



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

VALORACIÓN FÍSICA DE FORMULACIONES A BASE DE POLIÁCIDO ACRÍLICO
EXPERIMENTAL, POLVO DE ZINC Y FLUOROALUMINOSILICATO, DESARROLLADOS
EN EL LABORATORIO DE INVESTIGACIÓN DE MATERIALES DENTALES EN BASE A
LA NORMA No. 96 ADA

T E S I S

QUE PRESENTA

CD. DANTE SERGIO DÍAZ SUÁREZ

PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRO EN CIENCIAS

TUTOR: DR. FEDERICO HUMBERTO BARCELÓ SANTANA



MÉXICO, D.F.

UNAM

2007



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.

Índice

	Página
Resumen	1
Summary	2
1. Introducción	3
2. Antecedentes	5
Cementos dentales	5
Cemento de policarboxilato de zinc	8
Cemento de ionómero de vidrio	12
Técnicas para el estudio de cementos ácido- base	17
3. Planteamiento del problema	18
4. Justificación	18
5. Objetivos	19
Objetivo General	19
Objetivos Específicos	19
6. Hipótesis	19
7. Materiales y métodos	20
Tipo de estudio	20
Población de estudio	20
8. Métodos de prueba	24
Condiciones ambientales	24
Método de mezclado	24
Resistencia a la compresión	25
Tiempo de fraguado	27
Espesor de película	29
Erosión ácida	31
9. Resultados	34
Primera etapa	35
Segunda etapa	41
10. Discusión	69
11. Conclusiones	78
Referencias bibliográficas	80
Anexo	85

Índice de Tablas

Tabla	Página
1. Líquidos utilizados en cementos	7
2. Composición de ionómeros de vidrio	13
3. Valores de la norma 96 ADA	17
4. Aspecto y peso molecular de poliácido acrílico de las series PA1 a PA5	21
5. Formulaciones variantes de PA1	22
6. Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA1	35
7. Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA2	36
8. Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA3	37
9. Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA4	38
10. Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA5	39
11. Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos)	41
12. Resultados de prueba de compresión de cementos de carboxilato comerciales	41
13. Análisis de varianza de los diferentes grupos	42
14. Prueba de comparaciones múltiples de Tukey	42,43
15. Resultados de prueba de fraguado polvo de zinc experimental + modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos)	44
16. Resultados de prueba de compresión de cementos de carboxilato comerciales	44
17. Análisis de varianza de los diferentes grupos	45
18. Prueba de comparaciones múltiples de Tukey	45,46
19. Resultados de prueba de espesor de película polvo de zinc experimental + modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos)	47
20. Resultados de prueba de espesor de película compresión de cementos de carboxilato comerciales	48
21. Análisis de varianza de los diferentes grupos	49
22. Prueba de comparaciones múltiples de Tukey	48,49
23. Resultados de prueba de erosión ácida polvo de zinc experimental + modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos)	50

24. Resultados de prueba de erosión ácida de cementos de carboxilato comerciales	50
25. Análisis de varianza de los diferentes grupos	51
26. Prueba de comparaciones múltiples de Tukey	51,52
27. Tabla comparativa con respecto a la norma 96 ADA	53
28. Resultados de prueba de compresión polvo de fluoroaluminosilicato experimental + modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos)	54
29. Resultados de prueba de compresión de cementos de ionómero comerciales	54
30. Análisis de varianza de los diferentes grupos	55
31. Prueba de comparaciones múltiples de Tukey	55, 56
32. Resultados de prueba de tiempo de fraguado polvo de fluoroaluminosilicato experimental + modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos)	58
33. Resultados de prueba de tiempo de fraguado de cementos de ionómero comerciales	58
34. Análisis de varianza de los diferentes grupos	59
35. Prueba de comparaciones múltiples de Tukey	59-61
36. Resultados de prueba de espesor de película polvo de fluoroaluminosilicato experimental + modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos)	62
37. Resultados de prueba de espesor de película de cementos de ionómero comerciales	62
38. Análisis de varianza de los diferentes grupos	63
39. Prueba de comparaciones múltiples de Tukey	63,64
40. Resultados de erosión ácida polvo de fluoroaluminosilicato experimental + modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos)	65
41. Resultados de prueba de erosión ácida de cementos de ionómero comerciales	65
42. Análisis de varianza de los diferentes grupos	66
43. Prueba de comparaciones múltiples de Tukey	66,67
44. Tabla comparativa con respecto a la norma 96 ADA	68

