

1967



Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE ODONTOLOGIA

VALORACION FISICA EN BASE A LA  
NORMA DE CEMENTOS DE CARBOXILATO  
DE ZINC, ESTUDIO COMPARATIVO CON  
POLVO EXPERIMENTAL

TESIS

QUE PRESENTA :

C.D. JORGE GUERRERO IBARRA

PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN ODONTOLOGÍA

Tutor

Dr. Federico H. Barceló Santana

México, D.F. 1997



TESIS CON  
FALLA DE ORICEN



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

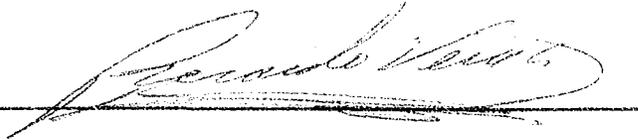
El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



VALORACIÓN FÍSICA EN BASE A LA NORMA DE CEMENTOS DE  
CARBOXILATO DE ZINC, ESTUDIO COMPARATIVO CON POLVO  
EXPERIMENTAL

COMITE DE TESIS

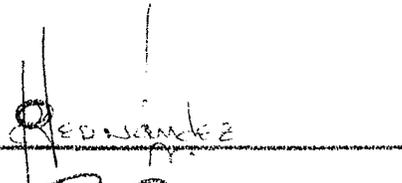
Dr. Ricardo Vera Graziano  
( Asesor )



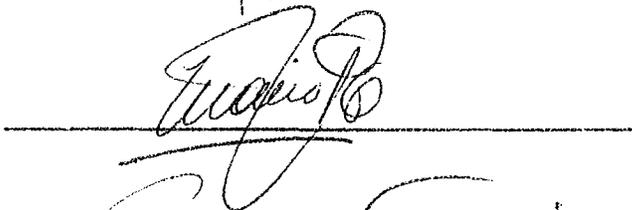
Dr. Victor Manuel Castaño Meneses  
( Asesor )

\_\_\_\_\_

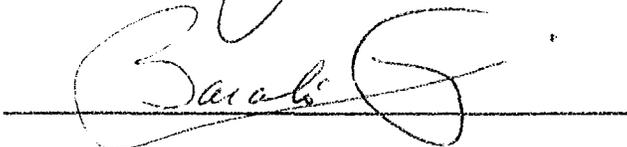
Dr. Juan Carlos Hernandez Guerrero  
( Asesor )



C.D.M.O. J. Mario Palma Calero  
( Asesor )



Dr. Federico H. Barceló Santana  
( Director )



## Reconocimientos

Quiero agradecer de manera muy especial a la ayuda otorgada por el Dr. Federico H. Barceló Santana Jefe del Laboratorio de Materiales Dentales de la División de Estudios de Posgrado e investigación de la F.O. U.N.A.M.

Agradezco al deposito dental Villa de Cortes por la donación de algunos materiales que se emplearon en este estudio.

De la misma manera agradezco a la empresa 3 M por el apoyo dado.

Así mismo al comité revisor de la misma, a la Universidad Nacional Autónoma de México y Facultad de Odontología por darme la oportunidad de realizar la investigación.

# ÍNDICE

	Pag.
RESUMEN	4
ABSTRACT	6
PALABRAS CLAVE	8
INTRODUCCIÓN	9
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	33
JUSTIFICACIÓN	34
HIPÓTESIS	35
OBJETIVO DEL ESTUDIO	36
MATERIALES Y MÉTODOS	37
RESULTADOS	62
DISCUSIÓN	75
CONCLUSIONES	78
PROPUESTAS DE INVESTIGACIÓN EN EL FUTURO	79
BIBLIOGRAFÍA	80

## **Índice de fotografías**

	Pag.
FOTO N° 1 Cementos a base de polycarboxilato valorados en el estudio	51
FOTO N° 2 Polvo experimental para polycarboxilato de zinc desarrollado y valorado en el estudio.	51
FOTO N° 3 Realización de la mezcla de polycarboxilato.	52
FOTO N° 4 Prueba de tiempo de fraguado.	52
FOTO N° 5 Realizando indentación para determinar tiempo de fraguado.	53
FOTO N° 6 Fabricación de espécimen para resistencia a la compresión.	53
FOTO N° 7 Especimen de resistencia en ambiente de 37°C.	54
FOTO N° 8 Especimen fuera del ambiente.	54
FOTO N° 9 Prueba de resistencia a la compresión en proceso.	55
FOTO N° 10 Registro de carga aplicada .	55
FOTO N° 11 Determinando espesor de película con 15 kg. de carga.	56
FOTO N° 12 Medición de espesor de película.	57
FOTO N° 13 Especimen de solubilidad y desintegración.	57
FOTO N° 14 Realización de la prueba de solubilidad y desintegración.	58
FOTO N° 15 Frasco en campana con sulfato de calcio anhidro.	58
FOTO N° 16 Balanza analítica.	59
FOTO N° 17 Instrucciones de uso de los cementos valorados.	60

## Índice de Gráficas

	Pag.
Gráfica de Tiempo de fraguado Grupo control	67
Gráfica de Tiempo de fraguado Grupo experimental	67
Gráfica de resistencia a la compresión Grupo control	68
Gráfica de resistencia a la compresión Grupo experimental	68
Gráfica de espesor de película Grupo control	69
Gráfica de espesor de película Grupo experimental	69
Gráfica de Solubilidad y desintegración Grupo control	70
Gráfica de Solubilidad y desintegración Grupo experimental	70

## RESUMEN

### VALORACIÓN FÍSICA EN BASE A LA NORMA, DE CEMENTOS DE CARBOXILATO DE ZINC, ESTUDIO COMPARATIVO CON POLVO EXPERIMENTAL

Los cementos de policarboxilato fueron creados como una respuesta de contar con un material con buenas propiedades físicas y menor grado de agresividad hacia el diente que los cementos antecesores. Gran variedad de marcas existen en el mercado nacional, necesidades de fabricación nacional de los mismos es imperativo.

Este estudio comprende Valoración en pruebas físicas de acuerdo a la especificación nº 61 de la A.D.A. a cinco diferentes marcas comerciales de cementos de policarboxilato de zinc que están en venta en los depósitos en la Ciudad de México y valoración a un polvo experimental desarrollado en el laboratorio de Materiales Dentales con los líquidos de cada uno de los diferentes cementos, este es el grupo experimental.

Los cementos que se valoraron son: Durelon ESPE, PCA Medental, Harvard CC, Polycarboxylate SS Wite y policarboxilato de zinc de la casa Prothoplast.

Las pruebas físicas a las que fueron sometidos los cementos son pruebas estandarizadas por la A.D.A. y se realizaron siguiendo la metodología sugerida por dicha institución. Estas pruebas físicas son: Solubilidad y desintegración,

Tiempo de fraguado, Resistencia a la compresión, y Espesor de película, en las cuales exigen valores en las que los materiales deben de cumplir

Los valores requeridos son:

- Tiempo de fraguado: Máximo de 9 minutos.
- Resistencia a la compresión; Mínimo 50 MPa.
- Espesor de película: Máximo 25 micrones.
- Solubilidad y desintegración: Máximo .2% en 24 hrs.

#### Resultados

Todos los cementos cumplen con el tiempo de fraguado y solubilidad excepto el experimental con liquido de Harvard C.C. que presento mayor solubilidad, la resistencia fue menor a la norma en los cementos Prothoplast y los cementos del grupo experimental, los cementos que si cumplieron en el espesor de película fueron Durelon y Harvard C.C. El resto incluyendo el experimental no cumplieron.

Se concluye que algunos productos de policarboxilato de zinc de fabricación extranjera cumple estas pruebas físicas y otros carecen de control de calidad, y que el desarrollo experimental esta en camino de poder lograr productos con valores dentro de los exigidos por las normas de control de calidad.

## ABSTRACT

### PHYSICAL VALUATION IN ACCORDANCE WITH ESPECIFICATION FOR ZINC POLYCARBOXYLATE, COMPARATIVE STUDY EXPERIMENTAL POWDER

The zinc polycarboxylate cement was to compose like an answers choice of to have dental materials with good physical properties and low irritancy grade to the thoot that zinc Phosphate cement . Assorted marks existence being in the national market, The same is importan to needs of national fabrication.

This study has valuation in a physical test in methodology as American Dental Association in especification N° 61, of the with five differents national mark of zinc polycarboxylate dental cement that's for sale dental stores in México city, valuation as experimental powder develop in Material Dental laboratory, with the liquids of each of the differents cements .

The valuation of the dental cements are: Durelon ESPE, PCA Medental, Harvard C.C. Polycarboxylate SS White and Zinc polycarboxylate Prothoplast.

The Physical test are: Solubility and disintegration, time of setting, compressive strenght and film thickness.

The physical property requirements.

- Time of setting: 9 min maximum
- Compressive strenght: 50 MN/mm<sup>2</sup>
- Film thickness: 25 µm

- Solubility and disintegration: 0.2% by weight

## Results

All dental cements to execute with time of setting and solubility and disintegration exception experimental powder with liquid Harvard C.C. presented more solubility. The Compressive strength low specification Protoplast and cement and greater part the experimental powder.

The cement Durelon ESPE, Harvard C.C. Has the film thickness, the rests of cements and experimental powder Don't have.

The resolution is the production some of Zinc Polycarboxilate cement manufacturing in others countrys they fullfill the physical tests, others doesn't have quality control, and development experimental this of succesful in order to create products in side the required values by the quality specifications.

## Palabras clave

- Propiedades físicas
- Policarboxilato de zinc
- Resistencia a la compresión
- Solubilidad y desintegración
- Espesor de película
- Valoración Física
- Cementos desarrollo

## INTRODUCCIÓN

En años recientes la búsqueda de nuevos materiales con mejores propiedades, ha llevado hacia un aumento del interés en aquellas especies híbridas conocidas como polímeros iónicos. Como sugieren sus nombres son entidades macromoleculares que contienen uniones iónicas y covalentes. Un Grupo de estos son: los cementos de Policarboxilato de zinc, en el cual el polímero es el líquido o el ácido carboxílico (Covalente) y el polvo el que presenta las uniones iónicas.

Los cementos de Policarboxilato de zinc fueron desarrollados a fines de 1960 como un cemento adhesivo dental que pudiera combinar las propiedades de resistencia de los sistemas de fosfatos, con la aceptabilidad biológica de los materiales de óxido de zinc y eugenol. (1)

Estos cementos fueron introducidos por Smith en el año de 1968. Por ser compatible con el tejido pulpar por su poca irritabilidad y en este aspecto es comparable con el óxido de zinc y eugenol. (3)

Los cementos de Policarboxilato son sistemas de polvo y líquido. Este cemento está basado en ácido poliacrílico, en el que su adhesión depende de este, por una reacción compleja que tiene lugar con el calcio del esmalte. (6)

Originalmente, estos materiales se basan en la reacción del óxido de zinc y una solución acuosa de ácido poliacrílico. De cualquier forma, existen varias

modificaciones. Usualmente, el polvo es óxido de zinc que puede contener más de un 10% de óxido de magnesio u óxido de estaño. Otros aditivos pueden incluir silicio ó sales de aluminio y bismuto (20, 21). Por lo menos dos marcas de estos cementos contienen 4 a 5% de fluoruro estanoso, quién hace más lenta la reacción de fraguado y aumenta las características durante la manipulación. Una marca contiene ácido tánico.

Se cree que cuando el polvo y el líquido se combinan, el mecanismo productor de cemento es una reacción de iones de zinc con el ácido poliacrílico por mediación de los grupos carboxilo. El zinc también puede reaccionar con los grupos carboxilo de cadenas adyacentes de ácido poliacrílico y formar una estructura de cadena cruzada, entre los iones. Así, el cemento endurecido se compone de partículas de óxido de zinc dispersas en una matriz de Policarboxilato sin estructura. (2)

La evidencia en difracción de rayos X, demuestra que el cemento permanente es un gel amorfo conteniendo residuos de partículas de óxido. (2)

El líquido es usualmente 30 a 40% de solución acuosa de ácido poliacrílico o un copolímero de ácido acrílico con otro ácido carboxílico no saturados como, ácido itacónico, y que es presentado en diferentes viscosidades, la más baja de las cuales es utilizada para el cementado de restauraciones y la más alta para preparar bases cavitarias. La viscosidad en general, puede ser regulada variando el peso molecular del ácido, pero un efecto similar puede ser logrado variando su concentración. (2)

El peso molecular de los poliácidos es de 30 000 a 50 000. La concentración ácida varía en algún grado de un cemento a otro pero por lo regular es de 40%. con otro ácido carboxílico insaturado <sup>(19)</sup>. Biológicamente, es importante que el monómero residual sea mínimo.

Recientemente se han puesto a la venta varios cementos de Policarboxilato como sistemas de compuestos simples, en algunas marcas de este material, el ácido poliacrílico está seco y se agrega al polvo. En otra de éstas, el líquido está encapsulado como una solución débil de  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ , con ambos, se reduce la viscosidad del ácido poliacrílico y se retarda la incorporación del cemento en el momento del mezclado. En otro, se agrega agua simple a los ingredientes del polvo.<sup>(22)</sup>

En las fórmulas de cementos de Policarboxilato que traen liofilizado el ácido poliacrílico dentro del polvo, al hacer la mezcla con agua destilada se reconstituye el ácido poliacrílico.

La composición del polvo es similar a la del cemento de fosfato de zinc: básicamente óxido de zinc con algo de óxido de magnesio, este último sustituye al de estaño. Se añaden otros óxidos, como de bismuto y aluminio. El polvo también contiene cantidades pequeñas de fluoruro estañoso, que modifica el tiempo de fraguado y asegura las propiedades de manipulación, <sup>(14)</sup>

La mezcla de los polvos se sinteriza a temperatura alta a fin de reducir la reactividad y después se pulveriza en partículas finas. En la reacción hidrofraguable, el poliácido se seca al frío y ese polvo se mezcla con el del

cemento, los líquidos son agua o una solución débil de  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ . Sin embargo, la reacción de fraguado es la misma si el poliácido se seca al frío y después se mezcla con agua, o si el cemento líquido tiene una solución acuosa convencional de poliácido.<sup>(14)</sup>

Aunque la reacción de fraguado precisa no está clara, parece probable que cuando el polvo y el líquido se mezclan, el ácido ataca la superficie de las partículas de polvo con la liberación posterior de zinc, magnesio y estaño, que se unen a las cadenas de polímeros con los grupos carboxilo. Estos iones reaccionan con los grupos carboxilo de las cadenas poliácidas adyacentes, de manera que se forme una sal binaria de cadenas cruzadas, y el cemento fragua. Cuando este endurece, consta de una matriz amorfa de gel en la cual se dispersan las partículas de polvo residuales. La microestructura tiene aspecto del cemento de fosfato de zinc.<sup>(14)</sup>

En el polvo son incluidos otros óxidos metálicos para modificar la reacción de fraguado, y una versión contiene fluoruro estañoso en un intento de reducir la caries en las estructuras dentarias adyacentes. Otra fórmula incluye hasta 43% de alúmina, lo que ha permitido obtener un material compuesto como en los cementos de EBA.<sup>(10)</sup>

En la consistencia para base, la proporción polvo-líquido recomendada para la mayoría de los materiales es aproximadamente 1.5/l (polvo /líquido en peso). El cemento mezclado fresco es pseudoplástico<sup>(23)</sup>, pero bajo condiciones de manejo, como la espatulación y en la cementación de una restauración, este muestra una

consistencia delgada ( tixotropismo). Al contrario a la impresión subjetiva de que la mezcla correcta para un cemento de Policarboxilato de zinc, es más adherente que una mezcla de recubrimiento de fosfato de zinc. bajo presión influyen en el mismo grado <sup>(24,25)</sup>. Por lo tanto, la mezcla de fosfato de zinc tiende a adherirse más rápido que la mezcla de Policarboxilato de zinc <sup>(26)</sup>. Uno de los errores más comunes hecho con cemento de Policarboxilato, es hacer una mezcla de consistencia tan fluida como una mezcla de fosfato de zinc, esto resultará en el uso de una baja reacción con las consecuentes pobres propiedades en el cemento <sup>(19)</sup>.

El tiempo de trabajo es de 2.5 a 3.5 min. a temperatura de  $22 \pm 2$  °C y el tiempo de fraguado es de 6 a 9 min. a 37° C, los materiales mezclados con agua tienden a presentar tiempos de fraguado un poco mas largos. Como con otros cementos, el tiempo de trabajo puede aumentar substancialmente al mezclar el material en una loseta fría y por la refrigeración del polvo <sup>(27)</sup>. El líquido no deberá de enfriarse ya que esto estimula la gelificación debido a las uniones hidrógeno.

Para una consistencia de cementación, la fuerza de compresión de estos materiales está en el rango de 55 a 85 MPa y la fuerza de tensión de 8 a 12 MPa. En general, estos cementos tienen fuerza de compresión más baja que los cementos de fosfato de zinc, pero son significativamente más fuertes a la tensión<sup>(28)</sup>. Los cementos ganan fuerza rápidamente después del período de fraguado inicial <sup>(21,29,30)</sup>. En una hora, la fuerza es aproximadamente del 80% del valor a las 24 horas, estos datos indican una continuación lenta de la reacción de

fraguado tendiendo hacia una mayor rigidez y una consistencia más quebradiza, de cualquier forma, el cemento es mucho más quebradizo y es más tosco que los cementos de silicato, fosfato de zinc o de ionómero de vidrio <sup>(31,32)</sup>, aunque menor que un cemento de resina. La retención de coronas completas fue similar a aquellas con cemento de fosfato de zinc <sup>(33)</sup>.

