



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL



Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

CARTA PATENTE N.º PI 0410317-3

Patente de Invenção

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0410317-3

(22) Data do Depósito : 13/05/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 25/11/2004

(51) Classificação Internacional : A61K 6/00

(30) Prioridade Unionista : 13/05/2003 US 60/469,938

(54) Título : ADESIVO DENTAL

(73) Titular : Dentsply International Inc.. Endereço: 570 W. College Avenue P.O. Box 872, York, Pennsylvania 17405-0872, Estados Unidos (US).

(72) Inventor : JUNJIE SANG, Pesquisador(a). Endereço: 359 Fieldbrook Dr., Magnolia, Delaware 19962, Estados Unidos. Cidadania: Chinesa.; Huaibing Liu, Pesquisador(a). Endereço: 101 Great Geneva Dr., Dover Delaware 19901, Estados Unidos.; Xiuling Wang, Pesquisador(a). Endereço: 7 Gullane Lane, Bear, Delaware 19701, Estados Unidos.

Prazo de Validade : 20 (vinte) anos contados a partir de 13/05/2004, observadas as condições legais.

Expedida em : 18 de Março de 2014.

Assinado digitalmente por
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes



“ADESIVO DENTAL”

CAMPO TÉCNICO

A presente invenção geralmente refere-se a adesivos dentais. Mais particularmente, a invenção refere-se a adesivos de auto-abrasão. Especificamente, a invenção refere-se a adesivos contendo monômeros ácidos polimerizáveis.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

Tabela de abreviaturas usadas no presente texto

Abreviatura	Termo completo
4-META	anidrido 4-metacriloxietiltrimelítico
AHPMA	metacrilato de 3-(acrilóxi)-2-hidroxiopropila
BHT	hidroxitolueno butilado
BMAP	Bis (2-metacriloxietil) fosfato
BS	resistência da ligação
CAF	hidrofluoreto de cetilamina
CQ	Canforquinona
DHEPT	di-hidroxietil- <i>p</i> -toluidina
DMABA	ácido dimetilaminobenzóico
DMABN	dimetilaminobenzonitrila
EDAB	4-etildimetilaminobenzoato
EGMP	fosfato metacrilato de etileno glicol
HEMA	metacrilato de 2 -hidroxietila
L-TPO	(2,4,6-trimetilbenzoil) fosfina óxido de difenila
LC/SC	cura à luz/auto-cura
NaTs	sal de sódio de ácido <i>p</i> -toluenossulfônico
OEMA	1,1'-(2-metacrilóxi) dimetacrilato de ácido 1,1',6,6'= tetracarboxílico de éter 4,4'-oxidifenílico
PENTA	éster de ácido fosfórico de pentaacrilato de dipentaeritritol
PyroEMA	pirofosfato de tetra-metacriloxietila
SBS	resistência da ligação adesiva ao cisalhamento
SCA	ativador de auto-cura
SE	auto-abrasão
SEA	adesivo de auto-abrasão
2P-SEA	adesivo de auto-abrasão em duas partes
1P-SEA	adesivo de auto-abrasão em uma parte
VLC	cura à luz visível
SC	auto-cura (ou antocura)
SUM	soma
TEGDMA	dimetacrilato de trietileno glicol
TMPTMA	trimetacrilato de trimetilolpropano
UDMA	1,6-bis[metacrilóxi] carbonilamino]-2,4,4- trimetil hexano

Como usado aqui, todos “%” e porcentagens ou semelhantes são expressos em peso.

Com o uso de resinas compósitas como materiais de

restauração dental, requerer-se assegurar uma adesão firme entre as estruturas dos dentes e as resinas compósitas por uma simples manipulação. Um procedimento de restauração adesiva representativo inclui uma abrasão com ácido sobre o substrato do dente por ácido fosfórico, seguido por
5 enxágüe com água, secagem, aplicação de um primeiro material de preparo, secagem, aplicação de um agente de ligação adesiva, cura à luz e finalmente obturação com uma resina compósita. É evidente que se gasta tempo nas muitas etapas de ligação adesiva de modo a obter esta manipulação e mesmo assim não se obtém uma adesão segura.

10 A fim de reduzir o número de constituintes a serem usados, o material de preparo e o ligante adesivo foram combinados em um frasco, o assim chamado um frasco/duas etapas, exemplificado por adesivo de marca Prime & Bond® (Dentsply). A abrasão deve ser ainda realizada primeiro, seguido pela aplicação do ligante adesivo de frasco único pelo menos uma vez
15 e então polimerização, antes dos materiais de obturação serem usados. Outra simplificação do processo para a fixação do adesivo nos materiais de obturação consiste em combinar o material de preparo e de abrasão em um componente, os assim chamados materiais de preparo de auto-abrasão, como um material de preparo de SE em um sistema de ligação adesiva Primer in
20 ClearFil SE (um adesivo de auto-abrasão de 2 componentes (ligante adesivo líquido e material de preparo de SE), 2 etapas, seqüencialmente aplicado (material de preparo de SE seguido por resina de ligação adesiva) por Kuraray]. O ligante adesivo de SE ClearFil é indicado apenas para uma ligação adesiva de restauração direta de compósito curado em luz. Para uma
25 ligação adesiva de restauração indireta, Kuraray recomenda usar um material de preparo de ligação adesiva ClearFil 2V que é um sistema adesivo de auto-abrasão para a aplicação em múltiplas etapas de múltiplos componentes (materiais de preparo A e B, líquido de ligação adesiva A e B).

Adper Prompt L-Pop (3M ESPE), um assim chamado adesivo

de auto-abrasão e auto-preparo de 2 componentes/uma embalagem/ uma etapa, é suprido em uma embalagem tipo ampola de dose unitária única que consiste de dois compartimentos pré-dosados, ou em dois frascos separados para os dois líquidos A e B. Prompt L-Pop é indicado apenas para uma
5 ligação adesiva de restauração direta de compósito curado em luz.

A patente US 6387979 de referência por K. Hino (Kuraray Co. Lt. Japão), expedida em 14 de maio de 2002, descreve um dente tratado com uma composição de ligante adesivo com uma elevada resistência inicial da ligação adesiva e uma boa durabilidade da ligação adesiva compreendendo
10 uma mistura de composto polimerizável tendo um grupo ácido, um agente formador de película solúvel em água, água, e um agente de cura, em que o sal de cálcio do ácido é insolúvel em água, e o agente formador de película é um composto polimerizável miscível com uma solução salina fisiológica, não requer qualquer pré-tratamento como abrasão com ácido ou tratamento de
15 preparo. Afirma-se que os ingredientes ativos da composição em uma única embalagem podem degradar ou polimerizar enquanto armazenados. Para evitar isto, os ingredientes constituintes da composição podem ser divididos em duas ou mais partes. As partes múltiplas são embaladas separadamente e armazenadas em diferentes embalagens. Para seu uso, as partes múltiplas
20 tomadas das embalagens individuais podem ser aplicadas a um e o mesmo objeto em seqüência, ou elas podem ser misturadas em uma mistura logo antes do uso.

