



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**



FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

**INFLUENCIA DE LA VARIACIÓN DEL TIEMPO Y
TEMPERATURA DE POLIMERIZACIÓN EN LA
CONCENTRACIÓN DE MONÓMERO RESIDUAL DE TRES
RESINAS COMERCIALES PARA BASE DE DENTADURA**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

CIRUJANO DENTISTA

P R E S E N T A:

ROGELIO DANOVAN VENEGAS LANCÓN

TUTOR: MTRO. VÍCTOR MORENO MALDONADO

ASESOR: MTRO. SALVADOR LÓPEZ MORALES



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.

“intenta no volverte un hombre de éxito,
sino volverte un hombre de valor.”

Albert Einstein

Dedicatorias:

A las mejores personas que he conocido: Mis padres.

A mi madre María Lancón Sánchez por todo tu amor y cuidado desde siempre, por tus desvelos, por no dejarme caer y creer siempre en mí; pero sobre todo gracias por hacer de mi un hombre de bien con todos tus sabios consejos y enseñanzas.

A mi padre Rogelio Venegas Tamayo por todo tu esfuerzo, por ofrecerme esta oportunidad, por enseñarme a usar siempre la mente y despertarme la inquietud de saber más, eres la razón del por que la Odontología esta en mí y eres la base de mi triunfo.

Quiero que sepan que los admiro y los amo.

A mis tíos Yolanda Venegas, Filemón Arana y Sergio Venegas por ser como mis segundos padres y ser un ejemplo a seguir, además de estar a mi lado en todo momento, admiro su nobleza y siempre les estaré agradecido.

A mis hermanas María del Carmen y Leslie por el apoyo en todo momento, por querer escucharme aunque me cueste trabajo hablar de mí, gracias por sus consejos. A mi sobrino Ebani por traer de vuelta la alegría que había perdido. A mi cuñado Antonio por enseñarme que todo es posible a base de esfuerzo eres una buena persona, nunca lo dudes.

A mi amigo Antonino y la familia Arellano Bonilla; por su amistad, apoyo y confianza. Gracias por hacerme sentir un miembro más de la familia.

A mi mentor y amigo el Mtro. Víctor Moreno Maldonado, por apoyarme en los peores momentos, gracias a sus sabios consejos he podido ver la cara honesta y ética de la vida cotidiana, así como de la vida profesional. Sé que no le gustará leer esto, pero gran parte de lo que soy ahora se lo debo a usted por compartir conmigo todos sus conocimientos e ideas. Gracias.

Al Mtro. Salvador López Morales por tu gran amistad, por el tiempo que invertiste en enseñarme como hacer una verdadera investigación. Gracias a tu admirable humildad y tus incomparables conocimientos pude comenzar, enriquecer y finalizar este proyecto. Gracias.

A mi amigo Fernando Solórzano Lemus por tus consejos desde que te conozco y por estar en los buenos y malos momentos de todo el tiempo que tocamos puertas hasta que encontramos ayuda y realizamos las pruebas.

A mis amigos Ricardo Rodríguez Arredondo, Alain Audemar Araujo y Federico Torres Terán por su gran amistad, por compartirme sus conocimientos, por los buenos y malos momentos, Los admiro, son un ejemplo a seguir,

A mis amigos Israel, Amanda, Tatiana, Yolanda, Leslie, Adriana, Jenny, Claudia, Lizbeth, Alma, Zahir, Ernesto, Lety , Humberto, Carolina, Rosalba, Leyda, Mario, Verónica, Liliana, Oyuki, Verónica. Algunos están, otros por tiempo, distancia, malos entendidos o errores míos ya no; pero a cada uno siempre los llevo presentes por haber confiado en mí, son parte de lo que en este momento soy.

Rogelio Dancavan Venegas Lancón

Agradecimientos:

Este proyecto fue realizado gracias a la colaboración del Mtro. Víctor Moreno Maldonado, quien proporcionó los recursos académicos y técnicos para la realización de las muestras de resina acrílica en el Laboratorio Interdisciplinario #4 “Honorato Villa” de la Facultad de Odontología de La Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria.

Gracias a la colaboración del Mtro. Salvador López Morales quien proporcionó los recursos académicos y técnicos para la realización del Análisis Cromatográfico en el Laboratorio de Cromatografía del Departamento de Polímeros del Instituto de Investigaciones en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria.

Un especial agradecimiento a la Dra. Larissa Alexandrova Zarubina, por ofrecerme la libertad de trabajo en el Laboratorio de Cromatografía del Departamento de Polímeros del Instituto de Investigaciones en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria.

Al Dr. Federico Barceló Santana, al Dr. Carlos Álvarez Gayosso y al Mtro. Mario Palma Calero por su participación en la revisión de este proyecto.

Al Mtro. Jorge Guerrero Ibarra y a la C.D. Laura Acosta Torres por su participación en la realización del análisis estadístico computarizado en el Laboratorio de Materiales Dentales de la División de Estudios de Posgrado e Investigación de la Facultad de Odontología de la Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria.

ÍNDICE

Resumen	1
Introducción	2
1. ANTECEDENTES Y QUÍMICA DE LAS RESINAS	7
1.1 Historia de las resinas Sintéticas en Odontología	7
1.2 Polimerización	8
1.3 Mecanismos de Polimerización	10
1.3.1 Polimerización por Condensación o de Crecimiento por Pasos	10
1.3.2 Polimerización por Adición o en Cadena	12
1.4 Etapas de la Polimerización	14
1.4.1 Inducción o Iniciación	14
1.4.2 Propagación	18
1.4.3 Terminación	19
1.4.4 Transferencia de Cadena	20
1.5 Inhibición de la Polimerización	23
1.6 Copolimerización	24
1.7 Tipos de Resinas	26
1.7.1 Resinas Acrílicas	26
1.7.2 Metil metacrilato	27
1.7.3 Poli (metil metacrilato)	29
1.8 Requisitos para las Resinas Dentales	30
1.8.1 Consideraciones biológicas	30
1.8.2 Propiedades físicas	30
1.8.3 Características de manejo	31
1.9 Resinas para Base de Prótesis Termocuradas	32
1.9.1 Composición	32
1.9.2 Almacenamiento	33

2. Cromatografía De Gases	34
2.1 Antecedentes de la Cromatografía de Gases	34
2.2 Fundamentos Teóricos	36
2.2.1 Teoría de las placas teóricas	36
2.2.2 Teoría Cinética	37
2.2.3 Teoría para las columnas capilares	38
2.2.4 Circulación del Gas Portador	38
2.2.5 Coeficiente de reparto (K)	39
2.2.6 Factor de capacidad (k')	39
2.2.7 Relación frontal (Rf)	39
2.2.8 Tiempo muerto (tm)	39
2.2.9 Volumen de retención (VR)	40
2.2.10 Retención relativa (rx:p)	40
2.2.11 Resolución	40
2.2.12 Eficacia	40
2.3 Nomenclatura	41
2.3.1 Fase móvil	43
2.3.2 Puerto de Inyección	43
2.3.3 Horno de la columna	44
2.3.4 Fase estacionaria	45
2.3.4.1 Posibilidad de reacciones irreversibles en la columna	46
2.3.4.2 Fuerza de Interacción soluto-disolvente	46
2.3.5 Soporte	47
2.3.6 Columna Cromatográfica	49
2.3.6.1 Factores que disminuyen la eficacia de la columna	52
2.3.7 Detectores	53
2.3.7.1 Detector de ionización a la flama (FID Flame Ionization Detector)	54

3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	55
4. JUSTIFICACIÓN	56
5. HIPÓTESIS	57
6. OBJETIVO GENERAL Y ESPECÍFICOS	58
7. DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN	59
7.1 Tipo de estudio y Variables Independientes	59
7.2 Variables Dependientes	59
8. EQUIPO Y MATERIALES	60
8.1 El equipo utilizado para la Cromatografía de Gases, especificado en la norma ISO 1567:1999	61
8.2 Reactivos	62
8.3 Gases y condiciones de operación	62
9. MUESTREO	63
9.1 Criterios De Inclusión	63
9.2 Criterios De Exclusión	63
9.3 Criterios De Eliminación	63
10. METODOLOGÍA	64
10.1 Métodos de Procesado para cada Material	64
10.1.1 Nic tone	64
10.1.2 Acriethyl	67
10.1.3 High Impact-45 Denture Acrylic	70
10.2 Procedimiento para la prueba de Cromatografía de Gases	79
10.2.1 Procedimiento para la Preparación de las Soluciones Muestra para la Realización de la Curva de Calibración	79
10.2.2 Procedimiento para la Preparación y Caracterización de las Soluciones Muestra	81
10.2.3 Evaluación de los picos de la Cromatografía de Gases	85
10.2.4 Cálculo y Expresión de los Resultados de la Curva de Calibración	85
11. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS	87
11.1 Análisis de Varianza de una sola vía (ANOVA)	111
12. DISCUSIÓN	129
13. CONCLUSIONES	133
14. REFERENCIAS	134

Resumen

La información sobre las resinas para base de dentadura emitida por las casas comerciales que las fabrican, ofrece panoramas parciales de los perfiles de cada material. Es decir, hablan sobre las bondades de su material y su supremacía sobre los otros; además de que sólo justifican que la concentración de monómero residual de cada material está dentro de la norma ISO 1567:1999. (2.2% en fracción de masa). Estos materiales presentan instrucciones de uso las cuales generalmente por descuido o ahorro de tiempo no se siguen, creando así técnicas erróneas de manipulación, sin saber en realidad cuál es el efecto en cuanto a la concentración de monómero residual. Por lo anterior se realizó un estudio en el cual se manipularon el tiempo y la temperatura de polimerización en especímenes fabricados con tres resinas comerciales para base de dentaduras, los cuales fueron sometidos a la prueba de Cromatografía de Gases (GC) y así se determinó que la resina para base de dentadura Acriethyl® obtuvo 0,37758% en fracción masa, la resina para base de dentadura Nictone® obtuvo 0,04820% en fracción masa y la resina para base de dentadura High Impact-45 Denture Acrylic® obtuvo 0,57724% en fracción masa demostrando que las tres resinas para base de dentadura cumplieron con el requisito de la norma ISO 1567:1999 para la concentración de monómero residual (2.2% en fracción masa como máximo para polímeros Tipo 1 Clasificación 1)¹⁰, al ser manipuladas bajo las indicaciones de su respectivo fabricante. Los resultados obtenidos determinaron un cambio muy notorio en la concentración de monómero residual.

Introducción

Las resinas sintéticas a menudo se conocen como plásticos. Un material plástico es una sustancia que además de tener estabilidad dimensional en su uso normal, es moldeable en alguna etapa de su manufactura. Los plásticos por lo regular son polímeros **termoplásticos** que son suavizados por el recalentamiento; y los polímeros **termopolimerizados**, que son resistentes después de haberseles aplicado calor.

Las **resinas termoplásticas** suavizan cuando son calentadas por arriba de la temperatura de transición vítrea. Se moldean por ablandamiento, luego se enfrían y endurecen por esta vía. Sin embargo, cuando se recalientan, vuelven a suavizarse y puede remodelarse si es requerido antes de disminuir la temperatura. Este ciclo puede repetirse numerosas veces.

Por el contrario, el **termopolimerizado** provoca endurecimiento de forma permanente cuando la resina se calienta por encima de la temperatura crítica; y no suaviza cuando se recalientan. Las resinas termopolimerizables están casi siempre en estado de enlace cruzado y en general son insolubles y no son fusionables. Tienen resistencia superior a la abrasión y estabilidad dimensional comparada con las resinas termoplásticas, que, por su parte, tienen mejores propiedades ante flexión e impacto. ¹

En odontología, al proceso de solidificación de una resina dental se le conoce como polimerización. La polimerización ocurre a través de una serie de reacciones químicas en las cuales el polímero es formado por un gran número de moléculas conocidas como monómeros. Dicha polimerización puede llevarse a cabo ya sea por **condensación** o por **adición**. ²

Biológicamente, es importante saber que la polimerización nunca se completa al 100%, esto es, que todo el monómero se convierta en polímero y que las moléculas de monómero residual que aún faltan de polimerizar, pueden ser guiadas desde los materiales ya polimerizados. Los monómeros residuales son compuestos de baja masa molecular y algunas veces causan reacciones adversas como reacciones alérgicas. La alergia de contacto al monómero de las prótesis es un fenómeno de hipersensibilidad de tipo IV. Los sensibilizantes químicos que intervienen en el desarrollo de la estomatitis alérgica son conocidos como haptenos (sustancias de baja masa molecular capaces de inducir hipersensibilidad retardada sólo cuando se combinan con proteínas transportadoras)⁴. El polímero puro de polimetilmetacrilato es un material inerte. Sin embargo, existen otras sustancias en la composición de las bases de prótesis que sí pueden actuar como haptenos. Las más importantes son: formaldehído, producto que se libera durante el inicio de la polimerización de las resinas; peróxido de benzoílo que tiene la misión de iniciar la polimerización del monómero y metacrilato de metilo residual, que es el monómero que no ha polimerizado y actúa como sensibilizante. Para superar el problema de la alergia, algunas de las nuevas materias primas para bases de dentadura, incluyen los materiales libres de metacrilato de metilo. El metacrilato de metilo ha sido substituido por resinas hipoalérgicas, tales como dimetacrilato de diuretano, poliuretano, polietilentereftalato y polibutilentereftalato.⁵ La gran ventaja de estas resinas comerciales es que cumplen muy bien con la concentración de monómero residual que marca la norma ISO 1567:1999; pero no cumplen con los requerimientos para la sorción de agua ($<32\mu\text{g}/\text{mm}^3$)⁵ y solubilidad ($<1.6\mu\text{g}/\text{mm}^3$)⁵ dictados por la norma ISO 1567:1999. Aunado a esto, esos materiales no están totalmente libres de riesgo. Pfeiffer y Rolleke publicaron un estudio realizado por técnicos protesistas dentales, en el cual presentaban la alergia clínica de los pacientes al utilizar dimetacrilato de diuretano, señalándolo como causa primaria de la irritación de la mucosa.⁵

En otro estudio Pfeiffer, Rolleke y Sherif demostraron que el contenido de metacrilato de metilo residual podría ser disminuido (de 0.233 ± 0.053 a 0.101 ± 0.014 % en peso) si la dentadura, después de ser procesada, se almacena en agua destilada a 37°C por más de un día; además demostraron que la disminución del metacrilato de metilo residual está relacionada con la condición superficial de la resina para base de dentadura; ya que las resinas acrílicas que son pulidas al alto brillo disminuyen la cantidad de metacrilato de metilo residual en comparación con resinas acrílicas sin pulir.⁶

Una de las características de los acrílicos son la absorción y liberación de agua, que causan la inestabilidad dimensional, de tal modo, si el material es sujeto a esfuerzos internos, se da lugar a la formación de grietas y la eventual fractura de la dentadura. Este comportamiento afecta la estabilidad dimensional de la dentadura, por lo tanto, la absorción de agua y la solubilidad de estos materiales deben ser tan bajas como sea posible.⁷

Lung y Darvell realizaron un estudio en el que propusieron que para disminuir la concentración de metacrilato de metilo se controlara el tiempo y la temperatura de polimerización; demostrando que el metacrilato de metilo residual decrece constantemente de 0.25% a menos de 0.07% con el incremento del tiempo y la temperatura de polimerización. Al igual demostraron que el metacrilato de metilo residual es inevitable para todos los materiales a base de polimetilmetacrilato en los cuales al momento de manipularlos no se toman en cuenta las condiciones correctas de polimerización¹¹.

Como se describió anteriormente se han realizado numerosos estudios interesados en la relación existente entre el monómero residual de metacrilato de metilo y las propiedades físicas y mecánicas de las resinas para base de dentadura, así como la importancia de encontrar un tiempo y temperatura de procesado ideal para la disminución de este; pero primero se tuvo que encontrar una método eficaz y confiable para la extracción y cuantificación del monómero residual de metacrilato de metilo, llegando a la conclusión de que el método auxiliar más confiable es la Cromatografía de Gases.

Esto es porque la característica que distingue a la cromatografía de la mayoría de los métodos físicos y químicos de separación, es que se ponen en contacto dos fases mutuamente inmiscibles. La fase estacionaria y la fase móvil. Una muestra que se introduce en la fase móvil es transportada a lo largo de la columna que contiene una fase estacionaria distribuida. Las especies de la muestra experimentan interacciones repetidas (repartos) entre la fase móvil y la fase estacionaria. Cuando ambas fases se han escogido en forma apropiada, los componentes de la muestra se separan gradualmente en bandas en la fase móvil. Al final del proceso los componentes separados emergen en orden creciente de interacción con la fase estacionaria. El componente menos retardado y que interacciona menos con la fase estacionaria, emerge primero, el componente retenido más fuertemente eluye al último.

El reparto entre las fases aprovecha las diferencias entre las propiedades físicas y/o químicas de los componentes de la muestra. Los componentes adyacentes (picos) se separan cuando el pico que sale después es retardado lo suficiente para impedir la sobreposición con el pico que emergió antes.⁸

La cromatografía de gases es la técnica a elegir para la separación de compuestos orgánicos e inorgánicos térmicamente estables y volátiles. La disponibilidad de detectores versátiles y específicos, y la posibilidad de acoplar el cromatógrafo de gases a un espectro de masas o a un espectrofotómetro de infrarrojo, amplían aún más la utilidad de la cromatografía de gases. Un cromatógrafo de gases consiste en varios módulos básicos ensamblados para:

- 1) Proporcionar un gasto o flujo constante del gas transportador (fase móvil).
- 2) Permitir la introducción de vapores de la muestra en la corriente de gas que fluye.
- 3) Contener la longitud apropiada de fase estacionaria.
- 4) Mantener la columna a la temperatura apropiada (o la secuencia del programa de temperatura).
- 5) Detectar los componentes de la muestra conforme eluyen de la columna.
- 6) Proveer una señal legible proporcional en magnitud a la cantidad de cada componente.

Sólo aprox. 20% de los compuestos conocidos permiten ser analizados por cromatografía de gases, ya sea porque son insuficientemente volátiles y no pasan a través de la columna, o porque son térmicamente inestables y se descomponen en las condiciones de separación.⁹

Capítulo 1

ANTECEDENTES Y QUÍMICA DE LAS RESINAS

1.1 Historia de las Resinas Sintéticas en Odontología

La prótesis total tiene como finalidad reemplazar las estructuras perdidas de la dentadura natural, así como las asociadas al maxilar y a la mandíbula, sus objetivos principales son la recuperación de la función, estética y conservación de la salud emocional del paciente.

Para la fabricación de la prótesis a lo largo de la historia, se han utilizado un sin número de materiales predominando la resina acrílica a base de polimetilmetacrilato por sus características físicas, mecánicas y biológicas.²

Dichas resinas se inventaron en el siglo XX, usándose por primera vez como base para dentaduras a principios de 1930. El Dr. Walter Wright las introdujo en el campo de la odontología en 1937 y desde 1940 se ha extendido el uso del polimetilmetacrilato para la fabricación de bases de prótesis totales, material de restauración provisional directa en dientes anteriores, fabricación de dientes para dentadura, portaimpresiones individuales, férulas, guardas oclusales y aparatos ortodóncicos .²

1.2 Polimerización

Las resinas dentales solidifican cuando polimerizan. La polimerización ocurre a través de una serie de reacciones químicas en las cuales las macromoléculas o el *polímero* es formado por un gran número de moléculas conocidas como *monómeros*.

Las características más importantes de los polímeros son aquellas que consisten en una gran cadena de moléculas y que su estructura molecular es capaz de tener configuraciones y conformaciones virtualmente sin límite. El polímero consta básicamente de una unidad estructural simple o repetida en particular y que en esencia está relacionada con la estructura del monómero. Estas unidades de monómero están conectadas entre sí a una cadena de polímeros por enlaces covalentes. La polimerización es una reacción intermolecular repetida funcionalmente capaz de tener un proceso indefinido.

Las resinas sintéticas polimerizan al azar desde sitios locales que han sido activados. Dependiendo de la capacidad de las cadenas para crecer desde sus sitios de activación local, las moléculas dentro de un polímero consisten en espacios moleculares que varían en grados de polimerización. Además, la distribución de masa molecular (DMM) no siempre sigue una curva de distribución normal.²

Debido a la distribución de masa molecular, el término masa *molecular en número promedio* (M_n) está dado por.

$$M_n = M_0 X_n$$

Y la masa molecular *masa promedio* (M_w) por:

$$M_w = M_0 X_w$$

Donde:

M_0 = Masa molecular de la unidad estructural

x_n = Número promedio del grado de polimerización

x_w = Es el promedio en masa del grado de polimerización

El número promedio del grado de polimerización se determina por la división del número total de las unidades de monómero y el total de moléculas donde el promedio de peso del grado de polimerización representa el peso de la muestra dividida por el número de moles que contiene

Considerando los aspectos ya comentados, la proporción $M_w:M_n$ (llamada *polidispersión*), se usa como medida de proporción de la molécula de polímero y el tamaño de distribución. Los mayores valores de $M_w:M_n$ indican amplios límites, con cantidades sustanciales de los materiales en ambos extremos. Cuando $M_w:M_n$ es igual a 1, todas las moléculas de polímero tienen la misma masa molecular y no una distribución de tamaño molecular.²

1.3 Mecanismos de Polimerización

1.3.1 Polimerización por Condensación o de Crecimiento por Pasos.

Las reacciones producidas por el incremento de pasos en la polimerización progresan por los mismos mecanismos que las reacciones químicas entre dos o más moléculas simples. Los compuestos primarios reaccionan a menudo con la formación de subproductos como agua, ácidos, halógenos y amoníaco. La formación de estos subproductos es la razón en la polimerización del crecimiento por pasos que se llama *polimerización por condensación*.

La estructura de los monómeros es tal que el proceso puede repetirse y construir macromoléculas.

En la polimerización de crecimiento por pasos, se obtiene una cadena lineal de residuos de monómeros por el paso intermolecular adicionado al grupo reactivo de los monómeros bifuncionales. Estas reacciones son análogas a aquellas en las cuales las unidades monofuncionales van por debajo de la reacción de poliesterificación que implica un diol y un ácido dibásico (Figura 1). Si el agua es removida así como se forma, no se establece equilibrio y el primer paso en la reacción es la formación de una dimensión que también es bifuncional.

Conforme procede la reacción, se forman las cadenas más largas, incluyendo los trímeros y los tetrámeros, a través de otras reacciones de esterificación, todas esencialmente idénticas en velocidad y mecanismo hasta que la última reacción contiene una mezcla de las cadenas de polímero y una gran masa molecular.²

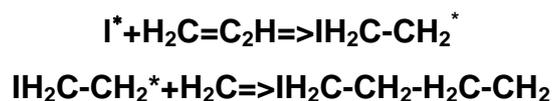
1.3.2 Polimerización por Adición o en Cadena.

Muchas de las resinas odontológicas son producto de la *polimerización por adición*. Este tipo de reacción de adición es tan común que el término polimerización generalmente se usa para describir este proceso.

A diferencia de la polimerización por condensación, no hay cambios en la composición durante la polimerización por adición. Las macromoléculas son formadas por pequeñas unidades o monómeros, sin cambios en la composición, porque el monómero y el polímero tienen igual forma empírica. En otras palabras, la estructura de los monómeros se repite muchas veces en el polímero, formando cadenas de diversos tamaños o si se tiene un buen control cadenas uniformes, ya sea de tamaño molecular pequeño, mediano o grande, según sea el caso.

El método de adición puede realmente producir moléculas gigantes de tamaños ilimitados. Inician formando un centro activo en el monómero y rápidamente forman una cadena que teóricamente puede crecer en forma indefinida y ser tan grande como tantas unidades de construcción pueda tener.

Uno de los requisitos de los componentes en la polimerización por adición es la presencia de un grupo no saturado, o sea, un *doble enlace* (C=C). El etileno, C₂H₄, es el monómero más simple capaz de polimerizar por adición, y puede usarse un Iniciador (I) como centro activo, tal como peróxido de benzoílo para generar un radical libre I*, como lo ilustra la Reacción 1.²



Teóricamente, I^* puede ser siempre cualquier radical libre de una cadena cerrada. Por definición, un radical libre es un átomo o grupo de átomos procesando a un electrón adicional (impar). Por ejemplo, puede ser hidrógeno, y el gas original etileno puede ser polimerizado bajo calor y presión para formar polietileno.

El radical libre tiene un electrón con capacidad para poseer un electrón simple impar. Cuando el radical libre y su electrón impar se acercan a la molécula del monómero, absorben uno de los electrones π del doble enlace del monómero y forman un enlace σ entre el radical y la molécula del monómero, dejando el otro electrón π en un electrón orbital insaturado. Así, el radical libre original se enlaza a un lado de la molécula del monómero. El electrón remanente del orbital π no saturado actúa como un nuevo centro radical libre cuando el complejo monómero-radical libre se acerca a otra molécula de monómero para formar un dímero, que también se vuelve radical libre. Esta especie reactiva puede, en cambio, agregarse sucesivamente a numerosas moléculas de etileno que continúan con el proceso de polimerización a través de la propagación de un centro de reacción. Este proceso en cadena conduce a largas moléculas de polímero en cuestión de segundos. El proceso continúa para completar la formación del polímero deseado. El crecimiento de la cadena de polímeros se detiene cuando el centro reactivo se destruye por un número de posibles reacciones de terminación. Este proceso ocurre rápido, casi instantáneamente y la reacción es exotérmica y produce calor considerable.²

1.4 Etapas de la Polimerización por Adición

La polimerización por adición es un proceso que ocurre en tres etapas principales: inducción o iniciación, propagación y terminación por acoplamiento o transferencia de cadena.²

1.4.1 Inducción o Iniciación.

Para iniciar el proceso de polimerización por adición, los radicales libres deben estar presentes. Los radicales libres pueden ser generados por activación de las moléculas de monómero con luz ultravioleta, con luz visible, calor o transferencia de energía a partir de otro tipo de componentes que actúen o generen radicales libres.