El cemento de Policarboxilato de zinc es un material para base cavitaria y cementación, que tiene una adhesión específica entre los cementos de Policarboxilato y la estructura dentaria, tiene obvias ventajas cuando son utilizados como medios cementantes, en particular al esmalte y dentina, y es usado como alternativa del cemento de fosfato de zinc. Aunque son materiales muy utilizados como agentes cementantes, no tienen una tasa de fracasos demasiado elevadas. <sup>(2)</sup>

Utilizando el líquido apropiado, el cemento de Policarboxilato de zinc puede ser empleado como protector pulpar o como cemento para colocación de restauraciones rígidas. En el primer caso, la resistencia del cemento es suficiente para permitir la condensación de la amalgama y su efecto sobre la pulpa lo suficientemente poco irritante como para obviar en la mayoría de los casos la necesidad de utilizar alguna otra protección adicional. <sup>(2)</sup>

La conductividad térmica del cemento es baja, por lo que ofrece buena protección contra los estímulos térmicos transmitidos por las restauraciones metálicas. <sup>(2)</sup>

El efecto en pulpa y otros tejidos es leve, debido a la rápida elevación del pH del cemento hasta ser neutro, localización del ácido poliacrílico, la limitación de la difusión por su tamaño molecular, su unión iónica al fluido dentinario, calcio y proteínas; y el mínimo movimiento del líquido en los túbulos dentinarios en respuesta al cemento. La presencia de fluoruro estano no parece afectar la leve respuesta. Los cementos que contienen fluoruro liberan flúor hacia el esmalte <sup>(44,45)</sup> y presumiblemente tendría efectos anticariogénicos <sup>(46)</sup>.

### **Adhesión a la estructura dentaria**

La característica sobresaliente del cemento de Policarboxilato de zinc es que tiene unión química con la estructura dental. No se comprende por completo el mecanismo, pero quizá sea análogo a la reacción de fraguado, se cree que el ácido poliacrílico reacciona por medio de los grupos carboxilo con el calcio de la hidroxiapatita. El componente inorgánico y la homogeneidad del esmalte es mayor que el de la dentina. Así, la resistencia de unión es mayor que en el primero que en esta última. <sup>(14)</sup>

La adhesión específica entre los cementos de Policarboxilato y la estructura dentaria tiene obvias ventajas cuando son utilizados como medios cementantes. La adhesión es facilitada por el buen contacto que puede tomar el material con la superficie del sustrato, y la unión por hidrógeno de los grupos laterales carboxilo, sin embargo el efecto de este mecanismo disminuye cuando el cemento fragua

por eso es esencial aplicarlo contra el diente en forma inmediata para lograr el máximo de adhesión. (2)

Es de notar, sin embargo, como los policarboxilatos solo poseen capacidad de unión cuando existe gran cantidad de calcio como sucede en el esmalte. (4)

La etapa inicial, en el proceso de adhesión, es el contacto íntimo con la superficie dentaria, favorecido por la tendencia de los grupos carboxilo del poliácido a formar puentes de hidrógeno con el sustrato. Estas uniones, son progresivamente reemplazadas por uniones iónicas entre los iones de calcio del diente y los grupos carboxilos, después del desplazamiento del hidrógeno, la capacidad de los grupos carboxilo para formar uniones a través del hidrógeno puede también contribuir a formar complejos con los constituyentes orgánicos del diente. Sin embargo, la adhesión superior lograda en el esmalte sugiere que la reacción principal es con la fase inorgánico, ya que ésta constituye una proporción mayor en el esmalte que en la dentina. La adhesión del cemento de Policarboxilato de zinc a una superficie lisa es superior a la obtenida sobre una rugosa, en contraste con lo que sucede con el cemento de fosfato de zinc. Aunque los cementos de Policarboxilato son hidrofílicos, la cavidad debe estar limpia y seca para obtener óptima adhesión. La presencia de saliva reduce en forma marcada la adhesión entre el cemento y el diente. (2)

Diversas experiencias han mostrado que el tratamiento de la dentina limpia con soluciones de Brushita (fosfato ácido de calcio dihidratado), deja una delgada capa de precipitado de hidroxiapatita de calcio. Esta aumenta la resistencia de la

unión entre la dentina y el cemento de Policarboxilato a un nivel similar al obtenido entre el cemento y el esmalte. En el futuro ello puede formar parte de la técnica de manipulación de los cementos de Policarboxilato y de ionómeros vítreos. En circunstancias ideales las fallas en la unión entre el diente y el cemento de Policarboxilato deben ser de tipo cohesivo dentro del cemento, permaneciendo intacta la unión entre ambos. (2)

Desafortunadamente la adhesión al oro y a la porcelana es deficiente y cuando se desprende una restauración en general lo hace a nivel de la interfase entre el cemento y el material restaurador. Este problema puede ser solucionado en el futuro recurriendo la superficie interna de las restauraciones con una capa de un material que tenga grupos funcionales capaces de inducir adhesión específica. (3)

Hay pruebas convincentes de que este tipo de cemento se une a la estructura dentaria por adhesión. Se ha registrado un amplio margen de resistencia de unión al esmalte y la dentina. Una vez más, podemos atribuir las diferencias a las técnicas de ensayo. Sin embargo, y sin tener en cuenta los valores exactos obtenidos en estudios individuales, los resultados relativos concuerdan. (16)

Se ha evaluado la resistencia de la unión al medir la tensión por tracción necesaria para separar un cilindro de cemento de la superficie del esmalte y de la dentina. Es obvia la superioridad de la unión del cemento de Policarboxilato con el esmalte y la dentina sobre el cemento de fosfato de zinc. Señalemos que los valores para el esmalte, donde no intervino ciclo térmico alguno, no representan la

verdadera resistencia de unión. En realidad, es más elevada que esos datos, porque la mayor parte de las muestras fallaban en la cohesión, y no en la adhesión en la interfase esmalte-cemento, es decir, la resistencia de unión al esmalte superaba la resistencia a la tracción del cemento bajo la carga axial utilizada para este ensayo.<sup>(16)</sup>

Cuando las muestras sufrieron tensión térmica creando procesos cíclicos entre baños de agua con 40° C (70° F) de diferencia de temperatura, la resistencia de unión entre el cemento de Policarboxilato y la estructura dentaria disminuyó. Sin embargo, el efecto degradante no era tan grande como para el cemento de fosfato de zinc. Cuando las muestras de fosfato de zinc se sometieron a procesos cíclicos, el cemento se separaba limpia e invariablemente del diente. El hecho de que la resistencia de unión del cemento de Policarboxilato al esmalte sea mayor que en la dentina apoyaría la teoría de unión de calcio, debido a que existe una concentración más alta de apatita en el esmalte que en la dentina. <sup>(16)</sup>

### **Consideraciones biológicas.**

El pH del cemento líquido es de cerca de 1.7, y el de la mezcla recién preparada 3.0-4.0 la reacción pulpar es leve. Sin embargo, el líquido se neutraliza con rapidez con el polvo. Así, el pH de la mezcla se eleva cuando la reacción de fraguado procede. El pH de un cemento de Policarboxilato es más alto que el de un fosfato de zinc en varios intervalos de tiempo. Después de 24 hrs el pH del cemento es 5.0-6.0. Aunque la reacción pulpar es leve en comparación

con la que produce el cemento de fosfato de zinc, es aconsejable disponer alguna otra protección previa en cavidades muy profundas, en las que pueden existir exposiciones pulpares microscópicas, antes de colocar una base de cemento de Policarboxilato de zinc. No obstante la naturaleza ácida inicial del cemento de Policarboxilato, produce irritación mínima a la pulpa, a este respecto, está en la misma esfera que los cementos de óxido de zinc y eugenol. (14)

Se han Propuesto varias teorías para explicar la diferencia en la reacción de la Pulpa a los cementos de Policarboxilato y fosfato de zinc. El pH del cemento de Policarboxilato se eleva con mayor rapidez que el de fosfato de zinc. También es posible que el mayor tamaño molecular del ácido poliacrílico, en comparación con el ácido fosfórico, limite su difusión a través de los túbulos dentinarios. La tendencia del ácido poliacrílico a formar complejos con las proteínas también contribuye a su lento progreso a través de la dentina. La biocompatibilidad excelente con la pulpa es un factor importante en la popularidad de este sistema de cementos. Como en los cementos de óxido de zinc y eugenol, la sensibilidad postoperatoria es insignificante. (15)

El efecto de los Cementos de Policarboxilato de zinc en tejidos blandos y calcificados se encontró como leve (30). Numerosas investigaciones confirmaron este descubrimiento inicial. El efecto en pulpa es tanto o menor que el ZOE (41,42). Es variable la formación de dentina de reparación en pulpa expuesta (43). La biocompatibilidad general de estos materiales es excelente (20). Esto parece que en forma primaria se debe a una baja toxicidad intrínseca.

Las mayores ventajas de estos materiales es su baja irritabilidad, adhesión a superficies dentales y metálicas, de fácil manipulación, solubilidad controlada y el espesor de capa con propiedades comparables a las del cemento de Fosfato Zinc. Las desventajas son la necesidad de proporcionar exactitud para obtener propiedades óptimas por lo que su manipulación es crítica, baja fuerza compresiva y de gran viscoelasticidad, mayor que el cemento de Fosfato Zinc, menor tiempo de trabajo y las superficies potencialmente adhesivas necesitan limpiarse. (16)

### **Propiedades físicas:**

En la elección de un cemento, rige en gran medida la demanda funcional y biológica de la situación clínica particular. Si se intenta obtener un funcionamiento óptimo, las propiedades físicas y biológicas junto con las características de manipulación, es decir tiempos de trabajo y fraguado, así como facilidad de retiro de excedente, se tienen que considerar cuando se seleccione un cemento para una tarea específica. (14)

El cemento de Policarboxilato o poliacrilato, como se denomina en ocasiones, es un sistema de cementos en el que se obtiene una adhesión a la estructura dental. (14)

### Tiempo de fraguado

El tiempo de fraguado depende de la composición y el método de la fabricación del polvo y el líquido. Puede lograrse un tiempo de fraguado más rápido con temperaturas más altas. (15)

El ácido poliacrílico es un agente quelante que atrapa iones metálicos. Durante la reacción de fraguado del cemento, la capa superficial de las partículas de óxido de zinc es atacada, y los iones de zinc son quelados por los grupos carboxilos de las cadenas del ácido. Es posible que las cadenas del poliacrilato se unan transversalmente o en forma cruzada, mediante un mecanismo similar que involucra la formación de puentes por parte de la sal. El resultado de la reacción es una estructura nucleada en la cual las partículas no reaccionadas del polvo, son aglutinadas por una matriz de poliacrilato de zinc. (2)

La reacción de fraguado se produce rápidamente, pero puede ser demorada enfriando la loseta donde es realizada la mezcla o incorporando menor cantidad de polvo. Aunque es posible refrigerar el polvo, los líquidos se tienen que mantener a temperaturas ambiente normales. Temperaturas más bajas hacen que el líquido poliacrílico se espese. Los tiempos de fraguado van de 6 a 9 min, lo cual es un rango aceptable para un agente de cementación. (14) Como generalmente es suministrado un bloque de papel para realizar la mezcla, y dado que la reducción de la relación polvo-líquido, disminuye la resistencia del producto final, está permitido al clínico incorporar la cantidad óptima de polvo al líquido en

el tiempo más breve posible. Una relación polvo-líquido de alrededor de 1.5 : 1.0 en peso, es típica y la mezcla debe de ser completada en 30-40 segundos para obtener un adecuado tiempo de trabajo. Algunos fabricantes suministran, una medida para el polvo que dispensa una cantidad adecuada para mezclar con una gota de líquido. Aunque la medición del polvo en volumen no es exacta, el error cometido es probablemente pequeño con el que resulta de otras variables clínicas. La superficie de la mezcla cremosa resultante debe tener brillo cuando es utilizado el material. Si es opaca y tiende a formar filamentos al ser tocada con un instrumento, es porque la reacción ha avanzado demasiado y la mezcla deberá entonces ser desechada. Para no permitir la pérdida de agua del líquido debe ser dispensado inmediatamente antes de ser usado y no exponerlo sobre la superficie de mezcla más tiempo del necesario. (2)

La velocidad de fraguado es afectada por la relación polvo-líquido, la reactividad del óxido de zinc, el tamaño de las partículas, la presencia de aditivos, el peso molecular y la concentración del ácido poliacrílico. Para productos comerciales el tiempo de fraguado oscila entre 5 a 8 minutos. (5)

Los tiempos reglamentados por la Asociación Dental Americana en la especificación nº 61 para este tipo de cementos es de nueve minutos como máximo. (47)

### Espesor de película.

Cabe recalcar que el grosor de la película es una propiedad importante para todos los agentes de cementación. Cuando se mezclan los del carboxilato en la proporción polvo-líquido adecuada, son más viscosos que una mezcla similar de cemento de fosfato de zinc. Sin embargo, en el aspecto reológico este último se clasifica como un líquido newtoniano, mientras la mezcla de Policarboxilato es pseudoplástica. Los materiales pseudoplásticos sufren adelgazamiento con el aumento en el grado tangencial, como ocurre con la espatulación y colocación del vaciado. Así, a pesar de su aspecto viscoso, estos cementos son capaces de formar películas de  $25\mu$  o menos. (14) Es decir, cumple con los requisitos que se han establecido para la cementación de los colados de ajuste de precisión. El aspecto viscoso del cemento es engañoso ya que no es más difícil asentar un colado de ajuste preciso con cemento de Policarboxilato que con un cemento de fosfato de zinc. Este fenómeno está relacionado con las propiedades reológicas del cemento. El cemento de Poliacarboxilato se comporta como un material pseudoplástico.

El cemento de Policarboxilato experimenta un aumento inicial lento en la viscosidad, lo que permite suficiente tiempo para colocarlo sobre las restauraciones y llevar estas a posición sobre las preparaciones dentarías. Este último procedimiento es facilitado por la gran capacidad que tiene el material para fluir. Estas propiedades en conjunto, posibilitan el uso de una elevada relación

polvo-líquido en la mezcla a utilizar para cementado, lo que brinda una mayor resistencia y menor solubilidad. (2)

El cemento presta su utilidad como material cementante en restauraciones tipo incrustación, teniendo en cuenta que la preparación cavitaria posea esmalte suficiente en todo el ángulo cavo superficial biselado. (4)

Esta contraindicado en la cementación de la corona completa, pues la preparación dentaria no presenta esmalte suficiente. El cemento de Policarboxilato ha cedido el paso al cemento de ionómero de vidrio. (4)

Como en todos los cementos el espesor mínimo que exige la Asociación Dental Americana en la varias especificaciones incluyendo la No. 61 que es para cementos de policarboxilato es de 25  $\mu\text{m}$  como máximo. (47)

### **Resistencia a la compresión.**

La resistencia compresiva del cemento de Policarboxilato de zinc es comparable a la del cemento de fosfato de zinc, alrededor de 90  $\text{MN}/\text{m}^2$  mientras que la resistencia traccional es mayor con 14  $\text{MN}/\text{m}^2$ , en comparación con los 5  $\text{MN}/\text{m}^2$  del fosfato de zinc. la resistencia final depende de la relación polvo-líquido, siendo mayor cuanto más polvo sea incorporado a la mezcla, la concentración y el peso molecular del ácido poliacrílico en el líquido también influyen sobre esta propiedad. Así el líquido de baja viscosidad que es utilizado para preparar una mezcla para cementado, produce una masa final más débil que la obtenida con el líquido más viscoso utilizado para bases cavitarias. (2)

Es menos rígido que el fosfato de zinc, siendo su módulo de elasticidad menos de la mitad que el de este último, además, no es tan frágil como el de fosfato de zinc, lo que hace más difícil retirar el excedente. (14)

Sin embargo, la resistencia de los cementos de Policarboxilato es menos sensible a las pequeñas fluctuaciones de la proporción polvo-líquido que el cemento de fosfato de zinc. La resistencia aumenta con la relación polvo-líquido alcanzando el máximo aproximadamente con una relación 2 : 1 en peso, y aumenta también con el agregado de aditivos tales como la alúmina y el fluoruro estañoso. (5)

Al reducir a un tercio la cantidad recomendada de polvo en la mezcla de cemento de Policarboxilato se reduce la resistencia casi hasta 50 kg./cm. (8700 psi), o alrededor de 9%. Asimismo, una reducción similar en la cantidad de polvo incorporado a la mezcla de fosfato de zinc reduce la resistencia hasta un 35% en comparación con la que se obtiene con la proporción recomendada. (14)

La especificación exige un mínimo de resistencia de 50 MPa / cm<sup>2</sup> que es lo mismo a 510 Kg/cm<sup>2</sup>. (47)

### **Solubilidad**

La solubilidad de los cementos actuales en agua destilada cuando ésta se determina por un método científico de pérdida de peso (18), se extiende de menos de 0.1% a 0.6%. Los últimos valores altos se relacionan particularmente con los cementos que contienen fluoruro estano. El fluoruro efectivo liberado, puede

obtenerse sin efectos substanciales en las propiedades mecánicas del cemento. Existe una captación significativa de fluoruro por el esmalte. La solubilidad de este cemento es mas alta en soluciones de ácidos orgánicos, especialmente a pH bajo, si el ácido tiene poder quelante.

Estudios recientes de solubilidad tienen resultados conflictivos, uno presenta resultados menores que el cemento de Fosfato Zinc, y el otro al revés (11,17). Estudios clínicos de 3 a 5 años acerca de la exactitud de las restauraciones realizadas, presentan pequeñas diferencias entre los cementos de Fosfato Zinc y cementos de Policarboxilato, excepto por que posiblemente existe una tendencia ligeramente mayor a la falla cuando existe mucha tensión en la interfase del cemento (34,35). Una evaluación in vivo mostró filtración marginal en los dos tipos de cemento y peores resultados para cemento EBA alúmina (36). Datos de la cementación de brackets y bandas de ortodoncia indican un resultado similar al cemento de Fosfato Zinc (37,38,39). Estos datos sugieren una ejecución en clínica adecuada para los cementos de Policarboxilato como agentes cementantes. De esta manera, reportes ocasionales indican que el cemento se disolvió bajo restauraciones temporales, lo que se atribuye principalmente a mala manipulación y también a una baja relación polvo-líquido para ganar tiempo de trabajo, por lo que se pierden propiedades y aumenta la solubilidad (40).

