



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 324 995**

51 Int. Cl.:

A61K 6/00 (2006.01)

A61K 6/087 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA REVISADA

T4

96 Número de solicitud europea: **04763677 .4**

96 Fecha de presentación : **30.07.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1651165**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **03.05.2006**

54 Título: **Composición selladora de canal de raíz dental.**

30 Prioridad: **31.07.2003 EP 03017391**
10.03.2004 US 551348 P

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **21.08.2009**

45 Fecha de la publicación de la mención de la traducción revisada BOPI: **26.11.2009**

45 Fecha de publicación de la traducción revisada de patente europea: **26.11.2009**

73 Titular/es: **DENTSPLY DETREY GmbH**
Detrey Strasse 1
78467 Konstanz, DE

72 Inventor/es: **Klee, Joachim, E.**

74 Agente: **Álvarez López, Fernando**

ES 2 324 995 T4

DESCRIPCIÓN

Composición selladora de canal de raíz dental.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se relaciona con una composición selladora de canal de raíz dental curable por polimerización de adición en ausencia de un catalizador de polimerización. La composición selladora de canal de raíz dental de la invención se proporciona en forma de una composición de dos componentes.

10 **Antecedentes de la técnica**

Las composiciones selladoras de canal de raíz dental con frecuencia se aplican dentro del canal de raíz a través de un canal de una aguja. Debido a las dimensiones pequeñas del canal de aguja, se requiere que las composiciones presenten una viscosidad baja. De manera alternativa, las composiciones selladoras de canal de raíz dental se aplican mediante la utilización de puntas de lentulos o gutapercha. En consecuencia, la viscosidad debe ser tan baja que se pueden formar películas delgadas. Independientemente de la técnica de aplicación, la viscosidad del material debe ser suficientemente baja de modo que la composición puede entrar dentro de los canales de dentina en el canal de la raíz.

20 La aplicación de las composiciones selladoras de canal de raíz dental se verifica mediante la utilización de procedimientos radiográficos. Debido al requerimiento de radioopacidad, se requiere que las composiciones contengan una cantidad sustancial de una sustancia de relleno radioopaca.

25 Se conocen composiciones selladoras de canal de raíz dental a partir de WO 02/13767 que describen en la solicitud ejemplos de un sistema de dos componentes pasta/pasta. El sistema de dos componentes pasta/pasta se basa en la polimerización de adición de cantidades equimolares de diaminas de peso molecular bajo y diacrilatos de peso molecular bajo opcionalmente en presencia de un diluyente reactivo para ajustar la viscosidad de la composición.

30 No obstante, la presencia de aminas con peso molecular bajo en la composición selladora de canal de raíz dental genera varios inconvenientes. Con frecuencia se observan efectos citotóxicos debido a la fuga de dichas aminas del canal de raíz. Además, las composiciones curadas de WO 02/13767 muestran una solubilidad considerable por lo que se agrava el problema de citotoxicidad y se generan problemas de aplicación adicionales. Finalmente la elevada presión de vapor de las aminas de peso molecular bajo y la alta tasa de penetración a través del empaquete plástico vuelven a las composiciones del documento WO 02/13767 problemáticas para aplicación industrial.

35 Los poliaminoésteres descritos específicamente en WO 02/13767 son altamente viscosos y requieren el uso de una cantidad sustancial de diluyente reactivo con el fin de disminuir la viscosidad. No obstante, los diluyentes reactivos no pueden ser polimerizados por polimerización de adición sino que requieren la presencia de un iniciador de polimerización.

40 El documento WO 02/13767 no describe un compuesto de acrilato difuncional o polifuncional o un compuesto de maleimida difuncional o polifuncional el cual sea capaz de experimentar poliadición.

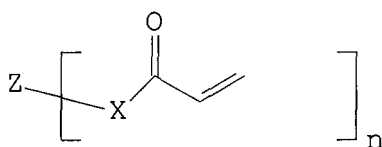
45 El problema de la presente invención es proporcionar una composición selladora de canal de raíz dental que tenga una baja viscosidad, baja citotoxicidad y poca solubilidad y que al mismo tiempo tenga propiedades mecánicas excelentes tales como poco encogimiento y flexibilidad y la cual no genere problemas de manejo durante la elaboración y aplicación.

Descripción breve de la invención

50 Este problema se resuelve de acuerdo con lo descrito en las reivindicaciones. La presente invención proporciona una composición selladora de canal de raíz dental curable en ausencia de un iniciador de polimerización, el cual comprende:

55 (i) un prepolímero terminado en amino que tiene una viscosidad, a 23°C, de menos de 100 Pa*s, el cual es susceptible de obtenerse al hacer reaccionar:

(a) un mol de un compuesto de la siguiente fórmula (I)



(I)

ES 2 324 995 T4

en donde:

X representa un átomo de nitrógeno o de oxígeno;

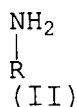
5 Z representa un grupo hidrocarburo de 2 a 16 átomos de carbono alifático saturado con valencia n o un grupo de hidrocarburo de 3 a 6 átomos de carbono cicloalifático saturado divalente, grupos los cuales pueden contener 1 a 6 átomos de oxígeno y el cual puede estar sustituido por uno a 6 grupos alquilo de 1 a 4 átomos de carbono; y

n representa un número entero de 2 a 6; y

10

(b) por lo menos n moles de uno o más compuestos ya sea de la siguiente fórmula (II)

15



en donde:

20

R representa:

un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono o cicloalquilo de 3 a 14 átomos de carbono, el cual puede estar sustituido por uno o más (hasta seis) miembros del grupo que se selecciona de un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo fenilo y un grupo hidroxilo, o

25

de fórmula (II) en combinación con uno o más compuestos diamina o poliamina.

