

REF: J&J 684

No 427.978

Int. Cl. <u>A61K</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: JOHNSON & JOHNSON.

RESIDENCIA: 501 George Street, NEW BRUNSWICK,

New Jersey 08092 Estados Unidos.

ENUNCIADO: UN METODO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION

DE CEMENTO ADECUADA PARA USO COMO MATERIAL

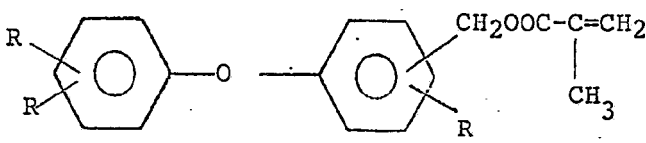
DE RELLENO DENTAL.

Prioridad: Patente n.º del

RESUMEN DE LA INVENCION

Se preparan cementos restauradores dentales mejorados utilizando como ligante de materiales de relleno inorgánicos, tales como un cuarzo cristalino tratado con silano, solo o junto con otros monómeros, ésteres trimetacrílicos y triacrílicos de los trioles alifáticos, glicerol, trimetilol-etano, trimetilolpropano y trimetilolbutano.

Los cementos restauradores preferidos por su aspecto se obtienen utilizando un cuarzo cristalino finamente dividido como relleno y una resina ligante con un índice de refracción comprendido entre 1,525 y 1,565. Las resinas ligantes con un índice de refracción dentro de estos límites pueden obtenerse incluyendo en la mezcla de monómeros, junto con el triol alifático, por lo menos un monómero del grupo formado por 1,3-bis(2,3-di(metacriloxi)propoxi) benceno (RGTMA), 2,2-bis(4-(3-metacriloxi-2-hidroxipropoxi)fenil)propano (BIS-GMA), 1,3-bis(3-metacriloxi-2-hidroxipropoxi)benceno (RGDMA), 2,2-bis(4-(2-metacriloxietoxi)fenil)propano (SR-348), di(2-metacriloxietil)difenilsilano, di(2-metacriloxi-metiletoxi)-difenilsilano y ésteres metacrílicos (metacrilato de CMDPO-25) donde hay unido un grupo o grupos metacriloxi a núcleos de óxido de difenilo a través de puentes de metileno individuales, estando representados los monómeros por la fórmula general:

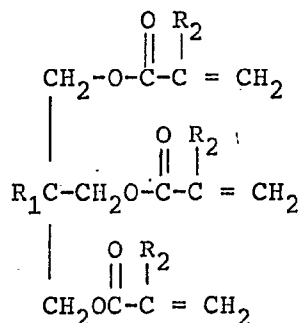


donde R representa en cada caso por lo menos un radical del grupo formado por H y $-\text{CH}_2\text{OOC}-\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}_2$.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

Esta invención se refiere a composiciones de cemento mejoradas útiles como restauradores dentales, conteniendo las composiciones un nuevo sistema ligante. Más especialmente, se refiere a composiciones dentales mejoradas del tipo compuesto, donde se utilizan ésteres monoméricos trimetacrílicos y triacrílicos de trioles alifáticos del grupo formado por glicerol, 1,1,1-trimetiloletano, 1,1,1-trimetilolpropano y 1,1,1-trimetilolbutano, solos o junto con otros monómeros, en el sistema ligante del relleno inorgánico en sistemas restauradores con mucho relleno. Estos ésteres monoméricos trimetacrílicos y triacrílicos son el trimetacrilato de glicerol (TMAG), triacrilato de glicerol (TAG) y monómeros de la siguiente estructura:



donde R₁ es CH₃-, CH₃CH₂- o CH₃CH₂CH₂- y R₂ es hidrógeno o CH₃.

Los monómeros que tienen esta estructura son:

- trimetacrilato de trimetiloletano (TMATME),
- triacrilato de trimetiloletano (TATME),
- trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP),
- triacrilato de trimetilolpropano (TATMP),
- trimetacrilato de trimetilolbutano (TMATMB),
- triacrilato de trimetilolbutano (TATMB).

1 Estos monómeros trimetacrílicos y los triacrílicos estrechamente relacionados se emplean como ligante del relleno inorgánico en los sistemas restauradores con mucho relleno. En las composiciones de cemento preferidas, el relleno
5 está constituido por cuarzo finamente dividido y el ligante está constituido por una mezcla de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y metacrilato de óxido de difenilo monómero del tipo descrito y reivindicado en la solicitud de patente estadounidense número de serie 52.095, teniendo la
10 resina del sistema ligante esencialmente el mismo índice de refracción que el cuarzo.

Descripción de la técnica anterior

15 Algunos de estos ésteres monoméricos triacrílicos y trimetacrílicos de los trioles alifáticos, por ejemplo trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y triacrilato de trimetilolpropano (TATMP) son conocidos y se encuentran en el mercado, siendo vendidos los monómeros para usos tales como compuestos para colada, plásticos reforzados con fibra de vidrio, adhesivos, revestimientos, resinas cambiadoras de ión,
20 productos textiles, plastisoles, dentaduras, mezclas de caucho y otras aplicaciones donde han encontrado utilidad los monómeros acrílicos difuncionales y trifuncionales. Ahora se ha descubierto que cuando se utiliza cualquiera de estos monómeros en el sistema ligante de compuestos dentales con
25 mucho relleno para el empastado directo de los dientes, se obtienen sorprendentemente unos resultados considerablemente mejorados en contraste con ciertas alternativas de la técnica anterior.

30 Es típica de la técnica anterior en lo relativo a compuestos dentales con mucho relleno la materia de la paten-

1 te estadounidense nº3.066.112. Describe materiales de relleno dental que comprenden sílice fundida tratada con vinilsilano y un ligante constituido por el producto de condensación de 2 moles de ácido metacrílico y el éter diglicídico de bisfenol A o alternativamente 2 moles de metacrilato de glicidilo con 1 mol de bisfenol A, siendo denominado el ligante BIS-GMA. Debido a su gran viscosidad, el BIS-GMA debe ser diluido hasta la consistencia de un jarabe medio mediante el uso de monómeros reactivos adecuados, v.g. metacrilato de metilo, dimetacrilato de etilenglicol y dimetacrilato de tetraetilenglicol. En uso como restaurador dental, el polvo de sílice tratado conteniendo un catalizador adecuado como peróxido de benzóilo se mezcla con el material orgánico líquido siruposo que contiene un activador adecuado y el agregado mixto se coloca rápidamente en la cavidad que ha de ser empastada dentro de la cual endurece por polimerización del material orgánico.

15 Estas composiciones restauradoras dentales de la técnica anterior se conocen como compuestos y representan una clase muy útil de materiales restauradores en la tecnología dental moderna. Actualmente existen varios en el mercado. De acuerdo con un trabajo presentado por Frank H. Freeman de Kerr Manufacturing Company, Detroit, Michigan, en Houston, Tejas, el 21 de Marzo de 1969, ante el Dental Materials Group, North American Division, International Association for Dental Research, el mejor de los compuestos comerciales de entonces presentaba generalmente unas resistencias a la compresión comprendidas aproximadamente entre 28.000 y 34.000 libras/pulgada² (1969 y 2390 kg/cm²). Para ciertos fines, sin embargo, tales como restauraciones posteriores, se desean resistencias

1 a la compresión más altas. Hasta ahora, en estos casos se
prefieren generalmente los restauradores a base de amalgama
de plata sobre los materiales restauradores del tipo de com-
5 binación debido a que se consiguen resistencias a la compre-
sión más altas, por ejemplo del orden de 40.000 psi (2812 kg/
cm²) o más.

Se han sugerido diversos materiales inorgánicos de
relleno para uso en la preparación de compuestos dentales,
siendo mezclado el relleno en forma finamente dividida con
10 la resina ligante. Según nuestra experiencia, uno de los re-
llenos preferidos es el cuarzo cristalino finamente dividi-
do. El cuarzo no solamente es muy resistente a la abrasión
sino que su carácter transparente se presta a formar rellenos
de mejor aspecto, siendo el relleno difícilmente observable
15 cuando la resina ligante utilizada tiene un índice de refrac-
ción esencialmente igual al del relleno de cuarzo empleado.

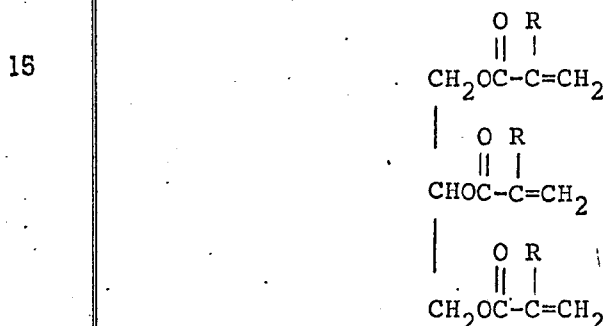
Objetos de la invención

Por lo tanto, un objeto de esta invención es propor-
20 cionar nuevas composiciones restauradoras dentales del tipo
compuesto que presentan una resistencia a la compresión de-
seablemente alta. Otro objeto es proporcionar composiciones
restauradoras del tipo compuesto dental de mayor resistencia
y donde el relleno es cuarzo finamente dividido, siendo el
25 índice de refracción del relleno y del ligante esencialmente
iguales, siendo las restauraciones apenas visibles contra la
estructura natural del diente después de su inserción. Toda-
vía otro objeto es proporcionar composiciones restauradoras
dentales que tienen todas las ventajas asociadas a las compo-
siciones restauradoras del tipo compuesto de la técnica ante-
30 rior y menos inconvenientes. Estos y otros objetos de esta

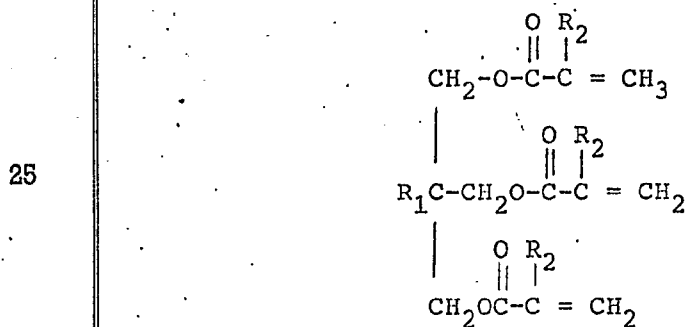
1 invención resultarán evidentes a medida que transcurra la descripción detallada de la misma.

