

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 768 298**

51 Int. Cl.:

A61K 6/00 (2006.01)

A61K 6/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.03.2013 PCT/JP2013/001809**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.10.2013 WO13145621**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.03.2013 E 13769369 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.01.2020 EP 2835128**

54 Título: **Adhesivo dental de una sola parte**

30 Prioridad:

30.03.2012 JP 2012082062

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

22.06.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**TAKEI, MITSURU y
NOJIRI, YAMATO**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

Observaciones:

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o
Bemerkungen) en el folleto original publicado por
la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 768 298 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

Adhesivo dental de una sola parte

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a adhesivos dentales de una sola parte, y en particular se refiere a un adhesivo dental de una sola parte usado para la adhesión entre un tejido dental duro (estructura dental) y un material de restauración dental tal como una resina compuesta dental, un compómero dental o un cemento de resina dental.

10

Antecedentes de la técnica

Para la restauración de estructuras dentales (esmalte, dentina, cemento) dañadas por caries dentales o similares, se suelen usar materiales de relleno restauradores, tales como relleno de resinas compuestas y compómeros de relleno, o materiales de restauración de coronas, tales como aleaciones metálicas, porcelanas y materiales de resina. Sin embargo, en general, los materiales de relleno restauradores y los materiales de restauración de coronas (ambos se pueden denominar colectivamente "materiales restauradores dentales" en la presente descripción) en sí mismos no tienen propiedades adhesivas para las estructuras dentales. Por lo tanto, varios sistemas de adhesión que emplean adhesivos se usan convencionalmente para la adhesión entre estructuras dentales y materiales de restauración dental. Como sistemas de adhesión convencionales ampliamente utilizados, existen los llamados sistemas de adhesión de grabado ácido en los que la superficie de la estructura de un diente se somete a un tratamiento de grabado utilizando un agente de grabado ácido, tal como una solución acuosa de ácido fosfórico, seguido de la aplicación de un agente de unión que es un adhesivo y a continuación adhiriendo la estructura dental y el material de restauración dental juntos.

25

Además, los llamados sistemas de adhesión de autograbado se conocen como sistemas de adhesión que no utilizan agentes de grabado ácido. Los sistemas de adhesión de autograbado que se habían utilizado predominantemente en el pasado son sistemas de adhesión de dos partes en las que se aplica una imprimación de autograbado que contiene un monómero ácido, un monómero hidrófilo, y agua en la superficie de una estructura dental, seguido de la aplicación de un agente de unión que contiene un monómero reticulable y un iniciador de la polimerización sin lavar con agua. Sin embargo, en los últimos años, se han utilizado ampliamente sistemas de adhesión en una sola etapa que utilizan un adhesivo dental de una sola parte que tiene las funciones tanto de una imprimación de autograbado como y un agente de unión.

30

En general, un adhesivo dental de una sola parte de ese tipo contiene constituyentes de una imprimación de autograbado y/o un agente de unión; específicamente, un adhesivo dental de una sola parte de ese tipo contiene: un monómero que contiene un grupo ácido tal como un grupo de ácido carboxílico, un grupo de ácido fosfónico, un grupo de ácido tiofosfórico o un grupo ácido fosfórico; un monómero hidrófilo que contiene un grupo hidroxilo o similar; un monómero reticulable; agua; y un iniciador de la polimerización.

35

40

Los factores clave en la adhesión de un esmalte de una estructura dental son: una interacción física con pequeñas irregularidades de la superficie del esmalte descalcificada; y una interacción química con apatita en el esmalte. En cuanto a la adhesión de una dentina de una estructura dental, los factores clave son las interacciones físicas y químicas con una capa de colágeno hidrófilo expuesta como resultado de la descalcificación. Los monómeros que tienen un grupo hidrófilo desempeñan un papel importante en la interacción química con apatita en el esmalte y la interacción química con una capa de colágeno en la dentina.

45

Los monómeros que tienen un grupo hidrófilo incluyen monómeros que contienen grupo ácido y monómeros hidrófilos. Ha sido una práctica común el uso, como tales monómeros, de un compuesto de (met)acrilato que contiene un grupo ácido y un compuesto de (met)acrilato soluble en agua que contiene un grupo hidroxilo. Al mismo tiempo, se ha propuesto un adhesivo dental de una sola parte en el que se usan un compuesto de (met)acrilato que contiene el grupo ácido y un compuesto de (met)acrilamida que tiene un grupo amido como monómeros que tienen un grupo hidrófilo. Se ha informado que el uso de un adhesivo dental de una sola parte de ese tipo mejora la estabilidad durante el almacenamiento y proporciona altas propiedades adhesivas para la dentina y el esmalte.

50

55

Por ejemplo, la Bibliografía de Patente 1 propone un adhesivo dental de una sola parte que contiene un monómero polimerizable que contiene el grupo ácido, un compuesto de (met)acrilamida soluble en agua, agua, un agente de curado y un monómero polimerizable reticulable. En la Bibliografía de Patente 1, se mencionan compuestos de (met)acrilamida monofuncionales como ejemplos del compuesto de (met)acrilamida soluble en agua. De acuerdo con el estudio de los presentes inventores, sin embargo, se ha encontrado que el adhesivo dental de una sola parte que se describe en la Bibliografía de Patente 1 todavía tiene margen de mejora en términos de propiedades adhesivas de la dentina, y también tiene un problema en su la estabilidad durante el almacenamiento puede ser insuficiente dependiendo del tipo de compuesto (met)acrilamida monofuncional utilizado.

60

65

La Bibliografía de Patente 2 propone un adhesivo dental de una sola parte que contiene: un monómero de éster de ácido fosfórico ácido polimerizable que tiene una estructura particular; un monómero ácido polimerizable que tiene

una estructura particular; y un monómero de amida de ácido alquilacrílico o acrílico polimerizable sustituido en N. Se desvela que un compuesto de (met)acrilamida monofuncional o un compuesto de (met)acrilamida polifuncional puede estar contenido en el adhesivo. Además, la Bibliografía de Patente 3 propone un adhesivo que contiene: al menos un monómero de (met)acrilamida ácido que tiene dos o más grupos polimerizables; un monómero que contiene el grupo ácido; un iniciador de la polimerización; y un monómero de (met)acrilamida no ácido monofuncional o polifuncional. De acuerdo con el estudio realizado por los presentes inventores, sin embargo, se ha encontrado que los adhesivos que se describen en la Bibliografía de Patentes 2 y 3 pueden tener escasas propiedades adhesivas a cualquiera o ambos de dentina y esmalte de dependiendo de sus composiciones. Además, se ha descubierto que los adhesivos que se describen en la Bibliografía de Patentes 2 y 3 tienen un problema en cuanto a que la estabilidad frente a la luz ambiental es baja y el tiempo de operación permisible es corto. La Bibliografía de Patente 4 propone una composición adhesiva dental que comprende un grupo de ácido fosfórico que contiene un compuesto de (met)acrilato monofuncional, una hidroxialquil (met)acrilamida soluble en agua que tiene una estructura específica, un compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo, un disolvente y un iniciador de la polimerización.

Listado de citas

Bibliografía de Patente

Bibliografía de Patente 1: JP 2005-179283 A
 Bibliografía de Patente 2: JP 2007-520465 T
 Bibliografía de Patente 3: JP 2006-176511A
 Bibliografía de Patente 4: EP1374828 A1

Sumario de la invención

Problema técnico

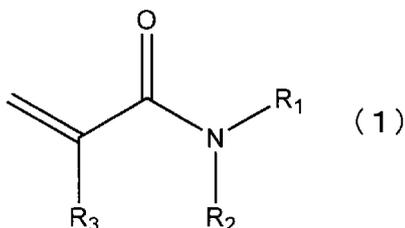
La presente invención tiene como objeto proporcionar un adhesivo dental de una sola parte que presenta propiedades adhesivas excelentes tanto al esmalte como a la dentina y que tiene una estabilidad durante el almacenamiento y estabilidad a la luz ambiental elevadas.

Solución al problema

La presente invención es un adhesivo dental de una sola parte que incluye:

de un 1 a un 30 % en peso de un compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a);
 de un 10 a un 50 % en peso de un monómero polimerizable soluble en agua (b);
 de un 5 a un 50 % en peso de un compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c);
 agua (d); y
 un iniciador de la polimerización (e).

El monómero polimerizable soluble en agua (b) incluye una combinación de un compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y un monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2), the proporción de peso entre el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) es de 10 : 1 a 1 : 5, y el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) siendo representado con la siguiente fórmula general (1).

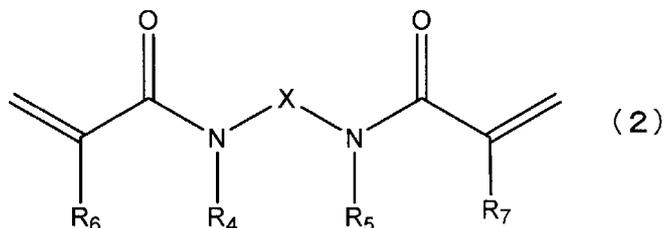


En la fórmula, R₁ y R₂ son cada uno independientemente un grupo alquilo que tiene de 1 a 3 átomos de carbono, y R₃ es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

En la presente invención, es preferente que el agua (d) esté contenida en una cantidad de un 1 a un 50 % en peso, y el iniciador de la polimerización (e) esté contenida en una cantidad de un 0,01 a un 10 % en peso.

Es preferente que el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) sea al menos uno seleccionado entre

el grupo que consiste en un compuesto de bis(met)acrilamida soluble en agua y 1,2-bis(3-metacrililoiloxi-2-hidroxipropilo)etano, siendo el compuesto de bis(met)acrilamida soluble en agua representado con la siguiente fórmula general (2).