(ii) un compuesto acrilato difuncional o polifuncional o un compuesto maleimida difuncional o polifuncional el cual es capaz de experimentar poliadición con el prepolímero terminado en amino (i);

30

(iii) 40 a 85% en peso de un material de relleno para proporcionar una radioopacidad mínima de por lo menos 3 mm/mm AI;

la composición está en forma de una composición de dos componentes en donde un primer componente contiene el prepolímero (i) terminado en amino y opcionalmente un material de relleno (iii) y un segundo componente contiene el compuesto (ii) capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino y opcionalmente el material de relleno (iii).

40

En las fórmulas, X representa un átomo de nitrógeno o de oxígeno. En las fórmulas, Z es un grupo hidrocarburo de 2 a 16 átomos de carbono alifático saturado con valencia n (n-valente) o un grupo hidrocarburo de 3 a 6 átomos de carbono cicloalifático saturado divalente, grupo los cuales se pueden basar en grupos alquilenos lineales o ramificados con 2 a 16 átomos de carbono, preferiblemente 4 a 10 átomos de carbono, o grupos cicloalquilenos con 3 a 6 átomos de carbono, preferiblemente 4 a 6 átomos de carbono. Z puede ser divalente (n = 2), trivalente (n = 3), tetravalente (n = 4), pentavalente (n = 5), o hexavalente (n = 6). Preferiblemente, Z es divalente o trivalente. El grupo hidrocarburo puede estar sustituido por uno o más grupos alquilo de 1 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos específicos en los grupos alquilo son metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo o terbutilo. El grupo hidrocarburo puede contener 1 a 6 átomos de oxígeno en la cadena de carbono que conecta los n sustituyentes acrilato o en una cadena lateral. Preferiblemente, el grupo hidrocarburo de 2 a 16 átomos de carbono alifático o cicloalifático es altamente flexible debido a la presencia de enlaces éter y la ausencia de grupos voluminosos. En una modalidad preferida, Z es un grupo divalente que se basa en un grupo alquilo de cadena lineal el cual puede contener enlaces éter. Específicamente, Z puede ser un grupo alquilenos de 2 a 6 átomos de carbono.

45

50

En la fórmula (II), R representa un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono o cicloalquilo de 3 a 14 átomos de carbono. Los ejemplos de un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono pueden incluir grupos alquilo lineales o ramificados con 1 a 6 átomos de carbono, preferiblemente 1 a 4 átomos de carbono, por ejemplo metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, secbutilo, terbutilo, n-pentilo, isopentilo y n-hexilo. Los ejemplos de grupo cicloalquilo de 3 a 14 átomos de carbono pueden incluir aquellos con 3 a 14 átomos de carbono, por ejemplo, ciclopropilo, ciclobutilo, ciclopentilo y ciclohexilo. El grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono y el grupo cicloalquilo de 3 a 14 átomos de carbono opcionalmente puede estar sustituido por uno o más miembros (hasta seis) del grupo que se selecciona del grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, el grupo alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo fenilo y un grupo hidroxilo. Los ejemplos de un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono incluyen grupos alquilo lineales o ramificados con 1 a 4 átomos de carbono, por ejemplo metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, secbutilo, o terbutilo. Los ejemplos de un grupo alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono pueden incluir grupos alcoxi lineales o ramificados con 1 a 4 átomos de carbono, por ejemplo metoxi, etoxi, n-propoxi, isopropoxi, n-butoxi, isobutoxi, secbutoxi y terbutoxi.

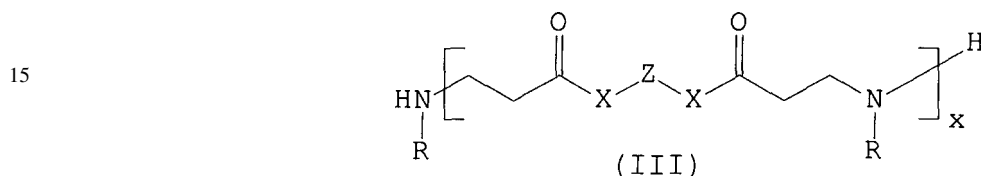
65

ES 2 324 995 T4

En la preparación del prepolímero, el compuesto de fórmula (II) se puede utilizar opcionalmente combinado con uno o más compuestos diamina o poliamina. El compuesto diamina o poliamina se puede utilizar para sustituir hasta $n/1.5$ moles, de manera preferible $n/20$ a $n/2$ moles del compuesto de fórmula (II) utilizado en la reacción para preparar el prepolímero, en donde n es como se define en lo anterior. La cantidad del componente utilizado en combinación con la amina de fórmula (II) se debe seleccionar de modo que la viscosidad del prepolímero no exceda de 100 Pa*s, preferiblemente 80Pa*s, de manera más preferible 20 Pa*s.

