



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO



FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

DETERMINACIÓN DE MONÓMERO RESIDUAL DE
POLIMETILMETACRILATO EN TRES DIFERENTES
MARCAS COMERCIALES PARA BASE DE
DENTADURAS POR CROMATOGRFÍA DE GASES (CG)

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
CIRUJANO DENTISTA

P R E S E N T A:

FERNANDO SOLÓRZANO LEMUS

TUTOR: MTRO. VÍCTOR MORENO MALDONADO

ASESOR: MTRO. SALVADOR LÓPEZ MORALES



Universidad Nacional
Autónoma de México



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.

"A menos que creáis en vosotros mismos, nadie lo hará; este es el consejo que conduce al éxito."

John D. Rockefeller

DEDICATORIAS

Al Mtro. Víctor Moreno Maldonado, por sus enseñanzas y por su generosidad al brindarme la oportunidad de recurrir a su capacidad y experiencia, en un marco de confianza, afecto y amistad que fueron fundamentales para la conclusión de este trabajo.

Al Mtro. Salvador López Morales, por su asesoramiento científico y estímulo para seguir creciendo intelectualmente. Gracias por tu confianza y apoyo.

A mi madre Angelina Lemus C. por ser el ser mas maravilloso del mundo. Gracias por su apoyo moral, su cariño y por guiar mi camino y estar junto a mi en los momentos más difíciles. Te quiero mucho mama.

A mi padre Cleofas Solórzano S. por ser un hombre grande y maravilloso. Gracias por guiar mi vida con energía, esto es lo que ha hecho que sea lo que soy. Te quiero mucho papa.

A mis hermanos Maribel, Irene y Erik Solórzano L. por ser un ejemplo y una guía en mi vida profesional. Los quiero mucho.

A mis sobrinas Paula y Jimena Sevilla S., a mis sobrinos David, Diego y Andrea Solórzano A., y a mi sobrina Julia Castro S. son un motivo para seguir superándome.

A ti Laly. Por ser parte importante en esta etapa de mi vida y ojala siga siendo a si. Te quiero mucho.

A los Tpd. Alain Audemar A. y Ricardo Rodríguez A. y al C.D. Federico Torres T. Gracias por su amistad y por compartir sus conocimientos en el área y por permitir ser parte de su núcleo laboral.

A mi Compañero y amigo Danovan Venegas L. al fin conseguimos nuestro propósito y a seguir adelante.

A todos mis amigos que me han apoyado en el transcurso de mi carrera gracias.

Fernando Solórzano Lemus.

AGRADECIMIENTOS

Mtro. Víctor Moreno M. gracias por facilitarme todo el Equipo necesario para la realización de esta investigación

Mtro. Salvador López M. gracias por permitirme el manejo del equipo Cromatografico y de todos los implementos necesarios.

Dra. Larissa Alexandrova Z. gracias por la autorización para accesar libremente al laboratorio de cromatografía.

Dr. Federico Barceló S., al Mtro Mario Palma C y al Ing. Carlos Álvarez G. gracias por sus comentarios en la revisión de este proyecto.

Mtro. Jorge Guerrero I. y la C.D. Laura Acosta T. gracias por auxiliarme en el análisis estadístico de esta investigación.

A la Universidad Autónoma de México específicamente a la Facultad de Odontología por ser mi segunda casa y por formarme profesionalmente.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por permitir el acceso al departamento de Polímeros (Laboratorio de cromatografía).

ÍNDICE

1.- Resumen.....	1
2.- Introducción.....	2
3.- Marco Teórico.....	8
3.1.- Composición de la resina acrílica termopolimerizable para base de dentaduras.....	8
3.2.- Resumen de los límites requeridos descritos en la ISO 1567 para las resinas acrílicas termopolimerizables.....	9
3.3.- Relación Monómero Polímero.....	9
3.4.- Interacción Monómero-Polímero.....	10
3.5.- Reacciones alérgicas.....	11
3.6.- Prueba para la determinación de monómero residual de metil metacrilato de las resinas termopolimerizables.....	12
3.6.1.- Gas portador.....	14
3.6.2.- Sistema de inyección de muestra.....	15
3.6.3.- Columnas y sistemas de control de temperatura.....	16
3.6.4.- Factores que afectan la eficiencia de una columna.....	17
3.6.5.- Columnas de relleno.....	17
3.6.6.- Columnas capilares.....	17
3.6.7.- Soporte.....	18
3.6.8.- La fase estacionaria.....	20
3.6.9.- Detectores.....	22
3.6.10.- Clasificación de los detectores.....	22
3.6.11.- Características de los detectores.....	23
3.6.12.- Detectores más usados en cromatografía de gases.....	24
3.6.13.- Análisis cualitativo.....	25
3.6.14.- Análisis cuantitativo.....	25
4.- Antecedentes.....	26

5.- Información de los fabricantes.....	29
5.1.- SR-Ivocap Plus High Impact®.....	29
5.2.- PalaXpress®.....	31
5.3.- Probase Hot®.....	32
6.- Planteamiento del problema.....	34
7.- Justificación.....	35
8.- Objetivo general y específico.....	36
9.- Hipótesis.....	37
10.- Diseño de la Investigación.....	38
10.1.- Tipo de estudio.....	38
10.2.- Variable dependiente, Independiente y extrañas.....	38
11.- Material y equipo.....	39
11.1.- Equipo.....	40
12.- Muestreo.....	41
12.1.- Pruebas.....	41
12.2.- Criterio de inclusión.....	41
12.3.- Criterio de exclusión.....	41
12.4.- Criterio de eliminación.....	41
13.- Metodología.....	42
13.1.- Métodos de procesado para cada material.....	42
13.2.- Técnica por inyección.....	42
13.2.1.- SR-Ivocap.....	42
13.2.2.- Sistema Palajet®/PalaXpress®.....	50
13.3.- Técnica por compresión.....	53
13.3.1.- ProBase® Hot Trial Kit.....	53
14.- Método para la determinación de monómero.....	56
15.- Método para la cromatografía de gases.....	59

16.- Análisis de resultados.....	62
16.1.- Cálculo y expresión de resultados de la curva de calibración grafica.....	62
16.2.- Determinación de aceptado fallado.....	63
16.3.- Expresión de los resultados.....	63
16.4.- Tablas de datos, Tiempo de elusión, Área de los picos de MMA y estándar interno en la cromatografía de gases.....	64
16.5.- Cromatograma 1.....	66
16.6.- Cromatograma 2.....	67
16.7.- Cromatograma 3.....	68
16.8.- Tabla de resultados.....	69
16.9.- Grafica de resultados.....	69
17.- Discusión.....	71
18.- Conclusión.....	74
19.- Bibliografía.....	75

1. RESUMEN

Entre las técnicas de procesamiento de las resinas acrílicas para uso dental en México, se ha observado que no se ha cuantificado comparativamente el contenido de monómero residual. Mientras que el procesamiento apropiado mantiene el monómero residual en rangos de concentraciones tolerables, para muchos pacientes, el tejido irritado y las reacciones alérgicas se deben a los altos niveles de monómero residual que existen en técnicas alternativas y estas pueden ser de consentimiento clínico.

La disminución del grado de conversión de monómero a polímero puede tener influencia en las propiedades físicas así como en la biocompatibilidad.

Esta investigación evaluó el contenido de monómero residual de la resina acrílica termopolimerizada, por medio de cromatografía de gases para tres diferentes sistemas de polimerización. Los materiales evaluados son: SR Ivocap® (A) Plus High Impact (Ivoclar Vivadent), Palaxpress® (B) (Heraeus Kulzer) y - ProBase Hot Trial Kit® (C) (Ivoclar Vivadent). Cada espécimen fue procesado bajo las normas y especificaciones del fabricante.

Para llevar a cabo este estudio se procesaron 9 muestras de 50 ± 1 mm de diámetro y $0.5 \pm$ mm de grosor⁷, las cuales fueron disueltas para ser analizadas en el cromatógrafo de gases.

Dados los resultados que se obtuvieron, todos los materiales cumplieron con el requisito de la ISO 1567-1999 teniendo un valor inferior al 2.2% de monómero residual.

El material (A) reportó la mayor cantidad de monómero residual (0.203%), con una desviación estándar de 0.0697, el material (C) presentó (0.068%) de monómero residual, con una desviación estándar de 0.0180, siendo el material (B) el de menor cantidad de monómero residual (0.047%), con una desviación estándar de 0.0167.

2. INTRODUCCIÓN

El sistema estomatognático es un conjunto de estructuras anatómicas que conforman una unidad morfológica responsable de las relaciones maxilomandibulares y sus funciones como la masticación, la fonación y la deglución. La pérdida de dientes produce alteraciones tanto en la vida social y de relación personal, así como en las funciones del sistema estomatognático.

A lo largo de la historia, en la fabricación de bases para dentaduras se han empleado diversos materiales, entre ellos madera, hueso, marfil, metales y numerosos polímeros (polimetilmetacrilato, poliestireno, poliamida, resina epóxica, policarbonato y vulcanita). La selección de los distintos materiales específicos se basa en la disponibilidad, costo, propiedades físicas, cualidades estéticas y características de manipulación.

Durante la primera mitad del siglo XIX, se introdujo el caucho vulcanizado (vulcanita), como material base para las dentaduras, y esto marcó la introducción de polímeros en la prostodoncia total. A medida que pasó el tiempo, y debido a los problemas de estabilidad dimensional y de color, otros polímeros desplazaron al caucho vulcanizado, por ejemplo el polimetilmetacrilato, poliestireno, polivinilacrílico, poliamidas, etc.

Los polímeros sintéticos eran originalmente desechos de laboratorio, residuos que quedan después de ciertas reacciones orgánicas derivadas del petróleo y del gas natural.

De todos los materiales empleados, el que mostró mejores propiedades fue el polimetilmetacrilato, y como resultado, este último ha dominado el terreno de las bases en las dentaduras durante los últimos tiempos¹.

El término *polímero* se deriva del griego y significa muchas partes (poli=mucho, mero=parte). Se utiliza para describir moléculas largas en forma de cadenas, constituidas por la unión repetitiva de muchos monómeros; si las moléculas de monómero que se van a polimerizar son todas idénticas, el polímero resultante recibe el nombre de homopolímero, mientras que al polimerizar dos clases diferentes de moléculas de monómero, el polímero resultante se denomina copolímero y si se tienen tres distintos monómeros, es un terpolímero^{2,3}.

Las características más importantes de los polímeros son: que están compuestos de muchas moléculas grandes, el peso molecular de las macromoléculas individuales no es constante con un gran margen de variabilidad y su estructura molecular es capaz de adoptar configuraciones y conformaciones casi ilimitadas.

El polímero consta básicamente de una unidad estructural simple repetida en particular y que en esencia se relaciona con la estructura del monómero. Las unidades se conectan una con otra en la molécula del polímero por enlaces covalentes. La polimerización es una reacción intermolecular repetida capaz de continuar de manera indefinida. Entre mas alto sea el valor, mejores propiedades tendrá el polímero⁴.

Los polímeros obtenidos a partir del ácido acrílico o metacrílico (poliácidos) son duros y transparentes, pero su polaridad permite la sorción de agua que tiende a separar las cadenas ocasionando una pérdida de resistencia. A partir del metacrilato de metilo por una reacción de polimerización se obtiene el polimetilmetacrilato que es el material básico que constituye la base protésica³.

Los mecanismos de polimerización se pueden encuadrar en dos grandes grupos, polimerización por adición y polimerización por condensación.

Se habla de polimerización por adición cuando los monómeros se unen entre sí, sin producir ningún producto intermedio, sin embargo, mediante el mecanismo de condensación, la unión de los monómeros se realiza por medio de una reacción química en la que se desprende algún producto secundario en forma de molécula pequeña como agua, algún ácido o base, etc.³.

La polimerización del metacrilato de metilo es por adición, basada en la producción de radicales libres a partir de la apertura de dobles enlaces (Figura 1).

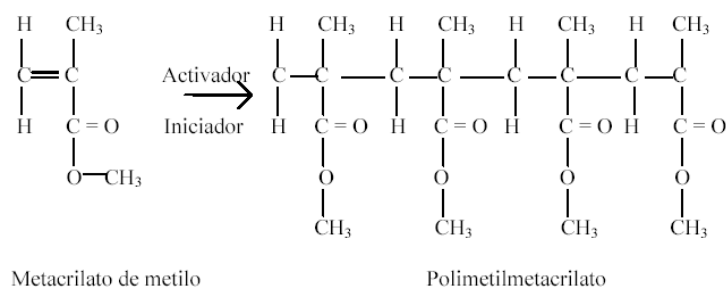


Figura 1. Mecanismo simple de reacción en la polimerización de Metacrilato de Metilo

Con este tipo de polimerización es posible formar moléculas de gran tamaño, esta se inicia al generar un centro activo, al adicionar un agente iniciador como peroxido de benzoilo, la propagación de la cadena polimérica depende del número de centros activos que sean generados simultáneamente para formar una serie de cadenas que en teoría pueden seguir su crecimiento de manera indefinida hasta que lo permita el aporte de unidades que lo constituyen.

Uno de los requisitos para que un compuesto sea polimerizable por adición es la presencia de un grupo no saturado (dobles enlaces).