La química de los radicales libres usada para iniciar el mecanismo de polimerización no es un catalizador, porque entra dentro de la reacción química y es parte del componente químico final. El término comúnmente usado es el de iniciador (I). Este método de polimerización depende de la formación de un componente con un electrón impar (radical libre), de ordinario un fragmento de una gran molécula que se ha dividido por calentamiento, esto es, el iniciador $I-I$ genera dos radicales libres $2I^*$. El electrón impar hace al radical muy reactivo. El símbolo convencional, $C=C$, representa dos partes de electrones (orbital π). Cuando un radical libre se aproxima a un doble enlace, puede aparearse con un electrón en el enlace extra dejando al otro miembro del par libre, por lo tanto el monómero por sí mismo se convierte en radical libre.²

Numerosas sustancias capaces de generar radicales libres son potentes iniciadores en la polimerización de la resina de poli (metil metacrilato). El iniciador comúnmente utilizado es el peróxido de benzoílo, que se descompone a temperaturas relativamente bajas y libera dos radicales libres por molécula de peróxido de benzoílo.

La descomposición del peróxido de benzoílo, también llamada activación, ocurre rápidamente entre 50 y 100°C.

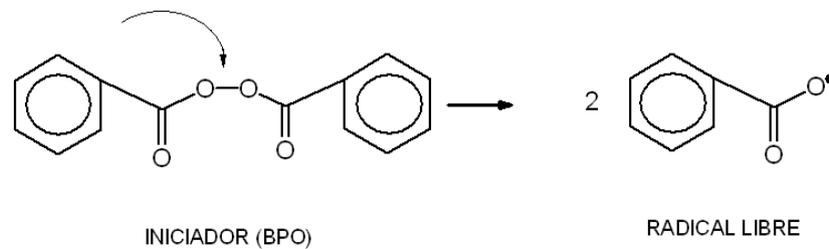


Figura 2. Activación (por calor o química) del peróxido de benzoílo (BPO). Se rompe el enlace O – O y el par de electrones se divide en los dos fragmentos.²

El periodo de inducción (o iniciación) es el tiempo durante el cual las moléculas del iniciador son energizadas o activadas, formando radicales libres que interactúan con las moléculas de monómero. Este periodo es altamente influenciado por la purificación del monómero. Cualquier impureza presente puede reaccionar con grupos activados e incrementa la longitud de este periodo por el consumo de inicio de las moléculas activadas; sin embargo, a mayor temperatura es menor el periodo de inducción.²

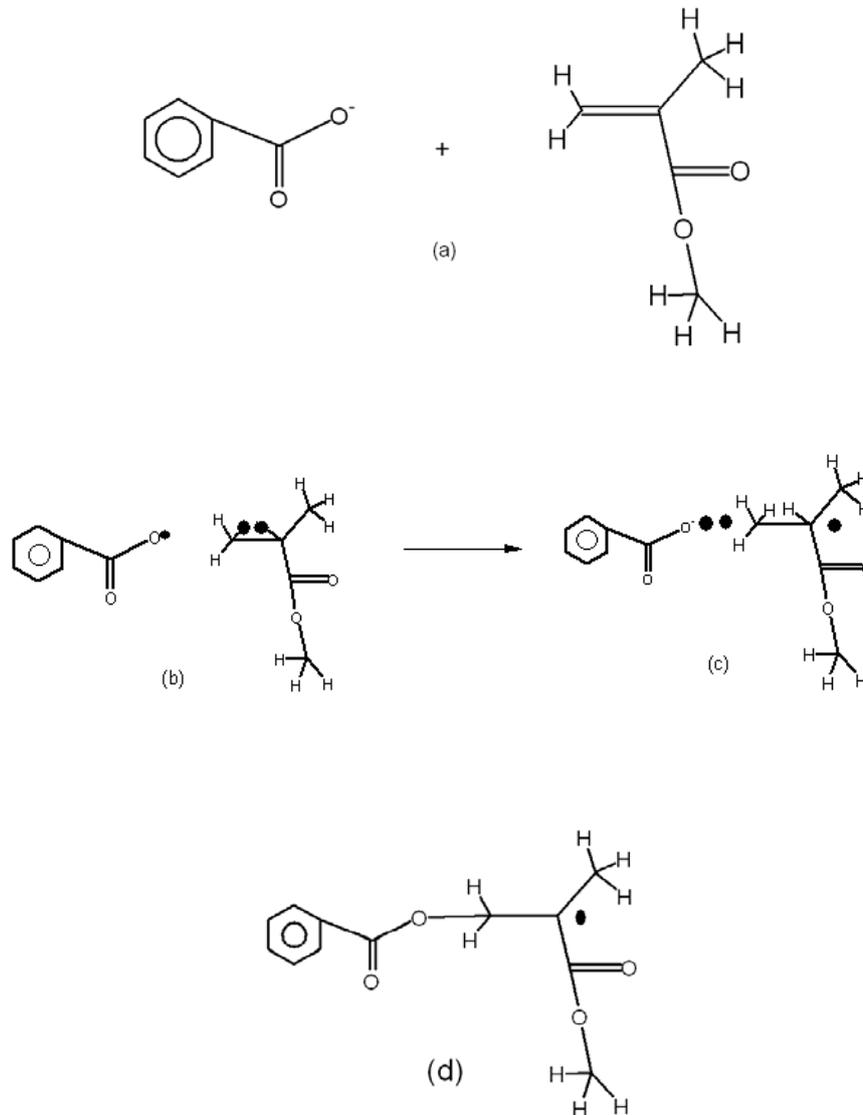


Figura 3. Iniciación o Inducción de la molécula de metil metacrilato.²

Los procesos de polimerización útiles para las resinas dentales comúnmente son activados por uno de los tres procesos: calor, química y luz. La mayor parte de las resinas para base de prótesis son polimerizadas por activación de calor. Esto es, los radicales libres se obtienen por el peróxido de benzoílo caliente. Durante el calor las moléculas del peróxido de benzoílo se fragmentan en dos radicales libres, los cuales inician la polimerización del monómero del metilmetacrilato.²

Un segundo tipo de inducción es el activado químicamente en un ambiente a la temperatura de la boca. Este sistema consiste en dos reactivos que, cuando se mezclan juntos se inicia una reacción química que genera radicales libres. Durante el almacenamiento, estos componentes pueden ser separados uno del otro; de aquí que los sistemas químicamente inducidos siempre consistan en dos o más partes. Un ejemplo de estos sistemas es la amina terciaria, el activador, y el peróxido de benzoílo, los compuestos se mezclan juntos para iniciar la polimerización de las resinas de autocurado. Cuando estos dos componentes (activador e iniciador) se mezclan, las aminas catalizadoras dividen a la molécula de benzoílo en dos radicales libres.

Un tercer tipo de sistema de inducción es la activación por luz. En este sistema, los fotones activan al iniciador generando radicales libres que, en cambio, pueden iniciar el proceso de polimerización. Inicialmente, la luz ultravioleta fue usada en este proceso, sin embargo, debido a la preocupación acerca de los efectos de la luz ultravioleta sobre la retina y los tejidos bucales no pigmentados, la limitación a la penetración profunda y la reducción de la intensidad de la fuente de luz ultravioleta, por luz halógena, la camforquinona y el dimetilaminoetilmetacrilato, una amina, genera radicales cuando se irradia por luz visible. Para activar esta reacción, necesita luz de longitud de onda cercana a 470 nanómetros.

Como puede ocurrir en una polimerización apreciable a temperatura ambiente, tal composición puede ser una parte del sistema, por lo cual debe estar almacenado y no debe ser expuesto a la luz y la distancia de la fuente de luz puede afectar significativamente el número de radicales libres que están formándose, haciendo que este sistema sea una técnica sensible.²

1.4.2 Propagación.

En la reacción de propagación, se requiere una pequeña cantidad de energía una vez iniciado el desarrollo, el proceso continúa a una velocidad constante. Teóricamente, las reacciones en cadena continúan con la velocidad del calor hasta que todo el monómero se haya convertido en polímero.

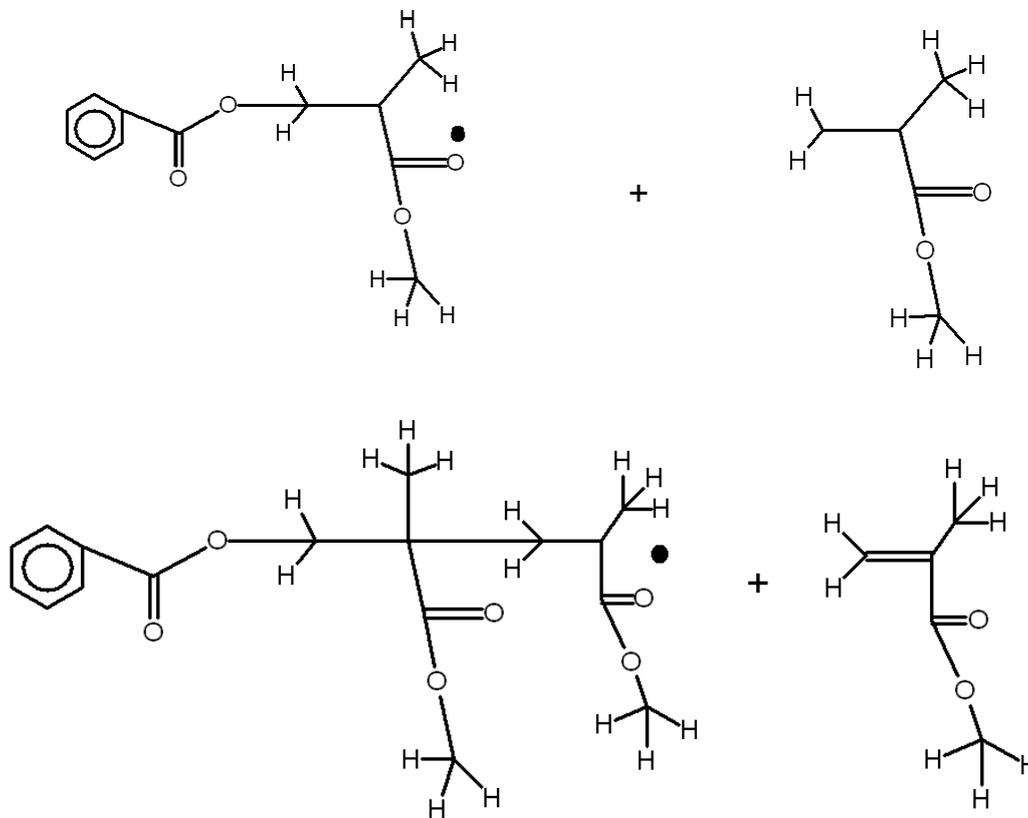


Figura 4. Propagación y crecimiento de cadena. Conforme la molécula iniciada se acerca a otras moléculas de metil metacrilato, el electrón libre interactúa con el doble enlace de la molécula de metil metacrilato, y se forma un nuevo radical libre más largo.²

1.4.3 Terminación.

La reacción en cadena puede terminarse en acoplamiento directo o por intercambio de un átomo de hidrógeno de una cadena de crecimiento a otra. En otras palabras, ambas moléculas se combinan y se desactivan por intercambio de energía.

Otra manera de efectuar intercambio de energía puede ocurrir por la transferencia de un átomo de hidrógeno de una cadena de crecimiento a otra, sin embargo, en el último caso una doble unión se produce cuando el átomo de hidrógeno se transfiere de una cadena a otra.

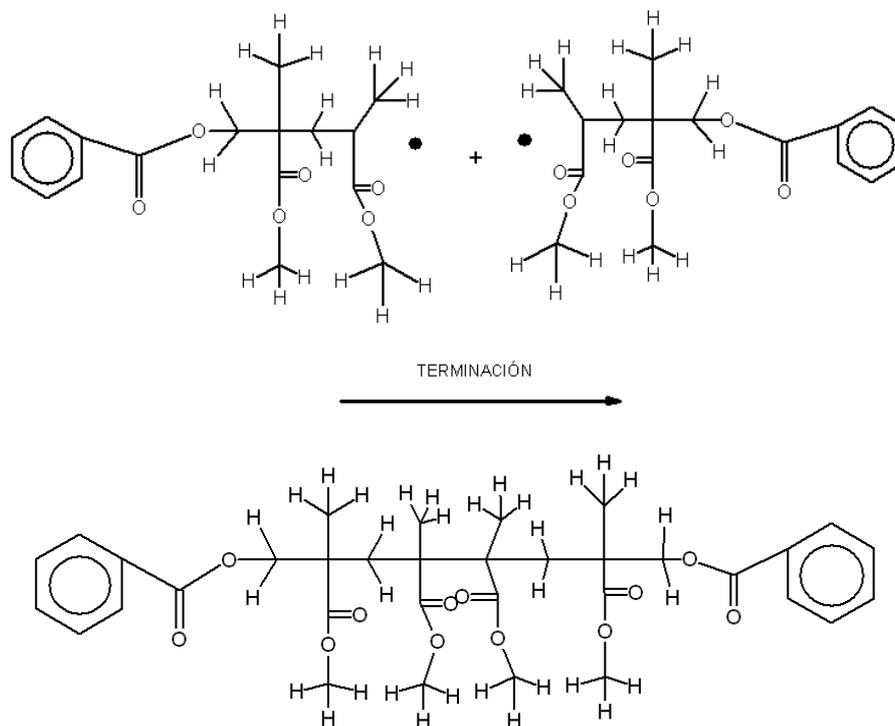


Figura 5. La Terminación ocurre cuando los dos radicales libres interactúan y forman un enlace covalente.²

1.4.4 Transferencia de la cadena.

Aunque la terminación de la cadena puede derivarse de la transferencia de la cadena, el proceso difiere de las reacciones de terminación descritas en que el estado activo se transfiere de un radical activo a una molécula inactiva creando un nuevo núcleo de crecimiento. Por ejemplo, una molécula de monómero puede ser inactivada por una macromolécula en crecimiento y de esta manera ocurre una terminación en esta última. Por lo tanto esto produce un nuevo núcleo en crecimiento.

De igual manera, la terminación rápida de la cadena puede reactivarse por la transferencia de una cadena y continuará su crecimiento.

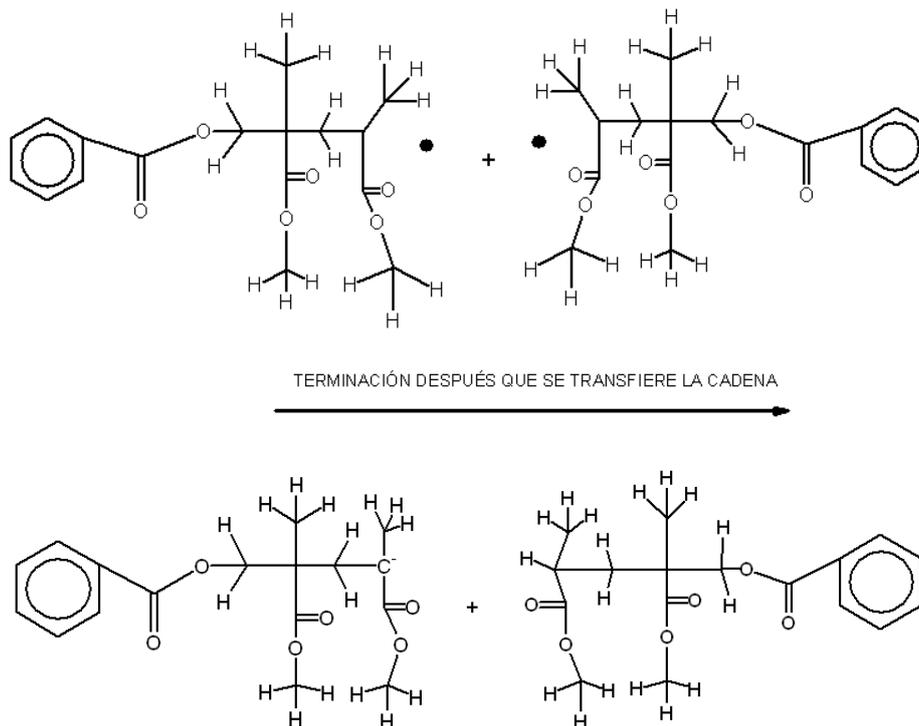


Figura 6. Cuando los radicales libres se acercan uno a otro, puede formarse un doble enlace en la molécula que dona un átomo de hidrógeno al otro radical libre.²

La transferencia de cadena ocurre cuando un radical libre se acerca a una molécula de metil metacrilato y dona un átomo de hidrógeno a la molécula de metil metacrilato. Cuando esto ocurre, el radical libre recibe un doble enlace y se vuelve pasivo hasta que reacciona de nuevo con un radical libre. La molécula de monómero, por lo tanto, forma un radical libre que participa en la reacción de propagación en cadena. Como se muestra en la **Figura 7**.

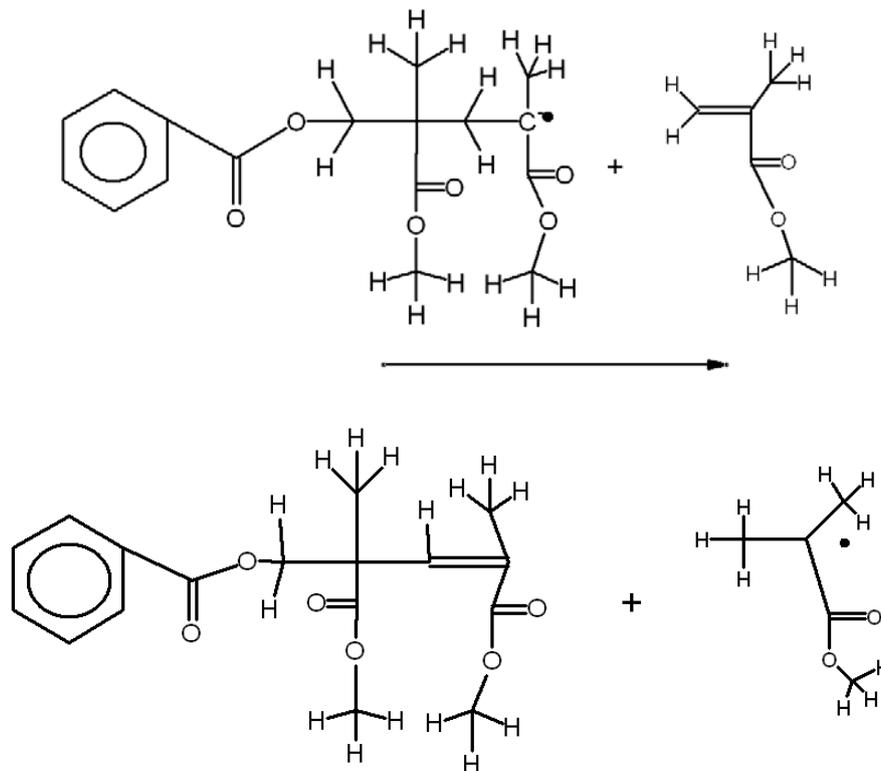


Figura 7.²

Puede ocurrir otro tipo de transferencia de cadena (**Figura 8**) cuando una cadena de propagación interactúa con el segmento pasivo que se formó en la **Figura 7**. Durante la interacción, el segmento pasivo se vuelve activo, en tanto que el segmento activo se vuelve pasivo.²

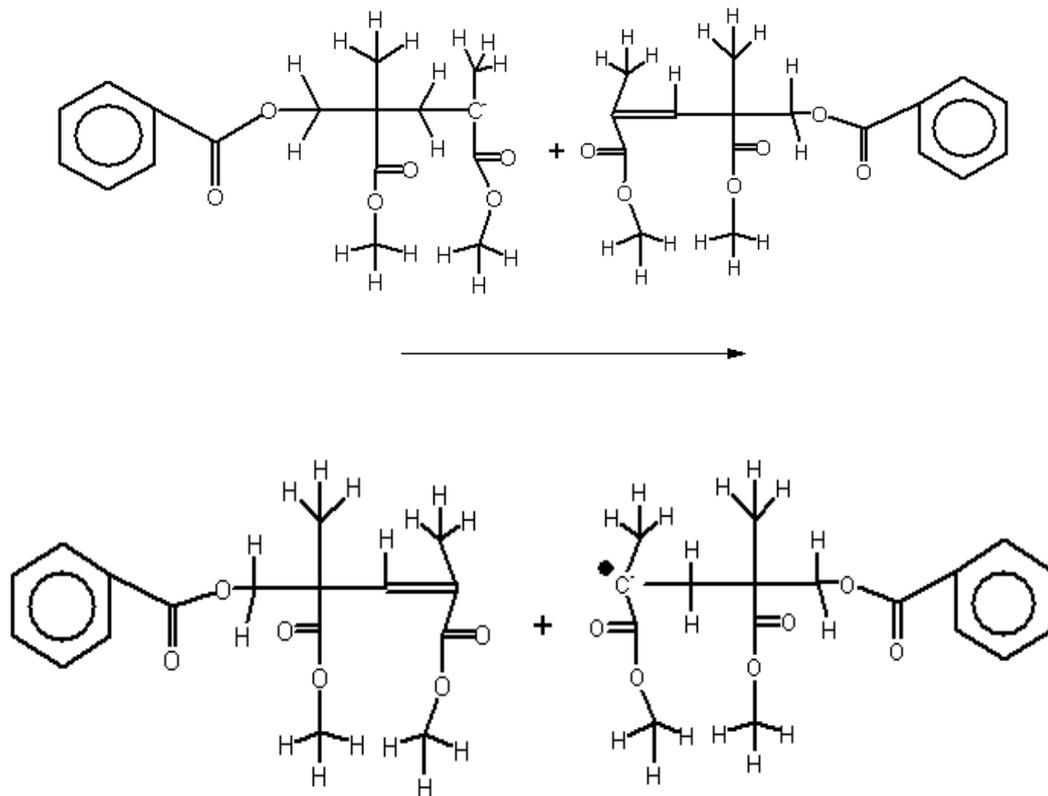


Figura 8.²

1.5 Inhibición de la Polimerización

Las reacciones de polimerización no terminan por completo el monómero, ni siempre forman polímeros con alto peso molecular. A menudo las impurezas del monómero inhiben estas reacciones.

Cualquier impureza del monómero que pueda reaccionar con los radicales libres inhibe o retarda la reacción de polimerización. Puede reaccionar con el iniciador activado, con cualquier núcleo activado o con cadenas en crecimiento para evitar crecimiento adicional. La presencia de tales inhibidores influye en la longitud del periodo inicial así como en el grado de polimerización.

Por ejemplo, agregar pequeñas cantidades de hidroquinona al monómero inhibe la polimerización si no ésta presenta el iniciador, y retarda la polimerización en presencia de un iniciador. En otras palabras, tanto un iniciador como algún agente inhibidor, pueden afectar las propiedades físicas y mecánicas de una resina dental.

La presencia de oxígeno también causa retardo en la reacción de polimerización porque el oxígeno reacciona con los radicales libres.

Esto ha demostrado, por ejemplo, que la velocidad de reacción y el grado de polimerización disminuyen si la polimerización se lleva a cabo en sistema de aire abierto en comparación con un valor elevado obtenido cuando la reacción se efectúa en un tubo de sellado.

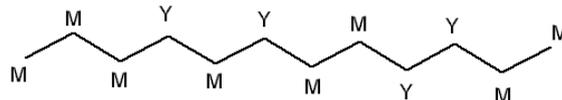
La influencia del oxígeno sobre la polimerización es controlada por algunos factores, como la concentración y la temperatura. Esto es importante para distinguir los efectos de inhibición del oxígeno sobre el proceso de polimerización.

En la práctica comercial común se agregan pequeñas cantidades (aproximadamente 0.006%) de un inhibidor, como el éter metilo de hidroxiquinona, al monómero para evitar la polimerización durante su almacenamiento.²

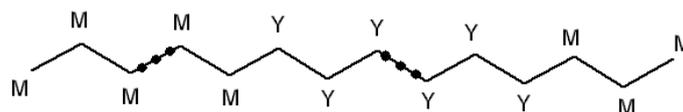
1.6 Copolimerización

En las reacciones de polimerización que se han descrito, las macromoléculas que se han formado por la polimerización, solamente dependen de un único tipo de unidad estructural. Para mejorar las propiedades físicas de un polímero pueden combinarse dos o más monómeros químicamente diferentes, cada uno con propiedades deseables. El compuesto formado se llama copolímero y su proceso de formación se conoce como copolimerización. En un copolímero, el número relativo y la posición de los diferentes tipos de unidades estructurales (monómeros), pueden variar entre las macromoléculas individuales. La composición de los copolímeros depende de las reactividades relativas de las diferentes moléculas y de las moléculas de igual composición.²

Los copolímeros son de tres tipos: al azar, en bloque e injertados. En el tipo al azar, las diferentes unidades de monómeros son distribuidas al azar a lo largo de la cadena de la siguiente manera:

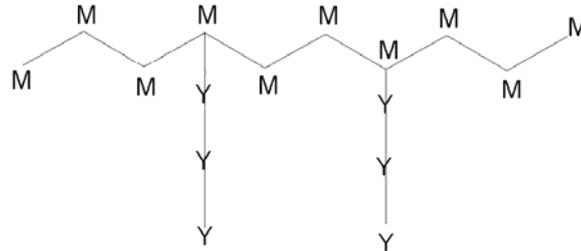


Sin embargo, si aparecen unidades idénticas en secuencias relativamente largas en la cadena principal de polímero se forma un *copolímero en bloque*.



Donde -M...M- y -Y...Y- representan los segmentos largos de la moléculas M y Y, respectivamente.

En los copolímeros injertados, las secuencias de uno de los monómeros están injertadas en una columna de la segunda especie de monómero:



La copolimerización puede alterar las propiedades físicas de la resina final de manera considerable. Muchas de las resinas útiles son fabricadas por copolimerización. El metilmetacrilato, el acrílico y los ésteres de metacrilato copolimerizan rápidamente, con pequeña inhibición entre los monómeros pares. Por ejemplo, pequeñas cantidades de etilacrílico pueden copolimerizar con el metilmetacrilato modificando la fuerza flexural de una dentadura.

El injerto de varios segmentos de polímero dentro de la cadena lineal proporciona un mecanismo importante para modificar o hacer a la medida macromoléculas y obtener las propiedades requeridas para usos específicos. Por ejemplo, los polímeros en bloque e injertos con frecuencia mejoran la resistencia al impacto. En pequeñas cantidades pueden modificar las propiedades adhesivas de las resinas tanto como las características superficiales ²

1.7 Tipos de Resinas

Como previamente se mencionó, para que una resina sintética pueda usarse en odontología debe mostrar cualidades excepcionales en su estabilidad química y dimensional y debe poseer propiedades que rindan relativamente fácil en el proceso. Estas deben ser duras y fuertes pero no frágiles.²

1.7.1 Resinas acrílicas.

Se derivan del etileno y contienen un grupo vinilo en su forma estructural. Hay al menos dos series de resinas acrílicas que son de interés dental. Una se deriva del ácido acrílico, $\text{CH}_2=\text{CHCOOH}$, y la otra del ácido metacrílico, $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{COOH}$. Ambos componentes polimerizan por adición en la forma acostumbrada.