Formas de realização preferidas para realizar a invenção

Em uma forma de realização preferida da presente invenção,
25 um adesivo dental compreende:

(i) de cerca de 5 a cerca de 70% em peso de componentes ácidos polimerizáveis selecionados dentre o grupo consistindo de PENTA, OEMA, e misturas dos mesmos;

(ii) de cerca de 1 a cerca de 30% em peso de metacrilato

hidrofílico;

(iii) de cerca de 1 a cerca de 25% em peso de (met)acrilato difuncional hidrofílico;

5 (iv) de cerca de 1 a cerca de 35% em peso de metacrilato de uretano;

(v) de cerca de 1 a cerca de 30% em peso de (met) acrilato difuncional hidrofóbico;

(vi) de cerca de 0,1 a cerca de 5% de fotoiniciador de (óxido de fosfina, e/ou CQ/co-iniciador selecionado dentre o grupo consistindo de
10 Lucerin TPO, CQ/EDAB e CQ/DMABN);

(vii) de cerca de 0,1 a cerca de 5% de aditivos de cura selecionados dentre o grupo consistindo de sais de sulfinato aromático;

(viii) de cerca de 0,1 a cerca de 5% de ingrediente liberando fluoreto selecionado dentre o grupo consistindo de hidrofluoreto de cetilamina
15 (CAF);

(ix) de cerca de 0,1 a cerca de 10% de partículas de carga selecionadas dentre o grupo consistindo de sílica defumada e nano-partículas funcionalizadas;

20 (x) de cerca de 0,05 a cerca de 2% de estabilizador;

(xi) de cerca de 1 a cerca de 40% água; e

(xii) de cerca de 5 a cerca de 60% de solvente orgânico polar miscível em água, selecionado dentre o grupo consistindo de acetona e álcool.

Em outra forma de realização preferida, um adesivo dental compreende:

25 (i) de cerca de 5 a cerca de 50% em peso de componentes ácidos polimerizáveis selecionados dentre o grupo consistindo de PENTA, 4-META, e misturas dos mesmos;

(ii) de cerca de 1 a cerca de 20% em peso de metacrilato hidrofílico;

(iii) de cerca de 1 a cerca de 15% em peso de (met)acrilato difuncional hidrofílico;

(iv) de cerca de 1 a cerca de 30% em peso de metacrilato de uretano;

5 (v) de cerca de 1 a cerca de 30% em peso de (met) acrilato difuncional hidrofóbico;

(vi) de cerca de 0,1 a cerca de 5% de fotoiniciadores de (óxido de fosfina, e/ou CQ/co-iniciador selecionado dentre o grupo consistindo de Lucerin TPO, combinação de CQ/DMABN e combinação de L-
10 TPO/CQ/EDAB);

(vii) de cerca de 0,1 a cerca de 5% de aditivos de cura selecionados dentre o grupo consistindo de sais de sulfinato aromático;

(viii) de cerca de 0,1 a cerca de 5% de ingrediente liberando fluoreto selecionado dentre o grupo consistindo de hidrofluoreto de cetilamina
15 (CAF);

(ix) de cerca de 0,1 a cerca de 10% de partículas de carga selecionadas dentre o grupo consistindo de sílica defumada e nano-partículas funcionalizadas;

(x) de cerca de 0,05 a cerca de 2% de estabilizador;

20 (xi) de cerca de 1 a cerca de 35% água; e

(xii) de cerca de 5 a cerca de 60% de solvente orgânico polar miscível em água, selecionado dentre o grupo consistindo de acetona ou álcool.

De acordo com a presente invenção, provê-se tanto um adesivo
25 de auto-abrasão de dois componentes como de um componente (2P-SEA e 1P-SEA). Os novos materiais adesivos de auto-abrasão alcançam um desempenho de adesão bom com uma aplicação de uma camada simples, sem a necessidade de abrasão dos dentes usando gel de dentes de ácido fosfórico em suas indicações específicas.

2P-SEA é um sistema de adesivo de auto-abrasão de cura dupla LC/SC que é aplicado sobre as superfícies da cavidade dos dentes com soluções A e B pré-misturadas antes da ligação adesiva das restaurações diretas de compósito curado em luz ou restaurações cimentadas indiretas. A

5 composição 2P-SEA preferida contém uma mistura otimizada de monômeros ácidos polimerizáveis com grupos de ácido fosfórico e/ou ácido carboxílico, vários monômeros de (met) acrilatos hidrofílicos e hidrofóbicos, monômero de resina de estrutura, reticulador, agente de cura (L-TPO mais CQ/EDAB (ou CQ/ DMABN) e aditivos de promoção da cura (NaTs), estabilizador, água

10 e outros solventes (como acetona, ou outros álcoois (metanol, etanol, t-butanol)). Diferentes dos adesivos de auto-abrasão anteriores, a solução de 2P-SEA de acordo com a invenção também pode ser usada para ligar, de modo adesivo, restaurações de tipo compósito (VLC) curadas em luz visível como restaurações indiretas cimentadas (de tipo sem cobertura de cúspide/ de

15 tipo com cobertura de cúspide(s)/ jaquetas / coroas/ pontes, pré-fabricados a partir de metal/ porcelana/ compósitas) ao substrato dos dentes humanos (esmalte e dentina) sem a necessidade de uma etapa de ligação adesiva dos dentes com pré-tratamento com material de preparo separado ou abrasão com ácido. O procedimento de aplicação de 2P-SEA permanece igual, isto é, [parte

20 A/B relação de mistura = 2/1 por peso/peso ou volume/volume, 1 camada /20 segundos úmido, secar ao ar, LC 10 ou 20 segundos], seja para restaurações diretas ou indiretas com ligação adesiva. O 2P-SEA também mostrou um melhorado desempenho da ligação adesiva com relação aos produtos da técnica anterior, com a resistência da ligação adesiva no esmalte de, pelo

25 menos, mais do que 20 MPa e uma resistência da ligação adesiva na dentina de, pelo menos, mais do que 15-20 MPa. O desempenho da ligação adesiva foi sustentado mesmo após um estresse térmico excessivo (ciclos térmicos de 1800 ou 5000X, 55/5 - °C) ou até 12 semanas/ 50°C de envelhecimento térmico, indicando uma boa durabilidade da ligação adesiva e uma

estabilidade da vida útil na prateleira dos materiais. Em comparação com produtos adesivos de auto-abrasão comerciais correntes, 2P-SEA também mostra um desempenho de ligação adesiva melhor ou equivalente, com uma maior versatilidade em aplicações.

5 IP-SEA de acordo com a invenção é um adesivo de auto-abrasão curado em luz de etapa única, que está contido em uma única embalagem (frasco ou dose unitária única) antes de aplicação sobre as superfícies da cavidade dos dentes para ligar, de modo adesivo, restaurações diretas de tipo de compósito de cura em luz. A composição de 1P-SEA
10 preferida contém uma mistura otimizada de monômeros ácidos polimerizáveis com grupos de ácido fosfórico e/ou ácido carboxílico, vários monômeros met(acrilatos) hidrofílicos e hidrofóbicos, monômero de resina de estrutura, reticulador, agente de cura (L-TPO e/ou CQ/DMABN (CQ/EDAB), estabilizador, água e outros solventes (acetona, ou álcool). Diferente de
15 adesivos de auto-abrasão anteriores, os materiais SEA de um componente mostram uma elevada resistência de ligação adesiva inicial e uma boa durabilidade da ligação adesiva e um desempenho de ligação adesiva a longo prazo também, com uma resistência da ligação adesiva no esmalte de, pelo menos, mais do que 20 MPa, e resistência da ligação adesiva na dentina de,
20 pelo menos, mais do que 15-20 MPa. Os novos materiais 1P-SEA obtêm um bom desempenho de adesão com uma técnica de aplicação de “uma camada” simples, sem uma etapa de preparo dos dentes ou de abrasão com ácido. O desempenho de ligação adesiva de 1P-SEA se sustenta mesmo após um estresse térmico excessivo (ciclos térmicos 1800X ou 5000X, 55/5- °C) ou 4
25 semanas/50°C de envelhecimento térmico, indicando uma boa durabilidade da ligação adesiva e estabilidade da vida útil na prateleira dos materiais. Em comparação com os produtos de adesivo de auto-abrasão comerciais correntes, 1P-SEA mostra um desempenho de ligação adesiva menor ou equivalente, com uma melhor estabilidade de armazenamento e vida útil na