Índice de Figuras

Figura	Página
1. <i>Estructura del poliacrílico</i>	9
2. <i>Estructura de cadenas cruzadas</i>	10
3. <i>Estructura del cemento de ionómero de vidrio</i>	14
4. <i>Microfotografía 900X del cemento de ionómero de vidrio fraguado</i>	15
5. <i>Cementos de carboxilato comerciales</i>	23
6. <i>Cementos de ionómero de vidrio comerciales</i>	23
7. <i>Relación polvo y líquido</i>	24
8. <i>Mezclado del cemento</i>	24
9. <i>Molde de acero</i>	25
10. <i>Prensa de acero</i>	25
11. <i>Muestra aplicándole carga compresiva en INSTRON</i>	26
12. <i>Muestra aplicándole carga compresiva en INSTRON</i>	26
13. <i>Estufa Hanau</i>	27
14. <i>Indentador Gillmore</i>	28
15. <i>Tornillo micrométrico con placas de vidrio</i>	
16. <i>Placas de vidrio con cemento</i>	
17. <i>Aparato de erosión ácida</i>	30
18. <i>Micrómetro de profundidad</i>	32
19. <i>Gradilla metálica con muestras</i>	32

Índice de Gráficas

Gráfica	Página
1. <i>Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA1</i>	35
2. <i>Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA2</i>	36
3. <i>Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA3</i>	37
4. <i>Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA4</i>	38
5. <i>Resultados de prueba de compresión polvo de zinc experimental + PA5</i>	39
6. <i>Comparación de formulaciones carboxilato experimental</i>	40
7. <i>Resistencia compresiva carboxilatos</i>	41
8. <i>Tiempo de fraguado carboxilatos</i>	44
9. <i>Espesor de película carboxilatos</i>	47
10. <i>Erosión ácida carboxilatos</i>	50
11. <i>Resistencia compresiva ionómeros</i>	54
12. <i>Tiempo de fraguado ionómeros</i>	58
13. <i>Espesor de película ionómeros</i>	62
14. <i>Erosión ácida ionómeros</i>	65

Resumen

La búsqueda de nuevos materiales con aplicaciones dentales y mejores propiedades físicas y químicas han encontrado respuestas en el área de los polímeros.

Este es el caso de cementos dentales a base de poliácido acrílico y la unión de un material cerámico agregado, que le confiere propiedades de adhesión al diente.

Debido a las características de esta molécula y al ser desarrollados en el Laboratorio de Investigación de Materiales dentales, dió como resultado la necesidad de validar con base en la norma número 96 de la ADA (Asociación Dental Americana), dichos cementos.

El objetivo del trabajo fue evaluar en pruebas de resistencia compresiva, tiempo de fraguado, espesor de película y erosión ácida a ocho formulaciones experimentales a base de poliácido acrílico con un polvo de zinc (carboxilato de zinc) y posteriormente esas mismas ocho formulaciones con un polvo de fluoroaluminosilicato experimental (ionómero de vidrio) fueron analizados y comparados con diferentes grupos comerciales respectivamente.

Dentro de los grupos experimentales para cementos de carboxilato, siete grupos obtuvieron valores acordes a la norma en pruebas de erosión ácida y los ocho en tiempo de fraguado.

Sin embargo para las pruebas de resistencia compresiva y espesor de película no cumplieron con los parámetros establecidos, relacionándose con el tamaño de partícula del polvo obtenida. En los grupos comerciales comparados se encontró que Medental no cumplió con el valor mínimo requerido para resistencia a la compresión de 70MPa.

Con respecto a los grupos experimentales para cementos de ionómero, el grupo 2 (copolímero de ácido acrílico + ácido itacónico + ácido maléico + 5 % de ácido tartárico) y polvo de fluoroaluminosilicato, obtuvo los resultados más elevados comparados con los otros siete. Se debe fundamentalmente a incorporación de ácido tartárico, lo que incrementa la resistencia a la compresión y disminuye el grado de erosión por agentes ácidos. Los grupos 1 y 7 cumplen con los valores para resistencia compresiva y erosión ácida, pero no con las pruebas de tiempo de fraguado y espesor de película, de igual manera interviene notoriamente las características del polvo en las propiedades finales del cemento.

De los 5 grupos comerciales solo Medental no paso las pruebas de resistencia compresiva, espesor de película y erosión ácida.

Es importante mencionar que efectuando las modificaciones pertinentes a las diferentes formulaciones es factible desarrollar cementos dentales para su uso comercial, además es importante que los cementos que ya se comercializan se valoren ya que existen productos que no cumplen con las especificaciones mínimas requeridas.

Summary

The search of new materials with dental applications and better physical and chemical properties has found answers in polymers. For example, polyacrylic acid based cements combined with ceramic materials, which provide adhesion to dental tissue.

The cements based on a polyacrylic acid molecule and developed in the Dental Materials Research Laboratory were validated according to the no. 96 ADA (American Dental Association) specification.

The aim of this study was to evaluate the compressive strength, setting time, film thickness and acid erosion of eight experimental formulations based on polyacrylic acid and zinc oxide (zinc polycarboxylate) and eight more formulations based on polyacrylic acid and calcium aluminium fluorosilicate experimental glass (glass ionomer). Both formulations values were analyzed and compared with different commercial cements.