En la fórmula, X es un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y en el que al menos un enlace seleccionado entre el grupo que consiste en -O-, -S-, -CO-O-, -CO-NH-, -O-CO-NH-, y -NH-CO-NH- puede estar incluido, R4 y R5 son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y R6 y R7 son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

Es preferente que el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) sea N,N-dietilacrilamida.

Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un adhesivo dental de una sola parte que presenta propiedades adhesivas excedentes para la adhesión de un material restaurador dental a un diente, en particular al esmalte y a la dentina, que tiene una alta estabilidad durante el almacenamiento, que tiene una estabilidad a la luz ambiental excelente, y que permite un tiempo de operación largo durante su uso.

Descripción de realizaciones

El adhesivo dental de una sola parte de la presente invención incluye: de un 1 a un 30 % en peso de un compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a); de un 10 a un 50 % en peso de un monómero polimerizable soluble en agua (b); de un 5 a un 50 % en peso de un compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c); agua (d); y un iniciador de la polimerización (e). El monómero polimerizable soluble en agua (b) incluye una combinación de un compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) representado con la fórmula general (1) que se ha mencionado anteriormente y un monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2), y la proporción de peso entre el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) es de 10 : 1 a 1 : 5. En la presente descripción, "(met)acrilato" se refiere de forma colectiva a acrilato y metacrilato. Lo mismo se aplica a expresiones similares.

Como se ha descrito anteriormente, los monómeros que tienen un grupo hidrófilo desempeñan un papel importante en las interacciones químicas que se producen con apatita en el esmalte y con una capa de colágeno en la dentina que son factores clave en la obtención de una resistencia de unión elevada. Como resultado de un estudio detallado, los presentes inventores han encontrado que el uso de un compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a), un compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) particular, y un monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) como los monómeros que tienen un grupo hidrófilo en un adhesivo dental de una sola parte, mezclando estos tres monómeros en cantidades particulares, y usando el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) particular y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) a una proporción particular, se obtienen buenas propiedades adhesivas tanto al esmalte, la dentina y se obtiene una estabilidad durante el almacenamiento elevada. Aunque se encontró otro problema porque el uso combinado de los tres monómeros de ese tipo que tienen un grupo hidrófilo da como resultado una baja estabilidad a la luz ambiental y un tiempo corto de operación permisible durante su uso, se ha encontrado que la estabilidad a la luz ambiental se puede mejorar añadiendo además un compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c).

El compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a) en la presente invención se descalcifica y penetra en una estructura dental, uniéndose de ese modo a la estructura dental. El compuesto de (met)acrilato (a) es monofuncional y, por lo tanto, puede proporcionar mejores propiedades adhesivas al esmalte que los compuestos de (met)acrilato que tienen una pluralidad de grupos (met)acrililo. Además, dado que el grupo ácido del compuesto de (met)acrilato (a) es un grupo ácido fosfórico, las propiedades adhesivas resultantes para una estructura dental son buenas en comparación con las que aparecen en el caso del uso de un compuesto de (met)acrilato que tiene otro grupo ácido tal como un grupo ácido fosfórico.

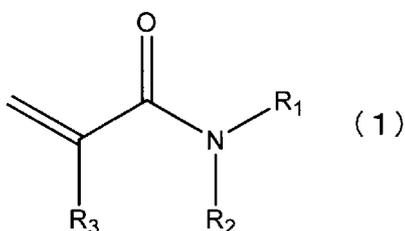
Los ejemplos del compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a) incluyen: dihidrógeno fosfato de 2-(met)acrililoioxietilo, dihidrógeno fosfato de 3-(met)acrililoioxipropilo, dihidrógeno fosfato de 4-(met)acrililoioxibutilo, dihidrógeno fosfato de 5-(met)acrililoioxipentilo, dihidrógeno fosfato de 6-(met)acrililoioxihexilo,

dihidrógeno fosfato de 7-(met)acrililoixiheptilo, dihidrógeno fosfato de 8-(met)acrililoixioctilo, dihidrógeno fosfato de 9-(met)acrililoixinonilo, dihidrógeno fosfato de 10-(met)acrililoixidecilo, dihidrógeno fosfato de 11-(met)acrililoixiundecilo, dihidrógeno fosfato de 12-(met)acrililoixidodecilo, dihidrógeno fosfato de 16-(met)acrililoixihexadecilo, dihidrógeno fosfato de 20-(met)acrililoixicosilo, hidrógeno fosfato de 2-(met)acrililoixietilfenilo, hidrógeno fosfato de 2-(met)acrililoixietil-2-bromoetilo, hidrógeno fosfato de 2-(met)acrililoixietil-(4-metoxifenilo), e hidrógeno fosfato de 2-(met)acrililoixipropil-(4-metoxifenilo); y cloruros de ácido, sales de metal alcalino, sales de amonio, y sales de amina de estos compuestos mencionados anteriormente.

El compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a) es preferentemente un compuesto de (met)acrilato monofuncional divalente que contiene el grupo ácido fosfórico que tiene como la cadena principal de la molécula un grupo alquilo o un grupo alquileo con 6 a 20 átomos de carbono, y es más preferentemente un compuesto de (met)acrilato monofuncional divalente que contiene el grupo ácido fosfórico, tal como dihidrógeno fosfato de 10-metacrililoixidecilo, que tiene como la cadena principal de la molécula un grupo alquileo con 8 a 12 átomos de carbono.

Como el compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a), un compuesto puede estar contenido solo o una pluralidad de compuestos pueden estar contenidos en combinación. Ambos, cuando el contenido del compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a) es demasiado elevado y cuando el contenido es demasiado bajo, la resistencia de la unión se reduce. El contenido del compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a) está en el intervalo de un 1 a un 30 % en peso, y preferentemente en el intervalo de un 3 a un 20 % en peso con respecto al peso total del adhesivo dental.

En la presente invención, el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) representado por la fórmula general (1) que se proporciona a continuación y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) se usan en combinación como el monómero polimerizable soluble en agua (b). El monómero polimerizable soluble en agua (b) estimula la penetración en una estructura dental del compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a), el compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c), y el iniciador de la polimerización (e). Además, el propio monómero polimerizable soluble en agua (b) penetra en la estructura dental, se une y se adhiere a una sustancia orgánica (colágeno) en la estructura dental.



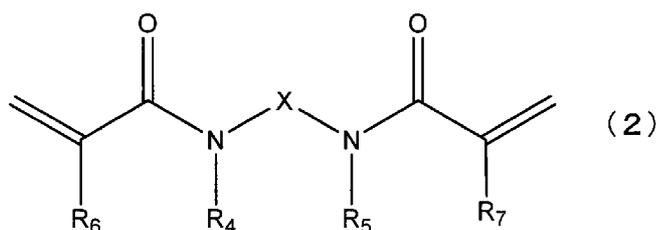
En la fórmula (1), R₁ y R₂ son cada uno independientemente un grupo alquilo que tiene de 1 a 3 átomos de carbono, y R₃ es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

La solubilidad en agua del compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) a 25 °C es preferentemente un 10 % en peso o más, más preferentemente un 20 % en peso o más, y incluso más preferentemente un 30 % en peso o más.

Los ejemplos específicos del compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) incluyen N,N-dimetil(met)acrilamida, N,N-dietil(met)acrilamida, N,N-di-n-propil(met)acrilamida, y N-etil-N-metil(met)acrilamida. Entre estas, son preferentes N,N-dimetilacrilamida y N,N-dietilacrilamida desde el punto de vista de las propiedades adhesivas con respecto a una estructura dental, y N,N-dietilacrilamida es más preferente desde el punto de vista de la estabilidad durante el almacenamiento. Como el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1), un compuesto puede estar contenido solo o una pluralidad de compuestos pueden estar contenidos en combinación.

En la presente descripción, el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) se refiere a un monómero (met)acrílico que tiene al menos dos grupos polimerizables por molécula, que no tiene grupo ácido, y que tiene una solubilidad en agua de un 5 % en peso o más a 25 °C. La solubilidad es preferentemente un 10 % en peso o más, y es más preferentemente un 15 % en peso o más. En la presente descripción, un monómero (met)acrílico se refiere a un compuesto de (met)acrilato y/o a un compuesto de (met)acrilamida.

El monómero (met)acrílico reticulable (b-2) es soluble en agua; es decir, el monómero (b-2) tiene un grupo hidrófilo tal como un grupo hidroxilo, un grupo oximetileno, un grupo oxietileno, un grupo oxipropileno, o un grupo amido. Los ejemplos del monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) incluyen: compuestos de di(met)acrilato tales como 1,2-bis(3-(met)acrililoixi-2-hidroxiopropilo)etano y di(met)acrilato de polietilenglicol (que tiene 9 o más grupos oxietileno); y compuestos de bis(met)acrilamida solubles en agua representados por la siguiente fórmula general (2).



En la fórmula (2), X es un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y en el que al menos un enlace seleccionado entre el grupo que consiste en -O-, -S-, -CO-O-, -CO-NH-, -O-CO-NH-, y -NH-CO-NH- puede estar incluido, R₄ y R₅ son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y R₆ y R₇ son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

Entre estos monómeros (met)acrílicos reticulables solubles en agua (b-2), son preferentes 1,2-bis(3-metacrililoiloxi-2-hidroxipropiloxi)etano y un compuesto de bis(met)acrilamida soluble en agua representados por la fórmula general (2) desde un punto de vista de las propiedades adhesivas con respecto a una estructura dental. Como el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2), un monómero puede estar contenido solo o una pluralidad de monómeros pueden estar contenidos en combinación.