COMPENDIO DE LA INVENCION

5 Estos objetos se consiguen utilizando en el sistema ligante monomérico, solo o junto con otros monómeros, uno o más ésteres trimetacrílicos o triacrílicos de un triol alifático del grupo formado por glicerol, trimetiloetano, trimetilolpropano y trimetilolbutano. Unas cadenas alifáticas más largas que las del butano no son generalmente deseables ya que tienden a ablandar la resina ligante resultante. Los monómeros así preparados son el trimetacrilato de glicerol (TMAG), triacrilato de glicerol (TAG), que pueden ser expresados por la fórmula:



20 donde R es en cada caso H o CH₃ y monómeros de la siguiente estructura:



donde R₁ es CH₃-, CH₃CH₂- o CH₃CH₂CH₂- y R₂ es H o CH₃.

30 Los monómeros que tienen esta estructura son: trimetacrilato de trimetiloetano (TMATME),

1 triacrilato de trimetiloletano (TATME),
trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP),
triacrilato de trimetilolpropano (TATMP),
trimetacrilato de trimetilolbutano. (TMATMB),
5 triacrilato de trimetilolbutano (TATMB).

Para formar el compuesto restaurador, el sistema li-
gante monomérico se mezcla con una proporción mayoritaria de
material inorgánico de relleno, tal como sílice fundida tra-
tada con silano, cuarzo cristalino y similares, constituyen-
do el relleno más del 50 % del peso del compuesto resultante,
10 v.g. alrededor de 70 a 90 %, preferiblemente alrededor del
75 a 85 % en peso, siendo el relleno preferido el cuarzo
cristalino. Después de polimerizar y fraguar, el compuesto
forma un material de relleno duro e insoluble en agua, con
15 una resistencia a la compresión convenientemente alta. Otros
detalles se encuentran en las siguientes subsecciones y ejemplos
ilustrativos.

Composiciones restauradoras dentales de la invención

Los ésteres trimetacrílicos y triacrílicos de trioles
20 alifáticos aquí descritos comunican cada uno particulares ven-
tajas cuando se utilizan como ligante para los materiales
inorgánicos de relleno. En especial se pueden preparar fácil-
mente composiciones restauradoras dentales duras e insolubles
en agua, con unas resistencias a la compresión deseablemente
25 altas. Además, la baja viscosidad de la composición monomé-
rica permite su empleo en la formulación de composiciones
restauradoras compuestas sin necesidad de diluyentes reducto-
res de la viscosidad. Sin embargo, se sobreentiende que pueden
30 incluirse en las composiciones dentales otros monómeros poli-
merizables, incluido el BIS-GMA antes mencionado, junto con

1 el monómero trimetacrilato o triacrilato de triol alifático,
si se desea, y se obtienen mejoras en la resistencia a la
compresión y en el aspecto. Sin embargo, el monómero de tri-
metacrilato o triacrilato de triol debe estar presente en el
5 sistema ligante en proporciones de como mínimo el 10 % del
peso de los monómeros ligantes empleados.

Como ya se ha indicado, las composiciones restaurado-
ras compuestas de acuerdo con esta invención se preparan mez-
clando la composición monomérica citada con una proporción
10 mayoritaria de un material inorgánico de relleno en partícu-
las constituyendo este último más del 50 % del peso del com-
puesto resultante, v.g. alrededor del 70 al 90 %, preferible-
mente alrededor del 75 al 85 % en peso. Pueden emplearse di-
versos materiales inorgánicos de relleno. Son representati-
15 vos de estos materiales la sílice, las perlas de vidrio, el
óxido de aluminio, la sílice fundida, el cuarzo fundido o
cristalino y similares. El tamaño de partícula del material
de relleno oscila generalmente entre un tamaño submicroscópi-
co y alrededor de 125 micras, estando comprendido el tamaño
20 promedio de partícula entre unas 15 y 30 micras y preferible-
mente entre unas 20 y 25 micras.

El material inorgánico de relleno en partículas de-
be ser tratado preferiblemente con un agente de agarre para
mejorar la adhesión de la resina al mismo. Los agentes de
25 agarre y el método de uso están descritos en la patente esta-
dounidense 3.066.112 antes mencionada. Los agentes de agarre
que han resultado especialmente adecuados son los compuestos
de organosilano etilénicamente insaturados, de gran calidad,
tales como γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano, viniltriclo-
30 rosilano, viniltrietoxisilano, viniltrimetoxisilano, vinil-

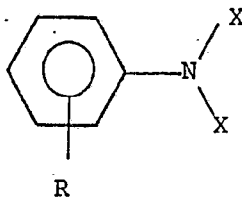
1 triacetoxisilano y similares.

5 La iniciación de la polimerización que hace que el compuesto frague formando una masa dura se efectúa convenientemente a la temperatura ambiente, v.g. a unos 25-30°C, incluyendo en la formulación un catalizador de la polimerización del tipo de peróxido y un activador que funciona produciendo una descomposición rápida del peróxido con la consiguiente formación de radicales libres que inducen la polimerización.

10 Puede utilizarse una amplia variedad de peróxidos catalizadores de la polimerización conocidos en la técnica, siendo representativos de los mismos el peróxido de benzofilo, peróxido de 2,4-diclorobenzofilo y peróxido de 4-clorobenzofilo. El catalizador se emplea generalmente en proporciones de 0,1 a 1,0 % en peso, calculado sobre el peso del monómero o monómeros activos presentes.

15 Análogamente, se emplea un material activador o acelerante que produce la descomposición del catalizador en la formulación como, por ejemplo, N,N-dialquilanilinas y N,N-dialquiltoluidinas.

20 El activador se emplea en general en cantidades que oscilan aproximadamente entre 0,1 y 1,0 % en peso, calculado sobre el peso del monómero o monómeros presentes. Aunque pueden utilizarse diversos activadores, son especialmente efectivos los activadores amínicos del tipo representado por la siguiente fórmula:



1 donde R es hidrógeno o metilo y X es metilo, etilo o hidroxietilo. Un activador preferido es la N,N -di(2-hidroxietil)-p-toluidina.

5 Por comodidad de uso, las composiciones compuestas de relleno dental pueden ser formuladas en forma de pastas adaptadas para la rápida mezcla por el dentista u otro usuario. Así, puede formularse una pasta (A) que contiene el monómero formador de resina, el relleno inorgánico y el activador mientras que una segunda pasta (B) puede contener el monómero, el relleno y el peróxido, habiendo presente en cada pasta, por razones de comodidad, aproximadamente las mismas proporciones de monómero y relleno, aunque sin estar necesariamente limitados a estas proporciones. Al mezclar las dos pastas, se inicia la polimerización del monómero o monómeros, siendo el tiempo de trabajo o endurecimiento variable y controlable mediante el uso de una cantidad mayor o menor del activador.

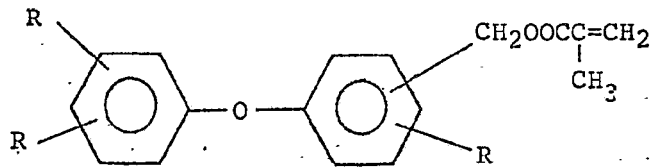
15 Una formulación típica para las Pastas A y B en esta realización utilizando una mezcla de monómeros preferida sería la siguiente:

20

<u>Componente</u>	<u>Proporción, Pasta A</u>	<u>% en peso, Pasta B</u>
Cuarzo tratado con silano	82,0	82,0
* CMDPO-25 MA	7,0	7,0
25 Trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP)	11,0	11,0
Acelerante A	0,02	-
Peróxido de benzoílo	-	0,02

30 * CMDPO-25 MA es una mezcla de ésteres metacrílicos polimerizables de óxido de difenilo preparada en la forma descrita

1 en el Ejemplo 1 de la solicitud de patente estadounidense
copendiente número de serie 52095 y en el Ejemplo 2. Estos
ésteres metacrílicos contienen un grupo o grupos metacril-
oxi unidos al núcleo de óxido de difenilo a través de puentes
5 de metileno individuales, estando representados los monómeros
por la fórmula general:



10 donde R representa en cada caso por lo menos un miembro del
grupo formado por H y $-\text{CH}_2\text{OOC}-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$ y encontrándose en las
proporciones indicadas en la siguiente tabla:

15 TABLA

Posición del Grupo R	Denominación	% de monómero en la mezcla
o	mono-CMDPO	0 a 2 %
p	mono-CMDPO	6 a 8 %
o,p'	di-CMDPO	20 a 23 %
20 p,p'	di-CMDPO	46 a 50 %
o,p,p'	tri-CMDPO	13 a 23 %
o,p,o',p'	tetra-CMDPO	1 a 2 %.

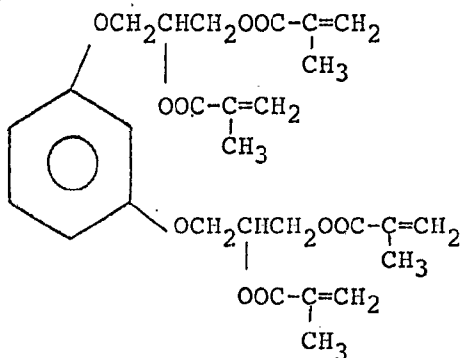
25 La composición monomérica en una mezcla típica 1:1 de
las Pastas A y B contendría entonces 61 % en peso de trimeta-
crilato de trimetilolpropano (TMATMP), sobre el monómero to-
tal.

30 Por razones estéticas es muy conveniente en un res-
taurador dental, especialmente cuando se utiliza para empas-
tes anteriores, que el restaurador se funda con la estructura
dental adyacente. La mejor forma de conseguir esto es utili-

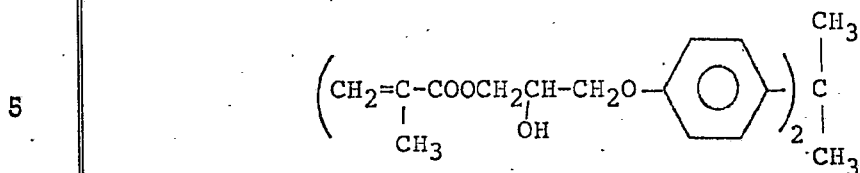
1 zando un relleno translúcido junto con una resina ligante
translúcida o transparente. Todos los ésteres monoméricos de
trimetacrilato y triacrilato de trioles alifáticos aquí des-
critos, cuando se polimerizan, forman resinas entre translú-
5 cidas y transparentes.