Seven of the eight polycarboxylate cement experimental groups obtained values according to the requirements established in the ADA specification for acid erosion and setting time tests. However, the values established for compressive strength and film thickness tests were not fulfilled; which could be related to the powder particle size. Commercial cements, Medental did not fulfill the minimum values established for compressive strength (70MPa).

Among the eight glass ionomer cement experimental groups, group 2 (acrylic acid copolymer + itaconic acid + maleic acid + 5 % tartaric acid) and calcium aluminium fluorosilicate powder, obtained the highest values. The addition of tartaric acid increases the compressive strength and reduces the erosion by acid agents. Groups 1 and 7 obtained values according to the ADA specification for compressive strength and acid erosion, but not for setting time and film thickness, which could be due to the powder properties and characteristics which interfere with the final cement properties.

Among the 5 commercial groups, only Medental did not reach the minimum values established for the compressive strength, film thickness and acid erosion tests.

It is important to mention that the modifications made to the different formulations result in the development of new commercial dental cements. In addition, it is important to evaluate commercial dental cements because some of these products did not reach the minimum values established by the ADA specifications.

1. Introducción

En años recientes la búsqueda de nuevos materiales con aplicaciones dentales y con mejores propiedades físicas y químicas han sido una de las metas de más interés en el área de polímeros o llamados genéricamente plásticos.

Los polímeros son moléculas compuestas de muchas unidades estructurales,^{1,2} que provienen de la química del carbono, y que captaron el interés de industriales y científicos debido a que sus propiedades finales y características de proceso les presentaban ventajas comparativas respecto a los metales y las cerámicas.

Las perspectivas tecnológicas de los materiales poliméricos son muy amplias, estos materiales se distinguen por la gran combinación de propiedades que pueden obtenerse de ellos.³ Además de sus características mecánicas como altas resistencias y flexibilidad se añaden su baja densidad y propiedades térmicas, eléctricas y ópticas, que los convierten en excelentes candidatos en la fabricación de cementos dentales.

Los cementos dentales a base de poliácido acrílico, son polímeros híbridos conocidos como polímeros iónicos ya que son entidades macromoleculares que contienen tanto uniones iónicas como covalentes; en las cuales pueden surgir diversas combinaciones, una de ellas es la formada por un material cerámico agregado (polvo) con aquellos de un polímero orgánico (liquido), que le confiere al cemento la propiedad de adhesión al diente.^{2,3,4}

Esta formulación al ser desarrollada en el Laboratorio de Investigación de Materiales Dentales (LIMD) y aplicada con diferentes variantes para estos tipos de materiales, dio como resultado la necesidad de validar en base a las normas de control de calidad y apoyo científico a los productos dentales desarrollados.

El control de calidad no es otra cosa que los requisitos mínimos que deben tener los materiales dentales para ser usados en la práctica clínica con seguridad de servicio, éstas pruebas físicas, químicas o biológicas emanan de necesidades clínicas por lo que materiales que cumplen con estos requisitos tienen el soporte científico para poder ser comercializados, tanto a nivel nacional como internacional

Los métodos de control de calidad están respaldados por normas de acuerdo al material examinado. La norma de la Asociación Dental Americana (ADA) para

cementos dentales que contienen poliácido acrílico es la norma número 96⁵. En esta norma se especifica los métodos de prueba a realizar que son reproducibles en el LIMD.

Antecedentes

Cementos Dentales

El término cemento se define como una pasta, preparada por la mezcla de un polvo y agua, que endurece formando una masa dura, o como un agente de unión entre dos superficies.^{6,7}

En Odontología el uso de estos materiales es cotidiano, pero no se limita solamente a unir una restauración con el diente, sino que tiene una gama muy amplia de indicaciones.

Ejemplos de ello son:

- a. Como base para proteger al diente de estímulos físicos o químicos.
- b. Material de sellado en tratamientos endodónticos
- c. Material de obturación temporal o semipermanente
- d. Material de cementación en diversos procedimientos

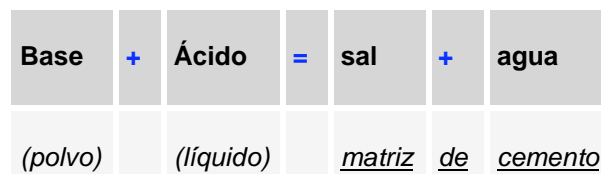
Los cementos se pueden clasificar en tres categorías principalmente:

- a. Cementos hidráulicos: Estos cementos están formados por dos constituyentes, uno de los cuales es el agua. Ejemplos de estos cementos son el yeso Paris y el cemento Pórtland.
- b. Cementos de condensación: En esta categoría la formación del cemento presenta una pérdida de agua y la condensación de dos grupos hidroxilo para formar un puente de oxígeno:
- c. Cementos ácido-base: La formación del cemento envuelve reacciones ácido-base y de hidratación.⁸

Esta última categoría de cementos son representativos en el uso de la clínica dental, por sus características físicas, químicas y biológicas, además de su fácil manipulación y costo relativamente bajo, están compuestos por la mezcla de un polvo y un líquido.