prateleira mais longa. O 1P-SEA mostra um melhorado desempenho de ligação adesiva com relação aos produtos da técnica anterior, com um desempenho de ligação adesiva a longo prazo inicial elevado e prolongado (resistência da ligação adesiva no esmalte de, pelo menos, mais do que 20 MPa e resistência da ligação adesiva na dentina de, pelo menos, mais do que 15-20 MPa] e uma boa durabilidade da ligação adesiva. Diferente dos produtos adesivos de auto-abrasão da técnica anterior, em que os ingredientes ativos da composição precisam ser divididos em duas ou mais partes em diferentes embalagens para evitar a degradação ou polimerização da composição, o 1P-SEA supera o aspecto de estabilidade de armazenamento de uma embalagem ao escolher os ingredientes ótimos de monômeros ácidos de resistência ácida apropriados, fotoiniciador de VLC eficaz e estável, em solução aquosa ácida, monômero hidrofílico bifuncional A, com maior reticulação e uma menor tendência à hidrólise, e uma quantidade mínima de água incorporada em um solvente orgânico aprótico polar miscível em água. Opcionalmente, cargas de micro- ou nano-tamanho e agente de liberação de fluoreto também podem ser adicionados para melhorar o desempenho do produto e prover um aspecto de liberação de fluoreto. Quando usado com um componente ativador de auto-cura separado, a aplicação de 1P-SEA pode ser expandida para ligar, de modo adesivo, restaurações indiretas cimentadas (de tipo sem cobertura de cúspide/ de tipo com cobertura de cúspide(s)/ jaquetas / coroas/ pontes, pré-fabricados a partir de metal/porcelana/ compósitas) com o substrato do dente humano (esmalte e dentina) sem etapa de pré-tratamento de preparo ou abrasão com ácido separada.

Tanto os materiais 2P-SEA como 1P-SEA podem obter um bom desempenho de adesão com uma simples aplicação de um revestimento, sem a necessidade de usar gel para dentes de ácido fosfórico em suas indicações específicas como a seguir.

Para adesivo de auto-abrasão de cura dupla, de dois

componentes (2P-SEA), é indicado ligar de modo adesivo tanto as restaurações diretas de compósito/ compômero de cura em luz visível (VLC), como as restaurações indiretas cimentadas (de tipo sem cobertura de cúspide/ de tipo com cobertura de cúspide(s)/ jaquetas / coroas/ pontes, pré-fabricados a partir de metal/porcelana/ compósitas) com o substrato do dente humano (esmalte e dentina) sem a necessidade de uma etapa de ligação adesiva dos dentes com pré-tratamento de preparo ou abrasão com ácido separada. Se usado para restaurações diretas ou indiretas de ligação adesiva, o procedimento de aplicação de 2P-SEA permanece igual, isto é, [parte A/B relação de mistura = 2/1 por peso/peso ou volume/volume, 1 camada /20 segundos úmido, secar ao ar, LC 10 ou 20 segundos]. Além disso, o 2P-SEA também pode ser usado para reparos com adesivos das restaurações dos dentes (compósito/ porcelana/ amalgama). Pode ser usado como um dessensibilizador ou base de polimento para cavidades.

Para o adesivo de auto-abrasão de cura em luz visível, de um componente (1P-SEA), é indicado ligar, de modo adesivo, as restaurações diretas de compósito VLC/ compômero no substrato do dente humano (esmalte e dentina) sem a necessidade de uma etapa de ligação adesiva nos dentes com um pré-tratamento de abrasão com ácido ou com preparo separado. Quando usado como um componente ativador de auto-cura separado, o 1P-SEA também pode ligar, de modo adesivo, restaurações indiretas cimentadas (de tipo sem cobertura de cúspide/ de tipo com cobertura de cúspide(s)/ jaquetas / coroas/ pontes, pré-fabricados a partir de metal/porcelana/ compósitas) ao substrato dos dentes humanos (esmalte e dentina) sem uma etapa de pré-tratamento de abrasão com ácido ou com preparo separado. 1P-SEA também pode ser usado como um dessensibilizador ou polimento nas cavidades.

Os protótipos desenvolvidos de adesivo de auto-abrasão tanto de dois componentes como de um componente (2P-SEA e 1P-SEA)

representam uma melhora aos produtos adesivos de auto-abrasão comerciais existentes. Os novos materiais adesivos de auto-abrasão obtêm um bom desempenho de adesão com uma simples aplicação de uma camada, sem a necessidade de uma etapa separada de ligação adesiva dos dentes com pré-
5 tratamento de abrasão com ácido ou de preparo.

A melhora das propriedades resulta da composição singular de 2P-SEA que compreende uma mistura otimizada de promotores ácidos de adesão com grupos funcionais de ácido fosfórico e/ou ácido carboxílico (por exemplo PENTA e OEMA), vários monômeros de (met) acrilatos hidrofílicos e hidrofóbicos, agente de cura (L-TPO mais CQ/EDAB (ou CQ/ DMABN ou
10 outros foto-co-iniciadores) e aditivos de promoção da cura, os sais de sulfonato (NaTs), água e solventes polares voláteis (acetona, ou álcool). Diferente dos adesivos de auto-abrasão anteriores comercializados, a cura dupla 2P-SEA pode ser usada para ligar, de modo adesivo, as restaurações
15 diretas de tipo compósito VLC e restaurações indiretas cimentadas (de tipo sem cobertura de cúspide/ de tipo com cobertura de cúspide(s)/ jaquetas / coroas/ pontes, pré-fabricados a partir de metal/porcelana/ compósitas) ao substrato dos dentes humanos (esmalte e dentina) sem a necessidade de uma etapa de ligação adesiva dos dentes com pré-tratamento de preparo separado
20 ou abrasão com ácido. O procedimento de aplicação de 2P-SEA permanece igual, isto é, [parte A/B relação de mistura = 2/1 por peso/peso ou volume/volume, 1 camada /20 segundos úmido, secar ao ar, LC], seja para restaurações diretas ou indiretas com ligação adesiva. O 2P-SEA também mostrou um melhorado desempenho da ligação adesiva com relação aos
25 produtos da técnica anterior, com uma resistência da ligação adesiva no esmalte de, pelo menos, mais do que 20 MPa e uma resistência da ligação adesiva na dentina de, pelo menos, mais do que 18 (15-20) MPa. O desempenho da ligação adesiva foi sustentado mesmo após um estresse térmico excessivo (ciclos térmicos de 1800 ou 5000X, 55/5 - °C) ou até 12

semanas/ 50°C envelhecimento térmico, indicando uma boa durabilidade de ligação adesiva e uma estabilidade da vida útil na prateleira dos materiais. Em comparação com produtos adesivos de auto-abrasão comerciais correntes, 2P-SEA também mostra um desempenho de ligação
 5 adesiva melhor ou equivalente, com uma maior versatilidade em aplicações (ver a seção de Comparação com competição, anexa).