Este método de polimerización depende de la formación de radicales libres, que están compuestos de un electrón impar, por lo general un fragmento de la molécula mas grande dividida por calor⁴.

Cuando un radical libre choca con un doble enlace puede unirse con otro de los electrones de la ligadura complementaria, con lo que deja libre al otro miembro del par. De esta manera, el propio monómero se convierte en radical libre ⁴.

La mayor parte de las resinas para base de dentaduras polimerizan activadas por calor. Así, los radicales libres que se obtienen por el calentamiento del peróxido de benzoilo junto con el monómero inician el proceso de polimerización del metacrilato de metilo ⁴.

Hay varias condiciones en el proceso de polimerización que hacen que el producto final tenga diferentes propiedades, puede ser de baja o alta masa molecular. La naturaleza física del polímero depende del monómero y de la combinación de monómeros usados.

La masa molecular de un polímero, equivale a la masa molecular de sus diferentes unidades, multiplicado por el número de meros (unidad repetitiva); dicha masa puede ascender a miles o millones de unidades, dependiendo de las condiciones de proceso. Cuanto mayor es la masa molecular de un polímero obtenido a partir de un mismo monómero, mayor es el grado de polimerización.

El grado de polimerización se define como el número total de unidades de mero que hay en una molécula polimérica. La masa molecular de un polímero se indica como la masa molecular promedio, ya que el número de unidades repetidas puede variar considerablemente de una molécula a otra.

La distribución de las masas moleculares, tiene un efecto muy considerable en las propiedades físicas, químicas, térmicas y ópticas del material.

Por consiguiente, dos muestras de polimetilmetacrilato pueden tener la misma composición química pero con propiedades muy diferentes, debido a que una de las muestras puede presentar un porcentaje muy alto de moléculas de baja masa molecular, mientras que la otra tiene un porcentaje elevado de moléculas de

mayor masa molecular. Es posible modificar la distribución de las masas moleculares alterando el proceso de polimerización ⁵.

En la actualidad, los materiales para base de dentaduras de polimetilmetacrilato se suministran en forma de dos componentes físicos, el monómero líquido (metacrilato de metilo) que al mezclarse con el polímero que se presenta en forma de polvo (polimetacrilato de metilo) da como resultado el polimetilmetacrilato deseado para las bases de dentaduras.

El monómero disuelve parcialmente al polímero dando una masa plástica. Esta masa plástica se coloca dentro de un molde, donde polimeriza.

Los polímeros que se emplean en Odontología como bases de prótesis pueden ser rígidos o bien blandos y resilientes, pero en cualquier caso deben cumplir una serie de requisitos⁴.

- 1- Ser lo suficientemente estéticos para simular a los tejidos bucales.
- 2- No experimentar cambios de color después de su procesado, tanto en medio externo como en medio bucal.
- 3- Poseer buena estabilidad dimensional.
- 4- Tener excelente resistencia mecánica y a la abrasión adecuada para su uso.
- 5- Ser impermeables a los fluidos bucales, de forma que sean higiénicos, incoloros e insípidos.
- 6- Poseer una superficie que permita limpiarse con facilidad.
- 7- Ser atóxico y no irritante para los tejidos bucales, es decir, biocompatible.
- 8- No presentar corrosión, ablandamiento ni solubilidad ante los fluidos bucales.
- 9- Tener poco peso específico y conductividad térmica relativamente alta.
- 10- Ser fáciles de reparar en caso de fractura.
- 11- Tener una manipulación y procesado sencillo en cuanto a técnicas y equipos.

Considerando estos requisitos, el material que más se emplea en la actualidad como base de prótesis totales es el polimetilmetacrilato.

En las últimas décadas, muchos substitutos para las resinas de polimetilmetacrilato se han desarrollado. Sin embargo, este sigue siendo uno de los materiales más usados en odontología debido a su facilidad de empleo, bajo costo y a los diferentes usos. Las reacciones alérgicas a las resinas acrílicas, son una preocupación en la literatura dental.

Generalmente las reacciones alérgicas al acrílico son manifestaciones locales, pero hay diversas manifestaciones clínicas.

La alergia se define como una reacción de hipersensibilidad a agentes externos la respuesta alérgica puede ser inmediata o tardía.

La respuesta inmediata en la mucosa bucal puede ser causada por diferentes drogas o alimentos, mientras la respuesta tardía puede ser generada por el monómero de los acrílicos ocasionando una reacción en la piel o mucosa, denominada alergia de contacto o ecema⁵.

El monómero de metacrilato de metilo ha estado implicado en irritaciones primarias y sensibilidades las cuales pueden causar alergias o reacciones eritematosas en la piel y mucosa bucal. Casos de dificultad respiratoria, boca adolorida, con ardor y tener sensación de picazón, son reportados por pacientes, seguidos de la inserción de aparatos y coronas provisionales fabricados de acrílico termocurable⁶.

3. MARCO TEORICO

3.1. COMPOSICION DE LA RESINA ACRILICA TERMOPOLIMERIZABLE PARA BASE DE DENTADURAS

Se puede observar una estructura de tipo esférico, la cual polimeriza a partir de su inclusión en el proceso de polimerización¹.

Los monómeros acrílicos y metacrílicos se pueden polimerizar espontáneamente a temperaturas normales, por esto, es necesario utilizar un inhibidor, de los cuales el más usado es la hidroquinona o el éter metílico de la hidroquinona, en cantidad de 0.001% a 0.10%. Esto es dependiendo de la actividad del monómero⁷.

El metacrilato de metilo es un liquido transparente y claro, a temperatura ambiente consta de las siguientes propiedades físicas: punto de fusión de $-48\text{ }^{\circ}\text{C}$, punto de ebullición de $100.8\text{ }^{\circ}\text{C}$, densidad de 0.945g/ml a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ y calor de polimerización de 12.9 Kcal./mol . Tiene presión elevada de vapor y es un solvente orgánico excelente⁷.

Como el polímero, es el más adecuado por su masa molecular y se disuelve en el monómero con lentitud, se le añade un aditivo para aumentar la solubilidad, empleándose un copolímero de metacrilato de metilo y acrilato de etilo en una cantidad de 5% o menos. Un segundo método para aumentar la solubilidad es agregar un plastificante como el ftalato de dibutilo por trituración esferica con las perlas o puede ser incluido en el monómero con un máximo de 10%⁷.

3.2. RESUMEN DE LOS LIMITES REQUERIDOS DESCRITOS EN LA ISO 1567 PARA LAS RESINAS ACRILICAS TERMOPOLIMERIZABLES¹⁰.

Fuerza flexural.	65 [MPa] min.
Modulo flexural.	2000 [MPa] min.
Monómero residual de Metil metacrilato.	2,2 % máximo en fracción de masa
Sorción	32 [$\mu\text{g}/\text{mm}^3$] max.
Solubilidad	1,6 [$\mu\text{g}/\text{mm}^3$] max.

3.3. RELACIÓN MONÓMERO POLÍMERO

Cada fabricante proporciona las especificaciones precisas de procesamiento y manejo de las resinas, estas tienen que estar incluidas en cada paquete.

La proporción adecuada monómero-polímero es de considerable importancia para la estructura final de la resina.

Los componentes de polvo y líquido se mezclan de tal manera que la masa que se produce tenga un equilibrio apropiado de monómero-polímero.

3.4. INTERACCIÓN MONÓMERO-POLÍMERO

Recordando que este material tiene una polimerización por adición estos componentes son importantes debido a las etapas que cursa el material antes de convertirse en polímero, las cuales son:

Iniciación. Hay radicales libres, los cuales se obtienen al calentar peróxido de benzoilo, durante el calentamiento las moléculas del peróxido de benzoilo se fragmentan en dos radicales libres, los cuales inician la polimerización atacando la doble ligadura del metacrilato de metilo.

Propagación. La reacción en cadena deberá continuar, con la evolución del calor, hasta que todo el monómero se transforme en polímero.

Terminación. Las reacciones en cadena terminan por acoplamiento directo o por intercambio de átomos de hidrógeno de una cadena en crecimiento, los radicales libres interactúan y forman un enlace covalente.

Transferencia de la cadena. El proceso difiere de la terminación en que el estado activo se transfiere de un radical activo a una molécula inactiva creando un nudo de crecimiento⁵.

La manipulación se lleva a cabo por la mezcla de polvo-líquido donde el líquido comienza a humedecer al polvo dando un aspecto y consistencia de arena, después el líquido comienza a disolver al polvo parcialmente formando una masa pegajosa, cuando se ha producido la total disolución del polvo, se convierte en una masa plástica nada pegajosa, que comienza a endurecer debido a la reacción de polimerización, la energía desprendida se elimina en forma de calor, de ahí que se produce un calentamiento en el acrílico, al final hay una contracción del mismo³.

3.5. REACCIONES ALERGICAS

Desde el punto de vista teórico, el polímero, el monómero residual, el peróxido de benzoilo, la hidroquinona y los colorantes son factores que desencadenan una reacción o irritación química en la cavidad bucal, la cual se produce por alguno de los componentes de la base de la prótesis antes citados.

El monómero residual que se encuentra en una prótesis bien procesada es cerca de 0.5% y es el principal componente que provoca una irritación. Si el contenido de monómero se mide después de conservar la prótesis en agua durante 17 horas, se elimina el que se encuentra libre en la superficie de la prótesis. El resto del monómero no se extrae con facilidad, ya que se encuentra en la estructura interna del material y este se va liberando con el paso del tiempo.

De esta manera, si el monómero residual es la causa de irritaciones que se producen en la boca, su efecto es previsible y se manifiesta con rapidez, pero casi todos los casos clínicos que presentan irritación bajo la prótesis surgen en meses o incluso años después de su instalación. La alergia verdadera se reconoce por una prueba de parche.

En odontología se observa un efecto biológico diferente que produce el monómero.

El contacto directo con éste durante un periodo continuo produce reacciones alérgicas. El uso del monómero se restringe a áreas lo suficientemente ventiladas para evitar una posible reacción toxica por inhalación de los vapores.

El monómero es un liquido volátil con un característico aroma dulce que puede ser toxico si se inhala durante un periodo prolongado.

3.6. PRUEBA PARA LA DETERMINACIÓN DE MONÓMERO RESIDUAL DE METIL METACRILATO DE LAS RESINAS TERMOPOLIMERIZABLES.

La cromatografía de gases es una técnica cromatográfica en la que la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de una fase móvil de gas inerte. A diferencia de los otros tipos de cromatografía, la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito; su única función es la de transportar al analito a través de la columna.

Se ha definido a la *cromatografía* como un método físico de separación en el cual los componentes a separar se distribuyen entre dos fases, una de las cuales constituye la *fase estacionaria*, de gran área superficial y la otra es un fluido (*fase móvil*) que pasa a través o a lo largo de la fase estacionaria.

Existen dos tipos de cromatografía de gases (GC): la cromatografía gas-sólido (GSC) y la cromatografía gas-líquido (GLC), siendo esta última la que se utiliza más ampliamente y que se puede llamar simplemente cromatografía de gases (GC).

La GC tiene dos importantes campos de aplicación. Por una parte su capacidad para separar mezclas orgánicas complejas, compuestos organometálicos y sistemas bioquímicos. Su otra aplicación es como método para determinar cuantitativa y cualitativamente los componentes de la muestra. Para el análisis cualitativo se suele emplear el tiempo de retención, que es único para cada compuesto dadas unas determinadas condiciones (mismo gas portador, rampa de temperatura y flujo), o el volumen de retención. En aplicaciones cuantitativas, integrando las áreas de cada compuesto o midiendo su altura, con la calibración adecuada, se obtiene la concentración o cantidad presente de cada analito.

La GC se lleva a cabo en un cromatógrafo de gases. Éste consta de diversos componentes como el gas portador, el sistema de inyección de muestra, la columna (generalmente dentro de un horno), y el detector (Figura 2).

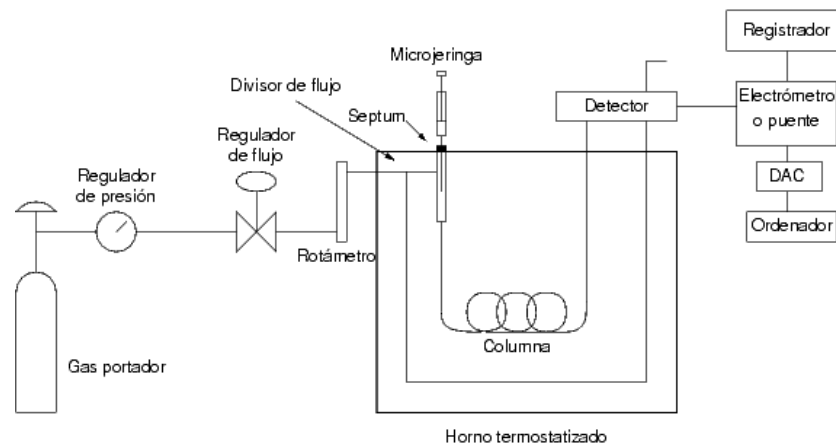


Figura 2. Diagrama de un cromatógrafo de gases

En cromatografía ocurren dos fenómenos muy importantes y que son prácticamente los rectores del proceso de separación: la *adsorción* y la *absorción*.

La **adsorción** es la retención de una especie química en los sitios activos de la superficie de un sólido, quedando delimitado el fenómeno a la superficie que separa las fases o superficie interfacial.

