

01461
11



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E
INVESTIGACIÓN**

“Técnica de valoración para polímeros de uso dental”

(Análisis dinámico – mecánico)

Tesis que presenta el

C.D. Juan Eliezer Zamarrípa Calderón

para obtener el grado de Maestría en Odontología

Tutor. Mtro. José Arturo Fernández Pedrero

2000

286982
TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



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.

01461
11



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E
INVESTIGACIÓN**

“Técnica de valoración para polímeros de uso dental”

(Análisis dinámico – mecánico)

Tesis que presenta el

C.D. Juan Eliezer Zamarripa Calderón

para obtener el grado de Maestría en Odontología

Tutor. Mtro. José Arturo Fernández Pedrero

2000

266982
**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

**“Técnica de valoración para polímeros de uso dental”
(Análisis dinámico-mecánico)**

Tesis de Maestría

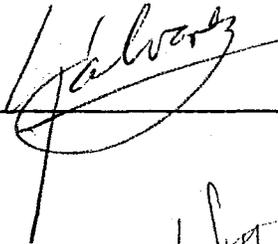
Aprobada por:

Dr. Federico Barceló Santana



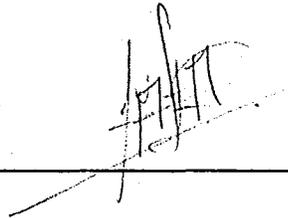
Asesor

Mtro. Carlos Álvarez Gayosso



Asesor

Dr. José Antonio Trejo O'Reilly



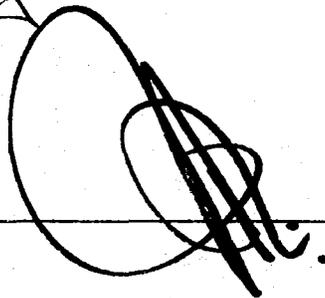
Asesor

Dr. Víctor Castaño Meneses



Asesor

Mtro. Arturo Fernández Pedrero



Director de Tesis

Reconocimientos

La Universidad Nacional Autónoma de México a través de la Facultad de Odontología y su División de Estudios de Posgrado, es forjadora de Profesionales comprometidos con México, con la Institución, con la Sociedad y la Profesión, mi más profundo reconocimiento a nuestra Máxima Casa de Estudios, en sus aulas, laboratorios y clínicas pude formar el criterio necesario para basar en él mi vida profesional.

La Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, me ha abierto las puertas para desempeñar actividades docentes y de investigación dentro de la Escuela de Odontología, por las facilidades otorgadas para culminar mis estudios de Maestría un sincero reconocimiento.

Un reconocimiento especial es para el Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico del grupo GIRSA, que sin su valiosa colaboración no hubiera sido posible la realización de este proyecto

C.D. Juan Eliezer Zamarripa Calderón

Agradecimientos

Agradecer, es el compartir un logro obtenido y dar el crédito correspondiente a todos aquellos que de alguna u otra forma, me alentaron para terminar una etapa más de mi vida profesional.

Adriana, por tu apoyo y consejos, que sin ellos no hubiera sido posible ni siquiera pensar en estos momentos, la culminación de una etapa, que al final de cuentas es éxito de los dos, gracias. A mis hijos Adriana Ivette e Iván Eliezer, por traer a mi vida la energía necesaria para buscar siempre nuevas metas. Arcella y Eliezer mis padres, que con su ejemplo han sabido enseñar el arte de vivir. Toño, Beto, Lalo y Chella por compartir momentos especiales en mi vida y alentarme en todo momento. A todas las personas que con su apoyo y aliento forman parte de este logro.

Un agradecimiento especial para, José Arturo Fernández Pedrero, Federico Barceló Santana, Carlos Álvarez Gayosso, José Antonio Trejo O'Reilly y Víctor Castaño Meneses, por compartir sus conocimientos y experiencias, por su paciencia y dedicación durante la realización de este trabajo, por su amistad muchas gracias...

C.D. Juan Eliezer Zarnaripa Calderón

Tabla de contenidos

Resumen.....	1
Abstract.....	2
Introducción.....	3
Generalidades de los polímeros.....	4
Resinas compuestas.....	5
Composición de las resinas compuestas para obturación de cavidades...	5
Conceptos mecánicos y unidades de medida.....	10
Fenómenos reológicos y consideraciones clínicas.....	14
Caracterización de los materiales.....	15
Norma no. 27 ANSI / ADA.....	19
Análisis dinámico – mecánico.....	21
Antecedentes históricos.....	31
Planteamiento del problema y justificación.....	34
Hipótesis y objetivos del estudio.....	36
Variables.....	37
Criterios de inclusión y exclusión.....	37
Material y método.....	39
Resultados.....	46
Discusión.....	64
Conclusiones.....	67
Proposiciones para nuevas investigaciones.....	67
Bibliografía.....	69
Curriculum vitae.....	71
Anexo	

Resumen

Los objetivos de este estudio son, valorar el comportamiento viscoelástico, por medio de la técnica de análisis dinámico-mecánico (DMA), de tres marcas de resinas para la obturación de cavidades y comparar el módulo elástico (ME) y el módulo de almacenamiento (E') obtenidos a través de la valoración estática y la técnica dinámica. Posteriormente se evaluaron por la técnica de análisis dinámico-mecánico 1 muestra de cada marca de resina envejecida en una cámara de UV, para comparar el comportamiento viscoelástico de la resina 24 hrs. después de polimerizar y haber sufrido un tratamiento de envejecimiento de 6.3 años. Las resinas estudiadas fueron Z100 de 3M, resina compuesta con 66% en volumen de material inorgánico y su matriz formada principalmente por Bis-GMA y TEGDMA, Herculite XRV de Kerr, contiene el 59% en volumen de material inorgánico y su resina es Bis-GMA, por último Tetric Ceram de Ivoclar que esta constituida de Bis-GMA, TEGDMA y UGDMA con un 60% de volumen de material inorgánico. Las muestras se elaboraron siguiendo las indicaciones del apartado 7.8 de la norma no. 27 de la ADA, Las muestras para el análisis de DMA tuvieron las siguientes dimensiones: Largo 35 ± 2 mm, ancho 3 ± 0.2 mm y espesor 1 ± 0.2 mm, el tamaño de la muestra se determinó de acuerdo a las características del equipo DMA modelo 2980 de TA instruments siendo las características de la prueba las siguientes; tipo de mordaza cantilever doble, frecuencia de 1Hz, barrido de temperatura de 3 °C por minuto de 0 a 70°C y una amplitud de onda de 200 micrómetros. Resultados Los valores de que se obtuvieron de MY y de E' son los siguiente, Z100 (ME 16,397 MPa, E' 13,277 MPa) Herculite (ME 12,828 MPa, E' 9,152 MPa) y Tetric Ceram (ME 12,064 MPa, E' 11,625 MPa). El comportamiento viscoelástico es muy similar entre las tres marcas, el valor de E' va disminuyendo conforme aumenta la temperatura y no descubre ninguna transición importante durante el análisis. El DMA nos proporciona la información sobre el comportamiento viscoelástico de los materiales, si estudiamos los datos del comportamiento plástico y del comportamiento elástico obtenidos con los ensayos mecánicos y la técnica dinámica que se pudieran mejorar las características de los materiales que utilizamos para nuestra práctica profesional.

Palabras clave: DMA, Resinas dentales, Viscoelástico, Análisis dinámico, UV,

Abstract

The objectives of this study are to value the viscoelastic behavior by dynamic-mechanic analysis (DMA), of three marks of composites for the restoration of cavities, to compare the modulus of elasticity (ME) and the storage module (E') obtained through a strength test and the dynamic technique. Later evaluated by the technique of DMA one sample of each mark aged in a camera of UV, to compare the viscoelastic behavior after cured and to have been a treatment of 6.3 year-old aging. The studied resins were Z100 3M, resin made up with 66% in volume of inorganic material formed mainly for Bis-GMA and TEGDMA, Herculite XRV of Kerr, contains 59% in volume of inorganic material and its resin is Bis-GMA, lastly Tetric Ceram of Ivoclar that this constituted of Bis-GMA, TEGDMA and UGDMA with 60% of volume of inorganic material. The samples were elaborated following the indications of the section 7.8 of the norm. 27 of the ADA, The samples for the analysis of DMA had the following dimensions: Long 35 + 2 mm, wide 3 + 0.2 mm and thickness 1 + 0.2 mm, the size of the sample was determined according to the characteristics of the team DMA model 2980 of TA instruments being the characteristics of the test the following ones; type of gag double cantilever, frequency of 1Hz, sweeping of temperature of 3 °C per minute of 0 to 70°C and a width of wave of 200 micrometers. Results The values of MY and of E' are the following one, Z100 (ME 16,397 MPa, E' 13,277 MPa) Herculite (ME 12,828 MPa, E' 9,152 MPa) and Tetric Ceram (ME 12,064 MPa, E' 11,625 MPa). The viscoelastic behavior is very similar among the three marks, the value of E' goes diminishing as the temperature increases and it doesn't discover any important transition during the analysis. The DMA provides us the information on the viscoelastic behavior of the materials. if we study the data of the plastic behavior and of the elastic behavior obtained with the mechanical test and the dynamic technique that could improve the characteristics of the materials that we use for our professional practice.

Key words: DMA, viscoelastic, dynamic analysis, composites, UV.

Técnica de valoración para polímeros de uso dental (Análisis dinámico-mecánico)

Introducción.

El estudio de los materiales con los cuales es posible llevar a cabo nuestra profesión, es una de las áreas más importantes dentro de la investigación odontológica. El conocer el comportamiento de los materiales utilizados tanto en la clínica como en el laboratorio dental, ha traído como consecuencia el mejoramiento de las propiedades físicas y mecánicas.

El desarrollo de las nuevas tecnologías ha venido a beneficiar el campo de la investigación, por lo que es importante introducirnos en estos avances y aprovechar la información que se pueda obtener.

La odontología es una profesión que nos permite utilizar una infinidad de materiales, la mayoría de los cuales estarán sujetos a condiciones de humedad, cargas, cambios de pH y temperatura, el Dr. Vega en su libro "Materiales en odontología"¹ menciona, que los medios más destructivos para los materiales en general son la intemperie y la cavidad bucal, esto nos da una idea de la importancia que tiene el conocer los materiales que utilizamos para tener con ello mejores resultados tanto en la clínica como en el laboratorio.

El objetivo final de este trabajo es dar a conocer y fomentar el uso de la técnica de análisis dinámico-mecánico (DMA) en la evaluación de materiales poliméricos dentro del campo odontológico.

Dentro de la gama de posibles estudios que se pueden realizar con la técnica del DMA en polímeros de usos dental, está la de cuantificar el grado de polimerización de un material según su tiempo de polimerización, el desarrollar características mecánicas del material con diferentes tipos de relleno inorgánico, caracterizar los materiales según su respuesta

viscoelástica, el ver el comportamiento de los materiales estudiados a diferentes temperaturas de análisis, etc.

A grandes rasgos la técnica dinámica – mecánica será de ayuda al tratar de predecir el comportamiento y la longevidad de algún material en las condiciones que reinan en la cavidad bucal.

Se han evaluado tres marcas de resinas compuestas fotopolimerizables para la obturación de cavidades, que pueden ser un ejemplo clásico de polímeros compuestos utilizados en la clínica dental, sin olvidar que tenemos materiales de impresión, cementos, materiales de laboratorio etc. dentro de la gran familia de polímeros usados en odontología

Generalidades de los polímeros

Esta familia de materiales la constituye un gran número de productos naturales, artificiales, combinaciones entre sí y la mezcla de estos productos con materiales inorgánicos.

La denominación de polímero, se le da a todo aquel material o sustancia de la naturaleza orgánica, tanto de origen natural como artificial, que esta formada por moléculas de relativo bajo peso molecular conocido como monómero unidas para dar como resultado una macromolécula que lleva el nombre de polímero³. La suma de los monómeros se hace gracias a la reacción química de polimerización, en otras palabras la causante de la formación de moléculas de elevado peso molecular (polímero) a partir de moléculas de bajo peso molecular (monómero) es la polimerización. Esta unión de monómeros puede llevarse a cabo por dos vías, la polimerización por adición que es cuando los monómeros se unen entre sí sin formar productos o cuerpos intermedios y la polimerización por condensación, en donde la reacción forma el polímero y en algunos casos se desprende algún producto secundario en forma de molécula pequeña como puede ser agua o algún alcohol, como por ejemplo de la polimerización por condensación donde no se desprende nada es la unión de isocianatos y alcoholes o aminas $(RNCO) + HO-R_2 = R-(NH)-(CO)-O-R_2$

Es importante resaltar que las resinas que se utilizan en este estudio, y en general todas las resinas para obturación de cavidades de uso odontológico tienen los dos tipos de reacciones, por condensación se preparan los monómeros, mientras que la polimerización final o reticulación del sistema se hace mediante radicales libres, o sea polimerización por adición.

Resinas compuestas

Los materiales compuestos (composites) han adquirido gran importancia y desarrollo en todos los terrenos industriales, por lo que la odontología no se ve rezagada en este tipo de avances.

Recordemos que el material compuesto es la combinación de dos o más materiales, en la que en estado sólido uno de ellos actúa como componente principal llamado también matriz de unión, mientras que el otro u otros compuestos aparecen repartidos como finas partículas o filamentos constituyendo el relleno denominándolos como la carga del material. Esta mezcla potencializa muchas de las propiedades de cada uno de los componentes que forman el material compuesto.

Antes de la aparición de las resinas compuestas, cuando se deseaba realizar algún tipo de restauración estética, se utilizaban los cementos de silicato, posteriormente aparecieron las resinas acrílicas sin tener el éxito que se esperaba. La mayor cantidad de estudios y la indicación más difundida para las resinas compuestas es la obturación estética de dientes anteriores y posteriores. No obstante este tipo de materiales se utilizan para un sinnúmero de aplicaciones.

Composición de resinas compuestas para obturación de cavidades

Se ha mencionado que las resinas compuestas están formadas por una matriz orgánica y un relleno inorgánico, además de estos componentes principales el material cuenta dentro de su composición un agente acoplante o de unión, alguna sustancia que es la encargada de

iniciar la polimerización, colorantes o pigmentos conservadores y los inhibidores de la polimerización espontánea.

La matriz orgánica es una molécula compleja que esta basada estructuralmente en la combinación de grupos químicos como los acrílicos y los diacrilatos, epoxi u oxiranos, fenoles etc.

A la persona que podemos atribuir la introducción de las resinas compuestas a la odontología es a Bowen (1930 – 1970) que hizo reaccionar un bisfenol A con dos moléculas de glicidil-metacrilato (GMA), para obtener el bisfenol-A-glicil-metacrilato (BIS-GMA) Para mayor comprensión de las moléculas puede considerársele formada por una porción central, constituida por la combinación de radicales epoxídicos más bisfenoles unidos a dos extremos metacrilato (fig. 1)

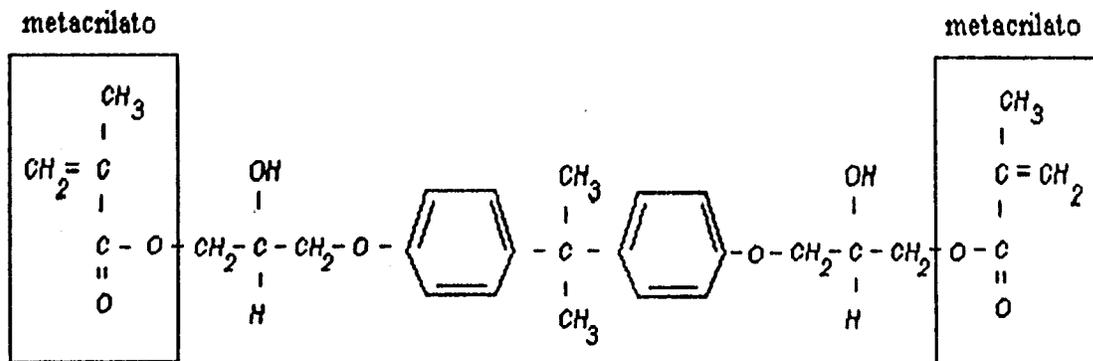


Fig. 1 Molécula de BisGMA. Los extremos son metacrilatos, por ello a este tipo de resinas se les denomina diacrilatos. La reacción de polimerización se produce a merced de la apertura de los dobles enlaces de dichos metacrilatos.

Este descubrimiento revolucionó los materiales dentales, por ser una molécula bifuncional ya que por ambos extremos se encuentran los dobles enlaces de los grupos metacrilato, lo que permite el crecimiento tridimensional de las macromoléculas durante la polimerización.

Como característica fundamental se puede citar que el peso molecular de la BIS-GMA es algo mayor de 500 frente al del metacrilato de metilo que es de 100, hay que recordar que el metacrilato de metilo, en épocas anteriores, se utilizaba como material de obturación plástica².

El grupo fenol confiere a la BIS-GMA rigidez y resistencia mecánica, los grupos hidroxilos favorecen la formación de uniones secundarias en forma de puentes de hidrogeno. Esta molécula es muy viscosa debido a su alto peso molecular, debido a ello los fabricantes suelen mezclar otras de menor peso con el fin de obtener copolímeros de menor viscosidad:

- Bisfenol metacrilato..... BIS-MA
- Etil-glicol-dimetacrilato..... EGDMA
- Trietilen-glicol-metacrilato...TEGDMA

Actualmente no todas las resinas comerciales están hechas a base de BIS-GMA, algunas utilizan como monómero base el uretano-dimetacrilato (UDMA).

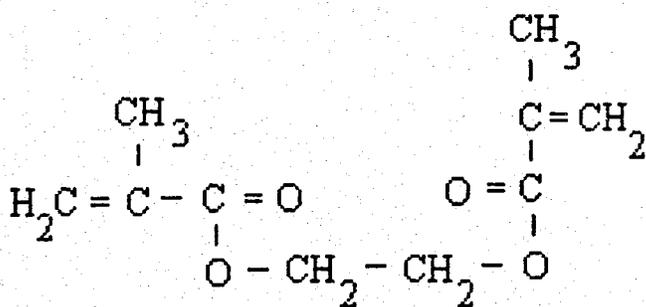
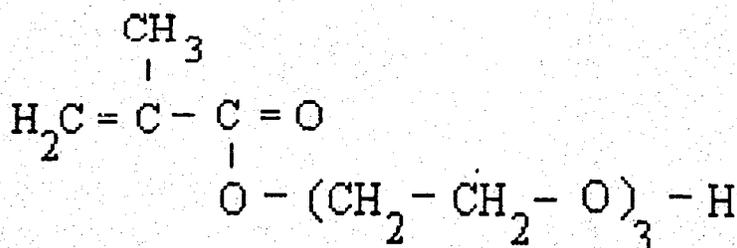


Figura 2. Molécula de etil-glicol-dimetacrilato. EGDMA

Figura 3. Molécula de Trietilen-glicol-metacrilato TEGDMA



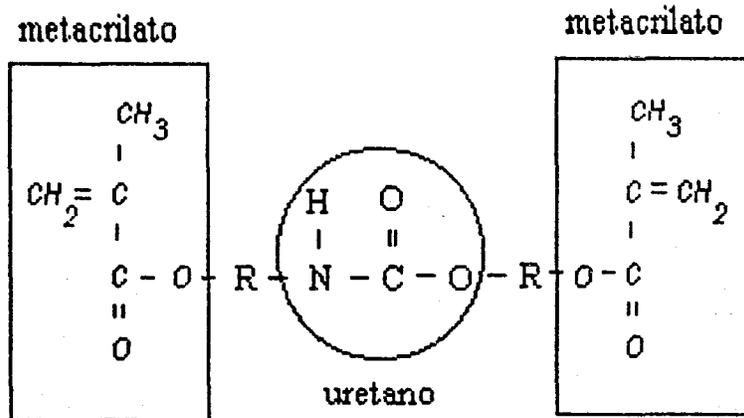


Figura 4. Molécula de dimetacrilato con unión de uretano. UDMA

Las primeras investigaciones para mejorar las características físicas y mecánicas de las resinas consistieron en introducir el relleno inorgánico al material. En el año de 1966 después del descubrimiento de la resina de Bowen empieza la introducción de rellenos, aunque en años anteriores se habían realizados experimentos similares con otras resinas.

Los primeros rellenos fueron hechos a base de fibras y de cementos de vidrio, así como fosfato de calcio fundido y sílice fundida, el cuarzo tuvo su importancia pero tiene problemas por su alto porcentaje de expansión térmica.

En la actualidad los rellenos tienden a ser combinaciones que suman propiedades, tratando de obtener coeficientes adecuados de expansión térmica, radiopacidad y pulido adecuado, entre los más utilizados están los silicatos de aluminio y bario, silicatos de aluminio y litio, vidrios de sílice con bario o estroncio, cuarzo sílice coloidal, sílice pirogénica, zirconio y fluoruro de yterbio.

Para que la matriz orgánica y el rellenos inorgánico funcionen como un solo material, estos deben estar estrecha y firmemente unidos, lo cual se obtiene por dos procedimientos:

mediante un proceso intermedio de hidrolización a los radicales silícicos del componente inorgánico de la resina,

Otros componentes de las resinas compuestas usadas para la obturación de cavidades en odontología son los colorantes o pigmentos siendo en su mayoría óxidos, inhibidores de la polimerización espontánea, conservadores del material y los iniciadores de la polimerización que en este caso en particular de las resinas fotopolimerizables se activan con luz visible con una radiación mayor a los 400 nm, el iniciador por lo general suelen ser dicetonas y cetonas aromáticas como las camforoquinonas y biacetil, usados en conjunción con agentes reductores como las aminas terciarias.