Aunque los poliácidos son duros y transparentes, su polaridad, relacionada con el grupo carboxilo, causa imbibición de agua. El agua tiende a separar la cadena y causa ablandamiento general y pérdida de resistencia.

Las tensiones de estos poliácidos, sin embargo, se consideran importantes desde el punto de vista dental. Por ejemplo, si R representa cualquier radical éster, la fórmula para el polimetacrilato será:

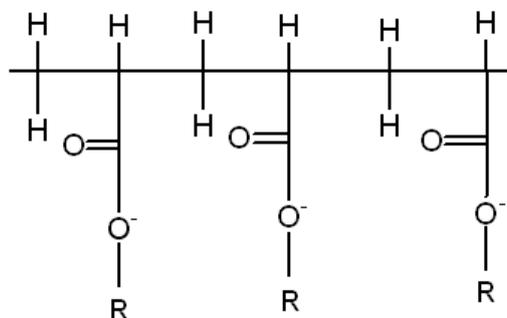


Figura 9.

Debido a que R puede ser también cualquier radical orgánico o inorgánico; es evidente que miles de resinas acrílicas diferentes son capaces de formarse. Además, las consideraciones no incluyen las posibilidades de copolimerización, las cuales incluso son mayores.

El efecto de la esterificación sobre el punto de ablandamiento de algunos polímeros no cristalinos es considerable. Si la cadena lateral se alarga de manera considerable, cuanto más larga sea, más baja será la temperatura de ablandamiento o de transición vítrea (T_g).

1.7.2 Metil metacrilato.

El poli(metil metacrilato) por sí mismo no se usa mucho en odontología en el procedimiento de modelado. En cambio, el monómero líquido metil metacrilato se mezcla con el polímero y forma una masa plástica. Esta masa es empacada dentro del molde, y el monómero es polimerizado por uno de los métodos descritos. En consecuencia, el monómero de metil metacrilato es de importancia considerable en odontología.

El metil metacrilato es un líquido claro y transparente a temperatura ambiente con las siguientes propiedades físicas:

Propiedades físicas del Metil metacrilato	
Punto de fusión	-48°C
Punto de ebullición	100.8°C
Densidad	0.945g/mL a 20°C
Temperatura de polimerización	12.9 kcal/mol

Tabla 1.

Tiene presión de vapor elevada y es disolvente orgánico excelente. Aunque la polimerización del metil metacrilato puede ser iniciada por luz ultravioleta, luz visible o calor, comúnmente es polimerizada en odontología por el uso de un iniciador químico.

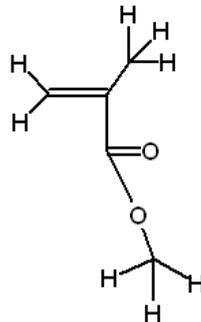


Figura 10. Molécula de metil metacrilato.

Las condiciones para la polimerización del metil metacrilato no son críticas y no son decisivas con tal que la reacción no se lleve a cabo demasiado rápido. El grado de polimerización varía con las condiciones de polimerizado, como temperatura, método de activación, tipo de iniciador, concentración de iniciador, purificación de los químicos y factores similares dando como resultado alteración en las propiedades físicas y mecánicas del material.

Por su rápida polimerización en condiciones de uso, el monómero de metacrilato es particularmente usado en odontología. Muchas resinas no polimerizan a la temperatura ambiente en presencia de aire. Una contracción de volumen de 21% ocurre durante la polimerización del monómero puro de metil metacrilato.²

1.7.3 Poli (metil metacrilato).

El poli (metil metacrilato) es una resina transparente de claridad notable. Transmite la luz en un campo ultravioleta con longitud de onda de 250 nanómetros. Es una resina dura y su número de dureza es de 18 a 20 Knoop. Su resistencia a la tensión es aproximadamente de 60MPa y su densidad es de 1.19g/cm^3 . Su módulo de elasticidad es alrededor de 2.4 GPa (2400 MPa).

La resina es muy estable. No se altera su color con la luz ultravioleta ni presenta envejecimiento de sus propiedades. Es estable químicamente y al calor se ablanda a 125°C y puede ser modelada como material termoplástico. Entre esta temperatura y 200°C ocurre despolimerización. A unos 450°C , 90% del polímero se despolimeriza a un monómero. El poli (metil metacrilato) de alto peso molecular se degrada para convertirse en un polímero inferior al tiempo que se produce el monómero.

Como toda resina acrílica, el poli (metil metacrilato) muestra tendencia a absorber agua mediante el proceso de imbibición. Su estructura no cristalina posee una energía interna elevada; por lo tanto, es posible producir difusión molecular porque requiere menor energía de activación. Además, el grupo polar carboxilo, aunque esterificado, forma un puente de hidrógeno de extensión limitada con el agua.

Las resinas para base de dentadura tienen absorción y adsorción de agua, pero el término *sorción* de ordinario se usa para describir el fenómeno total. La típica resina dental de metacrilato muestra incremento aproximadamente 0.5% del peso después de una semana en agua. Se ha informado de un mayor valor para una serie de polímeros de metil metacrilato. La sorción de agua es cercana e independiente a la temperatura de 0 a 60°C , pero es marcadamente afectada por la masa molecular del polímero. A mayor masa molecular, menor incremento de peso. La sorción es reversible si la resina se seca.

Debido a que el poli (metil metacrilato) es un polímero lineal, debe ser soluble en numerosos solventes orgánicos, como la acetona y el cloroformo.

1.8 Requisitos para las Resinas Dentales

Los polímeros de metacrilato de metilo han tenido gran popularidad en la odontología porque son biocompatibles y porque se procesan con facilidad utilizando técnicas relativamente sencillas. Representan el principal grupo polimérico y tienen la capacidad de proporcionar las propiedades esenciales y las características necesarias para usarlos en la cavidad bucal.

1.8.1 Consideraciones biológicas.

Las resinas deben ser insípidas, inodoras, no tóxicas ni irritantes a los tejidos bucales. Deben ser completamente insolubles en saliva o en cualquier otro fluido que se encuentre dentro de la boca.

1.8.2 Propiedades físicas.

Debe tener adecuada resistencia y resiliencia para resistir las fuerzas de masticación, el impacto de las fuerzas, y el trabajo excesivo que ocurra en la cavidad bucal. Debe ser estable dimensionalmente bajo todas las condiciones de servicio, incluyendo los cambios térmicos y la variación de la carga.

1.8.3 Características de manejo.

No producirá residuos tóxicos o sustancias durante el manejo y su manipulación. Será fácil de mezclar, insertar, dar forma y curar, y debe ser insensible a la variación de estos procedimientos de manejo. Las complicaciones clínicas, como inhibición de oxígeno, contaminación por saliva, y sangre deberán ser pequeñas y no tener ningún efecto final. Además, el producto final será fácil de pulir y en su caso de evitar la fractura; también debe ser posible de reparar fácilmente.

1.9 Resinas para Base de Prótesis Termocuradas

Los materiales termocurados se usan en la fabricación de diferentes bases de registro. La energía térmica requerida para polimerizar cada uno de estos materiales puede proporcionarse usando un baño de agua o microondas.

1.9.1 Composición.

Muchos poli (metil metacrilato) consisten en un polvo y un líquido como componentes. El polvo consta de esferas prepolimerizadas de poli (metil metacrilato) y una pequeña cantidad de peróxido de benzoílo (el iniciador).

El líquido es predominantemente un metil metacrilato no polimerizado con pequeñas cantidades de hidroquinona. Esta última se agrega como inhibidor. Esto previene una polimerización indeseable, o polimerización del líquido durante el almacenamiento.

Puede agregarse un *agente de enlace cruzado* al líquido. El glicol dimetacrilato se usa comúnmente como agente de enlace cruzado en resinas para base de prótesis de poli (metil metacrilato). El glicol dimetacrilato es química y estructuralmente similar al metil metacrilato, y por tanto puede ser incorporado en una cadena de polímeros en crecimiento. Un polímero formado de esta forma produce una estructura de red que proporciona mayor resistencia a la deformación. Los agentes de enlace cruzado se incorporan dentro del líquido componente a una concentración de 1 o 2 volúmenes por ciento.

1.9.2 Almacenamiento.

Los fabricantes de resinas termocuradas generalmente recomiendan temperatura específica y tiempos límite para almacenarlas. Es esencial cumplir con cada una de las estrictas observaciones y recomendaciones. Si estas no son seguidas, los componentes pueden tener cambios y al final pueden afectar las propiedades de trabajo de estas resinas así como las propiedades físicas y químicas del procesado de la prótesis.

Capítulo 2

Cromatografía De Gases

2.1 Antecedentes de la Cromatografía de Gases. La primera técnica cromatográfica fue ideada por el botánico ruso Mikhail Tswett en 1906, quien utilizó alúmina para separar los pigmentos coloreados de las hojas de las plantas. Tswett en su experimento original, metió dentro de un tubo de vidrio un fino polvo (sacarosa) para producir una columna de una altura deseada. Posteriormente, extrajo los pigmentos de hojas y los colocó en un solvente (éter de petróleo) y agregó un poco de la solución dentro de la columna. Cuando toda la solución había pasado a través de la columna se formó una estrecha zona inicial bajo la capa inicial del adsorbente. Después agregó más solvente y aplicó presión en la parte de arriba de la columna.⁸

Mientras el solvente iba pasando a través de la columna, los pigmentos se iban separando individualmente (Fig. 1). La clave del éxito de la columna de Tswett, fue la aplicación de la mezcla dentro de la columna en una zona inicial estrecha y la posterior aplicación del solvente fresco.⁸

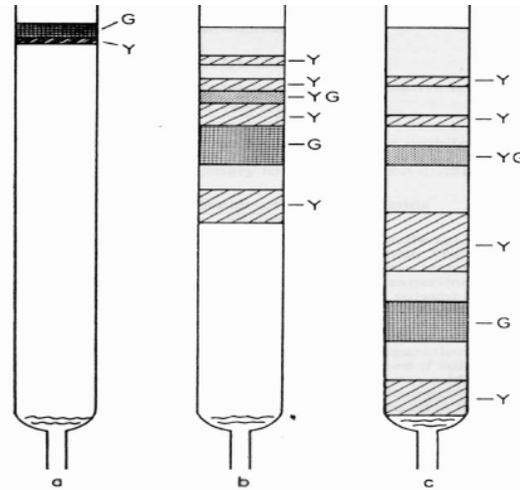


Figura 11. Columna Cromatográfica de Tsweet. Y = Amarillo, G = Verde⁸

La Cromatografía de Gases es un método físico de separación en el cual los componentes a ser separados son distribuidos entre dos fases, una de las cuales es estacionaria mientras la otra se mueve en una dirección definida. Los componentes son separados por sus diferentes tasas de migración. La cromatografía puede ser clasificada por su utilidad y en base al material que se utilice como eluyente para separar los solutos. De acuerdo a su utilidad la cromatografía se clasifica en: analítica, utilizada para determinar los químicos presentes en una mezcla y en que concentración; y preparativa, utilizada para purificar grandes cantidades de químicos.⁸

2.2 Fundamentos Teóricos.

Se han propuesto muchas teorías con complejos modelos matemáticos para explicar el comportamiento de los solutos en las columnas cromatográficas. Las más estudiadas son:⁸

- Teoría de las placas teóricas (Martin y Synge)
- Teoría cinética (Van Deenter, Zuiderweg, Klinkenberg y Sjenitzer)
- Teoría desarrollada para columnas capilares (Golay)

2.2.1 Teoría de las placas teóricas.

La cual plantea que una columna cromatográfica está constituida por una serie de placas contenidas en la fase estacionaria. Supone como constante el volumen de la fase estacionaria en cada placa y que el volumen de la fase móvil entre las placas es constante; dando como resultado que las dos fases están en equilibrio y que el valor del coeficiente de distribución es constante e independiente de la concentración del soluto. La desventaja que presenta es que además de que se basa en muchas suposiciones, no existe una conexión entre la eficiencia de la columna y las propiedades fisicoquímicas de la partícula.⁸

La ecuación de esta teoría:

$$N = 16(t_r / w)^2$$

N= número de placas teóricas, adimensional

t_r= tiempo de retención de un compuesto, minutos

w= ancho del pico a media altura, minutos

2.2.2 Teoría cinética.

Considera el comportamiento en un proceso cromatográfico en función de los factores cinéticos que intervienen:

Variaciones en las velocidades de flujo, debido a las diferentes rutas que puede tomar el analito durante su migración a través del empaque. Difusión axial o longitudinal del soluto en la fase móvil. Resistencia a la transferencia de masas entre la fase móvil y la fase estacionaria.⁸

La ecuación de Van Deemter:

$$HETP \text{ o } h = A + B/u + Cu$$

HETP o h= altura equivalente a una placa teórica, milímetros.

u= L / t_{aire} promedio de la velocidad lineal, cm/seg

A= $2\lambda d_p$ difusión aparente

B= $2\gamma D_m$ coeficiente del término debido a la difusión molecular

C= $(8/\pi)(k'/[1+k']^2)(df/D_s)$ coeficiente del término debido a la resistencia a la transferencia de masas

2.2.3 Teoría para las columnas capilares.

Se considera que la difusión aparente no contribuye de manera apreciable al ensanchamiento de los picos en este tipo de columnas. El coeficiente relacionado con la difusión molecular tiene un valor de uno debido a que la distancia que recorre la partícula es igual a la longitud de la columna. El término relacionado con la transferencia de masas está dado en función del diámetro de la columna, pues en este tipo de columna es más importante que el tamaño de partícula de relleno.

La ecuación de esta teoría es un caso particular de la ecuación de la teoría cinética, en este caso se omite el término **A** y se relacionan las magnitudes que caracterizan la geometría del soporte y el término **C** se presenta de manera distinta pues en este tipo de columna es más importante la fase móvil que el tamaño de partícula.⁸

2.2.4 Circulación del Gas Portador.

La ley de Darcy¹ correlaciona la velocidad lineal de un gas que circula por una columna con el gradiente de presión.

$$u = - (k/\eta) (dP/dz)$$

u= velocidad lineal en un punto de la columna

z=distancia a la entrada de la columna

η= viscosidad del gas

dP= gradiente de presión de un elemento

dz= longitud de columna

k=constante de permeabilidad.

Las respectivas integraciones de la ecuación permiten obtener una que relaciona el valor de la presión con la posición de la columna, otra que indica la velocidad media, la compresibilidad o factor de obstrucción.⁸

2.2.5 Coeficiente de reparto (K).

Propiedad termodinámica del sistema soluto-fase estacionaria-fase móvil independiente del proceso cromatográfico. Concentración de soluto en la fase estacionaria frente a concentración de soluto en fase móvil a temperatura constante.⁸

2.2.6 Factor de capacidad (k').

Depende de las propiedades termodinámicas del sistema (K) y además es función de las características de la columna en particular. Probabilidad de encontrar una molécula determinada de soluto en la fase estacionaria o en la fase móvil.⁸

2.2.7 Relación frontal (Rf).

La relación frontal y el factor de capacidad son dos maneras de medir el mismo fenómeno. Representa la relación entre las velocidades medias del soluto y la fase móvil en su recorrido por la columna.⁸

2.2.8 Tiempo muerto (tm).

Es el tiempo de retención de una sustancia insoluble en la fase estacionaria (K=0).⁸

2.2.9 Volumen de retención (VR).

Es el volumen de fase móvil necesario para transportar el soluto de un extremo a otro de la columna. Se denomina volumen de retención neto al volumen verdadero y corregido, el cual se obtiene a partir de la ecuación que involucra además la compresibilidad del gas portador. El volumen de retención específico está delimitado por la temperatura.⁸

2.2.10 Retención relativa (rx:p).

Conservan las propiedades del coeficiente de reparto y son fáciles de calcular, su manejo se dificulta al momento de elegir un patrón adecuado. Se utiliza para disminuir el efecto de errores, sobre todo, en el conocimiento del peso de la fase estacionaria en la columna.⁸

2.2.11 Resolución.

Cada sustancia se desplaza a una velocidad característica dada por el valor de su relación frontal en dichas condiciones. Altura equivalente a una placa teórica. Por tratarse de un método donde se separa por elución es mejor referirse a tiempo de elución más que a distancias recorridas.⁸

2.2.12 Eficacia.

Una columna será más eficaz mientras mayor sea el número de placas teóricas que tenga. Para poder hacer comparaciones entre columnas es necesario establecer condiciones similares de trabajo.⁸

2.3 Nomenclatura

Desde el primer cromatógrafo de Tswett hasta los cromatógrafos actuales siguen utilizando la misma nomenclatura para sus componentes:

Un tubo de metal o vidrio se llena con un sólido activo (adsorbente) para formar una columna cromatográfica. La mezcla a separar es aplicada en una zona inicial y es lavada con un solvente, líquido de lavado o revelador. La serie de resultados se denomina cromatograma y el lavado de la zona inicial para formar el cromatograma es la formación o desarrollo del mismo.

Cuando el agente a detectar se trata con un agente químico para formar un color, se dice que la cromatografía está siendo revelada. La combinación del solvente, la mezcla y el adsorbente son llamados sistema cromatográfico.

Cada sistema cromatográfico está compuesto por una fase móvil (solvente) y una fase estacionaria (la columna).

Si los componentes de la mezcla son analizados cuantitativamente, recibe el nombre de evaluación o cuantificación. Si el soluto es separado del adsorbente por lavado antes del análisis, entonces se le llama elución y al agente a ser analizado se le llama eluyente, al líquido que sale de la columna se le nombra efluente.

Cuando la fase móvil es líquida, la técnica suele recibir un nombre relacionado con la forma en que se dispone la fase estacionaria (columna, capa fina, papel, etc.). Existen tres formas de desarrollar este proceso: elución, análisis frontal y desplazamiento.

Cuando la fase móvil es un gas, solamente se utilizan columnas y el proceso siempre se realiza por elución.⁹

La forma más usual de hacer cromatografía de gases es utilizando un líquido como fase estacionaria; recibe entonces el nombre de cromatografía gas-líquido (CGL). También se utilizan absorbentes, dando lugar a la cromatografía gas-sólido (CGS), pero en mucho menor proporción.

La cromatografía de gases es una técnica analítica que puede ser utilizada para separar compuestos orgánicos basada en sus volatilidades. También provee información cualitativa y cuantitativa de los componentes presentes en una mezcla. Los componentes son separados por sus diferencias de partición entre la fase móvil gaseosa y la fase estacionaria en la columna, permitiendo que sean separados en tiempo y espacio.⁹

Un cromatógrafo de gases consiste de:

1. Fase móvil.
2. Puerto de inyección.
3. Horno de la columna.
4. Fase estacionaria
5. Columnas
6. Detector.
7. Sistema de registro de datos.

2.3.1 Fase móvil.

Gaseosa, líquida o fluido supercrítico (potencia disolvente de los fluidos a temperaturas y presiones superiores al punto crítico). Estas fases son generalmente gases inertes como Helio, Argón o Nitrógeno. El gas portador lleva las moléculas del analito a través de la columna, este movimiento es inhibido por la adsorción que presenta el analito tanto en las paredes de la columna como en los materiales empaquetados en la misma.⁹

2.3.2 Puerto de inyección.

Es un dispositivo que permite la introducción de la muestra en la corriente del gas portador. Existe cierta variedad de diseños según el tipo de muestra que se trata de analizar. El más común es el inyector de líquidos, que puede utilizarse para sólidos (en disolución) y gases (mediante jeringas especiales). El inyector se trata de una cámara situada a la entrada de la columna y calentada independientemente de ésta (a temperatura superior del punto de ebullición del componente más volátil de la muestra, generalmente), que suele tener una membrana de caucho a través de la cual se introduce la muestra con la ayuda de una microjeringa hipodérmica.

La inyección de la muestra evaporada a la columna a través de un septo de plástico (estable a la temperatura de inyección, debe ser reemplazado periódicamente). La temperatura de inyección debe ser de 10° a 50° mayor a la temperatura de la columna.⁹

Las jeringas pueden ser de varios estilos disponibles, de aguja fija o removible. Hay de varios tamaños y ángulos y los volúmenes de la muestra pueden ser desde 1 μL , líquidos de 0.1-10 μL y gases 0.5-5 mL. La inyección debe ser rápida para introducirla en una sola descarga y no debe haber aire al momento del llenado.

La técnica de inyección de muestra recomendada para líquidos en cromatografía de gases es el método de flujo del solvente. El solvente puro es introducido a la jeringa seguido de una bolsa de aire, después se coloca la solución muestra, y finalmente otra bolsa de aire. Se lee el volumen de la muestra y posteriormente se inyecta al cromatógrafo.⁹

2.3.3 Horno de la columna.

En el interior se sitúa la columna, donde debe existir una buena regulación de la temperatura. Dentro del horno la columna se conecta en un extremo al puerto de inyección, y en el otro al detector. La columna debe estar en el centro del horno sin tener contacto con las paredes (**Fig. 12**).

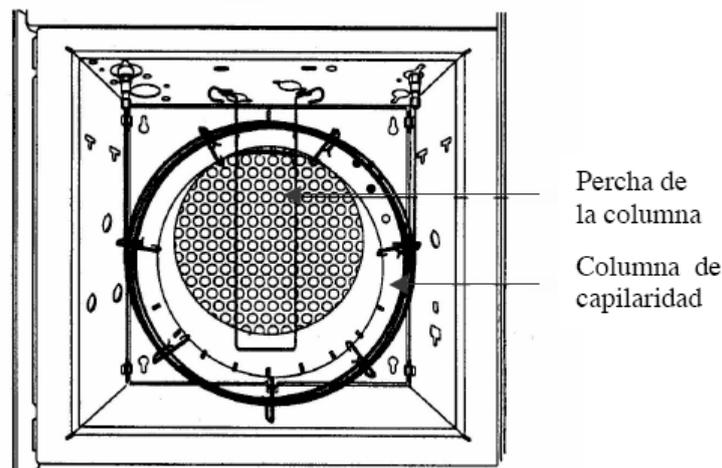


Figura 12. Horno con Columna Capilar.⁹

2.3.4 Fase estacionaria.

La fase estacionaria es la encargada de separar los componentes de la muestra. Esta puede ser un sólido o un líquido, dispuestos sobre un sólido que actúa como soporte (columna). El sólido de la fase estacionaria puede ser de aluminio, sílica gel, carbón o tierra de diatomeas; y el líquido de la fase estacionaria debe tener una baja viscosidad y una alta y diferencial solubilidad. Cuando la fase estacionaria es un sólido, la interacción que puede tener con la fase móvil se puede clasificar en: Adsorción, intercambio iónico y de filtración sobre geles porosos. Cuando es un líquido, la interacción con la fase móvil recibe el nombre de reparto, esta última es la forma más usual de hacer cromatografía de gases.

Para obtener la mejor resolución de dos sustancias dentro de la columna, se requiere tener una fase estacionaria donde su retención relativa sea mayor a la unidad. Esto depende del punto de ebullición y del coeficiente de actividad de los solutos en dicha fase. De aquí que en series homólogas el orden de elución sea el de los puntos de ebullición crecientes, independientemente de la fase empleada, salvo en casos especiales. Por otra parte, dos sustancias de punto de ebullición idéntico, pero de estructura química diferente, podrán separarse fácilmente con base en su distinta solubilidad.

Para la elección de la fase estacionaria se deben de tener en cuenta las siguientes consideraciones:

Los límites de temperatura del líquido elegido, considerando su viscosidad y volatilidad.

Un descenso en la temperatura de la columna aumenta el tiempo de retención de los solutos y en ocasiones puede mejorar las separaciones. Pero cuando la viscosidad de la fase estacionaria se hace demasiado alta, o se alcanza el punto de fusión, generalmente la eficacia de la columna baja enormemente.⁹

2.3.4.1 Posibilidad de reacciones irreversibles con la columna.

Este fenómeno podría impedir el uso de una fase que para diferentes solutos resultaría excelente. Por ejemplo, los ácidos no pueden analizarse en fases de carácter básico, ni los aldehídos en THEED (tetrahidroxietilendiamina), pues reaccionan para formar acetales, que se quedan en la columna. Con frecuencia la reacción no ocurre con la fase misma, sino con impurezas en ella.⁹

2.3.4.2 Fuerza de interacción soluto-disolvente.

Influye en los coeficientes de actividad de los componentes de la mezcla y la elección de esta fase se hace teniendo en cuenta la polaridad de los solutos a separar y de su tiempo de retención en la fase a medida que su polaridad aumenta.

La elección de la fase estacionaria dependerá no solo de la presencia de polaridad dentro de los solutos, sino más bien de una visión de conjunto de la mezcla compleja que se desee separar. Puesto que el grado de separación de dos sustancias depende de sus respectivos coeficientes de reparto en la fase estacionaria, cada mezcla particular debe tener, al menos teóricamente, una fase que efectúe la separación mejor que las demás. Dependiendo del tipo de material es la temperatura máxima a la que se puede trabajar. Las fases se pueden clasificar en:

- No polares: para separar sustancias poco o nada polares. El más utilizado son las gomas de silicona OV-1, OV-101 o SE-30, para trabajar hasta más de 300°C donde se consiguen eficacias de columna extraordinarias.
- Con carácter ligeramente polar: Se utiliza generalmente para tener buena selectividad de mezclas mixtas. Sebacato de dietil (2 etil hexilo), aceite de silicona, gomas de silicona.

- De polaridad media o alta: no aptos para hidrocarburos no aromáticos. Aceite de Ucon LB-550X, polifenil éter, Carbowax 1 540, succinato de butanodiol.

Columnas con fase mixta: para resolución de separaciones parciales con dos o más líquidos. Con la posibilidad de separar hasta 50 sustancias mezclando dos, tres y cuatro líquidos para formar la columna final. Aunque es más laboriosa y poco práctica la representación gráfica esto ha sido simplificado al utilizar programas computacionales.⁹

2.3.5 Soporte.

La función básica del soporte sólido es sostener la fase estacionaria. El soporte debe de tener elevada superficie por unidad de volumen, estabilidad térmica, dureza mecánica, inactividad química y baja resistencia al paso de un gas.