El polvo generalmente es un óxido metálico o silicato (base) y el líquido es un ácido.

La reacción que se lleva a cabo es extremadamente rápida y se obtiene una masa dura en pocos minutos después de mezclados.



El producto de la reacción es una sal compleja. El número de cementos potenciales son altos debido a las posibles combinaciones entre ácidos y bases.

Los requisitos para los líquidos de estos cementos fueron descritos por Wilson desde 1968.

- Tener suficiente acidez para descomponer el polvo (base) y liberar cationes.
- Contener un anión ácido el cual forma complejos estables con esos cationes.
- Actuar como medio para la reacción
- Capacidad de solvatar los productos de la reacción.

Generalmente los líquidos son soluciones acuosas de ácidos orgánicos e inorgánicos.
(tabla 1)

Estos ácidos incluyen ácido fosfórico, ácidos carboxílicos multifuncionales, haluros y sulfuros entre otros.

Tabla 1. Líquidos utilizados en cementos

Ácido protónico
<ul style="list-style-type: none">• Ácido fosfórico• Poli ácido acrílico• Ácido maléico• Ácido pirúvico• Ácido tartárico• Ácido tánico• Ácido melítico• Eugenol• Ácido 2-etoxibenzoico

Los polvos usualmente son óxidos e hidróxidos de metales bi y trivalentes, minerales de silicato y vidrios de aluminosilicato.

Todos los polvos deben ser capaces de liberar cationes en la solución ácida.

Los mejores óxidos para la formación del cemento son anfotéricos, como por ejemplo , vidrios de aluminosilicato, óxido de zinc, que puede reaccionar con un amplio rango de soluciones acuosas ácidas, tanto de orden orgánico como inorgánico.^{8,9}

Cemento de policarboxilato de zinc

Fue el primero de una nueva generación de cementos dentales y se basa en la gelación de soluciones concentradas de poliácido acrílico y polvos de óxido de zinc⁶.

Este material es el resultado de investigaciones exitosas para encontrar un agente cementante que permitiera la unión química con estructura dental, éstas, llevadas a cabo por el Dr. Smith en 1968, representando un avance notable en la tecnología de cementos dentales.^{6,8,10,11}

En su formulación original el líquido corresponde aproximadamente al 30-40% de una solución de poliácido acrílico¹², el cual es un homopolímero de ácido acrílico o un copolímero con ácido itacónico, ácido maléico o ácido 3 buten 1,2,3-tricarboxílico.⁸
(*fig. 1*)

La masa molecular del poliácido varía de 22 000 a 49 000.^{10,13}

Es importante mencionar que entre mayor sea el peso molecular del líquido, aumenta la resistencia del cemento, pero trae consigo dificultades en su manipulación.

En las formulaciones actuales, se liofiliza el líquido y después se agrega al polvo, para combinarlo con agua y así se pueda llevar a cabo la reacción química.

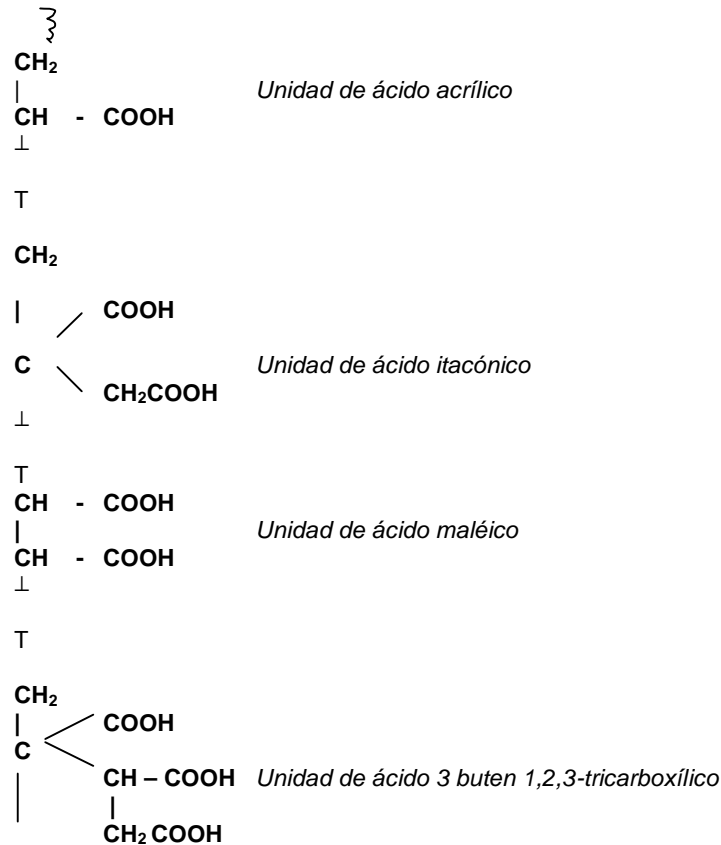


Figura 1. Estructura del poliácido acrílico

El proceso de composición y fabricación del polvo es similar al cemento de fosfato de zinc. Se forma básicamente por la fusión a 1100- 1200 °C de óxido de zinc y un 10% de óxido de magnesio, pequeñas cantidades de sílice, alúmina y sales de bismuto.