Conceptos mecánicos y unidades de medida

Definiciones:

- **Fuerza:** Capacidad que al actuar sobre un cuerpo, modifica el estado de reposo o movimiento imprimiéndole una aceleración.
- **Carga:** Fuerza externa que actúa sobre un material
- **Esfuerzo:** Es una fuerza igual a la carga pero en sentido contrario que se genera en el seno del material.
- **Resilencia:** Es la propiedad de almacenar energía cuando el material se deforma.
- **Dureza:** Capacidad de un material para dejarse rayar, erosionar o penetrar.
- **Deformación:** Son los cambios dimensionales que ocurren en un cuerpo.
- **Reología:** Es la ciencia que estudia el flujo de los materiales

Es necesario, diferenciar entre unidades de fuerza y unidades de esfuerzo, la unidad de fuerza es el Newton (N) que se define como la fuerza que actúa sobre un kilogramo-masa y le proporciona una aceleración de un metro por segundo al cuadrado:

$$N = (\text{Kg}) \text{ m/seg}^2$$

Al aplicar una fuerza a un material para tratar de obtener una deformación en él, se generará una resistencia interna. La medida de esa resistencia interior, se denomina esfuerzo, y se obtiene midiendo la fuerza externa aplicada la que a su vez, estará en relación con la superficie del material que la reciba:

$$\text{Esfuerzo} = \text{Fuerza} / \text{Superficie}$$

La unidad de medida de Esfuerzo es el Pascal (Pa), que representa el esfuerzo que ejerce un N por metro cuadrado de superficie:

$$\text{Pa} = \text{N} / \text{m}^2$$

Como esta unidad es poco adecuada para los fines odontológicos por la cantidad que se utiliza en la clínica, se prefiere hablar de megapascales (MPa) que representa el esfuerzo que ejerce un N sobre un milímetro cuadrado de superficie:

$$\text{MPa} = \text{N} / \text{mm}^2$$

Para obtener este tipo de información, se realizan clásicamente pruebas de tipo mecánico, donde las muestras sufren deterioro o rotura y difícilmente pueden utilizarse en otro tipo de estudio, por lo que resultaría costoso realizar la prueba en diferentes condiciones (modificaciones en temperatura, pH, envejecimiento de las muestras etc.)

Dentro de la cavidad bucal, existe un gran número de variantes que pueden modificar las características mecánicas de los diferentes materiales que pudieran encontrarse en este medio, por lo que las investigaciones en el campo de materiales dentales han sido exhaustivas con relación a medir y mejorar la resistencia, la durabilidad, la solubilidad, la deformación, la dureza, la elasticidad etc.

Este trabajo está concentrado en encontrar ciertas características mecánicas de tres marcas de resinas fotopolimerizables, por lo que es importante definir el término de mecánica “es

la ciencia que se ocupa de las fuerzas y del movimiento o la modificación de un movimiento preexistente”. Pero si este cuerpo esta inmóvil, aparecerán deformaciones en sus partículas, por lo tanto podemos definir como propiedades dentales de los materiales dentales a “ el comportamiento que exhiben los materiales dentales sometidos a la acción de diferentes cargas o esfuerzos, a las deformaciones producidas y a las repercusiones biológico-clínicas que todo ello puede comportar en el ámbito bucal”¹.

Los materiales pueden presentar dos tipos de deformaciones, **deformación elástica**, cuando un material es sometido a un esfuerzo aparece una deformación, y cuando deja de actuar la fuerza el material vuelve a su dimensión original, se debe hacer énfasis de que la recuperación del material es instantánea, es decir independiente del tiempo a este tipo de se le conoce como una deformación 100% elástica.

La **deformación plástica** está caracterizada por la incapacidad del material a regresar a su estado original antes de la aplicación de la fuerza que lo ha deformado, en otras palabras, al retirar la fuerza, el material no regresa a sus dimensiones iniciales por que ha existido en la masa del material un desplazamiento definitivo entre sus átomos y moléculas. Si la fuerza sigue aplicándose, el material llegará a la fractura, superando así la resistencia final del material.

Existen casos intermedios en los que al retirar la fuerza aplicada al material una parte del mismo regresa a su estado original y la otra no lo puede hacer. Este es el principio de los conceptos de viscoelasticidad, en donde existen dos componentes que caracterizan la respuesta del material, uno elástico y el otro viscoso.

El estudio de los materiales hasta sus límites máximos de resistencia mecánica en gran deformación nos ayudan a clasificar los materiales en elásticos, pseudoelásticos, y elastoméricos. El tipo de fractura puede ser frágil o dúctil y es función de la microestructura de los materiales, así como de las formas de aplicación de la energía, es decir, la relación con el tiempo de aplicación de los esfuerzos sobre el material. Existen pruebas de tracción, flexión, compresión, impacto etc., cada una de ellas está diseñada para obtener

características importantes de los materiales y son seleccionadas en función del tipo de área en los que los materiales son aplicados.

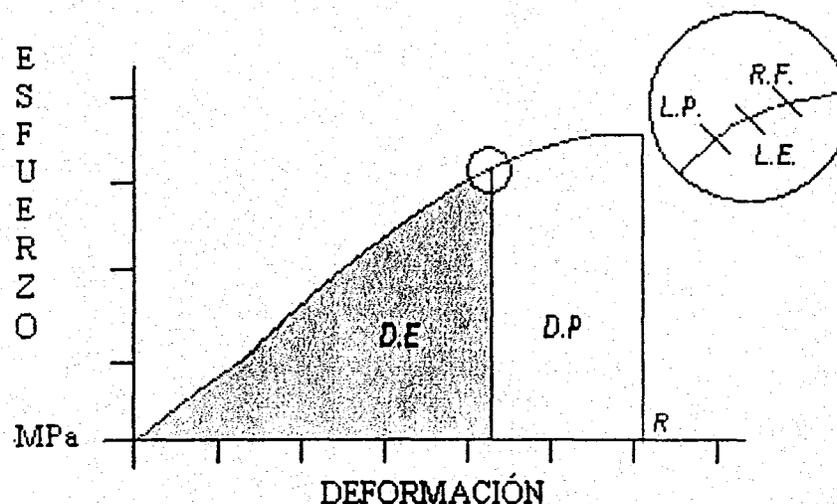
Utilizando el equipo especializado podemos medir las cargas aplicadas al material y las deformaciones producidas, pudiendo realizar un análisis por medio de una gráfica en un eje de coordenadas de tensión contra deformación. Fig. 6

Del análisis de la parte recta se deduce que ha medida que va incrementándose la carga en proporciones constantes, se obtiene una deformación también constante, esto quiere decir que la respuesta elástica de un material, se caracteriza por la proporcionalidad entre esfuerzo aplicado y la deformación lograda. Dicha proporcionalidad está fundamentada en la Ley de Hook y es el fundamento para calcular el módulo elástico.

$$E \text{ (módulo elástico)} = \text{Esfuerzo} / \text{Deformación (Unidades de MPa)}$$

Cuando el material se ha deformado plásticamente ha pasado el límite proporcional que es la tensión máxima que soporta el material sin que pierda la proporcionalidad entre tensión y deformación, quedando registrada en la porción no recta de la gráfica.

Fig. 6 Gráfica de esfuerzo contra deformación: L.P. límite proporcional, L.E. Límite elástico, R.F. Resistencia final antes de la deformación plástica, D.E. Deformación elástica, D.P. Deformación plástica, R. Ruptura del material



Del análisis de la parte recta se deduce que a medida que va incrementándose la carga en proporciones constantes, se obtiene una deformación también constante, cuando el material se ha deformado plásticamente ha pasado el límite proporcional que es la tensión máxima que soporta el material sin que pierda la proporcionalidad entre tensión y deformación, quedando registrada en la porción no recta de la gráfica.

El módulo de Young o módulo de elasticidad resulta de dividir el valor de la tensión (fuerza igual a la carga, pero en sentido opuesto al que se genera en el seno del material), entre la deformación que se produce, este valor será constante durante todo el tramo recto de la gráfica y será constante mientras que la ley de Hook se cumpla (las tensiones inducidas son proporcionales a las deformaciones producidas hasta determinado momento en cada material). Durante todo el tramo recto de la gráfica se cumple esta ley, pero si la fuerza deja de actuar, la deformación producida desaparecerá inmediatamente. Si por el contrario, la fuerza sigue actuando sobre el material la deformación de este será permanente, se dice entonces que el material se ha deformado plásticamente, quedando graficado en la parte curva, donde no se cumple la ley de Hook.

Fenómenos reológicos y consideraciones clínicas

Hasta el momento solo se ha mencionado fenómenos relacionados con materiales en estado sólido, pero debemos de tomar en cuenta que entre los estados de sólido a líquido o viceversa existe una gran gama de consistencias, por lo que algunos autores han llegado a hablar del cuarto estado de la materia para poder reunir o incluir a todos aquellos materiales comprendidos entre los casi líquidos o casi sólidos. Existen en odontología muchos materiales que poseen propiedades viscoelásticas, lo que quiere decir que tienen propiedades de los materiales elásticos (sólidos) y propiedades de los materiales viscosos (líquidos).

Ya se menciono que a los sólidos al deformarlos antes de su límite elástico, volverán a su forma original inmediatamente una vez eliminada la fuerza, sin embargo se entenderá por viscoelasticidad a una “elasticidad amortiguada”, esto lo vuelve dependiente del tiempo a diferencia de los sólidos.

Los materiales viscoelásticos una vez deformados tienden a volver a sus dimensiones originales lentamente, como si tuvieran que vencer cierto grado de viscosidad interior, todas estas características las estudia la ciencia llamada reología, que se define como el estudio del flujo de los materiales o en otras palabras es el estudio de la mecánica de los cuerpos deformables.

Dentro del campo odontológico el comportamiento de los materiales visco-elásticos, es interesante, ya que muchos los manejamos en estado plástico, pero deben de fluir adecuadamente para cubrir toda la superficie necesaria, sin embargo no debe derramarse por ser un material muy fluido.

Caracterización de materiales

Los métodos de caracterización son una parte importante en el desarrollo y mejoramiento de los materiales en general, por lo que la odontología no se queda atrás, el objetivo principal de esta caracterización es la de obtener datos con respecto a una o varias propiedades, controlando las condiciones y eliminando los factores extraños o reducir a un nivel de insignificancia dichos factores.

Varias organizaciones han desarrollado métodos de ensayo estándares que puedan reproducirse en cualquier laboratorio. La American Society of Testing Material (ASTM), ha establecido un gran número de estos métodos, mientras que otras organizaciones han desarrollado su propia metodología para aplicaciones específicas como la American National Standards (ANSI), la American Dental Association (ADA), la International Standards Organization (ISO) entre muchas otras más.

Al caracterizar un material se debe tomar en cuenta la totalidad del medio ambiente circundante, pues existen muchos factores que se combinan y afectan las propiedades físicas y mecánicas del material, El material puede cambiar drásticamente sus propiedades mecánicas, si esta en presencia de humedad, si sufre cambios térmicos, o si le afecta algún

pH específico, todas estas condiciones se deben tomar en cuenta en los materiales que serán colocados en la cavidad bucal.

Durante la caracterización de los materiales se tiene que entrar en un esquema de estudios que son los siguientes:

a) Estudios preliminares

Determinación cualitativa de los elementos constituyentes

Determinación cuantitativa de elementos constituyentes

Solubilidad en solventes

Contenido de cenizas

Determinación de grupos funcionales

b) Determinación de la micro estructura

c) Medición de transiciones

d) Determinación de propiedades

e) Comportamiento durante el procesamiento

Durante los últimos treinta años la instrumentación analítica ha llegado a avanzar hasta tal punto que ha alcanzado un nivel de operación increíble, que ha permitido que con pequeñas cantidades del orden de miligramos, se pueda determinar el tipo, el contenido, las propiedades y el comportamiento de los materiales estudiados.

Existen varias técnicas de análisis instrumental:

- Análisis elementales

Absorción atómica

- Métodos espectroscópicos

Infrarrojo (IR)

Ultravioleta (UV)

Visible

Resonancia magnética (NRM)

Masas (MS)

- Métodos de análisis térmicos
 - Análisis térmico diferencial (DTA)
 - Calorimetría diferencial (DSC)
 - Termogravimetría (TGA)
 - Termomecánica (TMA)
 - Dinámico – mecánica (DMA)**

- Métodos cromatográficos
 - Gases (GC)
 - Líquidos (LC)
 - Absorción
 - Fase reversa
 - Permeación gel (GPC)
 - Capa fina (TLC)

- Métodos de superficie
 - Microscopía
 - Rayos X

Además existen desde mucho antes los métodos físicos y ensayos mecánicos

- Métodos físicos
 - Densidad
 - Absorción de humedad
 - Viscosidad
 - Conductividad térmica
 - Resistencia eléctrica

Constante dieléctrica

Factor de dispersión

Resistencia al arco

Resistencia dieléctrica

Índice de oxígeno

- Ensayos técnicos

Tensión

Flexión

Compresión

Torsión

Impacto

Dureza

Temperatura de deflexión

- Ensayos químicos

Resistencia a solventes

Grado de acidez

- Ensayos de toxicidad

Inhalación de vapores

Absorción

Dermatitis

Irritación

Norma no. 27 A.N.S.I./A.D.A. para materiales de obturación a base de resinas

La Asociación dental Americana (A.D.A) en su afán de mantener un mínimo de calidad en los productos que certifica, ha elaborado una serie de normas y especificaciones, las cuales cada uno de los materiales debe de cumplir.

Estas normas se basan principalmente en los protocolos elaborados por ISO para la valoración de materiales, en lo que respecta particularmente a esta norma, entró en vigor en 1976, sin embargo se hizo una revisión en donde se tomo como parámetro la ISO 4049-1988.

La Especificación No. 27 ANSI / ADA revisada y con modificaciones entra en funcionamiento el 16 de julio de 1994. La segunda edición de la norma toma información técnica y tecnológica descrita en la primera, sin embargo tomando en cuenta los avances en materia de resinas de obturación tuvieron que agregarse y en algunos otros casos omitirse diferentes procedimientos de valoración.

La norma clasifica los materiales de obturación a base de resinas de la siguiente manera:

- **Clase A:** Material el cual el fabricante considera que es para restauración de cavidades incluyendo superficies oclusales
- **Clase B:** Todos los otros materiales a base de resina
- **Tipo 1:** Son los materiales que polimerizan químicamente, por ejemplo en los que se mezcla la pasta base con un iniciador de la reacción, exceptuando en estos casos a los materiales duales.
- **Tipo 2:** Son los materiales que necesitan energía externa (luz azul) para poder iniciar y/o completar la polimerización del material, incluyendo los materiales duales.

De acuerdo a la clasificación que se acaba de mencionar los tres tipos de resina que son incluidos en este estudio son de clase A tipo 2

Como es objetivo de esta norma el cumplir con un mínimo de calidad los requerimientos que deben cumplir son los siguientes:

- **Biocompatibilidad:** Estas pruebas se realizan de acuerdo a la norma ISO/TR 7405 publicada en 1984 que habla de la evaluación biológica de los materiales dentales.

- **Propiedades físicas y mecánicas:** En este punto se incluyen los diferentes tipos de pruebas a la que deben ser sometidas los materiales a estudiar
 - a. **Características generales;** Es el apartado donde se explica como debe de ser la presentación del material.
 - b. **Tiempo mínimo de trabajo y tiempo de manipulación;** Estas pruebas se realizan únicamente a los materiales tipo 1
 - c. **Sensibilidad a la luz ambiental;** En este apartado se nos explica que característica debe tener el material después de pasar por una prueba de luz por 60 segundos.
 - d. **Profundidad de polimerización;** Esta prueba nos da los elementos para poder evaluar que tanto material podemos polimerizar con una sola exposición de luz.
 - e. **Resistencia Flexural;** El apartado 4.2.6 de la norma no. 27 de la ANSI/ADA nos menciona como debemos llevar a cabo las pruebas para obtener la resistencia flexural del material, este apartado es el que se siguió para la realización de las pruebas estáticas
 - f. **Absorción y solubilidad en agua.**
 - g. **Tono (color)**
 - h. **Estabilidad de color**
 - i. **Radiopacidad**

- **Método a seguir en las diferentes pruebas:** Se nos explican detalladamente todos los procedimientos que debemos seguir para obtener la valoración de algún material a base de resina que estemos estudiando. El apartado 7.8 de la norma nos explica como se debe preparar las muestras, número de muestras, tamaño de las muestras,

equipo para la prueba, y especificaciones de la prueba, así como a la interpretación de los resultados, explicando todas las fórmulas matemáticas que se deben seguir para llegar a obtener la valoración en resistencia flexural del material.

Análisis dinámico – mecánico

A causa del rápido crecimiento en el uso de los plásticos en ingeniería y a las necesidades de registrar su comportamiento y resistencia, el análisis dinámico - mecánico (DMA) ha conseguido un crecimiento como técnica de análisis térmico. Los recientes avances en la ciencia de materiales han sido la principal causa de los progresos en la tecnología de caracterización de materiales. La técnica del DMA es uno de los más importantes desarrollos ya que ha permitido a los científicos predecir con exactitud el comportamiento de un material en un amplio intervalo de condiciones.

Básicamente esta técnica involucra mediciones de la respuesta mecánica de un polímero cuando es deformado por un esfuerzo periódico, por lo que es usada para describir las propiedades reológicas y viscoelásticas de los materiales. En otras palabras el DMA sirve para medir la respuesta mecánica de un material que es deformado por un esfuerzo periódico, por lo que la implementación de esta técnica dentro del campo odontológico ha iniciado desde hace ya varios años.

Las propiedades del material que podemos medir con la técnica del DMA son las siguientes:

- Módulo de almacenamiento (E')
- Módulo de pérdida (E'')
- Tangente delta (E''/E')
- Flexibilidad
- Viscosidad
- Esfuerzo de relajación
- Fluencia del material

Esta técnica proporciona la deformación necesaria para predecir el comportamiento de un material en un amplio intervalo de condiciones donde se pueden incluir las siguientes variables:

- Temperatura
- Tiempo
- Esfuerzo
- Deformación

El DMA se ha comprendido desde ya hace varios años, pero debido a la complejidad de las mediciones mecánicas requeridas para pasar de la teoría a la práctica, no llegó a ser una herramienta útil sino hasta los años 70's, cuando se desarrolla un instrumento para reproducir condiciones mecánicas y ambientales adecuadas. La computación más tarde hizo del DMA una herramienta más viable ya que se minimizaron los tiempos de análisis y la intensa labor matemática.

Para entender con mayor solvencia las cualidades del análisis dinámico – mecánico, se debe saber que las propiedades mecánicas de los materiales las podemos clasificar en dos grandes grupos:

- ▣ Propiedades a gran deformación
- ▣ Propiedades a baja deformación

Se puede diferenciar a la gran deformación en que implica someter un esfuerzo (peso / unidad de área) hasta que el material se fracture como en los estudios de tracción, compresión, flexión y permite valorar el comportamiento no lineal de un material sujeto a una deformación dada, estudiar los efectos de pasar de la zona elástica a la zona plástica producidos por una gran deformación del material, por lo consiguiente se pueden observar las propiedades últimas del material.

La técnica del DMA permite la respuesta viscoelástica de un material sometido a una deformación periódica (sinusoidal) y es particularmente útil cuando se evalúan polímeros que exhiben un comportamiento dependiente del tiempo, frecuencia y temperatura.

Como se mencionó anteriormente los materiales tienen un componente elástico y un componente viscoso, podemos decir que un material 100% elástico tiene una angulación de fase igual a 0° , mientras que un material 100% viscoso tendrá una angulación de fase igual a 90° Fig. 7

Podemos sacar en conclusión que en el caso de un material, el ángulo de fase se encuentra entre 0° y 90° , antes de la temperatura de transición vítrea (T_g) predomina E' versus E'' mientras que la tangente delta tiende a cero, posterior a la T_g la respuesta viscoelástica es función de la micro estructura del material (densidad, reticulación, masa molecular etc.) pudiendo decir que el valor de E' drásticamente. Podemos resumir que si este ángulo tiende más hacia los 0° el comportamiento será más elástico E' , mientras que después de T_g este ángulo tiende más hacia los 90° teniendo un comportamiento más viscoso E'' donde podemos obtener una ecuación fundamental en mecánica lineal fig. 8.

$$\tan \delta = (\sin \delta / \cos \delta) = E'' / E'$$

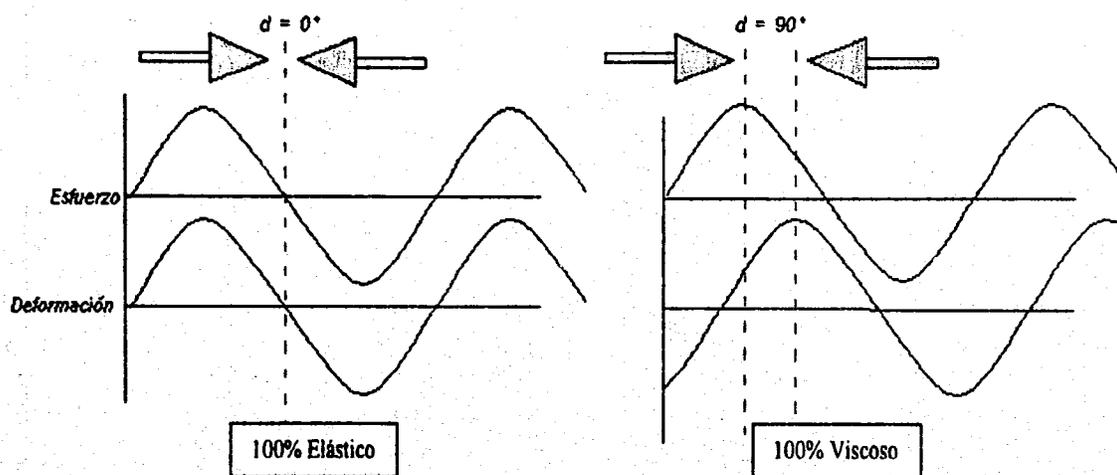


Fig. 7 La oscilación aplicada en el DMA es sinusoidal
 La respuesta del material es función de la viscoelasticidad del mismo
 E' (elástico), E'' (viscoso), $\tan \delta = E'' / E'$

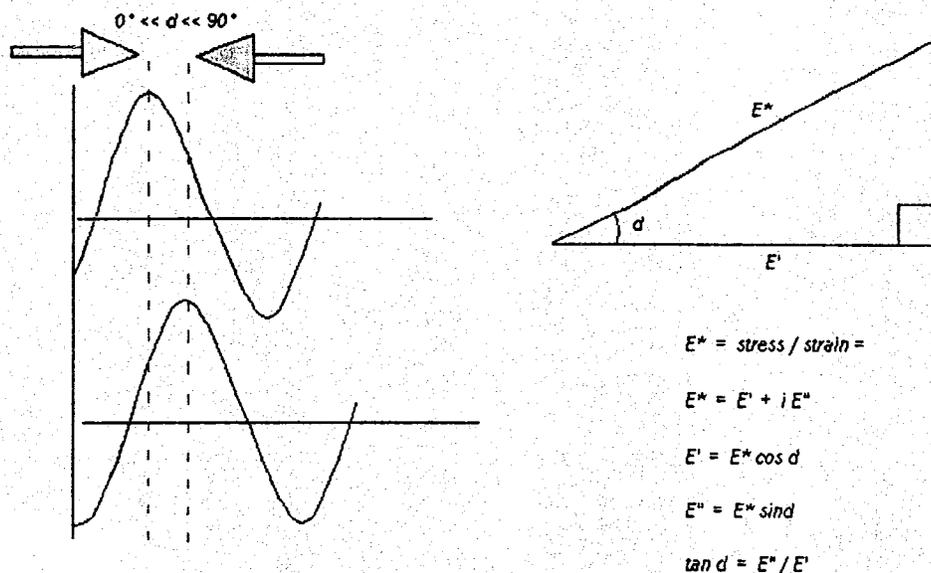


Fig. 8 Módulo complejo y la viscoelasticidad

La técnica del DMA puede proporcionarnos diferentes tipos de mediciones, en función del equipo y mordazas utilizadas, en pruebas de tensión y compresión obtenemos el módulo de almacenamiento y el módulo de pérdida (E' , E'') mientras que en una prueba de corte obtenemos módulos muy relacionados a los primeros (G' , G'').