La especificación le exige un porcentaje de solubilidad máximo de 0.2 % por peso. (47)

El factor principal en la popularidad de este sistema de cemento es su excelente compatibilidad biológica con la pulpa. Como para los cementos de óxido de zinc y eugenol la sensibilidad postoperatoria es casi nula cuando el cemento de Policarboxilato se usa como agente cementante o base. (16)

Se han realizado estudios de cementos de Policarboxilato de zinc, Mitsuhiro Tsukiboshi en 1984 realiza un estudio donde determina tiempo de fraguado, espesor de película, solubilidad y desintegración con la metodología descrita en la norma No 8 de la A.D.A. en la cual el procedimiento es igual al descrito en la norma no 61 de la A.D.A, y resistencia a la compresión a los cementos Hy-bond, Polycarboxylate, Carbo cement y Shofu Dental, agregando al polvo diferentes concentraciones de fluoruro tánico ( F.T.) encontrando un aumento en tiempo de fraguado de 6:30 min. en su grupo control hasta 38 min. con agregado de 50%, de F. T., en solubilidad los resultados fueron: grupo control .033 % y con de F.T. del 50% fue de 2.0 %, y el espesor de película fue en el grupo control 24 micrones y el espesor mayor que se reporto fue de 26 micrones en el agregado de 20 % de F.T.. Los valores de resistencia a la compresión aumento solamente con el agregado de 15% de fluoruro tánico ( grupo control 64 MPa, 15% de F.T. 76 MPa ) y en las concentraciones mayores bajo esta considerablemente. (48)

Mcintyre-FM, Sorensen-SE, Carter-JM, Johnson-RR, realizaron en 1994, un estudio sobre el efecto de espesor de película sobre la fuerza de unión de un cemento de Policarboxilato, este estudio examino la fuerza de unión del cemento de Policarboxilato cuando se utilizó para cementar muestras de aleación de oro a

dentina. El espesor de película se controló, y varió, sobre un rango de 10 a 150 micrones, la tensión y la fuerza constante de unión se midieron, y fueron contrarios a los resultados previstos, había un aumento en la fuerza de unión, cuando el espesor de película aumento. En este estudio la fuerza de unión del cemento de Policarboxilato lo relaciona con el espesor de película evaluado en relación al valor clínicamente significativo de 50 micrones sobre el rango de espesor de 150 micrones. (7)

Akinmade-AO, Nicholson-JW, realizaron en 1995 un estudio sobre el efecto de una capa de espesor de adhesivo sobre la fuerza de unión de un cemento dental de Policarboxilato de zinc, este estudio informa el efecto de variantes de espesor de un cemento dental comercial de Policarboxilato de zinc en la adhesión metal a metal adhesión única. El espesor se controló externamente en un aparato especialmente diseñado, antes que por la inclusión de esferas de vidrio isodimensional. Como se ha dicho anteriormente los resultados muestran que en ambos, la tensión de la fuerza de unión y el modo de fracaso del cemento son influidos por el espesor de la capa de cemento de las uniones. De aquí en adelante estos resultados confirman hallazgos previos que hay un espesor optimo para la capa de policarboxilato de zinc. Ellos también muestran que el fracaso es más probable que sea coherente con una capa más gruesa. Han sido también obtenidos estos análisis mostrando que las uniones fracasaron en la interfase en medio de la capa de cemento y la etapa de unión en la capa de espesores adhesivos en la capa por debajo de 100 micrones. Mostrando como resultado:

Resistencias altas en las uniones afianzadas con capas adhesivas de gomas de policarboxilato. Por otra parte las uniones más gruesas fracasaron coherentemente dentro de la capa adhesiva a causa de contribuciones mayores de tensiones en estas uniones. (8)

Bansal-RK, Tewari-US, Singh p, Murthy -DU, realizaron en febrero de 1995 un estudio sobre la influencia de la criolita en las propiedades del cemento de policarboxilato.

El óxido de zinc, el componente inorgánico del cemento del policarboxilato se mezcló con el relleno de criolita ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ) en diversas proporciones desde 10% a 50%. Estas combinaciones de polvo se mezclaron con ácido poliacrílico en tres relaciones de polvo-líquido, 1:1, 1.5:1, y 2:1. Las propiedades físicas de los cementos resultantes, tal como tiempo de trabajo, resistencia a la compresión y diametral se determinaron. Se observó que el tiempo de fraguado aumentó con un aumento en el contenido de criolita. La resistencia de fuerzas compresivas también aumentará dos veces con una concentración de 20% de criolita. (9)

Strutz -JM, White -SN, Yu- Z, Kan -CL, realizaron en agosto de 1994 un estudio sobre una superficie cemento-metal con interacciones físicoquímicas sobre el espesor de película. El bajo espesor de película es crítico para los casos clínicos de cementado de piezas fundidas. Un grupo control de agentes cementantes se colocaron entre dos placas de vidrio, como se describe por la Asociación Dental Americana, especificaciones No. 8, 61, y 66. Los materiales seleccionados fueron, cemento de fosfato de zinc, cemento de Policarboxilato,

cemento de iónomero de vidrio, cemento de iónomero de vidrio con una resina compuesta híbrida y un cemento de resina, con una aleación tipo III de oro, una aleación noble de metal cerámico y una aleación base de metal cerámico. El tipo de cemento tuvo mayor influencia sobre el espesor de película, que el tipo de metal a los que fueron cementados. Un cemento de iónomero de vidrio produjo espesores de película más bajos que otros tipos de cementos, y una aleación noble de metal cerámico creó espesores de película más bajos que otros tipos de metal. Las especificaciones de la Asociación Dental Americana donde habla de los espesores de película no indica precisamente el uso normal del cemento. (10)

Matsumura -H, Sue yoshi -M, Tanaka -T Atsuta -M, realizaron en febrero de 1993 un estudio sobre la Radiopacidad de Cementos Dentales. La radiopacidad del fosfato de zinc, Policarboxilato y iónomero de vidrio se determinaron cementando materiales dentales y los valores se compararon con los del substrato del diente. las radiografías de las muestras de 2 mm de grosor se tomaron junto con el diente dividido y el paso puro de aluminio, la densidad radiográfica de las muestras se midió usando un densitómetro y expresando en condiciones de equivalencia al espesor del aluminio, por espesor de unidad del material. Todos los cementos de fosfato de zinc y Policarboxilato mostraron valores mayores de radiopacidad que los del esmalte mientras que un material de iónomero de vidrio mostraron valores de radiopacidad menores que los de dentina un valor mayor de 3.5 de radiopacidad puede ser deseable para la detección de

cementos o de su distinción de estructuras dentarias cariadas en la radiografía dental. (12)

Drummond -JI, Robledo -J, García -L, Toepke -TR, realizaron en enero de 1993 un estudio sobre la conductividad térmica de los cementos como materiales de base.

Este estudio se diseñó para determinar el más eficiente sistema de material restaurativo-dentina-cemento para minimizar sensibilidad a cambios de temperatura, caliente (58°C) y frío (4°C). Dientes molares humanos extraídos se usaron para conducir el experimento utilizando una clase I estándar y una preparación oclusal de 3.5 mm de diámetro con espesor de dentina permanente de 0.5 o 1.0 mm y un control de espesor de dentina de 2.0 mm. Un aparato termopar se utilizó con un bioelectrodo montado sobre el techo de la cámara pulpar y otro en la superficie oclusal de la muestra el cemento de óxido de zinc y eugenol, fosfato de zinc, iónomero de vidrio y Policarboxilato de zinc, con un espesor de unos 0.5 mm a 1.5 mm. El análisis estadístico consistió en un análisis de un solo sentido de varianza que sigue por una múltiple prueba de comparación de medios. Para muestras calentadas de cemento y dentina únicamente. El óxido de zinc y eugenol fué el menos efectivo con poco aumento de temperatura. Cuando el frío se aplicó, el óxido de zinc y eugenol fué el más efectivo. Estadísticamente en la aplicación fría de los otros tres cementos, fosfato de zinc, iónomero de vidrio y cemento de policarboxilato de zinc y los 2 mm de dentina los resultados fueron los mismos en el cambio mínimo de temperatura. Cuando se

restaurado con amalgama el diente, el iónomero de vidrio y el óxido de zinc y eugenol eran más efectivos en el cambio de temperatura en dientes frescos. En dientes calentados, todos los resultados de los cementos eran idénticos a excepción del óxido de zinc y eugenol, que era el menos efectivo en dientes restaurados con resina compuesta, todos los resultados en los cementos y dentina eran idénticos en los cambios de temperatura, caliente o frío. (13)

## **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

Existen en el mercado nacional materiales de uso dental como lo es el cemento de policarboxilato de zinc, estos cementos son de origen extranjero, esto nos hace tener una dependencia de otros países en lo que se refiere a consumo de este material. Se piensa que como son productos de procedencia extranjera, la producción destinada a nuestro país no cuenta con la calidad establecida por las normas internacionales y como en nuestro país no se producen este tipo de materiales se tiene que seguir empleándolos. Continuando con las necesidades de desarrollo y producción de este tipo de materiales en nuestro país.

## **JUSTIFICACIÓN**

Se pretende en este estudio realizar un control de calidad a cinco productos de cemento de policarboxilato de zinc para determinar si la calidad que poseen estos productos es la exigida por las normas internacionales

Un control de calidad extra a un polvo de carboxilato de zinc desarrollado en el laboratorio de investigación de materiales dentales de la Facultad de Odontología de la U.N.A.M. y en base a los resultados poder realizar transferencia de tecnología a fabricantes para que haya producción nacional de estos productos, y así mismo tener experiencia en la técnica que se realiza en el control de calidad de cementos dentales.

## **HIPÓTESIS**

Los cementos de polycarboxilato de zinc que son sometidos a pruebas de control de calidad en este estudio, tienen los valores mínimos de aceptación de pruebas físicas establecidas en las normas internacionales y lo cumple el polvo experimental combinados con los diferentes líquidos de polycarboxilato de zinc, para considerarlos con una calidad aceptable.

## **OBJETIVO DEL ESTUDIO**

- Realizar los controles de Calidad de acuerdo a la especificación N° 61 de la Asociación Dental Americana a cinco cementos de policarboxilato de zinc de origen extranjero y un polvo de policarboxilato de zinc aleatorio con los líquidos de los policarboxilatos de origen extranjero desarrollado en el laboratorio de Investigación de Materiales Dentales de La F.O. U.N.A.M.

## **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Realizar pruebas de resistencia a la compresión a 5 policarboxilatos y un polvo experimental con cada uno los líquidos de los 5 policarboxilatos.

- Realizar pruebas de espesor de película a 5 policarboxilatos y un polvo experimental con cada uno los líquidos de los 5 policarboxilatos.

- Realizar pruebas de solubilidad y desintegración a 5 policarboxilatos y un polvo experimental con cada uno los líquidos de los 5 policarboxilatos.

- Realizar pruebas de tiempo de fraguado a 5 policarboxilatos y un polvo experimental con cada uno los líquidos de los 5 policarboxilatos.

- Realizar publicaciones del estudio en base a los resultados obtenidos del estudio.

- Dar testimonio de que se esta trabajando en el desarrollo de productos Dentales Nacionales.

## **MATERIALES Y MÉTODO:**

### **MATERIAL:**

- Cinco juegos de policarboxilato de zinc ( PCA Medental ) N° de lote 060895
- Cinco juegos de policarboxilato de zinc ( Prothoplast ) carece de N° de lote
- Cinco juegos de policarboxilato de zinc (Polycarboxylate SS. White) N° de lote 60155
- Cinco juegos de policarboxilato de zinc ( Durelon ESPE ) N° de lote 02822186
- Cinco juegos de policarboxilato de zinc ( Harvard C.C. ) N° de lote 2211095004

foto 1

- 200 gm. de polvo de carboxilato experimental (Desarrollado formula confidencial)

foto 2

### **INSTRUMENTOS Y EQUIPO:**

Son los requeridos por la norma

- Maquina de pruebas universal Instron.
- Hacedores de muestras de 12 mm de largo x 6 mm de diámetro.
- Hacedores de muestras para tiempo de fraguado
- Hacedor de muestras de 1 mm de grosor X 20 mm de diámetro interno
- Aguja de Gilmore con agujas indentadoras de varios mm. de diámetro.
- Balanza analítica ohaus.
- Caja ambientadora de 37°C y humedad de 30%

- Loseta de vidrio.
- Espátula tarro.
- Prensas de presión.
- Cronometro.
- Aparato con 15 Kg de carga aproximadamente.
- Estufa Hanau
- Horno para temperatura hasta 220 °C
- Frascos de vidrio boca ancha
- Campana de desecado con silica gel
- Carburo de silicio de grano N° 240
- Alambre de ortodoncia N° 8

## Muestra

Las Unidades de investigación fueron los sugeridos por la especificación N° 61 de la Asociación Dental Americana: cinco especímenes para resistencia a la compresión, dos frascos con dos especímenes cada uno para solubilidad y desintegración, tres especímenes para espesor de película y tres especímenes para tiempo de fraguado de cada uno de los cementos de policarboxilatos y polvo experimental con cada uno de los líquidos de cada policarboxilato y se realizaron de acuerdo a dicha especificación.

### **Criterios de Inclusión:**

- Cemento de policarboxilato marca Carboxilato de zinc PCA
- Cemento de policarboxilato marca Durelon ESPE
- Cemento de policarboxilato marca Prothoplast
- Cemento de policarboxilato marca SS White
- Cemento de policarboxilato marca Harvard C.C.
- Polvo experimental desarrollado
- Especímenes de Cemento de Policarboxilato de zinc.
- Especímenes fraguados
- Especímenes de 12 x 6
- Especímenes de 1 x 20

### **Definición de Variables:**

- Los cementos de Policarboxilato de zinc
- La mezcla constituida por un polvo y un líquido
- La calidad de los cementos en base a:
  - Resistencia
  - Solubilidad y desintegración
  - Tiempo de endurecimiento
  - Espesor de película

### **Operacionalización de variables:**

#### *Variables independientes:*

- Los cinco cemento de policarboxilato de zinc
- El polvo experimental de Cemento de policarboxilato de zinc

#### *Variables dependientes:*

- La resistencia a la compresión
- La solubilidad y desintegración
- El espesor de película
- El tiempo de fraguado

## MÉTODO

Será experimental, aleatoria y observacional en cada una de las bases, el método, técnica y medios para el análisis son los descritos en la especificación no. 61 de la ADA ( Asociación Dental Americana) para cementos de Policarboxilato de zinc en el renglón tiempo de fraguado, resistencia a la compresión, espesor de película y solubilidad y desintegración.

El estudio estuvo comprendido en dos partes:

La primera parte comprende : La realización de pruebas de control de calidad como son: Tiempo de fraguado, resistencia a la compresión, espesor de película y solubilidad y desintegración a cinco policarboxilatos de zinc: Carboxilato de zinc PCA, Durelon ESPE, Prothoplast, SS White , Harvard C.C. ( Grupo control).

La segunda parte comprende: La realización de pruebas de control de calidad a el polvo experimental desarrollado en el laboratorio de materiales dentales de la F.O. U.N.A.M. , dicho polvo será mezclado con cada uno de los líquidos de los productos de la primera parte ( Grupo experimental ).

ESPECIFICACIÓN No. 61 ANSI / ADA PARA CEMENTOS DE  
POLICARBOXILATO DE ZINC

**1. Propósito y clasificación:**

**1.1. Propósito.** Esta especificación es para cemento de Policarboxilato de zinc usado en odontología restauradora como base para otros materiales de obturación, o para cementación de restauraciones o aparatos.

**1.2. Tipos Y Clases.** Solo un tipo de cemento es especificado.

**2. Especificaciones aplicables.**

**2.1. Especificaciones.** Reactivos químicos, Washington. D.C., de la sociedad química americana, 1960, pag. 9, debe aplicarse para la prueba de contenido de arsénico ( 4.3.6.) la edición más reciente de Reactivos químicos fué publicada en 1975.

**3. Requisitos.**

**3.1. Material.** El cemento de Policarboxilato de zinc debe de consistir en un polvo y un líquido, o en un polvo para mezclarse con agua. Al mezclarse de acuerdo con las instrucciones del fabricante, el material debe de endurecer

**3.2. Líquido.** ( Para materiales provistos con el ácido poliacrílico en el líquido)

**3.2.1. Condición.** El líquido deberá ser claro y no deberá haber depósitos o sedimentos en el interior del contenedor.

**3.2.2. Volumen.** El líquido debe ser provisto en la cantidad necesaria para combinarse con la cantidad total de polvo en un contenedor del tamaño de una

porción total, al mezclarse de acuerdo con la consistencia recomendada para cementación por el fabricante.

### 3.3. Polvo.

**3.3.1. Condición.** El polvo deberá estar libre de partículas extrañas ajenas al material, si se tiene pigmento, éste deberá estar uniformemente disperso en todo el polvo.

### 3.4. Cemento no fraguado.

**3.4.1. Espatulación.** Los cementos, cuando son espatulados según instrucciones del fabricante, no deberá formar grumos o gránulos ni desprender gases.

**3.5. Contenido de Arsénico.** La limitación en el contenido de arsénico deberá ser como se enlista en la tabla.

**3.6. Propiedades físicas.** Los requisitos para tiempo de fraguado, resistencia a la compresión, espesor de película, y solubilidad y desintegración, deben ser como se enlista en la tabla N° 1.