Um primeiro SEA de cura dupla LC/SC de dois componentes tem as seguintes características:

10 Ligação adesiva de restaurações tanto direta como indireta com a mesma técnica de aplicação simples;

Sistema simples (2 frascos ou dose unitária única embalada, sem enxágüe, sem aspectos de secar e molhar, sem mais sensibilidade);

Fácil de usar (uma técnica de aplicação de uma camada/1 etapa);

15 Desempenho de ligação adesiva elevado e durável (estável);

Versatilidade (sistema adesivo em dois frascos para aplicações de ligação adesiva de restaurações tanto diretas como indiretas); e

Vida útil na prateleira de acima de 2 anos (sem refrigeração necessária).

20 1P-SEA é um adesivo de auto-abrasão curado em luz contido em uma única embalagem (frasco ou dose unitária única) antes de aplicação sobre as superfícies da cavidade dos dentes para ligar, de modo adesivo, as restaurações diretas de tipo compósito de cura em luz. Diferente dos produtos adesivos de auto-abrasão da técnica anterior, nos quais os ingredientes ativos
 25 da composição precisam ser divididos em duas ou mais partes em diferentes embalagens para evitar a degradação da composição ou a polimerização, o 1P-SEA supera o aspecto da estabilidade de armazenamento de uma embalagem ao escolher os ingredientes ótimos requeridos para um bom desempenho da adesão de auto-abrasão sem apresentar os problemas de

estabilidade à hidrólise comumente vistos em outros adesivos de auto-abrasão. A propriedade de adesão melhorada e os aspectos/ benefícios oferecidos por 1P-SEA são tornados possíveis por uma combinação ótima das composições de 1P-SEA, preferivelmente compostos de monômeros de adesão de resistência ácida apropriada (PENTA, 4-META e outros monômeros ácidos, fotoiniciador de VLC eficaz e estável na solução aquosa ácida, um monômero hidrofílico bifuncional com maior reticulação e menor tendência a hidrólise, e uma quantidade mínima de água incorporada em um solvente orgânico aprótico polar miscível em água. Opcionalmente, cargas de micro- ou nano-tamanho e agente de liberação de fluoreto também podem ser adicionadas para melhorar o desempenho do produto e prover um aspecto de liberação de fluoreto. Quando usado com um componente ativador de auto-cura separado, a aplicação de 1P-SEA pode ser expandida para ligar, de modo adesivo, restaurações indiretas cimentadas (de tipo sem cobertura de cúspide/ de tipo com cobertura de cúspide(s)/ jaquetas / coroas/ pontes, pré-fabricados a partir de metal/porcelana/ compósitas) no substrato do dente humano (esmalte e dentina) sem a etapa de pré-tratamento de preparo separado ou de abrasão com ácido. O 1P-SEA mostra um melhorado desempenho de ligação adesiva com relação aos produtos da técnica anterior , com um desempenho de ligação adesiva a longo prazo inicial e prolongado (resistência da ligação adesiva no esmalte de, pelo menos, mais do que 20 MPa e uma resistência da ligação adesiva na dentina de, pelo menos, mais do que 15-20 MPa e uma durabilidade da ligação adesiva boa. Os novos materiais 1P-SEA obtém um bom desempenho adesivo com uma técnica de aplicação de uma etapa “uma camada” simples, sem a etapa de abrasão com ácido ou preparo separado nos dentes. O desempenho da ligação adesiva de 1P-SEA foi sustentado mesmo após um estresse térmico excessivo (ciclos térmicos de 1800 ou 5000X, 55/5 - °C) ou 4 semanas/ 50°C de envelhecimento térmico, indicando uma boa durabilidade de ligação adesiva e uma estabilidade da vida útil na prateleira

dos materiais. Em comparação com produtos adesivos de auto-abrasão comerciais correntes, 1P-SEA mostra um desempenho de ligação adesiva melhor ou equivalente, com uma melhor estabilidade no armazenamento e uma vida útil na prateleira mais longa (ver a seção Comparação com
5 competição anexa).

Um SEA de um componente VERDADEIRO tem as seguintes características:

10 Simples (1 frasco ou dose unitária única embalada, sem mistura / sem enxágüe/ sem problemas de secar e umedecer, sem sensibilidade);

Rápido e fácil (uma camada/1 etapa em 40 segundos);

Desempenho de ligação adesiva elevado e durável (estável);

2 anos de vida útil na prateleira;

Liberção de fluoreto; e

15 Versatilidade (expansível a aplicações indiretas com componente ativador de auto-cura).

Experiências gerais

20 As composições de acordo com a presente invenção contém, de modo variado, os seguintes componentes que são listados com suas funções apropriadas.

PENTA: monômero ácido, promotor de adesão

OEMA: monômero ácido, promotor de adesão

(4-META: monômero ácido, promotor de adesão);

25 AHPMA: monômero hidrofílico difuncional, agente umectante;

HEMA: monômero hidrofílico monofuncional, agente umectante;

TEGMA: diluente reativo;

UDMA: resina estrutural;

TMPTMA: reticulador;

Fotoiniciadores e estabilizadores;

Aditivos de cura: sais sulfinato NaTs;

Acetona (ou álcool): solvente, veículo de resina, e,

5 Água : meio ionizante para ácido protônico, meio solubilizante para sais cálcio, essencial para a abrasão do esmalte eficaz.

Deseja-se ter as seguintes características:

Quantidade mínima de água incorporada;

10 solvente orgânico aprótico polar miscível em água, por exemplo acetona, como solvente para minimizar a hidrólise e solvólise;

L-TPO como fotoiniciador de VLC: eficaz e estável em solução aquosa ácida. L-TPO mais CQ/DMABN ou CQ/EDAB podem ser curados de modo eficaz por tanto unidades de cura de QTH ou LED de halogênio dentais típicas;

15 Para 1P-SEA; um monômero hidrofílico bifuncional incluía: maior reticulação, menos susceptível a hidrólise e menor contribuição a um meio favorável para hidrólise; e

20 Para 1P-SEA, resistência ácida apropriada de monômeros ácidos foi identificada, mas forte o suficiente para provocar abrasão de tanto a dentina como o esmalte, mas com uma estabilidade hidrolítica adequada.

25 Várias séries de SEA de duas partes cura dupla LC/SC com um bom desempenho de ligação adesiva foram identificadas, com a composição 2P-SEA preferida e formulações (LCH57-78-2/LCH56-140) listadas no anexo. O 2P-SEA de cura dupla pode ser usado para ligar, de modo adesivo, tanto restaurações diretas de tipo compósito VLC E restaurações indiretas cimentadas a substrato de dentes humanos (esmalte e dentina) sem a necessidade de uma etapa de ligação adesiva nos dentes de pré-tratamento de abrasão com ácido ou preparo separado.

O 2P-SEA também mostrou um melhorado desempenho de

ligação adesiva com relação aos produtos da técnica anterior, com a resistência da ligação adesiva no esmalte de, pelo menos, mais do que 20 MPa e resistência da ligação adesiva na dentina de, pelo menos, mais do que 18 (15-20) MPa. O desempenho de ligação adesiva prolongado mesmo após um estresse térmico excessivo (ciclos térmicos de 1800 ou 5000X, 55/5 - °C) ou até 12 semanas/ 50°C de envelhecimento térmico, indicando uma boa durabilidade da ligação adesiva e estabilidade da vida útil na prateleira dos materiais.

Foram identificados dois SEAs de uma parte inventivos muito promissores. Uma forma de realização da invenção de 1P-SEA contém PENTA como o monômero ácido e outra tem PENTA/4-META como os monômeros ácidos.

L-TPO como o fotoiniciador de VLC: eficaz e estável em solução aquosa ácida. L-TPO mais combinação de fotoiniciador CQ/DMABN ou CQ/EDAB é estável em meio ácido, e pode ser curado eficazmente por unidades de cura de QTH ou LED de halogênio dental típicas.