Este proceso reduce la reactividad y endurece lentamente para permitir el mezclado y su colocación, además de tornar ligeramente amarillo al polvo.¹⁴ Un componente importante que sirve como aditivo es el fluoruro estañoso 4-5%, ayuda a mejorar las características de manipulación y el tiempo de fraguado, aunque originalmente se agregó como agente liberador de flúor.^{6,8,10,12}

El flúor liberado es solo una fracción (15 a 20%) de la cantidad liberada del silicofosfato y los cementos de ionómero de vidrio.¹⁰

Su reacción de fraguado, implica la disolución de la superficie de las partículas por el ácido y la liberación de iones de zinc, magnesio y estaño; estos iones se unen con la cadena polimérica gracias a los grupos carboxilo.

Estos iones reaccionan con los grupos carboxilo de las cadenas adyacentes del poliácido, por lo que se forma una sal insoluble.^{8,10}

Como resultado de la reacción se origina una estructura amorfa de uniones entrecruzadas (*fig.2*) la cual actúa como la matriz del cemento más las partículas dispersas de polvo no reaccionadas.

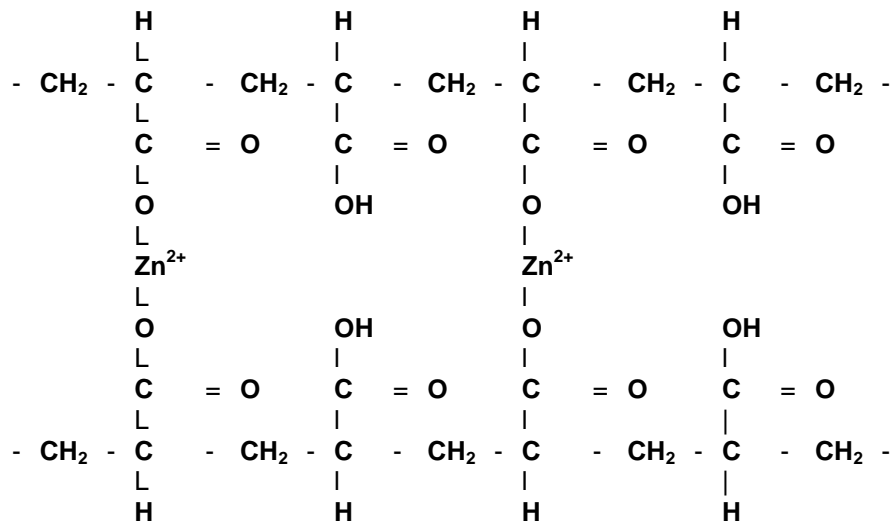


Figura 2. Estructura de cadenas cruzadas

El cemento de carboxilato posee diferentes propiedades, de las más importantes se pueden mencionar la adhesión a estructura dental y el fraguado, el cual es un proceso de endurecimiento de material que se lleva a cabo en pocos minutos de la mezcla y varía de 3 a 12 minutos a 37°C.

La adhesión química al diente se lleva a cabo cuando el poliácido acrílico reacciona con los iones de calcio de la superficie del esmalte o dentina mediante los grupos carboxilos.

También es posible este tipo de unión con algunas superficies metálicas lo que puede resultar benéfico al utilizarse como agente cementante de restauraciones coladas.

Las propiedades mecánicas en este cemento son dependientes del tiempo.

El tiempo de mezcla (tiempo necesario para unir íntima y homogéneamente la fase líquida y la sólida), es de alrededor de 30 segundos y puede variar de acuerdo a las indicaciones del fabricante, su tiempo de trabajo (tiempo transcurrido entre su unión y el comienzo de su endurecimiento) es entre 2 y 5 min.

La resistencia a la compresión oscila aproximadamente entre 55 y 67 MPa, siendo estos valores menores a los del cemento de fosfato de zinc.

El pH del líquido del cemento es de 1.7 aproximadamente, y es rápidamente neutralizado al mezclarse con el polvo. El pH de la mezcla aumenta rápidamente a medida que ocurre

la reacción de fraguado, a pesar de su naturaleza ácida, provoca una irritación pulpar mínima.

La solubilidad del cemento es baja en agua, pero aumenta cuando se expone a ácidos orgánicos con un pH de menos de 4.5. La reducción en la relación polvo-líquido produce una mayor solubilidad y una mayor tasa de desintegración en la cavidad oral.