Descripción de las modalidades preferidas

En una modalidad preferida, la composición selladora de canal de raíz dental contiene un prepolímero de la siguiente fórmula (III)



en donde:

X representa un átomo de oxígeno o nitrógeno;

Z representa un grupo hidrocarburo de 2 a 16 átomos de carbono alifático saturado con valencia n (n -valente) o un grupo hidrocarburo de 3 a 6 átomos de carbono cicloalifático saturado divalente, grupos los cuales pueden contener 1 a 6 átomos de oxígeno y los cuales pueden estar sustituidos por 1 a 6 grupos alquilo de 1 a 4 átomos de carbono; y

R representa un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o cicloalquilo de 3 a 14 átomos de carbono, el cual puede estar sustituido por un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo fenilo y un grupo hidroxilo; y

x es un número entero de 1 a 8;

(ii) un compuesto acrilato difuncional o polifuncional o un compuesto maleimida difuncional o polifuncional el cual es capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino;

(iii) 40 a 85% en peso de un material de relleno para proporcionar una radioopacidad mínima de por lo menos 3 mm/mm AI.

La composición selladora de canal de raíz dental está en forma de una composición de dos componentes en donde un primer componente contiene el prepolímero (i) terminado en amino y opcionalmente un material de relleno (iii) y un segundo componente contiene el compuesto (ii) capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino y opcionalmente el material de relleno (iii). Por lo menos uno de los componentes contiene un material de relleno.

La composición selladora de canal de raíz dental de la invención contiene 40 a 85% en peso de un material de relleno para proporcionar una radioopacidad mínima de la composición curada de por lo menos 3 mm/mm AI. El material de relleno contiene La_2O_3 , ZrO_2 , BiPO_4 , CaWO_4 , SrF_2 , Bi_2O_3 . La radioopacidad de la composición curada de la invención es de por lo menos 3 mm/mm AI, preferiblemente por lo menos 5 a 7 mm/mm AI y de manera mucho más preferible por lo menos 7 mm/mm AI.

Preferiblemente, la composición selladora de canal de raíz dental de la invención no contiene un diluyente, en particular un diluyente reactivo que tenga una viscosidad la cual sea menor que la viscosidad del prepolímero de la invención. Además, la composición selladora de canal de raíz dental no necesita contener un iniciador de polimerización. En una modalidad preferida, la composición selladora de canal de raíz dental consiste esencialmente de los componentes (i) a (iii). Una composición selladora de canal de raíz dental que consiste esencialmente de los componentes (i) a (iii) puede contener aditivos comunes utilizados en el campo odontológico tales como colorantes, agentes antibióticos y agentes liberadores de iones, en una cantidad total no mayor de 25% en peso, preferiblemente no mayor de 10% en peso de la composición.

Una modalidad preferida de la composición selladora de canal de raíz dental de la invención contiene 40 a 85% en peso de un material de relleno y 15 a 60% en peso de un prepolímero terminado en amino y el compuesto capaz de experimentar poliadición con el prepolímero terminado en amino. El prepolímero terminado en amino utilizado en la presente invención habitualmente es una mezcla de oligómeros. En consecuencia, la cantidad de prepolímero terminado en amino y el compuesto capaz de experimentar poliadición con el prepolímero terminado en amino se calcula en base en la mezcla de oligómeros.

ES 2 324 995 T4

La composición selladora de canal de raíz dental de la presente invención es una composición de dos componentes la cual se mezcla antes de su uso. La composición de dos componentes preferiblemente es un sistema polvo/líquido, un sistema polvo/pasta, un sistema pasta/pasta o un sistema líquido/pasta. El sistema pasta/pasta o un sistema líquido/pasta se pueden aplicar por un aplicador en donde ambos componentes se mezclan por un mezclador estático.

La presente invención se basa en el reconocimiento de que la adición de Michael de diaminas específicas a compuestos específicos de diacrilato u oligoacrilato proporciona prepolímeros que tienen una viscosidad baja y al mismo tiempo elimina los problemas relacionados con la presencia de aminas de peso molecular bajo. Sorprendentemente, la cinética de reacción de la adición de Michael de diaminas con acrilatos difiere de la cinética de reacción de otras reacciones de adición de aminas de manera que los productos de reacción no son materiales viscosos reticulados o de peso molecular elevado sino que son prepolímeros no reticulados que tienen viscosidad baja. Parece que la diferencia de las velocidades de reacción entre aminas primarias y secundarias con compuestos acrilato es la base para la posibilidad de obtener las composiciones de la presente invención. En base en la cinética de reacción específica de las aminas primarias de la presente invención, el contenido de las aminas primarias residuales en el prepolímero o en la composición selladora de canal de raíz dental de la presente invención se reduce sustancialmente en comparación con los sistemas que utilizan grupos de extremo funcionales que muestran la misma reactividad hacia aminas primarias y secundarias, véase J. Klee, H. -H. Hörhold, J. Raddatz; Acta Polymerica, 41 (1990) 557-560; "Telechele Prepolymere aus DGEBA und diskundären Diaminen. Unvernetzte Epoxid-Amin-Additionspolymere, 29"; J.E. Klee; Acta Polym. 45 (1994) 73-82; "Telechelic prepolymers and macromonomers by step growth processes" (39); J. E. Klee, R. -E. Grützner, H. -H. Hörhold; Macromol. Chem. Phys. 197 (1996) 2305-2323; Lineararyalamine/Bis-2,2-[4-(2,3-epoxypropoxy)-phenil]-propane addition polymers - synthesis and properteis, Uncrosslinked epoxide-amine addition polymers, 44". Las aminas primarias reaccionan mucho más rápido en comparación con las aminas secundarias, en particular la reacción de acrilatos difuncionales o polifuncionales o acrilamidas o bismaleimididas o polimaleimididas.