Esta retención superficial puede ser física o química. La adsorción depende de la naturaleza de la sustancia adsorbida, de la temperatura, de la naturaleza y estado de subdivisión del adsorbente, y de la concentración.

La **absorción** es la retención de una especie química por parte de una masa y depende de la tendencia que tiene ésta a formar mezcla o reaccionar químicamente con la misma.

Existen muchas maneras de clasificar los métodos cromatográficos.

Se puede clasificar la Cromatografía por sus variantes:

- Fase Móvil (puede ser gaseosa, líquida o fluido supercrítico)
- Fase Estacionaria
- Mecanismo de Retención (tipos de equilibrios implicados en la transferencia de los solutos entre las fases).
- Forma de Contacto entre las fases (columna o superficie plana)
- Dimensionalidad
- Escala Física
- Gradientes

El proceso cromatográfico, aparentemente simple en práctica, es en realidad una compleja unión de fenómenos tales como hidrodinámica, cinética, termodinámica, química de superficie y difusión.

3.6.1. Gas portador

El gas portador cumple básicamente dos propósitos: Transportar los componentes de la muestra y crear una matriz adecuada para el detector.

Un gas portador debe reunir ciertas condiciones:

- Debe ser inerte para evitar interacciones (tanto con la muestra como con la fase estacionaria)
- Debe ser capaz de minimizar la difusión gaseosa
- Fácilmente disponible y puro
- Económico
- Adecuado al detector a utilizar

Generalmente se emplean gases como el helio, argón, nitrógeno, hidrógeno o dióxido de carbono y la elección de este gas en ocasiones depende del tipo de detector empleado. El almacenaje del gas puede ser en balas normales o empleando un generador, especialmente en el caso del nitrógeno y del hidrógeno. Luego se tiene un sistema de manómetros y reguladores de flujo para garantizar un flujo estable y un sistema de deshidratación del gas.

3.6.2. Sistema de inyección de muestra

La inyección de la muestra es un apartado crítico, ya que se debe inyectar una cantidad adecuada e introducirse de tal forma (como un "tapón de vapor") que sea rápida para evitar el ensanchamiento de las bandas de salida; este efecto se da con cantidades elevadas de analito. El método más utilizado emplea una microjeringa (de capacidades de varios microlitros) para introducir el analito en una cámara de vaporización instantánea. Esta cámara debe de estar a 50°C por encima del punto de ebullición del componente menos volátil, además se encuentra sellada por una junta de goma de silicona septa o *septum* (Figura 3).

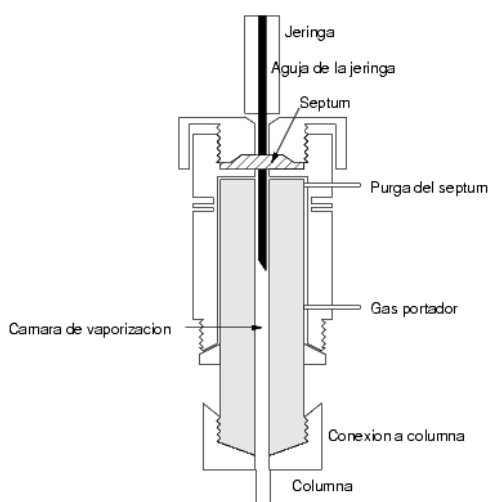


Figura 3. Inyector de un Cromatógrafo de Gases (GC).

Si la columna empleada es empacada, el volumen a inyectar será de unos 20 μL , y en el caso de las columnas capilares dicha cantidad es menor, de 10^{-3} μL . Para obtener estas cantidades, se utiliza un divisor de flujo a la entrada de la columna que desecha parte del analito introducido.

En caso de muestras sólidas, simplemente se introducen en forma de disolución, ya que en la cámara de vaporización instantánea el disolvente se pierde en la corriente de purga y no interfiere en la elución.

3.6.3. Columnas y sistemas de control de temperatura

Se dice que es el *corazón* de un cromatógrafo, debido a que este es el lugar donde ocurre la separación.

Los materiales con los cuales generalmente se pueden elaborar las columnas son: cobre, aluminio, acero inoxidable, vidrio y teflón.

El relleno puede ser un sólido, ó un líquido recubriendo un sólido.

Podemos clasificar las columnas según el propósito del proceso cromatográfico:

- Empacadas o de relleno
 - Analítica
 - Preparativas
- Capilares
 - W.C.O.T. (*Wall Coated Open Tubular*)
 - S.C.O.T. (*Support Coated Open Tubular*)

Estas últimas son más comunes en la actualidad debido a su mayor rapidez y eficiencia.

3.6.4. Factores que Afectan la Eficiencia de una Columna

- Longitud de la Columna
- Diámetro de la Columna (1/4", 1/8", 1/16" de diámetro externo)
- Tamaño de las partículas del relleno
- Naturaleza de las fases
- Cantidad de fase estacionaria
- Temperatura de la columna
- Velocidad del gas portador
- Cantidad de muestra inyectada
- Material del cual está elaborada la columna
- Enrollado de la columna

3.6.5. Columnas de relleno

Las columnas de relleno o empacadas consisten en unos tubos de vidrio, metal (inerte a ser posible como el acero inoxidable, Niquel, Cobre o Aluminio) o teflón, de longitud de 2 a 3 metros y un diámetro interno de unos pocos milímetros, generalmente de 2 a 4. El interior se rellena con un material sólido, finamente dividido para tener una máxima superficie de interacción y recubierto con una capa de espesores entre 50 nm y 1 μ m. Para que puedan introducirse en el horno, se enrollan convenientemente.

3.6.6. Columnas capilares

Las columnas capilares son de dos tipos básicos: las de pared recubierta (WCOT) y las de soporte recubierto (SCOT). Las WCOT son simplemente tubos capilares donde la pared interna se ha recubierto con una finísima capa de fase estacionaria. Las columnas SCOT tienen en su parte interna una fina capa de material adsorbente como el empleado en las columnas de relleno (tierra de diatomeas) donde se ha adherido la fase estacionaria.

Las ventajas de las SCOT frente a las WCOT es la mayor capacidad de carga de esta última, ya que en su fabricación se emplean mayores cantidades de fase estacionaria, al ser la superficie de intercambio mayor. Por orden de eficacia, en primer lugar están las WCOT, luego las SCOT y por último las columnas de relleno.

A diferencia de las columnas de relleno, la longitud de estas columnas es variable, va de los 2 metros y pueden llegar a mediar hasta 50 metros y están construidas en acero inoxidable, vidrio, sílice fundida o teflón. Debido a su longitud y a la necesidad de ser introducidas en un horno, las columnas suelen enrollarse en una forma helicoidal con diámetros de 10 a 30 cm, dependiendo del tamaño del horno.

La temperatura es una variable importante, ya que de ella va a depender el grado de separación de los diferentes analitos. Para ello, debe ajustarse con una precisión de décimas de grado. Dicha temperatura depende del punto de ebullición del analito o analitos y por lo general se ajusta a un valor igual o ligeramente superior a él. Para estos valores, el tiempo de elución va a oscilar entre 2 y 30-40 minutos. Si tenemos varios componentes con diferentes puntos de ebullición, se ajusta la llamada rampa de temperatura con lo cual ésta va aumentando ya sea de forma continua o por etapas. En muchas ocasiones, el ajustar correctamente la rampa puede significar separar bien o no los diferentes analitos. Es recomendable utilizar temperaturas bajas para la elución ya que aunque a mayor temperatura la elución es más rápida, se corre el riesgo de descomponer el analito.

3.6.7. Soporte

La función básica del soporte es la de "mantener" (sostener, retener) la fase estacionaria. Idealmente debería ser un material inerte que "mantiene" la fase estacionaria sobre su superficie como una película delgada.

La mayoría de los soportes cromatográficos está hecha de diatomita. Químicamente es casi todo sílice, con algunas impurezas. También se conoce como Tierras Diatomáceas o Kieselguhr (termino alemán). Domina el campo de los soportes debido a su estructura, superficie y disponibilidad.

Hay que tener en cuenta dos cosas a la hora de escoger un soporte:

- La Estructura, o Características Físicas (contribuye a la eficiencia de la columna cromatográfica):

- o Tamaño de partícula
- o Diámetro del poro
- o Densidad
- o Área Superficial

y

- la Química de Superficie o Características Superficiales (gobierna la participación del soporte en los resultados de la separación).

- o Grupos silanoles activos
- o Iones metálicos

Además de las características anteriores, la selección del soporte va a depender también de:

- La naturaleza de la muestra
- La naturaleza de la Fase Líquida
- El uso que se le va a dar a la columna:
 - o General
 - o Específico

Podemos resumir que un buen soporte debe reunir las siguientes características:

- Elevada Superficie por unidad de volumen
- Estabilidad Térmica
- Dureza mecánica suficiente para que pueda resistir los procedimientos de revestimientos y relleno
- Inactividad química o de adsorción
- Baja resistencia al paso de la fase móvil

3.6.8. La fase estacionaria

Al hablar de fase estacionaria líquida entramos en contacto con dos palabras o términos: Polaridad y Selectividad. Existen muchas discusiones sobre este tema para poder definir y describir el parámetro polaridad en cromatografía, podemos decir que la polaridad de una fase estacionaria líquida se refiere a las interacciones intermoleculares que involucra dipolos permanentes y selectividad, es definida como las diferentes atracciones intermoleculares

Varias cualidades ha de reunir un líquido para servir como fase estacionaria:

- Viscosidad
- Tensión Superficial
- Tensión de Vapor
- Selectividad respecto a los componentes de la fase móvil
- Reversibilidad del Reparto
- Estabilidad Térmica

Existen cuando mucho una docena de disolventes con estas características. Para elegir uno, debe tenerse en cuenta la polaridad del analito, ya que a mayor polaridad del analito, mayor polaridad deberá tener la fase estacionaria.

Algunas fases estacionarias utilizadas actualmente son:

Polidimetilsiloxano, fase no polar de uso general para hidrocarburos, aromáticos, polinucleares, drogas, esteroides.

Poli(fenilmetildifenil)siloxano (10% fenilo), para ésteres metílicos de ácidos grasos, alcaloides, drogas y compuestos halogenados.

Poli(fenilmetil)siloxano (50% fenilo), para drogas, esteroides, pesticidas y glicoles.

Poli(trifluoropropildimetil)siloxano, para aromáticos clorados, nitroaromáticos, bencenos alquilsustituídos.

Polietilenglicol, sirve para compuestos polares, también para compuestos como glicoles, alcoholes, éteres, aceites esenciales.

Poli(dicianoalildimetil)siloxano, para ácidos grasos poliinsaturados, ácidos libres y alcoholes.

Otro tipo de fase estacionaria son las quirales, lo cual permite resolver mezclas enantioméricas. Este tipo de fases suelen ser aminoácidos quirales o algún derivado adaptado al trabajo en columna.

El grosor de la película varía entre 0,1 y 5 μm ; el grosor depende de la volatilidad del analito. Así, un analito muy volátil requerirá una capa gruesa para aumentar el tiempo de interacción y separar efectivamente los diferentes componentes de la mezcla. Para columnas típicas (diámetros internos de 0,25 o 0,32 mm) se emplean grosores de 0,25 μm , y en las columnas macrocapilares el grosor sube hasta 1 μm . El grosor máximo suele ser de 8 μm .

3.6.9. Detectores

Un detector es un dispositivo para revelar la presencia de las sustancias eluidas a la salida de la columna cromatográfica. Se puede decir que el detector son los "ojos" de un cromatógrafo.

El Detector es un dispositivo capaz de convertir una propiedad física, no medible directamente, en una señal elaborable y ofrece información sobre la naturaleza y magnitud de la propiedad física.

En cromatografía un detector funciona comparando una propiedad física entre el gas portador puro y el mismo gas portador llevando cada uno de los componentes que previamente se han separado en la columna, esta acción se traduce en una señal tipo eléctrica, que posteriormente se amplificará mediante un registrador gráfico o integrador permitiendo indicar el momento que salen de la columna los componentes.

3.6.10. Clasificación de los detectores

Estos pueden ser clasificados, según su Grado de Selectividad en:

- * Universales. Responde a la mayoría de los solutos que pasan por él.
- * Específicos o Selectivos. Exhibe una gran respuesta a un grupo particular de sustancias con un mínimo de respuesta a otras.
- * Detectores Destructivos y No destructivos. Esta clasificación, obviamente, es en referencia a si la muestra es destruida o no.
- * Detectores según su Modo de Respuesta:
 - * Dependientes del Flujo Másico. Producen una señal que es proporcional a la cantidad de soluto que pasa a través de él en la unidad de tiempo pero es independiente del volumen de gas portador requerido para la elución.

* Dependiente de la Concentración: Dan una señal proporcional a la cantidad de soluto por unidad de volumen de gas portador que pasa a través de él.

* Detectores según el proceso de detección Ionización, Óptico-espectroscópico, Electroquímico, etc.

3.6.11. Características de los Detectores

- *Sensibilidad.* Medida de la efectividad de un detector para convertir la muestra en una señal eléctrica medible.