**TABLA N° 1 DE PROPIEDADES FÍSICAS REQUERIDAS**

<b>tiempo de fraguado a 37°C</b> 9 min máximo	<b>Resistencia a la compresión.</b> mínima a 24 hrs 50 MN/ m <sup>2</sup>	<b>Espesor de película</b> máximo (µm) 25	<b>Solubilidad a 24 hrs.</b> 0.2 % por peso	<b>Contenido de arsénico</b> 0.0002 % por peso
--------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------	------------------------------------------------	------------------------------------------------------

**3.7. Instrucciones.** Las instrucciones para preparamiento y manipulación en las consistencias de cementación y bases, deben incluir información concerniente al tipo de loseta de mezcla, proporción polvo-líquido, método de mezcla, tiempo de mezcla, máximo tiempo de trabajo entre el final de la mezcla y el asentamiento del aparato. El método para el tiempo de trabajo. debe de ser declarado. ( TABLA N° 2 )

#### **4. Muestreo, Inspección y procedimiento de prueba.**

**4.1. Muestreo.** Tres contenedores de material deben ser obtenidos en un comercio dental, para probar el cumplimiento de ésta especificación. Inspección debe de usarse inspección visual para determinar el cumplimiento de los requisitos delineados en 3.1 3.2.1 3.3.1 3.4.1 3.7 y 5

#### **4.3. Procedimiento de prueba.**

**4.3.1. Preparación de muestras de prueba.** La preparación de todas las muestras de prueba debe ser hecha a  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  y  $50 \pm 10\%$  de humedad relativa. La preparación polvo-líquido y la técnica de mezcla, según lo recomendado por el fabricante en la sección 3.7 para cementación, deberá usarse para obtener la mezcla estándar de cemento para la preparación de todas las muestras de prueba. (foto 3)

Cuando la mezcla sea completada, no deben quedar en el block de mezcla partículas de polvo ni de líquido sin usar.

**4.3.2. Tiempo de fraguado.** Un anillo mantenido a temperatura ambiente y aproximadamente de 4.8 mm de altura, 11.1 mm de diámetro externo y 9.5 mm de

diámetro interno debe ser colocado sobre una loseta plana de vidrio y llenarse con una porción de la mezcla estándar de cemento. Dos minutos después del inicio de la mezcla, la muestra debe ser transferida a una atmósfera de 95% a 100% de humedad relativa a  $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ . (foto 4) 2 ½ minutos después de iniciada la mezcla, una aguja de Gilmore, estándar con peso de 4.45 newton (453.6g) y con un extremo de 1.06 mm de diámetro debe ser bajada verticalmente sobre la superficie horizontal del cemento. Este debe ser repetido a intervalos de medio minuto.

(foto 5)

El tiempo de fraguado a  $37^{\circ}\text{C}$  es el número de minutos transcurridos desde el inicio de la mezcla, hasta el tiempo en que la aguja falle en hacer un círculo perceptible sobre la superficie de la muestra cuando se le permite descansar encima bajo su propio peso. El tiempo de fraguado debe ser reportado como un promedio de tres determinaciones, al minuto más cercano.

**4.3.3. Resistencia a la compresión.** Las muestras de prueba deben ser cilindros de 12 mm. de altura, 6 mm de diámetro. Los extremos de las muestras deben ser planas, lisas, paralelas, formando ángulo recto con el eje longitudinal del cilindro. Puede usarse un molde ranurado. Los moldes deben acondicionarse a  $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$  y deben estar hechos de una sustancia que no reaccione con el cemento. El molde puede ser recubierto con un material apropiado para la liberación del material. El molde debe de colocarse sobre una platina plana forrada con poliestireno y sobrellenarse ligeramente con una porción de la mezcla estándar de cemento

dentro de los dos minutos de haber comenzado la mezcla. (foto 6) Una segunda platina plana debe ser presionada en la parte superior del molde y las platinas deben ser fuertemente presionadas con una grapa en c. Dos y medio minutos después de iniciada la mezcla, el material debe ser transferido a una atmósfera de 95 a 100 % de humedad relativa a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ . (foto 7)

Una hora después los extremos del cilindro de cemento deben ser desgastados en forma plana, en ángulos rectos al eje, usando papel de carburo de silicio de grano 240. Las muestras de prueba deben mantenerse húmedas durante el desgaste y rotadas un cuarto de vuelta después de unos cuantos tallados. Después de desgastarlas, las muestras deben removerse del molde (foto 8) y almacenarse en agua destilada a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ . El lapso de tiempo entre el inicio de la mezcla y la relación de medición de la resistencia a la compresión debe de ser de 24 horas. Un pequeño pedazo de papel secante húmedo (aproximadamente .5 mm de grosor) debe ser insertada entre los extremos de las muestras y las platinas de la maquina de prueba. (foto 9) Las muestras húmedas deben ser cargadas a una velocidad de la cabeza de .5 mm por minuto. El valor de la resistencia a la compresión debe reportarse como el promedio de 3 o más de un lote de 5 muestras y debe ser reportado al más cercano a  $1 \text{ MN/m}^2$ . (foto 10) Si los valores para muestras individuales caen más del 15% por debajo del promedio de las 5, deben ser descartadas y el promedio de las muestras restantes es el que se debe reportar. En el caso de que más de 2 de las muestras sean eliminadas, la prueba debe de repetirse.

**4.3.4. Espesor de película.** Una porción de la mezcla estándar del cemento debe ser colocada entre dos placas de vidrio planas, cuadradas, de grosor uniforme. La superficie de las placas entre las que el cemento se esparce debe ser aproximadamente  $200 \text{ mm}^2$ . Uno y medio minutos después de que la mezcla se inicio, una carga de  $147 \text{ N}$  (  $15 \text{ kg.}$  ) debe aplicarse verticalmente sobre la placa superior. (foto 11) Diez minutos después de que la mezcla se inicio debe determinarse el grosor de las dos placas con la película de cemento entre ellas. (foto 12) La diferencia en el grosor de las dos placas, con y sin la película de cemento, debe de considerares como el espesor de la película.

Un promedio de 3 pruebas debe ser reportado a lo más cercano a 5 micrones.

#### **4.3.5. Solubilidad y desintegración.**

Medio milímetro de una mezcla estándar de cemento debe ser colocado en un anillo ranurado de acero inoxidable ( diámetro interno  $20 \text{ mm.}$  y  $1.5 \text{ mm}$  de espesor ) que se encuentra sobre una delgada hoja de polietileno respaldada por una placa plana de vidrio. Otra placa de vidrio plana, forrada con una hoja delgada de polietileno, debe usarse para presionar el cemento en el anillo. Al irse formando las muestras, una pieza de alambre fino resistente a la corrosión ( tal como el platino ), y el cual ha sido previamente pesado, debe colocarse en el cemento suave para proveer un medio conveniente de sostener las muestras. (foto13) Dos y medio minutos después del inicio de la mezcla, las placas y el cemento se colocan por una hora en una atmósfera con humedad relativa de 95 a

100% a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ . Después de una hora, las muestras deben ser retiradas del horno, removidas de los anillos y cualquier exceso de material o suelto, removerse cuidadosamente. Dos muestras deben ser pesadas y suspendidas por el alambre incluido, en cada una de dos frascos los cuales se han llevado previamente a peso constante, después de calentamiento a  $150^\circ\text{C}$  y enfriamiento a temperatura ambiente en un desecador las muestras deben ser sumergidas inmediatamente vaciando 5 ml. de agua destilada en los frascos ya pesados, las cuales deben ser almacenados por 23 horas a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ . (foto 14) Las muestras deben de removerse del agua, no debe de haber evidencia de crecimiento de cristales en la superficie de las muestras. El agua debe evaporarse de la frasco una temperatura justo abajo de  $100^\circ\text{C}$ . El frasco debe entonces pesarse a  $150^\circ\text{C}$  a peso constante. Después de enfriarlo a temperatura ambiente en un desecador conteniendo sulfato de calcio seco o silica gel ( recientemente secada a  $130^\circ\text{C}$  ) (foto 15). El frasco y su contenido deben ser pesados con una exactitud de 0.2 mg. El ciclo de calentamiento del frasco, el enfriamiento del mismo y repesado debe repetirse hasta que la perdida de cada frasco no sea más de 0.5 mg en cualquier periodo de 24 horas. La diferencia entre el peso final del frasco y su peso inicial, será la cantidad de desintegración. La ganancia en peso dividida por el peso de las muestras 100 veces, da el porcentaje de desintegración. El promedio de pruebas duplicadas ( 2 frascos pesados cada una conteniendo dos muestras) debe reportarse al mas cercano al 0.1 %. (foto 16)

#### **4.3.6 Contenido de Arsénico.**

Un gramo de cemento endurecido, obtenido de una muestra de 24 horas de existencia que ha sido almacenada en un contenedor seco y hermético, debe ser pulverizado para que pase a través de un tamiz de 200 ( abertura de 74 mm. ). La muestra pulverizada debe ser en 100 ml. de agua destilada sobre un baño de vapor por media hora. El filtrado debe ser usado en la prueba de arsénico soluble en agua.

La prueba para arsénico debe conformarse a lo designado en reactivos químicos, Especificaciones de la Sociedad Química Americana (2.1) o deberá determinarse usando una técnica analítica de similar exactitud.

(\* Esta prueba no se llevo a cabo por no contar con el equipo necesario para la realización de la misma )

#### **5. Preparación para la entrega.**

**5.1 Empaque.** Deben estar bien serrados y hechos de un material que no contamine o permita la contaminación del contenido.

**5.2 Instrucciones para uso.** Cada paquete deberá acompañarse de instrucciones de uso e incluir información estipulada en la sección 3.7 (foto 17)

### **5.3 Marcaje.**

**5.3.1 Números de lote.** Cada contenedor de polvo y cada contenedor de líquido deben ser marcados inmediatamente con un número de serie o una combinación de números que se refieran a los registros del fabricante para cada lote en particular de polvo o líquido.

**5.3.2 Fecha de fabricación.** La fecha de fabricación ( Mes, día, año ) deberá indicar con un número de seis dígitos marcado en el empaque o contenedor en el cual será. Los primeros dos dígitos indican el mes los segundos dos el día y los terceros dos el año.

**5.3.3 Cantidad neta y volumen.** La cantidad neta de polvo debe ser expresada en gramos. El Volumen neto de líquido debe estar indicado en mililitros o la cantidad en gramos en el contenedor

**Análisis estadístico:** Se obtuvo media aritmética y desviación estándar.

**Tabla N° 2 de proporciones y tiempos indicados por el fabricante que se emplearon para la preparación de los especímenes**

Producto	Relación Polvo-Líquido	Tiempo de mezcla
Prothoplast	1.5 g. / 1 g.	30 segundos
PCA Medental	1 g. / 0.5 g.	30 segundos
SS White	1 g. / 0.5 g.	30 segundos
Harvard C.C.	2.9 g. / 1 g.	30 segundos
Durelon ESPE	1.5 g. / 1 g.	30 segundos
Polvo Experimental con líquido de Prothoplast	1.5 g. / 1 g.	30 segundos
Polvo Experimental con líquido de PCA Medental	1 g. / 0.5 g.	30 segundos
Polvo Experimental con líquido de SS White	1 g. / 0.5 g.	30 segundos
Polvo Experimental con líquido de Harvard C.C.	2.9 g. / 1 g.	30 segundos
Polvo Experimental con líquido de Durelon ESPE	1.5 g. / 1 g.	30 segundos

Todos las mezclas de los diferentes cementos y las combinaciones de los líquidos de estos con el polvo experimental valorados se realizaron en loseta de vidrio como lo estipulan todos los fabricantes de dichos productos.

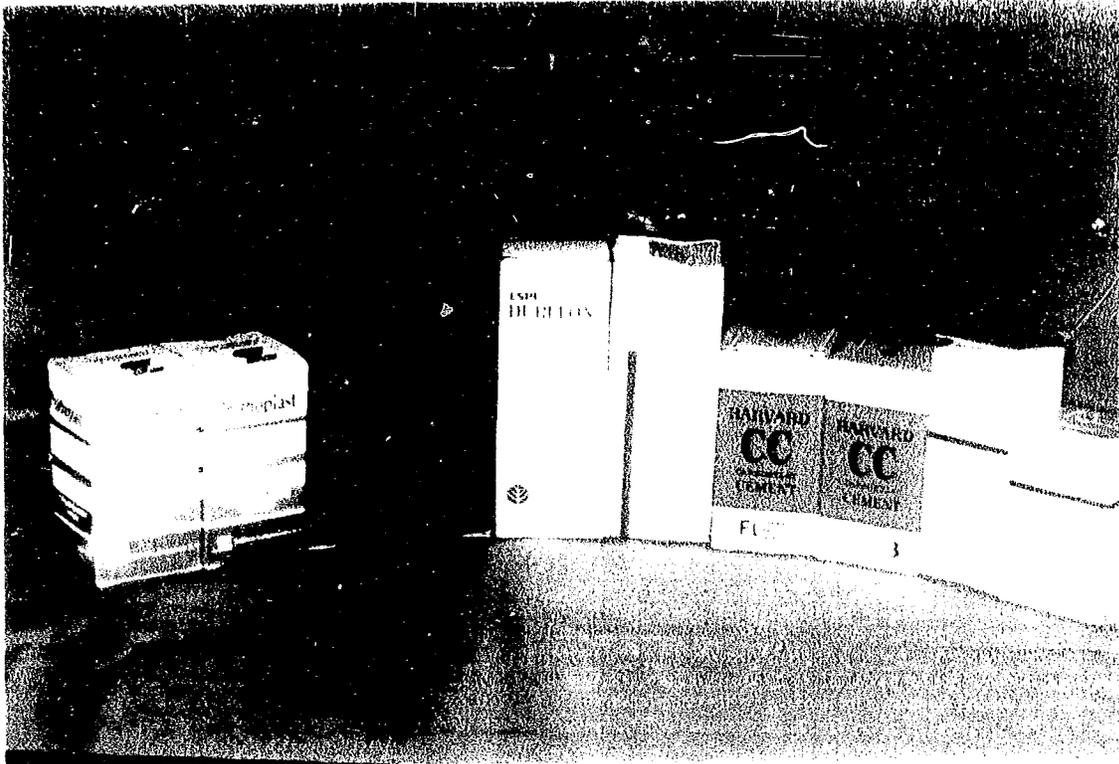


Foto N°1 Cementos a base de policarboxilato de zinc valorados en el estudio.

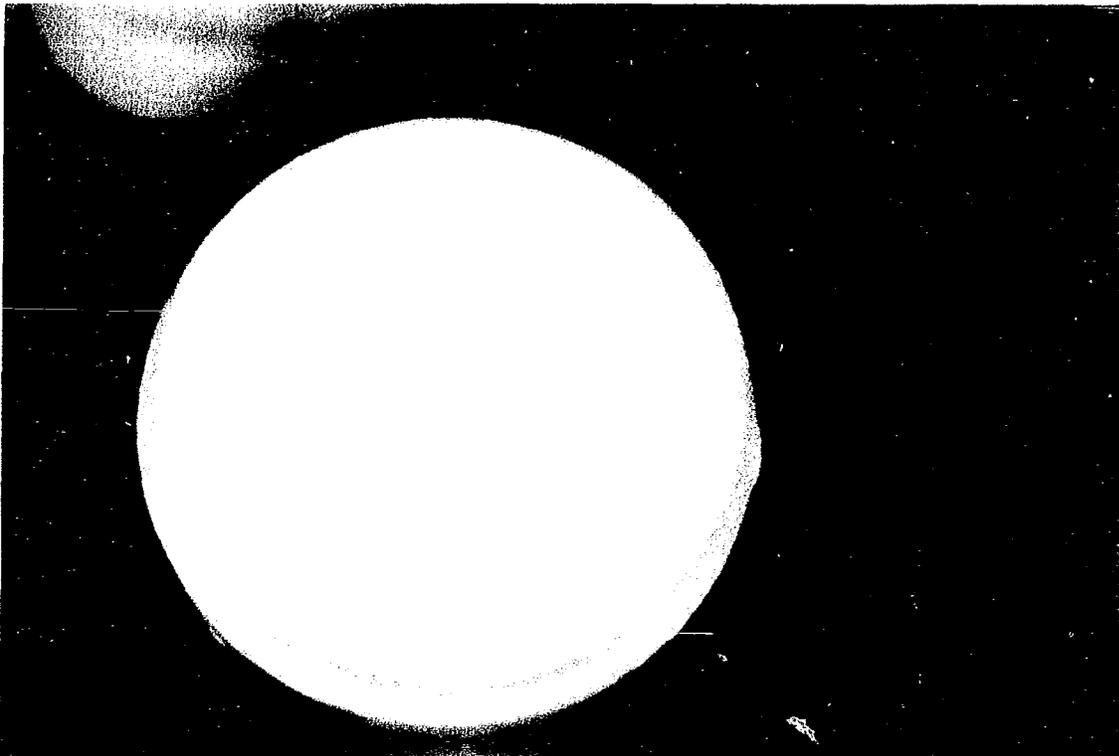


Foto N° 2 Polvo experimental para policarboxilato de zinc desarrollado y valorado en el estudio



Foto N° 3 Realización de la mezcla estándar de policarboxilato empleando loseta y espátula indicada