Se pueden observar transiciones primarias y secundarias del material en relación al tiempo, frecuencia y temperatura, la velocidad y el grado de reticulación, la vitrificación y la viscosidad, las características propias de la disipación de la energía dentro del material (E'' y G'').

La industria ha obtenido grandes beneficios con la información que se puede obtener con las técnicas del DMA, principalmente enfocada a la investigación en materiales poliméricos, como por ejemplo, estudiar la estructura de copolímeros, la compatibilidad de mezclas y efectos y ramificaciones en lo que se refiere a la mezcla de polímeros. En relación a los materiales compuestos (composites) que son materiales comúnmente utilizados en odontología podemos estudiar a profundidad los efectos de la matriz y efectos isotrópicos, la adhesión entre fases, el efecto del porcentaje de volumen de carga, la percolación de fases etc. fig. 9

Toda esta información se puede conjuntar para llegar a las condiciones finales de un material "X" siendo en odontología de gran importancia los siguientes:

- Carga de materiales
- Resistencia al impacto
- Comportamiento a diferentes temperaturas
- Estabilidad a largo plazo

Aplicaciones del DMA en la industrias

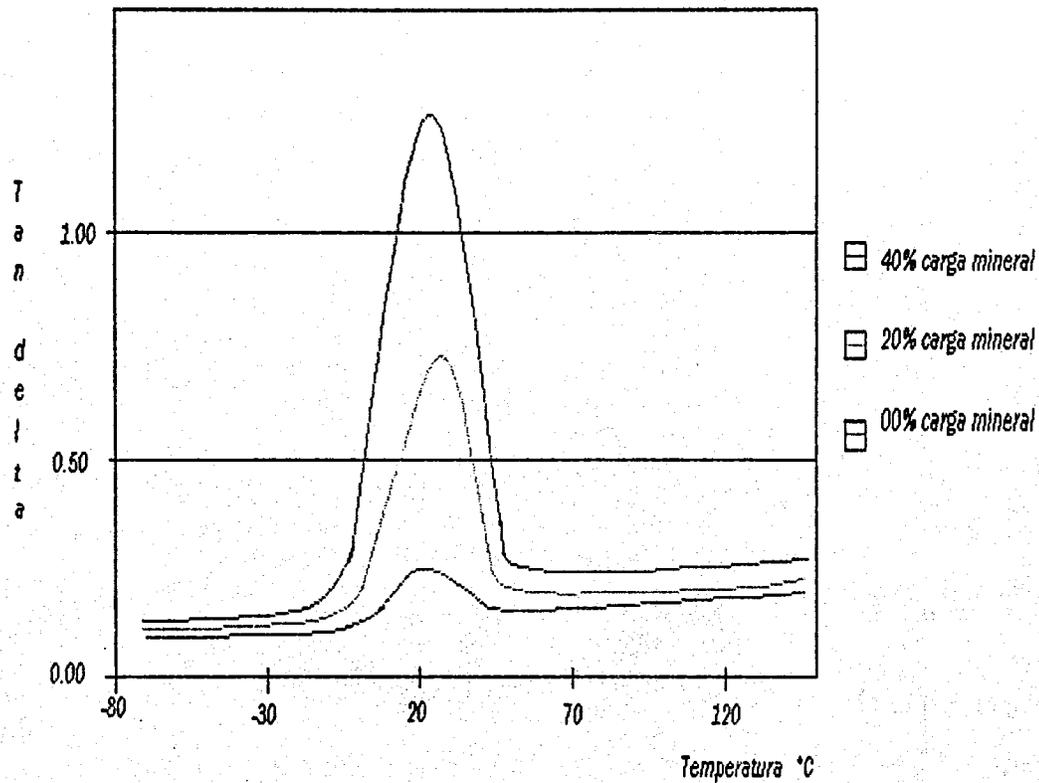
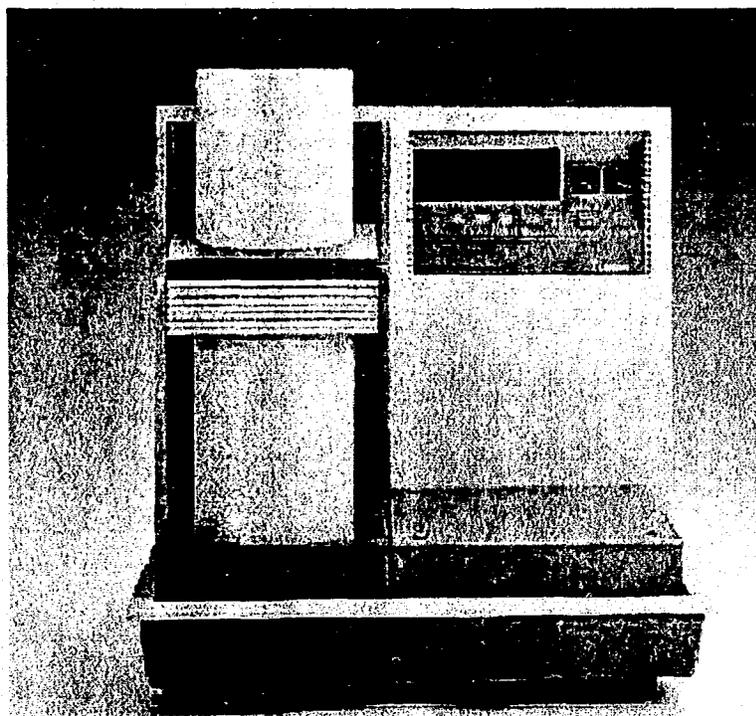


Fig. 9 Comportamiento viscoelástico de látex poly(BUT-CO-STY) con diferentes porcentajes de carga mineral.

Un equipo tradicional de DMA cuenta con una PC (que el instrumento que monitoréa la valoración y sirve de interfase entre el usuario y el equipo), un módulo principal (Fig. 10) que cuenta a su vez con un motor, diferentes mordazas para diferentes tipos de muestras, N₂ líquido y una bomba de aire. Este módulo debe estar sobre una mesa aislada de vibraciones.

Dynamic Mechanical Analyzer DMA 2980



TA

Fig.10 Módulo principal del equipo DMA modelo 2980

El equipo esta preparado para realizar diferentes tipos de esfuerzos en diferentes tipos de muestra como son:

- Fibras (desde 5 micras de diámetro)
- Películas (delgadas y gruesas)
- Láminas
- Espumas
- Materiales formulados (compuestos)

Para ello el equipo cuenta con cinco tipos diferentes de mordazas para configurar tres tipos de pruebas:

- Tracción (fibras y películas delgadas)
- Compresión (Espumas, materiales elastoméricos)
- Flexión que puede ser en tres puntos, cantilever sencillo y doble. Fig.11

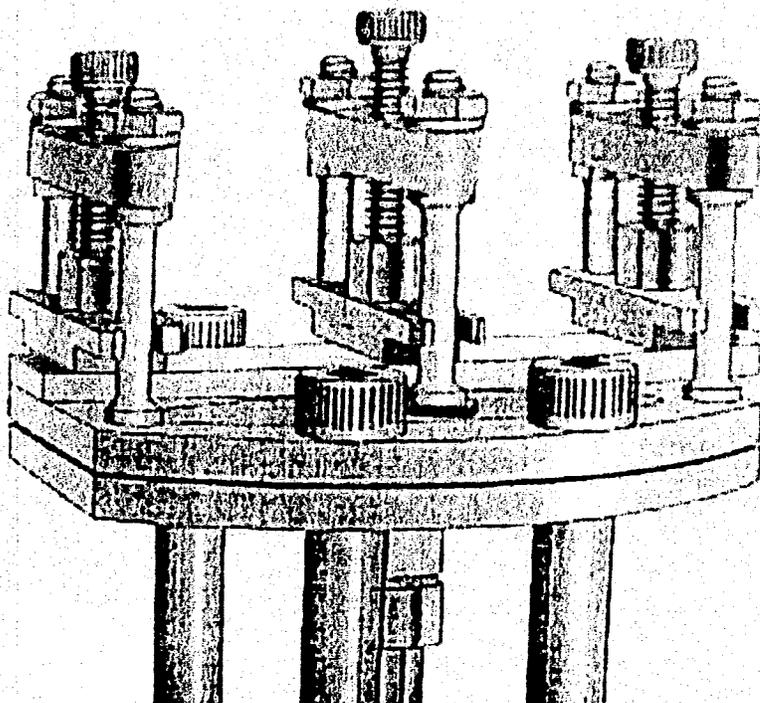


Fig. 11
Mordaza para la prueba de cantilever en el equipo de TA instruments

Es importante mencionar que la deformación aplicada durante el análisis de DMA siempre debe ser la zona de respuesta lineal, en otras palabras nunca debe sobrepasar el límite elástico del material, de lo contrario obtendríamos datos falsos, por lo que cualquier material sólido o gel que presente una respuesta viscoelástica podrá ser estudiado por medio de esta técnica, mientras que los materiales 100 % viscosos, no es posible estudiarlos por medio del DMA ya que no cuentan con módulo elástico.

Dentro el estudio de DMA podemos obtener diferentes mediciones como son:

- ♦ **Multideformación (Multistrain)** Esta medición se utiliza para conocer el límite elástico de los materiales, barrido en deformaciones con diferentes temperaturas o frecuencias.
- ♦ **Isocronas** Es la medición donde se utiliza una o varias frecuencias con un barrido de temperaturas, pero siempre con una deformación constante (zona elástica del material). Esta prueba sirve para conocer el comportamiento viscoelástico del material (Elástico vs. Viscoso) y ver transiciones.
- ♦ **Isotermas** Es la medición donde la temperatura permanece constante sin embargo se realiza un barrido de frecuencias

Las principales variables que nos proporciona el equipo de DMA de la casa TA instruments modelo 2980 son:

- ♦ **Amplitud de onda:** que es la deformación impuesta sobre el material estudiado y que puede ser de 0.1 a más de 200 micrómetros.
- ♦ **Frecuencia (Hz):** Es la velocidad de deformación que por lo general es de 0.1 a 50 Hz.
- ♦ **Mordaza para la muestra:** La selección de esta depende del tipo de material a estudiar.
- ♦ **Velocidad de calentamiento:** Para polímeros es alrededor de 3°C/min
- ♦ **La velocidad de adquisición de datos** es de dos puntos por segundo
- ♦ **La medición del equipo** es de hasta 5 décadas (de 0.1 a 10,000 MPa)

Para poder interpretar una gráfica de DMA debemos reconocer tres zonas importantes

- ♦ Zona 1 que es el comportamiento del material antes de las transiciones
- ♦ Zona 2, que es la región de transición (la disminución rápida del módulo elástico)
- ♦ Zona 3 conocida como región de caucho para terminar en la región de flujo del material

Para estudios donde queremos caracterizar un polímero con diferentes porcentajes de carga mineral es muy útil la gráfica de la tangente delta, donde se puede observar con facilidad el comportamiento del material con diferentes porcentajes de carga. Fig. 12

Latex cargado 25% con carbonato 1Hz 3°C/min de -80°C a 120°C
Mordaza Cantilever sencillo amplitud de deformación 20 micrómetros

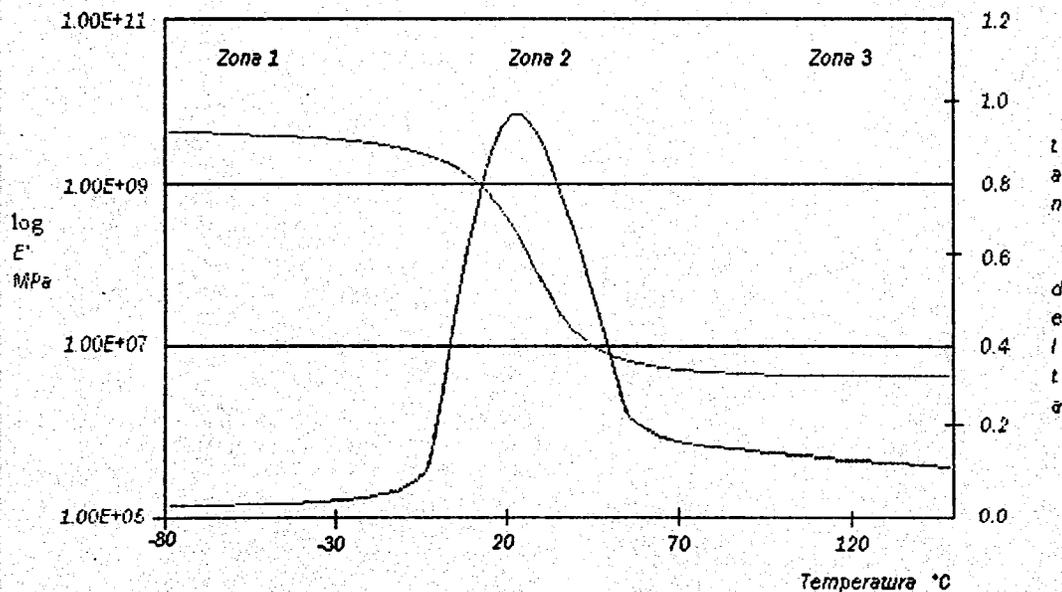


Fig. 12 Principales zonas de la gráfica proporcionada por el estudio de DMA
 Explicación en el texto

Antecedentes históricos

La valoración de las propiedades físicas y mecánicas siempre han ido de la mano junto con el desarrollo de nuevos materiales, mejorando los resultados de sus antecesores, por lo tanto es lógico pensar, que sin la valoración de los materiales no hubiese desarrollo en estos últimos años con respecto al mejoramiento y creación de los materiales dentales, es fácil comprobarlo, al buscar en revistas especializadas se encuentran una gran cantidad de estudios enfocados a la valoración de materiales.

Las resinas fotocurables para la obturación de cavidades se han desarrollado de tal manera, que existen una gran cantidad de estudios tanto de laboratorio como clínicos con respecto a este material tan usado actualmente por el odontólogo.

El conocer las propiedades físicas y mecánicas nos ayuda a elegir entre un gran número de productos y ese fue el objetivo del Dr. Ferracane y col. En el artículo publicado en 1994 ⁴. Buscando las propiedades de los composites indicados para la obturación de dientes posteriores, es interesante recalcar que los resultados obtenidos por este estudio por lo que respecta al módulo de Young (módulo elástico) de la resina Herculite XR es del alrededor de 11,000 MPa, mientras que en otro estudio publicado cuatro años antes por el Dr. Willems ⁵ acerca de la clasificación de las resinas dentales, la misma marca de resina Herculite XR obtiene un valor promedio del módulo de Young de 16,042 MPa Ambos estudios tomaron como referencia principal los procedimientos que marca la ADA en su especificación no. 27 ⁶. La preparación de las muestras tiene mucho que ver como lo demuestra el Dr. Husysmans y col. En su artículo publicado en 1996 ⁷ donde utilizando la misma marca de resinas se pueden tener resultados diferentes si tiene alguna variación en la preparación de la muestra que serán sometidos a alguna prueba.

El Dr. Brem y col. ⁸ han trabajado en encontrar el contenido del material inorgánico ideal, para la resina utilizada en la obturación de cavidades, por lo que han demostrado que el porcentaje de relleno inorgánico es fundamental para proporcionar las características físicas de cada uno de los productos que existen en el mercado.

Hasta la actualidad los ensayos mecánicos y la valoración clínica^{9,10,11,12,13,14,15} han sido los estudios de elección para determinar algunas de las características mecánicas de los materiales que utilizamos en odontología así como pronosticar su comportamiento a través del tiempo, sin embargo, el avance en la tecnología para la caracterización de los materiales ha traído consigo la posibilidad de realizar otro de tipo de estudios obteniendo con ello más información acerca del comportamiento de los materiales.

Apartir de los 60's los análisis dinámicos para los polímeros eran realizados con diferentes tipos de aparatología y con ayuda de grandes ecuaciones matemáticas. En los 70's se desarrolló un péndulo de torsión con libre oscilación capaz de medir las características dinámicas y mecánicas de los materiales estudiados, y no fue, sino con el advenimiento de la computación que el DMA se convirtió en una herramienta más utilizada por los científicos, ya que redujo considerablemente los tiempos de análisis y la intensa labor matemática.

En el año de 1980 Whiting y Jacobsen¹⁶ publicaron un estudio en el cual determinaron las propiedades de corte dinámico y la vibración molecular de materiales de obturación a base de resina, en el estudio se compararon seis materiales compuestos y una resina sin relleno, utilizando el péndulo desarrollado a principios de los 80's. El estudio se realizó dentro de un rango de temperatura entre 20°C y 160°C, siendo sus conclusiones que los materiales estudiados tienen propiedades mecánicas muy estables, pero la temperatura es factor que influye en estas características.

Braem y col.¹⁷ realizan una comparación de los métodos estáticos y dinámicos para obtener el módulo de Young de las resinas de uso dental, obteniendo como resultados que los valores obtenidos con el análisis térmico dinámico – mecánico (DMTA) eran similares a los obtenidos con las pruebas estáticas en una máquina de pruebas universales (STAT).

En el Journal the Dental Research, de 1987 Wilson y Turner¹⁸ publicaron las características de las propiedades mecánicas de las composites a base de polidimetacrilatos

por medio del DMA, sin embargo en este estudio no se mencionan las marcas utilizadas para el estudio.

En 1991 Vaidyanathan¹⁹ hace la comparación entre una resina de uretano dimetacrilato (Oclusion de la casa Coe) y otra a base de Bis-GMA (Herculite de la casa Kerr) utilizando el DMA, el autor concluye que no existen diferencias significativas entre los dos productos, pero se tiene que hacer mención que el módulo elástico de la resina a base de uretano dimetacrilato era mayor.

Chern Lin²⁰ realizó un estudio acerca de las propiedades dinámicas mecánicas de la amalgama dental utilizando el equipo de la casa Dupont modelo 983, equipo muy similar al que utilizaremos en este estudio, por lo que se tomó en cuenta para la metodología de medición.

El estudio con DMA de las resinas de uso dental ha ido en aumento por los que las características reológicas de los materiales están siendo tomadas en cuenta^{21, 22} en la actualidad no únicamente la resina para obturación de cavidades es el material de elección para realizar una análisis con DMA, como es una técnica para valoración de polímeros, también se han hecho estudios en elastómeros para la fabricación de prótesis maxilofacial²³.

La inquietud de iniciar la caracterización de los materiales poliméricos por medio del DMA en México fue trabajo de alumnos y profesores de la División de Estudios de Posgrado e Investigación de la Facultad de Odontología de la UNAM que presentaron un trabajo acerca del uso de DMA valorando resinas dentales fotocurables²⁴, en este trabajo a diferencia del primero, se incluyen los aspectos teóricos de la técnica y las bases científicas para poder llevar a cabo este tipo de valoración.

Planteamiento del problema

Dentro de la especificación no. 27 de la ADA correspondiente a las resinas para obturación, se mencionan las características que debe cumplir este tipo de materiales y nos dan las indicaciones para poder llevar a cabo el control de calidad de dicho material, sin embargo, aún y cuando esta norma fue revisada en 1993 no especifica en ninguno de sus puntos que tipo de comportamiento viscoelástico debe tener este material, información que obtendríamos con la técnica del DMA.

Si conocemos este comportamiento viscoelástico en condiciones de temperatura y frecuencia de cargas presentes en la cavidad bucal, tenderemos un componente más para prever el comportamiento clínico.

Utilizando la técnica dinámico – mecánica conoceríamos de manera específica la respuesta del material en intervalo de temperatura, conoceríamos de manera específica el porcentaje de polimerización final del material una vez colocado en boca, por lo que sería de gran ayuda el contar con la información que nos proporciona el DMA para poder llegar a la predicción de vida útil de un material en cavidad bucal.

Justificación

Actualmente la variabilidad de estudios posibles en el campo de ciencias de los materiales es muy amplia, el DMA por ser una técnica muy sensible es necesario que se aplique a materiales de uso odontológico, la finalidad no es reemplazar las pruebas estáticas para valoración sino complementarlas con otro tipo de información y así poder conocer con mucho mayor profundidad los materiales que utilizamos diariamente.

El uso de técnicas de caracterización novedosas, todavía no ha sido generalizado a diversas áreas de la tecnología entre las cuales se encuentran los materiales odontológicos.

En este momento existe una gran oportunidad para poder contar con este tipo de herramientas y poder valorar y caracterizar diversos materiales odontológicos, para entender a profundidad algunos aspectos de gran relevancia en la aplicación dental.