La mayoría está hecha de tierra de diatomeas (diatomita o Kieselguhr), principalmente se trata de sílice hidratada microamorfa, la calcinación de esta tierra dará lugar a diversos productos según la forma y temperatura de tratamiento como el fundente de carbonato sódico, productos blancos utilizados para filtración, la Celita, el Celatom que tiene menor actividad superficial residual, el cromosorbo G que es utilizado en columnas con poca fase estacionaria y se obtienen mejores eficacias, el cromosorbo A es utilizado en escala preparativa.

Sin fundente y a mayor temperatura, productos rosados utilizado para ladrillos refractarios.⁹

Sil-O-Cel, Sterchamol, C-22. Son de mayor superficie y mejor resistencia mecánica, pero son los que presentan mayor actividad superficial residual.

Todos los soportes porosos tienen cierta actividad residual debida a la presencia de iones metálicos o defectos de superficie, y a los grupos OH de las moléculas. Esta actividad modifica el desarrollo normal del cromatograma, por lo tanto este efecto debe ser disminuido desactivando el soporte. Una manera es cubrirlos con la misma fase estacionaria, la cual se adsorbe fuertemente en estos puntos y el efecto sobre el soluto es menor. También se puede hacer por lavado ácido o básico, aunque el sistema más utilizado es hacer reaccionar los grupos hidroxilo de la superficie del soporte con reactivos adecuados.

El más común es la silanización, en el que se hace reaccionar con dimetil diclorosilano y pueden encontrarse comercialmente con el mismo nombre que el material original (Cromosorbo) o nombres especializados. Aunque para casos extremos pueden presentarse aún fenómenos de adsorción que se eliminan añadiendo una pequeña cantidad de fase estacionaria muy polar (Carbowax).⁹

2.3.6 Columna Cromatográfica.

Las columnas están hechas de cobre, acero inoxidable o tubos de vidrio, dobladas o enrolladas. Las columnas analíticas tienen una longitud de 1-6 m. de longitud y de 2-4 mm. de diámetro. Según se encuentre en ella distribuida la fase estacionaria y el valor que alcance la relación de fases se originan los diferentes tipos de columnas. La separación de la mezcla se realiza dentro de la columna, por lo tanto, es la parte más importante del cromatógrafo.

La primera columna utilizada fue una de relleno (James & Martin, 1952), posteriormente fue introducida la columna capilar, siendo así los dos extremos en la gama de columnas utilizadas en la cromatografía de gases. El criterio para la diferenciación de columnas es con base en dos propiedades de éstas:

- Relación de fases: volumen de fase móvil/volumen de fase estacionaria; V_m/V_s
- Permeabilidad: representada por una constante dependiente de las características geométricas de la columna; k

Con base en estas dos características se encuentran los siguientes tipos de columnas, en las que V_m/V_s y k aumentan en orden progresivo (**Figura.13**).⁹

1. Clásicas de relleno
2. Capilares rellenas
3. Capilares de capa porosa
4. Capilares abiertas

La elección de las columnas es lo más crítico, existen dos diferencias fundamentales que deben ser consideradas para la elección de la columna: la cantidad de muestra que admiten (capacidad de carga) y los valores de los

flujos del gas portador. La capacidad de carga se define como la cantidad de muestra que se puede inyectar sin pérdida apreciable de eficacia y está relacionado con la cantidad de fase estacionaria por unidad de longitud de la columna.

Debido a la pequeña cantidad de fase estacionaria por unidad de longitud de la columna tiene una capacidad de carga muy pequeña. Necesita detectores más sensibles.

La naturaleza del tubo y el procedimiento seguido para su limpieza son de gran importancia en este tipo de columnas, ya que la pared del mismo sirve como soporte y su capacidad de retención del solvente influirá notablemente en la uniformidad de la película formada. Uno de los métodos consiste en llenar el tubo con una disolución diluida de la fase estacionaria en un disolvente volátil, cerrar un extremo e introducirla en una estufa con una temperatura superior al punto de ebullición del solvente, la fase quedará depositada sobre la pared del capilar.

Temperatura programada. Entre homólogos el tiempo de retención aumenta exponencialmente con el número de carbonos. Conforme aumenta el tiempo de retención, el ancho aumenta y la altura disminuye haciendo imposible la detección después de que algunos picos han eluído. Como la solubilidad de un gas en un líquido disminuye conforme la temperatura se eleva, se puede reducir la retención de un material aumentando la temperatura de la columna.

Se debe considerar la solubilidad, cambios en la volatilidad y estabilidad de los solutos, cambios en el flujo y estabilidad de la fase estacionaria. La temperatura debe de estar dentro de T_{min}/T_{max} de la columna. Algunos GC permiten programación más compleja que el simple incremento gradual de la temperatura.

Los flujos del gas portador que se utilizan en columnas capilares suelen ser del orden de 0.5-3 mL/min, mientras que en una columna clásica ascienden a un orden de 30-100 mL/min.

Para poder utilizar la columna capilar con éxito será necesario introducir entre el inyector y la columna un dispositivo denominado divisor de flujo, cuya finalidad es permitir la entrada en la columna de una pequeña fracción solamente del flujo que pasa por el sistema de inyección. La relación de división (flujo al exterior/flujo que pasa por la columna) suele oscilar entre 50 y 120. Esto permite disminuir la cantidad de muestra que pasa por la columna (que queda reducida a la fracción que indica la relación de división) y aumentar la velocidad lineal del gas portador en el sistema de inyección en la cantidad indicada por la relación de la división (la difusión molecular en esta parte del instrumento se hace muy pequeña).

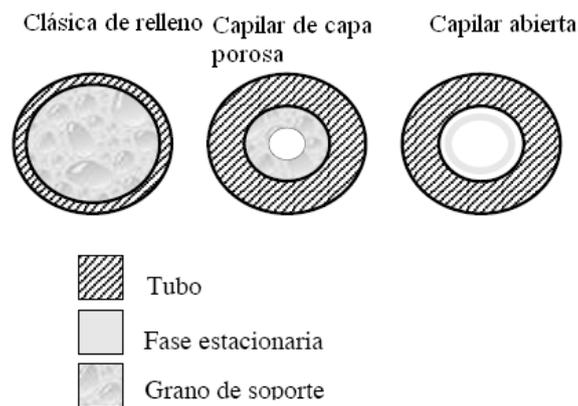


Figura 13. Tipos de columnas cromatográficas.⁹

2.3.6.1 Factores que disminuyen la eficacia de una columna:

- Longitud de la columna. Limita en cuanto a las velocidades lineales del gas portador, originando tiempos de análisis muy largos y sin mejorar la resolución.
- Diámetro de la columna. Más importante en columnas capilares abiertas, por la resistencia que opone la fase móvil a la transferencia de masas.
- Tamaño de partícula de relleno.
- Naturaleza de las fases. Fase estacionaria: no afecta. Gas portador: viscosidad y valores del coeficiente de difusión en la fase móvil.
- Cantidad de fase estacionaria. A menor cantidad mayor eficacia.
- Temperatura de la columna. Al aumentar esta disminuye la eficacia al afectar directamente en el coeficiente de reparto.
- Velocidad del gas portador. Una velocidad elevada es la óptima.
- Cantidad de muestra inyectada.

2.3.7 Detectores.

Los detectores son dispositivos que indican y miden los solutos en la corriente del gas acarreador, convirtiendo una señal no medible directamente en una señal elaborable de una propiedad física. Esta señal es elaborada por una

comparación entre el gas acarreador puro (blanco) y el mismo gas llevando cada uno de los componentes previamente separados en la columna, esto es traducido en una señal eléctrica que es amplificada y registrada al momento de salir de la columna.

Un buen detector es altamente sensible (sensibilidad), tiene una respuesta lineal (linealidad) sobre un amplio rango de concentración y es relativamente insensible a variaciones de flujo y temperatura (rango dinámico lineal).

Pueden ser clasificados por:

- **Grado de selectividad:** Universales que responden a la mayoría de los solutos; específicos-selectivos con respuesta a un grupo particular de sustancias.
- **Recuperación de la muestra:** En referencia a si la muestra es destruida o no.
- **Modo de respuesta:** Dependientes de el flujo de masa (cantidad de soluto independientemente de la cantidad de gas portador); dependientes de concentración (cantidad de soluto por unidad de volumen de gas portador).
- **Proceso de detección:** ionización; óptico-espectroscópico; electroquímico.

El detector más ampliamente utilizado es el detector de ionización de flama (FID).⁹

2.3.7.1 Detector de ionización a la flama (FID Flame Ionization Detector).

El FID consiste de una flama hidrógeno/aire y una placa colectora. La muestra (analito) que sale de la columna pasa a través de la flama, la cual rompe las moléculas orgánicas y produce iones. Los iones son colectados en un

electrodo parcial y produce una señal eléctrica. Es extremadamente sensible en un rango amplio dinámico. La única desventaja es que destruye la muestra. La muestra debe ser un combustible, el analito entra en la base del detector, se mezcla con el hidrógeno y entra a la flama. Hay compuestos con poca o nula respuesta al FID, compuesto como el NH₃, CS₂, Nox, CO, CO₂, O₂, H₂O, N₂, compuestos perhalogenados, etc.

La respuesta está basada en el número de carbonos y otros elementos tales como halógenos y el oxígeno presentes que reducen la combustión. Este es un método destructivo dependiente del flujo de masa, con selectividad para compuestos orgánicos, con un límite de detección de ~ 100pg/seg. Su modo de detección es debido a la producción de iones en una flama resultando en una corriente que puede ser medida (**Figura. 5**).⁹

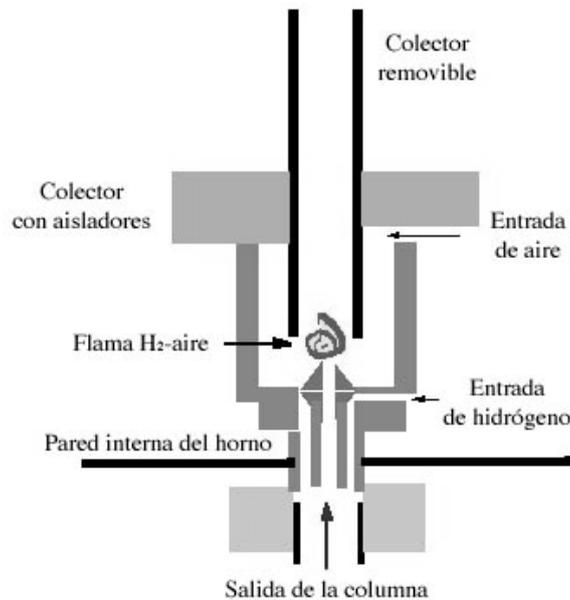


Figura 14. Detector de Ionización a la flama.

3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los materiales **Nic tone®**, **High Impact-45 Denture Acrylic®**, y **Acriethyl®** son resinas acrílicas termopolimerizables de uso cotidiano en la Ciudad de México para la elaboración de prótesis total; estas presentan indicaciones de uso especificadas por el fabricante, las cuales generalmente por descuido o ahorro de tiempo no se siguen, creando así técnicas erróneas de manipulación, sin saber en realidad cuál es el efecto en cuanto a la concentración de monómero residual que menciona la norma ISO1567:1999 para polímeros de bases de dentaduras¹⁰.

Por lo que se realizó un estudio comparativo, en el cual se cuantificó el monómero residual por medio de Cromatografía de Gases en especímenes de resinas acrílicas termopolimerizables elaboradas con los materiales **Nic tone®**, **High Impact-45 Denture Acrylic®** y **Acriethyl®** siguiendo las indicaciones del fabricante y especímenes elaborados con alteración en su tiempo y temperatura de polimerización.

4. JUSTIFICACIÓN

La información emitida sobre los materiales por las casas comerciales que los fabrican, ofrece panoramas parciales de los perfiles de cada material. Es decir, nos hablan sobre las bondades de su material y su supremacía sobre los otros; además de que solo justifican que la concentración de monómero residual de cada material está dentro de la norma ISO 1567:1999. (2.2% en fracción en masa como máximo para polímeros Tipo 1 Clasificación 1)¹⁰.

Por lo que los materiales para base de dentadura al tener alteración en la técnica de manipulación (tiempo y temperatura de polimerización) no sólo pueden variar sus propiedades físicas, lo que conllevaría al fracaso del tratamiento protésico elaborado, sino que al igual se debe considerar que están expuestos a sufrir alteración en la concentración de monómero residual.

Aunado a esto la información emitida por diversos laboratorios dentales comerciales, sobre el tiempo y la temperatura de polimerización empleados, ésta no puede ser considerada como veraz ya que ninguno de estos laboratorios evidenciará su técnica de trabajo. Así que en este estudio se tomaron como variables de temperatura y tiempo de polimerización los valores establecidos para la *técnica convencional, periodo corto de cocido terminal, periodo largo de cocido terminal*¹¹ (**Tabla 2**).

5. HIPÓTESIS

Los especímenes de resina acrílica **Nic tone**®, **High Impact-45 Denture Acrylic**® y **Acriethyl**®, elaborados bajo las indicaciones del fabricante presentarán concentraciones de monómero residual específicas, dentro de los valores establecidos por la norma ISO 1567:1999.

La alteración en el porcentaje de monómero residual está correlacionado con la modificación del tiempo y temperatura de procesado de las resinas acrílicas termopolimerizables, procesadas por la técnica convencional.

H₁ La alteración en el tiempo y temperatura de procesado puede provocar *aumento* en la concentración de monómero residual en las resinas acrílicas estudiadas.

H₂ La alteración en el tiempo y temperatura de procesado puede provocar *disminución* en la concentración de monómero residual en las resinas acrílicas estudiadas.

H₀ La alteración del tiempo y temperatura de procesado *no provocará* variación en la concentración de monómero residual en las resinas acrílicas estudiadas.

6. OBJETIVO GENERAL

Demostrar la importante relación que existe entre la concentración de monómero residual, tiempo y la temperatura de procesado de las resinas acrílicas termopolimerizables utilizadas para la fabricación de bases de dentaduras.

6.1 Objetivos específicos:

1. Cuantificar por medio de Cromatografía de Gases, la concentración de monómero residual en especímenes de resina acrílica **Nic tone®**, **High Impact-45 Denture Acrylic®** y **Acriethyl®**; elaborados bajo las indicaciones del fabricante.
2. Cuantificar por medio de Cromatografía de Gases, la concentración de monómero residual en especímenes de resina acrílica **Nic tone®**, **Impact-45 Denture Acrylic®** y **Acriethyl®**; elaborados mediante la alteración del tiempo y temperatura de procesado.
3. Comparar los resultados de la cuantificación del monómero residual, obtenidos de los especímenes fabricados conforme a las indicaciones del fabricante y los especímenes fabricados conforme a cada variación de tiempo y temperatura.

7. DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN

La investigación fue de carácter explicativo, longitudinal prospectivo y experimental abierto.

7.1. Variables Independientes.

- Tiempo de procesado experimental.
- Temperatura de procesado experimental.

METODO DE PROCESADO	PROCEDIMIENTO
Técnica de cada Fabricante	El tiempo y temperatura de polimerización se siguió dependiendo el instructivo de cada fabricante.
Técnica Convencional (M1)	Bajo presión hidráulica (6 bar) por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70°C.
Periodo Corto de Cocido Terminal (M2)	Bajo presión hidráulica (6 bar) por 15 min, después: polimerización en agua por 20 min a 70°C + 22 min a 92°C.
Periodo Largo de Cocido Terminal (M3)	Bajo presión hidráulica (6 bar) por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70°C + 3 h a 92°C.

Tabla 1 Método de preparación de los especímenes para su análisis.⁶

Las condiciones de procesamiento de cada fabricante se indican en la metodología descrita en las páginas 63 a 68. En cuanto a cada variable se utilizó la misma relación de monómero-polímero y condiciones de presión hidráulica indicadas por cada fabricante sólo se modificó el tiempo y la temperatura de polimerización.

7.2. Variables Dependientes.

- Concentración de monómero residual.

8. EQUIPO Y MATERIALES

- 1 bote de Acrílico (polvo) termopolimerizable **Nic tone®** (mcd dental, Zapopan, Jal. México).
- 1 frasco de Acrílico (líquido) termopolimerizable **Nic tone®** (mcd dental, Zapopan, Jal. México).
- 1 bote de Acrílico (polvo) termopolimerizable **Impact-45 Denture Acrylic®**. (Lang Dental Mfg. Co., Inc Wheeling, IL 60090-0969, USA).
- 1 frasco de Acrílico (líquido) termopolimerizable **Impact-45 Denture Acrylic®**. (Lang Dental Mfg. Co., Inc Wheeling, IL 60090-0969, USA).
- 1 bote de acrílico (polvo) termopolimerizable **Acriethil®** (Arias Comercializadora y Distribuidora Dental S. A. de C. V.).
- 1 frasco de acrílico (líquido) termopolimerizable **Acriethil®** (Arias Comercializadora y Distribuidora Dental S. A. de C. V.)
- Muflas metálicas
- Prensa para muflas
- Separador yeso acrílico
- Vaselina
- Yeso tipo III alta resistencia “MAGNUM” (Manufacturera Dental Continental S.A. de C.V.).
- Taza de hule

- Espátula para yeso
- Frasco de cristal
- Espátula para mezclar acrílicos
- Pincel
- Probeta
- Báscula
- Termómetro TAYLOR 6335 SAMA CT 25 USA
- Godete de vidrio
- Tijeras o bisturí
- Fresones
- Espátula de Lecrón
- Papel de lija de grano fino
- “Curing Unit” Hanau Engineering co. Inc. Ony USA

8.1. El equipo utilizado para la Cromatografía de Gases, especificado en la norma ISO 1567:1999.

- Agitadores magnéticos.
- Balanza analítica con exactitud de 0.1mg o más.
- Matraz aforado de vidrio, con capacidades de 5mL, 10mL, 1L.
- Pipetas volumétricas; con capacidad de 2mL, 3mL y 5mL.
- Propipeta
- Microjeringa de 100 μ L
- Microjeringa de 10 μ L.

8.2. Reactivos:

- Hidroquinona.
- Acetona (A) con grado de pureza HPLC.
- Tetrahidrofurano (THF) con grado de pureza HPLC.
- Metanol (CH₃OH) con grado de pureza HPLC.
- Estándar Interno (IS) Decano, con grado de pureza HPLC; el cual no interfirió con ningún componente de la solución muestra.

El equipo y los reactivos para la Cromatografía de Gases fueron proporcionados por el Laboratorio de Cromatografía del Departamento de Polímeros del Instituto de Investigación en Materiales de la UNAM.

8.3. Gases y condiciones de operación:

- **Cromatógrafo de Gases:** GC-2010 Shimadzu ® **Columna:** Tubo capilar **Stabilwax**® entrecruzada Carbowax-Polietilenglicol, de 30m de longitud y 0.53mm de diámetro interno. (Fabricada en USA por **Restek**®).
- **Acondicionamiento de la columna:** 6 a 10h bajo flujo de gas y a elevadas temperaturas.
- **Temperatura mínima de la columna:** 40°C
- **Temperatura máxima de la columna:** 260°C
- **Temperatura del inyector:** 220°C.
- **Temperatura del FID:** 220°C.
- **Portador de Gases:** Nitrógeno para la Cromatografía de Gases.
- **Gases de combustibles:** Hidrógeno y Aire para Cromatografía de Gases.

9. MUESTREO

- **Prueba de Cromatografía de gases:** 3 discos de 50 ± 1 mm de diámetro y 0.5 ± 0.1 mm de grosor.

9.1. Criterios De Inclusión.

Los materiales utilizados en este estudio: **Nic tone**®, **Impact-45 Denture Acrylic**® y **Acriethyl**®; los cuales cumplieron con los parámetros requeridos cuando se llevó a cabo la realización de la prueba de cuantificación de monómero residual por Cromatografía de Gases.

9.2. Criterios De Exclusión.

Todos aquellos materiales existentes en el mercado, utilizados para realizar bases de dentaduras y que no fueron incluidos en este estudio.

9.3. Criterios De Eliminación.

Todas aquellas muestras que no cumplieron con los parámetros en dimensiones y condiciones requeridos por la norma ISO 1567:1999, cuando se llevó a cabo la realización de la prueba de Cromatografía de Gases.

10. METODOLOGÍA

10.1 Métodos De Procesado De Cada Material.

Las muestras requeridas por la Norma ISO 1567:1999 para la prueba de cromatografía de gases, fueron 36 discos de 50 ± 1 mm de diámetro y 0.5 ± 0.1 mm de grosor.

10.1.1 Nic tone ® (mcd dental, Zapopan, Jal. México)¹²

Materiales y equipo necesario:

- Separador Yeso-Acrílico
- Gotero de vidrio
- Pincel
- Recipiente de vidrio con tapa
- Espátula de acero inoxidable
- Hojas de celofán o polietileno



Fotografía 1. Presentación comercial en monómero-polímero de la resina termocurable para base de dentadura Nic Tone®. Fuente directa

- 1. Preparación de la mufla.** Se enmufló con yeso dental tipo III un disco de cera calibrado y cortado al tamaño indicado, cuando el yeso fraguó se colocó el frasco en una cacerola con agua hirviendo. Después se separó la mufla y se quitó la cera con un chorro de una solución a base de detergente y agua hirviendo. Finalmente se enjuagó de toda la solución detergente excedente con agua hirviendo. Para poder continuar la mufla quedó libre de toda la cera, grasa y detergente. Se aplicaron tres capas de separador yeso-acrílico al registro que se obtuvo en la mufla; dejando un tiempo de secado entre cada capa de separador.
- 2. Mezcla.** Se agitó el frasco de polvo. Y se midió en probeta de vidrio separadamente la cantidad adecuada al caso en proporción 3:1¹² polvo y líquido. En un frasco seco y limpio de vidrio y boca ancha, se vertió primero el líquido, y luego el polvo. Se mezcló con una espátula de acero inoxidable en forma suave y continua el contenido durante 1 minuto. Se tapó el frasco evitando así las evaporaciones, se dejó reposar al medio ambiente durante 8 ó 9 minutos teniendo una temperatura ambiente de 20°C.
- 3. Empacado.** Antes de haber retirado el acrílico, se quitaron los residuos que no se integraron a la masa y que aparecieron en las paredes del frasco. Se sacó el preparado con la espátula y se amasó el producto con guantes de polietileno (evitando el contacto directo para no contaminarlo) durante 3 minutos. Se tomó un fragmento de la masa y se empacó por uno de los extremos de la muestra presionando con el pulgar y se agregaron fragmentos hasta completar el empacado manual.

Se prensó la mufla habiendo dejado previo intermedio entre modelo y acrílico una hoja de polietileno calibre 0.05mm ó preferentemente celofán húmedo. Se inició el prensado gradualmente permitiendo la expulsión libre de los excedentes, se retiró la mufla de la prensa se abrió, se recortaron los excedentes y se quitó el papel intermedio para después prensarla nuevamente con el máximo de presión manual posible como cerrado definitivo de la mufla.

4. **Curado.** Se metió la prensa-mufla, al agua a temperatura de 60°C durante 15 minutos, y posteriormente se subió a 75°C durante 15 minutos y a 95°C durante otros 60 minutos. Se dejó enfriar 30 minutos a temperatura ambiente y luego 15 minutos en agua fría.

10.1.2 Acriethyl® (Arias comercializadora y Distribuidora Dental S.A. de C.V.)¹³

Materiales y equipo necesario:

- Separador Yeso-Acrílico
- Gotero de vidrio
- Pincel
- Recipiente de vidrio con tapa
- Espátula de acero inoxidable
- Hojas de celofán o polietileno



Fotografía 2. Presentación comercial en monómero-polímero de la resina termocurable para base de dentadura Acriethyl®. Fuente directa

1. **Preparación de la mufla.** Se enmufló con yeso dental tipo III un disco de cera calibrado y cortado al tamaño indicado, cuando el yeso fraguó se colocó el frasco en una cacerola con agua hirviendo. Después se separó la mufla y se quitó la cera con un chorro de una solución a base de detergente y agua hirviendo. Finalmente se enjuagó toda la solución detergente excedente con agua hirviendo.

Para poder continuar la mufla debió quedar libre de toda la cera, grasa y detergente. Se aplicaron tres capas de separador yeso-acrílico al registro obtenido en la mufla; dejando un tiempo de secado entre cada capa de separador.

2. **Mezcla.** Se agitó el frasco de polvo. Y se midió en probeta de vidrio separadamente la cantidad adecuada al caso en proporción 2:1¹³ de polvo y líquido. En un frasco seco y limpio de vidrio y boca ancha, se vertió primero el líquido y luego el polvo. Se mezclaron con una espátula de acero inoxidable en forma suave y continua el contenido durante 1 minuto. Se tapó el frasco evitando así las evaporaciones, hasta obtener una consistencia de pasta.

3. **Empacado.** Antes de retirar el acrílico, se quitaron los residuos que no se integraron a la masa y que aparecieron en las paredes del frasco. Se sacó su preparado con la espátula y se amasó el producto con guantes de polietileno (evitando el contacto directo para no contaminarlo) hasta que la pasta tomó una masificación que al estirarse se pueda cortar, este fue el momento adecuado para colocarla en el molde. Se tomó un fragmento de la masa y se empacó por uno de los extremos de la muestra presionando con el pulgar, se agregaron fragmentos hasta completar el empacado manual.

Se prensó la mufla habiendo dejado previo intermedio entre modelo y acrílico una hoja de polietileno calibre 0.05mm ó preferentemente celofán húmedo. Se inició el prensado gradualmente permitiendo la expulsión libre de los excedentes se retiró la mufla de la prensa se abrió, se recortaron los excedentes y se quitó el papel intermedio para después prensarla nuevamente con el máximo de presión manual posible como cerrado definitivo de la mufla.

4. **Curado.** Se metió la prensa-mufla, al agua a temperatura de ebullición durante 15 a 20 minutos sin superar los 100°C a fin de que logre una consistencia adecuada. Se dejó enfriar 30 minutos a temperatura ambiente.

10.1.3 High Impact-45 Denture Acrylic® (Lang Dental Mfg. Co., Inc Wheeling, IL 60090-0969, USA) ¹⁴

Materiales y equipo necesario:

- Separador
- Gotero de vidrio
- Pincel
- Recipiente de vidrio con tapa
- Espátula de acero inoxidable
- Hojas de celofán o polietileno



Fotografía 3. Presentación comercial de la resina termocurable para base de dentadura High Impact-45 Denture Acrylic®. Fuente directa

1. **Preparación de la Mufla.** Se enmufió con yeso dental tipo III un disco de cera calibrado y cortado al tamaño indicado, cuando el yeso fraguó se colocó el frasco en una cacerola con agua hirviendo. Después se separó la mufla y se quitó la cera con un chorro de una solución a base de detergente y agua hirviendo. Finalmente se enjuagó de toda la solución detergente excedente con agua hirviendo.