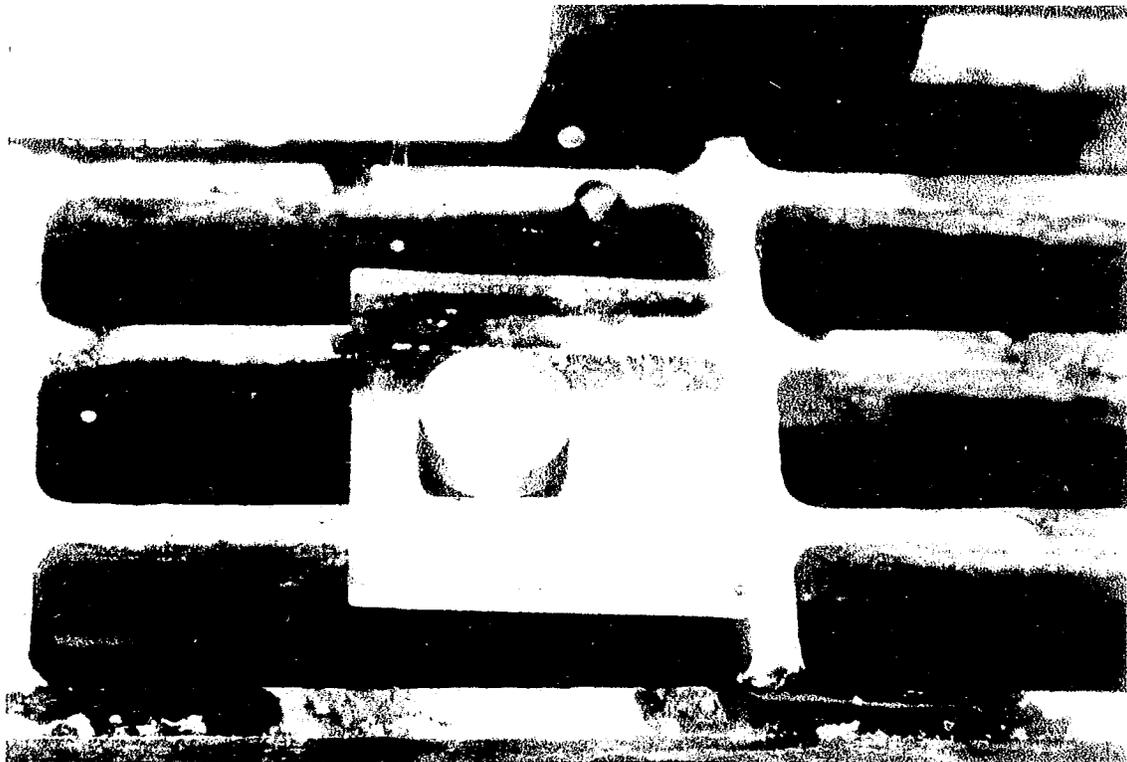


Foto N° 4 Prueba de tiempo de fraguado dentro del ambientador a 37° C y 100% de Humedad relativa

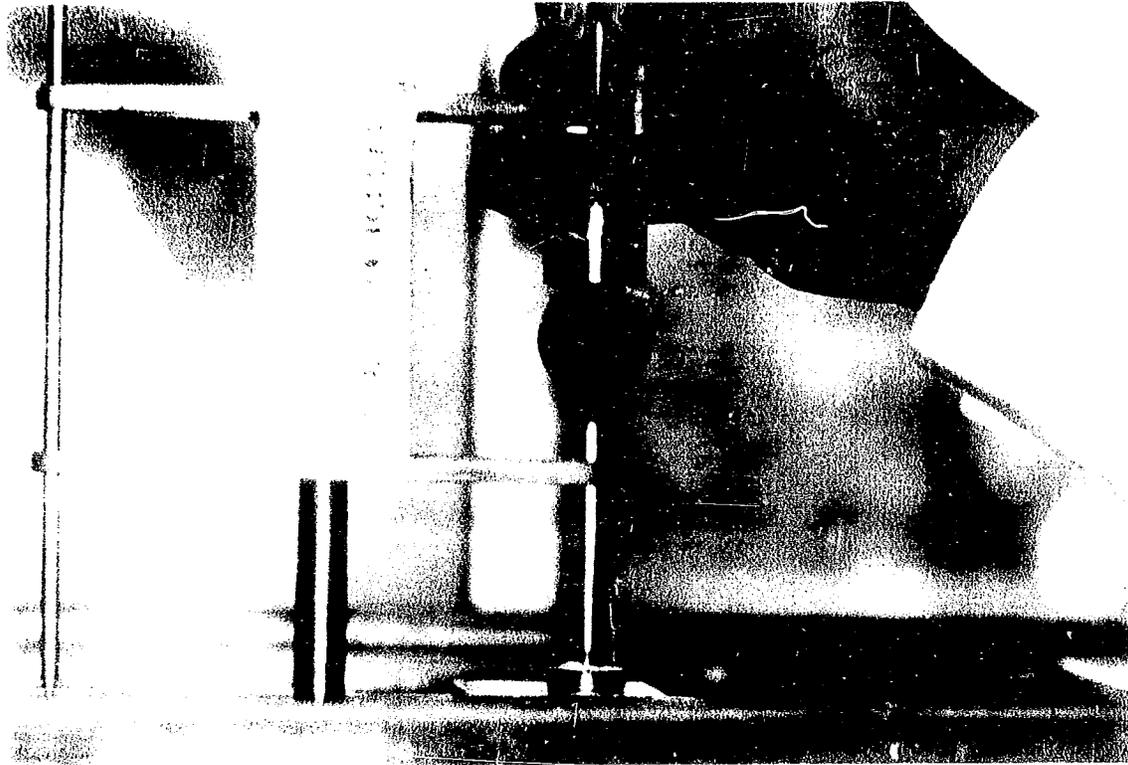


Foto N° 5 Realizando indentación en el cemento de policarboxilato de zinc para determinar tiempo de fraguado



Foto N° 6 Fabricación de un espécimen para resistencia a la compresión por medio de un hacedor



Foto N° 7 Hacedor y muestra de resistencia a la compresión dentro del ambientador a 37 °C y 100% de humedad relativa

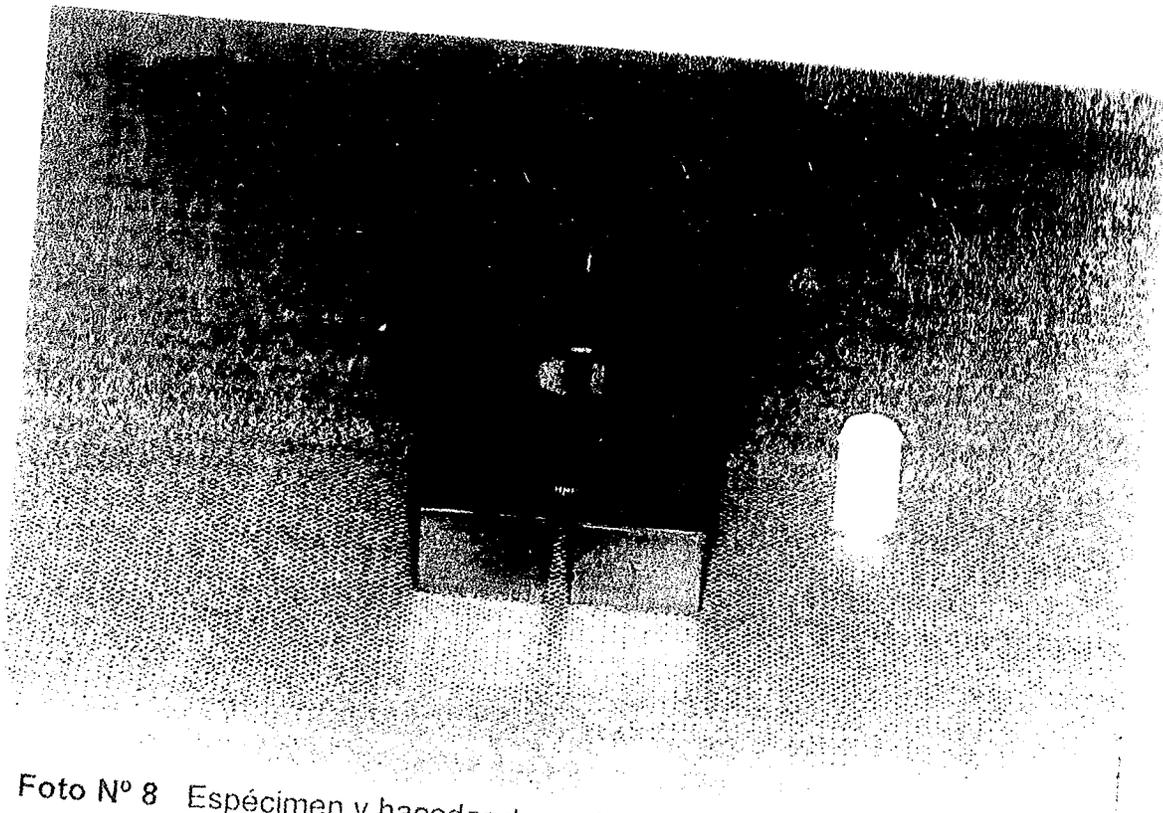


Foto N° 8 Espécimen y hacedor después de ser retirados del ambientador

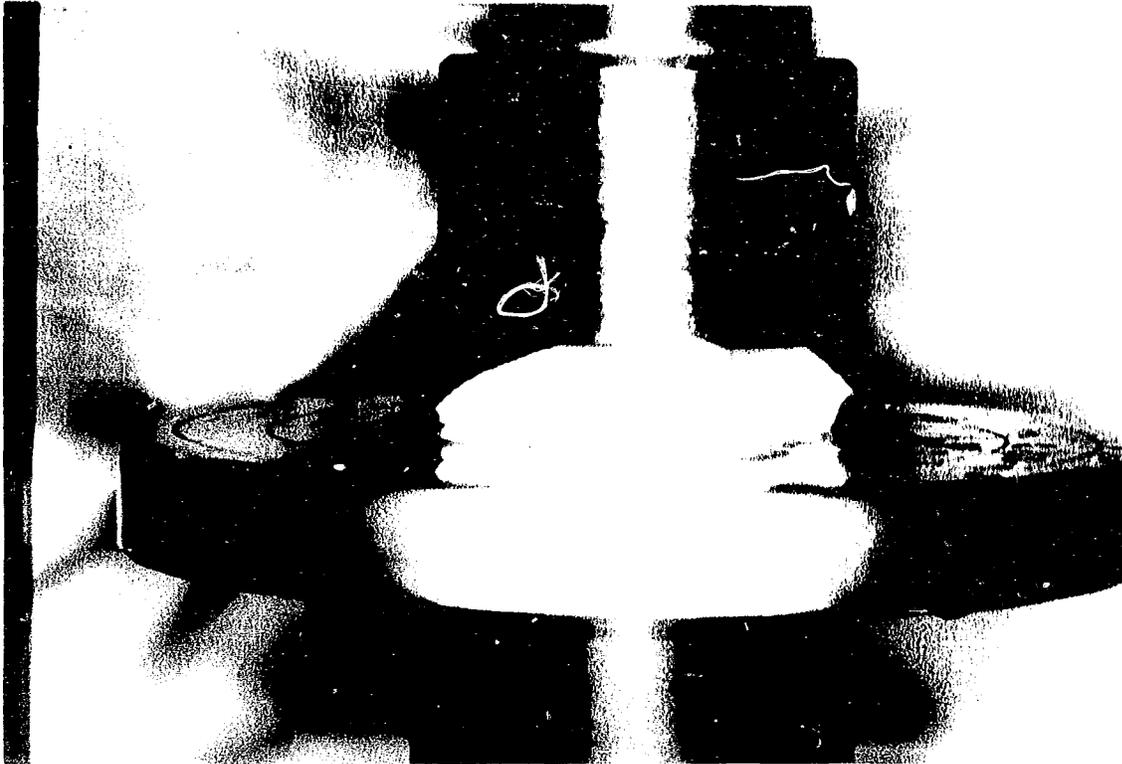


Foto N° 9 Llevándose a cabo la prueba de resistencia a la compresión en la maquina Instron.