Entre los aspectos más importantes factibles de ser analizados durante el uso del DMA se encuentran principalmente:

- Estudio de materiales poliméricos compuestos
- Medición de
 - a) Módulo de almacenamiento (elástico)
 - b) Módulo de pérdida (Viscoso)
 - c) Tangente delta
 - d) Densidad de reticulación
 - e) Porcentaje de refuerzos utilizando cargas minerales
 - f) Efectos de degradación del material
 - g) Caracterizar cuantitativamente el porcentaje de reticulación del material
 - h) Adhesión entre diferentes materiales utilizados en las aplicaciones odontológicas.

El uso de técnicas novedosas no tiene por objetivo suplir las anteriores, sino ser complementaria para poder caracterizar con mayor amplitud la respuesta de los materiales. El DMA no reemplaza las pruebas estáticas que están normalizadas, y que son requisitos en la aprobación de los materiales antes de ser comercializados.

El cuestionamiento puede ser muy amplio y llegar a tratar de realizar la relación entre estructura , propiedades y funcionalidad. Es importante hacer notar que una sola técnica de caracterización no nos da ninguna respuesta completa con respecto al posible desempeño del material en su aplicación final .

Las variable críticas en su aplicación final son las que deben ser estudiadas a profundidad, entender y medir los efectos de las mismas en el material, algunas de estas variables críticas, pueden ser el tiempo de polimerización (en materiales fotopolimerizables),

humedad, salinidad del medio, pH, impacto, tipo de deformaciones, contracción del material a choques térmicos, esfuerzos locales etc.

Debido a lo anterior el plan de este trabajo es concretarse en valorar la técnica del DMA como herramienta de caracterización de materiales odontológicos y poder en trabajos futuros estudiar los diferentes efectos anteriormente citados mediante esta técnica tan poderosa y sensible a los cambios morfológicos.

Hipótesis

El módulo elástico de las resinas Herculite XRV, Tetric Ceram y Z 100 obtenido por medio de una prueba estática no presentan diferencias significativas al módulo de almacenamiento de las mismas resinas obtenido por medio de la técnica de DMA.

Hipótesis nula

El módulo elástico de las resinas Herculite XRV, Tetric Ceram y Z 100 obtenido por medio de una prueba estática presenta diferencias significativas al módulo de almacenamiento de las mismas resinas obtenido por medio de la técnica de DMA.

Objetivo general

El objetivo general del proyecto es la de conocer el comportamiento viscoelástico de tres resinas fotopolimerizables para obturación de cavidades utilizadas con frecuencia por el Cirujano Dentista, utilizando la técnica del DMA y con ello validar esta técnica para la valoración de polímeros de uso dental

Objetivos específicos

- ◆ Obtener la resistencia flexural y el Módulo de Young de las resinas a estudiar por ensayo estático
- ◆ Obtener los valores de módulo de almacenamiento, módulo de pérdida y tangente δ por medio del DMA de las tres marcas de resina a estudiar.
- ◆ Correlacionar los valores obtenidos en las pruebas estáticas con los resultados de las pruebas dinámicas.
- ◆ Observar a través de microscopio electrónico las muestras y relacionar las características morfológicas con las propiedades viscoelásticas.
- ◆ Someter a envejecimiento por UV muestras de las resinas a estudiar
- ◆ Obtener la respuesta viscoelástica de las muestras envejecidas.
- ◆ Correlacionar la respuesta viscoelástica de las muestras normales y las envejecidas.

Variable dependiente

- Valor del módulo de Elasticidad

Variables independientes

- Tipo de prueba
- Temperatura de la prueba

Criterios de inclusión

- Todas las muestras deberán ser realizadas por un solo operador y con el mismo procedimiento
- Cumplir con las dimensiones establecidas tanto para la prueba estática como la del DMA
- Deberá ser una muestra sin irregularidades ni burbujas visibles.

- Todo el material deberá cumplir con los requerimientos establecidos por la norma no. 27 de la ANSI/ADA relacionados al punto de resistencia flexural.

Criterios de exclusión

- Muestras realizadas por un operador diferente
- Las muestras que no cumplan con las dimensiones establecidas
- Muestras que contengan irregularidades en su superficie
- El material que no cumpla con los requerimientos establecidos por la norma no. 27 de la ANSI/ADA

Tipo de estudio

- Experimental, transversal.

Materiales y método

Se escogieron las tres marcas de mayor uso por parte del clínico para la obturación de cavidades, las cuales son a base de BisGMA, y sus diferencias principales son el contenido inorgánico de cada una de ellas. La información sobre la composición de cada una de las resinas es la que el fabricante proporciona al adquirir su producto.

Tetric Ceram ; Casa comercial Ivoclar Vivadent, la matriz de monómero se compone de BisGMA, dimetacrilato de uretano, trelilglicoldimetacrilato todo esto en un 20.2 % del peso.

Los elementos de relleno inorgánico se componen de vidrio de bario, trifluoruro de iterbio, vidrio de silicato de flúor, Ba – Al, dióxido de silicio y óxidos mixtos en un 79 % del peso, mientras que los catalizadores, estabilizadores y pigmentos ocupan el 0.8 % del peso.

El contenido total del relleno inorgánico es de 80 % en peso y del 60 % en volumen. El tamaño de las partículas esta comprendido entre el 0.04 a 3.0 micras, el tamaño medio de las partículas es de 0.7 micras.

El lote de la resina que fue utilizado para las pruebas es el 909963 expirando el 04/2001

Z 100; Casa comercial 3 M, nos indica que contiene un 66 % en volumen de material inorgánico, con un tamaño de partículas que van de 0.01 a 3.5 micras, mientras que su monómero esta compuesto por resinas BisGMA y TEGDMA. No. de referencia de la resina 3M 1996 / 44-0017-8350-3

Herculite XRV; Casa comercial Kerr, informan que su material es a base de resina BisGMA y que contiene aproximadamente un 59 % en volumen de material inorgánico con un tamaño de partículas que varía entre 0.1 y 2 micras. El lote del cual se obtuvieron las muestras fue el 901231 expirando el 2001/12

Para la fabricación de las muestras se baso en las indicaciones que se mencionan en las especificaciones número 27 de la ANSI/ADA, 1993 ⁶. La elaboración de todas las muestras fue realizada por un solo operador y se utilizó una sola lámpara para el fotocurado de las muestras (Heliolux de Ivoclar Vivadent) conectada a un regulador de voltaje con una corriente de salida de 127 V, y midiendo con una radiómetro la intensidad de la luz que emitía la lámpara, la lectura, siempre entre los 425 y los 450 mw/cm² para todas las muestras

Resistencia flexural: Se fabrica un molde en acero inoxidable en el cual se elaboraran las muestras de resina con las dimensiones especificada en la norma 27 que son: Fig. 13

- ♦ Largo 25 ± 2 mm
- ♦ Ancho 2 ± 0.1 mm
- ♦ Espesor 2 ± 0.1 mm

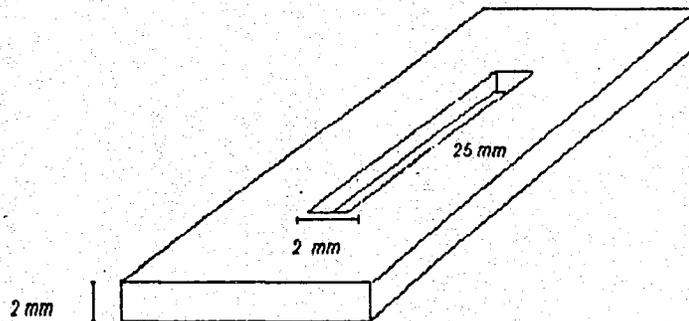


Fig. 13 Conformador de muestras de resina para prueba de resistencia flexural según la norma no. 27 de la A.N.S.I. / A.D.A.

Se colocó el conformador sobre un portaobjetos y uniformemente se colocó de una sola intensidad la resina, tratando de no atrapar burbujas de aire, al estar lleno el molde se

L = Distancia en mm entre los rodillo

b = Ancho en mm de la muestra

h = Largo de la muestra.



Fig 14. Máquina de pruebas Universales Instron que se encuentra en el laboratorio de Materiales Dentales de la DEPEI de la Facultad de Odontología UNAM.

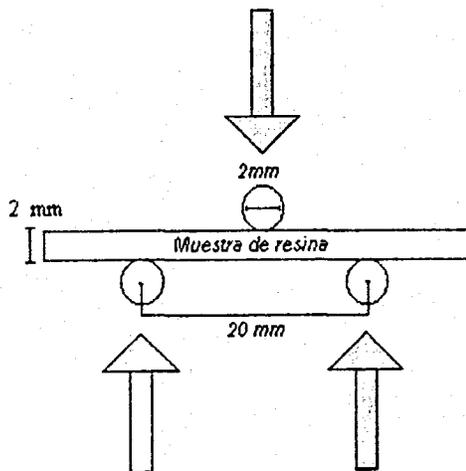


Fig. 15. Diagrama para la elaboración de la prueba de resistencia flexural según la ADA

eliminan los exedentes y se cubre con otro portaobjetos, inmediatamente después se inicia la polimerización utilizando una lámpara Helilux de Ivoclar siguiendo las indicaciones del fabricante (en las tres marcas que se incluyen en el estudio el tiempo de polimerización es de 40 seg's en un grosor máximo de 2 mm), la lámpara es chequeada con un radiómetro modelo 100 P/N 10503 Curing radiometer de Demetron Research corp. observándose que siempre se encuentre en un rango de 425 a 450 nm. La forma de irradiar la luz emitida por la lámpara sobre la muestra es dividiendo la longitud de la muestra entre el diámetro de la punta de la lámpara iniciando siempre por el centro de la muestra e intercalando lado derecho y lado izquierdo. Una vez terminada la polimerización de la muestra se esperan dos minutos y se colocaron en una estufa Hanou a 37°C y se dejan reposar durante 15 minutos, se retira la resina del conformador con cuidado y se recortan los exedentes que pudieran existir, se sumergen en agua bidestilada a 37°C durante un periodo de 23 hrs y 45min de haberse iniciado la polimerización, al término del tiempo se pulen con lijas finas, se miden con un calibrador digital de 6 pulgadas marca Mitutoyo con número de catálogo 500-171 basándose en las medidas descritas en la norma, las muestras que no cumplen con las medidas son desechadas, las que cumplen con las medidas se pasan a la prueba en una máquina de pruebas universales modelo 1137 de Instron corporation Canton Mass. (Fig. 14) aplicando presión en tres puntos, cada punto consiste en un rodillo de 2 mm de diámetro, dos son colocados paralelos entre sí con una distancia entre sus centros de 20 mm, el tercer rodillo se centra entre los dos primeros como lo muestra la figura 15. La prueba se realiza a una velocidad de (0.75 ± 0.25) mm / min. Para calcular la resistencia flexural se tomo la siguiente fórmula:

$$\sigma = 3 FL / 2 bh^2$$

σ = Resistencia flexural en Mpa

F = Resistencia máxima en N.

Para la obtención del módulo flexural en MPa se siguió la siguiente ecuación.

$$E = F_1 l^3 / 4 bh^3 d$$

E : Módulo de flexión en MPa

F₁: Punto en la gráfica donde inicia la curvatura

d = Deflección en mm

Se obtiene las gráficas de cada una de las muestras a las que se les aplico la prueba (5 de cada marca de resina) como lo especifica la norma antes referida, se obtiene un promedio para conocer la resistencia flexural de la resina estudiada, obteniendo también la desviación estandar.

Elaboración de las muestras para el estudio de DMA

El procedimiento de elaboración de las muestras que se utilizarían en el DMA es igual al procedimiento que llevó a cabo en la fabricación de las muestras para la obtención de la resistencia flexural en la anterior prueba, todo ello para evitar las diferencias por manipulación del material en lo que se refiere a la fabricación de la muestra, en lo que sí difieren estas muestras es en las dimensiones, las cuales se obtuvieron en base al estudio del Dr. Chern en el cual utilizando un equipo parecido al que se utilizó en este trabajo con muestra de 30 mm de largo por tres de ancho y un milímetro de espesor, al iniciar el trabajo en el equipo se tuvo la necesidad de modificar en varias ocasiones, las dimensiones de las muestras para que se ajustara lo mejor posible al equipo utilizando la menor cantidad de material, al finalizar la prueba se obtuvieron las siguientes dimensiones:

Largo 35 ± 2 mm, Ancho 3 ± 0.2 mm, Espesor 1 ± 0.2 mm

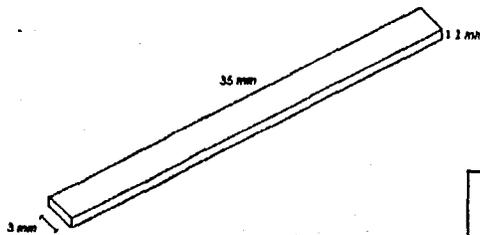


Fig. 16. Diagrama de la muestra de resina para realizar la valoración con DMA

Las muestras fueron analizadas en el Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico del Grupo Girsá (CID) con un equipo DMA de TA instruments modelos 2980 con una mordaza cantilever sencillo, frecuencia de 1 Hz, con barrido de temperatura de 3°C por minuto iniciando en 0°C y terminando en 70 °C, con una velocidad de adquisición de datos de 0.2 puntos por segundo y una amplitud de onda de 200 micrómetros, para bajar la temperatura a 0 °C se utilizó nitrógeno líquido.

Debido a lo delgado de las muestras se rompían con cierta frecuencia por lo que se decidió en caso de ser necesario utilizar como mínimo tres muestras de cada marca, de igual manera la utilización de nitrógeno líquido se aplicará en dos lecturas de las cinco muestras analizadas.

Envejecimiento de la muestra por UV

Se hizo un estudio de intemperismo sobre los materiales utilizados en este trabajo, para evaluar el efecto de UV / agua en tiempos largos de exposición y obtener resultados en cuanto a la estabilidad del material en estas condiciones.

Este experimento es necesario para ver la factibilidad de utilizar el DMA como herramienta de control de materiales odontológicos sometidos a condiciones extremas y en un futuro poder predecir el tiempo de garantía de dichos materiales una vez aplicados al paciente.

Esta técnica se realizó en un equipo Atlas Lycon UV/Condensation Weathering. Las características de la prueba fueron las siguientes:

- 2300 hrs. de intemperismo = 6.3 años de envejecimiento
- Temperatura de 50 °C constante
- UV de 330 nm
- Cuatro ciclos por 24 hrs.:
 - 8 hrs UV
 - 4 hrs Agua
 - 8 hrs UV
 - 4 hrs. Agua

Análisis microscópico

El comportamiento viscoelástico de un material compuesto, puede variar según el tamaño y cantidad de relleno que contenga, igualmente cambian sus propiedades si contiene dentro de su estructura burbujas de aire o rupturas internas del material, por lo que se decidió mandar una muestra de cada una de las resinas a análisis microscópico,

El microscopio electrónico de barrido que se utilizó para este análisis fue un Philips modelo XL 30, las muestras se montaron en pequeños cilindros de bronce conocidos como portamuestras, para que posteriormente se recubrieran de oro con la técnica de sputtering o recubrimiento metálico, mediante vaporización del metal, con un tiempo de recubrimiento de 5 minutos la capa formada sobre la muestra tuvo un espesor de 20 micras, se observaron las muestras a diferentes aumentos y se determinó la textura de la superficie, se tomaron fotografías y se imprimieron en un medio de transporte electrónico.

Resultados

Análisis microscópico

En el análisis microscópico se puede observar una superficie lisa de las muestras y en ausencia de rupturas aparentes, sin embargo contiene burbujas de aire que seguramente fueron incluidas al realizar las muestras. (fig. 17)

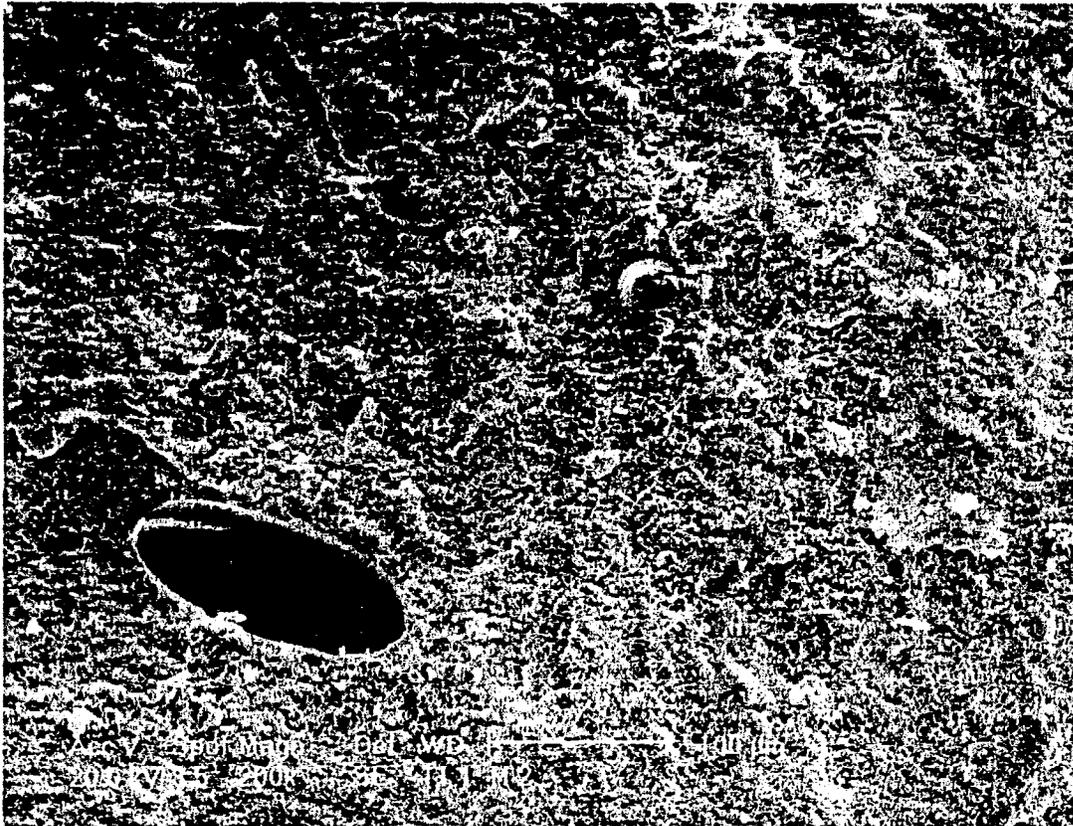


Fig. 17 Burbujas de aire atrapadas en la muestra ya polimerizada de Herculite XRV

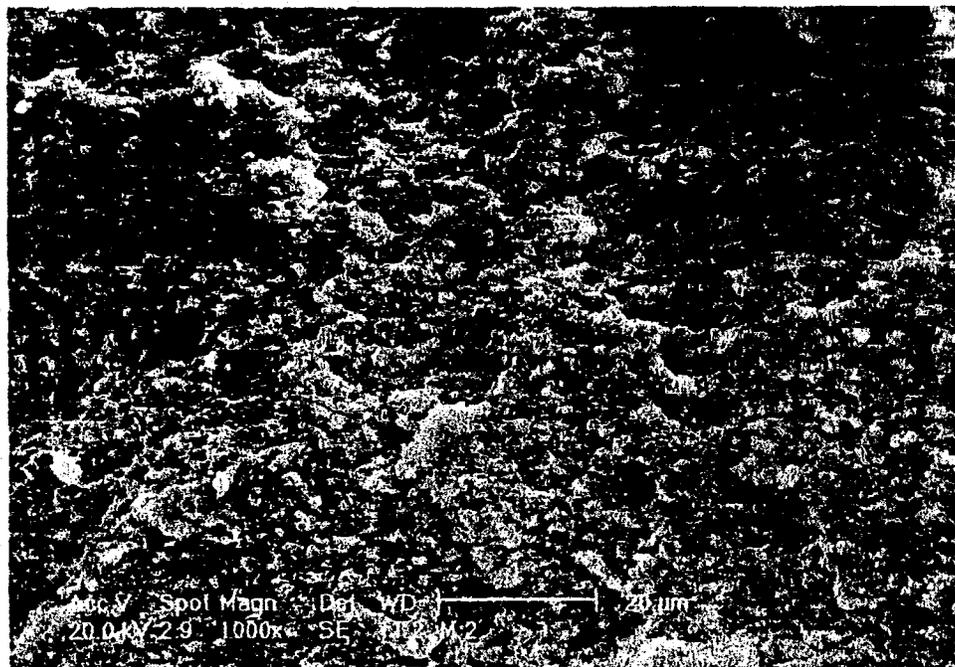


Figura no. 18 Muestra sin rupturas aparentes con un alto volumen de carga y una buena distribución de esta en la matriz. Tetric Ceram.



Figura no. 19 Tamaño de partícula uniforme en una muestra de resina de Tetric Ceram

A 3000 x se confirma que el tamaño de las partículas de las muestras no es mayor a 5 micras, se confirma que no existen rupturas, el alto volumen de carga y su distribución dentro de la matriz, por lo que podemos decir que es un material compacto.

Resistencia flexural

La prueba se realizó de acuerdo al método descrito en la norma no. 27 de la ANSI/ADA, teniendo las siguientes características:

- ◆ Velocidad de la prueba: 1 mm / min
- ◆ Velocidad de la gráfica: 20 mm / min
- ◆ Claro de la muestra: 20mm
- ◆ Celda de carga : 50 Kg
- ◆ Temperatura: ambiente $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$

Las gráficas que se obtienen durante la prueba (fig. 20) se interpretan de la siguiente manera: en todas las gráficas F_1 será donde inicia la parte curva de la gráfica, y se cuentan los cuadros desde el inicio de la prueba hasta donde aparece este punto, contando de izquierda a derecha. F_2 será la fuerza máxima hasta la ruptura del materia, también se cuenta de derecha a izquierda, la máquina de pruebas se calibró a 50 Kg, por lo que cada cuadro representará 0.2 Kg fuerza, finalmente se multiplica el número de cuadro por el factor (0.2 Kg) y se aplican las fórmulas descritas anteriormente.