Para poder continuar la mufla debió quedar libre de toda la cera, grasa y detergente. Se aplicaron tres capas de separador yeso-acrílico al registro obtenido en la mufla; dejando un tiempo de secado entre cada capa de separador.

2. **Mezcla.** Se vertió 10cc de líquido de High Impact-45 en el recipiente de vidrio con tapa; y después se agregaron 30cc de polvo de High Impact-45.¹⁴ Se revolvió con la espátula de acero inoxidable hasta obtener una mezcla homogénea; se cerró el recipiente y se dejó reaccionar por cinco minutos o hasta que la consistencia fuera plástica y no se pegara a la espátula. A partir de este punto el tiempo de trabajo de este material fue de 20 minutos.

3. **Empacado.** Antes de retirar el acrílico, se quitaron los residuos que no se integraron a la masa y que aparecieron en las paredes del frasco. Se sacó el preparado con la espátula y se amasó el producto con guantes de polietileno (se evitó el contacto directo para no contaminarlo) hasta que la pasta tomara una masificación que al estirarse pudiera cortarse, este fue el momento adecuado de colocarla en el molde. Se tomó un fragmento de la masa y se empacó por uno de los extremos de la muestra presionando con el pulgar, se agregaron fragmentos hasta completar el empacado manual. Se prensó la mufla habiendo dejado previo intermedio entre modelo y acrílico una hoja de polietileno calibre 0.05mm ó preferentemente celofán húmedo. Se inició el prensado gradualmente permitiendo la expulsión libre de los excedentes, se retiró la mufla de la prensa se abrió, se recortaron los excedentes y se quitó el papel intermedio para después prensarla nuevamente con el máximo de presión manual posible como cerrado definitivo de la mufla.

4. **Curado.** Se colocó la mufla en la prensa hidráulica. Después se dejó sobre el banco por un periodo de tiempo de 30 min. Una vez transcurrido este periodo de tiempo se sumergió la mufla en agua caliente manteniendo una temperatura de 74°C durante 60 minutos. Después de este tiempo, se elevó la temperatura hasta alcanzar la ebullición y se mantuvo así durante 30 minutos. Se sacó la mufla del agua y se dejó enfriar a temperatura ambiente durante 30 minutos antes de desenmufflar.



Fotografía 4. Preparación de la mufla con Yeso dental tipo III. Fuente directa.



Fotografía 4.1. Colocación del disco de cera calibrado a las medidas requeridas. Fuente directa.



Fotografía 4.2. Montaje de la contramufla y vertimiento de Yeso dental tipo III. Fuente directa.



Fotografía 4.3. Cerrado y prensado de la mufla mientras se produce la reacción de fraguado del yeso. Fuente directa.



Fotografía 4.4. Una vez fraguado el Yeso, la mufla se coloca en agua a temperatura de ebullición durante 10 minutos. Fuente directa.



Fotografía 4.5. Se separa la mufla y se quita la cera con un chorro de una solución a base de detergente y agua a temperatura de ebullición. Fuente directa.



Fotografía 4.6. Una vez eliminada la cera y el detergente se seca la mufla, para posteriormente aplicarle tres capas de separador yeso-acrílico. Fuente directa.



Fotografía 5. Se agita el frasco del polvo y se mide la cantidad adecuada en proporción 3:1, en el caso de la resina NicTone®. Fuente directa.



Fotografía 5.1. Se agita el frasco del polvo y se mide la cantidad adecuada en proporción 2:1, en el caso de la resina Acriethil®. Fuente directa.



Fotografía 5.2. Se agita el frasco del polvo y se mide la cantidad adecuada en proporción 3:1, en el caso de la resina High Impact-45 Denture Acrylic®. Fuente directa.



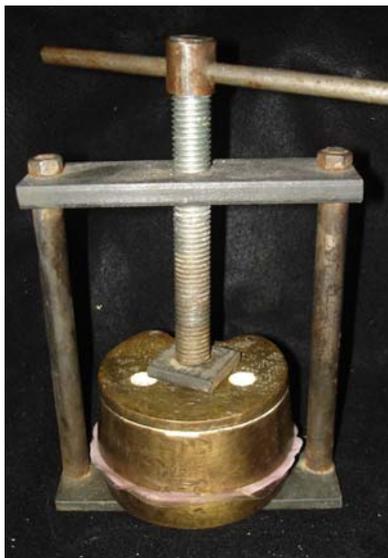
Fotografía 5.3. En un frasco seco y limpio de vidrio, se vierte primero el líquido y después el polvo. Este paso se aplica para las tres resinas comprendidas en este estudio. Fuente directa.



Fotografía 6. Se saca el preparado con espátula limpia y se amasa con guantes de polietileno para después empacarlo. ^{Fuente directa.}



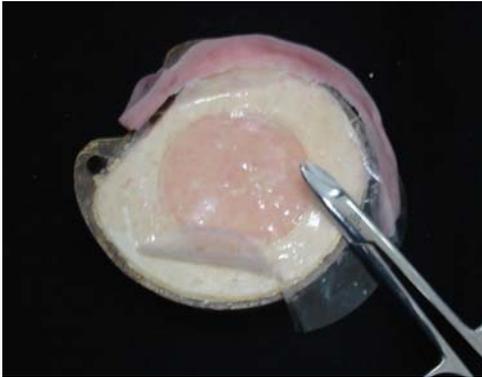
Fotografía 6.1. Se coloca una hoja de celofán húmeda previo al prensado. ^{Fuente directa.}



Fotografía 6.2. Se realiza el prensado gradualmente permitiendo que salgan los excedentes. ^{Fuente directa.}



Fotografía 6.3. Para los métodos de procesado M1, M2 y M3 se utiliza una prensa hidráulica. ^{Fuente directa}



Fotografía 6.4. Antes del prensado final se abre la mufla y se quita el papel celofán y se recortan los excedentes. Fuente directa



Fotografía 7. Una vez recortados los excedentes se lleva a cabo el cierre y prensado final para el caso del prensado manual se tomó como referencia la marca establecida en la cuerda del vástago de la prensa. Fuente directa.



Fotografía 7.1. Para los métodos de procesado M1, M2 y M3 se prensan durante 15 minutos a 6 bar de presión, para después sumergirlos en la unidad de curado. Fuente directa.



Fotografía 7.2. Una vez cerrada la mufla se introduce con todo y prensa a la unidad de curado. En los métodos de procesado M1, M2 y M3 después de los 15 minutos en la prensa hidráulica se cambiaron a la prensa manual marcada. Fuente directa



Fotografía 7.3. Una vez transcurrido el tiempo necesario se abre la mufla y se rescata el disco de acrílico, para después llevarlo al análisis cromatográfico. Fuente directa.

Se repitió el mismo procedimiento descrito para obtener los especímenes de los métodos de procesado que se utilizaron como variantes, lo único que cambio fue el tiempo y la temperatura de polimerización de acuerdo a tales métodos (M1, M2, M3).

10.2. Procedimiento para las prueba de Cromatografía de Gases contemplada en la norma ISO 1567:1999¹⁰.

Principio: La extracción del solvente de monómero de MMA de los materiales polimerizados para las bases de dentaduras fue extraído para ser cuantificado siguiendo el análisis de cromatografía de gases.

10.2.1. Procedimiento para la Preparación de las Soluciones Muestra para la Realización de la Curva de Calibración:

Soluciones:

- Solución de Acetona (A): Se pesó aproximadamente 0.02g de Hidroquinona (HQ) y se depositó en un matraz aforado de 1L. Después se agregó acetona hasta alcanzar un volumen de 1L.
- Solución de Metanol (B): Se pesó aproximadamente 0.02g de hidroquinona (HQ) y se depositó en un matraz aforado de capacidad de 1L. Después se agregó Metanol hasta alcanzar un volumen de 1L.
- Solución Metanol/Acetona ©: Se mezcló un volumen de 1 parte de la solución A y 4 partes del volumen de la solución B.

Soluciones muestra para calibración:

1. Se realizaron por lo menos cinco soluciones estándares con concentraciones de MMA entre aproximadamente 0.1% en fracción en masa hasta aproximadamente 6% en fracción en masa de las de piezas del espécimen.
2. Se prepararon soluciones calibradas de MMA con una masa aproximada de 6 mg, 60 mg, 150 mg, 300 mg y 400 mg de MMA, en matraces de 5 mL.

3. Se agregó la solución de Metanol/Acetona © hasta alcanzar un volumen total de 5mL.
4. Se transfirieron 100 μ L de cada solución calibrada en matraces separados de 10mL junto con 100 μ L de Estándar Interno (Decano) y solución de Metanol/Acetona © hasta que el volumen total sea de 10mL.
5. Se registró la masa de cada solución calibrada y se calcularon 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 puntos de calibraciones.

10.2.2 Procedimiento para la Preparación y Caracterización de las Soluciones Muestra:

- Se prepararon tres especímenes de tres mezclas distintas con las medidas mencionadas. Los especímenes se mantuvieron en el laboratorio en un ambiente obscuro ($23\pm 2^{\circ}\text{C}$ y $50\pm 10\%$ de humedad), por $24\pm 5\text{h}$ previo a la preparación de la solución muestra.

NOTA: Si los especímenes son almacenados en refrigeración el contenido de MMA residual permanecerá constante por días. Si los especímenes son almacenados en congelación (por debajo de -18°C) el contenido de MMA residual permanecerá constante por meses.

- Preparación de la solución muestra: Se analizaron tres soluciones muestra de cada espécimen de prueba, dando un total de nueve soluciones muestra.
 1. Se pulverizó cada disco espécimen en piezas lo suficientemente pequeñas que pudieron pasar a través del cuello del matraz aforado de 10mL. **(Fotografía 8).**



Fotografía 8. Fuente directa.

2. La masa de la muestra fue aproximadamente de 650mg y fueron introducidas en matraces separados. Las masas fueron pesadas fuera del matraz con la ayuda de la balanza analítica y se registraron y etiquetaron cada una de las soluciones muestra. **(Fotografía 9).**



Fotografía 9. Fuente directa

3. Se agregó el Tetrahidrofurano (THF) al matraz hasta que el volumen fue de 10mL **(Fotografía 10)**. Se introdujo a cada matraz un agitador magnético y cada solución muestra se agitó durante 72 ± 2 h a temperatura ambiente **(Fotografía 11)**.



Fotografía 10. Fuente directa



Fotografía 11. Fuente directa

4. Después de que se diluyó cada solución (**Fotografía 12**), se usó una pipeta volumétrica para transferir 2mL de cada una de las soluciones muestra disueltas a matraces de 10mL (**Fotografía 13**). A estos matraces se les agregó 100 μ L de Estándar Interno (Decano) (**Fotografía 14**); después se agregó Metanol hasta aforar a 10mL para provocar la precipitación del polímero (**Fotografía 15**). Se dejó reposar la solución durante un día hasta que estuviera totalmente clara.



Fotografía 12. Fuente directa.



Fotografía 13. Fuente directa.



Fotografía 14. Fuente directa.



Fotografía 15. Fuente directa.

5. Después de que pasó un día se comenzó a realizar el análisis cromatográfico de cada solución muestra; para hacer esto se agitó manualmente el matraz para después tomar $1.3\mu\text{L}$ con ayuda de la microjeringa de $10\mu\text{L}$ (**Fotografía 16**); la cantidad obtenida se inyectó al Cromatógrafo de Gases (**Fotografía 17**).



Fotografía 16. Fuente directa



Fotografía 17. Fuente directa

Este debe tener una rampa de temperatura de las siguientes características:

Incremento de Temperatura	Temperatura	Tiempo
0	40°C	4min
30°C/min	220°C	2min

Tabla 1. Características de la rampa de temperatura para el Cromatógrafo de Gases.

Y el tiempo de corrida para cada inyección fue de 12 minutos.

10.2.3. Evaluación de los picos de la Cromatografía de Gases:

La relación de tiempos de retención de Metacrilato de metilo y del Decano fue obtenida. Los valores exactos pudieron variar de acuerdo a la edad de la columna y otros parámetros de la cromatografía de gases.

10.2.4. Cálculo y Expresión de Resultados de la Curva de Calibración:

- Medidas de precisión: La correlación del coeficiente de la calibración de la gráfica por la regresión lineal 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 ($^{\circ}$ MMA) por mililitro de solución muestra.

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

$${}^mMMA = \left[{}^cMMA (\mu g / mL) \times \frac{10(mL)^{a)}}{2(mL)} \times 10(mL)^{b)} \right] \mu g$$

- Para realizar la precipitación del polímero disuelto, la solución de metanol es agregada a 2mL de la solución muestra y 100 μ L de la solución de Estándar Interno, 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.
- El volumen de solución muestra original será de 10mL.

$$\text{Monómero residual (\% fracción en Masa)} = \left[\frac{{}^mMMA}{{}^m\text{muestra}} \right] 100$$

Donde ${}^m\text{muestra}$ = es la masa de la muestra dada en microgramos.

11. EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS:

Se realizaron tres discos para cada grupo de estudio, estos discos se clasificaron por letras para su registro (A, B, y C); y para poder analizar cada uno de los discos por medio de la Cromatografía de Gases se llevan a cabo tres inyecciones por disco dando un total de 9 inyecciones por grupo, y a esto se denominó como muestras (9 muestras).

El primer grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **Acriethyl®** siguiendo como método de procedimiento el indicado por el fabricante: polimerización en agua a temperatura de ebullición durante 15 a 20 minutos sin superar los 100°C; y se denominó como Acriethyl Fab. para su registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Acriethyl Fab A 01	0,382344475
Acriethyl Fab A 02	0,415706601
Acriethyl Fab A 03	0,415706601
Acriethyl Fab B 01	0,369130696
Acriethyl Fab B 02	0,349928060
Acriethyl Fab B 03	0,349928060
Acriethyl Fab C 01	0,364338230
Acriethyl Fab C 02	0,371077061
Acriethyl Fab C 03	0,380064882
PROMEDIO	0,377580518

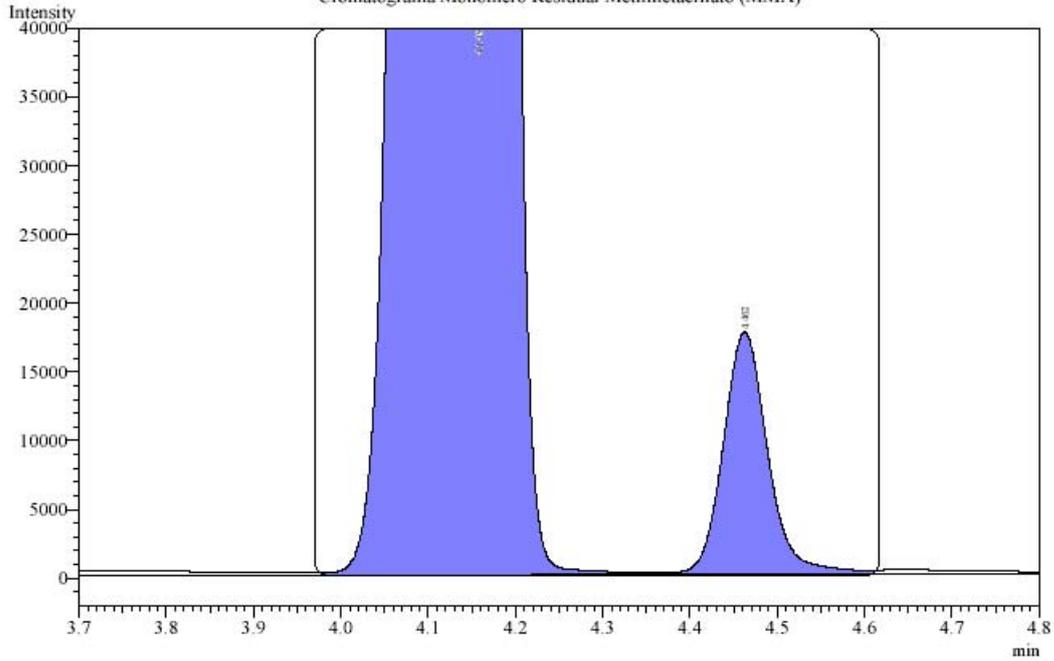
Tabla 1. Resultados del Grupo Acriethyl con Tiempo y Temperatura indicados por el Fabricante.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 1/31/2008 7:03:46 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Acriethyl Fab C 013108 03
 Identificación de Muestra : Fabricante
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Acriethyl Fab C 01310
 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	1.352	696	1788	0.000	
2	1.788	1431	2703	0.000	
3	2.084	1599	4648	0.000	
4	2.203	471	1133	0.000	
5	2.347	36568055	90562758	0.000	
6	2.815	37292616	208796169	0.000	
7	3.018	77738	300033	0.000	
8	3.200	1047	2883	0.000	
9	3.268	1366	4659	0.000	
10	3.489	6762	27466	0.000	
11	4.145	1609051	6380320	0.000 %	
12	4.462	17496	66474	0.485 %	
13	4.979	2230	5852	0.000	

Cromatograma Original 1. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Acriethyl Fab.

El segundo grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **Acriethyl®** siguiendo como método de procedimiento la primer variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70°C (**M1**) y lo denomine como Acriethyl 9h para su registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Acriethyl 9h A 01	0,029451453
Acriethyl 9h A 02	0,026803759
Acriethyl 9h A 03	0,017321020
Acriethyl 9h A 04	0,009759813
Acriethyl 9h A 05	0,023780255
Acriethyl 9h B 01*	0,055390683
Acriethyl 9h B 02	0,070209270
Acriethyl 9h B 03	0,069291662
Acriethyl 9h B 04	0,070937415
Acriethyl 9h C 01	0,097181743
Acriethyl 9h C 02	0,076840036
Acriethyl 9h C 03	0,095645811
PROMEDIO	0,053551077
PROMEDIO DE LA SELECCIÓN	0,061520241

Tabla 2. Resultados del Grupo Acriethyl con Tiempo y Temperatura M1. El valor marcado (*) fue eliminado para realizar el análisis de varianza ANOVA.

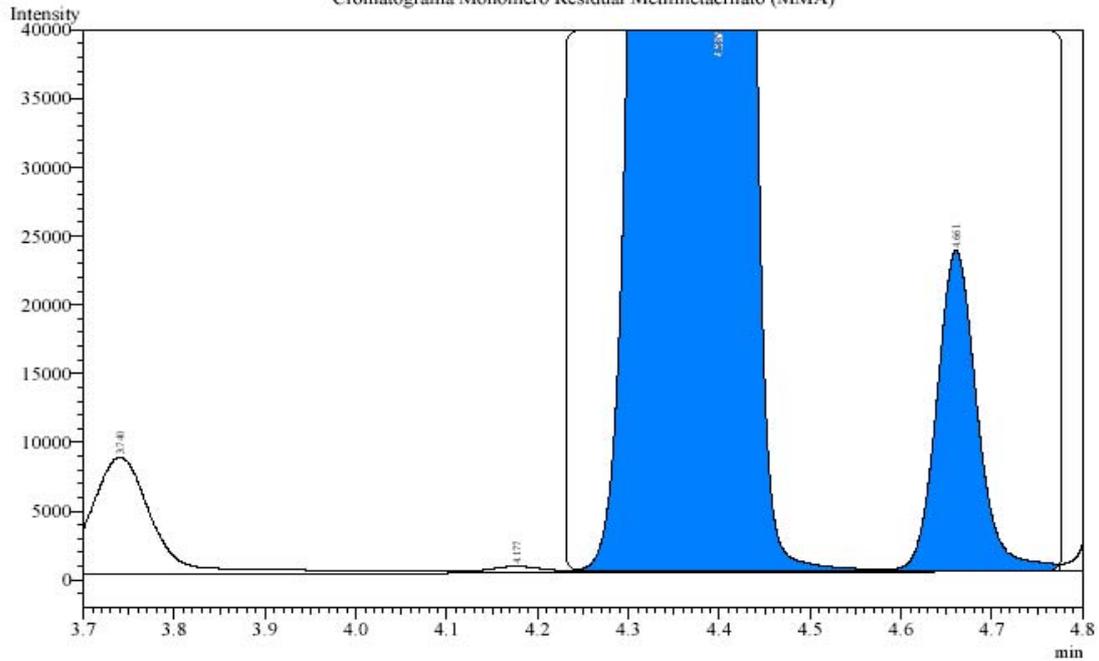
Se puede observar que del disco A se registraron 5 inyecciones, y del disco B 4 inyecciones, esto fue debido a que los resultados obtenidos tenían una variación considerable, lo cual se concluyó que era un error en la técnica de inyección al cromatógrafo y radicaba en la intensidad y número de veces en la que se agitaba el matraz con la disolución previo a la recolección de los 1.3 µL. Posteriormente se seleccionaron los resultados eficaces para obtener el total de muestras requeridas.



Informacion Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 4/11/2008 7:51:29 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Acriethyl 9h B 04
 Identificacion de Muestra : Convencional
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Acriethyl 9h B 04.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	1.417	1542	4310	0.000
2	1.529	532	1092	0.000
3	1.901	2829	5401	0.000
4	2.045	566	1696	0.000
5	2.170	969	1908	0.000
6	2.219	1408	3851	0.000
7	2.345	747	1996	0.000
8	2.507	48848959	120796316	0.000
9	3.035	41679601	290106653	0.000
10	3.221	49006	214194	0.000
11	3.425	2498	6871	0.000
12	3.502	1572	5473	0.000
13	3.740	8510	44262	0.000
14	4.177	483	2152	0.000 %
15	4.385	2148425	787555730429.814	%
16	4.661	23290	72679.1664.668	%

Cromatograma Original 2. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Acriethyl 9h(M1).

El tercer grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **Acriethyl®** siguiendo como método de procedimiento la segunda variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 20 min a 70°C + 22 min a 92°C. (**M2**) y se denominó como Acriethyl 42min. para una mejor diferenciación y registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Acriethyl 42min A 01	0,093005880
Acriethyl 42min A 02	0,083691689
Acriethyl 42min A 03	0,084498955
Acriethyl 42min B 01	0,086273006
Acriethyl 42min B 02	0,079847382
Acriethyl 42min B 03	0,095107718
Acriethyl 42min C 01	0,128110758
Acriethyl 42min C 02	0,096272749
Acriethyl 42min C 03*	0,088550859
Acriethyl 42min C 04	0,103619822
PROMEDIO	0,093897882
PROMEDIO DE LA SELECCIÓN	0,094491996

Tabla 3. Resultados del Grupo Acriethyl con Tiempo y Temperatura M2. El valor marcado (*) fue eliminado para realizar el análisis de varianza ANOVA.

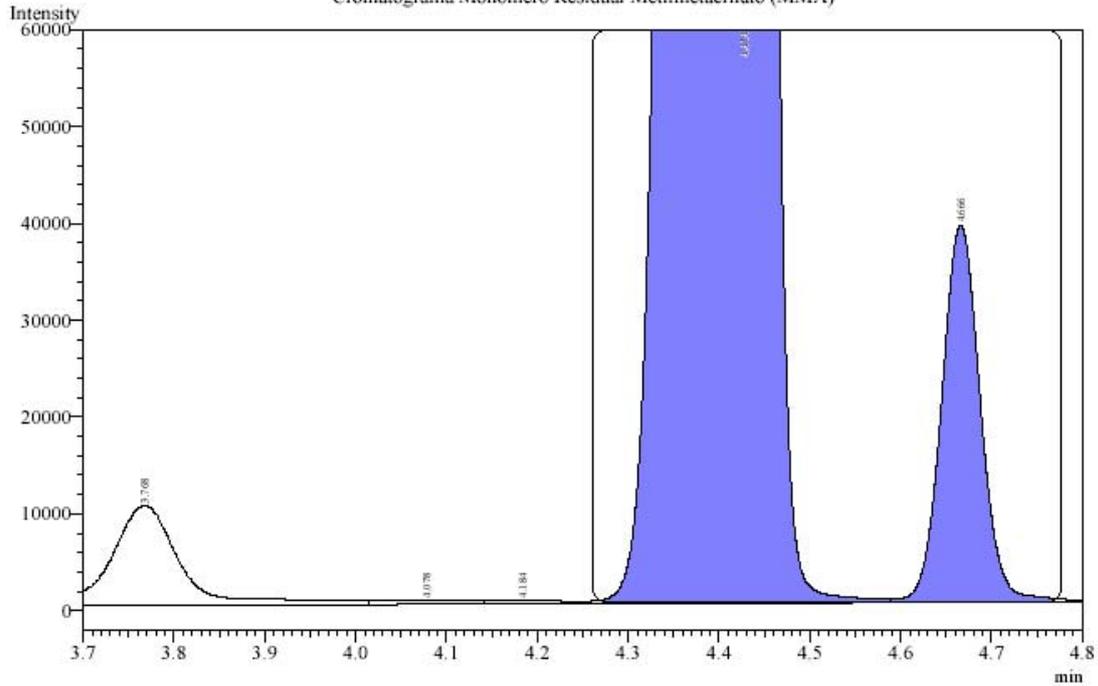
Se puede observar que del disco C se registraron 4 inyecciones, esto fue debido a que los resultados obtenidos tenían una variación considerable, lo cual se concluyó que era un error en la técnica de inyección al cromatógrafo y radicaba en la intensidad y número de veces en la que se agitaba el matraz con la disolución previo a la recolección de los 1.3 µL. Posteriormente se seleccionaron los resultados eficaces para obtener el total de muestras requeridas.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 5/8/2008 1:29:10 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Acriethyl 42min A 01
 Identificación de Muestra : Acriethyl
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Acriethyl 42min A 01.
 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	1.915	862	1711	0.000	
2	2.065	398	1149	0.000	
3	2.235	2569	7015	0.000	
4	2.527	61105231	157035143	0.000	
5	3.059	43910750	329430710	0.000	
6	3.232	63934	288804	0.000	
7	3.439	2990	7988	0.000	
8	3.527	1814	6404	0.000	
9	3.768	10272	54532	0.000	
10	4.078	450	3056	0.000 %	
11	4.184	408	2211	0.000	
12	4.414	2378377	9588385	14644.800 %	
13	4.666	38878	115931	1869.773 %	

Cromatograma Original 3. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Acriethyl 42min (M2).