Eles demonstraram uma excelente resistência da ligação adesiva de linha base tanto em dentina como em esmalte. No armazenamento a 50°C/ 3 semanas, eles ainda tinham uma resistência da ligação adesiva aceitável tanto na dentina como no esmalte (SBS da dentina maior do que 15 MPa e SBS no esmalte maior do que 20 MPa).

As amostras de BS aplicadas com o novo SEA da invenção foram termocicladas a 55 – 5°C durante 1800 ciclos ou 5000 X. Não foi observada uma mudança significativa tanto na resistência da ligação adesiva na dentina como no esmalte.

Preparação de amostras e teste para medir a resistência da ligação adesiva ao cisalhamento de restaurações compósitas ou restaurações indiretas cimentadas (incrustações/obturações/coroas/ pontes) para substratos de dentes humanos (dentina ou esmalte) usando SEA (2P-SEA

ou 1P-SEA).

Os molares humanos extraídos foram imersos em água e armazenados em um refrigerador a 4°C antes do uso. A dentina ou esmalte foi tratado com areia usando um papel abrasivo de granulação 320 úmido e então
 5 granulação 600. Um adesivo dental foi aplicado à superfície da dentina ou esmalte e esfregado com uma micro-escova durante 20 segundos. A superfície foi soprada até ficar seca 10 segundos com uma corrente de ar e curada em luz 10 segundos usando Spectrum 800 a 550 mw/cm². As cápsulas de gelatina (# 5) foram meio-cheias com compósito TPH e curadas em um forno de cura
 10 VL. As cápsulas foram cheias com TPH e posicionadas sobre a dentina revestida. O sinal luminoso foi suavemente removido usando um explorador dental e o compósito foi curado em luz 3 x 20 segundos seqüencialmente em torno da circunferência do cilindro com Spectrum 800 a 550 mw/cm².

Para uma resistência da ligação adesiva da cimentação indireta, as cápsulas ou matriz de plástico foram cheias com os cimentos de resina compósito (por exemplo cimento de resina Calibra por Dentsply) e
 15 posicionadas sobre a superfície da dentina ou esmalte revestida. O sinal luminoso foi suavemente removido usando um explorador dental e o pilar restaurador foi curado em luz 3 x 20 segundos seqüencialmente em torno da circunferência do cilindro com Spectrum 800 a 550 mw/cm² ou deixada auto-cura para o cimento da resina.
 20

As amostras foram fixadas na resina da bandeja e os pilares foram deixados na perpendicular à superfície de ligação adesiva. A resistência da ligação adesiva ao cisalhamento foi obtida no modo de cisalhamento compressivo com um aparelho Instron a uma velocidade do cabeçote de 5
 25 mm/min). O procedimento similar foi seguido para testar a resistência da ligação adesiva ao cisalhamento do esmalte exceto que canudos de plástico com diâmetro menor foram usados em vez de cápsulas de gelatina.

EXEMPLOS

Exemplo 1 : 2P-SEA

Um 2P-SEA compreende um líquido A e líquido B. O líquido A é composto de 20,0 partes em peso de éster de ácido fosfórico de pentaacrilato de dipentaeritritol (PENTA), 15,0 partes em peso de resina
 5 OEMA, 5 partes em peso de metacrilato de hidroxietila (HEMA), 10,0 partes em peso de dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), 10,0 partes em peso de 1,6-bis[metacriloiloxietoxi carbonilamino]-2,4,4-trimetil hexano (UDMA), 2,0 partes em peso de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMPTMA), 2,0 partes em peso de (2,4,6-trimetilbenzoil) fosfina óxido de difenila (L-TPO),
 10 0,30 partes em peso de canforquinona (CQ), e 1,0 partes de EDAB (ou 1,0 partes de 4-dimetilaminobenzonitrila (DMABN), 0,40 parte em peso de hidroxitolueno butilado (BHT), 44,3 partes em peso de solvente acetona (ou etanol, ou 2-metil-2-propanol, ou metanol). O líquido B é composto de 2,0 partes em peso de sulfinato aromático de sódio (NaTs), 19,9 partes em peso
 15 de etanol e 78,1 partes em peso de água deionizada. A resistência da ligação adesiva do compósito de 24 horas à dentina e esmalte foi medida 17,9 (1,6) MPa e 30,0 (5,6) MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada. A resistência da ligação adesiva do cimento de resina compósito (Calibra) de 24 horas à dentina e esmalte foi medida como 19,6 (5,8) MPa e 23,3 (6,6) MPa,
 20 respectivamente, sem etapa de abrasão separada. A resistência da ligação adesiva na dentina e esmalte do compósito submetido a ciclo térmico (1800 ciclos, entre 55/5°C) foi medida 16,5 (2,8) MPa e 35,6 (3,3) MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada.

Exemplo 2 2P-SEA: LCH68-199-2 E LCH68-120-2

25 Um 2P-SEA compreende líquido A e líquido B. O líquido A é composto de 35,0 partes em peso de éster de ácido fosfórico de pentaacrilato de dipentaeritritol (PENTA), 10,0 partes em peso de resina OEMA, 10,0 partes em peso de metacrilato de hidroxietila (HEMA), 10,0 partes em peso de dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), 10,0 partes em peso de 1,6-

bis[metacrilóiloxietoxi carbonilamino]-2,4,4- trimetil hexano (UDMA), 2,0 partes em peso de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMPTMA), 2,0 partes em peso de (2,4,6-trimetilbenzoil) fosfina óxido de difenila (L-TPO), 0,30 partes em peso de canforquinona (CQ), e 1,0 partes de EDAB, 0,40 parte em peso de hidroxitolueno butilado (BHT), 29,3 partes em peso de 2-metil-2-propanol. O líquido B é composto de 2,0 partes em peso de sulfonato aromático de sódio (NaTs), 49,9 partes em peso de etanol e 48,1 partes em peso de água deionizada. A resistência da ligação adesiva do compósito de 24 horas à dentina e esmalte foi medida como 19,5 (1,3) MPa e 25,3 (4,7) MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada. A resistência da ligação adesiva do cimento de resina compósito (Calibra) de 24 horas à dentina e esmalte foi medida como 15,5 (1,7) MPa e 27,2 (2,0) MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada.

Adesão direta e indireta de materiais 2P-SEA envelhecidos em temperatura ambiente a longo prazo (18 meses)

O estudo de SBS com adesão para envelhecimento em temperatura ambiente durante 1,5 anos (18 meses) acima de materiais adesivos de cura dupla 2P-SEA (lote 33801 & lote 33201) mostrou uma SBS em esmalte compósito direto de 27,0 MPa (100% de falha coesiva) e SBS em dentina de 18,0 MPa (100% de falha coesiva), enquanto uma SBS em esmalte com cimentação indireta de 24,5 MPa (100% falha coesiva) e SBS em dentina de 14,4 MPa (60% de falha coesiva) foram também obtidas para os mesmos materiais 2P-SEA usando a mesma técnica para aplicações direta e indireta. Estes resultados demonstraram que o material 2P-SEA tinha resultados muito bons de estabilidade e adesão, com uma vida útil na prateleira de, pelo menos, 1,5 anos (18 meses) em temperatura ambiente.