El prepolímero contenido en la composición selladora de canal de raíz dental de la presente invención tiene una viscosidad a 23°C de menos de 100 Pa*s. Preferiblemente, la viscosidad del prepolímero está en el intervalo de 1 a 80 Pa*s. de manera más preferible de 1 a 20 Pa*s. Si la viscosidad es demasiado alta, entonces será difícil aplicar la composición a través del canal de una aguja. Si la viscosidad es demasiado baja, entonces habrá dificultades en manejar la composición.

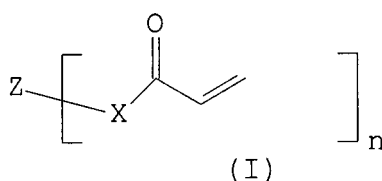
La composición selladora de canal de raíz dental de la presente invención es curable en ausencia de un iniciador de polimerización. El mecanismo de curado se basa en una reacción de adición de una reacción de adición entre el prepolímero (i) terminado en amino y un compuesto capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino. El compuesto capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino es un acrilato difuncional o polifuncional o una maleimida difuncional o polifuncional. Los acrilatos difuncionales o polifuncionales y las maleimididas difuncionales o polifuncionales se prefieren con respecto a la selectividad en la reacción con grupos aminos primarios y secundarios. El compuesto capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino puede ser igual o diferente que el compuesto como se define por la fórmula (I), en donde X y Z son como se definen en lo anterior y n representa un número entero de 2 a 6.

El uso de prepolímeros específicos terminados en amino elimina o por lo menos reduce fuertemente los problemas relacionados con las aminas de peso molecular bajo. Además, es sorprendente que el uso de prepolímeros específicos proporcione una composición selladora de canal de raíz dental la cual tenga una viscosidad baja. Para este propósito, es esencial que se eviten las porciones rígidas en los prepolímeros.

Las composiciones de la presente invención se pueden aplicar a un canal de raíz mediante el uso de técnicas convencionales. Específicamente, las composiciones de la presente invención se pueden aplicar vía el canal de una jeringa dentro del canal de raíz. Además, las composiciones de la presente invención también se pueden utilizar para la fabricación de conos de canal de raíz prefabricados. Si se utilizan conos elaborados de las composiciones de la invención en combinación con la composición selladora de canal de raíz dental respectivo de la invención, se puede garantizar la compatibilidad de los conos con la composición sellante por lo que se puede obtener un sello hermético. El producto curado que se obtiene con la composición de acuerdo con la invención tiene propiedades mecánicas superiores, en particular respecto a la flexibilidad, la cual es esencial para la aplicación como una composición selladora de canal de raíz.

A continuación se describe el procedimiento general para la preparación del prepolímero terminado en amino. El prepolímero terminado en amino se puede obtener al hacer reaccionar:

(a) un mol de un compuesto de la siguiente fórmula (I)

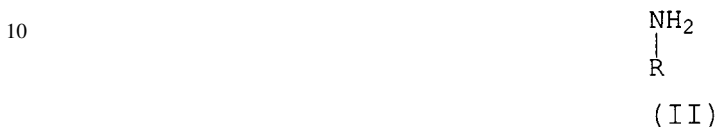


en donde:

X y Z son como se definen en lo anterior, y

5 n representa un número entero de 2 a 4;

(b) por lo menos n moles de uno o más compuestos de cualquiera de la siguiente fórmula (II)



15 en donde:

R es como se define en lo anterior o de fórmula (II) en combinación con uno o más compuestos diamina o poliamina.

20 La reacción se puede llevar a cabo en ausencia de un solvente o en presencia de un solvente adecuado. La temperatura de la reacción preferiblemente está en el intervalo de 10°C a 150°C, de manera más preferible en el intervalo de 20°C a 80°C. El tiempo de reacción depende de la temperatura y la reactividad del sistema de reacción y habitualmente está en el intervalo desde algunas horas a varios días. La terminación de la reacción se puede verificar por métodos
25 convencionales tales como espectro IR por lo que el final de la reacción se alcanza cuando ha desaparecido en la totalidad de los enlaces dobles carbono-carbono acrílicos. En el caso en donde la reacción se lleva a cabo en ausencia de solvente, los prepolímeros que se obtienen por la reacción de los compuestos (I) y (II) se puede utilizar tal cual sin tratamiento adicional de la mezcla de reacción. En la preparación del prepolímero, se puede utilizar el compuesto de fórmula (II) en combinación con uno o más compuestos diamina o poliamina. El compuesto diamina o poliamina se
30 puede utilizar para sustituir desde n/10 a n/2 moles del compuesto de fórmula (II) utilizado en la reacción para preparar el polímero.