Las composiciones restauradoras preferidas son las
que utilizan como relleno cuarzo cristalino finamente divi-
dido. Cuando el índice de refracción del sistema ligante del
restaurador con relleno de cuarzo cristalino está comprendi-
do entre 1,525 y 1,565, los restauradores preparados a partir
de ellos se fusionan bien con la estructura dental, obtenién-
dose los mejores efectos con unos índices de refracción de
alrededor de 1,545. Los homopolímeros formados con estos és-
teres monoméricos de triol alifático generalmente tienen unos
15 índices de refracción inferiores a 1,525.

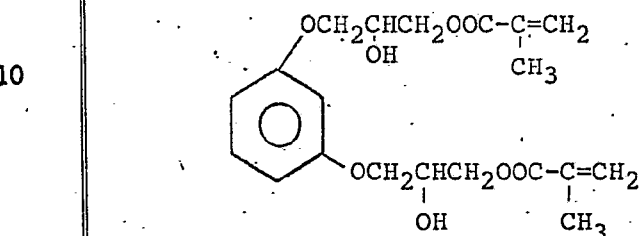
Se ha encontrado que el índice de refracción de la
resina ligante resultante de la polimerización de estos monó-
meros puede ser aumentado y pueden obtenerse índices de re-
fracción que se igualan esencialmente al del relleno de cuar-
zo cristalino mezclando con el éster triólico alifático mono-
20 mérico uno o más monómeros del grupo formado por 1,3-bis[2,3-
di(metacriloxi)propoxi]benceno (RGTMA), representado por la
fórmula:



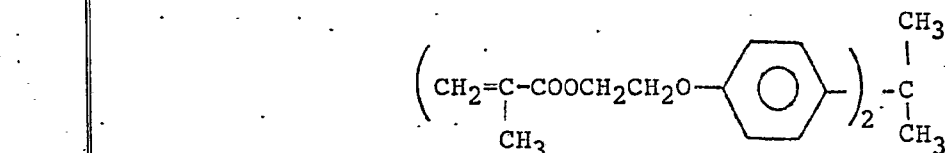
1 2,2-bis[4-(3-metacriloxi-2-hidroxipropoxi)fenil]propano
(BIS-GMA), representado por la fórmula:



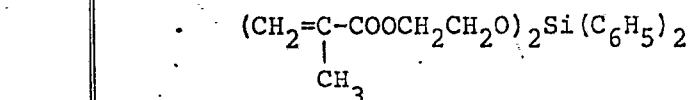
10 1,3-bis(3-metacriloxi-2-hidroxipropoxi)benceno (RGDMA), repre-
sentado por la fórmula:



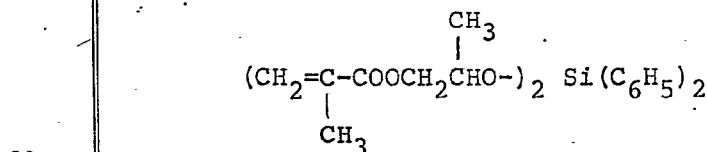
15 2,2-bis 4-(2-metacriloxietoxi)fenil propano (SR-348), repre-
sentado por la fórmula:

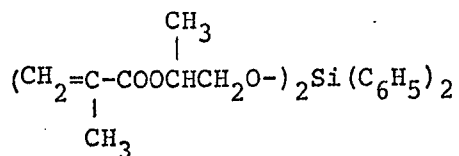


25 di(2-metacriloxietil)difenilsilano, representado por la fór-
mula:

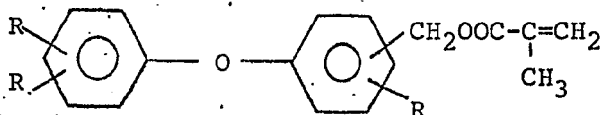


30 di(2-metacriloxi-metiletoxi) difenilsilano, representado por
las fórmulas siguientes:





5 y ésteres metacrílicos (metacrilato de CMDPO-25) donde hay un grupo o grupos metacriloxi unidos a un núcleo de óxido de difenilo a través de puentes de metileno individuales, siendo representados los monómeros por la fórmula general:



15 donde R representa en cada caso por lo menos un miembro del grupo formado por H y $-\text{CH}_2\text{OOC}-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}_2$.

20 Aunque se prefiere el cuarzo cristalino como relleno, pueden utilizarse el vidrio u otro material translúcido o transparente como se ha indicado antes. Muchos vidrios tienen un índice de refracción relativamente bajo, siendo el índice de refracción de los mismos tan bajo que es difícil igualar el índice de refracción del ligante de la resina ligante con el del vidrio. Por consiguiente, cuando se desea utilizar vidrio como relleno, debe seleccionarse un vidrio que tenga un índice de refracción suficientemente alto para que el mismo pueda ser esencialmente igualado por el índice de refracción del ligante resinoso en el restaurador acabado.

25 EJEMPLO 1

Trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) con 81,5 % de relleno de cuarzo y 1,3 % de sílice coloidal

30 En un molino de bolas de porcelana se muele el cuar-

1 zo cristalino hasta un tamaño que atraviese un tamiz de 200
mallas. El intervalo de tamaño de las partículas es desde
75 micras hasta menos de 1 micra, con un tamaño promedio de
alrededor de 20 micras. Se introducen 500 g del cuarzo moli-
5 do en 1000 ml de ácido clorhídrico al 20 % y se calienta a
80°C durante una hora. Se filtra el ácido y el cuarzo se la-
va con agua hasta que el agua efluente alcanza un pH de 6 a
7. Después se seca el cuarzo en una bandeja de vidrio abier-
ta a 130°F (54°C).

10 Se prepara una solución acuosa de silano introduciendo
0,4 ml de ácido acético y 10 g de γ -metacriloxipropiltri-
metoxisilano en 200 ml de agua y agitando rápidamente a la
temperatura ambiente. Se preparan en suspensión del cuarzo
lavado con ácido y la solución de silano. Después el líquido
15 se separa del cuarzo por aspiración sobre un filtro de cerá-
mica, quedando sobre el cuarzo la menor cantidad posible de
agua. El cuarzo se seca de nuevo a 130°F (54°C) en una ban-
deja de vidrio. Durante el secado se agita frecuentemente pa-
ra evitar que se apelmace. El cuarzo tratado con silano re-
20 sultante se emplea en la preparación de dos pastas descritas
más adelante.

25 Se preparan dos pastas que son esencialmente idénticas
en composición a excepción de que una contiene peróxido de
benzoílo como componente adicional y la otra contiene N,N-
di(2-hidroxietil)-p-toluidina. El único monómero en este sis-
tema es el trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP). Las
composiciones de las pastas son las siguientes:

	<u>Pasta A</u>	<u>% en peso</u>
1	trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP)	16,9
	N,N-di(2-hidroxietil)-p-toluidina	0,2
5	cuarzo cristalino tratado con silano	81,6
	sílice coloidal tratada con silano	1,3
	<u>PASTA B</u>	<u>% en peso</u>
	trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP)	16,9
	peróxido de benzoílo	0,3
10	cuarzo cristalino tratado con silano	81,5
	sílice coloidal tratada con silano	1,3.

Se mezclan durante 30 segundos partes iguales en peso de las Pastas A y B y después se introducen en moldes cilíndricos hendidos de acero de 0,158" (4,013 mm) de diámetro y alrededor de 0,31" (7,87 mm) de longitud, cubriéndose los extremos de los moldes con placas de vidrio lisas. Al cabo de 3 minutos se produce el endurecimiento y los moldes se sumergen en agua a 100°F (38°C) durante 24 horas. Los cilindros compuestos, que contienen 81,5 % de relleno de cuarzo, se expulsan después de los moldes de acero, se miden con precisión y se ensayan. Se aplastan 10 cilindros en ensayos de resistencia a la compresión utilizando un aparato Instron y otros 10 cilindros se aplastan en la determinación de la resistencia a la tracción diametral.

Se encuentra que la resistencia a la compresión es de 47.680 psi (3352 kg/cm²) y la resistencia a la tracción es de 6985 psi (491,0 kg/cm²). El módulo de flexión es de 2.493.000 psi (174.510 kg/cm²). La dureza Rockwell 30T es 70.

EJEMPLO 2

Trimetacrilato de trimetilolpropano (TMA'TMP) y óxidos de metacriloximetildifenilo mixtos (CMDPO-25 MA) compuesto con 81 % de relleno de cuarzo

Se prepara como sigue una mezcla de monómeros, denominada aquí CMDPO-25 MA:

Un matraz de 3 bocas y 2 litros de capacidad se provee de un termómetro, un agitador mecánico, un embudo de decantación y un refrigerante de agua. En el matraz se introducen 127,6 g de metacrilato sódico en polvo, 600 ml de dimetilsulfóxido y 0,076 g de p-metoxifenol. El embudo de decantación se carga con 150,0 g de CMDPO-25, una mezcla de óxidos de di(clorometil)difenilo antes descrita.

La suspensión del matraz se calienta hasta 75°C aproximadamente en un baño de aceite calentado eléctricamente y se mantiene a esta temperatura durante los 70 minutos requeridos para agregar gota a gota el CMDPO-25 desde el embudo de decantación. Una vez completada la adición, la mezcla de reacción se agita y se calienta a 75°C durante 2 horas más. Después se enfría la mezcla de reacción a unos 35°C y se vierte en una suspensión de 300 g de hielo en 2100 ml de agua.

Se separa el producto oleoso denso y la solución acuosa se extrae con 500 ml de un disolvente mixto preparado a partir de 9 partes en volumen de éter de petróleo (p.e. 30-60°C) y 1 parte en volumen de benceno. El extracto se agrega al aceite denso y la mezcla se diluye hasta un volumen de 1400 ml con más disolvente mixto. Esta solución orgánica se extrae después cuatro veces con 200 ml de agua cada vez. La solución orgánica de color amarillo pálido se seca después sobre Drierite durante la noche.