Exemplo 3 2P-SEA

Um 2P-SEA compreende líquido A e líquido B. O líquido A é composto de 20,0 partes em peso de éster de ácido fosfórico de pentaacrilato

de dipentaeritritol (PENTA), 15,0 partes em peso de resina OEMA, 10,0 partes em peso de dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA), 5,0 partes em peso de 1,6-bis[metacriloiloxietoxi carbonilamino]-2,4,4- trimetil hexano (UDMA), 2,0 partes em peso de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMPTMA), 2,0 partes em peso de (2,4,6-trimetilbenzoil) fosfina óxido de difenila (L-TPO), 0,30 partes em peso de canforquinona (CQ), e 1,0 partes de EDAB, 0,40 parte em peso de hidroxitolueno butilado (BHT), 0,2% de hidrofluoreto de cetilamina (CAF) e 1% de sílica defumada silanada (Aerosil 380), 42,0 partes em peso de 2-metil-2-propanol (ou etanol ou acetona). O líquido B é composto de 2,0 partes em peso de sulfinato aromático de sódio (NaTs), 19,9 partes em peso de etanol e 78,1 partes em peso de água deionizada. A resistência da ligação adesiva do compósito de 24 horas à dentina e esmalte foi medida como 21,8 (2,2) MPa e 25,0 (3,1) MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada. A resistência da ligação adesiva do cimento de resina compósito (Calibra) de 24 horas à dentina e esmalte foi medida como 13,1 (2,5) MPa e 22,6 (3,9) MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada.

Exemplo 4 2P-SEA: SCA LCH68-120-2 aquoso

Um ativador de auto-cura aquoso (SCA) como líquido B 2P-SEA foi preparado de acordo com os seguintes procedimentos. O líquido B é composto de 2,0 partes em peso de sulfinato aromático de sódio (NaTs), 49,9 partes em peso de etanol, e 48,1 partes em peso de água deionizada. O líquido B 2P-SEA acima pode ser usado com qualquer líquido A 2P-SEA como descrito ou usado com outros adesivos dentais de um componente nas aplicações de ligação adesiva de cimentação indireta ou compósito direto pretendido.

Exemplo 1 1P-SEA

Uma mistura compreendendo 3,3 partes em peso de anidrido 4-metacriloxietiltrimelítico (4-META), 13,3 partes em peso de éster de ácido

fosfórico de pentaacrilato de dipentaeritritol (PENTA), 6,7 partes em peso de metacrilato de 3-(acrilóilóxi)-2-hidroxipropila (AHPMA), 3,3 partes em peso de dimetacrilato de trietileno glicol (TEGMA), 10,9 partes em peso de 1,6-bis[metacrilóilóxi etoxi carbonilamino]-2,4,4- trimetil hexano (UDMA), 1,7 partes em peso de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMPTMA), 1,7 partes em peso de (2,4,6-trimetilbenzoil) fosfina óxido de difenila, 0,13 partes em peso de hidroxitolueno butilado, 42,3 partes em peso de acetona e 16,7 partes em peso de água deionizada foi preparada. A resistência da ligação adesiva de dentina e esmalte foi medida 22,4 MPa e 33,8 MPa, respectivamente. A resistência da ligação adesiva do compósito submetido a ciclos térmicos (1800 ciclos, entre 55/5°C) à dentina e esmalte foi medida 25,5 MPa e 25,9 MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada. A resistência da ligação adesiva do compósito mais submetido a excessivos ciclos térmicos (5000 X) em dentina e esmalte foi medida como 25,0 MPa e 28,3 MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada. A resistência da ligação adesiva de esmalte e dentina de ciclos térmicos prolongados indicou uma boa durabilidade da ligação adesiva e um desempenho de ligação adesiva a longo prazo potencial bom em uma experiência clínica.

Exemplo 2 1P-SEA

Uma mistura compreendendo 25,0 partes em peso de éster de ácido fosfórico de pentaacrilato de dipentaeritritol (PENTA), 7,9 partes em peso de metacrilato de 3-(acrilóilóxi)-2- hidroxipropila (AHPMA), 5,5 partes em peso de metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA), 10,9 partes em peso de 1,6-bis[metacrilóilóxi etoxi carbonilamino]-2,4,4- trimetil hexano (UDMA), 1,7 partes em peso de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMPTMA), 1,7 partes em peso de (2,4,6-trimetilbenzoil) fosfina óxido de difenila, 0,13 partes em peso de hidroxitolueno butilado, 42,3 partes em peso de acetona e 16,7 partes em peso de água deionizada foi preparada. A resistência da ligação

adesiva de dentina e esmalte foi medida 21,4 MPa e 26,3 MPa, respectivamente. A resistência da ligação adesiva de compósito submetido a ciclos térmicos (1800 ciclos, entre 55/ 5°C) a dentina e esmalte foi medida 21,1 MPa e 28,3 MPa, respectivamente, sem uma etapa de abrasão separada.

5 Exemplo 3 – 1P-SEA

Teste de estabilidade ao armazenamento acelerado a 50°C de duas formulações representativas

Tabela 1 – Formulações de SEA e resistência da ligação adesiva

Formulação		HL2-5	HL2-7
componente		% em peso	% em peso
PENTA		25,0	20,0
4-META		0	3,3
AHPMA		7,9	0
HEMA		0	3,3
UDMA		3,5	9,9
TMPTMA		1,7	1,7
L-TPO		1,7	1,7
BHT		0,13	0,13
acetona		41,7	43,3
água		18,3	16,7
SOMA		100	100
SBS em dentina (MPa)			
desvio padrão médio	0 semana 50°C	21,4 (3,9)	22,4 (5,2)
	2 sem. 50°C	17,8 (5,8)	14,2 (4,2)
	3 sem. 50°C	17,6 (6,4)	21,8 (0,7)
	4 sem. 50°C	8,2 (2,2)	14,8 (2,1)
SBS em esmalte (MPa)			
desvio padrão médio	0 semana 50°C	26,3 (4,6)	33,8 (3,1)
	2 sem. 50°C	30,6 (11,1)	19,7 (3,1)
	3 sem. 50°C	29,4 (12,0)	24,2 (9,0)
	4 sem. 50°C	14,4 (4,1)	12,8 (7,8)

Exemplo 4 1P-SEA

10 Teste de estabilidade em armazenamento acelerado a 50°C em formulações com PENTA/ BMAP

A formulação HL1-72-4 consistia de 3,3% em peso BMAP, 20% em peso AHPMA, 3,8% em peso HEMA, 3,8% em peso TEGDMA, 10,8% em peso, UDMA, 1,7% em peso TMPTMA, 4,2% em peso PENTA, 15 1,7% em peso L-TPO, 0,27% em peso CQ, 0,33% em peso BHT, 33,3% em

peso acetona e 16,7% em peso água.

Formulação HL1-72-5 consistia de 6,7% em peso BMA, 16,7% em peso AHPMA, 3,8% em peso HEMA, 3,8% em peso TEGDMA, 10,8% em peso UDMA, 1,7% em peso TMPTMA, 4,2% em peso PENTA, 1,7% em peso L-TPO, 0,27% em peso CQ, 0,33% em peso BHT, 33,3% em peso acetona e 16,76% em peso água.