Es necesario que pueda determinar con precisión cuándo sale analito y cuando sale sólo el gas portador. Tienen sensibilidades entre 10^{-8} y 10^{-15} g/s de analito

- *Linealidad.* Rango de masa o concentración de muestra sobre el cual el detector mantiene una sensibilidad constante sin una desviación arbitraria. El significado práctico de la linealidad del detector es el que le indica al analista la concentración para la cual el detector es confiable. Hay dos límites en la curva de linealidad:

- El límite de concentración inferior, que es dado por el límite de detección y,
- El límite Superior, definido por un porcentaje de desviación arbitrario de la curva de linealidad, normalmente se toma un 5% de desviación.

- *Rango Dinámico Lineal.* Rango sobre el cual la sensibilidad del detector es constante.

- *Ruido.* Es cuantificado por el promedio de la amplitud pico-pico de la señal. El significado de conocer el nivel de ruido de un detector es un factor determinante en la determinación de la cantidad mínima detectable y el límite inferior del rango lineal.

- *Límite de Detección.* Está definido como la mínima cantidad de sustancia que puede producir una señal que sea el doble del nivel de ruido.
- *Corriente de Fondo.* Señal constante de salida generada por el proceso en el que un detector está operativo sin que alguna sustancia pase a través de él. Esta señal es muy importante, ya que permite diagnosticar el buen o mal funcionamiento del detector.

3.6.12. Detectores más usados en Cromatografía de Gases

* Detector de conductividad térmica (TCD, Thermal Conductivity Detector).
Mide la conductividad térmica del gas portador, ocasionada por la presencia de sustancias eluidas.

* Detector de ionización de flama (FID, Flame Ionization Detector). Basado en la medida de las variaciones de la corriente de ionización en una llama oxígeno-hidrógeno debido a la presencia de sustancias eluidas.

* Detector de captura de electrones (ECD, Electron-Capture Detector). . Basado en la electronegatividad de las sustancias eluidas y su habilidad para formar iones negativos por captura de electrones.

* Detector de Fotometría a la Llama. Basada en la medida de la intensidad de la emisión molecular de la fluorescencia de heteroátomos en las moléculas orgánicas.

* Detector de Espectrometría de Masas

Cromatograma y su Interpretación.

Los siguientes términos son los utilizados en un cromatograma típico:

- Line Base
- Pico Cromatográfico
- Base del Pico
- Área del Pico
- Altura del Pico
- Ancho del Pico
- Ancho del Pico a la mitad de la Altura

3.6.13. Análisis Cualitativo

Los procedimientos para identificación de los picos cromatográficos podemos dividirlos en dos categorías:

- Identificación Cromatográfica
 - Por Datos de Retención
 - Por Serie Homólogas (Índices de Retención de Kovacs)
- Identificación No Cromatográfica
 - Análisis Clásicos
 - Identificación por:
- Adición de Estándar
- Formación de Derivados
- Sustracción de un Componente
 - Identificación con Técnicas Auxiliares: UV, IR, MS, RMN

3.6.14. Análisis Cuantitativo

Existen varios métodos para cuantificar un pico cromatográfico:

- Normalización de Área
- Normalización de Área con Factores de Respuesta
- Estandarización Externa
- Estandarización Interna

4. ANTECEDENTES

El monómero de metil metacrilato se ha visto implicado en irritaciones primarias y en reacciones alérgicas en la piel y la mucosa bucal.

El método de cromatografía de gas fue introducido desde los años 50 para determinar la concentración de monómero residual en las resinas acrílicas para base de dentaduras, este es el mejor de los métodos químicos gracias a su simplicidad y rapidez.

Kalipçilar y Karaağaçlioğlu³⁰ (1991), evaluaron el nivel de monómero residual en materias primas para bases de dentaduras. La investigación incluyó una resina convencional termopolimerizable y una resina termopolimerizada por la técnica de inyección. Al ser analizadas por cromatografía de gas se encontró que el contenido del monómero residual partía del 0.22 a 0.54% para la resina procesada por la técnica de inyección y de 0.23 a 0.52% para las resinas procesadas por el método convencional. Los resultados demostraron que no existía diferencia significativa entre los dos tipos de acrílico.

En 1994 Kedjarune³² y colaboradores procesaron tres bases de acrílico termopolimerizable para dentaduras, con diversas proporciones de mezcla, los métodos de procesamiento fueron analizados para determinar la cantidad de monómero residual que liberaba a las 24 horas después de la colocación de la prótesis en boca. Al ser analizadas por cromatografía de gas los resultados demostraron que la cantidad de monómero residual era dependiente no sólo en el tipo de polimerización sino también en la cantidad de líquido utilizado en la mezcla y el método de proceso.

Hochman y Zalkind³¹ en 1997, reportaron un caso de un paciente que experimentó una reacción de hipersensibilidad asociada a la resina acrílica. La prueba reveló una alergia al monómero de metacrilato de metilo.

Se informo que los pacientes con este tipo de alergia deberían de recibir un tratamiento diferente, en el cual el contacto de la resina acrílica con la mucosa bucal fuera mínimo.

Vallittu y Ruyter²⁰ en 1998, utilizaron dos acrílicos termocurables y dos acrílicos autocurables para procesarlos con diferentes tiempos y temperaturas, demostrando que la temperatura de polimerización y el tiempo de polimerización afectan considerablemente al contenido residual de MMA de los polímeros para base de dentadura.

Habib¹⁴ y colaboradores en el año 2003 realizaron una revisión en la literatura publicada a partir del año de 1973 al año 2000, los informes sugieren que el monómero residual pueda ser responsable de la irritación y de la sensibilidad de los tejidos de la mucosa bucal, esta información es importante, no sólo para determinar los efectos biológicos de tales materiales, sino también permite una comparación entre los diversos métodos de polimerización, para auxiliar al clínico en la selección de un material con citotoxicidad mínima.

Gonçalves³⁴ y colaboradores (2006), reportaron la reacción alérgica de una mujer de 60 años, las muestras del acrílico fueron analizadas con cromatografía de gas para evaluar el nivel del monómero residual. El contenido del monómero residual estaba entre 0.745% y 0.78%, y no excedía los estándares internacionales para este material.

Mikai y Koike³², en el año 2006 realizaron un análisis cuantitativo de los ingredientes extraídos de la resina usada para la base de las dentaduras usando una cromatografía de gas, el monómero de metil metacrilato demostró ser el de más alto nivel y de una disminución relativamente moderada en un cierto plazo.

En el 2007 Lung y Darvell³³ estudiaron la concentración de monómero de metil metacrilato contra tiempo y temperatura para identificar las condiciones optimas de un procesado. La minimización del monómero residual en las bases de acrílico de la dentadura se preparó procesando una mezcla de PMMA y MMA observando que es importante por razones de características mecánicas y por la irritación. La superficie de respuesta permite la identificación de las condiciones óptimas para el procesado.

5. INFORMACION DE LOS FABRICANTES

5.1. SR-IVOCAP PLUS HIGH IMPACT®

Ivoclar, Vivadent

COMPOSICIÓN:

POLVO

- Polimetacrilato
- Copolímero
- Pigmentos.

LIQUIDO

- metacrilato de metilo
- Dimetacrilato (reticulante)
- Co- polímero

INDICACIONES

- Prótesis total.
- Prótesis parcial.
- Rebases
- Trabajos ortodónticos
- Férulas.

CONTRAINDICACIONES

No colocar en boca material sin polimerizar.

En caso de alergia conocida a alguno de sus componentes, no utilizar el producto.

VENTAJAS

- Resina predosificada en cápsulas que garantiza una mezcla óptima y limpieza del material, sin contacto manual del monómero.
- Calidad constante del material.
- Prótesis biocompatibles gracias a la obtención de bases de prótesis homogéneas.
- Ajuste exacto y sin zonas de presión gracias a la polimerización controlada.
- Oclusión precisa ya que se evita un aumento de la dimensión vertical
- Óptimo pulido y resistencia a la rotura.

De acuerdo al fabricante, la polimerización por calor y presión produce un alto grado de polimerización del monómero, por lo que la técnica de inyección de SR-Ivocap garantiza altas cualidades del producto que se resumen en excelentes características físicas y clínicas.

Este acrílico es completamente homogéneo y no contiene monómero libre, por lo que es ideal para pacientes que son alérgicos al monómero o que han sufrido una estomatitis protésica localizada.

Este material provee mayor translucidez, una nueva tecnología de fibras y más aceptación universal de matices que dan la apariencia natural de los tejidos.

El sistema SR-Ivocap asegura un grado máximo de polimerización, una gran unión química con los dientes de resina, óptima densidad, pulido así como gran estabilidad de color de las bases para dentaduras¹¹.

5.2. PALAXPRESS®

Heraeus Kulzer GmbH & Co.

COMPOSICIÓN:

Sistema de curado en frío, compuesto de polvo y líquido.

Componente principal del polvo: metacrilato-copolímero.

Componente principal del líquido: metacrilato de metilo, dimetacrilato

Sistema catalizador libre de amino terciaria.

PalaXpress está libre de cadmio.

AREA DE APLICACIÓN:

De uso universal, material de bases de prótesis para inyectar y colar.

Método de inyección:

- Prótesis maxilares superior e inferior completas.

Método de colado:

- Completar prótesis esqueléticas.
- Crear márgenes
- Reparaciones
- Rebasar prótesis (método directo).

OBSERVACIONES:

Rebasar prótesis en método indirecto con PalaXpress está contraindicado. Este producto contiene monómeros polimerizables (ej. Metacrilatos) que pudieran ocasionar en personas delicadas, cierta sensibilidad en la piel. En caso de aparecer algún tipo de irritación o si el paciente es alérgico ante las resinas a base de metacrilato, deberá evitarse el uso de este producto¹².

5.3. PROBASE HOT®

Ivoclar, Vivadent

COMPOSICIÓN:

POLVO:

- Polimetacrilato
- Plastificante
- Peróxido de benzoilo
- Pigmentos

LÍQUIDO:

- Metilmetacrilato
- Dimetacrilato (reticulante)
- Catalizador

INDICACIÓN

- Prótesis total
- Prótesis parcial
- Prótesis combinada
- Rebases

CONTRAINDICACIONES

- Contacto de material sin polimerizar con la cavidad bucal.
- En caso de alergia conocida a algunos de los componentes de ProBase Hot

EFFECTOS SECUNDARIOS

- En casos aislados se han descrito reacciones alérgicas localizadas a materiales de polimetilmetacrilato.

DESCRIPCION DEL PRODUCTO

De acuerdo al fabricante, ProBase Hot marca un estándar de calidad de las resinas termopolimerizables en cuanto a manipulación, estabilidad de forma y color, así como el máximo confort para los pacientes. Gracias a las diferentes variantes de polimerización, el protésico encontrará muchos campos de aplicación¹³.

6. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La hipersensibilidad por contacto en la cavidad bucal se manifiesta por la presencia de reacciones esencialmente locales, que consisten en alteraciones de orden histológico e inmunológico, en la mayoría de los casos está relacionada con el uso de prótesis dentales, en donde la sustancia sensibilizante está representada por el monómero de la resina acrílica, debido a procedimientos incorrectos de procesado tales como tiempo, relación polímero-monómero y temperatura de procesado; lo cual induce a una insuficiente reacción de los radicales del monómero con el polímero, ocasionando de 0.1 a 0.2% del monómero no neutralizado (monómero residual) a nivel de la superficie protésica en estrecho contacto con la mucosa bucal de soporte.

7. JUSTIFICACIÓN

Es una creencia general que la sensibilidad del tejido bucal a los materiales de resina de acrílico para base de dentaduras, depende del nivel de monómero residual. En el laboratorio #4 "Honorato Villa" de la Facultad de Odontología UNAM, se procesan tanto sistemas convencionales como de inyección, y es importante determinar si las concentraciones de monómero residual en dichos trabajos, cumple con los valores establecidos de acuerdo a la norma ISO 1567:1999, después de ser procesados bajo los requisitos del fabricante.

8. OBJETIVO GENERAL

Determinar la cantidad de monómero residual en las resinas acrílicas SR. Ivocap® Plus High Impact, PalaXpress® y Probase® Hot que son empleadas para la elaboración de dentaduras en la Facultad de Odontología, este procedimiento se realizará con ayuda de Cromatografía de Gases (GC).

Objetivo específico:

- Determinar la cantidad de monómero residual por medio de Cromatografía de gases, de las muestras procesadas por técnica de inyección (SR. IVOCAP®, PALAJET®) y otra mas procesada por técnica convencional (PROBASE® HOT), siguiendo los requisitos del fabricante.

9. HIPÓTESIS

Las dos resinas procesadas bajo la técnica de inyección y la resina procesada por la técnica convencional presentarán monómero residual en diferentes porcentajes al ser evaluadas por cromatografía de gases.

Hi: Resinas procesadas bajo la técnica de inyección SR. Ivocap®, Palajet® y la técnica convencional para Probase® Hot presentarán monómero residual dentro de los valores permitidos por la ISO 1567:1999.

H₀: Resinas procesadas bajo la técnica de inyección SR. Ivocap®, Palajet® y la técnica convencional para Probase® Hot no presentarán monómero residual al ser evaluadas por cromatografía de gases.

10. DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN

10.1. TIPO DE ESTUDIO

- Explicativo, longitudinal prospectivo y experimental abierto.

10.2. VARIABLE DEPENDIENTE

- Monómero residual que se encuentra en las resinas acrílicas.