1 Un tubo para cromatografía de 38 x 230 mm se rellena
con 60 g de alúmina de adsorción, con un tamaño de partícula
de 80 a 200 mallas. La columna se humedece con éter de petró-
leo y la solución filtrada y seca se pasa a través de la mis-
5 ma gota a gota. Se requieren alrededor de 3,5 horas para que
la solución atraviese la columna.

 La solución cromatografiada incolora se introduce en
un matraz de destilación con 0,024 g de p-metoxifenol y se
destila el disolvente con una temperatura del baño de 40-
10 50°C y a las presiones de la trompa de agua. Los últimos mili-
litros de disolvente se bombean con una bomba de aceite a pre-
siones de 5,0 a 2,5 mm de mercurio. El residuo que queda en
el matraz de destilación es CMDPO-25 MA, un aceite incoloro
e inodoro que pesa 156 g, tiene una viscosidad inferior a
15 100 centipoises a 25°C y un índice de refracción $n_D^{30,0^\circ\text{C}}$ de
1,5489. El espectro RMN indica la ausencia de grupos clorome-
tilo que no han reaccionado y de otras impurezas en el pro-
ducto. El homopolímero de CMPDO-25 MA tiene un índice de re-
fracción de 1,588.

20 Siguiendo el procedimiento indicado en el Ejemplo 1
pero empleando como monómero ligante diferentes mezclas de
trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y CMDPO-25 MA,
se prepara una serie de cilindros. Se determina la resisten-
cia de estos cilindros de la misma forma que en el Ejemplo 1.
25 La resistencia relativa de los cilindros de cemento prepara-
dos utilizando diferentes mezclas de trimetacrilato de trime-
tilolpropano (TMA'IMP) y CMDPO-25 MA y el índice de refracción
del polímero ligante en cada caso se encuentran en la si-
30 guiente tabla:

TABLA

Partes en peso	Ligante Monómero	Índice de refracción del polímero ligante	Resistencia a la compresión, psi (kg/cm ²)	Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	Módulo de flexión, psi (kg/cm ²)
30 70	CMPDO-25 MA TMAATMP	1,535	40.270 (2831)	6930 (487)	2,45.10 ⁶ (0,172.10 ⁶)
39 61	CMPDO-25 MA TMAATMP	1,545	46.230 (3250)	6960 (489)	2,20.10 ⁶ (0,154.10 ⁶)
50 50	CMPDO-25 MA TMAATMP	1,551	37.400 (2629)	6677 (469)	2,1.10 ⁶ (0,148.10 ⁶)

1

5

10

15

20

25

30

TABLA

<u>de refrac el polímero ante</u>	<u>Resistencia a la compresión, psi (kg/cm²)</u>	<u>Resistencia a la tracción, psi (kg/cm²)</u>	<u>Módulo de flexión, psi (kg/cm²)</u>
535	40.270 (2831)	6930 (487)	2,45.10 ⁶ (0,172.10 ⁶)
545	46.230 (3250)	6960 (489)	2,20.10 ⁶ (0,154.10 ⁶)
551	37.400 (2629)	6677 (469)	2,1.10 ⁶ (0,148.10 ⁶)

EJEMPLO 3

Trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y óxidos de metacriloximetildifenilo mixtos (CMDPO-25 MA) compuestos con 82 % de relleno de cuarzo y restauración dental a partir de

los mismos

Empleando una mezcla de 39 partes en peso de CMDPO-25 MA cromatografiado y 61 partes en peso de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) como monómero ligante y el relleno de cuarzo tratado con silano preparado como en el Ejemplo 1, se preparan las siguientes pastas:

<u>Pasta A</u>	<u>partes en peso</u>
trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP)	11,0
CMDPO-25 MA (óxido de dimetacriloximetildifenilo)	7,0
N,N-di(2-hidroxiethyl)-p-toluidina	0,02
cuarzo cristalino tratado con silano	82,0
<u>Pasta B</u>	<u>partes en peso</u>
trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP)	11,0
CMDPO-25 MA (óxido de dimetacriloximetildifenilo)	7,0
peróxido de benzoflora	0,02
cuarzo cristalino tratado con silano	82,0

Se mezclan durante 30 segundos partes iguales en peso de las Pastas A y B y se moldean unos cilindros que contienen 82 % de relleno de cuarzo como se ha descrito en el Ejemplo 2 para los ensayos de resistencia a la compresión, resistencia a la tracción y dureza Rockwell. También se moldean unas probetas para medir el módulo de flexión de 1,25" (31,7 mm) de longitud, 0,25" (6,35 mm) de anchura y 0,06" (1,52 mm) de espesor y el ensayo del módulo se realiza a tra-

1 vés de una separación de 1" (25,4 mm). Los resultados de estos ensayos son los siguientes:

Resistencia a la compresión, psi (kg/cm ²)	48.770 + 2020 (3428 + 141)
5 Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	7.010 + 535 (493 + 38)
Módulo de flexión, psi (kg/cm ²)	2,57.10 ⁶ + 0,100.10 ⁶ (0,0180.10 ⁶ + 0,00703.10 ⁶)
Dureza Rockwell (escala F).	103

10 Este sistema de dos pastas se utiliza para colocar una restauración mesio-oclusal clase II en el segundo premolar derecho maxilar de un paciente dental. El diente se prepara para el relleno mediante técnicas de taladro convencionales como las utilizadas antes de colocar las restauraciones de amalgama de plata. La base de la cavidad se forra con una base de cemento de óxido de cinc-eugenol. Después se coloca una banda de matriz metálica alrededor del diente y se introducen unas cuñas para evitar salientes y proporcionar un contorno axial apropiado.

15
20 Se mezclan cantidades aproximadamente iguales de las Pastas A y B en una almohadilla mezcladora revestida de papel durante unos 20 segundos. La pasta mezclada se inserta después utilizando una presión de relleno normal para rellenar los recesos. La restauración gelifica formando una composición dura unos 2 minutos después de la inserción. Cinco minutos después de la inserción se retira cuidadosamente la banda matriz. El relleno se termina con una piedra de diamante fina, enfriada con agua y después con una piedra verde fina y finalmente con una piedra blanca fina lubricada. La restauración
25
30 acabada es fuerte y duradera prestando un excelente servicio

1 en la boca del paciente. Asimismo, por inspección casual no
puede discernirse ninguna diferencia entre la restauración y
el esmalte dental adjunto siendo inadvertida la restauración.

EJEMPLO 4

5 Trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y ésteres mixtos
de metacrilato-acetato de trimetilolpropano (ACET) compuestos
con 81 % de relleno de cuarzo

10 Se prepara como sigue un monómero denominado ACET,
constituído por ésteres mixtos de metacrilato-acetato de trime-
tilolpropano. Sobre 8 g de tamices moleculares tipo 4A se se-
ca una solución de los siguientes ingredientes: 33,6 g (0,25
moles) de trimetilolpropano, 108 ml de acetona calidad reac-
15 tivo, 61,0 g (0,77 moles) de piridina calidad reactivo, 0,04 g
de p-metoxifenol. La solución seca se filtra en un matraz de
3 bocas de 500 ml de capacidad, provisto de un termómetro,
refrigerante, agitador mecánico y embudo de decantación. La
solución se agita y se enfría intermitentemente en un baño de ace-
tona y hielo seco para mantener la temperatura entre -5° y
20 +5°C mientras se añaden gota a gota, a lo largo de 24 minutos,
53,4 g (0,51 moles) de cloruro de metacrililo bidestilado
(p.e. 43-44/97 mm). Después se añaden 20,4 g (0,26 moles) de
cloruro de acetilo durante 8 minutos a la misma temperatura.
Se retira el baño refrigerante y la mezcla de reacción se
agita durante 4,5 horas.

25 Se filtra la mezcla de reacción para separar el hi-
drocloruro de piridina que se lava con 200 ml de benceno se-
co frío. El filtrado de acetona se vierte en 450 g de agua y
150 g de hielo y esta solución acuosa se extrae con los 200 ml
30 de benceno utilizados para lavar el hidrocloreuro de piridina.
Después la solución acuosa se extrae con 3 porciones más de

1 200 ml de benceno. Los extractos bencénicos combinados se la-
van dos veces con 100 ml cada vez de solución de bicarbonato
sódico al 5 % y dos veces con 100 ml de agua cada vez. Se se-
ca la solución bencénica, se filtra y se disuelven en la mis-
5 ma 0,024 g de di-terc-butilhidroquinona. Después se evapora
el benceno, primero a la presión de la trompa de agua y des-
pués a una presión inferior a 5 mm utilizando una bomba de
aceite. Después de evaporar el disolvente, el residuo está
10 constituido por los ésteres mixtos de metacrilato-acetato
(ACET), un líquido móvil, de color casi acuoso, con un olor
dulce, $n_D^{30,0}$ 1,4592, que pesa 28,3 g. Del espectro RMN inte-
grado se obtienen las áreas proporcionales a los protones ole-
fínicos (sobre radicales metacrilato) y a los protones etíli-
cos (sobre radicales trimetilolpropano). Por término medio,
15 los ésteres mixtos contienen 1,75 grupos éster metacrílico
por molécula y 1,25 grupos éster acetato por molécula.

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se prepara
un monómero ligante a partir de 40 % en peso de ésteres mix-
tos de metacrilato-acetato de trimetilolpropano y 60 % en pe-
20 so de trimetacrilato de trimetilolpropano. Se mezclan durante
30 segundos partes iguales en peso de Pastas A y B, se moldean
las muestras y se ensayan después de una inmersión de 24 horas
en agua a 100°F (38°C).