Desde el punto de vista de las propiedades adhesivas con respecto a una estructura dental y curabilidad mediante polimerización, es preferente que en el compuesto de bis(met)acrilamida soluble en agua representado por la fórmula general (2), X sea un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y cada uno de R₄ y R₅ es independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alifático lineal que tiene de 1 a 2 átomos de carbono. Es más preferente que X sea un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 2 a 4 átomos de carbono, y cada uno de R₄ y R₅ es independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alifático lineal que tiene de 1 a 2 átomos de carbono. Además, es preferente que los grupos alifáticos representados por X, R₄, y R₅ sean grupos alifáticos saturados. Desde el punto de vista de la curabilidad, disponibilidad, y facilidad de producción, es preferente que R₆ y R₇ sean un átomo de hidrógeno.

Los ejemplos específicos del compuesto de bis(met)acrilamida soluble en agua representado por la fórmula general (2) incluyen N,N'-metileno-bis(met)acrilamida, 1,2-bis[(met)acrilamido]etano, 1,3-bis[(met)acrilamido]propano, y 1,6-bis[(met)acrilamido]hexano. Entre estos, son preferentes 1,2-bis[(met)acrilamido]etano y 1,3-bis[(met)acrilamido]propano desde el punto de vista de las propiedades adhesivas con respecto a una estructura dental, curabilidad mediante polimerización, y solubilidad en otros monómeros polimerizables.

La proporción de peso ((b-1) : (b-2)) entre el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) en la presente invención es de 10 : 1 a 1 : 5, preferentemente de 7 : 1 a 1 : 3, más preferentemente de 5 : 1 a 1 : 2, y lo más preferentemente de 3 : 1 a 1 : 1. Cuando el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) está contenido en una cantidad grande de ese tipo de modo que la proporción de peso sea superior a 10 : 1, las propiedades adhesivas con respecto a la dentina se reducen. Por otro lado, cuando el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) está contenido en una cantidad grande de ese tipo de modo que la proporción de peso es superior a 1 : 5, las propiedades adhesivas con respecto al esmalte se reducen.

Cuando el contenido del monómero polimerizable soluble en agua (b) en la presente invención es tanto demasiado elevado como demasiado bajo, la resistencia de la unión se reduce. Contenido del monómero polimerizable soluble en agua (b), es decir, el contenido total del compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) está en el intervalo de un 10 a un 50 % en peso y preferentemente en el intervalo de un 20 a un 40 % en peso con respecto al peso total del adhesivo dental.

En la presente descripción, el compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c) de la presente invención se refiere a un monómero polimerizable que tiene al menos dos grupos polimerizables por molécula, que no tienen grupo ácido, y que tiene una solubilidad en agua inferior a un 5 % en peso a 25 °C. El compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c) puede tener un grupo hidrófilo, pero se distingue del monómero polimerizable soluble en agua en la solubilidad. El compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c) mejora la estabilidad a la luz ambiental del adhesivo, y aumenta el tiempo de operación permisible bajo la luz ambiental. Los ejemplos del compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c) incluyen monómeros polimerizables difuncionales a base de compuesto aromático, monómeros polimerizables difuncionales a base de compuesto alifático, y compuestos polimerizables trifuncionales o de una funcionalidad superior.

Los ejemplos de los monómeros polimerizables difuncionales a base de compuesto aromático incluyen 2,2-bis((met)acrililoiloxifenil)propano, 2,2-bis[4-(3-(met)acrililoiloxi)-2-hidroxipropoxifenil]propano, 2,2-bis(4-(met)acrililoiloxietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acrililoiloxipolietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acrililoiloxidietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acrililoiloxitrietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-

(met)acriloloxitetraetoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloloxipentaetoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloloxidipropoxifenil)propano, 2-(4-(met)acriloloxidietoxifenil)-2-(4-(met)acriloloxietoxifenil)propano, 2-(4-(met)acriloloxidietoxidifenil)-2-(4-(met)acriloloxitrietoxifenil)propano, 2-(4-(met)acriloloxidipropoxifenil)-2-(4-(met)acriloloxitrietoxifenil)propano, 2,2-bis(4-(met)acriloloxipropoxifenil)propano, y 2,2-bis(4-(met)acriloloxiisopropoxifenil)propano. Entre éstos, es preferente el 2,2-bis[4-(3-(metacriloloxi)-2-hidroxipropoxi)fenil]propano (normalmente conocido como "Bis-GMA").

Los ejemplos de los monómeros polimerizables difuncionales a base de compuesto alifático 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, y di(met)acrilato de 2,2,4-trimetilhexametilenbis(2-carbamoiloxietilo). Entre éstos, es preferente el dimetacrilato de 2,2,4-trimetilhexametilenbis(2-carbamoiloxietil) (normalmente conocido como "UDMA"), di(met)acrilato de trietilenglicol, y di(met)acrilato de neopentil glicol.

Los ejemplos de los monómeros polimerizables trifuncionales o de funcionalidad superior incluyen tri(met)acrilato de trimetilolpropano, tri(met)acrilato de trimetiloletano, tri(met)acrilato de trimetilolmetano, tri(met)acrilato de pentaeritritol, tetra(met)acrilato de pentaeritritol, penta(met)acrilato de dipentaeritritol, tetra(met)acrilato de N,N-(2,2,4-trimetilhexametilen)bis[2-(aminocarboxi)propano-1,3-diol], y 1,7-diacriloloxi-2,2,6,6-tetra(met)acriloloximetil-4-oxiheptano. Entre éstos, es preferente el tetrametacrilato de N,N-(2,2,4-trimetilhexametilen)bis[2-(aminocarboxi)propano-1,3-diol].

Como el compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c), un compuesto puede estar contenido solo o una pluralidad de compuestos pueden estar contenidos en combinación. Cuando el contenido del compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c) es demasiado elevado, la penetrabilidad del adhesivo dental en una estructura dental se reduce, lo que conducía a una reducción de las propiedades adhesivas. Por otro lado, cuando el contenido es demasiado bajo, el efecto del ajuste del tiempo de operación permisible durante el uso del adhesivo dental bajo la luz ambiental no se obtiene de forma suficiente. Por lo tanto, el contenido del compuesto de (met)acrilato reticulable (c) está en el intervalo de un 5 a un 50 % en peso, y preferentemente en el intervalo de un 20 a un 40 % en peso con respecto al peso total del adhesivo dental.

La proporción de peso ((b) : (c)) entre el monómero polimerizable soluble en agua (b) y el compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c) en la presente invención es preferentemente de 5 : 1 a 1 : 4, más preferentemente de 3 : 1 a 1 : 2, y lo más preferentemente de 2 : 1 a 1 : 1. Cuando el monómero polimerizable soluble en agua (b) está contenido en una cantidad grande de ese tipo de modo que la proporción de peso superior a 5 : 1, la resistencia de la unión se puede reducir debido a una capacidad de absorción de agua demasiado elevada después del curado. Por otro lado, cuando el compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c) está contenido en una cantidad grande de ese tipo de modo que la proporción de peso es superior a 1 : 4, la resistencia de la unión a la dentina se puede reducir.

Un monómero polimerizable distinto del compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a), el monómero polimerizable soluble en agua (b), y el compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c), puede estar contenido con el fin del ajuste del equilibrio entre la hidrofilia y la hidrofobia del adhesivo dental, el ajuste de su viscosidad, o la mejora de su resistencia mecánica o de su fuerza de unión.

Los ejemplos de un monómero polimerizable de ese tipo incluyen (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de isopropilo, (met)acrilato de isobutilo, (met)acrilato de bencilo, (met)acrilato de laurilo, (met)acrilato de 2,3-dibromopropilo, 3-metacriloloxipropiltrimetoxisilano, 11-metacriloloxiundeciltrimetoxisilano, (met)acrilato de 2-hidroxietilo, (met)acrilato de 3-hidroxipropilo, (met)acrilato de 10-hidroxidecilo, y compuestos de (met)acrilamida reticulable hidrófoba. En la presente descripción, un compuesto de (met)acrilamida reticulable hidrófoba se refiere a un monómero polimerizable que tiene al menos dos grupos (met)acrilamida por molécula, que no tiene grupo ácido, y que tiene una solubilidad en agua inferior a un 5 % en peso a 25 °C.

Uno de los monómeros polimerizables de ese tipo puede estar contenido solo o dos o más de los mismos pueden estar contenidos en combinación. Cuando el contenido de un monómero polimerizable de ese tipo es demasiado elevado, la resistencia de la unión se puede reducir. Normalmente, el contenido de un monómero polimerizable de ese tipo es preferentemente un 50 % en peso o inferior, más preferentemente un 30 % en peso o inferior, y lo más preferentemente un 10 % en peso o inferior, con respecto al peso total del adhesivo dental.

Desde el punto de vista del tiempo de operación permisible bajo la luz ambiental, la cantidad total de los compuestos de (met)acrilamida en el adhesivo dental de la presente invención (la suma de las cantidades de compuestos que contienen un grupo (met)acrilamida, tal como el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1), el compuesto de bis(met)acrilamida usado como el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2), y el compuesto de (met)acrilamida reticulable hidrófoba) es preferentemente un 50 % en peso o menos, y más preferentemente un 40 % en peso o menos con respecto al peso total del adhesivo dental.

El agua (d) en la presente invención promueve el defecto de descalcificación del compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a) en una estructura dental. Es necesario que el agua sustancialmente libre de impurezas que influyen de forma adversa en las propiedades adhesivas se pueda usar como el agua (d); por lo tanto es preferente el agua destilada o el agua de intercambio iónico. Cuando el contenido del agua (d) es demasiado elevado tanto como cuando su contenido es bajo, la resistencia de la unión se puede reducir. El contenido del agua (d) está preferentemente en el intervalo de un 1 a un 50 % en peso, más preferentemente en el intervalo de un 5 a un 30 % en peso, y lo más preferentemente en el intervalo de un 10 a un 20 % en peso, con respecto al peso total del adhesivo dental.