El cuarto grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **Acriethyl®** siguiendo como método de procedimiento la tercera variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70°C + 3 h a 92°C. (**M3**) y se denominó como Acriethyl 12h para una mejor diferenciación y registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

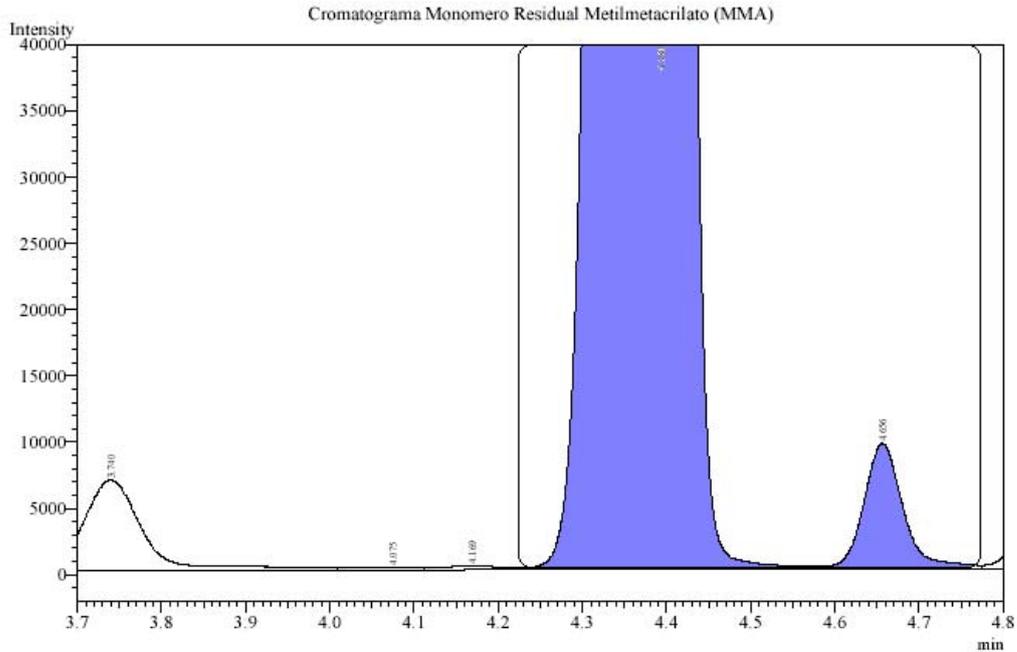
GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Acriethyl 12h A 01	0,043146464
Acriethyl 12h A 02	0,052511171
Acriethyl 12h A 03	0,042650103
Acriethyl 12h B 01	0,031414913
Acriethyl 12h B 02	0,029989010
Acriethyl 12h B 03	0,036937638
Acriethyl 12h C 01	0,029588834
Acriethyl 12h C 02	0,028224686
Acriethyl 12h C 03	0,031162138
PROMEDIO	0,036180551

Tabla 4. Resultados del Grupo Acriethyl con Tiempo y Temperatura M3.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 4/18/2008 2:12:54 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Acriethyl 12h B 03
 Identificación de Muestra : Convencional
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Acriethyl 12h B 03.gcc
 Nombre del Metodo : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Monomero Residual PMMA Cu



Picos del Analito - Channel 1

# Pico	Tiempo Ret.	Altura	Area	Conc.	1
1	1.423	641	2094	0.000	
2	1.906	910	1875	0.000	
3	2.052	326	1012	0.000	
4	2.224	1502	4505	0.000	
5	2.348	438	1115	0.000	
6	2.508	43687397	108208330	0.000	
7	3.016	37560252	238117120	0.000	
8	3.222	31892	130860	0.000	
9	3.418	3935	14891	0.000	
10	3.501	2423	14442	0.000	
11	3.740	6818	35334	0.000	
12	4.075	210	1243	0.000	
13	4.169	301	1539	0.000 %	
14	4.380	1736965	6431411	8029.643 %	
15	4.656	9426	30888	989.483 %	

Cromatograma Original 4. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Acriethyl 12h (M3).

El quinto grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **Nic tone®** siguiendo como método de procedimiento el indicado por el fabricante: polimerización en agua a temperatura de 60°C durante 15 minutos, y posteriormente se subió la temperatura a 75°C durante 15 minutos y después a 95°C durante otros 60 minutos. Dejando enfriar 30 minutos a temperatura ambiente y luego 15 minutos en agua fría; y se denominó como Nictone Fab. para su registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Nictone Fab A 01	0,043384676
Nictone Fab A 02	0,044268740
Nictone Fab A 03	0,044268740
Nictone Fab B 01	0,046752934
Nictone Fab B 02	0,056941889
Nictone Fab B 03	0,057590377
Nictone Fab C 01	0,048115728
Nictone Fab C 02	0,046353487
Nictone Fab C 03	0,046172564
PROMEDIO	0,048205460

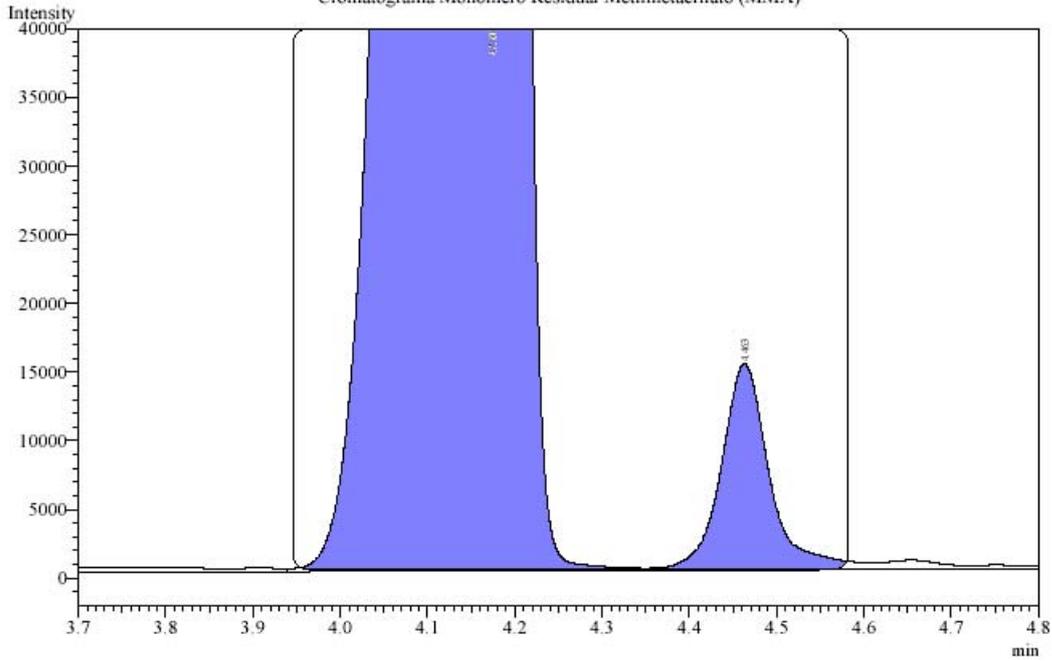
Tabla 5. Resultados del Grupo Nic tone con Tiempo y Temperatura indicados por el Fabricante.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 2/26/2008 3:12:48 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Nictone Fab C 01
 Identificación de Muestra : Nictone Fab
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Nictone 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	1.310	456	1449	0.000	
2	1.760	2511	5145	0.000	
3	1.898	425	1048	0.000	
4	2.058	2559	7102	0.000	
5	2.331	56776920	147689066	0.000	
6	2.830	44275869	309006264	0.000	
7	3.001	102093	376589	0.000	
8	3.196	6060	21966	0.000	
9	3.258	3688	17674	0.000	
10	3.485	10924	59288	0.000	
11	4.160	2337394	10320338	0.000 %	
12	4.463	14919	64594	0.309 %	
13	4.982	4231	12115	0.000	

Cromatograma Original 5. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Nic tone Fab.

El sexto grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **Nic tone®** siguiendo como método de procedimiento la primer variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70°C (**M1**) y se denominó como Nictone 9h para su registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Nictone 9h A 01	0,020316823
Nictone 9h A 02	0,032970170
Nictone 9h A 03	0,022830028
Nictone 9h B 01	0,093781454
Nictone 9h B 02	0,033825020
Nictone 9h B 03	0,030726583
Nictone 9h C 01	0,038268136
Nictone 9h C 02	0,033554448
Nictone 9h C 03*	0,025063758
Nictone 9h C 04	0,041648109
PROMEDIO	0,037298453
PROMEDIO DE LA SELECCIÓN	0,038657863

Tabla 6. Resultados del Grupo Nic tone con Tiempo y Temperatura M1. El valor marcado (*) fue eliminado para realizar el análisis de varianza ANOVA.

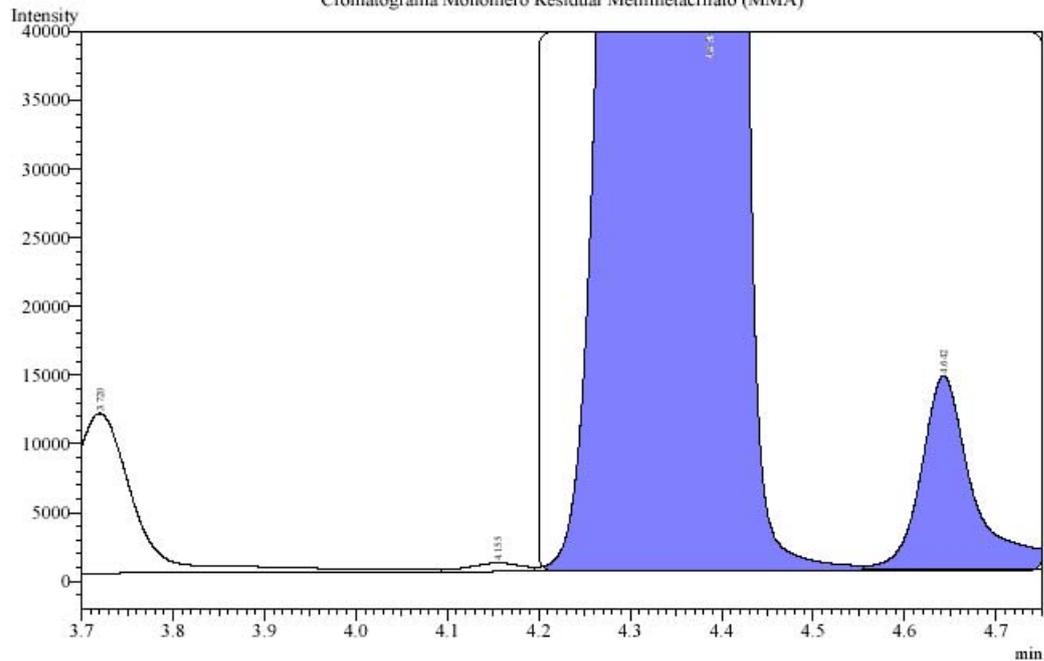
Se puede observar que del disco C se registraron 4 inyecciones, esto fue debido a que los resultados obtenidos en este disco tenían una variación considerable, lo cual se concluyó que era un error en la técnica de inyección al cromatógrafo y radicaba en la intensidad y número de veces en la que se agitaba el matraz con la disolución previo a la recolección de los 1.3 µL. Posteriormente se seleccionaron los resultados eficaces para obtener el total de muestras requeridas.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 4/11/2008 3:43:19 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Nictone 9h C 01
 Identificación de Muestra : Convencional
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Nictone 9h 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	1.418	1285	3846	0.000	
2	1.532	530	1237	0.000	
3	1.894	2087	4276	0.000	
4	2.037	672	1891	0.000	
5	2.160	7986	21912	0.000	
6	2.500	64761012	168171835	0.000	
7	3.044	47063748	381861789	0.000	
8	3.202	50765	247009	0.000	
9	3.413	1443	3991	0.000	
10	3.482	2182	8082	0.000	
11	3.720	11567	61632	0.000	
12	4.155	619	2502	0.000 %	
13	4.373	283205	11172228	30083.320 %	
14	4.642	14063	55623	1095.726 %	

Cromatograma Original 6. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Nictone 9h (M1).

El séptimo grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **Nic tone®** siguiendo como método de procedimiento la segunda variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 20 min a 70°C + 22 min a 92°C. (**M2**) y se denominó como Nictone 42min. para una mejor diferenciación y registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Nictone 42 min A 01	0,058388041
Nictone 42 min A 02	0,063499565
Nictone 42 min A 03	0,065352946
Nictone 42 min B 01	0,072629325
Nictone 42 min B 02	0,075844875
Nictone 42 min B 03	0,074314328
Nictone 42 min C 01	0,058680408
Nictone 42 min C 02	0,055356033
Nictone 42 min C 03*	0,049831196
Nictone 42 min C 04	0,057266320
PROMEDIO	0,063116304
PROMEDIO DE LA SELECCIÓN	0,064592427

Tabla 7. Resultados del Grupo Nic tone con Tiempo y Temperatura M2. El valor marcado (*) fue eliminado para realizar el análisis de varianza ANOVA.

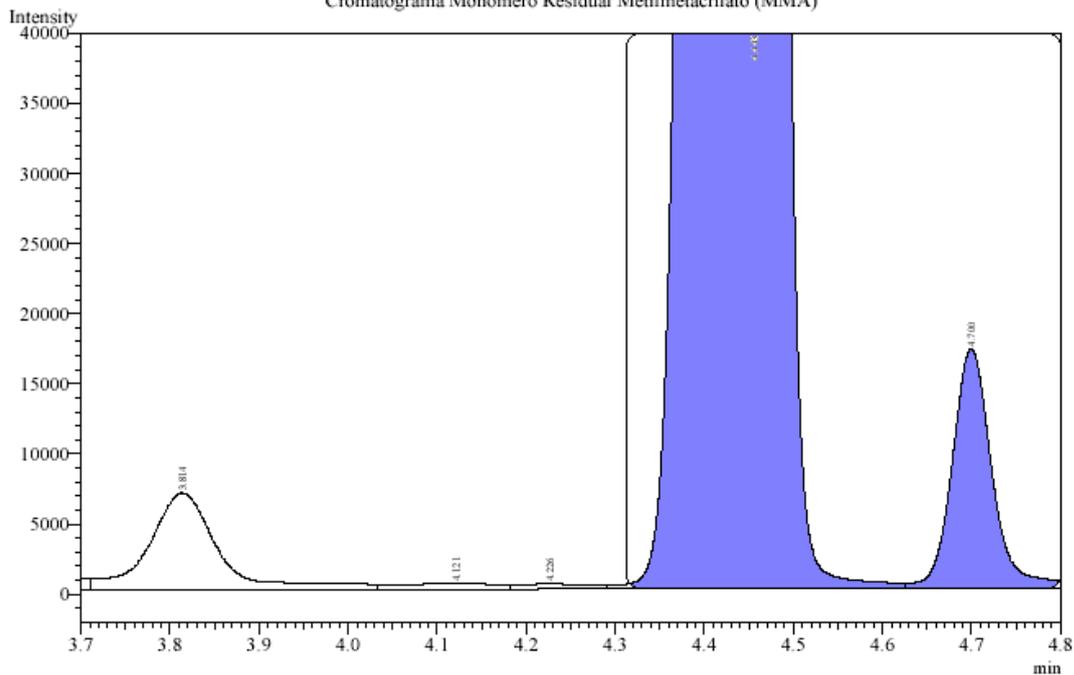
Se puede observar que del disco B se registraron 4 inyecciones, esto fue debido a que los resultados obtenidos en este disco tenían una variación considerable, lo cual se concluyó que era un error en la técnica de inyección al cromatógrafo. Posteriormente se seleccionaron los resultados eficaces para obtener el total de muestras requeridas.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 5/8/2008 6:00:26 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Nictone 42min A 02
 Identificación de Muestra : Nictone
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Nictone 42min A 02.g
 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.	U
1	1.948	553	1011	0.000	
2	2.269	1746	4733	0.000	
3	2.556	39911744	95543899	0.000	
4	3.063	35959785	218744641	0.000	
5	3.276	34550	140677	0.000	
6	3.473	3651	15022	0.000	
7	3.570	2641	17848	0.000	
8	3.814	6902	37802	0.000	
9	4.121	409	3334	0.000 %	
10	4.226	365	2068	0.000	
11	4.443	1823000	6431088	35085.837 %	
12	4.700	16974	53103	785.004 %	
13	4.878	353	1770	0.000	

Cromatograma Original 7. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Nictone 42min (M2).

El octavo grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **Nic tone®** siguiendo como método de procedimiento la tercera variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70°C + 3 h a 92°C. (**M3**) y se denominó como Nictone 12h para una mejor diferenciación y registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Nictone 12h A 01	0,033309081
Nictone 12h A 02	0,029408367
Nictone 12h A 03	0,031496816
Nictone 12h B 01*	0,022972148
Nictone 12h B 02	0,031027536
Nictone 12h B 03	0,031380757
Nictone 12h B 04	0,024961002
Nictone 12 C 01	0,034684078
Nictone 12 C 02	0,025225542
Nictone 12 C 03	0,034028882
PROMEDIO	0,029849421
PROMEDIO DE LA SELECCIÓN	0,030613562

Tabla 8. Resultados del Grupo Nic tone con Tiempo y Temperatura M3. El valor marcado (*) fue eliminado para realizar el análisis de varianza ANOVA.

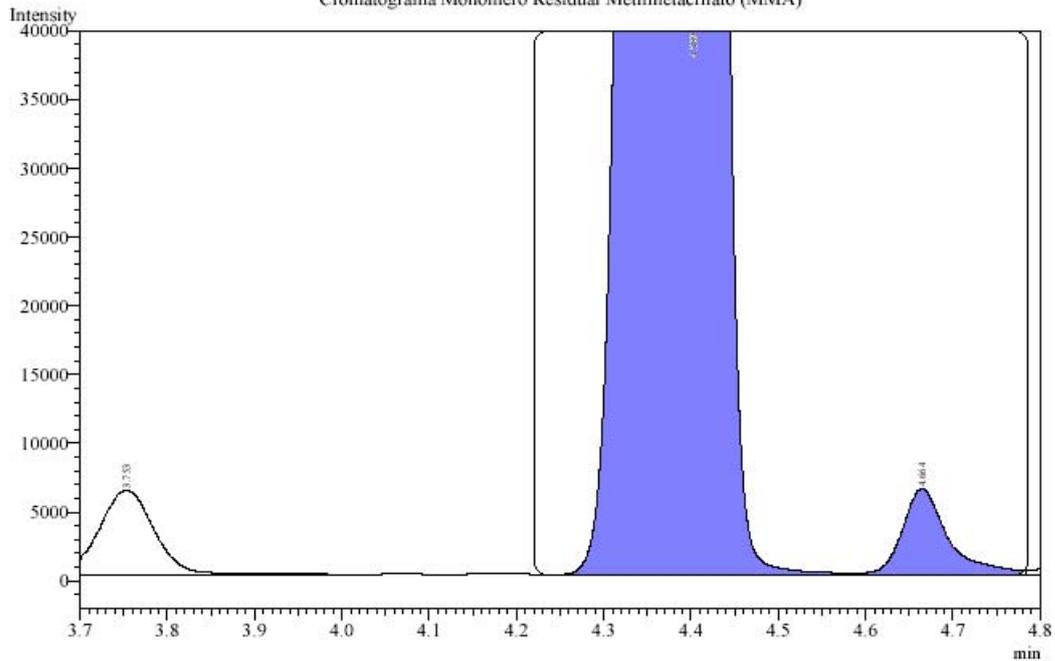
Se puede observar que del disco C se registraron 4 inyecciones, esto fue debido a que los resultados obtenidos en este disco tenían una variación considerable, lo cual se concluyó que era un error en la técnica de inyección al cromatógrafo. Posteriormente se seleccionaron los resultados eficaces para obtener el total de muestras requeridas.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 4/18/2008 3:52:22 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Nictone 12h A 02
 Identificación de Muestra : Convencional
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Nictone 12h A 02.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	1.445	843	2274	0.000	
2	1.924	959	1703	0.000	
3	2.240	1438	4078	0.000	
4	2.522	37233233	88395541	0.000	
5	3.014	34467919	196560428	0.000	
6	3.236	30402	129543	0.000	
7	3.428	1373	3707	0.000	
8	3.515	1328	4682	0.000	
9	3.753	6160	28460	0.000	
10	4.389	1652478	5990285	0.000	%
11	4.664	6202	22919	0.000	%
12	4.843	4899	14687	0.000	
13	5.143	556	1446	0.000	

Cromatograma Original 8. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Nictone 12h (M3).

El noveno grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **High Impact-45 Denture Acrylic®** siguiendo como método de procedimiento el indicado por el fabricante: polimerización en banco por un periodo de tiempo de 30 min. Polimerización en agua caliente a una temperatura de 74°C durante 60 minutos. Después se elevó la temperatura hasta alcanzar la ebullición y se mantuvo así durante 30 minutos. Dejando enfriar a temperatura ambiente durante 30 minutos; y se denominó como Lang Fab. para su registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

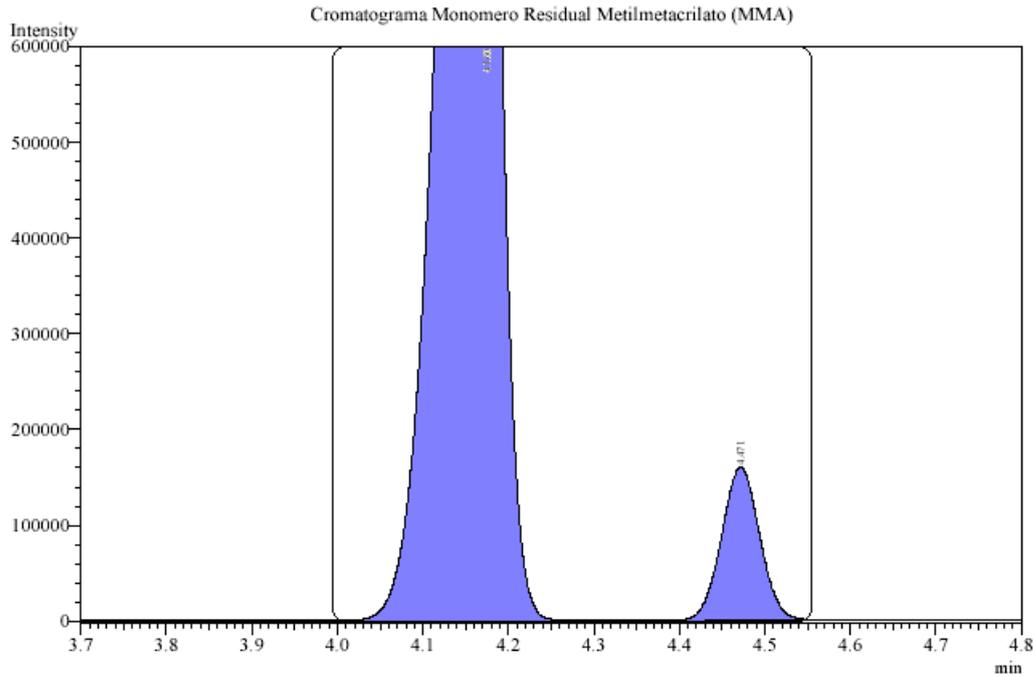
GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Lang Fab A 01	0,529618000
Lang Fab A 02	0,523847990
Lang Fab A 03	0,523847990
Lang Fab B 01	0,701555256
Lang Fab B 02	0,697440306
Lang Fab B 03	0,697440306
Lang Fab C 01	0,553435352
Lang Fab C 02	0,487766165
Lang Fab C 03	0,480288719
PROMEDIO	0,577248898

Tabla 9. Resultados del Grupo Lang con Tiempo y Temperatura indicados por el Fabricante.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 2/22/2008 2:07:31 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Lang Fab C 022108 01
 Identificación de Muestra : Lang Fabricante
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Lang Fab C 022108 01
 Nombre del Metodo : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Monomero Residual PMMA Cu



Picos del Analito - Channel 1					
# Pico	Tiempo Ret.	Altura	Area	Conc.	1
1	1.353	665	1719	0.000	
2	1.794	2365	4367	0.000	
3	1.932	400	1123	0.000	
4	2.090	2223	6023	0.000	
5	2.208	671	1573	0.000	
6	2.358	48393617	118595890	0.000	
7	2.846	42473321	275397404	0.000	
8	3.027	86279	339268	0.000	
9	3.216	1923	5303	0.000	
10	3.280	1397	4564	0.000	
11	3.503	7116	28744	0.000	
12	4.160	1697928	7074323	0.000	%
13	4.471	159746	509130	3.547	%

Cromatograma Original 9. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Lang Fab.

El décimo grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **High Impact-45 Denture Acrylic®** siguiendo como método de procedimiento la primer variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70°C (**M1**) y se denominó como Lang 9h para su registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Lang 9h A 01	0,650532581
Lang 9h A 02	0,677475750
Lang 9h A 03	0,629745107
Lang 9h B 01	0,788028329
Lang 9h B 02	0,758829284
Lang 9h B 03	0,708136703
Lang 9h C 01	0,803317941
Lang 9h C 02	0,744861006
Lang 9h C 03	0,790287835
PROMEDIO	0,727912726

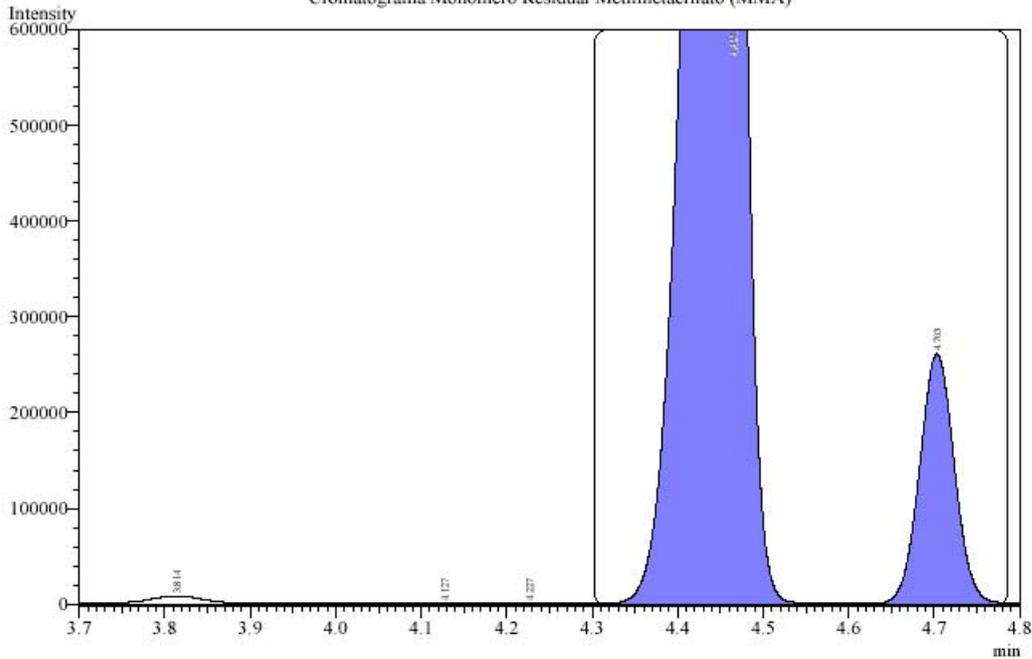
Tabla 10. Resultados del Grupo Lang con Tiempo y Temperatura M1.