O teste de estabilidade ao armazenamento acelerado em duas formulações à base de PENTA/ BMAP foi conduzido. As amostras HL1-72-4 e HL1-72-5 em frascos de plástico preto foram colocadas em um forno a 50°C durante três semanas. A aparência e o pH foram verificados após uma, duas e três semanas. As soluções permaneceram límpidas, incolores e homogêneas. O pH não pareceu mudar. Ambas as amostras tinha uma boa cura sob irradiação de Spectrum 800 a 550 mw/ cm² durante 20 segundos. Após uma semana, a resistência da ligação adesiva na dentina de HL1-72-4 foi reduzida a 9,7 (2,9) MPa, após duas semanas, ela foi de 5,6 (3,5) MPa. Após três semanas, a resistência da ligação adesiva na dentina de HL1-72-4 e HL1-72-5 foi de 5,7 (1,3) MPa e 2,3 (2,4) MPa, respectivamente; a resistência da ligação adesiva ao cisalhamento em esmalte de HL1-72-4 foi de 2,2 (1,0) enquanto os pilares caíram durante o armazenamento para o teste de SBS de esmalte HL1-72-5. Mesmo quando o esmalte sofreu abrasão com gel condicionador dos dentes a 34% com calafeto, a resistência da ligação adesiva de HL1-72-4 armazenado a 50°C durante três semanas foi de somente 4,8 (0,7) MPa. Isto sugere que uma hidrólise desastrosa de resinas na formulação tinha ocorrido e a resistência mecânica reduzida de resinas curadas leva a uma resistência da ligação adesiva diminuída.

Tabela 2 – Teste de estabilidade ao armazenamento acelerado a 50°C em formulações aquosas de um componente à base de PENTA/ BMAP

Id. Amostra	resistência ligação adesiva com cisal.	0 sem. 50°C	1 sem. 50°C	2 sem. 50°C	3 sem. 50°C
HL1-72-4	dentina	10,9 (4,7)	9,7 (2,9)	5,6 (3,5)	5,7 (1,3)
	esmalte	33,4 (2,0)			2,2 (1,0)
HL1-72-5	dentina	10,9 (6,3)			2,3 (2,4)

	esmalte	27,4 (4,7)			pilar caiu.
--	---------	------------	--	--	-------------

Exemplo 5 1P-SEA

Tabela 3 – Formulação SEA HL1-126-1 (PENTA/ GDMAM como monômeros ácidos, acetona/ água como solvente)

Formulação		HL1-126-1
Componente		% em peso
Dimetacrilato/maleato de glicerol (GDMAM)		3,3
AHPMA		13,3
HEMA		10,5
TEGDMA		3,9
UDMA		11,3
TMPTMA		1,7
PENTA		4,2
L-TPO		1,7
BHT		0,13
Acetona		33,3
água		16,7
SOMA		100
SBS da dentina (MPa)	0 sem. 50°C	19,4 (3,1)
	2 sem. 50°C	13,1 (4,2)
SBS no esmalte (MPa)	0 sem. 50°C	24,9 (13,4)
	2 sem. 50°C	16,8 (5,4)

Exemplo 6 – 1P-SEA

5 **Tabela 4. Formulações com EGMP com monômero ácido e água/ etanol como solvente**

Formulação	HL1-25	HL1-27	HL1-28	HL1-30	HL1-33	HL1-39
Componente	% em peso	% em peso	% em peso	% em peso	% em peso	% em peso
EGMP	20	20	20	20	20	12
BMAP	0	0	0	0	0	8
HEMA	10	14,6	12,6	16,6	10	12,6
AHPMA	0	0	0	0	7,6	0
TEGDMA	10	10	10	10	10	10
UDMA	5	5	10	10	5	5
TMPTMA	2	2	2	2	2	2
PENTA	0	5	0	0	0	5
L-TPO	2	2	4	0	4	5
CQ	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0
EDAB	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0
BHT	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Etanol	20	20	20	20	20	20
Água	30	20	20	20	20	20
SOMA	100	100	100	100	100	100
SBS dentina (MPa)	4,9 (2,1)	4,2 (1,1)	6,3 (1,4)	Sem cura	5,0 (1,0)	5,0(1,6)

Tabela 5 - Formulações com EGMP com monômero ácido e água/ acetona como solvente

Formulação	HL1-38	HL1-47
Componente	% em peso	% em peso
EGMP	20	25
HEMA	12,6	15,8
TEGDMA	10	15,9
UDMA	5	6,3
TMPTMA	2	2,5
PENTA	5	6,3
L-TPO	5	2,5
CQ	0	0,4
BHT	0,4	0,5
Acetona	20	25
Água	20	0
SOMA	100	100
SBS dentina (MPa)	5,6(1,7)	4,9 (0,8)

Exemplo 7 – 1P-SEA

Hidrofluoreto de cetilamina a 0,3% (CAF) e 2% Aerosil R974 foram adicionados a HL1-203 e HL2-40 para SEA uma parte para obturação e liberação de fluoreto. Os SBS da dentina e esmalte de linha base e amostras envelhecidas a 50°C são resumidos na tabela 6. Como as formulações de base, HL2-87-1 e HL2-87-2 envelhecidos a 50°C, 3 semanas, ainda tem, ambos, boa resistência da ligação adesiva em dentina e esmalte. Deve-se notar que HL2-87-1 e HL2-87-2 envelhecidos a 50°C durante 4 semanas, tinham SBS da dentina de 18,7 MPa e SBS do esmalte de 16,7 MPa, respectivamente, significativamente maior do que suas formulações de base correspondentes. Sua resistência da ligação adesiva do esmalte, no entanto, não foi assim diferente de suas formulações de base.

Tabela 6 – Resistência à ligação adesiva e estabilidade ao armazenamento de SEA uma parte com CAF e Aerosil R974

Id. amostra		HL2-87-1	HL2-87-2
Composição amostra		HL2-40 + 0,3% CAF+2% Aerosil 974	HL1-203+0,3% CAF+ 2% Aerosil 974
SBS dentina humana (MPa): (SD) médio	Arm. temp. amb.	19,8 (5,5)	13,6 (5,7)
	3 sem. 50°C	22,0 (3,5)	21,8 (4,7)
	4 sem. 50°C	18,7 (5,1)	16,7 (9,4)
	Arm. temp. amb.	29,2 (5,1)	27,8 (15,4)
	3 sem. 50°C	21,0 (6,3)	21,0 (11,2)
	4 sem. 50°C	10,2 (6,4)	9,4 (3,2)

Exemplo 8 1P- SEA

CAF 0,3% e “Nanofiller” de propriedade de Dentsply a 2% foram adicionados a HL1-203 e HL2-40 para SEA uma parte para obturação e liberação de fluoreto. A resistência da ligação adesiva e estabilidade ao armazenamento a 50°C foram resumidos na tabela 7. Parece que HL1-230 não é muito compatível com “Nanofiller”. De alguma forma, HL2-107-1, a versão obturada de HL1-203 não mostra uma resistência da ligação adesiva no esmalte boa. HL2-107-2, a versão obturada de HL2-40, tinha uma boa resistência da ligação adesiva na dentina e esmalte para as amostras armazenadas a 50°C até três semanas, 16,4 MPa em dentina e 24,7 MPa em esmalte. De modo mais interessante, após armazenamento a 50°C durante 4 semanas, sua SBS na dentina e esmalte são de 16,8 MPa e 18,3 MPa, respectivamente, significativamente maior do que sua contra-parte não obturada.