VARIABLES INDEPENDIENTES

- Tipo y marca de las resinas acrílicas
- Requisitos del fabricante para el procesamiento de las resinas acrílicas.

VARIABLES EXTRAÑAS

- Fechas de caducidad de las resinas acrílicas SR.-Ivocap® Plus High Impact (Ivoclar Vivadent), PalaXpress® (Heraeus Kulzer) y Pro base® Hot (Ivoclar Vivadent).
- Condición de almacenamiento de los acrílicos.

11. MATERIAL Y EQUIPO

- Yeso piedra alta resistencia “MAGNUM” (Manufacturera dental continental s.a de c.v)
- Silicona de condensación de alta precisión para laboratorio “Zetalabor” y endurecedor “Indurent Gel “ (Zhermack®, Italia)
- Frasco de cristal
- Vaselina
- Tasa de hule
- Espátula para yeso
- Pincel
- Bisturí
- Metil etil cetona.
- Separating Fluid (Ivoclar Vivadent, Schaan-Liechtenstein)
- SR Ivocap® Plus High Impact (Ivoclar Vivadent)
- Aislar® (Heraeus Kulzer, Alemania)
- Palaxpress® (Heraeus Kulzer)
- Palaxpress® accessories –Suplemento del cilindro de llenado, tapa, empaquetadura y cera de canales- (Heraeus Kulzer)
- Hidroquinona (HQ)
- Acetona grado HPLC
- Metanol (CH₃OH), grado HPLC
- Estándar Interno (I.S) Decano.

11.1. Equipo:

- Sistema SR Ivocap® (Inyector de presión 'ID3', Brida "JS3" y Mufla).
- Cap Vibrator®
- Prensa hidraulica OL57 Fili Manfred
- Sistema Palajet® Heraeus Kulzer (Palajet® Inyector cilíndrico, , Palaxpress®
Dosing cup y Mufla)
- Palamat® elite 117V
- Sistema Probase Hot (Prensa Manual, mufla para procesado convencional
"Karvir Dental")
- "Curing Unit" Hanau Engineering co. Inc. Ony USA.
- Laboratorio interdisciplinario número 4 "Honorato Villa" de la Facultad de Odontología.

Para el análisis cromatográfico se cuenta con:

- Cromatógrafo de gases GC-2010 Shimadzu® Restek® USA.
- Columna capilar Stabilwax de Carbowax-polietilenglicol entrecruzado, con longitud de 30 metros.
- Laboratorio de cromatografía del Departamento de Polímeros del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM.
- Frascos volumétricos
- Pipetas volumétricas de 2mL., 3mL., 5mL. Y 10mL. de capacidad.
- Micro jeringas volumétricas de 10μL y 100μL.
- Balanza analítica.
- Aparato de agitación magnética.
- Agitadores magnéticos.

12. MUESTREO

12.1. PRUEBAS

- Para Monómero residual de metacrilato de metilo se realizaron 9 muestras de polimetilmetacrilato de 50 ± 1 mm de diámetro y $0.5 \pm$ de grosor⁷, (tres muestras por cada uno de los materiales que se investiga, con mezclas diferentes para cada muestra) realizadas con los requisitos del fabricante.

12.2. CRITERIOS DE INCLUSIÓN

- Muestras procesadas con la técnica de inyección SR. Ivocap® Plus bajo los requisitos del fabricante.
- Muestras procesadas con la técnica de inyección Palajet® bajo los requisitos de fabricante.
- Muestras procesadas con la técnica convencional para la resina acrílica Probase® Hot bajo los requisitos de fabricante.

12.3. CRITERIOS DE EXCLUSIÓN

- Todos aquellos materiales existentes en el mercado, utilizados para realizar bases de dentaduras y que no se incluyen en el estudio.

12.4. CRITERIOS DE ELIMINACIÓN

- Muestras que no cumplan las características necesarias para el estudio.

13. METODOLOGÍA

13.1. METÓDOS DE PROCESADO PARA CADA MATERIAL

Realización de muestras para las pruebas que indica la ISO 1567:1999.

Las muestras requeridas para las pruebas de monómero residual de metilmetacrilato fueron obtenidas a partir de discos de cera de 50 ± 1 mm. de diámetro por 0.5 ± 0.1 mm. de grosor¹⁰.

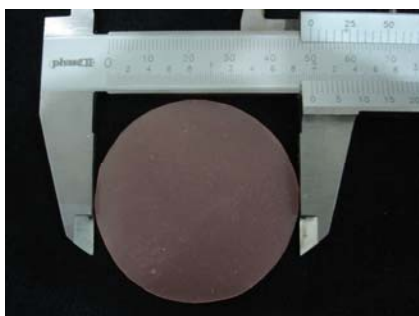


Fig. 4. Patrón de cera
 50 ± 1 mm. de diametro.

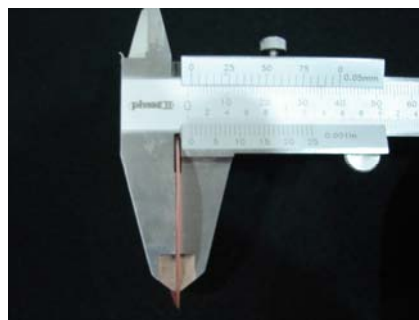


Fig. 5. Patrón de cera 0.5
 ± 0.1 mm de grosor.

13.2. TECNICA POR INYECCIÓN

13.2.1. SR-IVOCAP

De acuerdo al fabricante, SR-Ivocap es un sistema de inyección especialmente desarrollado que controla la contracción de polimerización mediante calor / presión del acrílico durante la polimerización, gracias a la inyección continua de material¹¹.

Instrucciones de uso.

1. Enmuflado – mitad inferior.

Colocar los patrones de enmuflado en la mufla, mezclar yeso dental tipo III (yeso piedra) y enmuflar un disco de cera del tamaño de las muestras.

Eliminar el sobrante de yeso del aislante térmico y de las partes de la mufla. La separación entre el disco de cera y el borde de la mufla debe ser como mínimo 1 cm.



Fig. 6. Patrones de enmuflado

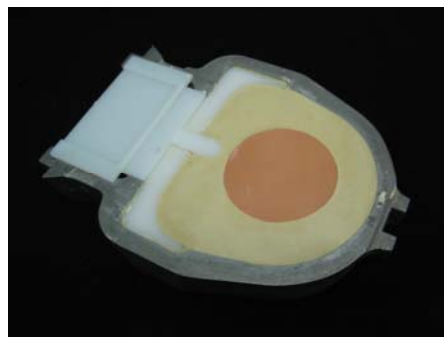


Fig. 7. Enmuflado mitad inferior.

2. Colocación del embudo.

Retirar el patrón una vez fraguado el yeso y colocar en su lugar la guía del enmuflado con embudo.

3. Canales de inyección.

Basta con colocar un único canal de inyección en forma recta desde el extremo del embudo hasta el borde del disco.

Los canales de inyección deben tener un diámetro de 3-5 mm.

Elegir el recorrido más corto.

No dañar los bordes de yeso a lo largo del embudo de inyección; éstos hermetizan posteriormente el hombro de la mufla.

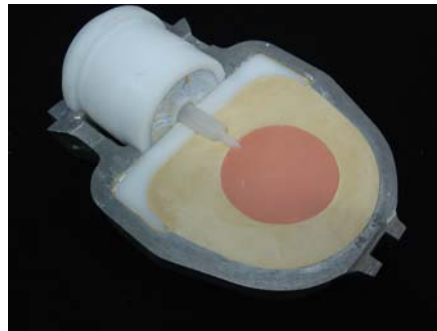


Fig. 8. Colocación del embudo y canales de inyección.

4. Enmuflado – mitad superior

Colocar la mitad superior de la mufla tras el aislamiento con vaselina

Mezclar el yeso tipo III y rellenar la contra mufla hasta que la superficie del disco quede completamente cubierta, a continuación llenar la mufla hasta el borde, colocar la tapa y presionar con la mano hasta el tope.

No cerrar la mufla con prensa.



Fig. 9. Enmuflado mitad superior.



Fig. 10. Colocación de la tapa.

5. Desencerado

Precalentar la mufla al menos durante 5 minutos en agua muy caliente. Eliminar la cera y lavar bien con agua jabonosa. A continuación, dejar enfriar ambas mitades de la mufla a temperatura ambiente. Eliminar los restos de yeso del embudo, del borde de la mufla y aislante térmico.



Fig. 11. Desencerado.
Precalentamiento de la mufla.



Fig. 12. Eliminación de la cera
y lavado de la mufla.

6. Aislamiento

Las superficies de yeso todavía húmedas se aíslan dos veces con Separating Fluid de Ivoclar Vivadent.



Fig. 13. Aislamiento

7. Preparación de las cápsulas

Contenido de la cápsula:

20 g. polímero, 30 mL. Monómero.

a) Extraer el recipiente de monómero de la cápsula y abrir por la zona de la rotura girando el extremo.

b) Abrir la cápsula y verter el monómero dentro de la cápsula.

El recipiente del monómero se vacía mejor si la base se perfora con cuidado con un instrumento punzo cortante. Volver a cerrar la cápsula.

c) Antes de mezclar, volver a colocar el recipiente de monómero en la cápsula.

d) Colocar la cápsula en el Cap-Vibrator, fijar la cápsula con la cinta de goma y mezclar durante 5 minutos.

No mezclar más de 7 minutos, ya que la resina se calienta durante la mezcla, incrementando así el riesgo de una polimerización prematura.

e) Retirar el recipiente de monómero vacío, colocar la cápsula sobre el émbolo y empujar el material hacia arriba con ligeros movimientos basculantes. Eliminar el aire por la tapa abierta.



Fig. 14. Preparación de la cápsula.

8. Fijación de la mufla.

Colocar la guía de centrado con embudo en la mitad inferior de la mufla. A continuación unir con cuidado ambas mitades de la mufla y procurar que la tapa de la misma esté bien asentada.

Seguidamente introducir la mufla en la brida hasta el tope. Colocar la brida con la mufla en una prensa hidráulica y cargar con 3 toneladas (en prensas dentales corresponde a 80 bares de presión).

Al mismo tiempo, girar la uñeta de la brida hacia la derecha.

Eliminar el aire comprimido y extraer la brida con la mufla.



Fig.15. Fijación de la mufla.

9. Colocación de la cápsula SR Ivocap

Retirar la tapa de la cápsula e introducir la cápsula hasta el tope de la mufla.



Fig. 16. Colocación de la cápsula.

10. Colocación del inyector

Colocar el inyector SR Ivocap sobre la mufla, levantar la brida de seguridad, introducir el pistón en la cápsula hasta que los agarres del inyector encajen correctamente en la mufla. A continuación bajar la brida de seguridad hasta que encaje.

11. Inyección

Conectar el inyector de presión con la llave de aire comprimido cerrada a la instalación de aire (6 bar.).

Abrir lentamente la llave de paso de aire comprimido.

El pistón desciende e inyecta el material SR Ivocap en el modelo durante 5 minutos.



Fig. 17. Colocación del inyector e inyección.

12. Polimerización

Colocar la unida SR-Ivocap en una bañera de polimerización adecuada. La superficie del agua debe cubrirse con esferas flotantes de plástico para evitar una pérdida innecesaria de calor del baño de agua.

Procurar que no queden esferas de plástico debajo de la brida.

Graduar la temperatura del agua de tal manera que esté hirviendo durante todo el proceso de polimerización.

El nivel de agua debe llegar hasta la marca roja de la brida, pero durante toda la polimerización no debe de sobrepasar ésta.

El tiempo de polimerización una vez ya empezado a hervir es exactamente de 35 minutos.



Fig. 18. Polimerización

No interrumpir el proceso de cocción por la introducción posterior de otras muflas.

Monómero residual según EN ISO 1567 $<2,2\%$. Para que el monómero residual sea inferior al 1% debe de polimerizarse con agua hirviendo durante 90 minutos⁸.

13. Enfriamiento

La unida SR-Ivocap se extrae del agua hirviendo una vez transcurrido los 35 minutos de polimerización se enfría directamente con agua fría.

Durante los primeros 20 minutos la presión de la brida y de la inyección debe ser constante. A los 20 minutos se puede retirar el inyector, sin embargo la brida con la mufla deben permanecer otros 10 minutos en agua fría.

Tiempo total de enfriamiento: 30 minutos

14. Desenmuflado

Colocar la brida en la prensa y volver a cargar con 3 toneladas. Desplazar la uñeta hacia la izquierda y eliminar la presión. Retirar la mufla de la brida.

Retirar ambas tapas de plástico de la mufla.

Introducir un destornillador ancho en la ranura al lado de la espiga guía y levantar la mitad superior de la mufla para la obtención de la muestra.

El yeso se puede eliminar de la mufla sin problemas y sin necesidad de ejercer fuerza (p.e.: martillo metálico).

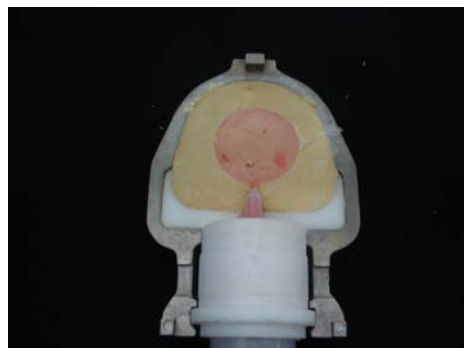


Fig. 19. Obtención del disco de acrílico.