Informacion Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 5/23/2008 1:13:02 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Lang 9h B 03
 Identificacion de Muestra : Lang 9 horas
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Lang 9h B 03.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	2.258	1940	5257	0.000	
2	2.547	40135916	99874689	0.000	
3	3.055	35912408	226396828	0.000	
4	3.272	31590	150387	0.000	
5	3.470	1294	3438	0.000	
6	3.569	1491	5569	0.000	
7	3.814	8220	42487	0.000	
8	4.127	370	2827	0.000 %	
9	4.227	335	1998	0.000	
10	4.451	2234643	8105902	11.311	440 %
11	4.703	280356	746785	3.018	823 %
12	5.176	674	1695	0.000	
13	6.787	957	2434	0.000	

Cromatograma Original 10. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Lang 9h (M1).

El decimoprimer grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **High Impact-45 Denture Acrylic®** siguiendo como método de procedimiento la segunda variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 20 min a 70°C + 22 min a 92°C. (**M2**) y se denominó como Lang 42min. para una mejor diferenciación y registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Lang 42min A 01	0,792461768
Lang 42min A 02	0,706289645
Lang 42min A 03	0,702202234
Lang 42min B 01	0,600493611
Lang 42min B 02	0,759296184
Lang 42min B 03	0,608625821
Lang 42min B 04*	0,592940368
Lang 42min C 01	0,654280209
Lang 42min C 02	0,759881091
Lang 42min C 03	0,660626853
PROMEDIO	0,683709779
TOTAL	0,693795269

Tabla 11. Resultados del Grupo Lang con Tiempo y Temperatura M2. El valor marcado (*) fue eliminado para realizar el análisis de varianza ANOVA.

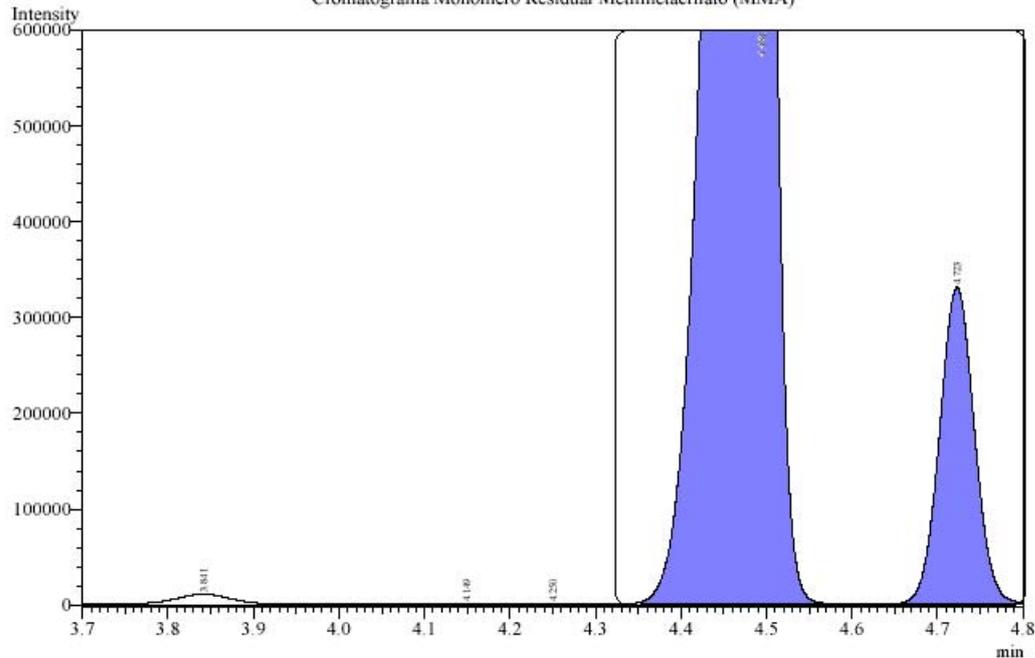
Se puede observar que del disco B se registraron 4 inyecciones, esto fue debido a que los resultados obtenidos en este disco tenían una variación considerable, lo cual se concluyó que era un error en la técnica de inyección al cromatógrafo. Posteriormente se seleccionaron los resultados eficaces para obtener el total de muestras requeridas.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 5/29/2008 4:39:31 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Lang 42min C 01
 Identificación de Muestra : Lang 42min
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Lang 42min 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.	U
1	2.271	1900	5998	0.000	
2	2.564	43485854	112661069	0.000	
3	3.100	39871941	285755900	0.000	
4	3.292	33379	153904	0.000	
5	3.499	4187	17035	0.000	
6	3.595	3453	21660	0.000	
7	3.841	10885	57015	0.000	
8	4.149	505	3791	0.000 %	
9	4.250	437	2374	0.000	
10	4.481	3026949	11175703	15312.792 %	
11	4.723	329999	951004	0.000	
12	5.139	374	1031	0.000	
13	5.193	2036	5021	0.000	

Cromatograma Original 11. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Lang 42min (M2).

El decimosegundo grupo de estudio fue la resina para base de dentadura **High Impact-45 Denture Acrylic®** siguiendo como método de procedimiento la tercera variable: Bajo presión hidráulica por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70°C + 3 h a 92°C. (**M3**) y se denominó como Lang 12h para una mejor diferenciación y registro. La siguiente tabla muestra los resultados obtenidos:

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Lang 12h A 01	0,116158632
Lang 12h A 02	0,115584948
Lang 12h A 03	0,111407485
Lang 12h B 01	0,066179653
Lang 12h B 02	0,066965818
Lang 12h B 03	0,063476304
Lang 12h C 01	0,085716419
Lang 12h C 02	0,081540031
Lang 12h C 03	0,084546692
PROMEDIO	0,087952887

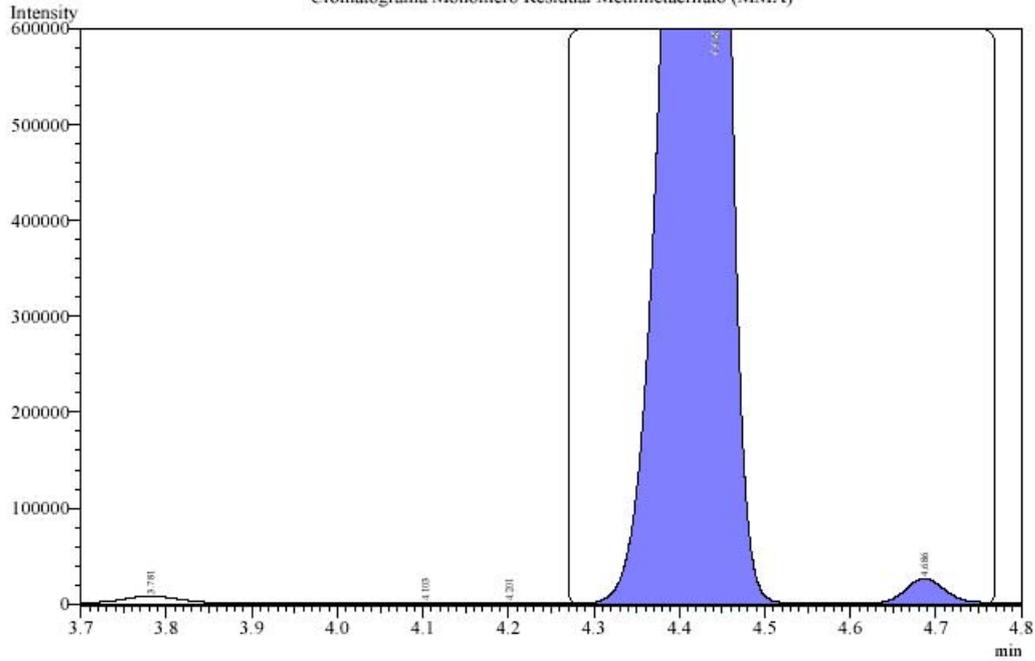
Tabla 12. Resultados del Grupo Lang con Tiempo y Temperatura M3.



Información Muestra

Fecha y Hora de Analisis : 5/22/2008 3:23:53 PM
 Analista : Salvador LM
 Nombre de la Muestra : Lang 12h C 01
 Identificación de Muestra : Lang 12h
 Tipo de Muestra : Control
 Nombre en la Base de Datos : C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Lang 12h 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.	U
1	2.220	1747	5666	0.000	
2	2.510	39444637	113597137	0.000	
3	3.025	36688277	240726242	0.000	
4	3.237	31119	146159	0.000	
5	3.437	3179	13567	0.000	
6	3.535	2682	17941	0.000	
7	3.781	7857	44808	0.000	
8	4.103	323	2285	0.000 %	
9	4.201	290	1552	0.000	
10	4.428	2182368	8389492	30969.845 %	
11	4.686	26066	93514	2017.192 %	
12	5.166	452	1194	0.000	
13	6.786	943	2343	0.000	

Cromatograma Original 12. Seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Lang 12h (M3).

Una forma correcta de interpretar los resultados es analizarlos y compararlos por el análisis de varianza ANOVA auxiliándonos de la prueba de Tukey.

El Análisis de Varianza fue realizado apoyándonos de la metodología informática, por medio del programa para computadora **SigmaStat®**, pero es muy importante tratar de explicar brevemente como se realiza este análisis para comprender mejor los resultados obtenidos. Así que se comenzará por definir brevemente al análisis de varianza ANOVA, la metodología necesaria para este, y por último la metodología para comparación de medias utilizando la prueba de Tukey.

11.1. Análisis de Varianza de una sola vía (ANOVA).

Puede definirse como una técnica mediante la cual la variación total presente en un conjunto de datos se distribuye en varios componentes. Cada uno de estos componentes está asociado a una fuente específica de variación, de modo que en el análisis es posible averiguar la magnitud de las contribuciones de cada una de estas fuentes de variación total.

Es importante mencionar que cuando se diseñan experimentos con el análisis en mente, el investigador puede, antes de conducir el experimento, identificar las fuentes de variación que considere importantes y puede elegir un diseño que le permita medir la extensión de la contribución de estas fuentes a la variación total.¹⁵

1. **Modelo.** Lo primero que se debe hacer es delimitar el modelo de estudio que en este caso va a estar compuesto por 12 grupos con 9 muestras cada uno.
2. **Hipótesis.** Puede probarse la hipótesis nula de que todas las medias de grupo (población) son iguales contra las alternativas de que los miembros de, al menos, una pareja no son iguales. Formalmente pueden enunciarse las hipótesis como:

$$H_0 : \mu_1 = \mu_2 = \dots \mu_k$$

H_A : no todas las μ_i son iguales

Si se piensa que las medias de población son iguales, cada efecto del tratamiento es igual a cero, de modo que, alternativamente las hipótesis pueden enunciarse como:

$$H_0: \tau_j = 0, \quad j = 1, 2, \dots, k$$

H_A : no todas los τ_j son iguales a cero.

En este punto, se elige el nivel de significación, α .

Para este estudio se utilizó un nivel de significación α de **P<0.001**

3. **Cálculos.** La discusión de los cálculos se realizó utilizando los siguientes símbolos:¹⁵

X_{ji} = la i -ésima observación que recibe el j -ésimo tratamiento,

$$i = 1, 2, \dots, n_i, \quad j = 1, 2, \dots, k$$

$$T = \sum_{j=1}^{n_j} X_{jj} = \text{total de la } j\text{-ésima columna}$$

$$\bar{x}_{.j} = \frac{T_{.j}}{n_j} = \text{media de la } j\text{-ésima columna}$$

$$T_{..} = \sum_{j=1}^{\kappa} T_{.j} = \sum_{j=1}^{\kappa} \sum_{i=1}^{n_j} x_{ij} = \text{total de todas las observaciones}$$

$$\bar{x}_{..} = \frac{T_{..}}{N}, \quad N = \sum_{j=1}^{\kappa} n_j$$

Una vez descritos los símbolos que se utilizaron lo primero que se obtuvo fue la *suma total de cuadrados*; que es la suma de los cuadrados de las desviaciones de cada observación respecto de su media, de todas las observaciones tomadas en conjunto. Esta suma se define como:¹⁵

$$SC_{total} = \sum_{j=1}^{\kappa} \sum_{i=1}^{n_j} (x_{ij} - x_{..})^2$$

La cual puede reescribirse así:

$$SC_{total} = \sum_{j=1}^{\kappa} \sum_{i=1}^{n_j} x_{ij}^2 - \frac{T_{..}^2}{N}$$

Donde se sumaron todos los valores elevados al cuadrado de cada grupo, para después restarle el total de observaciones dividido entre el número total de muestras.

$$SC_{total} = 13.8220195 - 6.043886391 = 7.778132609$$

$$SS = 7.807$$

El siguiente paso a realizar es obtener el siguiente componente de la variación que se llama *suma de cuadrados dentro de los grupos* y puede designarse como SC_{dentro} . Esta cantidad a veces se conoce con el nombre de suma de cuadrados residual o de error. Y La expresión puede escribirse en forma más conveniente como sigue:¹⁵

$$SC_{dentro} = \sum_{j=1}^{\kappa} \sum_{i=1}^{n_j} (x_{ij} - \bar{x}_{.j})^2 = \sum_{j=1}^{\kappa} \sum_{i=1}^{n_j} x_{ij}^2 - \sum_{j=1}^{\kappa} \frac{(T_{.j})^2}{n_j}$$

Donde se sumaron todos los valores elevados al cuadrado de cada grupo, para después restarle el total de observaciones elevadas al cuadrado dividido entre el número de muestras por grupo.¹⁵

$$SC_{dentro} = 13.8220195 - 13.659101441 = 0.16291806$$

$$SS = 0.159$$

El siguiente componente de la variación a obtener es la *suma de cuadrados entre grupos* y se designa SC_{entre} . La formula es la siguiente:¹⁵

$$SC_{entre} = \sum_{j=1}^k n_j (\bar{x}_{.j} - \bar{x}_{..})^2 = \sum_{j=1}^k \frac{T_{.j}^2}{n_j} - \frac{T_{..}^2}{N}$$

Donde se sumaron todas observaciones elevadas al cuadrado divididas entre el número de muestras por grupo, para después restarle el total de observaciones dividido entre el número total de muestras.¹⁵

$$SC_{entre} = 13.659101441 - 6.043886391 = 7.615215049$$

$$SS = 7.648$$

Entonces, en resumen, se ha encontrado que la suma total de cuadrados es igual a la *suma de cuadrados entre* y la *suma de cuadrados dentro*. Esta relación se expresa como sigue:

$$SC_{total} = SC_{entre} + SC_{dentro} = 7.615215049 + 0.16291806 = 7.77813261$$

$$Total = 7.648 + 0.159 = 7.807$$

Si bien ahora, a partir de las sumas de cuadrados que se acaban de calcular, es posible obtener dos estimaciones de la varianza de población, σ^2 . Puede demostrarse que cuando las medias de los grupos son todas iguales, tanto la *suma de cuadrados entre* como la *suma de cuadrados dentro*, cuando se dividen entre sus respectivos *grados de libertad*, proporcionan estimaciones independientes e insesgadas de σ^2 .

La primera estimación de σ^2 dentro de cualquier grupo es determinada por la siguiente ecuación y es denominado como *cuadrado medio dentro de los grupos*:¹⁵

$$\text{Cuadrado Medio Dentro de los Grupos} = \frac{SC_{dentro}}{\text{total de grupos}(n_j - 1)}$$

Donde $(n_j - 1)$ son los grados de libertad apropiados que sería el número de muestras del grupo menos uno, dando como resultado:¹⁵

$$\text{Cuadrado medio dentro de los grupos} = \frac{0.16291806}{12(8) = 96} = 0.001697063$$

DF = Grados de libertad multiplicado por el número de grupos = 96

MS = Cuadrado medio dentro de los grupos = 0.00166

Ahora la segunda estimación de σ^2 será determinada por la siguiente ecuación y será denominado como *cuadrado medio entre los grupos*:¹⁵

$$\text{Cuadrado Medio Entre los Grupos} = \frac{SC_{\text{entre}}}{(k - 1)}$$

Donde $(k - 1)$ son los grados de libertad apropiados donde k sería el número total de grupos, dando como resultado:¹⁵

$$\text{Cuadrado medio entre los grupos} = \frac{7.615215049}{(12 - 1) = 11} = 0.69229227$$

$$DF = \text{Grados de libertad} = 11$$

$$MS = \text{Cuadrado medio entre los grupos} = 0.695$$

Si en efecto la hipótesis nula es verdadera, es de esperar que estas dos estimaciones de σ^2 sean bastante próximas en magnitud. Si la hipótesis nula es falsa, es decir, si todas las medias verdaderas no son iguales, es de esperar que el *cuadrado medio entre los grupos*, sea mayor que el *cuadrado medio dentro de los grupos*.¹⁵

Entonces, lo que se necesita es comparar estas dos estimaciones de σ^2 ; y esto se hace calculando la *razón de varianzas siguiente*.¹⁵

$$R.V. = \frac{\text{Cuadrado medio entre los grupos}}{\text{Cuadrado medio dentro de los grupos}}$$

F = Razón de Varianzas

$F\alpha$ = Razón de Varianzas con nivel de significación = $P < 0.001$

Si $F > F\alpha$ se rechaza la hipótesis nula y las medias de los grupos no son iguales.
Si $F < F\alpha$ no se puede rechazar la hipótesis nula, las medias de los grupos son iguales, y no influye el factor. Dando como resultado:

$$R.V. = \frac{0.692292277}{0.001697063} = 407.9355199$$

$$F = 419.496$$

$$F\alpha = P < 0.001$$

Los datos que están en las ecuaciones son los que se obtuvieron de los cálculos basados en los resultados; y los que encerrados en casillas grises son los resultados del análisis que se hicieron en posgrado de Odontología con el programa de computadora.

Comparación Múltiple entre medias (Prueba de Tukey).

Si se ha rechazado la hipótesis nula de igualdad de medias esto supone: existe al menos una diferencia, pero no sabemos cuántas ni entre que medias para ellos se establecen pruebas de comparación múltiple como la prueba de Tukey.¹⁵

- a) Se estiman las diferencias entre medias de los grupos a comparar (Ψ).
Así

$$\Psi_i = x_1 - x_2$$

- b) Se calculará la desviación típica de Tukey, de la siguiente manera:

$$\sigma_{\Psi} = \sqrt{\frac{MCI}{n}}$$

En la ecuación:

σ_{Ψ} = es desviación de Tukey

MCI = Cuadrado medio dentro de los grupos, **0.00166**.

n = numero de muestras por grupo, **9**.

- c) Los cocientes entre los diversos Ψ_i/σ_{Ψ} se compararán con la tabla de Tukey que nos indicarán qué diferencias son significativamente distintas para un α prefijado **P<0.05**.

Si bien ahora que se sabe cómo obtener el Análisis de Varianza de una Vía ANOVA, se puede observar la tabla de resultados emitida por el programa para computadora **SigmaStat®** y comparar los resultados dentro de la resina acrílica para base de dentadura deseada.

Ilustración 1. Traducción de la hoja de datos del análisis de varianza ANOVA.

Análisis de Varianza de una Vía ANOVA

Prueba de normalidad

Fallido (P=<0,001)

Prueba de igualdad de varianza

Fallido (P=<0,001)

GRUPO

MUESTRAS

DESAPARECIDO

Acriethyl Fab.	9	0
Nic tone Fab	9	0
Lang Fab	9	0
Acriethyl 9h.	9	0
Nic tone 9h	9	0
Lang 9h	9	0
Acriethyl 12h	9	0
Nic tone 12h	9	0
Lang 12h	9	0
Acriethyl 42min	9	0
Nic tone 42min	9	0
Lang 42min	9	0

GRUPO	NUMERO DE MUESTRAS	PROMEDIO	DESVIACIÓN ESTANDAR	SEM
Acriethyl Fab.	9	0,3780	0,24400	0,00813
Nic tone Fab	9	0,0482	0,00534	0,00178
Lang Fab	9	0,5770	0,09370	0,03120
Acriethyl 9h.	9	0,0622	0,02860	0,00954
Nic tone 9h	9	0,0310	0,00708	0,00236
Lang 9h	9	0,7280	0,06420	0,02140
Acriethyl 12h	9	0,0362	0,00830	0,00277
Nic tone 12h	9	0,0304	0,00396	0,00132
Lang 12h	9	0,0880	0,02140	0,00715
Acriethyl 42min	9	0,0928	0,01430	0,00478
Nic tone 42min	9	0,0638	0,00907	0,00302
Lang 42min	9	0,6940	0,06820	0,02270

Razón de Varianzas con nivel de significación de $\alpha=0,050:1,000$

Fuente de Variación	Grados de libertad apropiados	Suma de cuadrados	Cuadrado Medio	Razón de Varianzas	Nivel de Significación α
DF	SS	MS	MS	F	P
Entre los grupos	11	7,648	0,695	419,496	<0,001
Dentro de los grupos o residual	96	0,159	0,00166		
Total	107	7,807			

Las diferencias en las medias de los grupos analizados son tan marcadas como era esperado, dando como resultado una diferencia estadística significativa (**P=<0,001**)

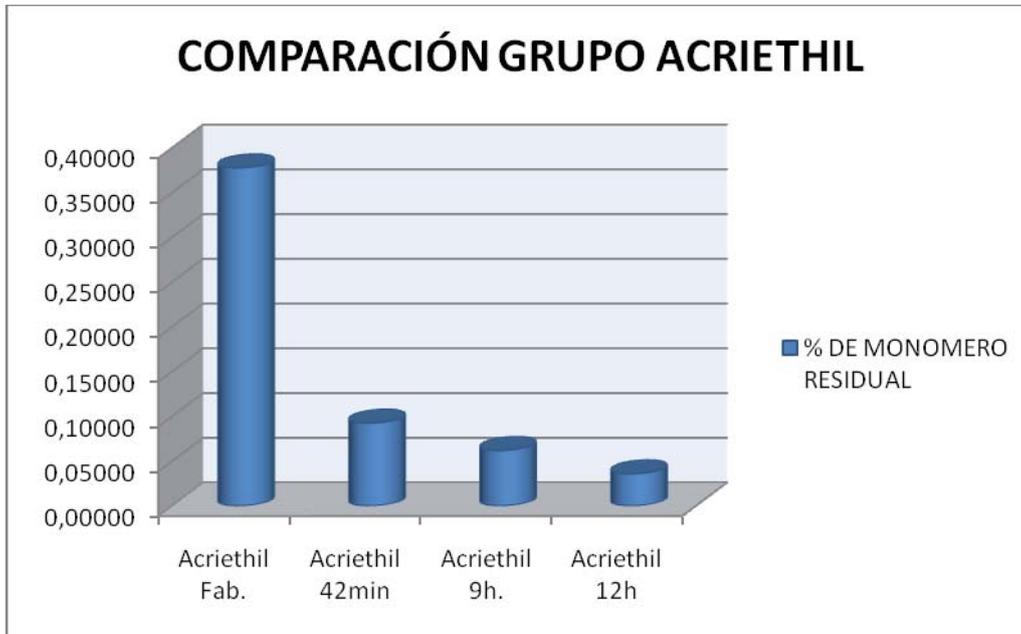
Ilustración 2. Traducción de la hoja de datos de la Prueba de Tukey.

Comparación Múltiple entre medias (Prueba de Tukey).

Comparación por Factores

Comparación	Diferencia de Medias	p	q	P<0,05
N 42min vs. N 9h	0,03270	12	2,41300	No
N 42min vs. N Fab.	0,01560	12	1,14700	No
N 42min vs. N 12h	0,03340	12	2,45900	No
N Fab vs. N 12h	0,01780	12	1,31300	No
N Fab vs. N 9h	0,01720	12	1,26600	No
N 9h vs. N 12h	0,00063	12	0,04640	No
A Fab vs. A 12h	0,34100	12	25,15700	Si
A Fab vs. A 9h	0,31500	12	23,23700	Si
A Fab vs. A 42min	0,28500	12	20,98400	Si
A 42min vs. A 12h	0,05660	12	4,17300	No
A 42min vs. A 9h	0,03060	12	2,25300	No
A 9h vs. A 12h	0,02610	12	1,92000	No
L9h vs. L12h	0,64000	12	47,15800	Si
L9h vs L Fab	0,15100	12	11,10200	Si
L9h vs: L 42min	0,03410	12	2,51400	No
L 42min vs. L 12h	0,60600	12	44,64400	Si
L 42min vs. L Fab	0,11700	12	8,58800	Si
L Fab vs. L 12h	0,48900	12	36,05500	Si

Una vez realizado el Análisis de Varianza y la prueba de Tukey, comparemos resultados, separándolos en tres grupos en base a la marca comercial de la resina para base de dentadura.