Tabela 7 - Resistência à ligação adesiva de SEA uma parte obturado com CAF e Nanofiller

Id. amostra		HL2-107	HL2-107-2
Composição amostra		HL1-203 + 0,3% CAF+2% Nanofiller	HL2-40+0,3% CAF + 2% Nanofiller
SBS dentina humana (MPa): (SD) médio	armazenado à temp. ambiente	17,2 (4,4)	24,5 (4,5)
	3 sem. 50°C	17,3 (7,9)	16,6 (4,5)
	4 sem. 50°C		16,8 (8,5)
SBS esmalte humano (MPa): (SD) médio	armazenado à temp. ambiente	14,1 (0,4)	35,7 (6,0)
	3 sem. 50°C	16,6 (8,3)	24,7 (4,7)
	4 sem. 50°C		18,3 (5,6)

Exemplo 9 1P-SEA

Uma mistura compreendendo 20,0 partes em peso de éster de ácido fosfórico de pentaacrilato de dipentaeritritol (PENTA), 6,9 partes em peso de metacrilato de 3-(acrilóilóxi)-2-hidroxipropila (AHPMA), 5,0 partes em peso de metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA),

8,0 partes em peso de 1,6-bis[metacriloiloxietoxi carbonilamino]-2,4,4-trimetil hexano (UDMA), 2,0 partes em peso de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMPTMA), 1,7 partes em peso de (2,4,6-trimetilbenzoil) fosfina óxido de difenila, 0,30 partes em peso de Canforquinona (CQ), e 1,0 partes de 4-dimetilamino benzonitrila (DMABN) ou 1,0 parte de EDAB, 0,2 parte em peso de hidroxitolueno butilado, 0,2 parte de hidrofluoreto de cetilamina (CAF), 41,0 partes em peso de acetona e 13,7 partes em peso de água deionizada foi preparada. A resistência da ligação adesiva de compósito na dentina e esmalte foi medida a 22,5 MPa e 25,3 MPa, respectivamente. Quando 1P-SEA foi usado como componente ativador de auto-cura, a resistência da ligação adesiva de cimento de resina compósito de 24 horas (Calibra) na dentina e esmalte foi medida como 16,0 MPa e 22,0 MPa, respectivamente, sem etapa de abrasão separada.

15 **Exemplo 10 1P-SEA**

Como descrito nos exemplos da patente anteriores, as formulações de 1P-SEA podem usar uma combinação de iniciadores de L-TPO e CQ com diferentes co-iniciadores (diferentes aminas, como DMABN, EDAB ou DHEPT) para tornar o 1P-SEA compatível com as luzes de cura de QTH ou LED de halogênio dental. A tabela 8 compara a resistência da ligação adesiva de três 1P-SEA experimentais diferentes, diferindo somente em aminas aromáticas. DHEPT e EDAB são os dois co-iniciadores mais comumente usados para CQ. As formulações contendo ou DHEPT ou EDAB não levam a propriedades equilibradas aceitáveis. Somente a formulação incorporando DMABN demonstra o equilíbrio superior de resistência da ligação adesiva, estabilidade em armazenamento e compatibilidade com diferentes luzes de cura (luzes de cura LED e QTH dentais). DMABN é usado pela primeira vez em qualquer adesivo dental comercial.

Tabela 8 – Resistência à ligação adesiva ao cisalhamento de 1P-SEA contendo diferentes co-iniciadores

Id. amostra			1P-SEA contendo DMABN	1P-SEA contendo DHEPT	1P-SEA contendo EDAB
SBS dentina humana (MPa): (SD) médio	armazenado à temp. ambiente	luz QTH	23,2 (3,9)	NT	17,0 (7,5)
		luz LED	22,0 (4,)	NT	15,6 (5,7)
	3 sem. 50°C	luz QTH	15,3 (4,2)	NT	14,5 (6,9)
		luz LED	15,8 (6,1)	NT	16,8 (6,8)
SBS esmalte humano (MPa): (SD) médio	armazenado à temp. ambiente	luz QTH	26,4 (5,3)	13,5 (6,7)	32,7 (7,2)
		luz LED	32,0 (3,0)	NT	30,1 (7,3)
	3 sem. 50°C	luz QTH	26,7 (5,3)	NT	7,6 (2,0)
		luz LED	35,3 (7,9)	NT	24,8 (13,3)

REIVINDICAÇÕES

1. Adesivo dental, caracterizado pelo fato de compreender:

- (i) de 5 a 70% em peso de componentes ácidos polimerizáveis selecionados dentre o grupo consistindo de éster de ácido fosfórico de pentaacrilato de dipentaeritritol (PENTA), e 1,1'-(2-metacriloxi) dimetacrilato de ácido 1,1',6,6'- tetracarboxílico de éter 4,4'-oxidifenílico (OEMA);
- (ii) de 1 a 30% em peso de metacrilato hidrofílico;
- (iii) de 1 a 25% em peso de metacrilato de 3-(acriloilóxi)-2-hidroxipropila;
- (iv) de 1 a 35% em peso de metacrilato de uretano;
- (v) de 1 a 30% em peso de dimetacrilato de uretano;
- (vi) de 0,1 a 5% em peso de fotoiniciadores selecionados do grupo consistindo em combinação de óxido de difenil (2,4,6-trimetilbenzoi) fosfina, canforquinona/dimetilaminobenzonitrila e combinação de óxido de difenil (2,4,6-trimetilbenzoi) fosfina/canforquinona/4-etil dimetilaminobenzoato;
- (vii) de 0,1 a 5% em peso de aditivos de cura selecionados dentre o grupo consistindo em sais de sulfinato aromático;
- (viii) de 0,1 a 5% em peso de ingrediente liberando fluoreto selecionado dentre o grupo consistindo de hidrofluoreto de cetilamina (CAF);
- (ix) de 0,1 a 10% de partículas de carga selecionadas dentre o grupo consistindo de sílica defumada e nano-partículas funcionalizadas;
- (x) de 0,05 a 2% de estabilizador;
- (xi) de 1 a 40% água; e
- (xii) de 5 a 60% de solvente orgânico polar miscível em água, selecionado dentre o grupo consistindo de acetona e álcool.

2. Adesivo dental, caracterizado pelo fato de compreender:

- (i) de 5 a 50% em peso de componentes ácidos polimerizáveis selecionados dentre o grupo consistindo de éster de ácido fosfórico de

pentaacrilato de dipentaeritritol (PENTA) e anidrido 4-metacriloxietiltrimelítico (4-META);

(ii) de 1 a 20% em peso de metacrilato hidrofílico;

(iii) de 1 a 15% em peso de metacrilato de 3-(acrilóxi)-2-

5 hidroxipropila;

(iv) de 1 a 30% em peso de metacrilato de uretano;

(v) de 1 a 30% em peso de dimetacrilato de uretano;

(vi) de 0,1 a 5% em peso de fotoiniciadores selecionados
dentre o grupo consistindo em combinação de óxido de difenil (2,4,6-
10 trimetilbenzoil) fosfina, canforquinona/dimetilaminobenzonitrila e
combinação de óxido de difenil (2,4,6-trimetilbenzoil)
fosfina/canforquinona/4-etil dimetilaminobenzoato;

(vii) de 0,1 a 5% de aditivos de cura selecionados dentre o
grupo consistindo de sais de sulfinato aromático;

15 (viii) de 0,1 a 5% em peso de ingrediente liberando fluoreto
selecionado dentre o grupo consistindo de hidrofluoreto de cetilamina (CAF);

(ix) de 0,1 a 10% de partículas de carga selecionadas dentre o
grupo consistindo de sílica defumada e nano-partículas funcionalizadas;

(x) de 0,05 a 2% de estabilizador;

(xi) de 1 a 35% água; e

(xii) de 5 a 60% de solvente orgânico polar miscível em água,
20 selecionado dentre o grupo consistindo de acetona ou álcool.

3. Adesivo dental de acordo com a reivindicação 1 ou 2,
caracterizado pelo fato de que o metacrilato de uretano é 1,6-
bis[metacrilóxi carbonilamino]-2,4,4- trimetil hexano.

RESUMO

“ADESIVO DENTAL”

Adesivos dentais de auto-abrasão de duas partes e uma parte
contendo monômeros ácidos polimerizáveis. Os métodos incluem a aplicação
5 de uma camada sem a necessidade de abrasão dos dentes.