Un iniciador de la polimerización conocido comúnmente se puede usar como el iniciador de la polimerización (e) en la presente invención. Los ejemplos específicos del mismos incluyen iniciadores de la polimerización tales como α -dicetonas, cetales, tioxantonas, óxidos de acilfosfina, cumarinas, derivados de s-triazina sustituida con grupo halometilo, y peróxidos. Entre estos, las α -dicetonas y los óxidos de acilfosfina que son iniciadores de la polimerización curados con luz (fotoiniciadores de la polimerización) son particularmente preferentes por que pueden proporcionar resistencia de unión muy excelente.

Los ejemplos de las α -dicetonas incluyen alcanforquinona, bencilo, y 2,3-pentanodiona.

Los ejemplos de los cetales incluyen bencil dimetil cetal y bencil dietil cetal.

Los ejemplos de las tioxantonas incluyen 2-clorotioxantona y 2,4-dietiltioxantona.

Los ejemplos de los óxidos de acilfosfina incluyen óxido de 2,4,6-trimetilbenzoildifenilfosfina, óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil)fenilfosfina, óxido de dibenzoilfenilfosfina, óxido de bis(2,6-dimetoxibenzoil)fenilfosfina, óxido de tris(2,4-dimetilbenzoil)fosfina, óxido de tris(2-metoxibenzoil)fosfina, óxido de 2,6-dimetoxibenzoildifenilfosfina, 2,6-óxido de diclorobenzoildifenilfosfina, óxido de 2,3,5,6-tetrametilbenzoildifenilfosfina, bis(2,6-dimetilfenil)fosfonato de benzoilo, y óxido de 2,4,6-trimetilbenzoiletoifenilfosfina.

Los ejemplos de las cumarinas incluyen 3,3'-carbonil bis(7-dietilamino)cumarina, 3-(4-metoxibenzoil)cumarina, y 3-tienoilcumarina.

Los ejemplos de los derivados de s-triazina sustituida con grupo halometilo incluyen 2,4,6-tris(triclorometil)-s-triazina, 2,4,6-tris(tribromometil)-s-triazina, y 2-metil-4,6-bis(triclorometil)-s-triazina.

Los ejemplos de los peróxidos incluyen peróxidos de diacilo, peroxiésteres, peroxicarbonatos, peróxidos de dialquilo, peroxicetales, peróxidos e hidroperóxidos de cetona. Los ejemplos específicos de los peróxidos de diacilo incluyen peróxido de benzoilo, peróxido de 2,4-diclorobenzoilo, peróxido de m-toluoilo, y peróxido de lauroilo. Los ejemplos específicos de los peroxiésteres incluyen peroxibenzoato de t-butilo, peroxiisofalato de bis-t-butilo, y peroxi-2-etilhexanoato de t-butilo. Los ejemplos específicos de los peroxicarbonatos incluyen peroxiisopropilcarbonato de t-butilo. Los ejemplos específicos de los peróxidos de dialquilo incluyen peróxido de dicumilo, peróxido de di-t-butilo, y 2,5-dimetil-2,5-di(benzoilperoxi) hexano. Los ejemplos específicos de los peroxicetales incluyen 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano. Los ejemplos específicos de los peróxidos de cetona incluyen peróxido de metil etil cetona, peróxido de ciclohexanona, y peróxido de acetoacetato de metilo. Los ejemplos específicos de los hidroperóxidos incluyen hidroperóxido de t-butilo, hidroperóxido de cumeno, e hidroperóxido de diisopropilbenceno.

Como el iniciador de la polimerización (e), un iniciador de la polimerización puede estar contenido solo o una pluralidad de iniciadores de la polimerización pueden estar contenidos en combinación. El contenido del iniciador de la polimerización (e) está preferentemente en el intervalo de un 0,01 a un 10 % en peso, más preferentemente en el intervalo de un 0,05 a un 7 % en peso, y lo más preferentemente en el intervalo de un 0,1 a un 5 % en peso, con respecto al peso total del adhesivo dental.

Con el fin de aumentar la fotocurabilidad y/o la curabilidad química, también se puede usar un acelerador de la polimerización tal como una amina terciaria aromática, una amina terciaria alifática, un ácido sulfinico, una sal de ácido sulfinico, un aldehído, o un compuesto de tiol.

Los ejemplos de la amina terciaria aromática incluyen 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, N,N-bis(2-hidroxietyl)-3,5-dimetilanilina, N,N-bis(2-hidroxietyl)-p-toluidina, N,N-bis(2-hidroxietyl)-3,4-dimetilanilina, N,N-bis(2-hidroxietyl)-4-etilanilina, N,N-bis(2-hidroxietyl)-4-isopropilanilina, N,N-bis(2-hidroxietyl)-4-t-butilanilina, N,N-bis(2-hidroxietyl)-3,5-di-isopropilanilina, N,N-bis(2-hidroxietyl)-3,5-di-t-butilanilina, éster de etilo del ácido 4-N,N-dimetilaminobenzoico, éster de metilo del ácido 4-N,N-dimetilaminobenzoico, éster de n-butoxietyl del ácido 4-N,N-dimetilaminobenzoico, éster de 2-(metacriloioloxi) etilo del ácido 4-N,N-dimetilaminobenzoico, y 4-N,N-dimetilaminobenzofenona.

Los ejemplos de la amina terciaria alifática incluyen trimetilamina, trietilamina, N-metildietanolamina, N-etildietanolamina, N-n-butildietanolamina, N-laurildietanolamina, trietanolamina, metacrilato de 2-(dimetilamino) etilo,

dimetacrilato de N-metildietanolamina, dimetacrilato de N-etildietanolamina, monometacrilato de trietanolamina, dimetacrilato de trietanolamina, y trimetacrilato de trietanolamina.

5 Los ejemplos del ácido sulfínico y la sal del mismo incluye nacido bencenosulfínico, bencenosulfinato de sodio, bencenosulfinato de potasio, bencenosulfinato de calcio, bencenosulfinato de litio, ácido toluenosulfínico, toluenosulfinato de sodio, toluenosulfinato de potasio, toluenosulfinato de calcio, toluenosulfinato de litio, ácido 2,4,6-trimetilbencenosulfínico, 2,4,6-trimetilbencenosulfinato de sodio, 2,4,6-trimetilbencenosulfinato de potasio, 2,4,6-trimetilbencenosulfinato de calcio, 2,4,6-trimetilbencenosulfinato de litio, ácido 2,4,6-trietilbencenosulfínico, 2,4,6-trietilbencenosulfinato de sodio, 2,4,6-trietilbencenosulfinato de potasio, 2,4,6-trietilbencenosulfinato de calcio, ácido 2,4,6-triisopropilbencenosulfínico, 2,4,6-triisopropilbencenosulfinato de sodio, 2,4,6-triisopropilbencenosulfinato de potasio, y 2,4,6-triisopropilbencenosulfinato de calcio.

Los ejemplos del aldehído incluyen dimetilbenzaldehído y tereftalaldehído.

15 Los ejemplos del compuesto de tiol incluyen 2-mercaptobenzoxazol, decanotiol, 3-mercaptopropiltrimetoxisilano, y ácido tiobenzoico.

Un acelerador de la polimerización puede estar contenido solo, o una pluralidad de aceleradores de la polimerización pueden estar contenidos en combinación. El contenido del acelerador de la polimerización está preferentemente en el intervalo de un 0,01 a un 10 % en peso, más preferentemente en el intervalo de un 0,05 a un 7 % en peso, y lo más preferentemente en el intervalo de un 0,1 a un 5 % en peso, con respecto al peso total del adhesivo dental.

20 Un disolvente orgánico volátil soluble en agua puede estar contenido en el adhesivo dental de la presente invención con el fin de mejorar la resistencia de la unión, las propiedades de revestimiento, y la penetrabilidad en una estructura dental o con el fin de prevenir la separación de fases entre los componentes. Un disolvente orgánico que tiene un punto de ebullición de 150 °C o menor a presión ordinaria y que tiene una solubilidad en agua de un 5 % en peso o más a 25 °C normalmente se usa como disolvente orgánico volátil soluble en agua. Más preferentemente, el disolvente orgánico tiene una solubilidad en agua de un 30 % en peso o más. Lo más preferentemente, el disolvente orgánico se puede disolver en agua en una cantidad arbitraria. En particular, un disolvente orgánico volátil soluble en agua que tiene un punto de ebullición de 100 °C o inferior a presión ordinaria es preferente, y los ejemplos específicos del mismo incluyen etanol, metanol, 1-propanol, alcohol isopropílico, acetona, metil etil cetona, 1,2-dimetoxietano, 1,2-dietoxietano, y tetrahidrofurano.

25 Un disolvente orgánico volátil soluble en agua puede estar contenido solo o una pluralidad de disolventes orgánicos volátiles solubles en agua pueden estar contenidos en combinación. Cuando el contenido del disolvente orgánico volátil soluble en agua es demasiado alto, la resistencia de la unión se puede reducir. El contenido del disolvente orgánico volátil soluble en agua está preferentemente en el intervalo de un 1 a un 70 % en peso, más preferentemente en el intervalo de un 5 a un 50 % en peso, y lo más preferentemente en el intervalo de un 10 a un 30 % en peso, con respecto al peso total del adhesivo dental.

35 Una carga puede estar contenida en el adhesivo dental de la presente invención con el fin de mejorar la resistencia de la unión, las propiedades de revestimiento, fluidez, radio-opacidad, y resistencia mecánica. Una carga puede estar contenida sola, o una pluralidad de cargas deben estar contenidas en combinación. Los ejemplos de la carga incluyen una carga inorgánica, una carga orgánica, y una carga compuesta formada por una carga inorgánica y una carga orgánica.