13.2.2. Sistema Palajet®/PalaXpress®

La elaboración se divide básicamente en cinco pasos de trabajo¹²:

- Preparar
- Dosificar y mezclar
- Inyectar
- Polimerizar
- Acabado

1. Preparación

Modelar la muestra en cera.

Incrustar el patrón de cera en la parte inferior de la mufla.

Aislar la superficie de yeso.

Colocación del canal de inyección y del canal de ventilación.

Aislar la superficie de yeso con vaselina.

Cerrar la mufla y ajustar los remaches, rellenar con yeso tipo III y dejar endurecer.

Quitar los remaches, poner la mufla en agua caliente por 5 minutos para el desencerado.

Abrir la mufla, eliminar los residuos de cera con agua caliente y limpiar.

Aislar la superficie de yeso caliente aplicando dos capas delgadas de separador AISLAR® únicamente en las zonas de contacto con el material.

Cerrar la mufla y ajustar los remaches.

Acomodar la mufla en el Palajet.

Preparación.



Fig. 20 Presentación de la mufla.

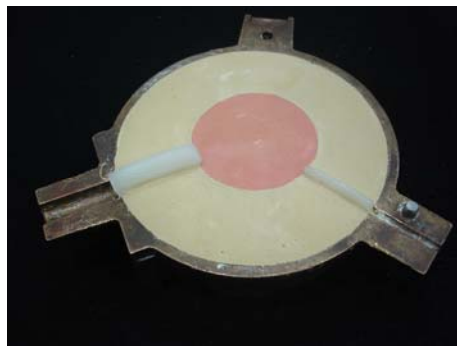


Fig. 21. Colocación de patrón de cera y de canales de inyección.



Fig. 22. Enmuflado de la parte superior.



Fig. 23. Desencerado (5 minutos).



Fig. 24. Lavado de la cera.



Fig. 25. Colocación de separador.

2. Dosificación y Mezcla.

Mezclar el PalaXpress en una proporción de 2:1 polvo-líquido (30 g. de polvo: 15 mL. líquido).

Colocar el empaque con los obturadores labiales hacia arriba en el cartucho receptor para la pasta PalaXpress e intercalar hasta el tope.

Verter la pasta libre de burbujas en el cartucho receptor para la pasta PalaXpress, sin tocar el margen con el recipiente mezclador.

Después de confirmar el punto de tiempo de inyección (superficie opaca del PalaXpress), cerrar el cilindro de llenado.

Hacer girar el cilindro de llenado en el aparato.

Fijar la cubierta con la rueda de centraje.



Fig. 26. PalaXpress en dosificador



Fig. 27. PalaXpress mezclado en cartucho receptor.

3. Inyectar.

Correr hacia delante la unidad de presión y colocar la palanca hacia arriba.

Cuando sale el material del canal de ventilación, cerrar el mismo con su tapa.



Fig. 28. Cilindro colocado en el sistema de inyección Palajet.

4. Polimerización.

Dejar la cubierta 5 minutos bajo presión en el aparato, a continuación sacarla y polimerizar 30 minutos a 55 °C y 2 bar de presión en el Palamat practic.

Retirar del Palamat practic la cubeta con la canastilla porta modelos y dejar enfriar a temperatura ambiente de 30-60 minutos.

5. Acabado.

Para desincrustar la muestra procesada, quitar los remaches con el expulsor de anillos.

Despegar el yeso de la cubeta con un martillo de metal.



Fig. 29. Polimerización en Palamat practic.



Fig. 30. Obtención del disco de acrílico.

13.3. TECNICA POR COMPRESIÓN

13.3.1. ProBase® Hot Trial Kit

De acuerdo al fabricante, Probase Hot marca un estándar de calidad de las resinas termopolimerizables en cuanto a manipulación, estabilidad de forma y color, así como el máximo confort para los pacientes. Gracias a las diferentes variantes de polimerización, el protésico encontrará muchos campos de aplicación.

Instrucciones de uso.

1. Preparación

Enmuflar con yeso tipo III la muestra de cera.

2. Dosificación

- Proporción de mezcla ideal para una prótesis:

22.5 g. de polvo: 10 mL. de líquido.

3. Mezcla

Mezclar bien con una espátula el polvo y el líquido en la proporción de la mezcla deseada. Dejar reposar la mezcla en un vaso de cristal cerrado durante unos 8-10 minutos a temperatura ambiente.

4. Margen de manipulación.

Pasado el tiempo de reposo y en cuanto el material no se adhiera a los dedos, puede manipularse durante 20 minutos a temperatura ambiente.

- La mezcla y margen de manipulación dependen de la temperatura ambiente.

5. Prensado

Empaquetar la masa de resina con exceso en la mufla previamente aislada. Cerrar con cuidado, colocar en la prensa con 80 bar de presión y fijar con la brida.

Mantener la presión de prensado.

6. Polimerización

Método estándar.

Introducir la mufla cerrada en agua fría y calentar hasta llegar a ebullición, mantener el agua hirviendo durante 45 minutos.

7. Enfriamiento.

Mantener la mufla durante 30 minutos a temperatura ambiente y terminar de enfriar en agua fría.

Abrir la mufla ya fría y eliminar el yeso.

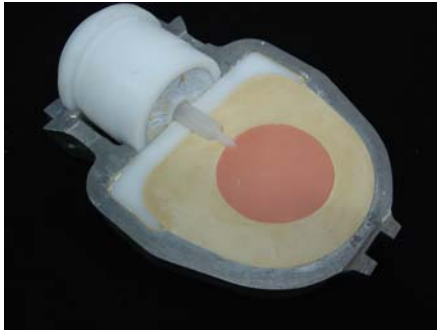


Fig. 31. Preparación.



Fig. 32. Dosificación.



Fig. 33. Mezcla.



Fig. 34. Empaquetado.



Fig. 35. Prensado



Fig. 36. Polimerización.

Tabla 1. Relación monómero-polímero, tiempo y temperatura de procesado.

MATERIAL	MONÓMERO	POLÍMERO	TIEMPO DE PROCESADO	TEMPERATURA DE PROCESADO
(A) SR-IVOCAP®	30 mL	20 gr	35 min.	93 °C
(B) PALAXPRESS®	15 mL	30 gr	30 min.	55 °C
(C) PROBASE®HOT	10 mL	22.5 gr	45 min.	22 °C a 93° C

14. MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN DE MONÓMERO

La cantidad de monómero de MMA en la polimerización de los materiales para la base de dentaduras es obtenido para ser cuantificado por análisis cromatográfico.

Se rompe cada disco de acrílico en piezas suficientemente pequeñas, de esta forma se acelera la disolución de la muestra.

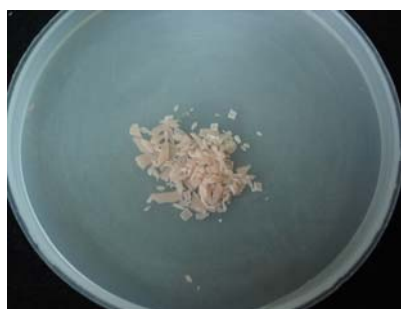


Fig. 37. Muestra en fragmentos.

La masa de la muestra es aproximadamente de 650 mg y es introducida en un frasco volumétrico.

Las muestras son pesadas con la ayuda de una balanza analítica para ser registradas y etiquetadas, dicho procedimiento se lleva a cabo para cada una de las soluciones muestra.



Fig. 38. Balanza analítica.

Se incorpora el disolvente Tetra hidrofurano (THF) hasta tener un volumen de 10 mL y se introduce un agitador magnético para cada frasco volumétrico.

Se verifica que el frasco volumétrico este adecuadamente sellado para agitar la muestra durante 72 ± 2 horas a temperatura ambiente, empleando un agitador magnético.



Fig. 39. Incorporación de THF



Fig. 40. Agitación de la muestra.

Para precipitar el polímero disuelto, se usa una pipeta volumétrica para transferir 2 mL de alícuota de la solución muestra previamente preparada en un matraz volumétrico de 10 mL.



Fig. 41. Muestra disuelta.



Fig. 42. Transferencia de 2mL de alícuota al matraz de 10 mL.

Se agrega 100 μ L. de la estándar interno (Decano), en el matraz.

Se incorpora metanol en el matraz volumétrico hasta obtener un volumen total de 10mL.



Fig. 43. Incorporación del estándar Interno.



Fig. 44. Incorporación de metanol.

Se deja reposar la solución obtenida por 24 horas hasta que ésta se observe completamente transparente.



Fig. 45. Solución reposada.

15. METODO PARA LA CROMATOGRAFÍA DE GASES

Preparación de las Soluciones Muestra para la Realización de la Curva de Calibración:

Soluciones:

- Solución de Acetona (A): Se pesa aproximadamente 0.02g de Hidroquinona (HQ) y se deposita en un matraz aforado de 1L. Después se agrega la acetona hasta alcanzar un volumen de 1L.
- Solución de Metanol (B): Se pesa aproximadamente 0.02g de hidroquinona (HQ) y se deposita en un matraz aforado de capacidad de 1L. Después se agregará Metanol hasta alcanzar un volumen de 1L.
- Solución Metanol/Acetona (C): Se mezcla 1 parte de la solución A y 4 partes del volumen de la solución B.

Soluciones muestra para calibración:

1. Se realizan por lo menos cinco soluciones estándares con concentraciones de MMA entre aproximadamente 0.1% de fracción en masa aproximadamente 6% de fracción en masa de la cantidad de las piezas del espécimen.

2. Se preparan soluciones calibradas de MMA con una masa aproximada de 6mg, 60mg, 150mg, 300mg y 400mg de MMA, en matraces de 5mL.
3. Se agrega la solución de Metanol/Acetona (C) hasta alcanzar un volumen total de 5mL.
4. Se transfieren 100 μ L de cada solución calibrada en matraces separados de 10ml junto con 100 μ L de Estándar Interno y solución de Metanol/Acetona (C) hasta que el volumen total sea de 10mL.
5. Se registra la masa de cada solución calibrada y se calcula las concentraciones finales en microgramos por mililitro. Si el contenido de MMA de la solución muestra no está dentro de los extremos de las concentraciones de la gráfica de MMA, se realizarán más puntos de calibración.

El volumen inyectado no es crítico para el cálculo de resultados, pero puede ser idéntico para las muestras correspondientes.

Operar la cromatografía de gases hasta que todos los componentes estén completamente enjuagados, para estar seguro de las cuantificaciones adecuadas de los contenidos de MMA en las soluciones muestra.

Se comenzara a realizar el análisis cromatográfico de cada solución muestra; para hacer esto se debe agitar manualmente el matraz para después tomar 1.3 μ L con ayuda de una micro jeringa de 10 μ L; la cantidad obtenida se inyectará al Cromatógrafo de Gases; éste deberá tener una rampa de temperatura con las siguientes características:

Las condiciones de temperatura en el cromatógrafo de gases serán; inicialmente de 0 °C, hasta alcanzar una temperatura de 40 °C, se mantendrá por 4 minutos en esta temperatura para que continúe incrementando 30 °C por minuto hasta obtener una temperatura de 220°C en donde se mantendrá durante 2 minutos.

El tiempo total de corrida por cada muestra será de 12 minutos.

Los valores exactos varían de acuerdo a los parámetros de la cromatografía de gases.

Los picos son integrados para obtener el área bajo la curva de MMA la cual será determinada por un registro electrónico.



Fig. 46. Inyección de la muestra en el CG.



Fig. 47. Columna del Cromatógrafo de gases.



Fig. 48. Cromatógrafo de gas y ordenador.



Fig. 49. Display del cromatógrafo de gases.

16. ANÁLISIS DE RESULTADOS

16.1. Cálculo y expresión de resultados de la curva de calibración gráfica:

- Medidas de precisión:

El coeficiente de correlación lineal para la curva de calibración no debe ser menor de 0.990.

- Determinación del Porcentaje del MMA:

Determine el porcentaje de MMA usando las relaciones correspondientes:

$$\frac{A' MMA}{A' E.I.}$$

Donde:

A'MMA: Es el área del pico de monómero de MMA en la solución muestra.

A' E.I.: Es el área del pico del estándar interno en la solución muestra.

Se usa la curva de calibración para determinar la concentración, en microgramos de MMA (c_{MMA}) por mililitro de solución muestra.

La cantidad total de MMA en la solución muestra (m_{MMA} en μg), es calculada por la ecuación:

$$m_{MMA} = \left[\frac{c_{MMA} \left(\frac{\mu g}{mL} \right) \times 10(mL)^{(a)} \times 10(mL)^{(b)}}{2(mL)} \right] \mu g$$

- a) Para realizar la precipitación del polímero disuelto, se agregan 2mL de la solución muestra con 100 μ L de Estándar Interno y metanol como disolvente a un matraz aforado hasta lograr un volumen total de 10mL. Si la precipitación del polímero no se logra con una dilución 2:10; este factor puede ser alterado.
- b) El volumen de solución muestra original será de 10mL.

$$\text{El monómero residual (\% fracción de masa)} = \frac{m_{MMA}}{m_{Muestra}} \times 100$$

Donde $m_{Muestra}$ es la masa de la muestra dada en microgramos.