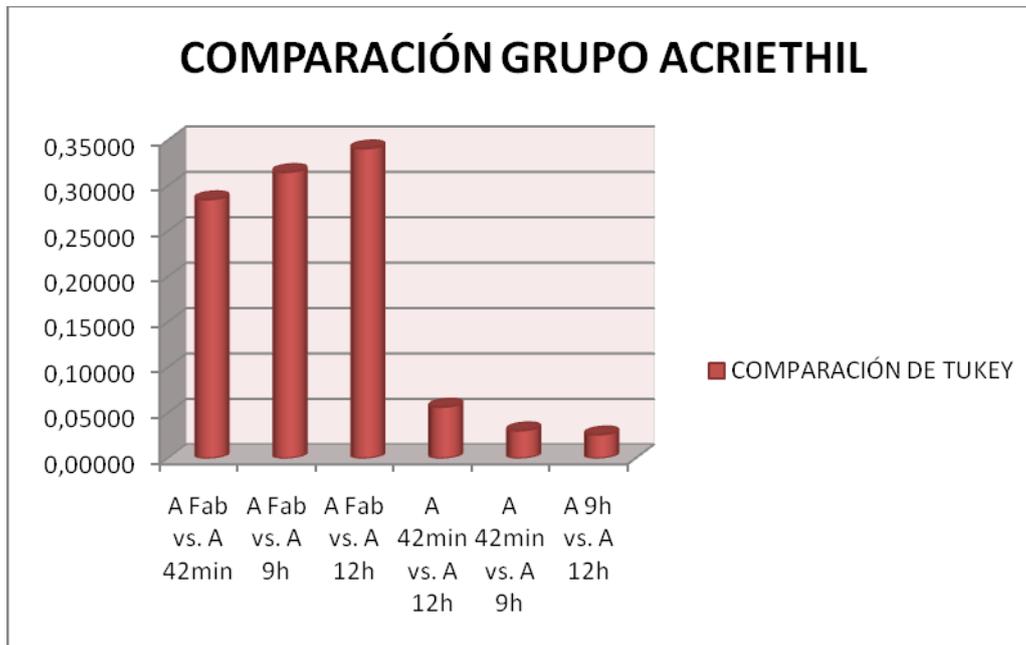


Gráfica 1. Comparación de los porcentajes promedio en fracción masa de cada variable aplicada al grupo Acriethyl.

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Acriethyl Fab.	0,37800
Acriethyl 42min	0,09280
Acriethyl 9h.	0,06220
Acriethyl 12h	0,03620

Tabla 13. Porcentajes promedio de monómero residual en fracción masa de cada variable aplicada al grupo Acriethyl.

En el grupo Acriethyl se puede observar una disminución marcada en la concentración de monómero residual conforme se aumento el tiempo y la temperatura de polimerización, cabe resaltar que dentro de cada variable o método de procesado si se obtuvo diferencia significativa con respecto al método determinado por el fabricante.

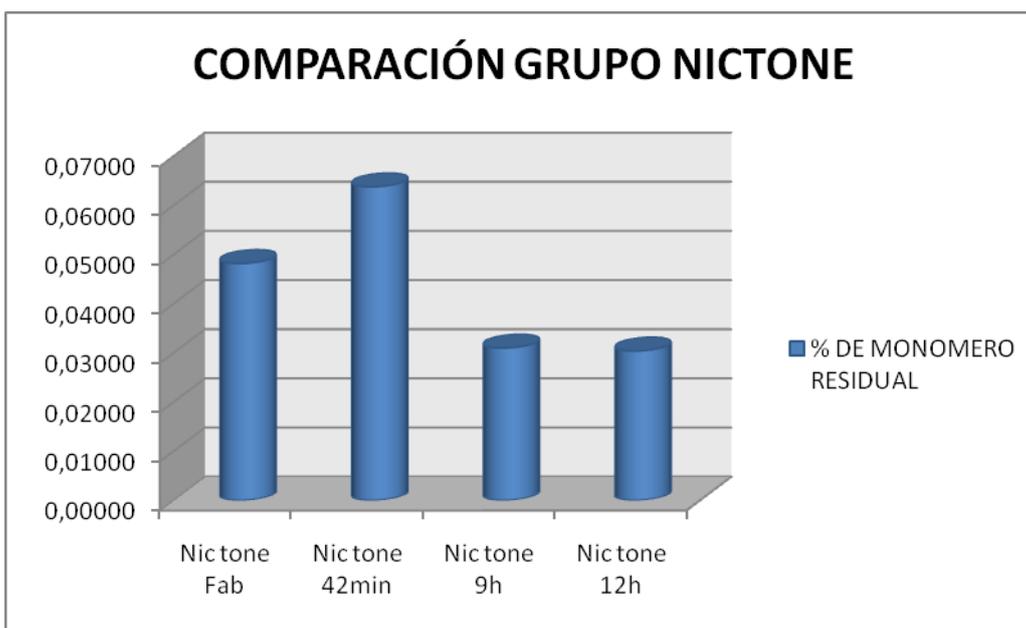


Gráfica 2. Comparación de las diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el Grupo Acriethyl.

COMPARACIÓN	DIFERENCIA DE MEDIAS	q	P<0,05
A Fab. vs. A 42min	0,28500	20,98400	Si
A Fab vs. A 9h	0,31500	23,23700	Si
A Fab. vs. A 12h	0,34100	25,15700	Si
A 42min vs. A 12h	0,05660	4,17300	No
A 42min vs. A 9h	0,03060	2,25300	No
A 9h vs. A 12h	0,02610	1,92000	No

Tabla 14. Diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el Grupo Acriethyl.

La forma en que se puede demostrar estadísticamente si existen diferencias significativas, es con la ayuda de la Prueba de Tukey, los resultados que se deben tener en cuenta son los registrados en las tres primeras filas, ya que en estas están las comparaciones de las variables de interés para la investigación. Como se explicó previamente las diferencias entre variables son mayores al nivel de significación establecido ($P < 0.05$) por lo tanto se puede afirmar que si hay diferencias significativas.

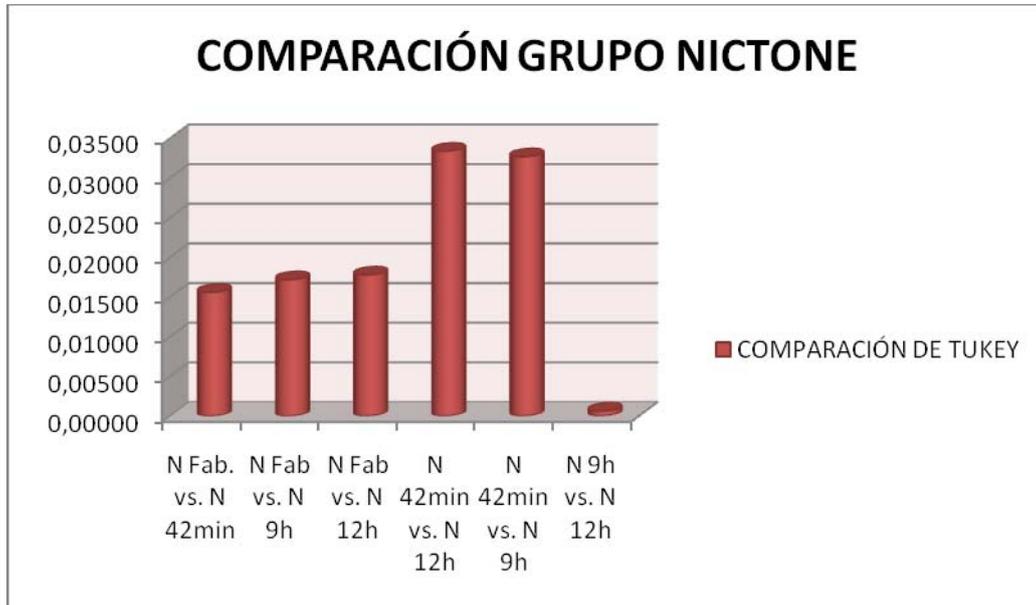


Gráfica 3. Comparación de los porcentajes promedio en fracción masa de cada variable aplicada al grupo Nic tone.

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Nic tone Fab	0,04820
Nic tone 42min	0,06380
Nic tone 9h	0,03100
Nic tone 12h	0,03040

Tabla 15. Porcentajes promedio de monómero residual en fracción masa de cada variable aplicada al grupo Nic tone.

En el grupo Nic tone se puede observar que la variación de monómero residual entre el procesado determinado por el fabricante y cada variable utilizada en este estudio no muestra una disminución tan marcada, de hecho se puede observar que al comparar la concentración de monómero residual del método de procesado determinado por el fabricante y la variable **M2**, esta última muestra un aumento en la concentración de monómero residual con lo que se puede aseverar que existe una diferencia significativa con respecto al método determinado por el fabricante.



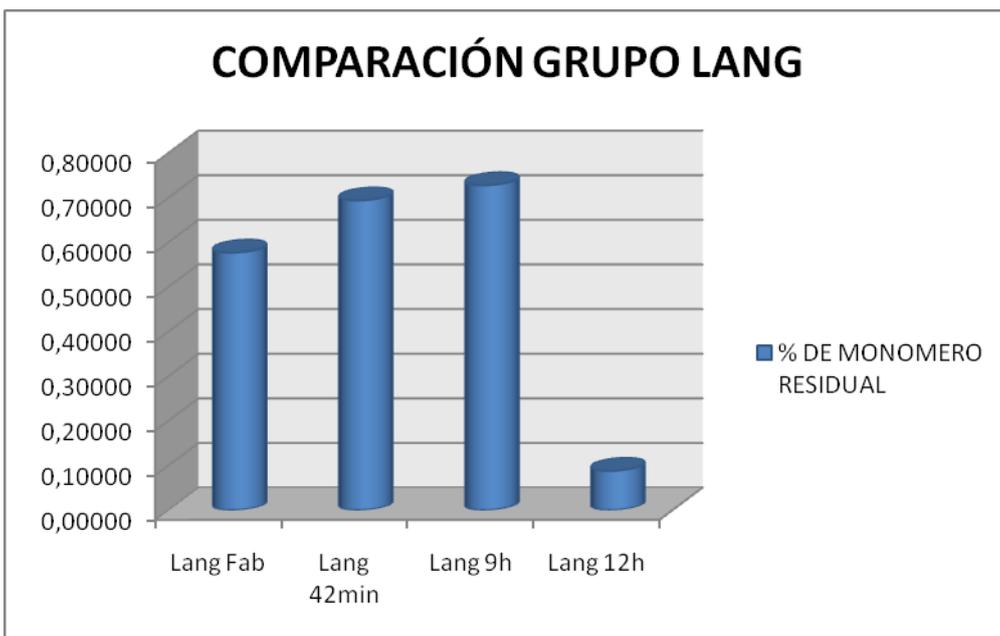
Gráfica 4. Comparación de las diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el Grupo Nic tone.

COMPARACIÓN	DIFERENCIA DE MEDIAS	q	P<0,05
N Fab. vs. N 42min	0,01560	1,14700	No
N Fab. vs. N 9h	0,01720	1,26600	No
N Fab. vs. N 12h	0,01780	1,31300	No
N 42min vs. N 12h	0,03340	2,45900	No
N 42min vs. N 9h	0,03270	2,41300	No
N 9h vs. N 12h	0,00063	0,04640	No

Tabla 16. Diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el Grupo Nic tone.

Para el grupo Nic tone la forma de demostrar estadísticamente que no existen diferencias significativas, es de igual manera auxiliándose de la Prueba de Tukey, los resultados que se deben tener en cuenta son los registrados en las tres primeras filas, ya que en estas están las comparaciones de las variables de interés para la investigación.

Como se explicó previamente las diferencias entre variables son menores al nivel de significación establecido ($P < 0.05$) por lo tanto se puede afirmar que no hay diferencias significativas.



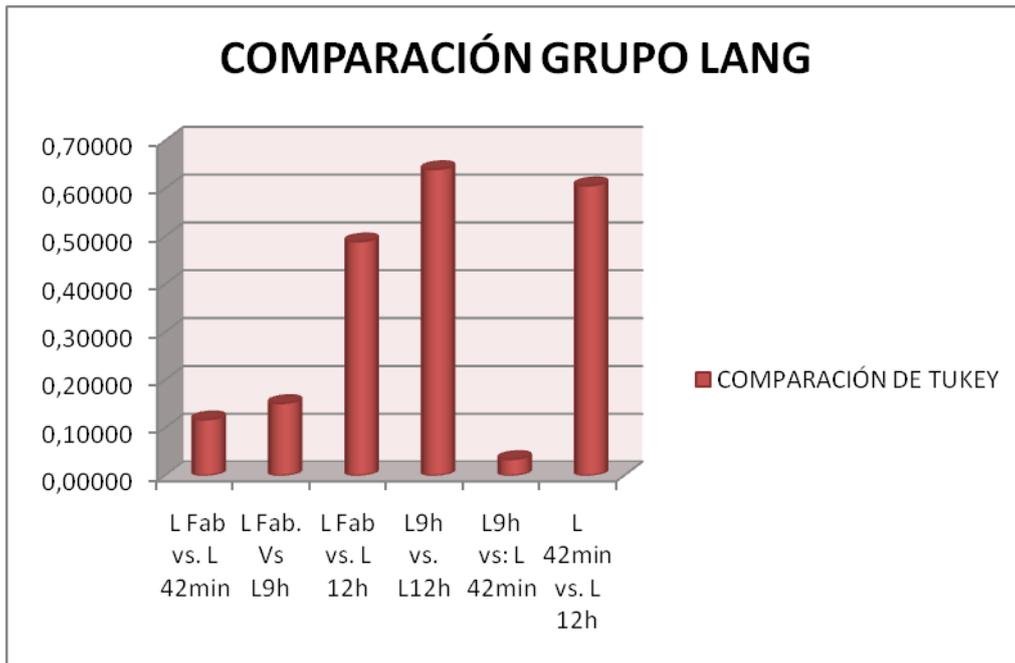
Gráfica 5. Comparación de los porcentajes promedio en fracción masa de cada variable aplicada al grupo Lang.

GRUPO	% DE MONOMERO RESIDUAL
Lang Fab.	0,57700
Lang 42min	0,69400
Lang 9h	0,72800
Lang 12h	0,08800

Tabla 17. Porcentajes promedio de monómero residual en fracción masa de cada variable aplicada al grupo Lang.

En el grupo Lang se puede observar que la variación de monómero residual de el procesado determinado por el fabricante con respecto a las variables **M1** y **M2** es menor, esto quiere decir que la concentración de monómero residual aumento al aplicar estas dos variables (**M1** y **M2**), dando como resultado una variación significativa.

La variable **M3** demuestra una disminución en la concentración de monómero residual con respecto a la metodología determinada por el fabricante. Esto es, que a pesar de que en este caso disminuyo la concentración de monómero residual, también se considera como una variación significativa.



Gráfica 6. Comparación de las diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el Grupo Lang.

COMPARACIÓN	DIFERENCIA DE MEDIAS	q	P<0,05
L Fab vs. L 42min	0,11700	8,58800	Si
L Fab. Vs L9h	0,15100	11,10200	Si
L Fab vs. L 12h	0,48900	36,05500	Si
L9h vs. L12h	0,64000	47,15800	Si
L9h vs: L 42min	0,03410	2,51400	No
L 42min vs. L 12h	0,60600	44,64400	Si

Tabla 18. Diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el Grupo Lang.

De igual forma para el grupo Lang se aplicó la Prueba de Tukey para demostrar estadísticamente que si existen diferencias significativas ya sea en aumento o disminución de la concentración de monómero residual; los resultados que se deben tener en cuenta son los registrados en las tres primeras filas, ya que en estas están las comparaciones de las variables de interés para la investigación.

Como se explicó previamente las diferencias entre variables son mayores al nivel de significación establecido ($P < 0.05$) por lo tanto se puede afirmar que si hay diferencias significativas.

12. DISCUSIÓN

Las resinas para base de dentadura analizadas en este trabajo, cumplieron con el requisito de la norma ISO 1567:1999 para la concentración de monómero residual (2.2% en fracción masa como máximo para polímeros Tipo 1 Clasificación 1)¹⁰, ya que todas expresaron valores muy por debajo de lo permitido al ser manipuladas bajo las indicaciones de su respectivo fabricante.

Variar el tiempo de procesado a cada resina para base de dentadura demostró un cambio significativo en la concentración de monómero residual, arrojando como dato importante que las tres resinas analizadas tienen propiedades de reacción favorables, esto quiere decir que si se les aplica un tiempo y una temperatura de procesado diferentes a las indicadas por sus fabricantes la concentración de monómero residual será disminuida. Esto coincide con el estudio realizado por Smith, el cual analizó cuatro resinas para base de dentadura procesadas por la técnica convencional aplicándoles un tiempo y temperatura de procesado que fue aumentado gradualmente obteniendo como resultado la disminución de la concentración de monómero residual.⁶

Vallittu²¹ en 1998 en la Universidad de Turku en Finlandia realizó un estudio en el cual a resinas termopolimerizadas para base de dentadura aplicó un ciclo de polimerización inicial de 70°C seguido de un ciclo de polimerización de 100°C, demostrando que este último daba como resultado una disminución en la concentración de monómero residual. Dando como dato importante que al utilizar un ciclo de curado de 100°C por 12 horas obtuvo como resultado 0.07% de monómero residual en fracción masa; concluyendo que un tiempo prolongado a una temperatura de 100°C da como resultado valores mínimos de monómero residual.

En nuestro estudio las resinas para base de dentadura Acriethyl (0.03620% de monómero residual en fracción masa), Nictone (0.03040% de monómero residual en fracción masa), y High Impact-45 Denture Acrylic (0.08800% de monómero residual en fracción masa), presentaron estas concentraciones al aplicárseles un tiempo de polimerización de banco de 15 minutos bajo presión hidráulica de 6 bar, para después aplicarse un ciclo de polimerización de 9 horas a 70°C + 3 horas a 92°C; concluyendo que es posible reducir la concentración de monómero residual si se combina una polimerización de banco bajo presión hidráulica controlada con un ciclo de polimerización de 9 horas a 70°C aumentándolo posteriormente a 92°C por 3 horas más.

Shim y Watts¹⁹ en 1999 en la Universidad de Manchester estudiaron dos resinas para base de dentadura por compresión en las cuales aplicaron un ciclo largo de polimerización (L=73°C por 9 horas) y un ciclo corto de polimerización (C=73°C por 90 minutos + 100°C por 30 minutos) a cada resina para después de 24 horas aplicarles un segundo ciclo de polimerización (LM=L+100°C por 2 horas) y (CM=C+100°C por 2 horas); obteniendo como resultado una disminución significativa en la concentración de monómero residual, coincidimos en que una forma de poder disminuir la concentración de monómero residual es aplicar un segundo ciclo de curado; solo que nosotros podemos señalar que no es necesario que pasen 24 horas para aplicarlo.

Los resultados de la concentración de monómero residual obtenidos de los tres diferentes métodos de procesado (*Técnica Convencional, Periodo Corto de Cocido Terminal y Periodo Largo de Cocido Terminal*) utilizados en este estudio al ser comparados con los resultados de concentración de monómero residual obtenidos del método de procesado de cada fabricante, demostraron una relación decreciente en la concentración de monómero residual y esto lo podemos comparar con el estudio realizado por G. Bayraktar⁶ en 2004 en la Universidad de Estambul, en el cual al utilizar los mismos métodos de procesado aplicados a resinas para base de dentadura de poli (metil metacrilato) diferentes a las analizadas en este estudio; obtuvo datos similares en cuanto a la disminución de monómero residual.

En todos los estudios realizados sobre monómero residual en resinas de poli (metil metacrilato) para base de dentadura se ha tratado de encontrar un equilibrio, es decir tratar de llegar al cero absoluto en cuanto a la concentración de monómero residual aplicando técnicas simples sin la necesidad de equipo complejo para el control de la temperatura, aunque se ha observado que al aumentar el tiempo y la temperatura de polimerización se obtienen concentraciones de monómero residual de 0.25% al valor más bajo 0.07% a una temperatura de 100°C como lo demostró Lung y Darvell¹¹ en 2004 en el Hospital Dental de Hong Kong, ninguno se ha aproximado al equilibrio, sin embargo se han obtenido diversos ciclos de polimerización óptimos para diversos casos en los cuales no se puede obtener una ebullición del agua a 100°C como es el caso de la Ciudad de México que por razones de altitud el agua embulle a 92°C; o simplemente se ha demostrado que una manipulación meticulosa es necesaria para obtener resultados favorables; y que debido a esto la concentración de monómero residual está condicionada por múltiples factores como son *la relación polvo líquido*, en la cual al no tener una relación proporcional no solamente podemos repercutir en la concentración final de monómero residual, sino que también se puede afectar las propiedades del material.

En este estudio *el tiempo y la intensidad de espatulado* de la mezcla así como *el tiempo de reacción* antes de empacar el material, fue importante puesto que es una variable que no se pudo controlar por completo, ocasionando que al no tener una mezcla uniforme la reacción puede variar y por lo tanto tener una concentración de monómero residual menor o mayor y esto se ve reflejado en los resultados obtenidos por el grupo Lang. Cabe mencionar que ninguna de las resinas con las que se trabajó, determina el tiempo e intensidad de espatulado solo el tiempo de reacción.

Otro punto importante es la *higiene en la manipulación*, ya que si existe algún agente extraño durante la manipulación, este puede interferir con la reacción química, dando como resultado la alteración de la concentración de monómero residual, o en este caso interferir en el Análisis Cromatográfico emitiendo resultados erróneos.

En cuanto al Análisis Cromatográfico Sadamori en 1990 en la Universidad de Hiroshima realizó un estudio en el cual concluyó que la Metil etil cetona es el disolvente más eficaz para la extracción de monómero residual de metil metacrilato con la posterior precipitación de la muestra con Metanol. En 1999 la Organización Internacional de Estandarización determinó en su norma número 1567¹⁰ que el disolvente más eficaz es la Acetona con la precipitación posterior con Metanol. Lung y Darvell¹⁶ en 2004 en el Hospital Dental Prince Phillip de Hong Kong realizaron un estudio en el cual concluyeron que el mejor disolvente es el Diclorometano por medio de una inyección directa. Nosotros en un principio utilizamos Acetona como disolvente guiándonos por la norma ISO 1567:1999 sin embargo al dejar el tiempo de disolución indicado por la norma y todavía una semana más, observamos que no se disolvía la muestra por lo que realizamos pruebas de disolución con varios solventes como fueron Acetona, DMF, Tolueno y Tetrahidrofurano, de los cuales las resinas para base de dentadura a base de poli (metil-metacrilato) demostraron una mayor solubilidad en Tetrahidrofurano (THF). Por lo que concluimos que la Cromatografía de Gases para polímeros a base de poli metil metacrilato puede ser reforzada si se utiliza como disolvente Tetrahidrofurano (THF).

13. CONCLUSIONES

1. La resina para base de dentadura Acriethyl demostró una disminución notable en la concentración de monómero residual conforme se aumentó el tiempo y la temperatura de polimerización de acuerdo a cada variable o método de procesado . Pero siempre respetando el valor establecido por la norma ISO 1567:1999 (2.2% en fracción masa como máximo para polímeros Tipo 1 Clasificación 1)¹⁰.
2. La resina para base de dentadura Nic tone no demostró una disminución marcada en la concentración de monómero residual entre el procesado determinado por el fabricante y cada variable utilizada en este estudio. Al comparar la concentración de monómero residual del método de procesado determinado por el fabricante y la variable **M2**, se observa que esta última muestra un aumento en la concentración de monómero residual con lo que se puede aseverar que existe una diferencia significativa con respecto al método determinado por el fabricante. Pero siempre respetando el valor establecido por la norma ISO 1567:1999 (2.2% en fracción masa como máximo para polímeros Tipo 1 Clasificación 1)¹⁰.
3. La resina para base de dentadura High Impact-45 Denture Acrylic demostró que la concentración de monómero residual en el procesado determinado por el fabricante es menor con respecto a las variables **M1** y **M2**, esto quiere decir que la concentración de monómero residual aumento al aplicar estas dos variables (**M1** y **M2**). La variable **M3** demuestra una disminución en la concentración de monómero residual con respecto a la metodología determinada por el fabricante. Pero siempre dentro del valor establecido por la norma ISO 1567:1999 (2.2% en fracción masa como máximo para polímeros Tipo 1 Clasificación 1)¹⁰.

14. REFERENCIAS

1. Takahashi Y, Chai J, Kawaguchi M. 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.
2. Anusavice, Gutiérrez Rocha, Sánchez y Castillo. *La Ciencia de los Materiales Dentales.* México Interamericana Mc Graw Hill. pp. 219-244. 2004.
3. Pfeiffer P, Rosenbauer EU. Residual methyl methacrylate monomer, water sorption, and water solubility of hypoallergenic denture base materials. *J Prosthet Dent.* 2004; 92(1):72-8.
4. Jorge JH, Giampaolo ET, Machado AL, Vergani CE. Cytotoxicity of denture base acrylic resins: a literature review. *J Prosthet Dent.* 2003; 90(2):190-3.
5. Pfeiffer P, Rosenbauer EU. Flexural strength and moduli of hypoallergenic denture base materials. *J Prosthet Dent.* 2005; 93(4):372-7.
6. Bayraktar G, Guvener B, Bural C, Uresin Y. 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 Part B: Appl Biomater* 76B: 2006; 340-345,
7. Jagger RG. Effect of the curing cycle properties of a polymethylmethacrylate denture base material. *J. Oral Rehabil.* 1978; 5:151-7.
8. Willard, HH. *Instrumental Methods of Analysis,* Wadsworth, Inc., U.S.A., 1988.
9. *Handbooks of Amersham Pharmacia Biotech. Ion Exchange Chromatography, Affinity Chromatography, Hydrophobic Interaction Chromatography, Reversed Phase Chromatography,* Sweden. 2002
10. International Standard. ISO 1567 Dentistry-denture base polymers. Third Edition. 1999-02-15.

11. Lung C.Y.K Darvell B.W. Minimization of the inevitable residual monomer in denture base acrylic. *Dent Mater.* 2005; 21(12):1119-28.
12. Manual de uso del acrílico Nic tone®, MCD Dental, Zapopan, Jalisco México.
13. Manual de uso del acrílico Acriethyl®, Arias Comercializadora y Distribuidora dental S.A. de C.V.
14. Manual de uso del acrílico High Impact-45 Denture Acrylic®, Lang Dental Mfg. Co. Inc. Wheeling, IL 60090-0969, USA.
15. Wayne WD. Bioestadística, Base para el análisis de las ciencias de la salud. Editorial Limusa México 1983.
16. Lung C.Y.K, Darvell B.W, Methyl methacrylate in poly(methyl metacrylate) Validation of direct injection gas chromatography. *J. Chromatogr. A.* 2004; 1061 93-98.
17. Sadamori et. Al. A meted of determining residual monomer in acrylic resin using methyl ethyl ketone. *Aust Dent J.* 1990; 35(6): 509-13.
18. Urbana V, et. Al. Residual monomer of reline acrylic resins. Effect of water-bath and microwave post-polymerization treatments. *Dent Mater.* 2007; 23(3): 363-8.
19. J.S. Shim, D.C. Watts. 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. Dogan 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.** Sadamori S, et. Al. 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.
- 24.** Lassila LV, Vallittu PK. Denture base polymer Alldent Sinomer: mechanical properties, water sorption and release of residual compounds. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(7):607-13.