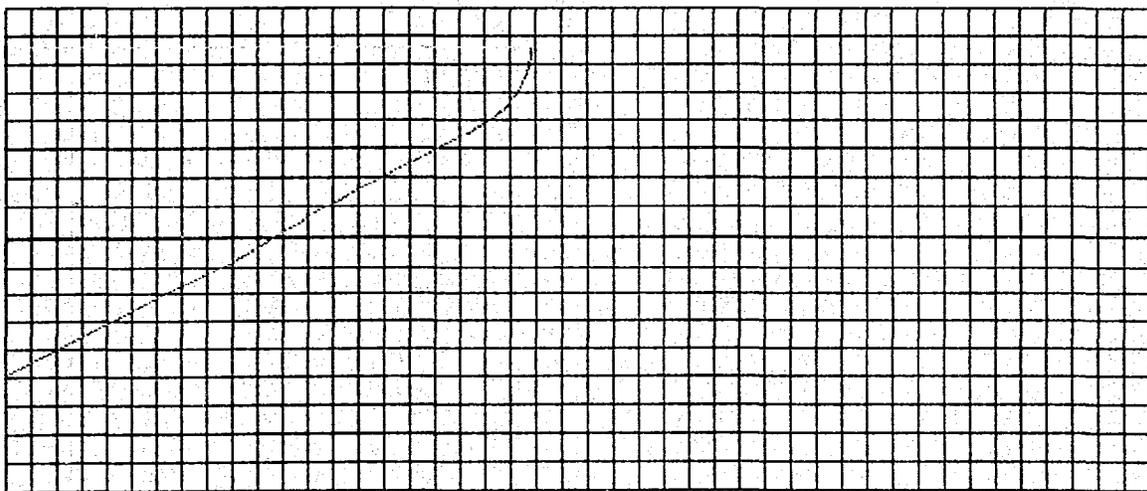


Fig. 20 Gráfica que se obtiene de la Instron en papel milimétrico en una prueba de resistencia flexural cada cuadro mide 1 mm X 1 mm y representa 0.2 Kg. A) parte recta de la gráfica B) Parte curva C) Ruptura.

Los resultados de la prueba de resistencia flexural se vacian en los cuadros 1, 2 y 3, en cada uno de ellos se describe las dimensiones de cada una de las muestras, la carga en N y en Kg. Al igual que la resistencia y el módulo flexural estos dos últimos en MPa.

Material: Tetric Ceram

Muestra	Ancho mm	Espesor mm	Carga N	Mod. MPa	Carga Kg	Esfuerzo a la ruptura MPa
1	2.19	2.03	1.80	9,638.5	3.80	123.92
2	2.18	1.99	1.80	11,997.7	2.80	105.82
3	2.13	2.12	2.60	10,453.9	3.60	96.40
4	2.19	1.99	2.80	15,220.6	4.00	129.81
5	2.10	2.05	2.40	13,013.6	3.20	106.71
Valor promedio del módulo:				12,064.88		
Desviación std.:				1,976.02		
Error:				16.30		

Cuadro 1; Resultados de la prueba de resistencia flexural con máquina de pruebas universales aplicada a la resina Tetric Ceram según especificación no. 27 de la ADA

Material: Z 100

Muestra	Ancho mm	Espesor mm	Carga N	Mod. MPa	Carga Kg	Esfuerzo a la ruptura MPa
1	2.09	1.90	2.40	19,349.8	4.40	158.04
2	2.18	2.17	2.80	16,441.0	5.40	154.81
3	2.09	2.04	2.00	14,743.5	4.00	135.35
4	2.18	2.15	2.30	13,885.5	2.60	75.93
5	2.11	1.98	2.20	17,569.2	2.60	92.50
Promedio del módulo en Mpa: 16,397.84						
Desviación std: 1,956.35						
Error: 11.93						

Cuadro no. 2 Resultados de la prueba de resistencia flexural aplicada a la resina Z 100 según la especificación no. 27 de la ADA

Material: Herculite XRV

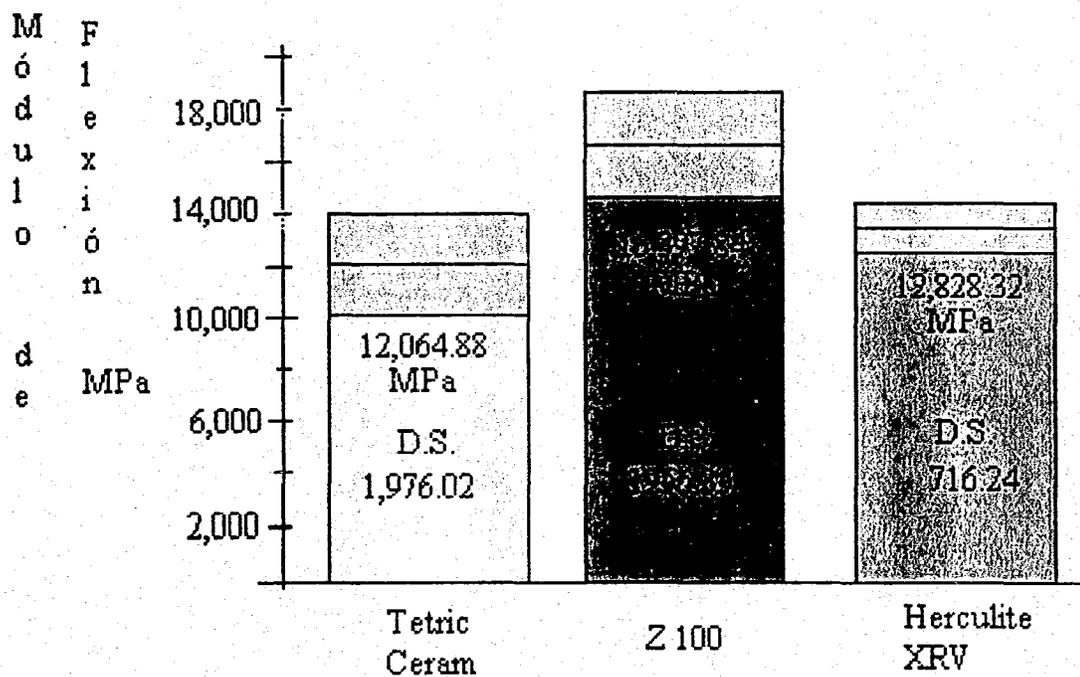
Muestra	Ancho mm	Espesor mm	Carga N	Mod. MPa	Carga Kg	Esfuerzo a la ruptura MPa
1	2.19	2.18	3.20	13,835.8	5.50	155.52
2	2.19	2.15	3.00	13,521.6	4.30	125.01
3	2.19	2.17	2.80	12,218.7	4.70	133.52
4	2.17	2.08	1.80	12,056.7	3.00	94.04
5	2.14	2.19	3.00	12,508.6	5.40	147.93
Valor promedio del módulo : 12,828.32						
Desviación std: 716.24						
Error: 5.58						

Cuadro no. 3 Resultados de resistencia flexural realizados a la resina Herculite XRV según la especificación no. 27 de la ADA

Todas las muestras a las que se les aplicó la prueba cumplen con el apartado 7.8.3.1 de la norma no. 27 de la ANSI/ADA cumpliendo así con los criterios de inclusión, la norma establece que las cinco muestras deben cumplir con una resistencia igual o mayor a 50 MPa para que la prueba sea satisfactoria, todas las muestras cumplieron con los establecido por la norma.

De los resultado obtenidos de cada una de las muestras se se obtuvo un promedio del módulo y se presenta en la gráfica no. 1, y tomando en cuenta este promedio podemos decir que la marca que obtuvo un módulo mayor fue la resina Z 100 de 3 M, mientras que Herculite XRV y Tetric Ceram obtuvieron valores muy parecidos entre sí.

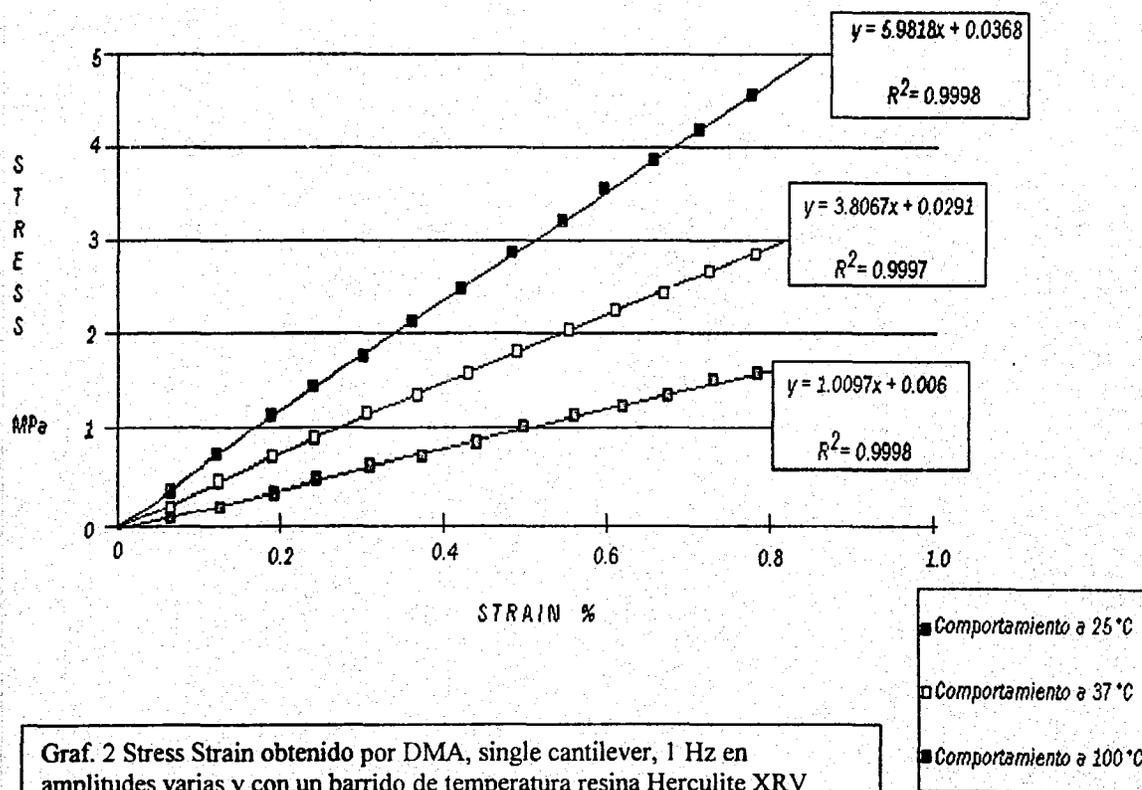
Resultados del módulo de flexión obtenidos de acuerdo a la norma no. 27 de la ADA



Graf. 1 Resultados obtenidos con la Instron del módulo de flexión en las tres marcas de resinas del estudio ± 1 D.S.

Resultados del DMA

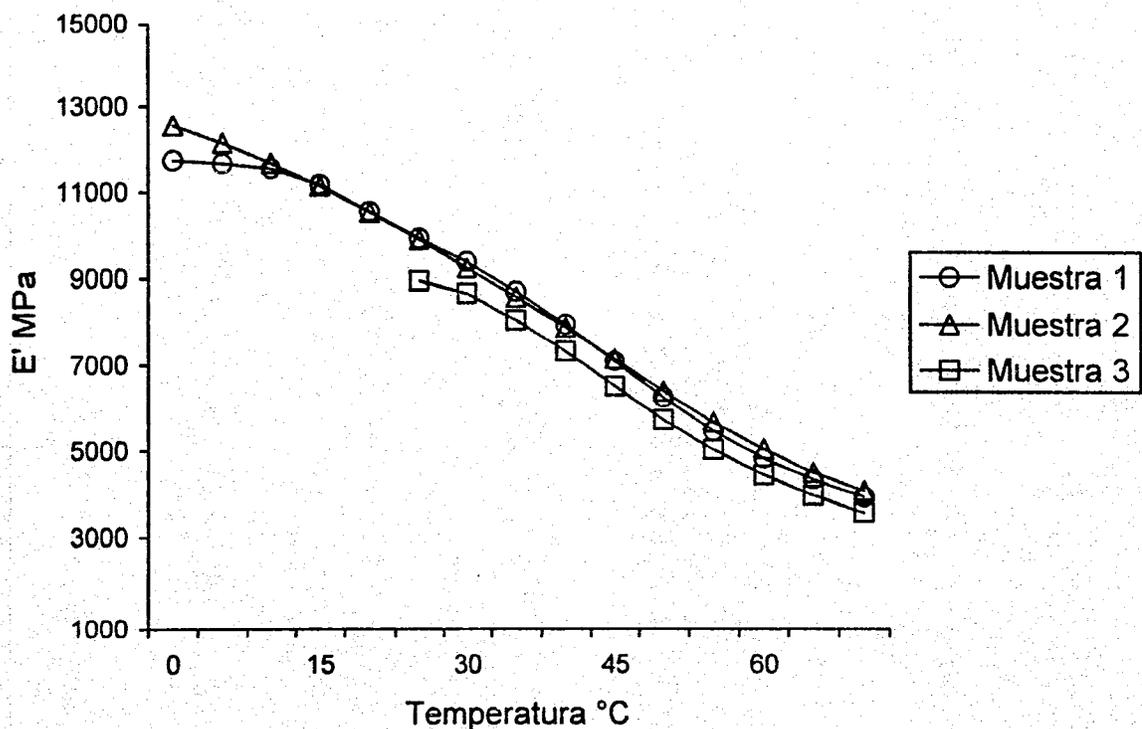
Como se ha descrito anteriormente, la prueba debe realizarse sin sobrepasarse el límite elástico del material, o sea que la Ley de Hooke se cumpla, por lo que se realizó primero una prueba llamada *Stress Strain* (Esfuerzo vs. deformación) con un barrido de frecuencias y un barrido de temperatura, en la gráfica no. 2 se puede observar el comportamiento del material, obtenemos líneas rectas por lo que se comprueba que el material se encuentra en deformación elástica durante la prueba en un rango de deformación de entre 0% y 1% al igual como en un barrido de temperatura de entre 25 °C a 100 °C, por lo que los resultados son confiables ya que nunca rebasa el límite elástico de los materiales estudiados en el rango de la deformación y temperatura al cual se realiza el estudio.



Graf. 2 Stress Strain obtenido por DMA, single cantilever, 1 Hz en amplitudes varias y con un barrido de temperatura resina Herculite XRV

Debemos hacer hincapié en que las gráficas obtenidas de las muestras de un mismo material se obtiene un comportamiento igual como se puede observar en la gráfica no. 3, para ser más explícitos se grafican únicamente los promedios obtenidos de los valores a graficar.

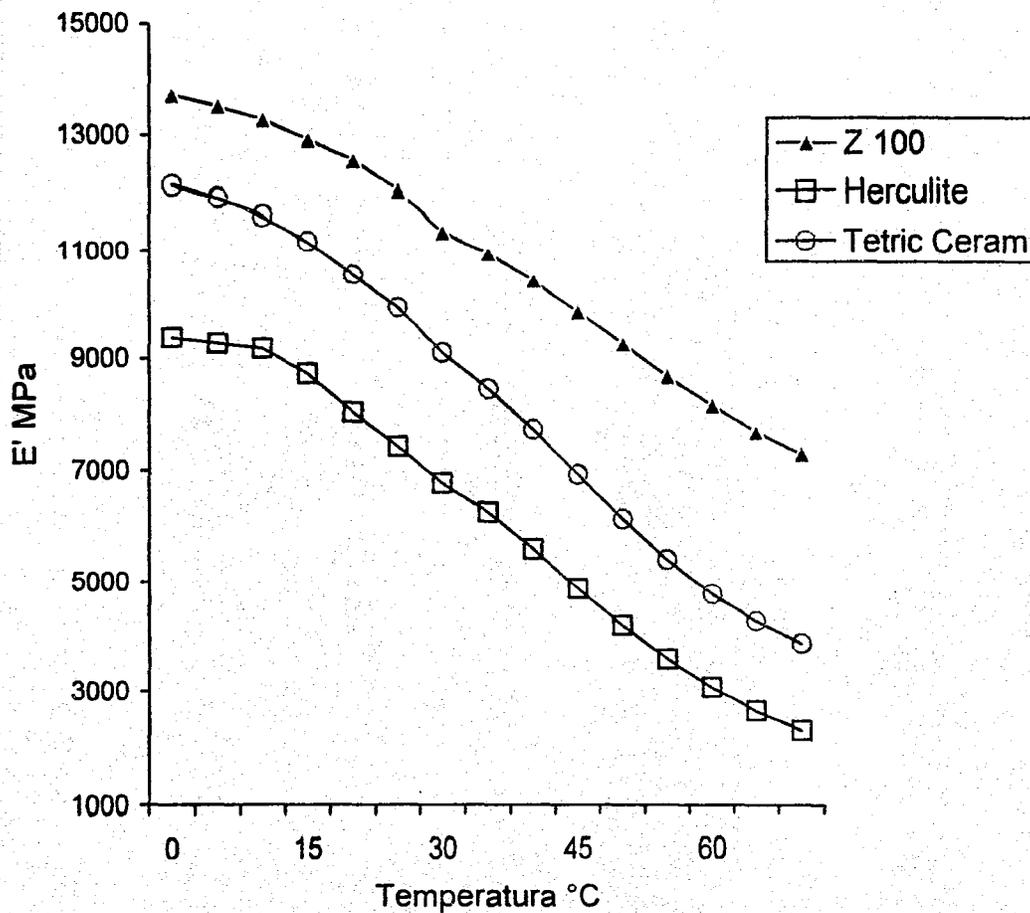
Comportamiento del valor de E' en un barrido de temperatura en tres muestras de Tetric Ceram



Gráfica no. 3 Comportamiento del valor de E' a diferentes temperaturas en muestras de Tetric Ceram

Las diferencias entre cada una de las muestras se debe principalmente a que estas no son idénticas entre sí. Tienen diferencias en sus dimensiones y muy probablemente en su estructura interna a consecuencia de burbujas de aire atrapadas.

Comparación del módulo de almacenamiento (E') entre tres marcas de resina



Gráfica no. 4 Comparación del comportamiento promedio del módulo elástico E' en un barrido de temperatura obtenido por DMA de las tres marcas incluidas en el estudio.

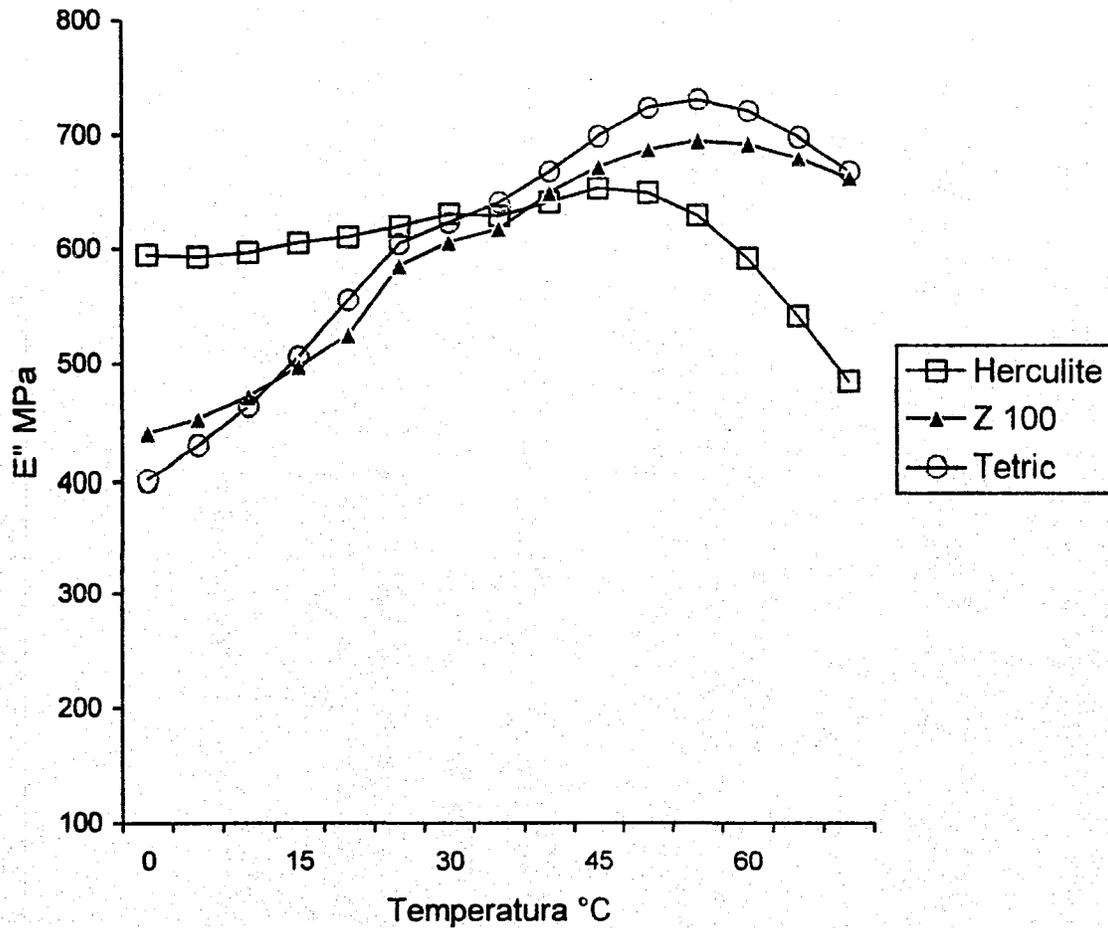
En la gráfica no. 4 se muestra el comportamiento del módulo elástico de cada una de las marcas estudiadas y se observa que va decreciendo de acuerdo aumenta la temperatura, con estas curvas podemos determinar que el valor del módulo elástico es inversamente proporcional a la temperatura, no se observan caídas dramáticas, por lo que las propiedades mecánicas de las muestras no sufren gran variabilidad dentro del rango de los 0 °C a los 70 °C temperaturas límite en la cavidad bucal.

En esta misma gráfica se puede observar que Z 100 es la que presenta un módulo elástico mayor en relación a Tetric Ceram y a Herculite XRV, esto va en relación a la cantidad de material inorgánico que contiene cada una de las resinas, y probablemente al o a los polímeros de los que esta compuesta la matriz orgánica según sea el caso.