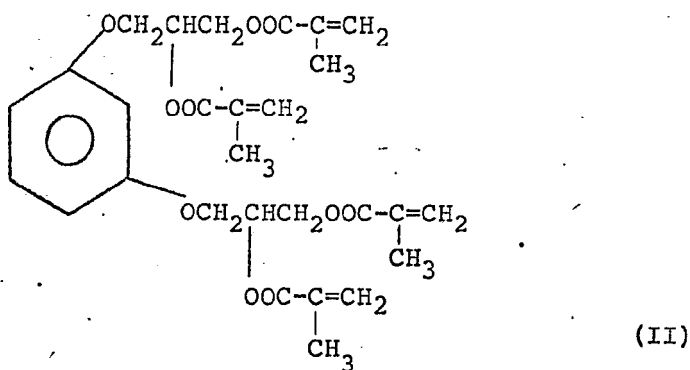
25	Resistencia a la compresión, psi (kg/cm ²)	42.370 ± 2115 (2978 ± 147)
	Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	6.650 ± 680 (464 ± 48)
	Módulo de flexión, psi (kg/cm ²)	$2,37 \cdot 10^6 \pm 0,147 \cdot 10^6$ $(0,166 \cdot 10^6 \pm 0,0103 \cdot 10^6)$
	Índice de refracción del ligante	1,512.

30

EJEMPLO 5

Trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y 1,3-bis{2,3-di(metacriloxi)propoxi}benceno (TMARG) compuesto con 82 % de relleno de cuarzo

Se prepara como sigue un monómero del tipo descrito y reivindicado en la solicitud de patente copendiente presentada con ésta y denominado aquí TMARG, tetrametacrilato de resorcinolglicidilo (II):

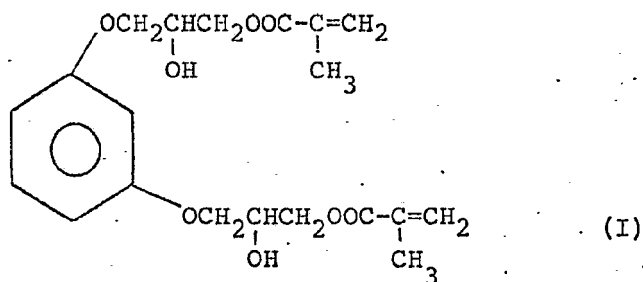


En un matraz de 3 bocas y 2 litros de capacidad se introducen 600 g (5,10 equivalentes epoxi) de éter diglicídico de resorcinol, 430 g (5,00 moles) de ácido metacrílico, 5,0 g de trifenilfosfina y 0,5 g de p-metoxifenol. Sobre el matraz se monta un refrigerante de agua y el contenido se agita continuamente durante 48 horas mientras se calienta en un baño de aceite a 80-85°C. En este momento la mezcla de reacción es esencialmente dimetacrilato de resorcinol-glicidilo (I), un líquido viscoso y amarillo con las siguientes propiedades:

Peso equivalente epoxi: 33.643

Indice de acidez: 3,2 mg de KOH/g

n_D^{30} 1,5268



10

15

Se seca durante la noche sobre 10 g de tamices moleculares tipo 4A una solución de los siguientes ingredientes: 100 g (0,51 moles) de dimetacrilato de resorcinolglicidilo (I), 150 ml de acetona calidad reactivo, 51,6 g (0,51 moles) de trietilamina y 0,04 g de p-metoxifenol. La solución seca se filtra en un matraz de 3 bocas y 500 ml de capacidad provisto de termómetro, refrigerante, agitador mecánico y embudo de decantación. La solución se agita y se enfría intermitentemente en un baño de hielo y agua para mantener la temperatura dentro de 24 a 30°C mientras se añaden a lo largo de una hora 53,2 g (0,51 moles) de cloruro de metacrililo bidestilado (p.e. 43796 mm).

20

25

La mezcla de reacción se vierte en 600 g de agua y 200 g de hielo. El agua se extrae dos veces con 400 ml cada vez de éter dietílico. Los extractos etéreos combinados se lavan sucesivamente dos veces con 100 ml de una solución de bicarbonato sódico al 5 % y dos veces con 100 ml de agua. La solución etérea lavada se seca sobre tamices moleculares, se filtra y se añaden 0,012 g de fenotiazina. Se evapora el éter a la presión de la trompa de agua y las últimas trazas se separan a 4 mm de presión. El producto (II) es un líquido amarillo móvil con un olor agradable, que pesa 73 g; $n_D^{30,0}$ 1,5058.

30

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se prepara un monómero ligante a partir de 48,5 % en peso de 1,3-bis(2,3-

1 di(metacriloxi)propoxi]benceno (II) y 51,5 % en peso de trime-
tacrilato de trimetilolpropano. Se mezclan durante 30 segundos
partes iguales en peso de las Pastas A y B, se moldean las
muestras y se ensayan después de 24 horas de inmersión en agua
5 a 100°F (38°C).

Resistencia a la compresión, psi (kg/cm ²)	43.516 ± 2059 (3059 ± 144)
Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	7.310 ± 280 (513 ± 19,68)
Módulo de flexión, psi (kg/cm ²)	2,70.10 ⁶ ± 0,111.10 ⁶ (0,189.10 ⁶ ± 0,078.10 ⁶)
Dureza Rockwell (escala H)	113
Indice de refracción	1,540

EJEMPLO 6

15 Trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y 2,2'-bis[4-(3-
metacriloxi-2-hidroxi)propoxi]fenil]propano (BIS-GMA) compuesto
con 77,1 % de relleno de cuarzo y 2,9 % de sílice coloidal

20 Siguiendo el procedimiento indicado en el Ejemplo 1 pe-
ro empleando como monómero ligante diferentes mezclas de trime-
tacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y BIS-GMA, se prepara
una serie de muestras. La resistencia del compuesto y el índi-
ce de refracción de la resina ligante se encuentran en la si-
guiente tabla.

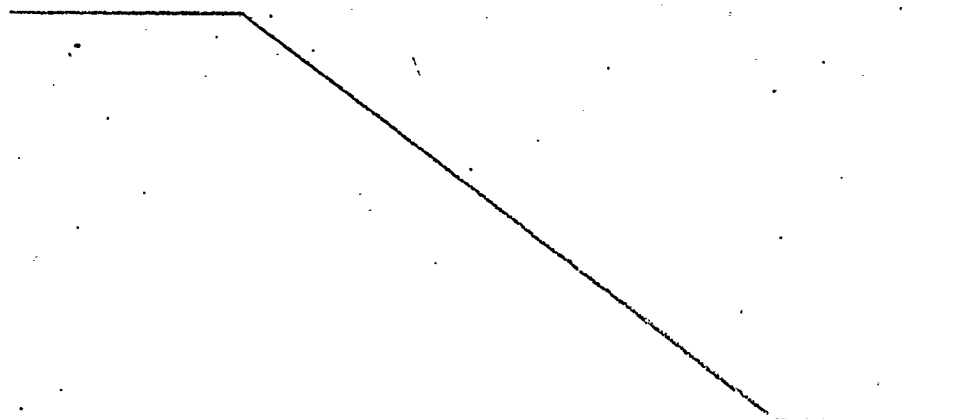


TABLA PARA EL EJEMPLO 6

Ligante		Índice de refracción del polímero ligante	Resistencia a la compresión, psi (kg/cm ²)	Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	Módulo de flexión, psi (kg/cm ²)
Partes en peso	Monómero				
25 75	BIS-GMA TMATMP	1,513	42.562 (2992)	6977 (490)	$1,94 \cdot 10^6$ (0,136.10 ⁶)
50 50	BIS-GMA TMATMP	1,539	41.400 (2910)	7410 (520)	$1,98 \cdot 10^6$ (0,139.10 ⁶)
62 38	BIS-GMA TMATMP	1,545	41.990 (2953)	8100 (569)	$2,29 \cdot 10^6$ (0,161.10 ⁶)