40 Los ejemplos de la carga inorgánica incluyen: sílice; minerales cuyo material base es sílice, tal como caolín, arcilla, lámina transparente de mica, y mica; y cerámicas y vidrios cuyo material base es sílice y que contienen Al₂O₃, B₂O₃, TiO₂, ZrO₂, BaO, La₂O₃, SrO, ZnO, CaO, P₂O₅, Li₂O, Na₂O, etc. Como vidrios, de manera adecuada se pueden usar vidrio de lantano, vidrio de bario, vidrio de estroncio, vidrio de sosa, vidrio de borosilicato de litio, vidrio de cinc, vidrio de fluoroaluminosilicato, vidrio de borosilicato, y vidrio biológico. De manera adecuada también se puede usar cuarto cristalino, hidroxiapatita, alúmina, óxido de titanio, óxido de itrio, circonia, fosfato de calcio, sulfato de bario, hidróxido de aluminio, fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, monofluorofosfato de sodio, fluoruro de litio, fluoruro de iterbio.

50 Los ejemplos de la carga orgánica incluyen polimetilmetacrilato, polietil metacrilato, polímeros de metacrilato polifuncional, poliamida, poliestireno, cloruro de polivinilo, goma de cloropreno, goma de nitrilo y goma de estireno-butadieno.

Los ejemplos de la carga compuesta formada por una carga inorgánica y una carga orgánica incluyen: una carga compuesta obtenida dispersando una carga inorgánica en una carga orgánica; y una carga compuesta inorgánica-orgánica obtenida revistiendo una carga inorgánica con cualquiera de los diversos polímeros.

60 La carga se puede someter, antes de su uso, preliminarmente a un tratamiento de superficie usando un agente de tratamiento de superficie comúnmente conocido como un agente de acoplamiento de silano para mejorar la curabilidad, la resistencia mecánica y las propiedades de revestimiento. Los ejemplos del agente de tratamiento superficial incluyen viniltrimetoxisilano, viniltrietoxisilano, viniltriclorosilano, viniltri(β-metoxietoxi)silano, y-

metacrililoiloxipropiltrimetoxisilano, γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, γ -mercaptopropiltrimetoxisilano, y γ -aminopropiltriethoxisilano.

5 En términos de la resistencia de la unión, propiedades de revestimiento, etc., se usa preferentemente una carga en forma de partículas finas que tienen un tamaño de partícula primario de 0,001 a 0,1 μm . Los ejemplos específicos de este tipo de carga incluyen "Aerosil OX50", "Aerosil 50", "Aerosil 200", "Aerosil 380", "Aerosil R972", y "Aerosil 130" (todos los cuales son los nombres de productos fabricados por Nippon Aerosil Co., Ltd.).

10 El contenido de la carga está preferentemente en el intervalo de un 0,1 a un 30 % en peso, más preferentemente en el intervalo de un 0,5 a un 20 % en peso, y lo más preferentemente en el intervalo de un 1 a un 10 % en peso, con respecto al peso total del adhesivo dental.

15 Un material de liberación de iones flúor puede estar contenido en el adhesivo dental de la presente invención para impartir resistencia al ácido a una estructura dental. Los ejemplos del material de liberación de iones flúor incluyen: vidrios de flúor tales como vidrio de fluoroaluminosilicato; fluoruros metálicos tales como fluoruro de sodio, fluoruro de potasio, monofluorofosfato de sodio, fluoruro de litio, fluoruro de iterbio; polímeros que liberan iones flúor tales como un copolímero de metacrilato de metilo y fluoruro de metacrilato; y materiales que liberan iones flúor, tal como fluorhidrato de cetilamina.

20 Un estabilizador (inhibidor de la polimerización), un colorante, un agente fluorescente, y/o un absorbente de ultravioleta pueden estar contenidos en el adhesivo dental de la presente invención. Además, puede contener una sustancia antibacteriana, tal como cloruro de cetilpiridinio, cloruro de benzalconio, bromuro de (met)acrililoiloxidodecilo, cloruro de (met)acrililoilohexadecilo, cloruro de (met)acrililoilodecilo o triclosán.

25 A continuación, se describirá un ejemplo del uso del adhesivo dental de acuerdo con la presente invención. En primer lugar, el adhesivo dental de acuerdo con la presente invención se aplica con una esponja o un cepillo para tratar un diente; en este estado, el diente se deja durante 0 segundos (es decir, el soplado de aire que se describe a continuación se lleva a cabo inmediatamente después de la aplicación) a 120 segundos, preferentemente de 1 a 60 segundos, más preferentemente de 3 a 30 segundos o lo más preferentemente de 5 a 20 segundos, o el adhesivo dental en la superficie de la estructura del diente se frota con una esponja o similar continuamente durante 60 segundos o menos. A continuación, el soplado de aire se lleva a cabo usando una jeringa de aire dental, seguido de la aplicación de un material de relleno restaurador tal como una resina compuesta, un cemento o un sellador de fisuras en la superficie revestida con adhesivo dental y a continuación curando el material de relleno restaurador y el adhesivo dental de forma simultánea. En el caso de que el adhesivo dental de acuerdo con la presente invención contenga como iniciador de la polimerización (e) un iniciador de la polimerización curado con luz (fotoiniciador de la polimerización) que genera radicales después de la y radiación de luz, es preferente que, antes de la aplicación del material de relleno restaurador, el adhesivo dental aplicado sobre la superficie de la estructura del diente se cure al someterlo a una irradiación de luz usando una unidad de irradiación de luz visible dental o similar. Esto se debe a que el curado del adhesivo dental antes de la aplicación del material de relleno restaurador proporciona una resistencia de unión más excelente. Básicamente, el adhesivo dental de acuerdo con la presente invención no necesita ser tratado previamente con un agente de grabado de ácido fosfórico antes de administrar a un diente. Sin embargo, también cuando se trata previamente con un agente de grabado de ácido fosfórico, el adhesivo dental exhibe altas propiedades adhesivas con respecto a la estructura dental.

45 El adhesivo dental de acuerdo con la presente invención exhibe una excelente fuerza de unión, no solo para una estructura dental sino también para un material de restauración de la corona (un metal, una porcelana, una cerámica, un producto curado compuesto o similar) roto en una cavidad oral. En el caso de que el adhesivo dental de acuerdo con la presente invención se use en la adhesión de un material de restauración de la corona, el adhesivo dental de acuerdo con la presente invención se puede usar en combinación con una imprimación tal como una imprimación disponible en el mercado para la adhesión de metales o adhesión de porcelana o en combinación con un agente de limpieza dental como un hipoclorito o una solución de peróxido de hidrógeno.

Ejemplos

55 En lo sucesivo en el presente documento, la presente Invención se describirá con más detalle con referencia a los ejemplos. Sin embargo, la presente invención no se limita a los ejemplos que se proporcionan a continuación. Las abreviaturas usadas en lo sucesivo en el presente documento se presentan como listado a continuación.

60 [Compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a)]

MDP: dihidrógeno fosfato de 10-metacrililoiloxidecilo
MHP: dihidrógeno fosfato de 6-metacrililoilohexilo

65 [Compuesto de (met)acrilato bifuncional que contiene el grupo ácido fosfórico]

GPDM: 1,3-dimetacrililoiloxipropil-2-dihidrógeno fosfato

[Compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido distinto del grupo ácido fosfórico]

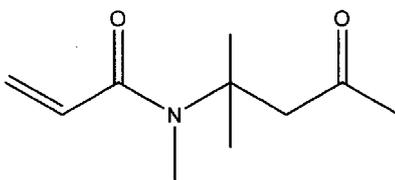
5 6-MHPA: fosfonoacetato de 6-metacrilohexilo

[Compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1)]

10 DEAA: N,N-dietilacrilamida
DMAA: N,N-dimetilacrilamida

[Compuesto de (met)acrilamida monofuncional que no se clasifica como (b-1)]

15 DAAA: Acrilamida de las (compuesto de acrilamida monofuncional soluble en agua representado por la siguiente fórmula general.)



[Monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2)]

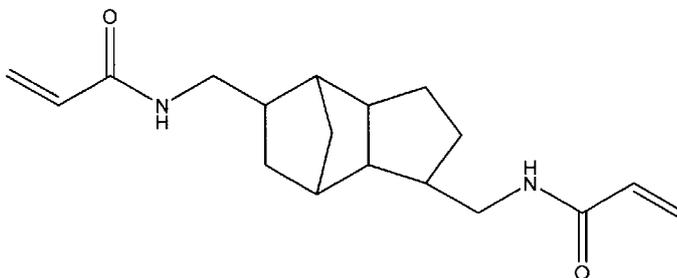
20 BAAP: 1,3-bis(acrilamido)propano
MBAA: N,N'-metileno-bisacrilamida
BAAE: 1,2-bis(acrilamido)etano
25 BAAH: 1,6-bis(acrilamido)hexano
N.º 801: 1,2-bis(3-metacrililoiloxi-2-hidroxi-propilo)etano

[Compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c)]

30 Bis-GMA: 2,2-bis[4-(3-(metacrililoiloxi)-2-hidroxi-propoxi)fenil]propano
UDMA: dimetacrilato de [2,2,4-trimetilhexametilenbis(2-carbamoiloxietilo)]
3G: Dimetacrilato de trietilen glicol
NPG: Dimetacrilato de neopentil glicol

[Compuesto de acrilamida reticulable hidrófoba]

35 TCDA: Compuesto de acrilamida reticulable hidrófoba representado por la siguiente fórmula general.



40 [Iniciador de la polimerización (e)]

CQ: dl-alcanforquinona
BAPO: óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil)fenilfosfina
45 TMDPO: óxido de 2,4,6-trimetilbenzoildifenilfosfina

[Acelerador de la polimerización]

DABE: 4-N,N-dimetilaminobenzoato de etilo

50 [Carga]

R972: Partículas finas de sílice fabricadas por Nippon Aerosil Co., Ltd.