16.2. Determinación de aceptado fallado:

Si los resultados obtenidos de por lo menos 7 soluciones muestra completan los requerimientos establecidos; el material pasa la prueba.

Si 4 de las soluciones muestra cumplen con los requerimientos, el material falla.

Si solo 5 o 6 cumplen con los requerimientos, se deben fabricar nuevos especímenes y soluciones, y se repite la prueba. Si por lo menos 8 soluciones muestra de la segunda serie cumplen con los requerimientos el material pasa la prueba.

16.3. Expresión de los resultados:

Se reportará el número de soluciones muestra evaluadas, todos los resultados del contenido de monómero residual y si el material pasa la prueba.

16.4. Tablas de datos, tiempo de elusión, área de los picos de MMA y estándar interno en la cromatografía de gases.

Tabla 2. SR-IVOCAP® (A)

Etiqueta	Tiempo Elusion	Area MMA	Tiempo Elusion	Area Decano
Ivocap Fab A 01	4.482	245944.30	4.172	7239555.80
Ivocap Fab A 02	4.483	254197.50	4.171	6787461.20
Ivocap Fab A 03	4.484	287412.80	4.177	7716733.80
Ivocap Fab B 01	4.494	158908.50	4.194	8893634.20
Ivocap Fab B 02	4.495	141537.50	4.188	7943778.00
Ivocap Fab B 03	4.496	162796.00	4.203	10565014.60
Ivocap Fab C 01	4.486	163996.50	4.185	9128387.20
* Ivocap Fab C 02	4.490	194242.90	4.179	6491206.90
Ivocap Fab C 03	4.494	181239.50	4.182	6170330.70

* DATOS DE CROMATOGRAMA 1.

Tabla 3. PALAXPRESS® (B)

Etiqueta	Tiempo Elusion	Area MMA	Tiempo Elusion	Area Decano
Palaxpress Fab A 01	4.532	27156.00	4.221	6013241.90
Palaxpress Fab A 02	4.527	40259.20	4.221	7342170.20
Palaxpress Fab A 03	4.520	43140.00	4.207	5790206.10
Palaxpress Fab B 01	4.520	50566.00	4.206	5757659.50
Palaxpress Fab B 02	4.518	48436.30	4.206	6121964.40
Palaxpress Fab B 03	4.518	48436.30	4.206	6121964.40
Palaxpress Fab C 01	4.500	36255.40	4.179	7590017.40
Palaxpress Fab C 02	4.497	23548.10	4.179	8777359.40
*Palaxpress Fab C 03	4.507	33592.50	4.185	6600629.90

* DATOS DE CROMATOGRAMA 2.

Tabla 4. PROBASE® HOT (C)

Etiqueta	Tiempo Elusion	Area MMA	Tiempo Elusion	Area Decano
Probase Fab A 01	4.506	42766.30	4.205	8392268.00
Probase Fab A 02	4.507	37957.00	4.196	6025405.90
Probase Fab A 03	4.504	39110.90	4.192	6069828.70
Probase Fab B 01	4.504	49226.60	4.198	6988581.80
Probase Fab B 02	4.507	48936.40	4.203	7047115.90
Probase Fab B 03	4.507	48936.40	4.203	7047115.90
*Probase Fab C 01	4.506	100195.00	4.213	9758697.50
Probase Fab C 02	4.509	87330.00	4.203	7079724.00
Probase Fab C 03	4.507	81702.30	4.206	8345354.50

* DATOS DE CROMATOGRAMA 3.

Las tablas 2, 3 y 4 muestran los datos de interés para el cálculo del porcentaje de monómero residual como lo es, el área bajo la curva del monómero de metil metacrilato y el área bajo la curva del estándar interno (decano).

Los cromatogramas 1, 2 y 3 muestran los picos correspondientes a los datos marcados en las tabla 1 , 2 y 3.

16.5. CROMATOGRAMA 1

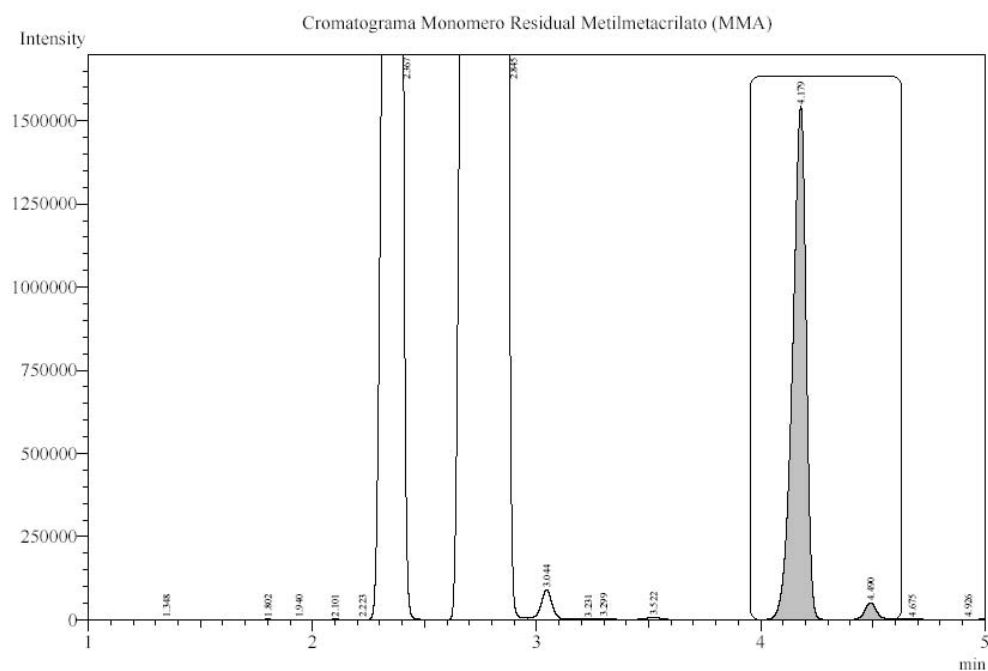


Instituto de Investigaciones en Materiales

UNAM

Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 2/26/2008 7:27:26 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Ivocap Fab C 02
 Identificación de Muestra : Ivocap Fab
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontología\Fernando\Ivocap Fab C 02.gcd
 Nombre del Metodo : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontología\Monomero Residual PMMA Cu



Picos del Analito - Channel 1

# Pico	Tiempo Ret.	Altura	Area	Conc.
1	1.348	1077	3597	0.000
2	1.802	2035	4002	0.000
3	1.940	443	1236	0.000
4	2.101	1741	4881	0.000
5	2.223	688	1640	0.000
6	2.367	38854197	99385483	0.000
7	2.845	38749976	236223766	0.000
8	3.044	89559	351072	0.000
9	3.231	533	1418	0.000
10	3.299	1380	5012	0.000
11	3.522	6412	26823	0.000
12	4.179	1537989	6491207	0.000 %
13	4.490	50983	194243	1.475 %

16.6. CROMATOGRAMA 2



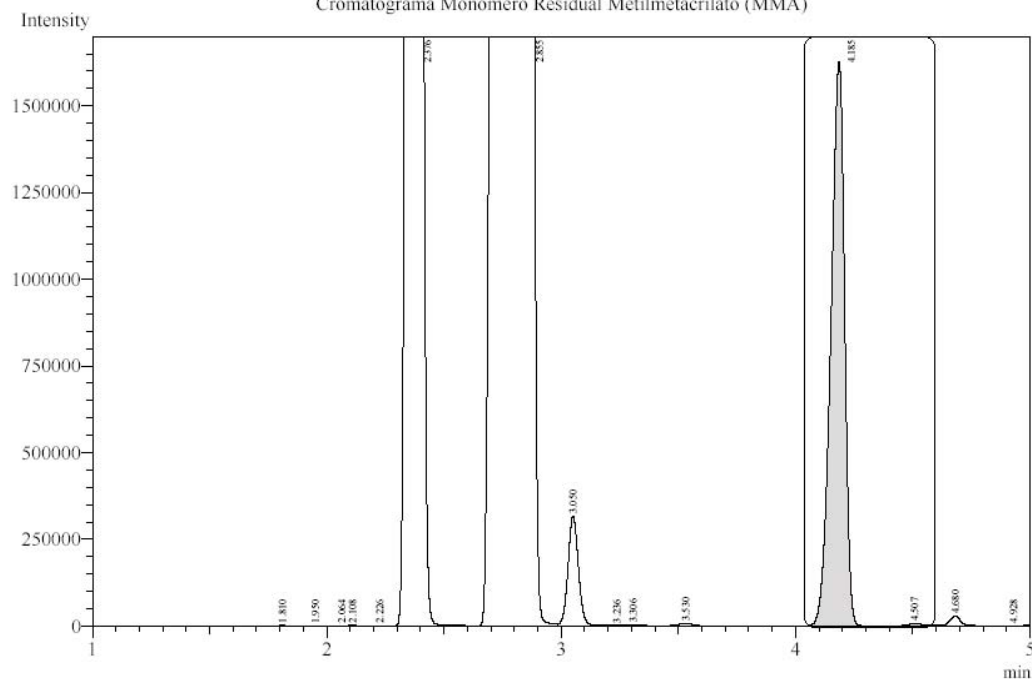
Instituto de Investigaciones en Materiales

UNAM

Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 2/28/2008 5:57:35 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : PalaXpress Fab C 04
 Identificación de Muestra : PalaXpress Fabricante
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Fernando\PalaXpress Fab C 04.
 Nombre del Metodo : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Monomero Residual PMMA Cu

Cromatograma Monomero Residual Metilmetacrilato (MMA)



Picos del Analito - Channel 1

# Pico	Tiempo Ret.	Altura	Area	Conc.
1	1.810	2181	3522	0.000
2	1.950	387	1081	0.000
3	2.064	1334	2505	0.000
4	2.108	1971	5292	0.000
5	2.226	1125	2575	0.000
6	2.376	43289362	104764559	0.000
7	2.855	39232538	234704770	0.000
8	3.050	315806	1016375	0.000
9	3.236	489	1220	0.000
10	3.306	1634	5720	0.000
11	3.530	6685	27102	0.000
12	4.185	1624790	6600630	0.000 %
13	4.507	6114	33593	0.251 %

16.7. CROMATOGRAMA 3



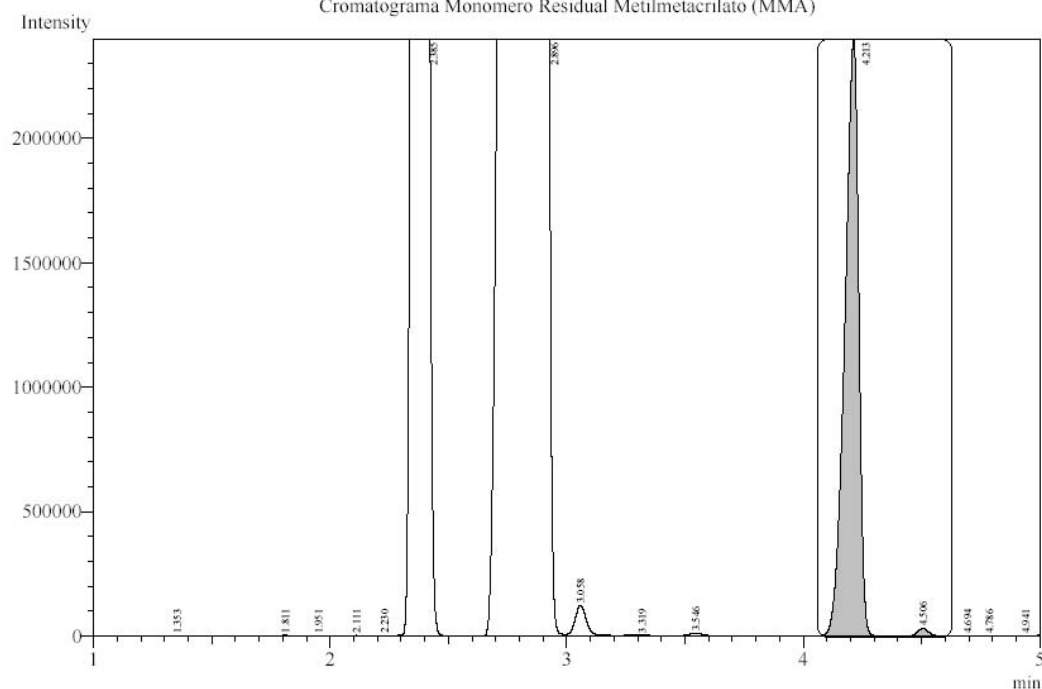
Instituto de Investigaciones en Materiales

UNAM

Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 2/25/2008 5:46:09 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Probase Fab C 01
 Identificación de Muestra : Probase Fab
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Fernando\Probase Fab C 01.gcd
 Nombre del Metodo : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Monomero Residual PMMA Cu

Cromatograma Monomero Residual Metilmetacrilato (MMA)