1

5

10

15

20

25

30

TABLA PARA EL EJEMPLO 6

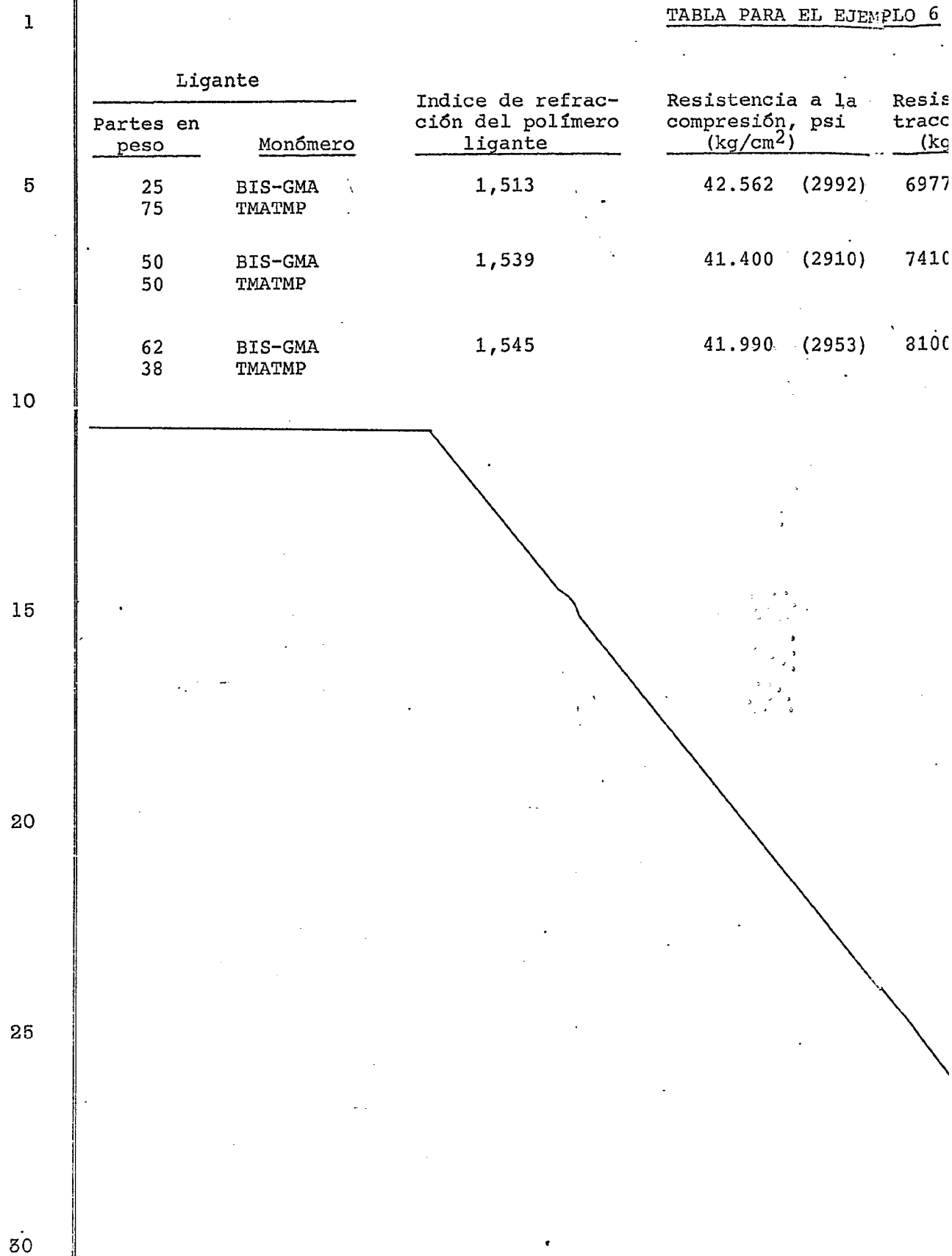


TABLA PARA EL EJEMPLO 6

<u>de refrac-</u> <u>l polímero</u> <u>ante</u>	<u>Resistencia a la</u> <u>compresión, psi</u> <u>(kg/cm²)</u>	<u>Resistencia a la</u> <u>tracción, psi</u> <u>(kg/cm²)</u>	<u>Módulo de flexión,</u> <u>psi (kg/cm²)</u>
513	42.562 (2992)	6977 (490)	1,94.10 ⁶ (0,136.10 ⁶)
539	41.400 (2910)	7410 (520)	1,98.10 ⁶ (0,139.10 ⁶)
545	41.990 (2953)	8100 (569)	2,29.10 ⁶ (0,161.10 ⁶)

1

EJEMPLO 7

Triacrilato de trimetilolpropano (TATMP) con 82 % de relleno
de cuarzo

5

Empleando 18 % en peso de triacrilato de trimetilolpropano (TATMP) como monómero ligante en lugar de trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) y 82 % en peso de cuarzo cristalino finamente dividido como relleno, se repite el Ejemplo 1. El triacrilato de trimetilolpropano (TATMP) actúa en la preparación de cemento de la misma forma que el trimetacrilato de trimetilolpropano (TMATMP) del Ejemplo 1, difiriendo fundamentalmente en que la reacción parece ser algo más exotérmica.

10

La composición de cemento restauradora tiene las siguientes propiedades:

15

Resistencia a la compresión, psi (kg/cm ²)	46.543 (3258)
Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	8.160 (573)
Módulo de flexión, psi (kg/cm ²)	2,76.10 ⁶ (0,193.10 ⁶)
Dureza Rockwell (escala 30T)	69

20

EJEMPLO 8

Triacrilato de trimetilolpropano (TATMP) y BIS-GMA compuesto
con relleno de cuarzo

25

Siguiendo el procedimiento indicado en el Ejemplo 1 pero empleando como monómero ligante diferentes mezclas de triacrilato de trimetilolpropano (TATMP) y BIS-GMA, se prepara una serie de muestras. Sus índices de refracción, sus resistencias a la compresión y a la tracción y su módulo de flexión se encuentran en la siguiente tabla.

30

TABLA PARA EL EJEMPLO 8

Monómero	Ligante		% en peso de cuarzo en la composición de cemento	Índice de refracción del polímero ligante	Resistencia a la compresión, psi (kg/cm ²)	Resistencia a la tracción, psi (kg/cm ²)	Módulo de flexión, psi (kg/cm ²)
	Partes en peso del ligante						
BIS-GMA TATMP	12,5 87,5		80	1,519	37.245 (2618)	6270 (440)	2,29.10 ⁶ (0,161.10 ⁶)
BIS-GMA TATMP	25 75		80	1,523	5.320 (2482)	6670 (468)	2,05.10 ⁶ (0,144.10 ⁶)
BIS-GMA TATMP	50 50		79,7	1,536	38.774 (2725)	7430 (522)	2,18.10 ⁶ (0,153.10 ⁶)
BIS-GMA TATMP	75 25		77,5	1,554	34.625 (2430)	7900 (555)	2,04.10 ⁶ (0,143.10 ⁶)

1

5

10

15

20

25

30

1

TABLA PARA EL EJEMPLO 8

<u>Ligante</u>		<u>% en peso de cuarzo en la composición de cemento</u>	<u>Indice de refracción del polímero ligante</u>	<u>Resistencia a la compresión (psi)</u>
<u>Monómero</u>	<u>Partes en peso del ligante</u>			
5	BIS-GMA	80	1,519	37.2
	TATMP	12,5		
	BIS-GMA	80	1,523	5.3
	TATMP	25		
	BIS-GMA	79,7	1,536	38.7
	TATMP	50		
10	BIS-GMA	77,5	1,554	34.6
	TATMP	25		

10

15

20

25

30

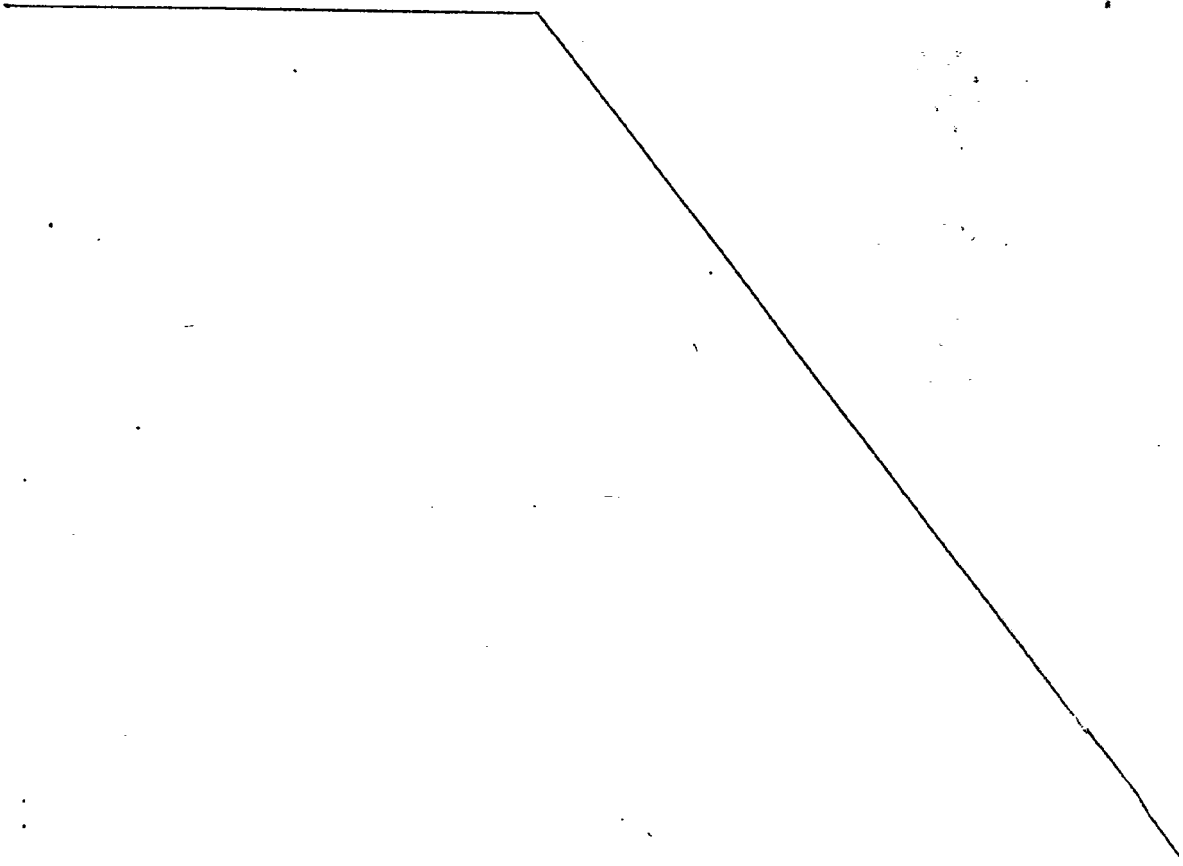


TABLA PARA EL EJEMPLO 8

<u>peso de cuar a la composi- de cemento</u>	<u>Indice de refrac ción del polímero ligante</u>	<u>Resistencia a la compresión, psi (kg/cm²)</u>	<u>Resistencia a la tracción, psi (kg/cm²)</u>	<u>Módulo de flexión psi (kg/cm²)</u>
80	1,519	37.245 (2618)	6270 (440)	2,29.10 ⁶ (0,161.10 ⁶)
80	1,523	5.320 (2482)	6670 (468)	2,05.10 ⁶ (0,144.10 ⁶)
79,7	1,536	38.774 (2725)	7430 (522)	2,18.10 ⁶ (0,153.10 ⁶)
77,5	1,554	34.625 (2430)	7900 (555)	2,04.10 ⁶ (0,143.10 ⁶)

EJEMPLO 9

Otros ejemplos ilustrativos de composiciones restauradoras utilizando TMATMP y con índices de refracción comprendidos entre 1,5 y 1,6

Utilizando como ligante una mezcla de monómeros que contiene TMATMP junto con otro monómero seleccionado y cuarzo cristalino finamente dividido como restaurador de relleno, se preparan composiciones en la forma indicada en el Ejemplo 1. Estas composiciones junto con los índices de refracción de la resina ligante y de la composición restauradora al fraguar se encuentran en la siguiente tabla. Las composiciones se mezclan bien con la estructura natural del diente y cuando se colocan en un diente como relleno apenas se notan por observación casual.