[Otros]

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

(Ejemplo 1)

10 Se preparó un adhesivo dental mezclando MDP (10 partes en peso), DEAA (27 partes en peso), BAAP (3 partes en peso), Bis-GMA (25 partes en peso), agua destilada (15 partes en peso), etanol (20 partes en peso), CQ (2 partes en peso), BAPO (0,1 partes en peso), DABE (1 parte en peso), R972 (5 partes en peso), y BHT (0,05 partes en peso). A continuación, las muestras de ensayo se prepararon de acuerdo con el método de preparación de muestras de ensayo de adhesión que se describe a continuación, y un ensayo de adhesión y un ensayo de durabilidad de la adhesión se llevaron a cabo para el adhesivo dental recién preparado (producto no almacenado) de acuerdo con el método de ensayo de adhesión que se describe a continuación y en el método de ensayo de durabilidad de la adhesión. Además, un adhesivo dental preparado del mismo modo que se ha mencionado anteriormente se almacenó en un termostato ajustado a 50 °C durante 30 días, y un ensayo de estabilidad durante el almacenamiento se llevó a cabo con el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento que se describe a continuación. Para el adhesivo dental recién preparado (producto no almacenado), también se llevó a cabo un ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental con el método de ensayo del tiempo de operación permisible que sigue a continuación (el ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental en otros Ejemplos y Ejemplos Comparativos son aquellos que se llevaron a cabo con los mismos métodos de ensayo). La Tabla 1 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para el adhesivo dental del Ejemplo 1.

[Método de preparación de la muestra del ensayo de adhesión]

30 Un incisivo bovino se tritura en húmedo con papel de carburo de silicio n.º 1000 (fabricado por NIHON KENSHI CO., LTD.) para exponer la superficie del esmalte o la superficie de la dentina, después de lo cual el agua de la superficie se sopla con una jeringa de aire dental. Una cinta adhesiva de aproximadamente 150 µm de grosor que tiene un orificio circular con un diámetro de 3 mm se une a la superficie expuesta del esmalte o la superficie de la dentina. El adhesivo dental se aplica en el orificio circular con un cepillo, y se deja durante 20 segundos. A continuación, el adhesivo dental se seca usando una jeringa de aire dental hasta que se pierde la fluidez del adhesivo dental. A continuación, la irradiación de luz se lleva a cabo usando una unidad de irradiación de luz dental (fabricada por Morita Corporation, nombre comercial "Pencure 2000") durante 10 segundos. A continuación, en el adhesivo dental se coloca una resina compuesta fotopolimerizable (fabricada por Kuraray Medical Inc., nombre comercial "CLEARFIL AP-X") que a continuación se cubre con una película de liberación (fabricada por KURARAY CO., LTD., nombre comercial "EVAL"). A continuación, se coloca un portaobjetos de vidrio y se presiona contra la película desprendible, y se lleva a cabo una irradiación de luz usando la unidad de irradiación de luz dental "Pencure 2000" durante 20 segundos para permitir que tenga lugar el curado. A continuación, una cara extrema (circular en sección transversal) de una varilla cilíndrica de acero inoxidable que tiene un diámetro de 5 mm y una longitud de 1,5 cm se adhiere a la superficie curada usando un cemento de resina dental (fabricado por Kuraray Medical Inc., nombre comercial "PANAVIA 21"). El producto resultante se deja reposar durante 30 minutos, y a continuación se usa como muestra de ensayo.

[Método de ensayo de adhesión]

50 Cada una de las muestras de ensayo preparadas con el método de preparación de muestras de ensayo de adhesión mencionado anteriormente se sumerge en agua destilada en un recipiente de muestra, y se deja en este estado en un termostato ajustado a 37 °C durante 24 horas, seguido de la medición de la resistencia de la unión. La medición de la resistencia de la unión se lleva a cabo usando una máquina de ensayo universal (fabricada por Instron) con la velocidad de cruceta establecida en 2 mm/minuto. Tanto para el caso en el que la superficie del esmalte está expuesta como para el caso en el que está expuesta la superficie de la dentina, el valor de la resistencia de la unión se determina como un promedio de los valores medidos de ocho muestras de ensayo (ocho muestras para las cuales la superficie del esmalte está expuesta u ocho muestras para que la superficie de la dentina está expuesta).

[Método de ensayo de durabilidad de la adhesión]

60 Cada una de las muestras de ensayo preparadas con el método de preparación de muestra de ensayo de adhesión mencionado anteriormente se sumerge en agua destilada en un recipiente de muestra, y se deja en este estado en un termostato ajustado a 37 °C durante 24 horas. A continuación, la muestra de ensayo se somete a 4000 ciclos de un tratamiento térmico en el que la muestra de ensayo se sumerge en agua fría a 4 °C durante 1 minuto y en agua tibia a 60 °C durante 1 minuto. A continuación, se mide la resistencia de la unión. La medición de la resistencia de la unión se lleva a cabo usando una máquina de ensayo universal (fabricada por Instron) con la velocidad de cruceta establecida en 2 mm/minuto. Tanto para el caso en el que la superficie del esmalte está expuesta como para el caso

en el que está expuesta la superficie de la dentina, el valor de la resistencia de la unión se determina como un promedio de los valores medidos de ocho muestras de ensayo (ocho muestras para las cuales la superficie del esmalte está expuesta u ocho muestras para qué superficie de dentina está expuesta).

5 [Método de ensayo de estabilidad durante el almacenamiento]

Usando adhesivos dentales almacenados en un termostato establecido a 50 °C durante 30 días (productos almacenados), las muestras de ensayo se preparan de acuerdo con el método de preparación de muestras de ensayo de adhesión mencionado anteriormente, y la resistencia de la unión se mide con el método de ensayo de adhesión mencionado anteriormente.

[Método de ensayo para el tiempo de operación permisible]

En una habitación oscura, bajo la luz de una lámpara de xenón en la que se inserta una película de conversión de temperatura de color y un filtro ultravioleta, se coloca una placa de mezcla (fabricado por Kuraray Medical Inc., número de producto "N.º 902 (B)") a una altura en la que la iluminancia es de 8000 lux, se añade una sola gota de un adhesivo dental (producto no almacenado) en la placa. La muestra se expone a la luz durante un periodo de tiempo determinado previamente. A continuación, la placa de mezcla que contiene la gota de muestra añadida se saca del área iluminada, y la muestra se inspecciona inmediatamente para determinar su homogeneidad física. El tiempo durante el cual se mantiene la homogeneidad se determina como el tiempo de operación permisible.

En general, cuando el tiempo de operación permisible bajo la luz ambiental es de 30 segundos o más, el adhesivo dental se puede usar para fines clínicos sin problemas.

25 (Ejemplos 2 a 6 y Ejemplos Comparativos 1 y 2)

Se prepararon siete tipos de adhesivos dentales que se muestran en la Tabla 1. Para cada uno de ellos, el ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 1 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para cada adhesivo dental.

(Ejemplo Comparativo 3)

Se preparó un adhesivo dental que se diferenciaba del adhesivo dental del Ejemplo 2 en que BAAP (10 partes en peso) no estaba contenido. El ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 1 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para el adhesivo dental.

(Ejemplo Comparativo 4)

Se preparó un adhesivo dental que se diferenciaba del adhesivo dental del Ejemplo 2 en que TCDA (10 partes en peso) se usó en lugar de BAAP (10 partes en peso). El ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 1 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para el adhesivo dental.

(Ejemplo Comparativo 5)

Se preparó un adhesivo dental que se diferenciaba del adhesivo dental del Ejemplo 2 en que TCDA (25 partes en peso) se usó en lugar de Bis-GMA (25 partes en peso). El ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 1 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para el adhesivo dental.

(Ejemplo Comparativo 6)

Se preparó un adhesivo dental que se diferenciaba del adhesivo dental del Ejemplo 2 en que GPDM (10 partes en peso) se usó en lugar de MDP (10 partes en peso). El ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 1 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para el adhesivo dental.

65 (Ejemplo Comparativo 7)

ES 2 768 298 T3

Se preparó un adhesivo dental que se diferenciaba del adhesivo dental del Ejemplo 2 en que 6-MHPA (10 partes en peso) se usó en lugar de MDP (10 partes en peso). El ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 1 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para el adhesivo dental.

5

[Tabla 1]

Componentes (Unidad: partes en peso)	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo Comp. 1	Ejemplo Comp. 2	Ejemplo Comp. 3	Ejemplo Comp. 4	Ejemplo Comp. 5	Ejemplo Comp. 6	Ejemplo Comp. 7
Compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene grupo ácido fosfórico (a)	MDP 10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	-	-
Compuesto de (met)acrilato bifuncional que contiene grupo ácido fosfórico	GPDM -	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-
Compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene grupo ácido distinto del grupo ácido fosfórico	6-MHPA -	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10
Compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1)	DEAA 27	20	15	10	5	20	29	3	20	20	20	20	20
Monómero (met)acrilico reticulable soluble en agua (b-2)	BAAP 3	10	15	20	25	10	1	27	-	-	10	10	10
Compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c)	Bis-GMA 25	25	25	25	25	-	25	25	25	25	-	25	25
	UDMA -	-	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-

(continuación)