La presente invención se explicará a continuación con referencia a ejemplos específicos. Las viscosidades dinámicas se miden utilizando un reómetro Bohlin CS50 a 23°C.

35

Ejemplos

Ejemplo 1

40

En un matraz de 250 ml equipado con agitador, condensador se mezclan homogéneamente 29.982 g (279.79 mmoles) de bencilamina y 27.730 g (139.89 mmoles) de diacrilato de butanodiol y se agita durante 3 días a temperatura ambiente. Posteriormente no se encuentran enlaces dobles en el espectro IR a 1609 y 809 cm⁻¹.

45

Rendimiento: 57.71 g (100% d. Th), H 23°C= 0.627 ± 0.011 Pa*s

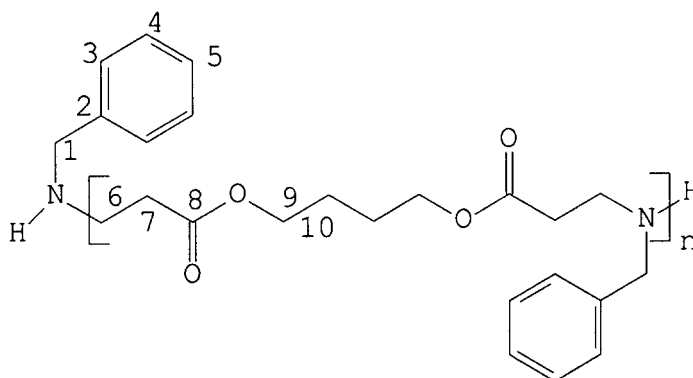
C₂₄H₃₂N₂O₄; 412.53

IR: 3027, 2954, 2837 (CH₂/CH₃), 1726 (CO), 1453, 1403, 1353, 1170 (CH₂/CH₃) cm⁻¹

50

RMN-13C (CDCl₃): 171.9 (8), 139.6 (2), 128.2-126.5 (3-5), 63.4 (9), 53.2 (1), 44.0 (6), 42.7 (7), 24.8 (10), ppm

55



65

ES 2 324 995 T4

BAR-EM m/z = 413, 718, 1022, 1327, 1633

Análisis por CLAR, contenido de bencilamina: 7.17% (teórico, 19.68%)

5 Análisis por cromatografía de gases, contenido de bencilamina: 6.36% (teórico, 19.68%).

Ejemplos 2 a 4

10 De una manera análoga al ejemplo 1, se hacen reaccionar bencilamina BA y diacrilato de butanodiol BDODA. Las cantidades utilizadas de los monómeros, su proporción en moles, su masa molecular calculada y la bencilamina remanente, calculada y medida mediante la utilización de cromatografía de gases así como sus viscosidades se resumen en la tabla 1.

15

TABLA 1

Prepolímeros terminados en amino

20

BA		BDODA		relación en moles	Mn (calculado)	Residuo bencilamina		Viscosidad Pa*s
G	mmol	g	mmol			% calculado	Cromatografía de gases %	
19.694	183.78	24.286	122.52	3/2	717.92	8.17	0.20	0.507±0.004
21.241	198.22	29.468	148.66	4/3	1023.30	4.45	0.03	0.474 ± 0.007
20.110	187.66	29.759	150.13	5/4	1328.68	2.79	0.02	0.438 ± 0.005

40

Ejemplo 5

En un matraz de 250 ml equipado con agitador y condensador se mezclan homogéneamente 29.849 g (197.35 mmoles) de 1-aminoadamantano y 19.559 g (98.67 mmoles) de diacrilato de butanodiol y se agita durante 5 días a temperatura ambiente. Posteriormente no se encuentran enlaces dobles en el espectro de IR a 1609 y 809 cm⁻¹.

45

Rendimiento: 49.408 g (100% d. Th), $\eta_{23^\circ\text{C}} = 0.835 \pm 0.020 \text{ Pa}\cdot\text{s}$

C₃₀H₄₈N₂O₄; 500.72

50

IR: 3303 (OH), 2958, 2924 (CH₂/CH₃), 1725, 1720 (CO), 1458, 1408, 1355, 1170 (CH₂/CH₃) cm⁻¹

RMN-13C (CDCl₃): 173.1 (7), 64.5/62.0/61.3 (8), 51.7/50.8 (5), 46.2 (1), 42.7 (2), 36.8/36.4/36.1 (4), 35.6/35.5 (6), 29.7/29.3 (9), 25.4 (3) ppm

55

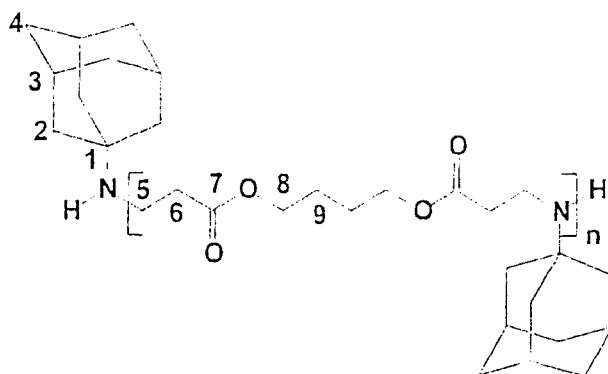
BAR-EM m/z = 500

Análisis por cromatografía de gases, contenido de 1-aminoadamantano: 3.23% (teórico, 18.10%).