TABLA DEL EJEMPLO 9

Partes en peso	Ligante Monómero	Índice de refracción del polímero ligante	Índice de refracción del compuesto curado
27,7 72,3	TMATMP 1,3-bis(3-metacrilóxi-2-hidroxipropoxi)benceno(MARGD)	1,545	1,545 ± 0,005
41,0 59,0	TMATMP 2,2-bis(4-(2-metacriloxi etoxi)fenil)propano(SR-348)	1,545	1,545 ± 0,005
21,0 55,0	TMATMP di(2-metacriloxi-1-metiletóxi)difenilsilano	1,545	1,545 ± 0,005
24,0	di(2-metacriloxi-2-metiletóxi)-difenilsilano		
33,9 66,1	TMATMP di(2-metacriloxietil)difenilsilano	1,545	1,545 ± 0,005

1

EJEMPLO 10

Otros ejemplos ilustrativos de composiciones restauradoras empleando TATMP y con índices de refracción comprendidos entre 1,5 y 1,6

5

Empleando como monómero ligante una mezcla de monómeros que contienen TATMP junto con otro monómero seleccionado y cuarzo cristalino finamente dividido como restaurador de relleno, se preparan composiciones en la forma indicada en el Ejemplo 1. Estas composiciones, junto con los índices de refracción de la resina ligante y de la composición restauradora al fraguar, se encuentran en la siguiente tabla. Las composiciones se mezclan bien con la estructura natural del diente y, cuando se colocan en un diente como relleno, apenas se notan por observación casual.

10

15

TABLA DEL EJEMPLO 10

Partes en peso	Ligante Monómero	Índice de refracción del polímero ligante	Índice de refracción del compuesto fraguado
23,2	TATMP	1,545	1,545± 0,005
76,8	1,3-bis(3-metacriloxi-2-hidroxipropoxi) benceno (MARGD)		
35,3	TATMP	1,545	1,545± 0,005
64,7	2,2-bis{4-(2-metacriloxietoxi)fenil }propano (SR-348)		
17,5	TATMP	1,545	1,545± 0,005
57,5	di(2-metacriloxi-1-metiletoxi)difenilsilano		
25,0	di(2-metacriloxi-2-metiletoxi)difenilsilano		
28,9	TATMP	1,545	1,545± 0,005
71,1	di(2-metacriloxietil)difenilsilano	1,545	1,545± 0,005

25

EJEMPLO 11

30

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1, se preparan composiciones de cemento restauradoras utilizando como ligante

1 trimetacrilato de glicerol (TMAG) en un caso y trimetacrilato de trimetiloletano (TMATME) en el otro. El resto del cemento restaurador está constituido por un relleno que comprende sobre el peso total de la composición de cemento, 82 % de

5 cuarzo cristalino finamente dividido y 0,68 % de sílice coloidal.

En todos los casos las propiedades físicas del cemento son excelentes como ilustra la siguiente tabla.

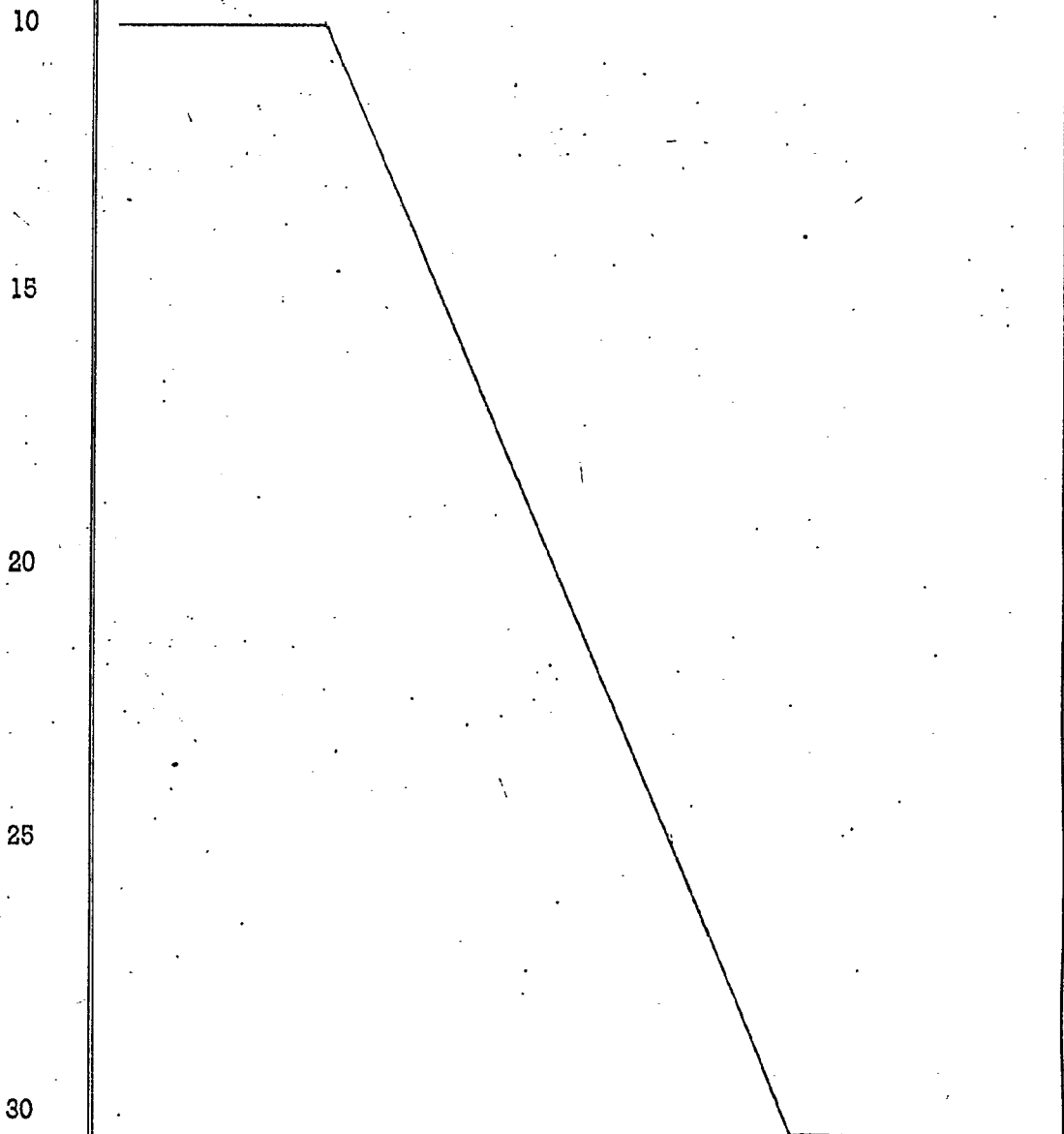


TABLA PARA EL EJEMPLO 11

<u>Sistema ligante</u>	<u>Resistencia a la presión, psi (kg/cm²)</u>	<u>Resistencia a la tracción, psi (kg/cm²)</u>	<u>Módulo de flexión, psi (kg/cm²)</u>	<u>Dureza Rockwell (Escala 30F)</u>
TMAG	42.938 (3004)	7545 (530)	2,26.10 ⁶ (0,158.10 ⁶)	75
TMATME	46.308 (3256)	7220 (507)	2,42.10 ⁶ (0,169.10 ⁶)	75

1

5

10

15

20

25

30

1

TABLA PARA EL EJEMPLO

	<u>Sistema ligante</u>	<u>Resistencia a la com presión, psi(kg/cm²)</u>	<u>Resistencia a la tracción, psi(kg/cm²)</u>
5	TMAG	42.938 (3004)	7545 (530)
	TMATME	46.308 (3256)	7220 (507)