El valor de E'' se observa en la gráfica no. 5, de esta podemos deducir que Herculite XRV presenta un comportamiento lineal hasta los 50 °C, mientras que las otras dos marcas presentan un comportamiento similar al ir aumentando conforme aumenta la temperatura hasta los 55 °C después de esto presenta una disminución en el módulo de pérdida.

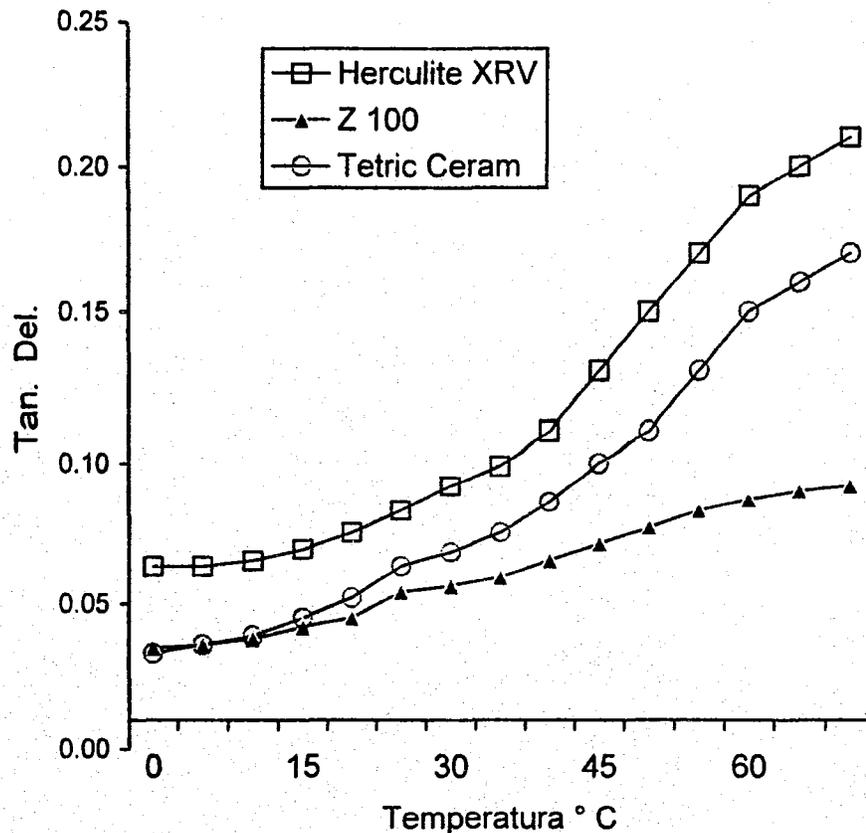
Debemos recordar que Herculite XRV en la composición de su matriz orgánica presenta únicamente Bis-GMA que es un polímero de alta viscosidad de ahí que el valor de E'' a bajas temperaturas sea mayor que Z 100 y Tetric que contienen TEGDMA y UDMA, sin embargo después de 40° C Herculite disminuye considerablemente sus propiedades viscosas, mientras que las otras dos resinas del estudio aumentan estas propiedades.

Comparación del módulo de pérdida de energía (E'') entre tres marcas de resina



Gráfica no. 5. Comparación del comportamiento promedio del módulo viscosos (E'') en un barrido de temperatura obtenido por DMA de las tres marcas incluidas en el estudio.

Tangente delta de tres resinas a diferentes temperaturas



Gráfica no. 6 Comparación de la tangente delta en un rango de 0°C a 70°C entre las tres resinas incluidas en el estudio.

La tangente delta como la relación entre el módulo viscoso y el elástico nos muestra en la gráfica que son materiales estables por tener valores muy pequeños, alrededor de los 40 ° C sufren una fase, que pudiera ser un aumento en la reticulación del material.

Siguiendo con la correlación del contenido del material inorgánico y los resultados obtenidos con el DMA vemos que el que mayor volumen de carga tiene es el que presenta menor tangente y el que mayor tangente presenta es Herculite XRV que presenta el porcentaje menor de partículas inorgánicas.

La resina Z 100 es la que menor tangente delta presenta seguida por Tetric Ceram y Herculite XRV, esto concuerda con los resultados de la comparación del módulo elástico entre las tres marcas.

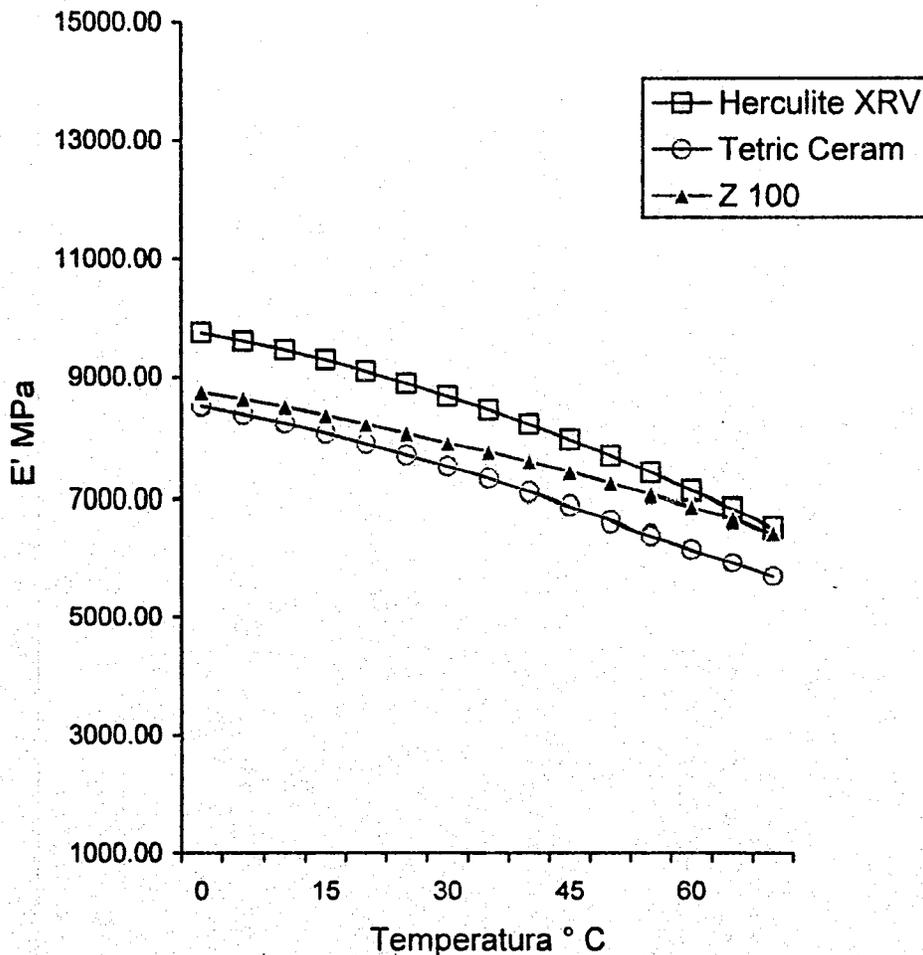
Al referirnos a la cantidad de material inorgánico contenido en cada uno de los productos, recordaremos que Z 100 contiene 66 % en volumen seguido por Tetric Ceram con 60% y Herculite XRV con 59 % en volumen de carga inorgánica.

Al comparar los resultados tanto de E' , E'' como de la \tan . Delta podemos llegar a la conclusión que la cantidad de material inorgánico contenido en el material es un factor importante para determinar las características viscoelásticas del mismo.

Las muestras que fueron sometidas a la cámara de envejecimiento fueron analizadas por medio del DMA en las mismas condiciones que las muestras blanco y los resultados del comportamiento de E' , E'' y de la tangente delta son reflejados en las gráficas 7,8 y 9.

Es interesante recalcar que la respuesta a la temperatura es mucho más lineal que en las muestras blanco (gráficas 4,5 y 6) , tanto para el módulo elástico, módulo viscoso y la tangente delta, el primer resultado interesante al cual podemos llegar es que el material no había concluido su polimerización antes de ser sometida a la cámara de envejecimiento por lo que las gráficas muestran las características viscoelásticas finales del material 100% reticulado.

Comparación del módulo de almacenamiento E' después del tratamiento con UV



Gráfica no. 7 Comportamiento del valor de E' obtenido con DMA en un barrido de temperatura de 0 °C a 70 °C en muestras sometidas a la cámara de envejecimiento

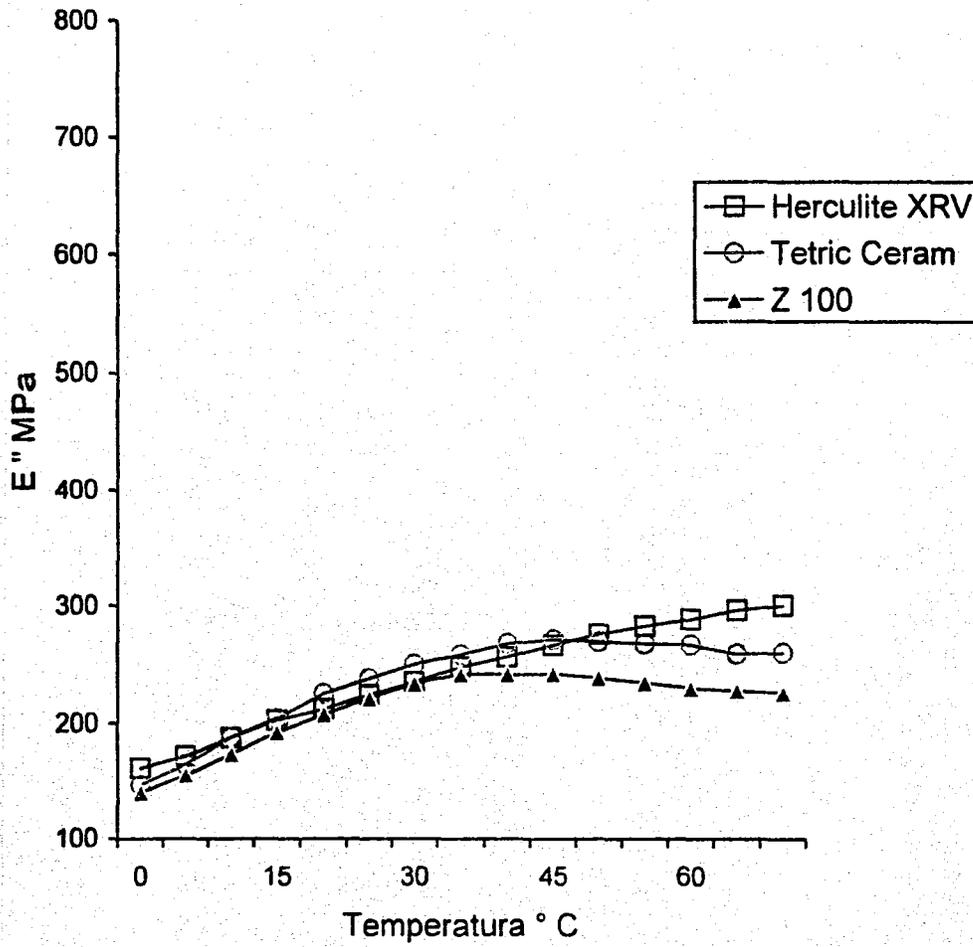
La gráfica 7 nos muestra un comportamiento distinto del módulo elástico después de haber sido sometidas a un tratamiento con UV y agua, y vemos a diferencia que en las muestras iniciales Herculite XRV tiene el mayor módulo elástico seguido por Z 100 y Tetric Ceram, por lo que nos lleva al siguiente cuestionamiento:

Herculite XRV es la única marca que nos indica que su matriz orgánica esta formulada únicamente por Bis-GMA mientras que las otras dos están formuladas a base de dos o tres polímeros.

La grafica 8 y 9 que son los valores de E'' y de la tangente delta de probetas de las tres resinas después de un tratamiento en la cámara de envejecimiento nos muestran que existen diferencias en su comportamiento viscoelástico, y refuerza las preguntas hechas anteriormente

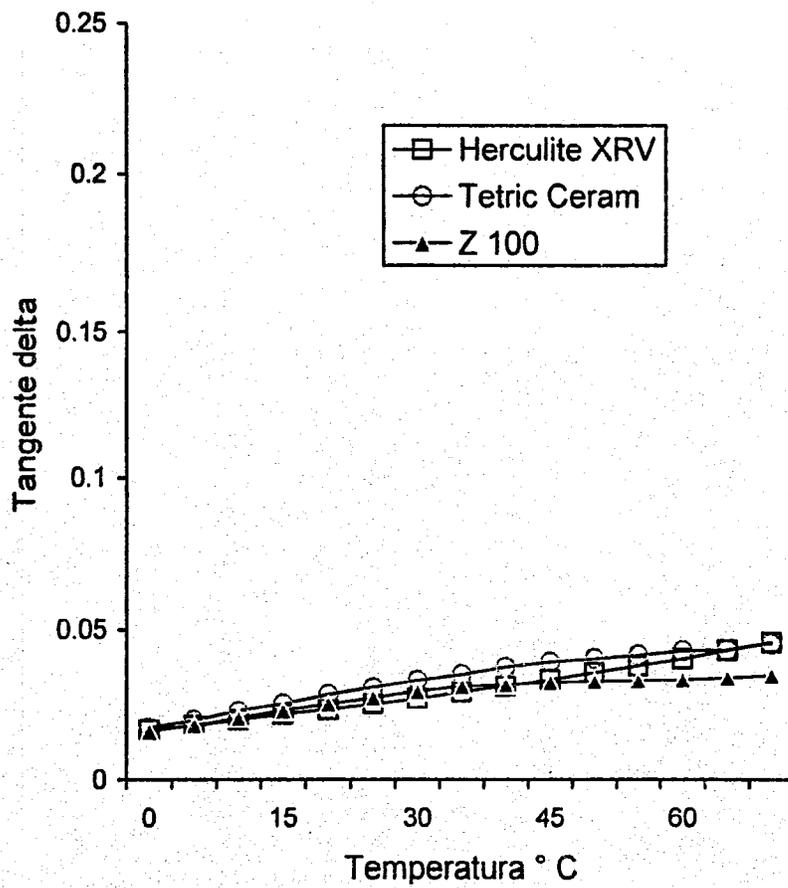
Al ver detenidamente la gráfica 9 se da cuenta que la relación de propiedades viscosas con las elásticas son prácticamente iguales en las tres marcas de resinas sin importar la composición de la matriz orgánica, ni cantidad ni calidad del material de relleno.

Comparación de E'' después del tratamiento con UV



Gráfica 8. Comportamiento del valor de E'' obtenido con DMA en un barrido de temperatura de 0°C a 70°C en muestras sometidas a la cámara de envejecimiento

Comparación de la Tangente Delta "Muestras envejecidas con UV"



Gráfica no. 9 Tangente delta de las muestras sometidas a la cámara de envejecimiento

Discusión

Al correlacionar los resultados obtenidos en este estudio con los resultados que se ha publicado en diferentes artículos, encontramos una similitud entre ellos, por ejemplo, se obtuvo un valor promedio de módulo de flexión por medios estáticos de la resina Herculite XRV de 12,828 MPa mientras que Ferracane en 1994 obtuvo de la resina Herculite XR un valor del módulo de la resina Herculite XR de 11,000 MPa, mientras que Willems publica en 1992 que Herculite XR obtiene un valor en el módulo de 16,042 MPa, y la resina Z 100 obtiene un valor de 21,030 MPa, si traspolamos estos datos a los resultados obtenidos en este estudio, se ve como la resina Z 100 obtiene un valor de módulo elástico mayor que la resina Herculite XRV, esto nos lleva a la conclusión que el procedimiento que se llevó a cabo de acuerdo a la norma no. 27 de la ANSI / ADA obtiene resultados parecidos a los de otros autores.

La correlación del módulo elástico obtenido por medios estáticos con el módulo de almacenamiento resultado de la técnica dinámica, no es exacta, como se pudiera pensar en un principio al estar midiendo el mismo módulo, sin embargo las variaciones en temperatura en la cual se llevó a cabo la prueba estática, las dimensiones de las muestras y lo inexacto de las mismas (superficies no lisas y con burbujas de aire), traen como consecuencia una variación entre estos dos datos, como lo demuestran la siguientes tablas:

Temp. °C	Módulo de Young (Estático)	Módulo de almacenamiento E' (Dinámico)
	Herculite XRV	Herculite XRV
15		8,732.88
20	12,828.32	8,049.6
25		7,104.33

Cuadro 4. Comparación de módulos obtenidos con diferentes técnicas, resina Herculite XRV

Temp. °C	Módulo de Young (Estático)	Módulo de almacenamiento E' (Dinámico)
	Z 100	Z 100
15		12,921.8
20	16,397.84	12,568.52
25		11654.96

Cuadro 5. Comparación de módulos obtenidos con diferentes pruebas, resina Z 100

Temp. °C	Módulo de Young (Estático)	Módulo de almacenamiento E' (Dinámico)
	Tetric Ceram	Tetric Ceram
15		11,178.5
20	12,064.88	10,556.1
25		9,603.6

Cuadro 6. Comparación de módulos obtenidos con diferentes pruebas, resina Tetric Ceram

Al analizar los resultados obtenidos se puede observar que la marca que obtuvo el mayor módulo elástico en las dos técnicas fue Z 100, esto va en relación directa en que es la marca que contiene mayor porcentaje en volumen de material inorgánico

En las gráficas obtenidas con el análisis dinámico, se ve claramente que el módulo de almacenamiento disminuye conforme aumenta la temperatura, por lo que podemos decir que el módulo elástico es inversamente proporcional a la temperatura, y esto es lógico de pensar, pero lo importante del análisis fue el determinar que las características mecánicas de las resinas estudiadas no presentan cambios de importancia en el rango de las temperaturas límite en la cavidad bucal

Estas gráficas nos muestran un punto de transición importante alrededor de los 35 °C, con lo que podemos asegurar que la temperatura es un factor en el aumento de la reticulación del material, por lo que se concluye que el material no está totalmente polimerizado al terminar el tiempo estipulado por el fabricante de aplicación de luz.

La gráfica del módulo de almacenamiento del módulo viscosos y la tangente delta en muestras envejecidas muestran una respuesta casi lineal, por lo que se comprueba que el material no estaba completamente reticulado y que la UV, la temperatura y el tiempo culminaron con la polimerización del mismo.

Se encontró que probablemente sufren algún tipo de degradación los polímeros con los cuales están formados estos materiales o que una fórmula funcione mejor que otra al momento de polimerizar.

Conclusiones

El análisis dinámico mecánico es una técnica en la que podemos obtener información acerca de la respuesta viscoelástica del material, esta información al sumarla con la demás información obtenida con ensayos mecánicos y análisis clínico, será de ayuda para poder predecir la vida útil del material en cavidad bucal.

El comportamiento mecánico medido por la técnica de DMA presenta en todas las gráficas un módulo de almacenamiento con poca variabilidad en función a la temperatura. Este hecho se relaciona a la alta reticulación que el material presenta y a su elevado contenido de carga mineral.

Sobre la prueba anexa que se realizó, en la que algunas muestras se colocaron en un envejecedor de UV y posteriormente se midió la respuesta viscoelástica en DMA, podemos sacar como conclusión que el material se vuelve más rígido, y con ello comprobamos que la polimerización inicial del material no es al 100 %

Proposición de nuevas investigaciones

Se ha iniciado la valoración de las resinas para obturación de cavidades, es importante comprender que la caracterización de los materiales es únicamente el primer paso para su sintetización, siempre tratando de mejorar las características mecánicas y de manipulación con las que actualmente cuentan.

La línea de investigación sobre características viscoelásticas de los polímeros de uso dental es muy amplia por lo que se proponen las siguientes investigaciones, para obtener como resultado final la predicción de vida útil del material en cavidad bucal.

- a) Influencia del tiempo de polimerización en las propiedades viscoelásticas de las resinas
- b) Caracterización de materiales de obturación a diferentes temperaturas y deformaciones.

- c) Correlación del módulo elástico, estático y dinámico obtenido con diferentes pruebas dinámicas.
- d) Obtención del módulo de fatiga del material
- e) Influencia del tipo de cargas minerales en la respuesta viscoelástica.

El objetivo principal del trabajo se cumplió, además de comprobar que la técnica de DMA llena los requisitos para ser una técnica más para la valoración de polímeros de uso dental, se obtuvo información de utilidad como lo son las características mecánicas de estas resinas sometidas a un tratamiento de envejecimiento.

No se trata de sustituir técnicas ni procedimientos si no de sumar y aumentar la información que podamos adquirir sobre algún material en específico, en este caso las resinas para obturación de cavidades fotopolimerizables, para que con ello podamos aportar la información necesaria para el mejoramiento de los materiales que hacen posible nuestra actividad profesional.

ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA

Bibliografía

1. Vega del Barrio José M. "Materiales en odontología" edit. Interamericana 1990
2. Phillips "La ciencia de los materiales dentales de Skinner" edit. Interamericana 1985
3. Diver M. "Química y tecnología de los plásticos" CECOSA México 1962
4. Ferracane J.L., Mitchem J.C. "Properties of posterior composites: Results of round robin testing for a specification" Dent. Mat. 10: 92 - 99 March 1994
5. Willems G., Lambrecht P., Braem M., Celis J.P. "A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics" Dent. Mat. 8: 310 - 319 Sep 1992
6. ANSI / ADA Specification No. 27 "Resin based filling materials" ADA 1993
7. Huysmans, van der Varts "The influence of simulated clinical handling on the flexural and compressive strength of posterior composites restorative materials" Dent. Mat. 12: 116 - 120 March 1996
8. Braem, Finger, "Mechanical properties and filler fraction of dental composites" Dent. Mat. 5 : 346 - 349 Sep. 1989
9. Mair "Surface permeability and degradation of dental composites resulting from oral temperatures changes" Dent. Mat. 5 : 247 - 255 July 1989
10. Von Fraunhofer, Curtis "The physical and mechanical properties of anterior and posterior composites restorative materials" Dent. Mat. 5: 365 - 368 Nov. 1989
11. Peutzledf, Asmussen "Modulos of resilience as predictors of clinical wear of restorative resins" Dent. Mat. 8 : 146 -148 May 1992
12. Ottaviani, Fiorini, Mason, Cordovaja "Electron Spin resonance studies of dental composites" Dent. Mat. 8: 118 - 124 March 1992
13. Freilich, Goldberg, Simonsen "Three years occlusal wear of posterior composites restorations" Dent. Mat. 8: 224 - 228 July 1992
14. Freilich, Goldberg, Simonsen "Direct and indirect evaluation of posterior composite restoration at three years" Det. Mat. 8: 60 -64 Jan 1992

15. Htang, Ohsawa, Matsumoto "Fatigue resistance of composite restorations: Effect of filler content" Dent. Mat. 11: 7 - 13 Jan. 1995
16. Whitting, Jacobsen "Dynamicmechanical proprieties of resin based filling materials" Journal of Dent. Res. 1980 Vol. 59 No. 1
17. Braem, Davidson, Vanherle "The relation ship between test methodology and elastic behavior of composites" J. Dent. Res. 1987 Vol. 66 No. 5 p.p. 1036-1039
18. Wilson, Turner " Characterization of polidimethacrylates and their composites by DMA" J. Dent. Res. 1987 Vol 66 No. 5 p.p. 1032-1035
19. Vaidyanathan "DMA / TMA analysis of VLC composites resin and their thermal history" J. Dent. Res. 1991 abst. No. 235
20. Chern lin. Greener, Hanawa "Dynamic mechanical properties of dental amalgams" Dent. Mat. 6:41-44 jan. 1990
21. Tamareselvy, Rueggeberg "Dynamic mechanical analysis of two crosslinked copolymer system" Dent. Mat. 1994 10:290-297
22. Papadogianis, Lakes "Temperature dependence of dynamic viscoelesatic behavior of chemical and lighth cured composites" Dent. Mat. 1993 9:118-122
23. Waters, Jagger, Polyzois "Dynamic mechanical thermal analysis of maxilofacial elastomers" J. Prostet. Dent. Vol. 78 no. 5 nov. 1997
24. Calvillo, Cruz, Leño, Muñoz, "Uso del DMA en resinas fotocurables" Memorias del Congreso Nacional de alumnos de posgrado en Odontología 1996 Acapulco Gro.
25. Rubbi, Baffa, Vinha " Rheological studies of photopolymerized dental composites" Dent. Mat. 9:361-364 Nov. 1993
26. Fried. Joel " Polymer science and technology" 1995 Edit Prentice Hall
27. Ferry, John " Viscoelastic proprieties of polymers" 3rd. Edition 1980 Edit. Wiley

Curriculum vitae

Datos personales

Nombre : Juan Eliezer Zamarripa Calderón

Lugar y fecha de nacimiento: México D.F. 7 de noviembre de 1966

Nombre de los Padres:

Sra. Arcella Calderón Botello

Ing. Eliezer Zamarripa Zendejas

Dirección: Av. Avellanos no. 102 Frac. Camprestre Villas del Alama
C.P. 42184 Pachuca Hgo.

Tel : 01-771-6-26-31

E-mail : eliezam @prodigy.net.mx

Estudios profesionales y de posgrado

Licenciatura: Cirujano Dentista generación 85 – 88 ENEP Iztacala

Especialización : Prótesis Bucal fija 93-95 División de Estudios de Posgrado e
Investigación de la Facultad de Odontología UNAM

Maestría en Odontología: División de Estudios de Posgrado e Investigación
de la Facultad de Odontología UNAM

Experiencia Docente y Profesional

Profesor de las materias de Oclusión, Prótesis fija y Prostodoncia total en la Escuela de Odontología de la UAEH de 1998 a la fecha

Profesor investigador asociado de tiempo completo adscrito a la Escuela de Odontología de la UAEH de 1999 a la fecha

Práctica privada como Cirujano Dentista de práctica general de 1988 a 1995

Práctica privada como especialista en prótesis bucal de 1995 a la fecha.

ANEXO

Se presentan los cuadros con información de las lecturas del DMA, estos valores son los utilizados para la elaboración de las gráficas incluidas en la tesis.

Resina Herculite XRV

Temp. °C	Mues. 1	Mues. 2	Mues. 3	Mues. 4	Prom.	Des.Stan.
0	9297.38	9450.1	-----	-----	9373.74	76.36
5	9190.86	9345.56	-----	-----	9268.21	77.35
10	9054.97	9205.91	-----	-----	9152.94	76.57
15	8675.17	8790.59	-----	-----	8732.88	57.71
20	8014.44	8084.76	-----	-----	8049.6	35.16
25	7386.86	7472.16	-----	6453.37	7104.33	461.47
30	6881.98	6890.67	6692.76	6544.23	6752.41	143.87
35	6254.4	6188.9	6320.23	6238.31	6250.46	46.95
40	5589.15	5430.6	5659.74	5702.7	5595.54	103.50
45	4863.48	4676.13	4954.28	5037.75	4882.91	134.35
50	4144.51	4056.82	4242.16	4361.18	4201.16	113.28
55	3521.39	3416.89	3638.69	3746.35	3580.34	123.64
60	3015.97	2883.98	3135.94	3245.61	3069.88	134.82
65	2593.25	2466.28	2707.32	2827.16	2648.5	133.82
70	2259.61	2115.46	2339.48	2461.86	2294.1	125.80

Cuadro no 7. Valores Obtenidos de E' por medio de la técnica de DMA de Herculite XRV

Temp. °C	Mues. 1	Mues. 2	Mues. 3	Mues. 4	PROMEDIO	Des. St
0	459.96	729.87	-----	-----	594.92	134.95
5	460.77	725.98	-----	-----	593.37	132.60
10	465.85	729.50	-----	-----	597.67	131.82
15	482.22	730.12	-----	-----	606.17	123.94
20	510.35	711.90	-----	-----	611.12	100.77
25	533.82	707.34	-----	-----	620.58	86.76
30	549.60	716.32	628.25	-----	631.39	68.09
35	569.24	722.69	630.10	571.76	623.45	62.25
40	591.44	734.16	649.79	592.84	642.06	58.15
45	611.29	717.00	670.29	617.04	653.90	43.08
50	620.38	672.76	673.29	633.33	649.94	23.53
55	600.99	632.81	657.09	627.95	629.71	19.92
60	563.92	581.18	621.62	600.96	591.92	21.58
65	514.44	519.25	570.65	561.10	541.36	24.80
70	461.35	453.27	512.33	512.32	484.82	27.65

Cuadro no 8. Valores de E'' obtenidos por medio del DMA de Herculite XRV

Temp. °C	Mues. 1	Mues. 2	Mues. 3	Mues. 4	Promedio	Dsv. St.
0	0.049	0.077	-----	-----	0.063	0.013
5	0.050	0.077	-----	-----	0.063	0.013
10	0.051	0.079	-----	-----	0.065	0.013
15	0.055	0.083	-----	-----	0.069	0.013
20	0.063	0.088	-----	-----	0.075	0.012
25	0.072	0.094	-----	-----	0.083	0.011
30	0.079	0.103	0.093	-----	0.092	0.009
35	0.091	0.116	0.099	0.091	0.099	0.010
40	0.103	0.136	0.114	0.103	0.114	0.012
45	0.125	0.153	0.135	0.122	0.134	0.012
50	0.149	0.165	0.158	0.145	0.154	0.007
55	0.170	0.186	0.180	0.167	0.176	0.007
60	0.186	0.201	0.198	0.185	0.192	0.007
65	0.198	0.210	0.210	0.198	0.204	0.006
70	0.204	0.214	0.218	0.208	0.211	0.005

Cuadro no. 9 : Valores de la tangente delta resina Herculite XRV

Resina Tetric Ceram

Temp. °C	Mues. 1	Mues. 2	Mues. 3	Promedio	Desv. St.
0	11750.2	12560.7	-----	12155.4	405.2
5	11678.0	12155.4	-----	11916.7	238.7
10	11566.0	11685.5	-----	11625.7	59.7
15	11198.2	11158.8	-----	11178.5	19.7
20	10565.7	10546.5	-----	10556.1	9.6
25	9940.5	9912.5	8957.7	9603.6	456.8
30	9396.7	9253.6	8664.9	9105.1	316.6
35	8713.3	8593.4	8067.2	8458.0	280.6
40	7963.1	7898.2	7339.8	7733.7	279.7
45	7103.9	7160.6	6519.5	6928.0	289.7
50	6258.9	6402.8	5739.7	6133.8	284.7
55	5481.3	5679.3	5042.4	5401.0	266.1
60	4839.8	5055.6	4453.4	4782.9	249.1
65	4349.3	4512.4	3979.3	4280.5	223.0
70	3943.1	4085.0	3572.7	3867.0	215.9

Cuadro no 10. Valores de E' resina Tetric Ceram

Temp. °C		Mues. 2	Mues. 3	PROMEDIO	Desv. St.
0	469.3	335.4	-----	402.3	66.9
5	470.8	389.3	-----	430.1	40.7
10	480.9	446.2	-----	463.5	17.3
15	508.4	504.4	-----	506.4	2.0
20	553.5	558.4	-----	556.0	2.4
25	586.8	604.7	624.3	605.3	15.3
30	608.8	637.0	626.9	624.2	11.6
35	631.2	659.0	635.1	641.8	12.2
40	662.3	675.5	668.6	668.8	5.3
45	705.1	689.4	704.0	699.5	7.1
50	740.6	702.8	730.2	724.5	15.9
55	748.9	708.9	734.8	730.9	16.5
60	735.3	708.2	720.3	721.3	11.1
65	709.5	693.5	691.6	698.2	8.0
70	677.2	671.2	656.0	668.1	8.9

Cuadro no 11. Valores de E'' resina Tetric Ceram

Temp. °C	Mues. 1	Mues. 2	Mues. 3	Promedio	Desv. St.
0	0.039	0.026	-----	0.033	0.006
5	0.040	0.032	-----	0.036	0.004
10	0.041	0.038	-----	0.039	0.001
15	0.045	0.045	-----	0.045	0.000
20	0.052	0.052	-----	0.052	0.000
25	0.059	0.061	0.069	0.063	0.004
30	0.064	0.068	0.072	0.068	0.003
35	0.072	0.076	0.072	0.075	0.002
40	0.083	0.085	0.091	0.086	0.003
45	0.099	0.096	0.107	0.101	0.004
50	0.118	0.109	0.127	0.118	0.007
55	0.136	0.124	0.145	0.135	0.008
60	0.151	0.140	0.161	0.151	0.008
65	0.163	0.153	0.173	0.163	0.008
70	0.171	0.164	0.183	0.173	0.007

Cuadro no 12. Tangente delta de la reina Tetric Ceram

Resina Z 100

Tem °C	Mues. 1	Mues. 2	Mues. 3	Mues. 4	Prome	Desv. St.
0	16835.3	10643.1	12799.1	-----	13739.2	2571.2
5	16471.7	10564.5	12769.9	-----	13518.1	2440.4
10	16098.7	10456.2	12673.5	-----	13277.4	2323.2
15	15678.3	10165.3	12367.3	-----	12921.8	2267.6
20	15261.5	9875.5	12105.4	-----	12568.5	2210.9
25	14817.7	9297.7	11694.9	10914.2	11654.9	2006.7
30	14384.3	8820.6	11438.4	10788.7	11358.0	1995.4
35	13884.9	8396.9	11076.4	10496.5	10963.6	1959.1
40	13325.8	7906.9	10612.8	9943.6	10447.3	1937.7
45	12679.5	7414.9	10082.4	9260.7	9859.3	1893.1
50	11991.5	6890.3	9518.1	8676.5	9269.1	1835.9
55	11279.7	6315.4	8956.1	8154.5	8676.4	1781.9
60	10603.5	5859.9	8462.2	7730.6	8164.0	1698.2
65	10049.3	5312.0	8037.5	7367.9	7691.7	1691.5
70	9598.28	4877.1	7644.6	7070.5	7297.6	1682.5

Cuadro no 13. Valores de E' de la resina Z 100

Temp. °C	Mues. 1	Mues. 2	Mues. 3	Mues. 4	PROMEDIO	Desv St
0	362.2	519.0	-----	-----	440.6	78.3
5	381.2	524.7	-----	-----	453.0	71.7
10	399.9	544.3	-----	-----	472.1	72.18
15	420.1	575.8	-----	-----	498.0	77.83
20	441.1	609.5	-----	-----	525.3	84.16
25	461.4	631.3	845.0	523.8	615.4	145.81
30	484.4	639.6	840.0	492.8	614.2	144.21
35	512.6	636.8	859.0	508.0	629.1	142.43
40	548.9	635.0	880.6	535.4	650.0	138.49
45	598.4	636.4	879.3	576.0	672.5	121.31
50	652.2	630.2	852.0	617.3	687.9	95.53
55	703.2	611.6	824.5	642.9	695.5	81.40
60	739.2	580.2	793.0	657.2	692.4	80.83
65	754.3	545.5	765.0	654.9	679.9	88.66
70	756.0	505.6	735.7	652.2	662.4	98.50

Cuadro no 14. Valores de E'' de Z 100

Temp °C	Mues. 1	Mues. 2	Mues. 3	Mues. 4	Promedio	Desv. St.
0	0.021	0.048	-----	-----	0.035	0.013
5	0.023	0.049	-----	-----	0.036	0.013
10	0.024	0.052	-----	-----	0.038	0.013
15	0.026	0.056	-----	-----	0.041	0.014
20	0.028	0.061	-----	-----	0.045	0.016
25	0.031	0.067	0.075	0.045	0.054	0.017
30	0.033	0.072	0.075	0.043	0.056	0.018
35	0.036	0.075	0.077	0.045	0.059	0.018
40	0.041	0.080	0.088	0.050	0.065	0.019
45	0.047	0.085	0.094	0.057	0.071	0.019
50	0.054	0.091	0.098	0.064	0.077	0.018
55	0.062	0.096	0.101	0.071	0.083	0.016
60	0.069	0.099	0.102	0.077	0.087	0.013
65	0.075	0.102	0.103	0.081	0.090	0.012
70	0.078	0.103	0.104	0.085	0.092	0.011

Cuadro no 15. Tangente delta de la resina Z 100

Los cuadros anteriores se presentan de esta manera para su fácil comprensión y estudio, sin embargo el cuadro de datos que el equipo nos proporciona se presenta a continuación, del cual podemos obtener información más detallada para el análisis del material.

CLOSED				
VERSION	0.4			
Run	233			
Instrument	2980 DMA	V1.2D		
Module	DMA Multi-Frequency - Single Cantilever			
Clamp	Single Cantilever			
Sample	HERC 1			
Geometry	Rectangular (Length, Width, Thickness)			
Size	17.25	3.55	1.18	mm
SampParams	0.44			
GeomFactor	9.429E+02 1/mm	1.110E-02 1/mm	1.047E+01 1/mm	mm
Method	sub-0.mth			
Operator	JAT			
Comment	DEN HERC REP1			
Xcomment	Air bearing gas: None			
Text	COMPOSITE CAOLIN			
FreqTab	1			
Multiplex	none			
InstCalDate	Electronics: 4-Nov-97 13:02			
InstCalDate	Force: 4-Nov-97 13:16			
InstCalDate	Dynamic: 4-Nov-97 15:23			
InstCalDate	Clamp: 13-Feb-98 15:55			
TempCal	0pts			
Settings	OscAmp 30.0			
Controls	Gas 1 Event Off Sampling 2.0 sec/pt			
Nsig	6			
Sig1	Time (min)			
Sig2				
Sig3				
Sig4				
Sig5			10000	
Sig6			1	
Date	10-Jul-98			
Time	17:26			
File	D:\TA\dma\data\DENHER1.002			
OrgFile	D:\TA\DMA\DATA\DENHER1.002			
StartOfData	Temperature (°C)	Storage Modulus (MPa) HR1	Loss Modulus (MPa) HR1	Tan Delta HR1

0	-0.303097	10000	507.821043	0.0507822
0.0498333	-0.291712	10008.1141	514.813179	0.0514396
0.0998333	-0.248473	10017.453	512.40519	0.0511513
0.149833	-0.265058	10027.3059	516.10575	0.05147
0.199833	-0.239843	10032.194	507.558592	0.050593
0.249833	-0.278897	10049.2096	513.400317	0.0510887
0.299833	-0.251306	10053.54	506.592991	0.0503895
0.349833	-0.254441	10059.981	512.283806	0.050923
0.399833	-0.265054	10070.5665	506.082305	0.0502537
0.449833	-0.234682	10072.9177	509.44824	0.050576
0.499833	-0.229646	10082.8908	510.052971	0.0505859
0.549833	-0.272747	10091.497	511.729378	0.050709
0.599833	-0.257185	10095.4229	505.188877	0.0500414
0.649833	-0.268676	10105.8772	507.055561	0.0501744
0.699833	-0.238177	10111.5964	506.422398	0.0500833
0.749833	-0.234938	10118.9013	509.779585	0.050379
0.799833	-0.224052	10131.827	505.467732	0.0498891
0.849833	-0.236298	10132.8003	506.310856	0.0499675
0.899833	-0.212865	10141.1987	503.692906	0.049668
0.949833	-0.188819	10146.8851	503.465448	0.0496178
0.999833	-0.21601	10155.218	504.200311	0.0496493
1.04983	-0.220027	10159.8655	504.591801	0.0496652
1.09983	-0.212428	10169.2044	503.805541	0.0495422
1.14983	-0.188546	10169.4669	503.930205	0.0495533
1.19983	-0.115223	10169.959	505.998102	0.0497543
1.24983	-0.0410068	10167.5094	499.611791	0.0491381
1.29983	0.0459884	10167.1157	502.99741	0.0494729
1.34983	0.183382	10162.2057	500.538025	0.0492549
1.39983	0.2956	10160.97	501.634852	0.0493688
1.44983	0.453504	10155.1524	502.574208	0.0494896
1.49983	0.576423	10150.2642	500.975443	0.0493559
1.54983	0.716588	10147.8693	500.074361	0.0492788
1.59983	0.873538	10144.1403	502.614669	0.0495473
1.64983	1.03724	10141.1987	502.011032	0.0495021
1.69983	1.18227	10137.5135	503.632761	0.04968
1.74983	1.33355	10133.7188	500.422109	0.0493819
1.79983	1.45638	10131.7833	503.4906	0.0496942
1.84983	1.61143	10131.6739	501.872151	0.0495349
1.89983	1.73621	10130.296	501.257578	0.049481
1.94983	1.8768	10124.2597	503.376871	0.0497198
1.99983	2.01545	10121.6242	502.06899	0.0496036
2.04983	2.14934	10116.2768	503.776015	0.0497985
2.09983	2.30741	10115.1723	502.46376	0.0496743
2.14983	2.4609	10114.5927	502.20787	0.0496518
2.19983	2.60545	10112.0994	502.487818	0.0496917

2.24983	2.74619	10108.0971	503.809915	0.0498423
2.29983	2.87636	10106.8067	501.960729	0.0496656
2.34983	3.02332	10103.537	503.229242	0.0498072
2.39983	3.1643	10100.7375	502.406895	0.0497396
2.44983	3.32169	10098.8566	502.054774	0.049714
2.49983	3.46111	10093.5748	501.611887	0.0496962
2.54983	3.59997	10090.5894	503.706029	0.0499184
2.59983	3.73507	10087.5274	501.623916	0.0497271
2.64983	3.87539	10084.1046	502.660598	0.0498468
2.69983	4.03864	10080.5725	502.90774	0.0498888
2.74983	4.1844	10075.6953	502.751363	0.0498974
2.79983	4.31799	10072.6005	502.989756	0.0499364
2.84983	4.46512	10069.0356	503.525593	0.0500074
2.89983	4.61476	10064.9238	503.158162	0.0499912
2.94983	4.7646	10060.4184	503.918176	0.0500892
2.99983	4.92007	10055.913	504.057057	0.0501255
3.04983	5.06586	10050.6312	503.876622	0.0501338
3.09983	5.20609	10047.1209	503.418426	0.0501057
3.14983	5.35811	10042.0359	503.691812	0.0501584
3.19983	5.5006	10038.2085	503.409677	0.0501493
3.24983	5.65552	10034.6217	504.618046	0.0502877
3.29983	5.78624	10030.0725	504.628982	0.0503116
3.34983	5.9244	10024.6485	505.124358	0.0503882
3.39983	6.0693	10020.9305	504.205779	0.0503152
3.44983	6.20061	10014.5332	504.750365	0.0504018
3.49983	6.33766	10005.9817	504.578678	0.0504277
3.54983	6.48429	10001.6731	505.027032	0.0504942
3.59983	6.62349	9996.55533	505.277455	0.0505452
3.64983	6.7611	9991.7984	505.301513	0.0505717
3.69983	6.92158	9986.39628	505.405399	0.0506094
3.74983	7.08009	9981.63936	505.352909	0.0506283
3.79983	7.23601	9977.22143	506.962609	0.050812
3.84983	7.37266	9972.21299	506.263833	0.0507675
3.89983	7.51738	9968.06845	506.264927	0.0507886
3.94983	7.66332	9963.84736	506.516443	0.0508355
3.99983	7.80607	9958.75143	506.097614	0.0508193
4.04983	7.96781	9955.39425	507.207564	0.050948
4.09983	8.11036	9950.76854	507.801359	0.0510313
4.14983	8.26071	9947.07236	507.320199	0.051002
4.19983	8.40617	9943.2012	507.495167	0.0510393
4.24983	8.53147	9939.61437	506.938551	0.0510019
4.29983	8.6866	9937.19763	507.325667	0.0510532
4.34983	8.83756	9933.34835	506.937458	0.0510339
4.39983	8.9926	9928.94136	508.764774	0.0512406
4.44983	9.13075	9925.35453	507.870253	0.051169