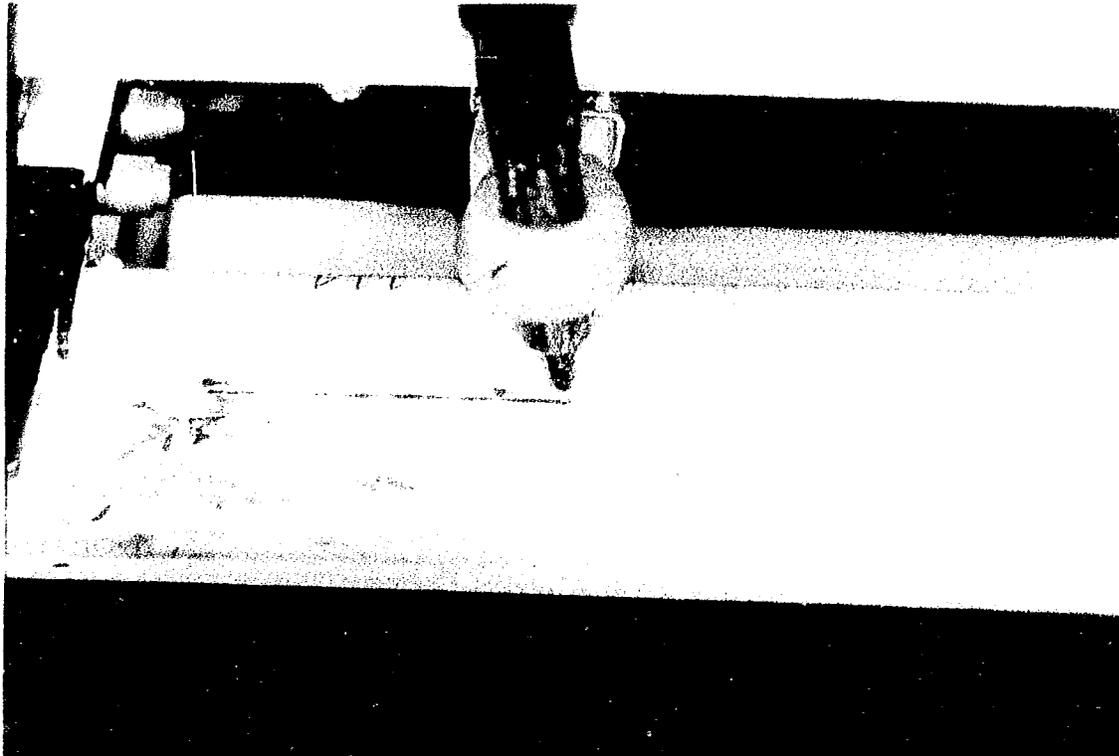


Foto N° 10 Maquina Instron registrando la carga que va aplicando

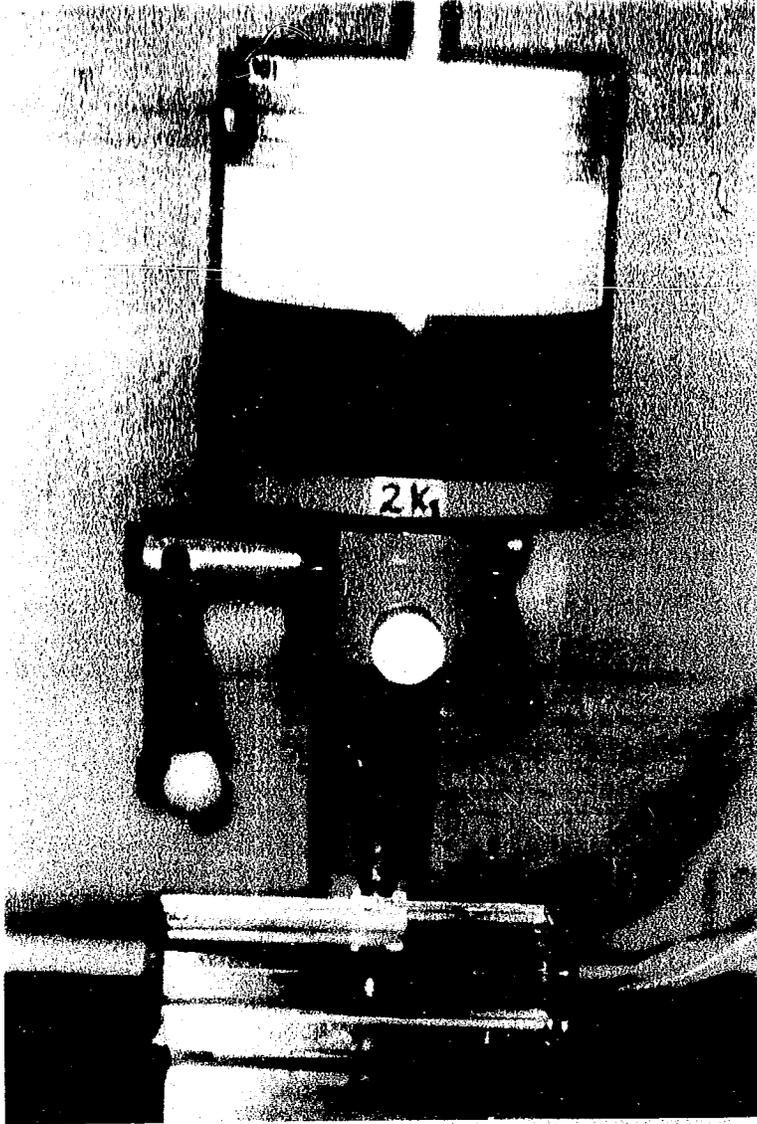


Foto N° 11 Maquina de carga con 15 Kg. para determinación de espesor de película

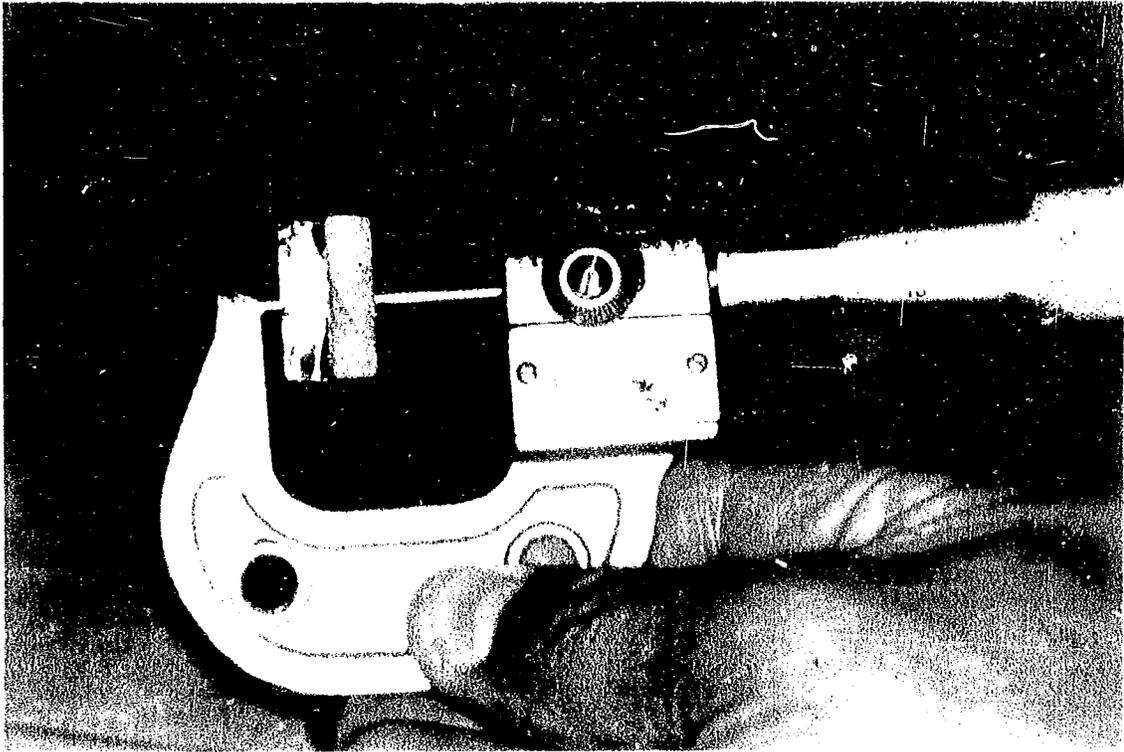


Foto N° 12 Realizando Medición para la determinación del espesor de película

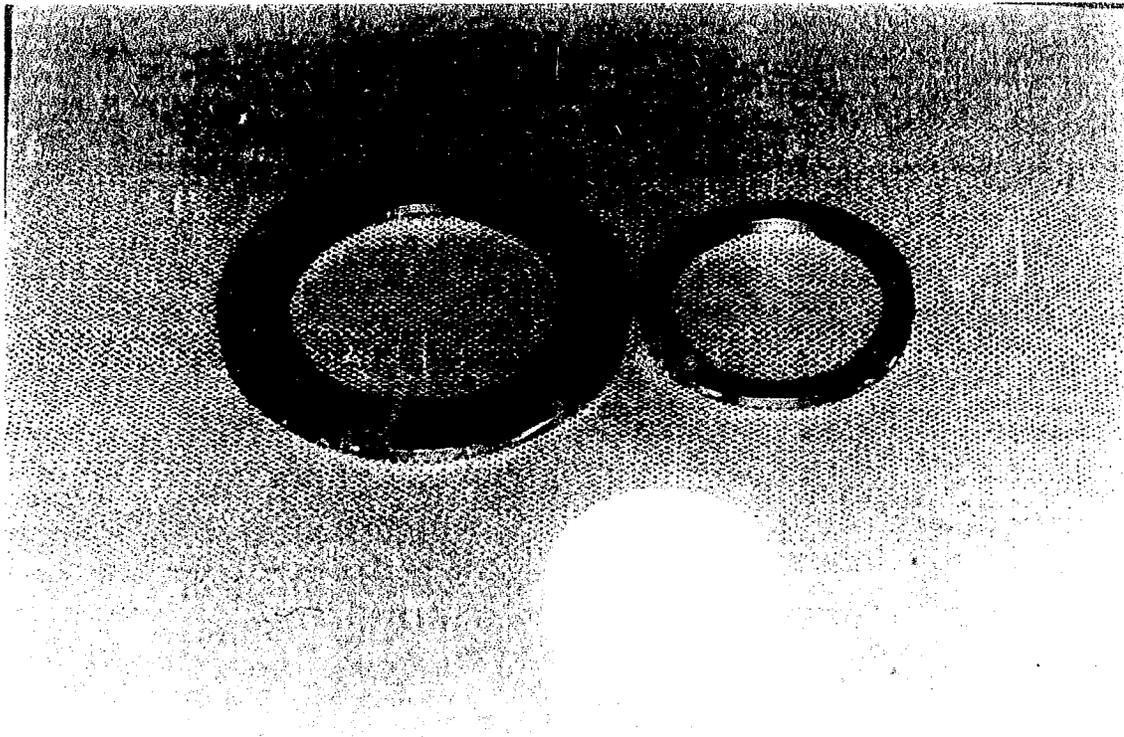


Foto N° 13 Espécimen y hacedor de muestras para determinar solubilidad y desintegración



Foto N° 14 Especímenes suspendidos en agua bidestilada en la prueba de solubilidad y desintegración



Foto N° 15 Frasco con sedimentos de cemento de policarboxilato en una campana de desecado con sulfato de calcio anhidrido

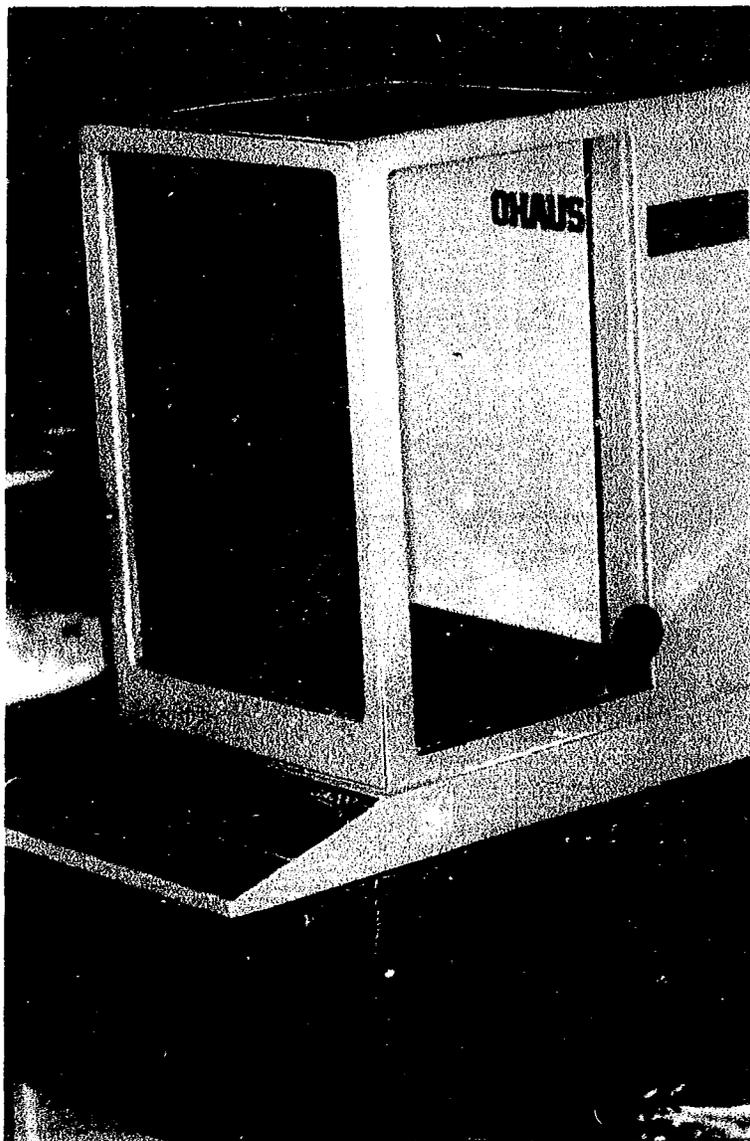
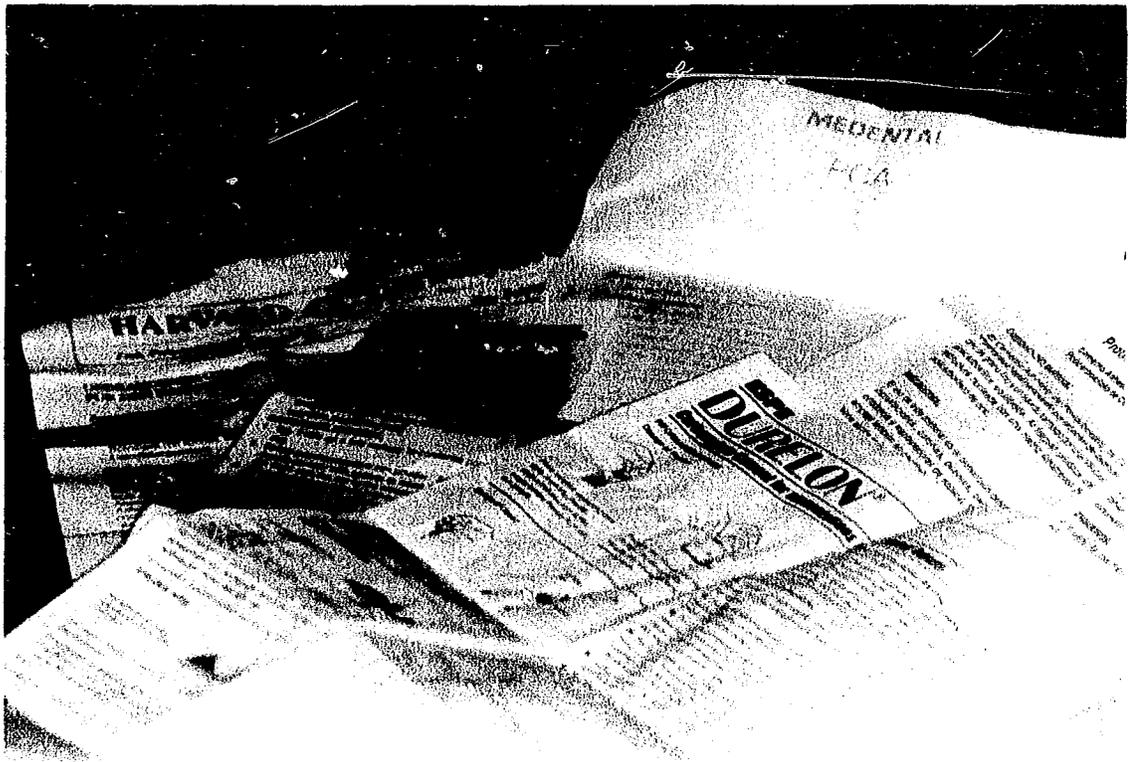


Foto N° 16 Balanza analítica con la que se determina por peso la solubilidad y desintegración



**Foto N° 17** Instructivos de uso con las especificaciones que de acuerdo al fabricante se siguieron en la valoración de los cementos y polvo experimental

Tabla No 3. Control de calidad visual: polvo, líquido y la mezcla de los cementos valorados

Producto	Condiciones del		Volumen		Cemento no endurecido Espatulado
	Polvo	Líquido	Polvo	Líquido	
PCA Medental	Libre de partículas extrañas	Limpio Claro	cumple	cumple	no formo grumos
Durelon ESPE	Libre de partículas extrañas	Limpio Claro	cumple	cumple	no formo grumos
Prothoplast	Libre de partículas extrañas	Limpio Claro	cumple	cumple	no formo grumos
S.S. White	Libre de partículas extrañas	Limpio Claro	cumple	cumple	no formo grumos
Harvard C.C.	Libre de partículas extrañas	Limpio Claro	cumple	cumple	no formo grumos

## PCA ( Medental ) grupo control

### Tiempo de fraguado

1ª Prueba = 7 min.  
2ª Prueba = 6 min.  
3ª Prueba = 6 min  
**Promedio 6:20 min.**  
**DS = .47**

### Resistencia a la compresión

1ª Prueba = 58.15 MPa  
2ª Prueba = 55.98 MPa  
3ª Prueba = 61.19 MPa  
4ª Prueba = 56.85 MPa  
5ª Prueba = 48.17 MPa  
**Promedio 58.04 MPa**  
**DS = 4.3**

### Espesor de película

1ª Prueba 11.641 - 11.715 = 74 $\mu$   
2ª Prueba 11.645 - 11.725 = 80 $\mu$   
3ª Prueba 11.175 - 11.248 = 73 $\mu$   
**Promedio 75 $\mu$**   
**DS = 3.09**

### Solubilidad

Frasco 1 .073089 %  
Frasco 2 .1060799 %  
**Promedio .0895694 %**  
**DS = 1.65**

## PCA ( Medental ) grupo Experimental

### Tiempo de fraguado

1ª Prueba = 6 min.  
2ª Prueba = 5:30min.  
3ª Prueba = 6 min.  
**Promedio 5:50 min**  
**DS = 1.4**

### Resistencia a la compresión

1ª Prueba = 33.8 MPa  
2ª Prueba = 33.3 MPa  
3ª Prueba = 36.1 MPa  
4ª Prueba = 35.2 MPa  
5ª Prueba = 33.8 MPa  
**Promedio 34.45 MPa**  
**DS = 1.04**

### Espesor de película

1ª Prueba 11.412 - 11.468 = 56 $\mu$   
2ª Prueba 11.414 - 11.479 = 65 $\mu$   
3ª Prueba 11.413 - 11.479 = 66 $\mu$   
**Promedio 62 $\mu$**   
**DS = 4.4**

### Solubilidad

Frasco 1 .05526 %  
Frasco 2 .04639 %  
**Promedio .05825 %**  
**DS = 5.0**

## Durelon ESPE Grupo control

Tiempo de fraguado

1ª Prueba = 7 min.

2ª Prueba = 7 min

3ª Prueba = 6:30 min.

**Promedio 6:45 min.**

**DS = 1.4**

Resistencia a la  
compresión

1ª Prueba = 57.7 MPa

2ª Prueba = 54.7 MPa

3ª Prueba = 56.1 MPa

\* 4ª Prueba = 43.8 MPa

5ª Prueba = 56.9 MPa

**Promedio 56.35 MPa**

**DS = 1.1**

\* No se tomo en cuenta en el promedio de acuerdo a lo indicado en la norma

Espesor de película

1ª Prueba 11.416 - 11.432 = 16 $\mu$

2ª Prueba 11.408 - 11.437 = 29 $\mu$

3ª Prueba 11.425 - 11.446 = 21 $\mu$

**Promedio 22 $\mu$**

**DS = 5.3**

Solubilidad

Frasco 1 .0107575 %

Frasco 2 .0982482 %

**Promedio .0545028 %**

**DS = 4.0**

## Durelon ESPE Grupo Experimental

Tiempo de fraguado

1ª Prueba = 9:30 min.

2ª Prueba = 9:30 min.

3ª Prueba = 9:00 min.

**Promedio 9:20 min.**

**DS = 1.4**

Resistencia a la  
compresión

1ª Prueba = 35.5 MPa

2ª Prueba = 28.8 MPa

3ª Prueba = 34.4 MPa

4ª Prueba = 36.5 MPa

5ª Prueba = 36.1 MPa

**Promedio 35.6 MPa**

**DS = 8.4**

Espesor de película

1ª Prueba 11.423 - 11.463 = 40 $\mu$

2ª Prueba 11.420 - 11.464 = 44 $\mu$

3ª Prueba 11.421 - 11.479 = 59 $\mu$

**Promedio 47 $\mu$**

**DS =**

Solubilidad

Frasco 1 .12376 %

Frasco 2 .09550 %

**Promedio .10963 %**

**DS = 1.0**

## Prothoplast Grupo Control

Tiempo de fraguado

1ª Prueba = 7:00 min.

2ª Prueba = 6:30 min.

3ª Prueba = 6:30 min.

**Promedio 6:40 min.**

**DS = 3.5**

Resistencia a la  
compresión

1ª Prueba = 37.2 MPa

2ª Prueba = 37.5 MPa

3ª Prueba = 38.3 MPa

4ª Prueba = 35.2 MPa

5ª Prueba = 37.5 MPa

**Promedio 37.08 MPa**

**DS = 1.03**

Espesor de película

1ª Prueba 11.428 - 11.469 = 41 $\mu$

2ª Prueba 11.419 - 11.478 = 59 $\mu$

3ª Prueba 11.419 - 11.472 = 53 $\mu$

**Promedio 51 $\mu$**

**DS = 1.4**

Solubilidad

Frasco 1 .01641 %

Frasco 2 .02486 %

**Promedio .0944 %**

**DS = 0.4**

## Prothoplast Grupo Experimental

Tiempo de fraguado

1ª Prueba = 8:00 min.

2ª Prueba = 8:00 min.

3ª Prueba = 7:30 min.