60

65

ES 2 324 995 T4



Ejemplo 6

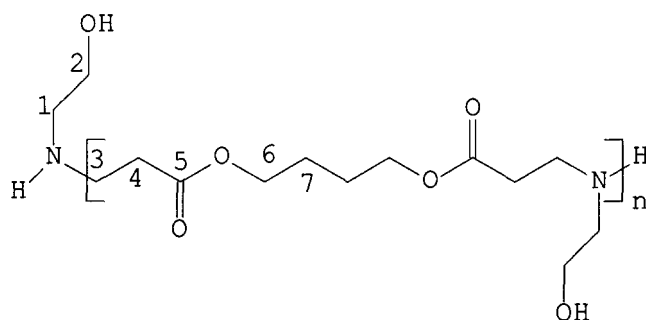
En un matraz de 250 ml equipado con agitador y condensador se mezclan homogéneamente 17.079 g (279.62 mmoles) de etanolamina y 27.713 g (139.81 mmoles) de diacrilato de butanodiol y se agita durante 5 días a temperatura ambiente. Posteriormente no se encuentran enlaces dobles en el espectro de IR a 1609 y 809 cm^{-1} .

Rendimiento: 44.79 g (100% d. Th), $\eta_{23^\circ\text{C}} = 6.257 \pm 0.180 \text{ Pa}\cdot\text{s}$

$\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_6$; 320.39

IR: 3303 (OH), 2958, 2924 (CH_2/CH_3), 1725, 1720 (CO), 1458, 1408, 1355, 1170 (CH_2/CH_3) cm^{-1}

RMN-13C: 173.4/172.9 (5), 64.7/64.2 (6), 62.3/61.7/60.8 (2), 51.3 (1), 44.9 (3), 34.6 (4), 29.9 29.3/25.1/25.3 (7) ppm



BAR-EM $m/z = 321, 579, 839, 1097$

Análisis por cromatografía de gases, contenido de etanolamina: 0.05% (teórico, 21.66%).

Ejemplo 7

En un matraz de 250 ml equipado con agitador y condensador se mezclan homogéneamente 22.857 g (213.30 mmoles) de bencilamina y 21.067 g (71.10 mmoles) de triacrilato de trimetilolpropano y se agita durante 3 días a temperatura ambiente. Posteriormente no se encuentran enlaces dobles en el espectro de IR a 1609 y 809 cm^{-1} .

Rendimiento: 43.924 g (100% d. Th), $\eta_{23^\circ\text{C}} = 1.142 \pm 0.018 \text{ Pa}\cdot\text{s}$

$\text{C}_{36}\text{H}_{47}\text{N}_3\text{O}_6$; 617.79

Análisis por cromatografía de gases, contenido de bencilamina: 7.19%.

Ejemplo 8

Se mezclan homogéneamente bajo calentamiento 25.000 g (233.30 mmoles) de bencilamina y 23.592 g (116.65 mmoles) de 1,4-butandiol diglicidiléter y se polimeriza durante 24 horas a 50°C.

ES 2 324 995 T4

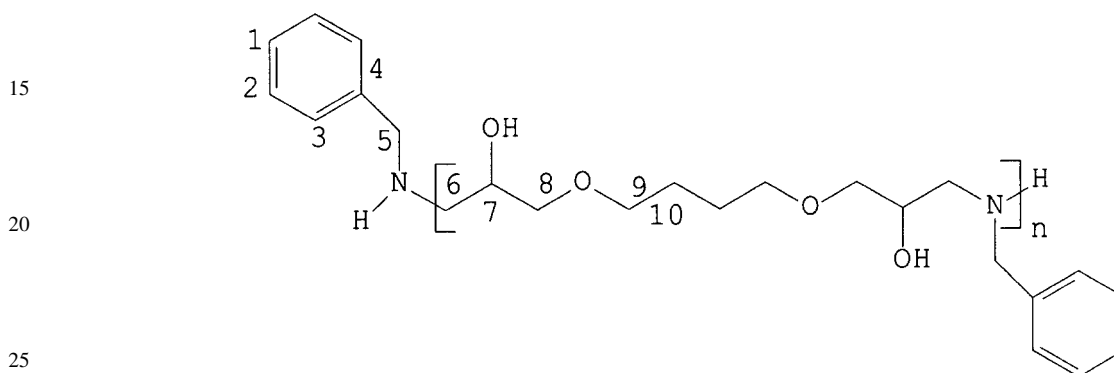
Rendimiento: 48.592 (100% de th)