4.49983	9.28096	9921.0897	508.103178	0.0512145
4.54983	9.3892	9917.73251	509.469018	0.0513695
4.59983	9.57216	9913.752	508.557	0.0512981
4.64983	9.7406	9909.00601	509.014102	0.0513689
4.69983	9.88257	9905.74724	508.867567	0.0513709
4.74983	10.027	9902.02918	509.431837	0.0514472
4.79983	10.1753	9896.7911	508.471703	0.0513775
4.84983	10.3164	9892.90901	509.008635	0.0514519
4.89983	10.4712	9891.01717	509.813485	0.051543
4.94983	10.6132	9884.65273	510.070468	0.0516022
4.99983	10.7268	9880.59568	511.448336	0.0517629
5.04983	10.8718	9874.7124	508.815077	0.0515271
5.09983	11.0174	9871.82544	510.774712	0.0517406
5.14983	11.1511	9862.98958	510.854541	0.0517951
5.19983	11.2677	9857.46717	510.335106	0.0517714
5.24983	11.4257	9851.35425	511.384911	0.0519101
5.29983	11.5673	9844.86952	512.709195	0.0520788
5.34983	11.6761	9838.06766	512.328641	0.0520761
5.39983	11.7863	9830.76277	513.226443	0.0522061
5.44983	11.895	9822.8455	512.168984	0.0521406
5.49983	11.9946	9814.00964	513.483426	0.0523214
5.54983	12.0691	9804.52859	512.981488	0.0523209
5.59983	12.1638	9794.06336	512.545163	0.0523322
5.64983	12.2267	9783.51063	513.24394	0.0524601
5.69983	12.2955	9773.30785	514.183296	0.0526109
5.74983	12.4193	9759.37607	514.13518	0.0526811
5.79983	12.5637	9746.3738	515.471493	0.0528886
5.84983	12.7557	9730.76889	515.232007	0.0529487
5.89983	12.9312	9714.73751	517.789812	0.0532994
5.94983	13.1076	9699.22008	516.819836	0.0532847
5.99983	13.2576	9681.66866	517.47159	0.0534486
6.04983	13.4181	9664.0407	518.308153	0.0536326
6.09983	13.6068	9646.88296	519.179709	0.0538184
6.14983	13.7872	9630.38134	519.725389	0.0539672
6.19983	13.9334	9616.4933	520.649435	0.0541413
6.24983	14.0577	9599.57614	521.658779	0.0543418
6.29983	14.1726	9583.39166	522.050268	0.0544746
6.34983	14.3326	9563.06263	523.913671	0.0547852
6.39983	14.478	9543.48815	524.701024	0.05498
6.44983	14.6613	9525.79457	525.323252	0.0551474
6.49983	14.8382	9506.4388	525.818629	0.0553119
6.54983	15.0223	9486.70029	527.336471	0.055587
6.59983	15.2433	9466.37126	528.225524	0.0558002
6.64983	15.4309	9447.2342	529.566212	0.0560552
6.69983	15.6239	9427.41914	530.406056	0.0562621

9	22.837	8339.36242	574.408173	0.0688791
9.04983	23.0074	8316.67133	575.183497	0.0691604
9.09983	23.1801	8295.59869	576.044118	0.0694397
9.14983	23.35	8274.81038	576.758204	0.0697005
9.2	23.5183	8254.31732	577.721618	0.0699902
9.25	23.6866	8235.0381	578.629262	0.0702643
9.29983	23.8531	8215.1793	579.722808	0.0705673
9.34983	24.0173	8196.7093	579.951359	0.0707541
9.39983	24.1785	8178.89543	580.618422	0.0709898
9.45	24.3406	8160.98314	580.906025	0.0711809
9.5	24.5018	8143.57388	581.238463	0.0713738
9.54983	24.6582	8126.5255	582.010507	0.0716187
9.59983	24.817	8110.57066	582.901747	0.0718695
9.64983	24.9723	8093.93782	583.394936	0.0720781
9.7	25.1261	8077.87362	583.757994	0.0722664
9.74983	25.2804	8062.34526	584.353977	0.0724795
9.79983	25.4321	8046.70755	584.653608	0.0726574
9.84983	25.5839	8030.67616	585.162107	0.0728658
9.89983	25.7352	8016.27416	585.229907	0.0730052
9.95	25.8855	8000.54896	585.837919	0.0732248
9.99983	26.035	7985.19557	586.398908	0.0734357
10.0498	26.1818	7969.87499	586.815549	0.0736292
10.0998	26.3287	7955.96508	587.382006	0.0738291
10.1498	26.4781	7940.32736	588.488675	0.0741139
10.2	26.6263	7924.09914	588.705197	0.074293
10.25	26.775	7908.75668	589.077003	0.0744841
10.2998	26.923	7892.51752	589.433499	0.0746826
10.3498	27.0702	7876.75952	590.24163	0.0749346
10.3998	27.2169	7860.94684	590.55001	0.0751244
10.4498	27.3631	7844.74048	591.198483	0.0753625
10.4998	27.5087	7828.61067	591.514518	0.0755581
10.5498	27.6533	7813.95715	591.970527	0.0757582
10.5998	27.7971	7797.14934	592.22751	0.0759543
10.6498	27.9414	7781.29292	593.243415	0.0762397
10.6998	28.0848	7764.69289	593.354956	0.076417
10.7498	28.2285	7748.30063	594.214484	0.0766897
10.7998	28.3726	7731.76621	594.859676	0.0769371
10.8498	28.5161	7715.10056	595.411917	0.0771749
10.8998	28.6593	7697.96469	595.863552	0.0774053
10.95	28.8046	7680.81789	596.380799	0.0776455
11	28.9487	7664.09756	596.977875	0.0778928
11.05	29.0909	7646.71018	597.065359	0.0780813
11.1	29.2358	7630.54756	596.820405	0.0782147
11.15	29.3801	7612.62434	598.201554	0.0785803
11.2	29.5234	7594.87608	598.963756	0.0788641

11.25	29.665	7577.46682	598.858775	0.0790316
11.3	29.8075	7558.45005	599.519277	0.0793178
11.3498	29.9517	7542.34211	600.307724	0.0795917
11.3998	30.0947	7525.76395	601.02181	0.079862
11.4498	30.2383	7507.81886	601.519373	0.080119
11.4998	30.3816	7488.82396	602.519968	0.0804559
11.55	30.5258	7469.64315	603.182657	0.0807512
11.6	30.6709	7451.31532	603.903304	0.0810466
11.65	30.8178	7433.40303	604.417271	0.081311
11.6998	30.9645	7415.2939	603.927362	0.0814435
11.7498	31.1106	7395.53352	605.237431	0.0818382
11.8	31.2574	7375.83875	605.612517	0.0821076
11.85	31.4067	7354.56927	606.461109	0.0824606
11.9	31.5559	7334.44802	607.396091	0.0828141
11.95	31.7037	7315.21254	607.958174	0.0831088
12	31.851	7295.26626	608.559625	0.0834184
12.05	31.9989	7275.80113	609.018914	0.0837048
12.1	32.1468	7257.00307	608.885501	0.0839032
12.1498	32.294	7237.00211	609.450865	0.0842132
12.2	32.4415	7216.04976	610.542224	0.0846089
12.2498	32.5884	7194.80216	611.721067	0.0850226
12.3	32.7347	7175.47919	612.646207	0.0853806
12.3498	32.8815	7155.24858	612.634178	0.0856203
12.4	33.0285	7136.14433	613.740847	0.0860046
12.4498	33.1745	7111.98789	613.206103	0.0862215
12.4998	33.3208	7091.42922	614.075472	0.086594
12.55	33.4687	7071.87661	614.802681	0.0869362
12.6	33.6165	7051.00081	615.421628	0.0872815
12.65	33.7666	7030.19063	616.308494	0.087666
12.7	33.9172	7009.83973	616.715293	0.0879785
12.75	34.0665	6988.76709	617.001802	0.0882848
12.8	34.2152	6968.08813	618.239697	0.0887245
12.85	34.3638	6946.62182	618.674928	0.0890612
12.9	34.5132	6926.10689	619.404323	0.0894305
12.95	34.6621	6904.53122	619.715984	0.089755
13	34.8105	6883.04303	621.090572	0.090235
13.05	34.96	6861.12836	621.882299	0.0906385
13.0998	35.1092	6839.47615	622.49906	0.0910157
13.15	35.2586	6819.05964	622.997717	0.0913612
13.2	35.4074	6798.30413	623.73586	0.0917488
13.25	35.5564	6777.2971	624.087982	0.0920851
13.3	35.7074	6757.36175	624.795507	0.0924616
13.35	35.8576	6734.92218	625.180435	0.0928266
13.4	36.0088	6713.06219	626.724523	0.0933589
13.45	36.1586	6692.12078	627.345657	0.0937438

13.5	36.3083	6669.34221	628.104578	0.0941779
13.55	36.4581	6648.08367	628.276265	0.0945048
13.6	36.6079	6627.01103	629.28014	0.094957
13.65	36.7579	6606.20085	630.199813	0.0953951
13.7	36.9075	6583.15982	630.720341	0.0958082
13.75	37.0583	6562.32777	631.234308	0.0961906
13.8	37.2076	6540.87239	632.075245	0.0966348
13.85	37.3575	6518.42188	632.696379	0.0970629
13.8998	37.5087	6494.85596	634.229531	0.0976511
13.95	37.6595	6472.17581	634.262337	0.0979982
14	37.8106	6448.91608	635.293552	0.0985117
14.05	37.9612	6427.55912	635.782367	0.098915
14.1	38.1108	6405.66632	636.530352	0.09937
14.15	38.2608	6383.86101	637.041039	0.0997892
14.2	38.4117	6360.8856	637.724505	0.100257
14.25	38.5619	6338.54445	639.337486	0.100865
14.3	38.7115	6317.78894	639.649147	0.101246
14.35	38.8613	6295.24001	641.007331	0.101824
14.4	39.0107	6271.90373	641.013892	0.102204
14.45	39.1607	6250.50303	642.054949	0.10272
14.5	39.3114	6227.17769	642.907915	0.103242
14.55	39.46	6203.45867	643.576071	0.103745
14.6	39.6097	6181.31436	644.302186	0.104234
14.65	39.7594	6158.37175	644.520895	0.104658
14.7	39.9091	6135.1667	645.887828	0.105276
14.75	40.059	6111.99445	646.771414	0.10582
14.8	40.2074	6088.90969	646.936539	0.106248
14.85	40.3567	6065.95615	647.993999	0.106825
14.9	40.5062	6042.91513	648.688401	0.107347
14.95	40.6555	6019.79756	649.602605	0.107911
15	40.8053	5996.82215	650.592265	0.10849
15.05	40.9555	5973.92329	651.252767	0.109016
15.1	41.1054	5951.82272	652.088236	0.109561
15.15	41.255	5931.35154	653.061492	0.110103
15.2	41.405	5907.17323	653.83463	0.110685
15.25	41.5533	5884.06659	654.705092	0.111267
15.3	41.7047	5859.92109	655.593052	0.111878
15.35	41.8546	5836.47546	656.170445	0.112426
15.4	42.0041	5812.72363	656.923898	0.113015
15.45	42.1538	5788.91713	657.764835	0.113625
15.5	42.3033	5764.94659	658.264586	0.114184
15.55	42.4529	5741.74154	659.085839	0.114789
15.6	42.603	5718.23029	659.489358	0.115331
15.65	42.753	5694.29256	660.447304	0.115984
15.7	42.9036	5670.61729	661.153735	0.116593

15.75	43.054	5646.32962	662.041695	0.117252
15.8	43.2039	5622.32628	662.584094	0.117849
15.85	43.3534	5599.20871	663.255531	0.118455
15.9	43.5039	5562.55304	662.516294	0.119103
15.95	43.6539	5532.80858	661.751905	0.119605
16	43.8046	5508.2694	663.012764	0.120367
16.05	43.9538	5484.85657	664.06913	0.121073
16.1	44.1036	5461.57497	664.510922	0.12167
16.15	44.2531	5437.30918	665.024889	0.122308
16.2	44.4039	5412.28884	665.980649	0.12305
16.25	44.5545	5390.0461	666.934221	0.123734
16.3	44.7043	5365.21167	667.788281	0.124466
16.35	44.8544	5342.19252	667.702984	0.124987
16.4	45.004	5318.44069	668.477215	0.125691
16.45	45.1539	5294.53577	669.438442	0.12644
16.5	45.3042	5270.98078	669.541235	0.127024
16.55	45.4544	5246.91183	670.160183	0.127725
16.6	45.6038	5223.29122	670.616191	0.12839
16.65	45.7542	5199.67062	670.769288	0.129002
16.7	45.9042	5175.90786	671.195771	0.129677
16.75	46.0547	5152.25446	672.093573	0.130447
16.8	46.205	5128.6776	672.464285	0.131118
16.85	46.3552	5104.16029	673.055893	0.131864
16.9	46.5054	5080.69278	673.611415	0.132583
16.95	46.6556	5057.09405	673.65297	0.133209
17	46.8056	5033.46252	674.27301	0.133958
17.05	46.9554	5009.12018	674.748703	0.134704
17.1	47.1055	4986.6478	675.302037	0.135422
17.15	47.2557	4962.93971	675.695714	0.136148
17.2	47.4054	4939.99711	675.284541	0.136697
17.25	47.5559	4916.61709	676.103607	0.137514
17.3	47.7053	4893.80572	676.279668	0.138191
17.35	47.8553	4870.44757	676.754267	0.138951
17.4	48.0061	4847.39561	677.194966	0.139703
17.45	48.1554	4824.0812	677.500066	0.140441
17.5	48.3056	4800.78867	677.62473	0.141149
17.55	48.4553	4777.99916	677.26386	0.141746
17.6	48.6057	4754.88159	677.427892	0.14247
17.65	48.7555	4732.74821	677.718775	0.143198
17.7	48.9057	4709.37913	678.265548	0.144024
17.75	49.0553	4687.27856	678.328974	0.144717
17.8	49.2049	4664.49999	678.502848	0.145461
17.85	49.3544	4642.00574	678.557525	0.146178
17.9	49.5037	4619.82862	677.74502	0.146703
17.95	49.6539	4596.96257	677.916707	0.147471

18	49.8039	4575.24474	678.849502	0.148375
18.05	49.9536	4552.87078	677.667378	0.148844
18.1	50.1041	4532.21369	678.420832	0.149688
18.15	50.2533	4510.51773	678.137603	0.150346
18.2	50.4029	4487.70635	678.120106	0.151106
18.25	50.5532	4465.98852	677.48913	0.1517
18.3	50.7034	4443.66924	677.505533	0.152465
18.35	50.8539	4422.70596	677.220118	0.153123
18.4	51.0038	4400.84597	677.355717	0.153915
18.45	51.1538	4379.43433	677.187311	0.154629
18.5	51.3036	4356.65576	676.522435	0.155285
18.55	51.4539	4336.08615	676.252329	0.155959
18.6	51.6039	4314.18242	675.779917	0.156642
18.65	51.7536	4293.32849	676.094859	0.157476
18.7	51.9041	4271.85124	675.264857	0.158073
18.75	52.054	4251.19415	674.836187	0.15874
18.8	52.2045	4230.03403	674.103511	0.159362
18.85	52.3541	4204.99182	673.182745	0.160092
18.9	52.5031	4185.32986	672.727829	0.160735
18.95	52.654	4164.18067	672.323217	0.161454
19	52.8048	4143.30487	671.906576	0.162167
19.05	52.9553	4123.39139	671.400264	0.162827
19.1	53.1056	4102.69056	667.309307	0.162651
19.15	53.2557	4082.03347	666.376512	0.163246
19.2	53.4064	4062.03251	666.05501	0.163971
19.25	53.5564	4042.41429	664.882728	0.164477
19.3	53.706	4022.78513	664.491239	0.165182
19.35	53.8564	4002.29207	664.243003	0.165966
19.4	54.0073	3983.66898	663.340828	0.166515
19.45	54.1571	3964.19292	662.739377	0.167182
19.5	54.3075	3944.0826	661.959679	0.167836
19.55	54.4574	3925.35015	661.136238	0.168427
19.6	54.6071	3906.70519	660.417778	0.169047
19.65	54.7577	3888.55232	659.963957	0.16972
19.7	54.9076	3869.40432	658.895562	0.170283
19.75	55.0571	3850.8031	657.211501	0.170669
19.8	55.2074	3832.58462	657.329604	0.171511
19.85	55.3575	3813.61159	655.491352	0.171882
19.9	55.5067	3794.87914	653.28895	0.17215
19.95	55.6563	3777.60111	652.516906	0.172733
20	55.8058	3759.16392	652.116668	0.173474
20.05	55.9556	3740.85795	651.087641	0.174048
20.1	56.1056	3722.9566	650.18984	0.174643
20.15	56.2559	3705.25208	648.969442	0.175148
20.2	56.4058	3686.96799	647.545645	0.175631

20.25	56.5552	3669.97428	646.772507	0.176233
20.3	56.7046	3652.33538	645.853928	0.176833
20.35	56.8555	3634.79489	644.517615	0.177319
20.4	57.0055	3618.0527	643.482026	0.177853
20.45	57.1555	3601.24489	642.150087	0.178313
20.5	57.3052	3584.38241	641.416317	0.178947
20.55	57.4551	3567.33402	640.198107	0.179461
20.6	57.6056	3549.94663	639.08269	0.180026
20.65	57.756	3533.47783	637.757311	0.18049
20.7	57.9059	3517.00902	636.521604	0.180984
20.75	58.0556	3499.87315	635.101087	0.181464
20.8	58.2047	3484.53069	633.610584	0.181836
20.85	58.3551	3468.19311	632.997104	0.182515
20.9	58.5054	3451.77898	631.363346	0.18291
20.95	58.6559	3435.29924	630.14951	0.183434
21	58.8055	3420.0224	629.326069	0.184012
21.05	58.9553	3403.85978	626.141662	0.18395
21.1	59.1053	3387.88307	625.05249	0.184496
21.15	59.2558	3372.48594	623.418732	0.184854
21.2	59.4062	3357.15442	621.90417	0.185248
21.25	59.5564	3342.44622	620.89264	0.18576
21.3	59.707	3326.99441	619.463375	0.186193
21.35	59.8569	3312.31902	618.040671	0.186589
21.4	60.0074	3298.10292	616.6803	0.18698
21.45	60.1576	3283.05572	615.358202	0.187435
21.5	60.3077	3267.3852	614.057975	0.187935
21.55	60.4584	3253.78148	612.275495	0.188174
21.6	60.6084	3237.67355	610.804675	0.188655
21.65	60.7589	3223.99328	609.661919	0.189102
21.7	60.9082	3209.56941	608.214064	0.1895
21.75	61.0576	3194.85027	606.839476	0.189943
21.8	61.2072	3181.25749	605.164163	0.190228
21.85	61.3558	3166.0572	603.531499	0.190626
21.9	61.5062	3152.34413	602.084737	0.190996
21.95	61.6569	3138.75135	600.274918	0.191246
22	61.8064	3123.84631	598.886114	0.191714
22.05	61.9562	3109.63021	597.331091	0.192091
22.1	62.1057	3096.20146	595.088227	0.192199
22.15	62.2563	3083.77877	594.001242	0.192621
22.2	62.4057	3068.57848	592.182675	0.192982
22.25	62.5559	3053.76092	590.905413	0.193501
22.3	62.7055	3040.62743	588.785026	0.193639
22.35	62.8562	3026.49881	586.819924	0.193894
22.4	63.0057	3013.29971	585.537194	0.194317
22.45	63.1556	3000.20996	584.267586	0.194742

22.5	63.3057	2987.4264	582.560561	0.195004
22.55	63.4558	2974.17262	580.450016	0.195163
22.6	63.6054	2961.29065	579.221964	0.195598
22.65	63.7546	2948.09154	577.689905	0.195954
22.7	63.9042	2935.82195	576.044118	0.196212
22.75	64.0537	2923.0384	574.525182	0.196551
22.8	64.2036	2910.09081	572.343557	0.196675
22.85	64.3536	2897.46035	570.911012	0.197039
22.9	64.5049	2885.15795	569.308966	0.197323
22.95	64.6552	2872.33065	567.182019	0.197464
23	64.8054	2860.70626	565.861015	0.197804
23.05	64.9555	2847.36499	564.147428	0.19813
23.1	65.1055	2835.83901	562.56616	0.198377
23.15	65.2557	2822.74926	560.552941	0.198584
23.2	65.4062	2811.79193	559.00776	0.198809
23.25	65.5566	2800.09098	557.456018	0.199085
23.3	65.7071	2788.46659	554.517659	0.198861
23.35	65.8573	2776.01109	553.451451	0.199369
23.4	66.007	2764.81318	551.009562	0.199294
23.45	66.1564	2752.95914	549.473129	0.199593
23.5	66.3064	2741.28006	547.825155	0.199843
23.55	66.4565	2730.12589	546.125784	0.200037
23.6	66.6058	2718.8733	544.558732	0.200289
23.65	66.7556	2706.58184	542.792655	0.200546
23.7	66.9059	2695.38392	540.892071	0.200673
23.75	67.0554	2683.66111	539.194887	0.200917
23.8	67.2058	2672.91155	537.278994	0.201009
23.85	67.3555	2662.0745	536.048755	0.201365
23.9	67.505	2650.51572	534.339542	0.201599
23.95	67.6551	2639.41622	532.305546	0.201676
24	67.8055	2628.83069	531.020629	0.201999
24.05	67.956	2617.81868	528.934142	0.202051
24.1	68.1055	2606.77386	527.411926	0.202324
24.15	68.2555	2596.3633	525.85909	0.202537
24.2	68.4054	2585.99648	523.534211	0.20245
24.25	68.5548	2574.98447	522.230703	0.202809
24.3	68.7054	2564.21304	520.725984	0.203074
24.35	68.8552	2553.51816	518.366111	0.203001
24.4	69.0055	2543.24976	516.744381	0.203182
24.45	69.1555	2532.55487	515.607093	0.203592
24.5	69.3047	2521.70689	513.527168	0.203643
24.55	69.4551	2512.00714	511.780775	0.203734
24.6	69.6056	2501.53096	509.781772	0.203788
24.65	69.7563	2491.50315	508.309859	0.204017
24.7	69.9066	2481.85807	506.525191	0.204091

24.75	70.0562	2470.98822	504.515253	0.204175
24.8	70.2059	2460.8073	503.300323	0.204526
24.85	70.3557	2451.53403	501.410675	0.20453
24.9	70.5063	2441.10159	499.23233	0.204512
24.95	70.6559	2431.56587	497.297847	0.204518
25	70.8062	2421.99734	496.417542	0.204962
25.05	70.9559	2411.56491	494.191082	0.204926