Existen teorías que mencionan la posibilidad de que el mayor tamaño de las moléculas del ácido poliacrílico limite su difusión hacia los túbulos dentinarios, siendo la sensibilidad postoperatorio prácticamente nula.

Cemento de ionómero de vidrio

El cemento de ionómero de vidrio, también conocido como polialquenoato de vidrio fue inventado en 1969 por Alan D. Wilson y Brian Kent, surgió como una alternativa para los cementos de silicato.¹⁵

En sus principios el cemento fue diseñado para restauraciones estéticas en cavidades clase III y V. Pero debido a su adhesión y su potencial para la prevención de la caries, su utilización se extiende como agente cementante, adhesivo ortodóncico de brackets, sellador de foseas y fisuras, recubrimiento y base cavitarios, reconstrucción de muñones y restauraciones intermedias.

El tipo de aplicación depende de la consistencia del cemento (diferentes viscosidades), según la distribución del tamaño de partícula y la relación polvo-líquido.¹⁰

La formulación original del cemento consistía en una solución acuosa de poliácido acrílico (45%) la cual reaccionaba con un polvo de vidrios de fluoroaluminosilicato de calcio soluble.^{15,16,17,18}

Este líquido era muy viscoso, por lo que tenía tendencia a la gelificación con el paso del tiempo.

En la mayoría de los cementos de ionómero de vidrio, el ácido se presenta en forma de un copolímero con ácidos itacónico, maléico o tricarbóxico, que aumentan la reactividad del líquido y disminuyen la viscosidad. Se le agregan pequeñas cantidades de ácido tartárico con el fin de aumentar tiempo de trabajo.¹⁸

Los vidrios en polvo son principalmente de dióxido de silicio y alúmina y se mezclan con fluoruro de calcio. (*tabla 2*)

Estos elementos se funden y se convierten en vidrio homogéneo al calentarlos a una temperatura de 1100 – 1500 °C, se pulverizan en partículas aproximadas de 15 a 50 μm .¹⁰

Otros aditivos como lantano, estroncio, bario y óxido de zinc le confieren radiopacidad.

Tabla 2. Composición de ionómero de vidrio

Compuesto	Composición del polvo de dos ionómeros	
	Composición A (% en peso)	Composición B (% en peso)
SiO ₂	41.9	35.2
Al ₂ O ₃	28.6	20.1
AlF ₃	1.6	2.4
CaF ₂	15.7	20.1
NaF	9.3	3.6
AlPO ₄	3.8	12.0

La composición química del ionómero ha evolucionado a lo largo del tiempo y la necesidad de mejorar sus propiedades mecánicas llevó a la incorporación de partículas de metal que dieron lugar a cementos denominados reforzados con metal (cermet).^{18,19}

También el reemplazo de parte del ácido poliacrílico con monómeros hidrofílicos condujo a un material fotopolimerizable o quimiopolimerizable (ionómero de vidrio modificado con resina o híbrido).^{20,21}

Otra variante es colocar poliácido liofilizado en polvo y el vidrio en el mismo frasco del polvo. El líquido consta de agua o una mezcla acuosa de ácido tartárico, como método para aumentar el tiempo de trabajo. Cuando se mezclan los componentes con el agua, el ácido en polvo se disuelve, y se forma un ácido líquido que permite el inicio de la reacción.

Este tipo de cemento es conocido como ionómero de vidrio de fraguado con agua o ionómero de vidrio anhídrido.

Los mecanismos por los que se adhiere el ionómero de vidrio a la estructura dental aún no se han identificado en su totalidad. Pero se reconoce en el mecanismo primario

interviene la quelación de los grupos carboxilos de los poliácidos con el calcio de la apatita del esmalte y la dentina.^{10,22} (fig.3)

La fuerza adhesiva del cemento al esmalte es mayor que la fuerza de adhesión del cemento a la dentina debido al mayor contenido inorgánico del primero y a la homogeneidad desde un punto de vista morfológico.