$h_{23^{\circ}\text{C}} = 2.377 \pm 0.041 \text{ Pa}\cdot\text{s}$

5 C₂₄H₃₆N₂O₄; 416.56

IR: 3028, 2860 (CH₂/CH₀), 1451, 1105, 738 (CH₂/CH₀) cm⁻¹

10 RMN-13C: 137.2 (4), 128.3 (2), 128.1 (3), 126.8 (1), 75.2 (8), 71.5 (7), 70.5 (9), 57.8 (5), 55.5 (6), 27.3 (10)ppm (calculado)



30 Se mezclan homogéneamente 2.784 g (6.683 mmoles) del prepolímero preparado con 3.422 g (6.683 mmoles) de diacrilato de bisfenol A etoxilado (SR-601, Sartomer) y se hace reaccionar a 37°C.

Ejemplo 9

35 Se mezclan homogéneamente bajo calentamiento 10.000 g (29.375 mmoles) de bis-2,2-[4-(2,3-epoxipropoxi)-fenil]-propano y 6.296 g (58.751 mmoles) de bencilamina y se polimeriza durante 20 horas a 100°C.

Rendimiento: 16.296 (100% de th)

40 C₃₅H₄₂N₂O₄; 554.73 Mn(vpo) 620 g/mol, Tg 11°C.

Ejemplo 10

45 Se mezclan homogéneamente bajo calentamiento 10.000 g (29.375 mmoles) de bis-2,2-[4-(2,3-epoxipropoxi)-fenil]-propano y 4.722 g (44.063 mmoles) de bencilamina y se polimeriza durante 20 horas a 100°C.

Rendimiento: 14.722 (100% de th)

50 C₆₃H₇₅N₃O₄; 1002.30 g/molMn(vpo) 110 g/mol, Tg 30°C.

Ejemplo de aplicación 1

55 Una cantidad de 1.198 g del prepolímero terminado en amino preparado por la reacción de adición de bencilamina y triacrilato de trimetilolpropano, de acuerdo con el ejemplo 7 y 3.133 g de un polvo constituido de diacrilato de ciclohexanodimetanol, 16.439%, tungstato de calcio 66.849% y óxido de zirconio 16.712% se mezclan y polimerizan homogéneamente a 37°C durante 17 horas. La radioopacidad de acuerdo con ISO 6876 es de 10.6 mm/mm Al.

Ejemplo de aplicación 2

65 Una cantidad de 1.267 g (2.16 mmoles) de prepolímero terminado en amino preparado por reacción de adición de bencilamina y triacrilato de trimetilolpropano de acuerdo con el ejemplo 7 y 3.313 g (2.16 mmoles) de un polvo constituido de diacrilato de ciclohexanodimetanol 20.00% y óxido de bismuto 80.00% se mezcla homogéneamente y se polimeriza a 37° durante 10 horas.

La radioopacidad de acuerdo con ISO 6876 es de 8.1 mm/mm Al.

ES 2 324 995 T4

Ejemplo de aplicación 3

5 *Pasta de acrilato:* Se mezclan homogéneamente 5.000 g (9.77 mmoles) de diacrilato de bisfenol A etoxilado (SR-601, Sartomer). 9.917 g de tungstato de calcio, 2.479 g de óxido de circonio, 0.050 g de arosil A 200 y 0.025 g de óxido de hierro (III).

Pasta de prepolímero: Se mezclan homogéneamente 4.830 g (9.77 mmoles) de prepolímero terminado en amino, de acuerdo con el ejemplo 6, 9.500 g de tungstato de calcio, 2.375 g de óxido de circonio y 0.536 g de arosil A 200.

10 Inmediatamente antes de la aplicación se mezclan homogéneamente 1.00 g de la pasta de acrilato y 0.978 g de la pasta de prepolímero y amino y se polimeriza a 37°C durante 3 horas.

Ejemplo de referencia

15 En un matraz de 250 ml equipado con agitador y condensador se mezclan homogéneamente 25.000 g (128.70 mmoles) de 3,(4),8,(9)-bis(aminometil)tríciclo-5.2.1.02,6decano, 12.755 g (64.35 mmoles) de diacrilato de butanodiol, y se agita a 20-25°C durante 3 días. Posteriormente no se encuentran enlaces dobles en el espectro de IR a 1609 y 809 cm^{-1} . Rendimiento: 37.764 g (100% de th), η 23°C = 7157 \pm 100 Pa*s (después de almacenamiento durante 1 mes a temperatura ambiente).

20 Una cantidad de 2.127 g (3.624 mmoles) del prepolímero preparado se mezcla homogéneamente con 0.716 g (2.416 mmoles) de triacrilato de trimetilolpropano y se hace reaccionar a 37°C. La mezcla tiene una temperatura de gelificación de 30 minutos a 37°C. El prepolímero tiene una viscosidad la cual no es adecuada para la aplicación como una composición selladora de canal de raíz.