10

15

20

25

30

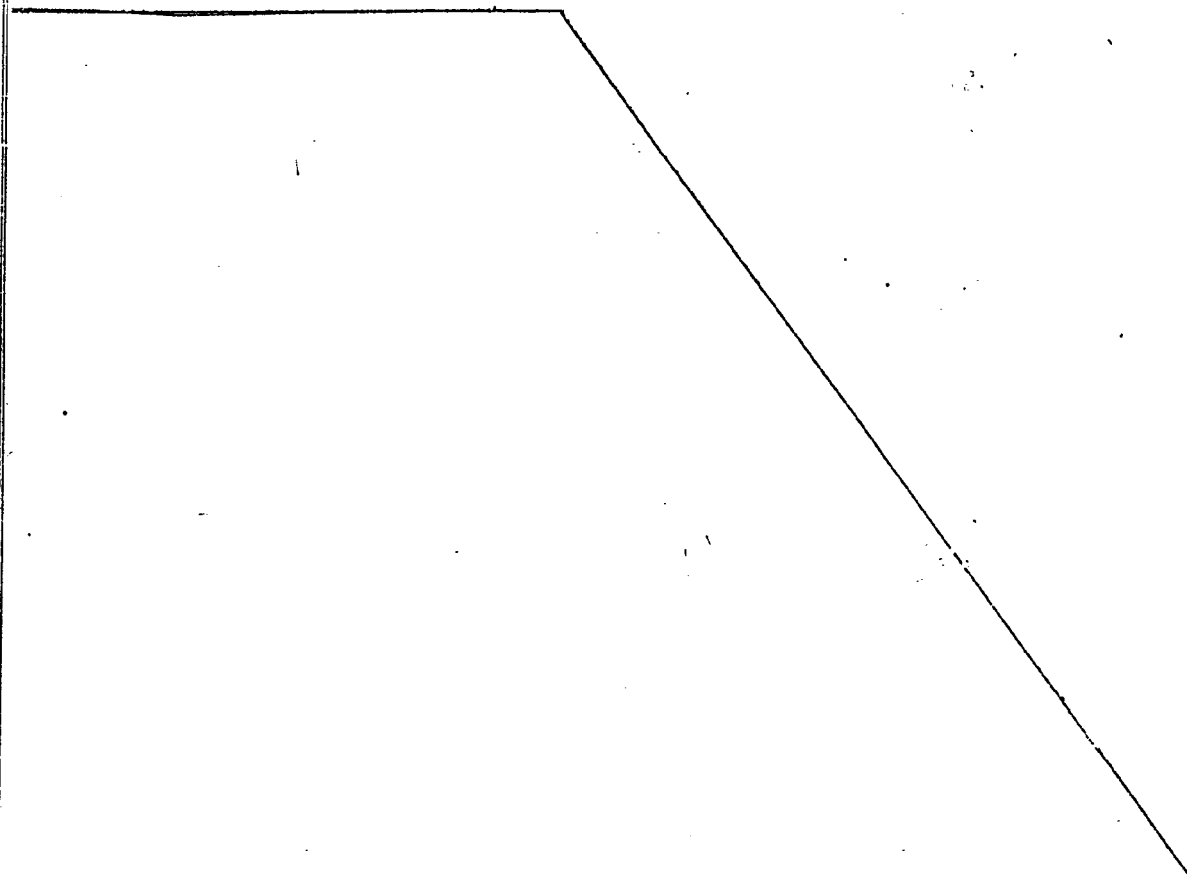
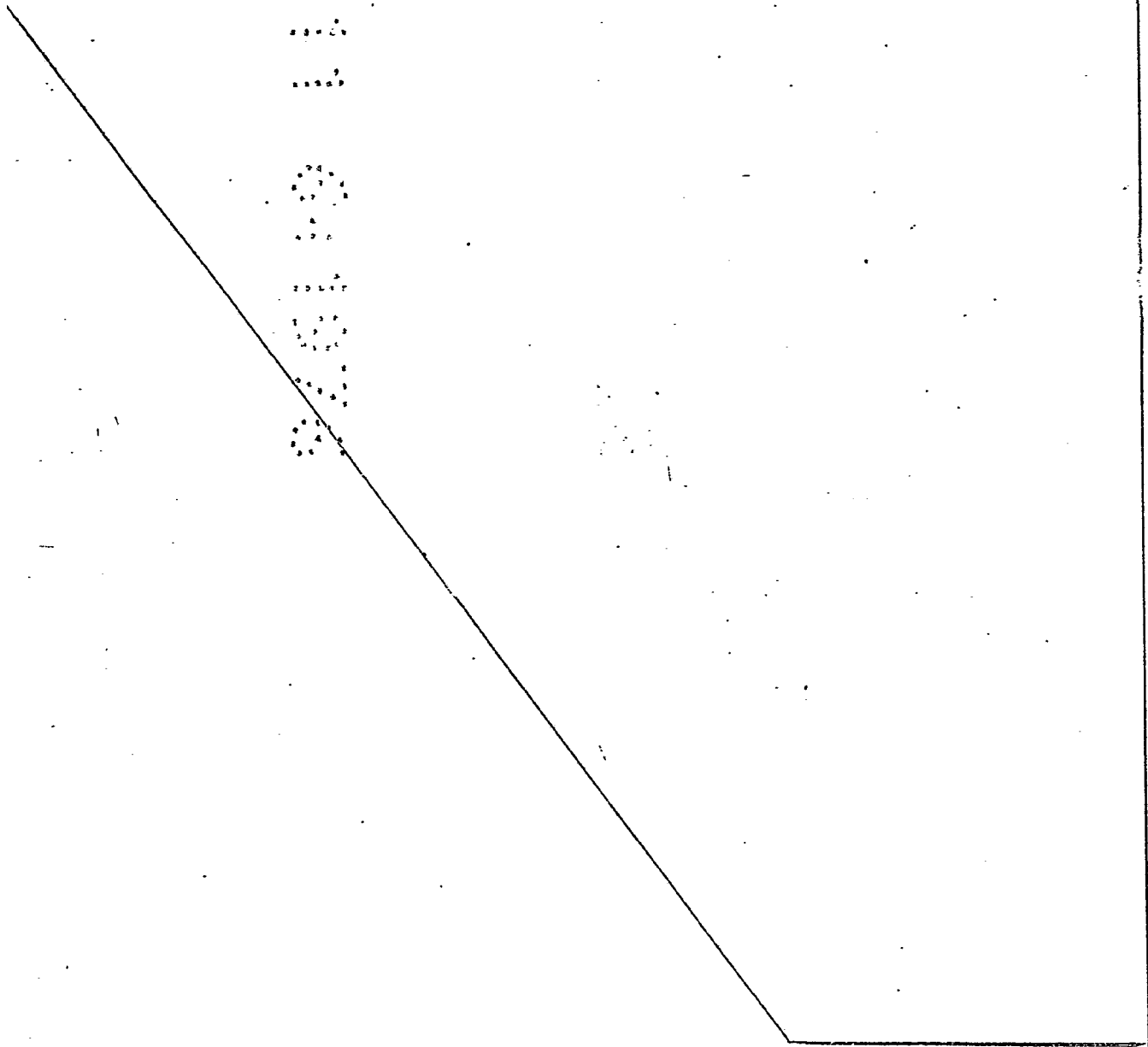
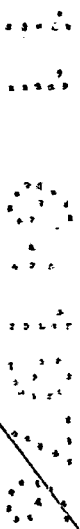


TABLA PARA EL EJEMPLO 11

<u>Resistencia a la compresión, psi (kg/cm²)</u>	<u>Resistencia a la tracción, psi (kg/cm²)</u>	<u>Módulo de flexión, psi (kg/cm²)</u>	<u>Dureza Rockwell (Escala 30T)</u>
(3004)	7545 (530)	2,26.10 ⁶ (0,158.10 ⁶)	75
(3256)	7220 (507)	2,42.10 ⁶ (0,169.10 ⁶)	75



1 Aunque las composiciones de cemento restauradoras tie-
nen buen aspecto, su aspecto se mejora todavía más mezclando
con el ligante monómero otro monómero o monómeros del tipo
5 anteriormente indicado para llevar el índice de refracción
de la resina ligante dentro del intervalo deseado de 1,525
a 1,565. Así, el índice de refracción del cuarzo (1,545) es
esencialmente igualado utilizando como resina ligante o bien
una mezcla de monómeros constituida por 31,0 partes en peso
de TMAG y 69,0 partes en peso de BIS-GMA, basado sobre el pe-
10 so de ligante o 28,5 partes en peso de TMATME y 71,5 partes en
peso de BIS-GMA.

Al describir esta invención, los ésteres monómeros
trimetacrílicos (TMATMP) y triacrílicos (TATMP) de 1,1,1-tri-
metilolpropano han sido utilizados para ilustrar la prepara-
15 ción de composiciones de cemento restauradoras así como la
similitud entre los monómeros metacrílico y acrílico y la
forma de obtener índices de refracción comprendidos entre
1,525 y 1,565 mediante la inclusión de monómeros del tipo
particular identificado. Esta enseñanza es aplicable a los
20 ésteres trimetacrílicos y triacrílicos de todos los trioles
alifáticos aquí descritos.

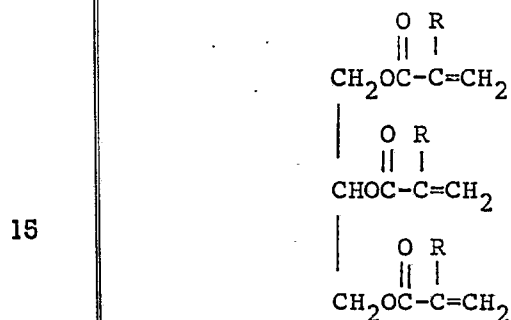
Las ventajas de las composiciones restauradoras den-
tales de acuerdo con esta invención resultan evidentes en lo
que antecede. Se observará que el uso de monómeros de la in-
25 vención como ligante con materiales inorgánicos de relleno
en la forma descrita da lugar a composiciones con unas resis-
tencias a la compresión y un aspecto considerablemente mejo-
rados. Estas composiciones restauradoras dentales son espe-
cialmente adecuadas para uso en el empastado de dientes tal
30 como en las restauraciones posteriores donde se desean grandes

1 resistencias a la compresión, combinando las composiciones preferidas un aspecto excelente con una gran resistencia.

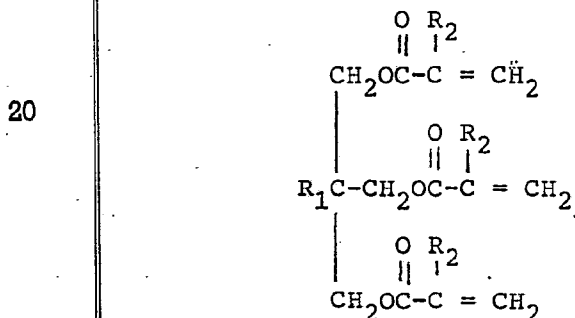
En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

5 REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación de una composición de cemento adecuada para uso como material de relleno dental, que consiste en poner en contacto para formar una primera mezcla un ligante constituido por un monómero del grupo formado por monómeros de fórmula:



donde R en cada caso es H o CH₃ y un monómero de fórmula:



25 donde R₁ es CH₃-, CH₃CH₂- o CH₃CH₂CH₂- y R₂ es H o CH₃, con por lo menos un 50 % del peso de dicha mezcla de un material inorgánico en partículas de relleno y un catalizador peróxido para polimerizar dicho ligante, mezclar entre sí para formar una segunda mezcla el ligante descrito anteriormente con el material inorgánico de relleno antes descrito y un activador
30 para producir radicales libres por reacción con un catalizador

1 peróxido, después de lo cual se combinan la primera y la se-
gunda mezclas y los monómeros polimerizan para formar el ma-
terial de relleno dental.

5 2. Un método según la Reivindicación 1, donde el
material inorgánico de relleno se emplea en la primera y en
la segunda mezclas de relleno en una proporción de 70 a 90 %
en peso aproximadamente.

10 3. Un método según la Reivindicación 1, donde el ma-
terial inorgánico de relleno en la primera y la segunda mez-
clas es cuarzo cristalino con un intervalo de tamaños de par-
tícula comprendido entre un tamaño submicroscópico y unas
125 micras.

15 4. Un método según la Reivindicación 1, donde el ma-
terial inorgánico de relleno se trata con un silano antes de
mezclarlo con el ligante citado.

5. Un método según la Reivindicación 1, donde el ca-
talizador peróxido es peróxido de benzofilo.

6. Un método según la Reivindicación 1, donde el acti-
vador es N,N-di(2-hidroxietyl)-p-toluidina.

20 7. Un método según la Reivindicación 1, donde el re-
lleno utilizado tiene un índice de refracción esencialmente
igual al índice de refracción del ligante polimerizado.

8. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:

25 UN METODO DE PREPARACION DE COMPOSICION DE CEMENTO ADECUADA
PARA USO COMO MATERIAL DE RELLENO DENTAL.

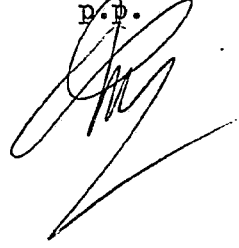
1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de treinta y ocho páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 4 julio 1.974
BERNARDO UNGRIA

p.p.



10

15

20

25

30