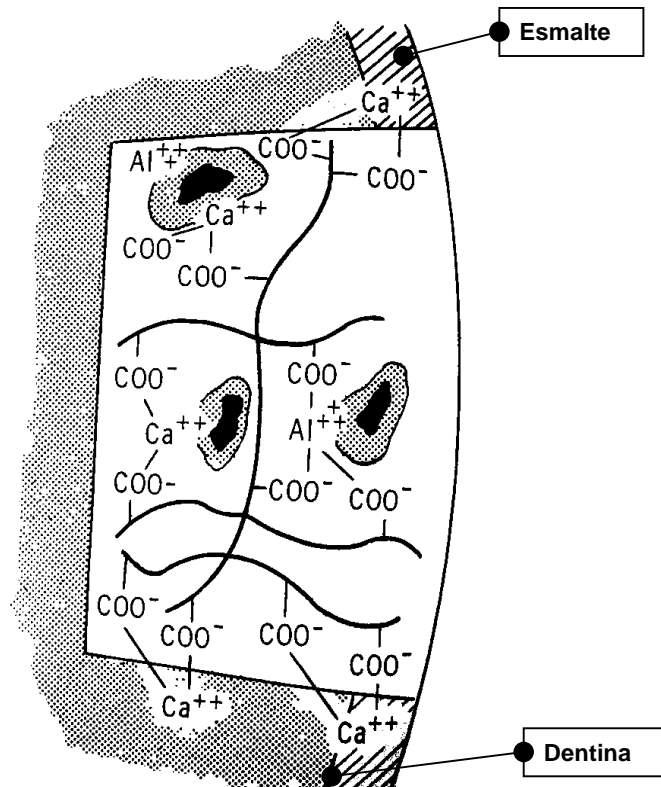


Figura 3. Estructura del cemento de ionómero de vidrio

La reacción de fraguado en este cemento se lleva a cabo al unir el polvo y el líquido, en la cual el poliácido acrílico ataca las superficies de los vidrios los cuales se descomponen, liberando iones metálicos de calcio, aluminio, sodio y flúor al medio acuoso.

Las cadenas del ácido se entrecruzan debido al reemplazo de iones calcio por aluminio a lo largo de las primeras 24 horas.

El sodio y el flúor no participan en este entrecruzamiento. Algunos iones de sodio reemplazan a los iones hidrógeno de los grupos carboxilo, mientras que remanentes se dispersan uniformemente en el cemento fraguado con los iones flúor.

En el entrecruzamiento de las cadenas se produce la hidratación, denominándose fase de maduración. La porción sin reaccionar de vidrio está recubierta con el gel de sílice que se produce cuando se desprenden los cationes de la superficie de las partículas.^{10,23,24}

El fraguado del cemento consiste en la aglomeración de partículas de polvo que no han reaccionado rodeadas de un gel de sílice en una matriz de polisales hidratadas de aluminio y calcio. (fig.4)

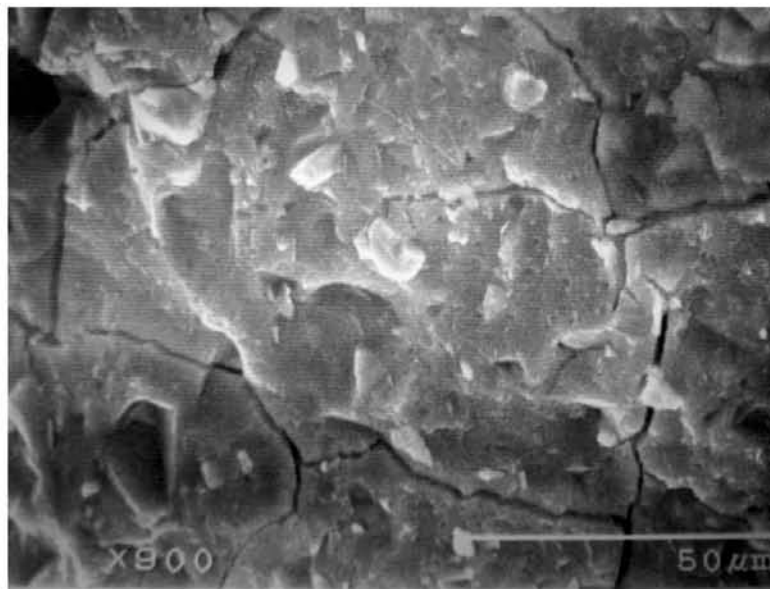


Figura 4. Microfotografía 900X del cemento de ionómero de vidrio fraguado

El agua es fundamental en el fraguado del cemento , en las primeras etapas sirve como un medio de reacción y posteriormente hidrata las uniones de la matriz, dando lugar a una estructura de gel estable, siendo más resistente y menos susceptible a la humedad.^{8,25,26,27,28}

El cemento de ionómero de vidrio es el único material que combina la estética por ser translúcido y la unión a estructura ósea y dental no tratada. La translucidez lo hace un material idóneo para restauraciones en dientes anteriores. Su característica adhesiva reduce la necesidad de eliminar tejido dentario sano y la liberación de fluoruro

contenido en el cemento (pág. 13) protege al órgano dentario del ataque por caries.^{29,30}

Técnicas para el estudio de cementos ácido-base

La mayoría de los cementos dentales con reacción ácido-base tienen una configuración amorfa, aunque pueden tener un cierto grado de cristalinidad, esto representa necesariamente la utilización de diversas técnicas capaces de dar información de esas fases. Algunas de estas técnicas incluyen pruebas químicas y mecánicas, espectroscopia infrarroja, difracción de rayos x, erosión ácida entre otras.^{8,10}

