEPT	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
	BNT1	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	
Otro componente	BHT	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	
	Carga inorgánica 1	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	
carga	Carga inorgánica 2	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	
	Estabilidad a la luz ambiental (segundos) a 8000 lux	30	30	25	30	25	30	25	35	
Tiempo de fotocurado (segundos)		7,3	7,1	7,4	8,3	7,0	6,8	7,1	6,6	
Estabilidad del estado		Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	
Resistencia de la unión (MPa)	Imprimación 1									
	Imprimación utilizada en combinación									
	Resistencia de la unión a la tracción (irradiación normal)	Esmalte	21,4	21,8	22,5	20,2	21,6	21,3	22,1	21,8
		Dentina	19,7	21,1	21,4	18,6	20,8	20,7	21,1	20,5
	Resistencia de la unión a la tracción (irradiación a corto plazo)	Esmalte	20,8	20,7	21,4	19,7	20,4	20,6	20,9	20,4
		Coefficiente de variación	0,21	0,21	0,22	0,26	0,22	0,23	0,21	0,23
	Resistencia de la unión a la cizalla Ultradent	Dentina	18,3	19,1	18,9	17,4	18,9	19,1	19,4	19,7
		Coefficiente de variación	0,21	0,22	0,21	0,26	0,21	0,23	0,20	0,21
	Esmalte	40,1	41,5	41,6	38,4	41,3	40,8	40,6	41,4	
	Dentina	48,3	49,7	50,1	46,6	50,1	50,4	50,7	50,8	

[Tabla 4]

Componentes (Unidad: partes en peso)		Ejemplo comp. 1	Ejemplo comp. 2	Ejemplo comp. 3	Ejemplo comp. 4:	
Monómero polimerizable que contiene grupos ácido	MDP	5	5	5	5	
Monómero polimerizable hidrófilo (B-1)	HEMA	40	40	40	40	
Monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2)	Bis-GMA	40	40	40	40	
Monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3)	NPG	20	20		20	
	3G			20		
α-dicetona (B-4)	CQ	0,8	0,8	0,8	0,4	
Compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5)	BAPO	1	1	1	1	
Amina terciaria aromática	DABE	2	2	2	2	
	DEPT	0,5	0,5	0,5	0,5	
Compuesto de benzotriazol (B-6)	BNT1		0,75	0,75		
Otro componente	BHT	0,05	0,05	0,05	0,05	
Carga	Carga inorgánica 1	8	8	8	8	
	Carga inorgánica 2	1,5	1,5	1,5	1,5	
Estabilidad a la luz ambiental (segundos) a 8000 lux		15	35	35	25	
Tiempo de fotocurado (segundos)		6,7	7,1	7,2	8,6	
Estabilidad del estado		Buena	Mala	Mala	Buena	
Resistencia de la unión (MPa)	Imprimación utilizada en combinación		Imprimación 1			
	Resistencia de la unión a la tracción (irradiación normal)	Esmalte	22,6	23,1	23,3	19,8
		Dentina	21,2	21,5	20,7	17,3
	Resistencia de la unión a la tracción (irradiación a corto plazo)	Esmalte	21,9	20,5	20,7	18,4
		Coefficiente de variación	0,21	0,23	0,23	0,32
		Dentina	19,3	18,8	18,4	16
		Coefficiente de variación	0,19	0,22	0,24	0,41
	Resistencia de la unión a la cizalla Ultradent	Esmalte	41,7	42,1	41,3	37,2
Dentina		51,4	50,7	48,2	41,1	

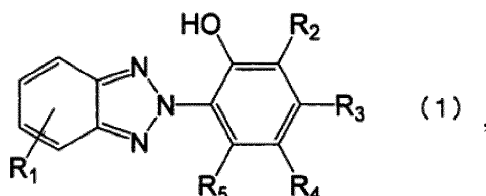
Las Tablas 2 y 3 muestran que los materiales de unión (Ejemplos 1 a 14) correspondientes a los del kit de adhesivo dental de acuerdo con la presente invención tienen una excelente estabilidad a la luz ambiental en virtud de que contienen un compuesto de benzotriazol como estabilizador a la luz ambiental. Además, no hay prolongación del tiempo de fotocurado provocada por la adición del compuesto y las capacidades de unión presentadas en el ensayo de resistencia a la tracción son excelentes tanto para el esmalte como para la dentina, ya sea que se emplee la irradiación normal o la irradiación a corto plazo. Las capacidades de unión presentadas en el ensayo de resistencia de la unión a la cizalla Ultradent también son altas. Por el contrario, la Tabla 4 demuestra que el material de unión que no contiene compuesto de benzotriazol (Ejemplo Comparativo 1) tiene una estabilidad a la luz ambiental mala y que los materiales de unión que contienen 0,75 partes en peso de un compuesto de benzotriazol, es decir, los materiales de unión que contienen 3,75 partes en peso de un compuesto de benzotriazol por 100 partes en peso del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) (Ejemplos comparativos 2 y 3) tienen una estabilidad del estado mala y experimentan la deposición del compuesto de benzotriazol después del almacenamiento durante un determinado período de tiempo. También puede encontrarse que el material de unión que contiene 0,4 partes en peso de un compuesto de α-dicetona por parte en peso de un compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (Ejemplo Comparativo 4) muestra una capacidad de unión baja, una gran variabilidad en la resistencia de la unión como se demuestra por el alto coeficiente de variación y una resistencia de la unión a la cizalla Ultradent baja cuando se somete a una irradiación de corta duración con un dispositivo de irradiación de LED de alta potencia.

Aplicabilidad industrial

5 El kit de adhesivo dental de acuerdo con la presente invención, que incluye una imprimación dental y un material de unión dental, puede usarse adecuadamente en odontología para unir entre sí un tejido duro (estructura del diente) de un diente y un material restaurador dental tal como una resina compuesta dental, compómero dental o cemento de resina dental.

REIVINDICACIONES

1. Un kit de adhesivo dental que comprende una imprimación dental (A) y un material de unión dental (B), en el que la imprimación dental (A) comprende un monómero polimerizable que contiene grupos ácido (A-1), un monómero polimerizable hidrófilo (A-2) y agua (A-3), el material de unión dental (B) comprende un monómero polimerizable hidrófilo (B-1), un monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2), un monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3), un compuesto de α -dicetona (B-4), un compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) y un compuesto de benzotriazol (B-6) representado por la siguiente fórmula (1):



en la que R_1 es un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, y R_2 a R_5 son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno o un grupo orgánico que tiene de 1 a 12 átomos de carbono y que contiene opcionalmente al menos un átomo seleccionado entre el grupo que consiste en un átomo de oxígeno, un átomo de nitrógeno, un átomo de azufre y un átomo de fósforo,

un contenido del compuesto de α -dicetona (B-4) es de 0,6 a 2 partes en peso por parte en peso del compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5), y

un contenido del compuesto de benzotriazol (B-6) es de 0,01 a 3 partes en peso por 100 partes en peso del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3).

2. El kit de adhesivo dental de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el compuesto de óxido de (bis)acilfosfina (B-5) es un compuesto de óxido de bisacilfosfina.

3. El kit de adhesivo dental de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que un contenido del monómero polimerizable hidrófilo (B-1) es del 10 al 70 % en peso, un contenido del monómero polimerizable bifuncional aromático (B-2) es del 10 al 70 % en peso y un contenido del monómero polimerizable bifuncional alifático (B-3) es del 5 al 50 % en peso, con respecto al peso total del material de unión dental (B).