Componentes (Unidad: partes en peso)	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo Comp. 1	Ejemplo Comp. 2	Ejemplo Comp. 3	Ejemplo Comp. 4	Ejemplo Comp. 5	Ejemplo Comp. 6	Ejemplo Comp. 7
Acrilamida reticulable hidrófoba	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	25	-	-
TCDA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Agua (d)	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
Disolvente volátil soluble en agua	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Iniciador de la polimerización (e)	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
BAPO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Acelerador de la polimerización	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
DABE	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
R972	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Carga	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
BHT	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Otros	9 : 1	2 : 1	1 : 1	1 : 2	1 : 5	2 : 1	29 : 1	1 : 9	-	-	2 : 1	2 : 1	2 : 1
(b-1) : (b-2)	9 : 1	2 : 1	1 : 1	1 : 2	1 : 5	2 : 1	29 : 1	1 : 9	-	-	2 : 1	2 : 1	2 : 1
Fuera de la unión (Unidad: MPa)													
Ensayo de adhesión	Esmalte	19	19	18	16	15	19	12	16	17	14	11	13
	Dentina	17	19	21	23	23	13	21	11	9	12	20	14
Ensayo de durabilidad de la adhesión	Esmalte	14	17	17	15	13	12	8	14	16	13	10	8
	Dentina	12	18	19	21	22	7	18	7	6	12	17	12
Ensayo de estabilidad durante el almacenamiento	Esmalte	18	17	16	16	15	17	7	15	16	14	9	9
	Dentina	15	18	18	18	19	8	18	8	7	11	16	11
Tiempo de operación permisible bajo luz ambiental (Unidad: segundos)	50	50	50	50	50	50	50	50	60	50	25	40	50

Como se muestra en la Tabla 1, los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención (Ejemplos 1 a 6) presentan una resistencia de la unión excelente tanto al esmalte como a la dentina en el ensayo de adhesión y en el ensayo de durabilidad de la adhesión, y la reducción de la fuerza de la unión de los productos almacenados es pequeña. A partir de este hecho, se puede entender que los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención excelentes propiedades de adhesión, durabilidad de la adhesión, y estabilidad durante el almacenamiento.

También se puede entender que los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención permiten un tiempo de operación adecuado bajo luz ambiental. Al igual que para los adhesivos dentales (Ejemplos Comparativos 1 y 2) en los que el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b1) y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) se usaron a una proporción de peso (b-1): (b-2) que no entra dentro del intervalo de 10 : 1 a 1 : 5, la resistencia de la unión al esmalte o a la dentina es baja en el ensayo de adhesión y en el ensayo de durabilidad de la adhesión, y la resistencia de la unión de los productos almacenados al esmalte o a la dentina también es baja. A partir de este hecho, se puede entender que los adhesivos dentales de los Ejemplos Comparativos 1 y 2 carecen de suficientes propiedades adhesivas, durabilidad de la adhesión, y estabilidad durante el almacenamiento para el esmalte o para la dentina. Al igual que para el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 3 en el que no estaba contenido el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua, la resistencia de la unión a la dentina en el ensayo de adhesión es más baja que la del adhesivo dental del Ejemplo 2; además, la durabilidad de la adhesión en la dentina y la resistencia de la unión del producto almacenado con respecto a la dentina también son bajas. A partir de este hecho, se puede entender que el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 3 carece de suficientes propiedades adhesivas, durabilidad de la adhesión, y la estabilidad durante el almacenamiento para la dentina. Al igual que para el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 4 en el que el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua no estaba contenido pero si había un contenido de (met)acrilamida reticulable hidrófoba, la resistencia de la unión a la dentina es baja en todos del ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, y el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento. A partir de este hecho, se puede entender que el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 4 carece de suficientes propiedades adhesivas, durabilidad de la adhesión, y la estabilidad durante el almacenamiento para la dentina. Al igual que para el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 5 en el que no estaba contenido un (met)acrilato reticulable hidrófobo pero si había contenido de una (met)acrilamida reticulable hidrófoba, la resistencia de la unión es más baja que la del adhesivo dental del Ejemplo 2 en todos del ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, y el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento. Además, el tiempo de operación permisible bajo la luz ambiental corto, lo que revela que el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 5 carece de estabilidad suficiente bajo la luz ambiental. Al igual que para el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 6 en el que estaba contenido GPDM, que es compuesto de (met)acrilato difuncional que contiene el grupo ácido fosfórico en lugar de MDP que es un compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico, la resistencia de la unión al esmalte es baja en todos del ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, y el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento. A partir de este hecho, se puede entender que el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 6 carece de suficientes propiedades adhesivas, durabilidad de la adhesión, y la estabilidad durante el almacenamiento para el esmalte. Al igual que para el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 7 en el que estaba contenido 6-MHPA, que es un compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene un grupo ácido distinto del grupo ácido fosfórico en lugar de MDP que es un compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico, la resistencia de la unión al esmalte es baja en todos del ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, y el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento. A partir de este hecho, se puede entender que el adhesivo dental del Ejemplo Comparativo 7 carece de suficientes propiedades adhesivas, durabilidad de la adhesión, y la estabilidad durante el almacenamiento para el esmalte.

(Ejemplos 7 a 13)

Se prepararon siete tipos de adhesivos dentales que se muestran en la Tabla 2. Para cada uno de ellos, el ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 2 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para cada adhesivo dental.

(Ejemplos Comparativos 8 a 10)

Se prepararon adhesivos dentales que se diferenciaban respectivamente de los adhesivos dentales de los Ejemplos 11 a 13 en que se usó DAAA en lugar de DMAA en cantidades iguales a las de DMAA en los Ejemplos 11 a 13. El ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 2 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para cada adhesivo dental.

[Tabla 2]

Componentes (Unidad: partes en peso)	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo Comp. 8	Ejemplo Comp. 9	Ejemplo Comp. 10
Compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene grupo ácido fosforico (a)	MDP 5	15	10	10	10	10	10	10	10	10
Compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1)	DEAA 20	20	30	10	-	-	-	-	-	-
	DMAA				25	15	10	-	-	-
Compuesto de (met)acrilamida que se clasifica como (b-1)	DAAA -	-	-	-	-	-	-	25	15	10
Monómero (met)acrilico reticulable soluble en agua (b-2)	BAAP 10	10	15	5	5	15	20	5	15	20
Compuesto de (met)acrilato reticulable hidrofobo (c)	Bis-GMA 25	25	10	40	25	25	25	25	25	25
Agua (d)	Agua 20	10	15	15	15	15	15	15	15	15
Disolvente volátil soluble en agua	Etanol 20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Iniciador de la polimerización (e)	CQ 2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	BAPO 0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Acelerador de la polimerización	DABE 1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Carga	R972 5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Otros	BHT 0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
(b-1) : (b-2)	2 : 1	2 : 1	2 : 1	2 : 1	5 : 1	1 : 1	1 : 2	-	-	-

(continuación)

Componentes (Unidad: partes en peso)	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo Comp. 8	Ejemplo Comp. 9	Ejemplo Comp. 10
Fuerza de la unión (Unidad: MPa)										
Ensayo de adhesión	Esmalte	19	17	16	18	17	18	16	15	14
	Dentina	20	17	17	15	18	20	16	18	18
Ensayo de durabilidad de la adhesión	Esmalte	18	17	13	17	17	15	11	9	8
	Dentina	19	15	12	14	16	18	9	11	12
Ensayo de estabilidad durante el almacenamiento	Esmalte	16	16	12	13	14	12	6	7	7
	Dentina	19	13	13	12	12	14	10	10	11
Tiempo de operación permisible bajo luz ambiental (Unidad: segundos)	50	50	40	60	50	50	50	50	50	50

Como se muestra en la Tabla 2, los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención (Ejemplos 7 a 13) presentan una resistencia de la unión excelente tanto al esmalte como a la dentina en el ensayo de adhesión y en el ensayo de durabilidad de la adhesión, y la reducción de la fuerza de la unión de los productos almacenados es pequeña. A partir de este hecho, se puede entender que los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención excelentes propiedades de adhesión, durabilidad de la adhesión, y estabilidad durante el almacenamiento. También se puede entender que los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención permiten un tiempo de operación adecuado bajo luz ambiental. Al igual que para los adhesivos dentales en los que estaba contenido un compuesto de (met)acrilamida (DAAA) que no se clasifica como el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) en la presente invención, la resistencia de la unión de los productos no almacenados es alta; sin embargo, la durabilidad de la adhesión en el esmalte o en la dentina es baja, y la resistencia de la unión de los productos almacenados al esmalte también es baja. A partir de este hecho, se puede entender que los adhesivos dentales de los Ejemplos Comparativos 8 y 10 carecen de suficiente durabilidad de la adhesión y la estabilidad durante el almacenamiento.

(Ejemplos 14 a 16 y Ejemplos Comparativos 11 y 12)

Se prepararon cinco tipos de adhesivos dentales que se muestran en la Tabla 3. Para cada uno de ellos, el ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 3 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para cada adhesivo dental.