**Promedio 7:40 min.**

**DS = 3.5**

Resistencia a la  
compresión

1ª Prueba = 40.8 MPa

2ª Prueba = 33.8 MPa

3ª Prueba = 37.5 MPa

4ª Prueba = 38.1 MPa

5ª Prueba = 35.6 MPa

**Promedio 37.16 MPa**

**DS = 2.3**

Espesor de película

1ª Prueba 11.401 - 11.465 = 64 $\mu$

2ª Prueba 11.415 - 11.464 = 49 $\mu$

3ª Prueba 11.406 - 11.459 = 053 $\mu$

**Promedio 55  $\mu$**

**DS = 6.3**

Solubilidad

Frasco 1 .051877 %

Frasco 2 .282407 %

**Promedio .16714 %**

**DS = 1.51**

## Polycarboxylate S. S. WHITE Grupo Control

Tiempo de fraguado  
1ª Prueba = 5:00 min.  
2ª Prueba = 5:00 min.  
3ª Prueba = 5:00 min.  
**Promedio 5:00 min**  
**DS = 0**

Resistencia a la  
compresión  
1ª Prueba = 44.1 MPa  
\* 2ª Prueba = 38.6 MPa  
3ª Prueba = 55.5 MPa  
4ª Prueba = 50.5 MPa  
5ª Prueba = 55.3 MPa  
**Promedio 51.47 MPa**  
**DS = 4.7**

\* No se tomo en cuenta en el promedio de acuerdo a lo indicado en la norma

Espesor de película  
1ª Prueba 11.655 - 11.713 = 58 $\mu$   
2ª Prueba 11.189 - 11.239 = 50 $\mu$   
3ª Prueba 11.162 - 11.204 = 42 $\mu$   
**Promedio 50 $\mu$ .**  
**DS = 6.5**

Solubilidad  
Frasco 1 .15719 %  
Frasco 2 .17513 %  
**Promedio .1661 %**  
**DS = 3.0**

## Polycarboxylate S. S. WHITE Grupo Experimental

Tiempo de fraguado  
1ª Prueba = 5:30min.  
2ª Prueba = 5:30min.  
3ª Prueba = 5:30 min.  
**Promedio 5:30 min.**  
**DS = 0**

Resistencia a la  
compresión  
1ª Prueba = 46.1 MPa  
2ª Prueba = 59.1 MPa  
3ª Prueba = 49.2 MPa  
4ª Prueba = 52.7 MPa  
5ª Prueba = 40.5 MPa  
**Promedio 49.52 MPa**  
**DS = 6.2**

Espesor de película  
1ª Prueba 10.331 - 10.366 = 35 $\mu$   
2ª Prueba 11.666 - 11.723 = 57 $\mu$   
3ª Prueba 10.322 - 10.377 = 55 $\mu$   
**Promedio 49 $\mu$**   
**DS = 9.9**

Solubilidad  
Frasco 1 .06337 %  
Frasco 2 .09436 %  
**Promedio .0788 %**  
**DS = 3.0**

## HARVARD CC Grupo Control

Tiempo de fraguado

1ª Prueba = 5:30min.

2ª Prueba = 5:00 min.

3ª Prueba = 5:00 min.

**Promedio 5:10 min.**

**DS = 1.4**

Resistencia a la  
compresión

1ª Prueba = 58.3 MPa

2ª Prueba = 51.6 MPa

3ª Prueba = 62.6 MPa

4ª Prueba = 58.6 MPa

5ª Prueba = 62.2 MPa

**Promedio 58.68 MPa**

**DS = 3.9**

Espesor de película

1ª Prueba 11.653 - 11.665 = 12 $\mu$

2ª Prueba 11.325 - 11.341 = 16 $\mu$

3ª Prueba 11.655 - 11.667 = 12 $\mu$

**Promedio 13 $\mu$**

**DS = 1.8**

Solubilidad

Frasco 1 .1466 %

Frasco 2 .0659 %

**Promedio .1060 %**

**DS = 4.0**

## HARVARD CC Grupo Experimental

Tiempo de fraguado

1ª Prueba = 5:30min.

2ª Prueba = 5:30min.

3ª Prueba = 5:30 min.

**Promedio 5:30 min.**

**DS = 0**

Resistencia a la  
Compresión

1ª Prueba = 58.6 MPa

2ª Prueba = 63.8 MPa

3ª Prueba = 48.8 MPa

4ª Prueba = 56.1 MPa

5ª Prueba = 63.6 MPa

**Promedio 58.18 MPa**

**DS = 5.8**

Espesor de película

1ª Prueba 11.654 - 11.723 = 69 $\mu$

2ª Prueba 10.318 - 10.394 = 76 $\mu$

3ª Prueba 11.655 - 11.736 = 81 $\mu$

**Promedio 75 $\mu$**

**DS = 4.9**

Solubilidad

Frasco 1 .40964 %

Frasco 2 .38312 %

**Promedio .3963 %**

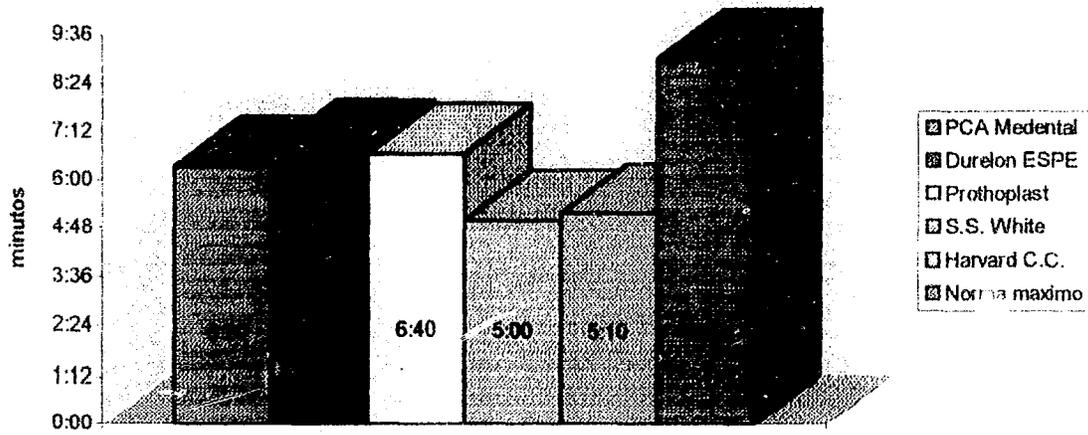
**DS = 1**

Tabla No 4. Resultados de propiedades físicas

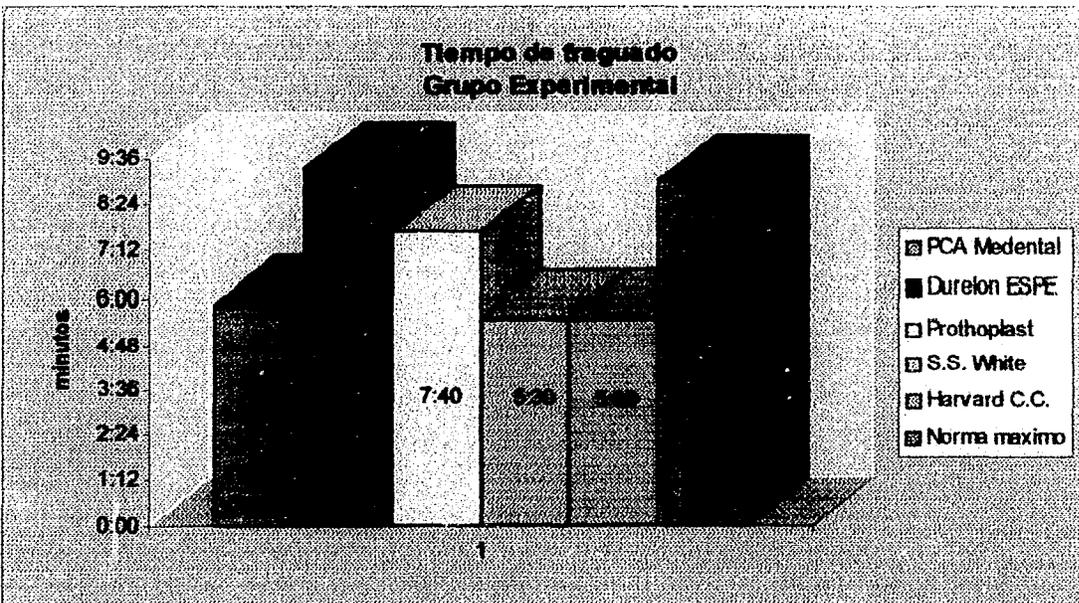
Material	Tiempo de fraguado en minutos	Resistencia a la Compresión a 24 hrs		Espesor de Película en $\mu\text{m}$	Solubilidad y desintegración en % por peso
		Mpa	D.S.		
PCA Medental	6: 20	58.04	4.3	75	.08
Experimental *	5: 50	34.45	1.04	62	.05
Durelon ESPE	6: 45	56.35	1.1	22	.05
Experimental *	9: 20	35.6	8.4	47	.10
Prothoplast	6: 40	37.08	1.03	51	.09
Experimental *	7: 40	37.16	2.3	55	.16
S.S. White	5: 00	51.47	4.7	50	.16
Experimental *	5: 30	49.52	6.2	49	.07
Harvard C.C.	5: 10	58.68	3.9	13	.10
Experimental *	5: 30	58.18	5.8	75	.39
Desviación Estándar	1.236	9.8		18.92	.09

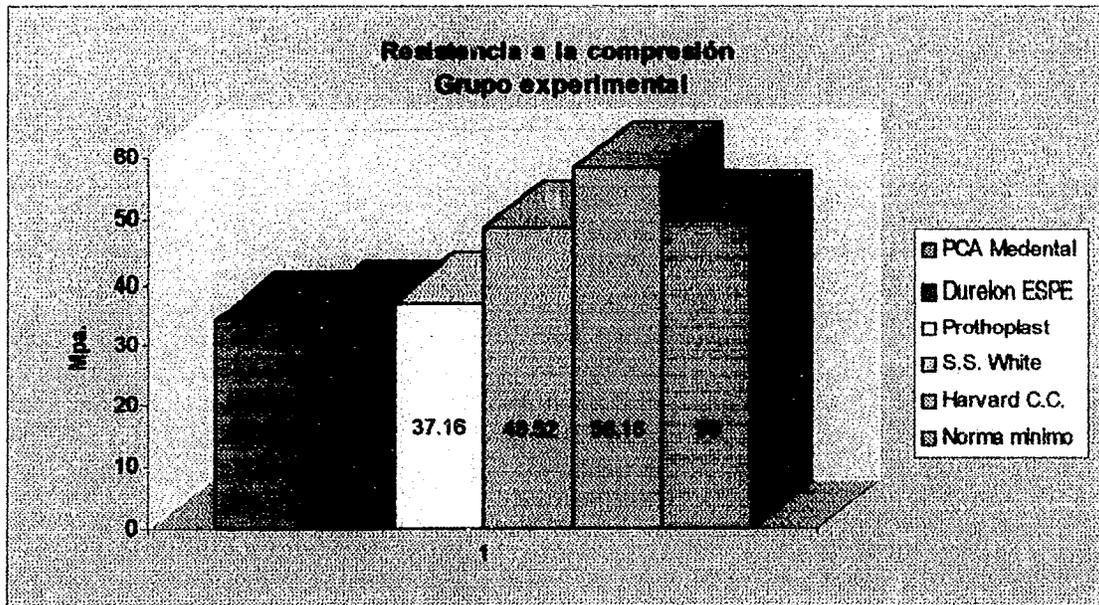
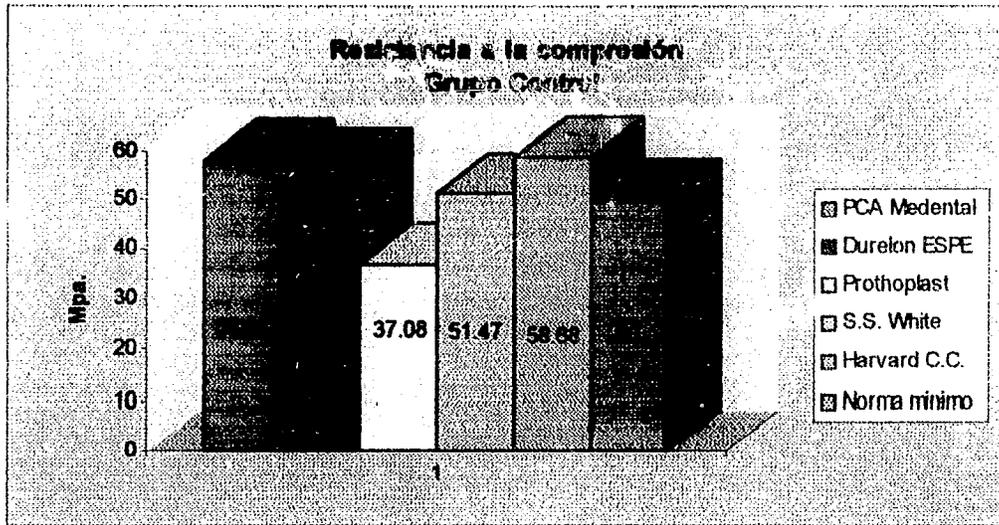
\* Con el líquido del producto arriba mencionado

**Tiempo de fraguado  
Grupo control**

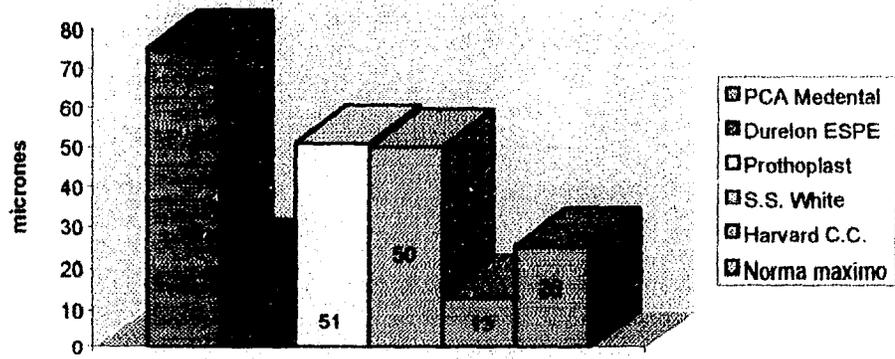


**Tiempo de fraguado  
Grupo Experimental**

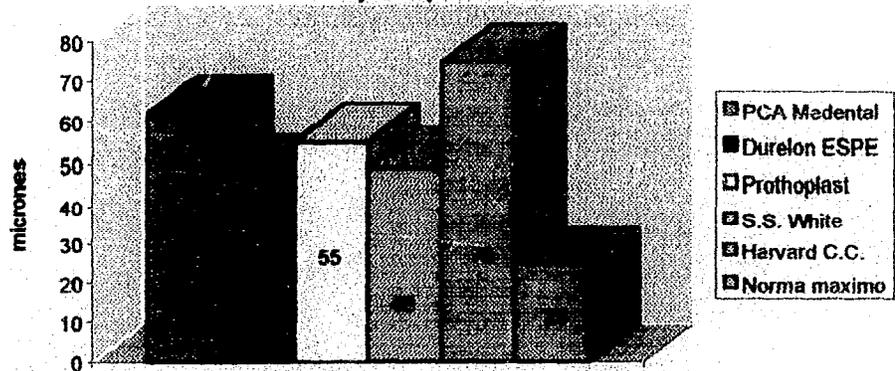




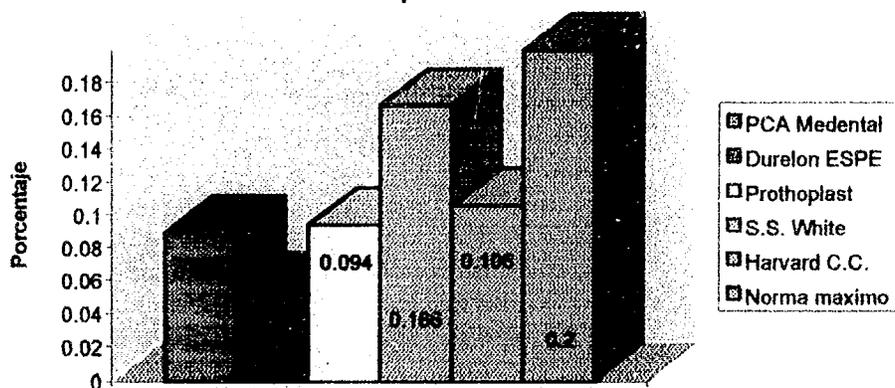
**Espesor de película  
Grupo control**



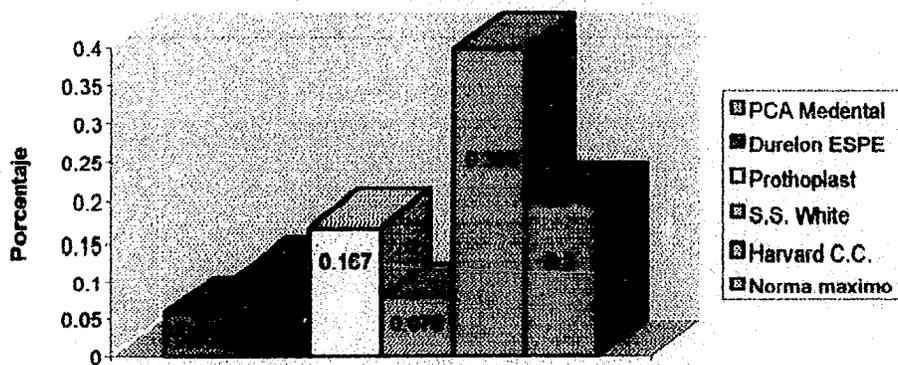
**Espesor de película  
Grupo experimental**



**Solubilidad y desintegración  
Grupo control**



**Solubilidad y desintegración  
Grupo experimental**



Todos los cementos cumplen con lo establecido en las puntos referentes a condiciones del polvo, líquido, volumen y mezcla.

Los cementos Durelon ESPE, PCA Medental, Harvard C.C., Polycarboxylate SS White, Prothoplast y el polvo experimental combinado con cada uno los líquidos de los cementos valorados, tienen un tiempo de fraguado menor a 9 minutos, la norma establece un tiempo máximo de fraguado de 9 minutos, lo que nos indica que todos los cementos valorados cumplen con este rubro.

Los cementos PCA Medental, Harvard CC, Durelon ESPE, Polycarboxylate SS White, y polvo experimental combinado con Harvard CC, tienen una resistencia a la compresión por arriba de los 50 MPa que es la resistencia mínima que exige la norma. Lo que denota que al emplear estos cementos incluyendo el experimental nos pueden asegurar la retención de restauraciones metálicas por un tiempo más largo ya que el principal uso del mismo es este. Los cementos de Prothoplast y el polvo experimental combinado con PCA Medental, Durelon ESPE, Prothoplast, y S.S. White tienen una resistencia menor a 50 MPa. No cumpliendo con lo estipulado por la Norma.