Picos del Analito - Channel 1

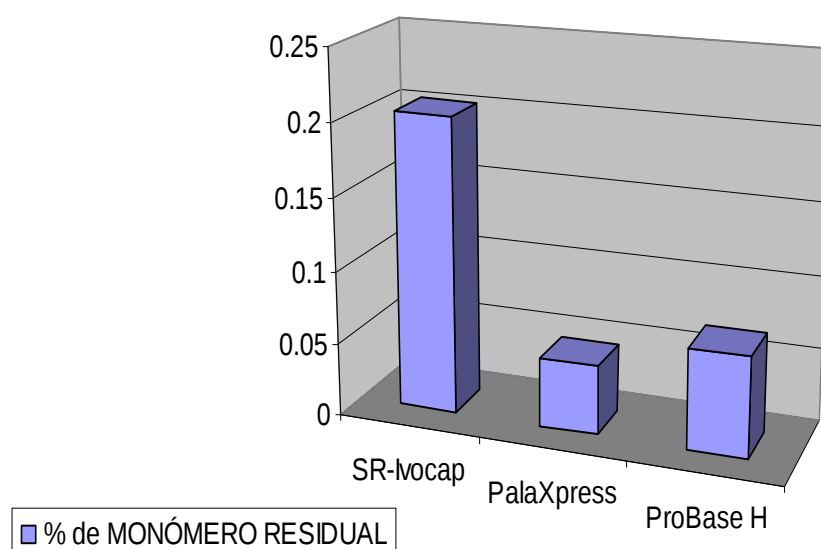
# Pico	Tiempo Ret.	Altura	Area	Conc.
1	1.353	720	2081	0.000
2	1.811	3756	6581	0.000
3	1.951	640	1768	0.000
4	2.111	2759	7442	0.000
5	2.230	785	1766	0.000
6	2.385	57299714	140699511	0.000
7	2.896	46141370	328898718	0.000
8	3.058	122104	424968	0.000
9	3.319	3865	31073	0.000
10	3.546	10775	58339	0.000
11	4.213	2398053	9758697	0.000 %
12	4.506	30762	100195	0.506 %
13	4.694	658	2780	0.014 %

16.8. TABLA DE RESULTADOS

MARCA COMERCIAL	% de MONÓMERO RESIDUAL	DESVIACIÓN ESTANDAR
SR-Ivocap High Impact (A)	0.203	0.0697
PalaXpress (B)	0.047	0.0167
ProBase Hot (C)	0.068	0.0180

Tabla 5. Resultados de porcentaje de monómero residual y desviación estándar.

16.9. GRAFICA DE RESULTADOS



Grafica 1. Monómero residual.

La tabla y la grafica de resultados indican los valores del porcentaje de monómero residual y la desviación estándar utilizando el Análisis de una vía ANOVA ($P < 0.05$) y se realizó una prueba de comparación de grupos (Tukey) con un intervalo de confianza de ($P < 0.001$), demostrando que existe una diferencia significativa entre los materiales SR-Ivocap vs PalaXpress y Probase Hot.

SR-Ivocap es el material que mostró tener la mayor cantidad de monómero residual (0.203%), con una desviación estándar de 0.0697, siendo PalaXpress el material que mostró tener la menor cantidad de monómero residual (0.047%), con una desviación estándar de 0.0167.

17. DISCUSIÓN

En este estudio se realizó la determinación de monómero residual que se indica en la ISO 1567:1999, ya que se contaba con el equipo, materiales, y especificaciones del fabricante.

McCabe y Basker²⁶ divulgaron 2 casos de sensibilidad al acrílico y ligada estas reacciones a los niveles de monómero residual (0.233% y 0.186%, analizado por cromatografía de gas).

Kalipçilar²⁹ en 1991 demostró con sus resultados que no existía alguna diferencia significativa entre los dos grupos de acrílico utilizados en su estudio ya que determinó un porcentaje del 0.22% para la resina que procesó bajo la técnica de inyección y un porcentaje del 0.23% para la resina procesada por el método convencional.

Miettinen y Vallittu²⁸ compararon el contenido del monómero residual relacionado de la autopolimerización y termopolimerizables de los materiales de base de dentadura y concluyeron que en la autopolimerización se libera considerablemente mayor cantidad de MMA comparado con los materiales termopolimerizables (1%-2%). Por otra parte estos autores mostraron que el monómero residual contenido puede ser reducido cuando el tiempo de polimerización es extendido.

Lassila y Vallittu²⁷ en el 2001 confirmaron el contenido de monómero residual del material Sinomer. El material cumpliría con los requerimientos de la ISO 1567:1999 si el fabricante hubiera indicado el contenido de monómero residual, pero la compañía manifestaba que el material no contenía monómero, sin embargo los valores obtenidos fueron entre 0.3% y 0.31%. Paladon 65, representante de materiales termopolimerizables cumplió con los requerimientos del ISO 1567. Hubo diferencias significativas en el contenido de monómero residual MMA de Paladon 65 y otros materiales examinados. Los materiales alternos exhibieron un significativo contenido de monómero residual MMA.

Así mismo en el año 2006 Gonçalves³⁴, reportó en su estudio que el contenido de monómero residual se encontraba entre 0.745% y 0.78% y este tampoco excedía los valores del estándar internacional para este material.

En este estudio los porcentajes de monómero residual que se reportaron tampoco excedieron el nivel que marca el estándar internacional, demostrando que el bajo contenido de monómero residual de las resinas procesadas por dos diferentes métodos, puede ocasionar una irritación local debido a una reacción de hipersensibilidad y no precisamente ser catalogada como una reacción alérgica.

Algunos autores reportan que la composición y procesado de la resina de la base de dentadura influye en la relación del monómero residual.

Dogan et al²² estudiaron los efectos de las variantes de los tiempos y temperaturas de polimerización del contenido de monómero residual de los materiales para base de dentadura tanto polímero/monómero. Los autores mostraron que el incremento de la temperatura y al extender los tiempos de polimerización es acompañado por disminución en el contenido de monómero residual.

Tsuchiya et al³⁰ demostraron que el contenido de monómero residual de materiales para base de dentadura es menor a un cuarto del valor inicial del calor si la dentadura se sumerge en agua a 50°C por 1 hora después de la polimerización.

Vallittu et al²¹ obtuvieron resultados semejantes. Si los especímenes se sumergen en agua a 37°C por 24 horas, fue considerable la disminución de monómero que durante la inmersión en agua a 22°C. De acuerdo con Vallittu et al recomiendan la inmersión de la dentadura en agua a 37°C por un día antes de la entrega.

Shim y Watts¹⁹ examinaron el contenido de monómero residual después de los ciclos de inmersión de diferentes duraciones a 100°C y demostraron que el contenido de monómero residual es disminuido considerablemente.

Las variaciones en el tiempo y la temperatura del procesado, así como en la relación de la mezcla de polímero y metil metacrilato pueden tener efectos relacionados al monómero residual, características mecánicas y físicas de los materiales de base de dentadura examinados. Estos efectos deben de ser examinados en futuros experimentos.

18. CONCLUSIÓN

Se cuantificó el monómero residual en los materiales SR. Ivocap® Plus High Impact, PalaXpress® y Probase® Hot que son empleadas para la elaboración de dentaduras en la Facultad de Odontología, siendo 0.203 % para SR. Ivocap® Plus High Impact, 0.046 % para PalaXpress® y 0.060 para Probase® Hot.

Dados los resultados que se obtuvieron con la prueba de cuantificación de monómero residual, todos los materiales cumplieron con el requisito de la ISO 1567-1999 teniendo un valor inferior al 2.2% de monómero residual.

19. BIBLIOGRAFIA

1. Rodney D. Phoenix. Materiales para base de dentaduras. Clín Odonto I Norteam 1996; Vol. 1: 119-260.
2. Vega del Barrio J.M^a. Materiales en Odontología. Fundamentos biológicos, clínicos, biofísicos y físico-químicos. 1^a Ed Barcelona: Editorial Avances; 1996. P 222-232 y 279-289.
3. Graig R.G. Materiales de Odontología Restauradora. Capítulo 6: Polímeros y polimerización. 1^a Ed. México: Editorial Harcourt Brace; 1998. P. 127-35
4. Anusavice. La ciencia de los materiales dentales de Phillis. Ed. Mc. Graw Hill, 10^a Edición, 1999, p.p 3-7, 219-270.
5. Craig. Materiales Dentales. Editorial Interamericana, 3^a Edición. 1985 p.p 277-283.
6. Skinner E.W., Phillips R.W. La ciencia de los materiales dentales. Argentina (Buenos Aires): Ed. Monai; 1970. P 160-178, 179-193 y 194-213.
7. Guzmán, A. Estudio técnico económico en la recuperación de monómero de metacrilato de metilo a partir de polímetro. México. Facultad de Química, 1974
8. Lung C. Y. K, Darvell B.W. Minimization of the inevitable residual monomer in denture base acrylic. Dent Mater. 2005 Dec;21(12):1119-28.
9. Pfeifeer P. Residual methyl methacrylate monomer, water sorption, and water solubility of hypoallergenic denture base materials. The Journal of prosthetic dentistry. 2004; 92: 72-78

10. ISO 1567:1999, Dentistry-Denture base polymers, Third edition.
11. Instrucciones de uso SR Ivocap® System, Ivoclar Vivadent AG, Schaan/Liechtenstein. 2005.
12. Instrucciones de uso Palapress®, Heraeus Kulzer, Hanau. Alemania.
13. Instrucciones de uso Probase Hot®, Ivoclar Vivadent AG, Schaan/Liechtenstein. 06-2005.
14. Habib J, Teresinha E. Cytotoxicity of denture base acrylic resins: a literature review. J Prosthet Dent. 2003;90(2):190-3.
15. Pfeiffer P, Rollete C. Flexural strength and moduli of hypoallergenic denture base materials. J Prosthet Dent. 2005;93(4):372-7.
16. Bayraktar G, Guvener B. Influence of Polymerization Method, Curing Process, and Length of time of Storage in Water on the Residual Methyl Methacrylate Content in Dental Acrylic Resins. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2006 Feb;76(2):340-5.
17. Urban V, Machado A. Residual monomer of reline acrylic resins. Effect of water-bath and microwave post-polymerization treatments. Dent Mater. 2007;23(3):363-8.
18. Lung C. Y. K, Darvell B.W. Methyl methacrylate in poly (methyl methacrylate) –validation of direct injection gas chromatography. J Chromatogr A. 2004 Dec 17;1061(1):93-8.

19. Shim JS, Watts DC. Residual monomer concentrations in denture-base acrylic resin after an additional, soft-liner, heat-cure cycle. *Dent Mater.* 1999;15(4):296-300.
20. Vallittu PK, Ruyter IE, Buykuilmaz S. Effect of polymerization temperature and time on the residual monomer content of denture base polymers. *Eur J Oral Sci.* 1998;106(1):588-93.
21. Vallittu PK, Miettinen V, Alakuijala P. Residual monomer content and its release into water from denture base materials. *Dent Mater.* 1995;11(6):338-42.
22. Doğan A, Bek B, Cevik NN, Usanmaz A. The effect of preparation conditions of acrylic denture base materials on the level of residual monomer, mechanical properties and water absorption. *J Dent.* 1995;23(5):313-8.
23. Yilmaz H, Aydin C, Çağlar A, Yaşar A. The effect of glass fiber reinforcement on the residual monomer content of two denture base resins. *Quintessence Int.* 2003;34(2):148-53.
24. Takahashi Y, Chai J. Effect of water sorption on the resistance to plastic deformation of a denture base material relined with four different denture relining materials. *Int. J. Prosthodont.* 1998; 80: 49-54.
25. Sadamori S, Ganefiyanti T, Influence of thickness and location on the residual monomer content of denture base cured by three processing methods. *J Prosthet Dent.* 1994;72(1):19-22.
26. McCabe JF, Basker RM. Tissue sensitivity to acrylic resin: a method of measuring the residual monomer content and its clinical application. *Br Dent J* 1976;140:347-50.

27. Lassila LV, Vallittu PK. Denture base polymer Alldent Sinomer: mechanical properties, water sorption and release of residual compounds. *J. Oral Rehabil* 2001;28:607-13
28. Miettinen VM, Vallittu PK. Release of residual methyl methacrylate into water from glass fibre-poly(methylmethacrylate) composite used in dentures. *Biomaterials* 1997;18:181-5.
29. Kalipçılar B, Karaağaçlıoğlu L. Evaluation of the level of residual monomer in acrylic denture base materials having different polymerization properties. *J Oral Rehabil.* 1991 Sep;18(5):399-401.
30. Hochman N, Zalkind M. Hypersensitivity to methyl methacrylate: mode of treatment. *J Prosthet Dent.* 1997 Jan;77(1):93-6.
31. Kedjarune U, Charoenworarluk N. Release of methyl methacrylate from heat-cured and autopolymerized resins: cytotoxicity testing related to residual monomer. *Aust Dent J.* 1999 Mar;44(1):25-30.
32. Mikai M, Koike M. Quantitative analysis of allergenic ingredients in eluate extracted from used denture base resin. *J Oral Rehabil.* 2006 Mar;33(3):216-20.
33. Lung CY, Darvell BW. Methyl methacrylate monomer-polymer equilibrium in solid polymer. *Dent Mater.* 2007 Jan;23(1):88-94.
34. Gonçalves TS, Morganti MA. Allergy to auto-polymerized acrylic resin in an orthodontic patient. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2006 Mar;129(3):431-5.

35. Tsuchiya H, Hoshino Y, Tajima K, Takagi N. Leaching and cytotoxicity of formaldehyde and methyl methacrylate from acrylic resin denture base materials. J Prosthet Dent 1994;71:618-24.