[Tabla 3]

Componentes (Unidad: partes en peso)		Ejemplo 14	Ejemplo 15	Ejemplo 16	Ejemplo Comp. 11	Ejemplo Comp. 12
Compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a)	MDP	10	10	10	10	10
Compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1)	DEAA	27	20	15	29	3
Monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2)	#801	3	10	15	1	27
Compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c)	Bis-GMA	25	25	25	25	25
Agua (d)	Agua	15	15	15	15	15
Disolvente volátil soluble en agua	Etanol	20	20	20	20	20
Iniciador de la polimerización (e)	CQ	2	2	2	2	2
	BAPO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Acelerador de la polimerización	DABE	1	1	1	1	1
Carga	R972	5	5	5	5	5
Otros	BHT	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
(b-1) : (b-2)		9 : 1	2: 1	1: 1	29 : 1	1: 9
Fuerza de la unión (Unidad: MPa)						
Ensayo de adhesión	Esmalte	19	17	18	18	10
	Dentina	17	18	17	13	11
Ensayo de durabilidad de la adhesión	Esmalte	17	15	15	12	6
	Dentina	15	15	16	8	7
Ensayo de estabilidad durante el almacenamiento	Esmalte	16	14	12	14	5
	Dentina	13	13	15	8	6
Tiempo de operación permisible bajo luz ambiental (Unidad: segundos)		50	60	65	50	70

Como se muestra en la Tabla 3, los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención (Ejemplos 14 a 16) presentan una resistencia de la unión excelente tanto al esmalte como a la dentina en el ensayo de adhesión y en el ensayo de durabilidad de la adhesión, y la reducción de la fuerza de la unión de los productos almacenados es

pequeña. A partir de este hecho, se puede entender que los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención excelentes propiedades de adhesión, durabilidad de la adhesión, y estabilidad durante el almacenamiento. También se puede entender que los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención permiten un tiempo de operación adecuado bajo luz ambiental. Al igual que para los adhesivos dentales (Ejemplos Comparativos 11 y 12) en los que el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) se usaron a una proporción de peso (b-1) : (b-2) que no entra dentro del intervalo de 10 : 1 a 1 : 5, la resistencia de la unión a la dentina en el ensayo de adhesión es en cierto modo baja en el Ejemplo Comparativo 11, mientras que en el Ejemplo Comparativo 12, la resistencia de la unión tanto al esmalte como a la dentina en el ensayo de adhesión es baja. En los Ejemplos Comparativos tanto 11 como 12, la durabilidad de la adhesión en el esmalte y en la dentina es baja. Con respecto a la resistencia de la unión de los productos almacenados, la resistencia de la unión a la dentina es baja en el Ejemplo Comparativo 11, y la resistencia de la unión tanto al esmalte como a la dentina es baja en el Ejemplo Comparativo 12. A partir de estos hechos, se puede entender que en el Ejemplo Comparativo 11, la resistencia de la unión a la dentina es en cierto modo baja, y la durabilidad de la adhesión y la estabilidad durante el almacenamiento no son suficientes, y que en el Ejemplo Comparativo 12, la resistencia de la unión, durabilidad de la adhesión, y la estabilidad durante el almacenamiento no son suficientes.

(Ejemplos 17 a 27)

Se prepararon once tipos de adhesivos dentales que se muestran en la Tabla 4. Para cada uno de ellos, el ensayo de adhesión, el ensayo de durabilidad de la adhesión, el ensayo de estabilidad durante el almacenamiento, y el ensayo de tiempo de operación permisible adecuado bajo luz ambiental se llevaron a cabo. La Tabla 4 muestra las proporciones de contenido (partes en peso) de los componentes y los resultados del ensayo para cada adhesivo dental.

[Tabla 4]

	Ejemplo 17	Ejemplo 18	Ejemplo 19	Ejemplo 20	Ejemplo 21	Ejemplo 22	Ejemplo 23	Ejemplo 24	Ejemplo 25	Ejemplo 26	Ejemplo 27
Compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene grupo ácido fosfórico (a)	MDP	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
	MHP	10	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1)	DEAA	20	27	20	15	27	20	20	30	10	20
Monómero (met)acrilico reticulable soluble en agua (b-2)	BAAP	10	-	-	-	-	10	10	10	10	10
	MBAA	-	3	-	-	-	-	-	-	-	-
	BAAE	-	-	3	10	-	-	-	-	-	-
	BAAH	-	-	-	-	3	-	-	-	-	-
Compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c)	Bis-GMA	25	25	25	25	25	15	20	25	20	25
	UDMA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	3G	-	-	-	-	-	10	-	10	-	-
	NPG	-	-	-	-	-	-	5	-	-	-
	TCDA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Agua (d)	Agua	15	15	15	15	15	15	15	15	10	15
	Etanol	20	20	20	20	20	20	20	-	40	20
Iniciador de la polimerización (e)	CQ	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
	BAPO	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	-
	TMDPO	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2

(continuación)

	Ejemplo 17	Ejemplo 18	Ejemplo 19	Ejemplo 20	Ejemplo 21	Ejemplo 22	Ejemplo 23	Ejemplo 24	Ejemplo 25	Ejemplo 26	Ejemplo 27
Acelerador de la polimerización	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Carga	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Otros	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
(b-1) : (b-2)	2 : 1	9 : 1	9 : 1	2 : 1	1 : 1	9 : 1	2 : 1	2 : 1	3 : 1	1 : 1	2 : 1
Fuerza de la unión (Unidad: MPa)											
Ensayo de adhesión	Esmalte	17	16	18	19	18	17	18	16	16	19
	Dentina	14	15	17	18	14	18	17	17	13	20
Ensayo de durabilidad de la adhesión	Esmalte	13	12	14	18	16	17	16	15	15	18
	Dentina	12	11	13	17	11	15	16	17	11	18
Ensayo de estabilidad durante el almacenamiento	Esmalte	16	13	18	18	17	16	16	15	15	18
	Dentina	14	15	16	18	12	15	14	16	13	19
Tiempo de operación permisible bajo luz ambiental (Unidad: segundos)	50	50	50	50	50	50	50	50	40	70	50

5 Como se muestra en la Tabla 4, los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención (Ejemplos 17 a 27) presentan una resistencia de la unión excelente tanto al esmalte como a la dentina en el ensayo de adhesión y en el ensayo de durabilidad de la adhesión, y la reducción de la fuerza de la unión de los productos almacenados es pequeña. A partir de este hecho, se puede entender que los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención tienen excelentes propiedades de adhesión, durabilidad de la adhesión, y estabilidad durante el almacenamiento. También se puede entender que los adhesivos dentales de acuerdo con la presente invención permiten un tiempo de operación adecuado bajo luz ambiental.

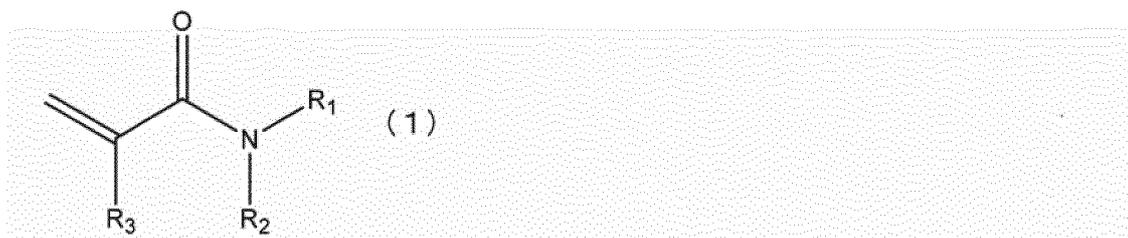
10 Aplicabilidad industrial

15 El adhesivo dental de una sola parte la presente invención se puede usar, en la restauración de una estructura dental (esmalte, dentina, y cemento) dañada por caries dental o similar, para adherir la estructura dental y un material restaurador dental tal como una resina compuesta dental, un compómero dental, o un cemento de resina dental.

REIVINDICACIONES

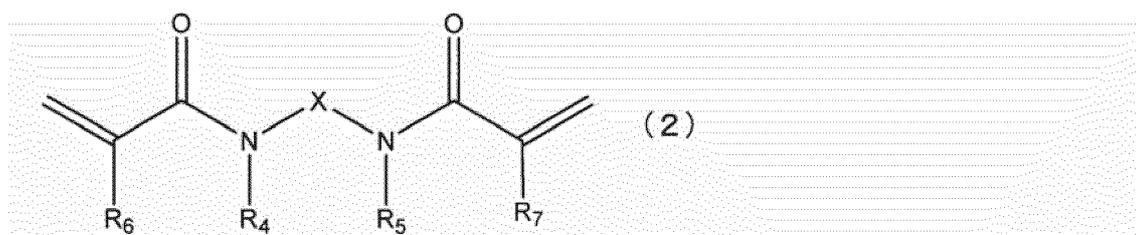
1. Un adhesivo dental de una sola parte que comprende:

- 5 de un 1 a un 30 % en peso de un compuesto de (met)acrilato monofuncional que contiene el grupo ácido fosfórico (a);
 de un 10 a un 50 % en peso de un monómero polimerizable soluble en agua (b);
 de un 5 a un 50 % en peso de un compuesto de (met)acrilato reticulable hidrófobo (c); agua (d); y
 un iniciador de la polimerización (e),
 10 en el que el monómero polimerizable soluble en agua (b) comprende una combinación de un compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y un monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2),
 una proporción de peso entre el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) es de 10 : 1 a 1 : 5, y
 el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) se representa con la siguiente fórmula general (1):



en la que R₁ y R₂ son cada uno independientemente un grupo alquilo que tiene de 1 a 3 átomos de carbono, y R₃ es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

- 20 2. El adhesivo dental de una sola parte de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el agua (d) está contenida en una cantidad de un 1 a un 50 % en peso, y el iniciador de la polimerización (e) está contenido en una cantidad de un 0,01 a un 10 % en peso.
- 25 3. El adhesivo dental de una sola parte de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en un compuesto de bis(met)acrilamida soluble en agua y 1,2-bis(3-metacrililoiloxi-2-hidroxiopropilo)etano, siendo el compuesto de bis(met)acrilamida soluble en agua representado con la siguiente fórmula general (2):



en la que:

- 35 X es un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 1 a 6 átomos de carbono y en el que al menos un enlace seleccionado entre el grupo que consiste en -O-, -S-, -CO-O-, -CO-NH-, -O-CO-NH-, y -NH-CO-NH- puede estar incluido;
 R₄ y R₅ son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo alifático lineal o ramificado que tiene de 1 a 4 átomos de carbono; y
 R₆ y R₇ son cada uno independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo metilo.

40 4. El adhesivo dental de una sola parte de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) es N,N-dietilacrilamida.

45 5. El adhesivo dental de una sola parte de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el monómero polimerizable soluble en agua (b) consiste en una combinación de un compuesto de (met)acrilamida monofuncional (b-1) y un monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2), y en el que el monómero (met)acrílico reticulable soluble en agua (b-2) tiene al menos dos grupos polimerizables por molécula, no tiene grupo ácido, y tiene una solubilidad en agua de un 5 % en peso o más a 25 °C.