Los Cementos Durelon ESPE y Harvard CC tienen un grosor de película 22 y 13  $\mu\text{m}$ , por lo que cumplen con las cifras exigidas por la norma, el resto de los cementos incluyendo el polvo experimental combinado con todos los líquidos su

grosor de película esta entre 49 y 75  $\mu\text{m}$  no cumplen con las cifras exigidas por la norma.

En las prueba de solubilidad y desintegración el porcentaje de solubilidad en todos los cementos fue menor a 0.2% excepto el polvo experimental combinado con el líquido de Harvard C.C. que fue superior al 0.3% por lo cual esta fuera de los parámetros de aceptación en la especificación nº 61 de la A.D.A. los cuales el máximo es de .2%

## DISCUSIÓN

Los resultados de las pruebas físicas realizadas a cinco cementos de polycarboxilato de zinc y un polvo experimental indican: En tiempo de fraguado, (gráfica N° 1) los tiempos fueron similares a los resultados del grupo control que reporta R. K. Bansal en su estudio en el que agrego criolita en diferentes proporciones mismo que alargó el tiempo de fraguado de los cementos sometidos en el estudio, también son parecidos a los resultados que reporta Mitsuhiro Tsukiboshi en grupo control de su estudio donde agrega fluoruro tánico en diferentes concentraciones, alargando también el tiempo de fraguado, aunque los autores no mencionan las marcas de los cementos sometidos a los estudios. Es importante señalar que existe una unificación en cuanto a tiempos de fraguado en cementos de polycarboxilato de zinc.

La resistencia a la compresión de los resultados obtenidos por nosotros y expresados en la gráfica N° 2 no concuerdan con los resultados reportados por R. K. Bansal donde la resistencia obtenida en su grupo control es de 83.87 MPa. incrementándose esta con el agregado de criolita hasta 123.40 MPa, y la máxima resistencia obtenida por nosotros fue de 62.2 MPa. Este resultado es muy parecido al reportado por Mitsuhiro Tsukiboshi que es de 64.61 MPa en su grupo control. Los resultados obtenidos y reportados en la gráfica N° 3 de espesor de película están dentro del rango reportado por Frederick M. McIntyre entre 10 y 150  $\mu\text{m}$ . Los resultados que obtuvo Mitsuhiro Tsukiboshi en su grupo control y su

## DISCUSIÓN

Los resultados de las pruebas físicas realizadas a cinco cementos de policarboxilato de zinc y un polvo experimental indican: En tiempo de fraguado, (gráfica N° 1) los tiempos fueron similares a los resultados del grupo control que reporta R. K. Bansal en su estudio en el que agrego criolita en diferentes proporciones mismo que alargó el tiempo de fraguado de los cementos sometidos en el estudio, también son parecidos a los resultados que reporta Mitsuhiro Tsukiboshi en grupo control de su estudio donde agrega fluoruro tánico en diferentes concentraciones, alargando también el tiempo de fraguado, aunque los autores no mencionan las marcas de los cementos sometidos a los estudios. Es importante señalar que existe una unificación en cuanto a tiempos de fraguado en cementos de policarboxilato de zinc.

La resistencia a la compresión de los resultados obtenidos por nosotros y expresados en la gráfica N° 2 no concuerdan con los resultados reportados por R. K. Bansal donde la resistencia obtenida en su grupo control es de 83.87 MPa, incrementándose esta con el agregado de criolita hasta 123.40 MPa, y la máxima resistencia obtenida por nosotros fue de 62.2 MPa. Este resultado es muy parecido al reportado por Mitsuhiro Tsukiboshi que es de 64.61 MPa en su grupo control. Los resultados obtenidos y reportados en la gráfica N° 3 de espesor de película están dentro del rango reportado por Frederick M. McIntyre entre 10 y 150  $\mu\text{m}$ . Los resultados que obtuvo Mitsuhiro Tsukiboshi en su grupo control y su

grupo experimental que contenía fluoruro su promedio fue de 24  $\mu\text{m}$ . que fue lo que obtuvimos con los cementos Durelon ESPE y Harvard C.C. .

En cuanto a la solubilidad, tiempo de fraguado, espesor de película y resistencia a la compresión los resultados obtenidos en nuestro estudio son muy similares a los obtenidos por Mitsuhiro Tsukiboshi en su grupo control, la solubilidad fue de .033%, el tiempo de fraguado de 6:30 min, y espesor de película de 24  $\mu\text{m}$  incrementándose estos valores conforme le agregaban más fluoruro tánico hasta 50 %, mientras que los valores obtenidos por nosotros fueron los siguientes: Solubilidad osciló entre .01 % hasta .39 %, tiempo de fraguado desde 5:00 hasta 9:00 min y espesor de película de 13  $\mu\text{m}$  y 22  $\mu\text{m}$ . La resistencia a la compresión reportada por Mitsuhiro Tsukiboshi fue de 64 Mpa aumentando esta en la concentración de 15% de fluoruro tánico, y en concentraciones mayores esta resistencia bajó considerablemente. La reportada por nosotros en nuestro estudio fue de 58 Mpa bajando dicha resistencia en el grupo experimental con la combinación de los líquidos.

Es importante hacer notar que posiblemente los fracasos en los tratamientos por el uso de los cementos incluidos en este estudio excepto Durelon ESPE y Harvard C. C. que fueron los dos únicos que cumplen bien con los valores estipulados por la especificación N° 61, en lo que a pruebas físicas como: tiempo de fraguado, resistencia a la compresión, espesor de película y solubilidad y desintegración. El resto de los cementos no cumple en una o dos pruebas.

Los resultados podrían estar relacionados con la viscosidad del líquido, porque durante la realización de las mezclas de los cementos probados la diferencia de la viscosidad fue muy notoria, inclusive en algunas mezclas fueron muy pesadas. Podemos pensar que para cada polvo se debe de desarrollar un líquido, esto lo comprobamos con los resultados que se obtuvieron del polvo experimental combinado con cada uno de los cinco cementos probados que fueron totalmente desiguales entre si.

La presentación que tienen los productos, todos incluyen instructivo de uso; mencionando la relación de polvo /líquido, tiempo de mezcla, condiciones del ambiente para su manejo y tipo de loseta en la cual debe de realizarse la mezcla.

El cemento de Prothoplast no cumple con la inscripción de N° de lote en su caja, lo que indica que carece de un control en su fabricación para poderlo diferenciar de lote a lote. La hipótesis planteada de que todos los cementos de venta en el mercado nacional y polvo experimental cumplirían con los valores mínimos no fue comprobada.

La desviación estándar aplicado como análisis estadístico a las pruebas físicas arroja que en cada marca no es significativo, en cambio el de todas las marcas en global si es significativo, afirmando que la calidad de varias marcas de cementos de policarboxilato no es la misma creando una desorganización en cuanto a unificación de control de calidad a nivel empresarial.

## CONCLUSIONES

De acuerdo de los resultados obtenidos se concluye que:

- El cemento Prothoplast carece de una buena resistencia compresiva. Los cementos PCA Medental, Prothoplast, S.S. White no cumplen con el espesor de película indicada para la fijación de restauraciones de precisión ya que el grosor reportado es mayor al exigido por la norma.

- Durelon ESPE y Harvard C.C. cumplen con todas las pruebas en este estudio afirmando que su calidad es buena.

- El desarrollo de productos dentales en nuestro país requiere de mayor investigación, ya que los resultados obtenidos en el polvo experimental aunque buenos requiere, de seguimiento y valoración.

- Teniendo en cuenta el corto tiempo que se tiene en esta línea de investigación concluimos que es muy probable la fabricación de polvo y líquido de policarboxilato de zinc con buenos resultados de calidad.

## PROPUESTAS DE INVESTIGACIÓN EN EL FUTURO

Continuando la misma línea de cementos de policarboxilato:

- Desarrollo de líquido de policarboxilato experimental.
- Valoración de cementos alterando la relación Polvo/líquido experimental.
- Valoración de cementos alternando los líquidos experimental.
- Valoración de cementos con el agregado de otras sustancias experimental.
- Valoración de pruebas de contenido de arsénico a todos los cementos de uso odontológico

## BIBLIOGRAFÍA

- 1.- RALPH W. PHILLIPS, M.S., D. Sc, AND W.B. SAUDERS.  
The Dental Clinics of North América, oct. 1993, 2714, Pp. 772-775.
- 2.- D.F. WILLIAMS, J. CUNINGHAM.  
Materiales en la Odontología Clínica. 1992, Pp. 88-89, 99-103.
- 3.- K. BASU, B.D.S., M.S.D.  
Dental Materials Science. 1989. Pp. 122-123, 145-149.
- 4.- HUMBERTO JOSÉ GUZMAN BÁEZ.  
Biomateriales Odontológicos en uso Clínico. 1990. Pp. 45-49, 56-49.
- 5.- WILLIAM J. O'BRIEN, GUNNAR RYGE.  
Materiales Dentales y su Selección. Ed. Panamericana. 1980.  
Pp. 126. 129-131.
- 6.- SMITH DC. A new dental cement. Br Dent J 1968; 1 25:381.126
- 7.- MCINTYRE-FM, SORENSEN-SE, CARTER-JM, JOHNSON-RR.  
The effect of film thickness on the bond strength of polycarboxylate.  
International Journal of Prosthodont. 1994. sep-oct. 7(5): 761-7.
- 8.- AKINMADE-AO, NICHOLSON-JW.  
Effect of Adhesive layer thickness on the bond strength of a zinc  
polycarboxylate dental cement, J- Biomaterials. 1995. Jan, 16(2): 149-54.  
Abst
- 9.- I- BANSAL-RK, TEWARI-US, SINGH-P, MURTHY-DV.  
Influence of cryolite on the properties of poiycarboxylate cement.  
J-Prosthet-Dent. 1995. Feb, 73(2): 210-3.
- 10.- STRUTZ-JM, WHITE-3N, YU-Z, KANE-CL.  
Luting cement-metal surface physicochemical interactions on film thickness.  
J-Prosthet- Dent. 1 994. Aug, 72(2): 1 28-32.
- 11.- MITCHEM JC, GRONAS DG. Clinical evaluation of cement solubility.  
J-Prosthet Dent 1978;40:453-6.

- 12.- MATSUMURA-H, SUEYOSHI-M. TANAKA-T, ATSUTA-M.  
Radiopacity of Dental cements. AM-J-Dent, 1993 Feb, 6(1):43-5.
- 13.- DRUMMOND-JL, ROBLEDO-J, GARCIA-L, TOEPKE-TR.  
Thermal conductivity of cement base materials. Dent-mater.1993. Jan, 9 (1):  
68-71.
- 14.- RALPH W. PHILLIPS, M.S., D.Sc.  
La Ciencia de los Materiales Dentales. Novena edición. Interamericano.  
McGraw-Hill. Pp. 512-516.
- 15.- E.C. COMBE  
Materiales Dentales. Editorial Labor, S.A., Pp. 138-141.
- 16.- DR, RALPH W. PHILLIPS. . La Ciencia de los Materiales Dentales de  
Skinner. Octava edición. Pp. 499-504.
- 17.- OSBORNE JW, SWARTZ ML, GOODACRE CJT PHILIPS RW, GALE EN. A  
method for assessing the clinical solubility and disintegration of luting  
cements, Prosthet Dent 1978;40:413-17
18. - AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Specification No.8 for dental zinc  
phosphate cements. Chicago, ADA 1968.
- 19.- SMITH DC. The bonding of dental and orthopaedic cements to tissues. Proc  
Int Symp on Calcified Tissues Nijmegen, Netherlands. 1971.
- 20.- SMITH DC. Glass ionomer cements In. KAWAHARA H. Implantology and  
Biomaterials in Stomatology. Tokyo, Ishikayti Flublisher 1980
- 21.-BERTENSHAW BW, COMBE EC. Studies oil polycarboxylates and elated  
cements. Analysis of cement powders. J Dent 1972-11 -65
- 22.- CRISP S, PROSSER HJ, WILSON AD. An infrared spectroscopic study of  
cement formation between metal oxides and aqueous solutions of poly (acrylic  
acid). J Mat Sci 1976; 11 -. 36.129
- 23.- COMBE EC, GREENER EH. The rheology of zinc polycarboxylate cements.  
J Dent Res 1975;54:79 Abst 140.
- 24.-MORTIMER KV, TRANTER TC. A preliminary laboratory evaluation of  
polycarboxylate cements. Br Dent J 1969;127:365.

- 25.- SMITH DC. Past present and future of dental cements. In: CRAIG RG. Dental Materials Review. Arbor. U. of Michigan Press. 1977.
- 26.- MJÖR IM. The effect of calcium hydroxide, zinc oxide eugenol and amalgam on the pulp. Odont Tidsk 1963; 71-94.
- 27.- CHAMBERLAIN BB, POWERS JN. Physical and mechanical properties of three polyacrylate dental cements. J Mich Dent Assoc 1976;58: 494.
- 28.- JONES DW, SUTOW E, PEACOCKE LE, et al. Direct tensile strength of glass ionomer, polycarboxylate and phosphate cements. J Dent Res 1979;57:(Spec Iss A) Abst 1212.
- 29.- PLANT CG, WILSON AJ. Early strengths of lining materials. Br Dent J 1970; 129: 269.
- 30.-SMITH DC. A review of the zinc polycarboxylate cements J Can Dent Assoc 1971;37:22.
31. PADDON JM, WILSON AD. Stress relaxation studies on dental materials. I. Dental cements J Dent 1976;4:183.
- 32.-WILSON AD, PADDON JM, CRISP S. The hydration of dental cements. J Dent Res 1979;58:1065.
- 33.- ABELSON J. Cementation of cast complete crown retainers. J Prosthet Dent. 1980;43
- 34.- MCLEAN JW. The future of restorative materials. J Prosthet Dent 1972;60:132.
- 35.- SILVEY RG, MYERS, GE. Clinical studies of dental cements. VI. A study of zinc phosphate, EBA-reinforced zinc oxide eugenol and polyacrylic acid cements as luting agents in fixing prostheses. J Dent Res 1972-,56:1215.
- 36.-ANDREWS JT, HEMBREE JH. In vivo evaluation of the marginal leakage of four inlay cements. J Prosthet Dent 1976:35.-532.
- 37.-CLARK RJ, PHILIPS RW, NORMAN RD. An evaluation of silicophosphate as an orthodontic cement. Ani J Orthod 1977;71:190.
- 38.-MIZRAHI E. Direct attachment of orthodontic brackets using polycarboxylate cements a clinical report. J Dent Assoc 5 Afr 1972;27:37.

- 39.- MIZRAHI E. Retention of orthodontic bands using polycarboxylate cement. J. Dent Res 1979;58 (Spec Iss C) 1 302 Abst 9 130
- 40.-REUTER JE, MCCORMACK J, INVEST CF, et al. Cementation failures (letter), JADA 1979;98:173.
- 41.-BEAGRIE GS, SMITH DC. Development of a germicidal polycarboxylate cement. J Can Dent Assoc 1978;44:409.
- 42.-EAMES WB, HENDRIX K, MOHLER HC. Pulpal response in rhesus monkeys to cementation agents and cleaners. JADA 1979;98:40.
- 43.- BEAGRIE GS, MAIN JHP, SMITH DC, Polycarboxylate cement as a pulp capping agents. J Can Dent Assoc 1974-140-.378.
- 44.- BITNER TJ, WEI SH. Fluoride uptake and acid solubility of enamel exposed to carboxylate cements containing MFP. J Dent Res 1973;52:157.
- 45.- GREELAND L, HARGREAVES JA, SMITH DC, et al Fluoride uptake by enamel from polycarboxylate cement, J Dent Res 1974;53: (Spec Iss): 254, Abst 18.
- 46.- GRIEVE AR, JONES JC. Marginal leakage associated with four inlay cementing materials. Br Dent J 1981; 1 51:331. Materials, instruments, and equipment. Pp.563565.
- 47.- AMERICAN NATIONAL STANDARDS INSTITUTE/ AMERICAN DENTAL ASSOCIATION : SPECIFICATION N° 61 POLYCARBOXYLATE CEMENT Council on Dental Materials, instruments, and equipment. pp 563- 565
- 49.- TSUKIBOSHI MITSUHIRO, D.D.S., and YOSHIAKI TANI, D.D.S. Physical properties of a polycarboxylate cement containing a tannin-fluoride preparation. J. of Prosthetic dentistry April 1984 : 51: 4 Pp 503-507

# CURRICULUM VITAE

**NOMBRE:** Jorge Guerrero Ibarra

**LUGAR Y FECHA DE NACIMIENTO:** México D.F. 18 mayo de 1959

**NOMBRE DE LOS PADRES:** Jesús Guerrero Orozco

Guadalupe Ibarra Orozco

## ESTUDIOS PROFESIONALES,;

Licenciatura: Facultad de Odontología U.N.A.M. 1981- 1984

Especialidad: Materiales Dentales, División de Estudios de  
Posgrado e investigación de la  
Facultad de Odontología U.N.A.M. 1992-1994

Maestría: División de Estudios de Posgrado e Investigación  
de la Facultad de Odontología U.N.A.M. 1996

## EXPERIENCIA DOCENTE

- Ayudante de Profesor B en la Facultad de Odontología U.N.A.M.
- Colaborador en el laboratorio de Investigación de Materiales Dentales de la División de Posgrado F.O. U.N.A.M.
- Conferencista Nacional

## DOMICILIO PERMANENTE:

Norte 74 Num 8006 Col. Salvador Diaz Miron.  
Delegación Gustavo A. Madero C.P. 07400  
Tels. 757-1012, 680-0078