30

35

40

45

50

55

60

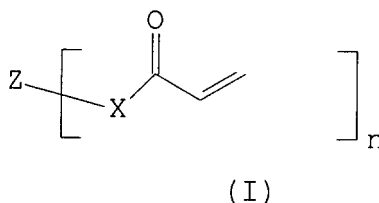
65

ES 2 324 995 T4

REIVINDICACIONES

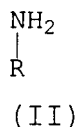
1. Composición selladora de canal de raíz dental curable en ausencia de un iniciador de polimerización y que tiene una viscosidad, a 23°C, de menos de 100 Pas, la cual comprende: (i) un prepolímero terminado en amino que tiene una viscosidad a 23°C de menos de 100 Pas, que se puede obtener al hacer reaccionar:

(a) un mol de un compuesto de la siguiente fórmula (I)



en donde X representa un átomo de nitrógeno o de oxígeno; Z representa un grupo hidrocarburo de 2 a 16 átomos de carbono alifático o cicloalifático saturado con valencia n el cual puede contener 1 a 6 átomos de oxígeno y el cual puede estar sustituido por uno o más grupos alquilo de 1 a 4 átomos de carbono; y n representa un número entero de 2 a 6; y

(b) por lo menos n moles de uno o más de los compuestos de cualquiera de las siguientes fórmulas (II)



en donde:

R representa un grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono o cicloalquilo de 3 a 14 átomos de carbono, el cual puede estar sustituido por uno o más (hasta seis) miembros del grupo que se selecciona de un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo fenilo y un grupo hidroxilo, o

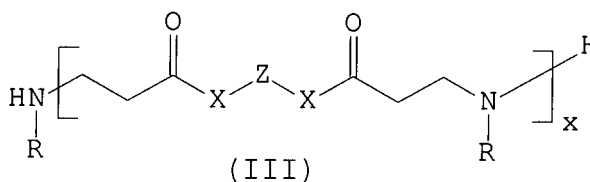
de fórmula (II) en combinación con uno o más compuestos diamina o poliamina;

(ii) un compuesto acrilato difuncional o polifuncional o un compuesto maleimida difuncional o polifuncional el cual es capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino;

(iii) 40 a 85% en peso de un material de relleno para proporcionar una radioopacidad mínima de por lo menos 3 mm/mm AI;

la composición está en forma de una composición de dos componentes en donde un primer componente contiene el prepolímero (i) terminado en amino y opcionalmente un material de relleno (iii) y un segundo componente contiene el compuesto (ii) capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino y opcionalmente el material de relleno (iii).

2. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en la reivindicación 1, en donde la composición contiene un prepolímero de la siguiente fórmula (III)



en donde:

X representa un átomo de oxígeno o nitrógeno;

ES 2 324 995 T4

Z representa un grupo hidrocarburo de 2 a 16 átomos de carbono alifático saturado con valencia n o un grupo hidrocarburo de 3 a 6 átomos de carbono cicloalifático saturado divalente, grupos los cuales pueden contener 1 a 6 átomos de oxígeno y los cuales pueden estar sustituidos por 1 a 6 grupos alquilo de 1 a 4 átomos de carbono; y

5 R representa un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o cicloalquilo de 3 a 14 átomos de carbono, el cual puede estar sustituido por un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo fenilo y un grupo hidroxilo; y

x es un número entero de 1 a 8;

10 (ii) un compuesto acrilato difuncional o polifuncional o un compuesto maleimida difuncional o polifuncional el cual es capaz de experimentar poliadición con el prepolímero (i) terminado en amino;

(iii) 40 a 85% en peso de un material de relleno para proporcionar una radioopacidad mínima de por lo menos 3 mm/mm Al.

15

3. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde Z representa una cadena hidrocarburo de 2 a 10 átomos de carbono alifática saturada divalente la cual puede estar sustituida por 1 a 6 grupos alquilo de 1 a 4 átomos de carbono.

20

4. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde Z representa un grupo alquilenos de 2 a 6 átomos de carbono.

5. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde X representa un átomo de oxígeno.

25

6. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en las reivindicaciones 1 a 4, en donde X representa un átomo de nitrógeno.

7. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde R se selecciona de un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, el cual puede estar sustituido por un grupo fenilo, un grupo hidroxilo o un grupo amino.

30

8. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el material de relleno contiene La₂O₃, ZrO₂, BiPO₄, CaWO₄, BaWO₄, SrF₂, Bi₂O₃.

35

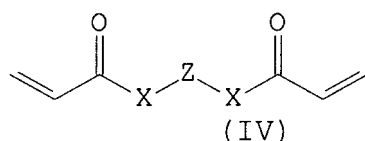
9. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la composición de dos componentes es un sistema polvo/líquido o un sistema pasta/pasta.

10. Composición selladora de canal de raíz dental como se describe en cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el prepolímero terminado en amino se puede obtener al hacer reaccionar:

40

(i) un mol de un compuesto de la siguiente fórmula (IV)

45

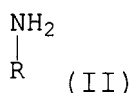


50

en donde X y Z son como se definen en la reivindicación 2, y

(ii) por lo menos dos moles de uno o más compuestos de la siguiente fórmula (II)

55



60

en donde R representa un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o cicloalquilo de 3 a 14 átomos de carbono, el cual puede estar sustituido por un grupo alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo fenilo o un grupo hidroxilo.

65