La medición de propiedades mecánicas, son las pruebas mas recurrentes por la relativa facilidad de preparación de muestras y aplicación de las mismas. Comprenden entre otras la resistencia compresiva, fuerza flexural, propiedades reológicas y fraguado. Los valores establecidos en la norma 96 de la ADA para materiales como el carboxilato de zinc y el ionómero de vidrio son parámetros que no se pueden pasar por alto y sirven en gran medida en estudios de control de calidad.⁵ (tabla 3)

Los métodos químicos se refieren principalmente a estudios de la reacción entre el componente ácido (la solución acuosa) y el componente base (polvo) y a la estabilidad del producto en agua. Esto se lleva acabo exponiendo una muestra de cemento a un chorro a presión de un agente acuoso ácido.^{31,32}

Tabla 3. Valores de la norma 96 ADA

Cemento	Usos	Espesor de película máximo (micras)	Tiempo de fraguado en minutos		Resistencia compresiva mínima (MPa)	Erosión ácida máxima (mm/hr)
			Min.	Max.		
Carboxilato de zinc	cementación	25	2.5	8	70	2.0
Ionómero de vidrio	cementación	25	2.5	8	70	0.05

3. Planteamiento del problema

Existen en el mercado diversas formulaciones y marcas de cementos de carboxilato y de ionómero de vidrio, la gran mayoría fabricados en el extranjero.

Debido a costos de fabricación, distribución y venta, en México los hacen caros para su adquisición y las producciones enviadas a nuestro país no aseguran, que estos cuenten con la calidad establecida por las normas internacionales.

Al tener la posibilidad tecnológica y la materia prima para desarrollar formulaciones propias, es necesario estudiarlas y compararlas con formulaciones comerciales y estándares internacionales para hacer las modificaciones necesarias con miras a optimizar sus propiedades. Así como el de realizarles pruebas físicas para determinar la viabilidad comercial de estas formulaciones.

4. Justificación

En este estudio se pretende valorar mediante pruebas físicas, mencionadas en la especificación No.96 de la Asociación Dental Americana los cementos dentales a base de poliácido acrílico y polvos experimentales desarrollados en el Laboratorio de Investigación de Materiales Dentales, para determinar si la calidad que poseen es la exigida para poderse fabricar y comercializar a nivel nacional e internacional, y de esta manera dejar de depender de materiales de origen extranjero.

5. Objetivos

Objetivo General

Contribuir al desarrollo de un ionómero de vidrio fabricado en el LIMD económico cumpla los requisitos de acuerdo a la especificación no.96 de la Asociación Dental Americana a y que permita en México abaratar costos de fabricación.

Objetivos Específicos

- Realizar las valoraciones de calidad a formulaciones de ionómero de vidrio y policarboxilato desarrollados en el Laboratorio de Materiales Dentales así como a diferentes cementos de carboxilato de zinc y de ionómero de vidrio de origen extranjero.

1. Según los parámetros establecidos en la norma ADA 96,

Realizar a las pruebas de:

- Espesor de película
- Tiempo de fraguado
- Resistencia a la compresión
- Erosión ácida

2. Elaborar cuadros comparativos entre los valores obtenidos para cada material en el estudio.

6. Hipótesis

Los cementos dentales a base de poliácido acrílico (polvos de zinc y fluoroaluminosilicato) desarrollados en el Laboratorio de Investigación de Materiales Dentales al ser comparados con productos de origen extranjero cumplen con las pruebas físicas establecidas en las normas internacionales.

7. Materiales y Métodos

Tipo de estudio

El modelo de estudio realizado es de tipo transversal, al medirse las características de varios grupos en un momento dado sin pretender evaluar la evolución de éstas.

Observacional, al medirse el fenómeno estudiado sin modificar ninguno de los factores que intervienen en el proceso.

Comparativo al estudiar diferentes grupos de formulaciones con la finalidad de comparar variables para contrastar una o varias hipótesis.

Población de estudio

Para la realización de cada una de las pruebas se utilizaron especímenes fabricados con:

Sistema polvo (óxido de zinc) – líquido de poliácido acrílico

- Formulaciones experimentales
- Formulaciones comerciales
 1. Durelon ESPE (Dental Medizin GmbH and Co, Alemania)
 2. PCA (Medental International, USA)
 3. Harvard CC (Harvard Dental-GmbH. Alemania)

Sistema polvo – líquido de ionómero de vidrio

- Formulaciones experimentales de ionómero de vidrio
- Formulaciones experimentales
 1. Ionómero de vidrio Medental. USA
 2. Ionómero de vidrio Degussa, Alemania

3. GC Fuji I, GC Corporation, Japón
4. 3M Vitremer, 3M St. Paul, MN
5. GC Fuji Plus, GC Corporation, Japón

Formulaciones experimentales:

Primera etapa:

Se utilizaron 5 soluciones experimentales de poliácido acrílico PA1 a PA5 (*Tabla 4*) y se mezclaron en proporciones polvo-liquido de 1.5:1, 2:1, 2.9:1 con la formulación de polvo de zinc experimental para cemento de carboxilato, compuesta principalmente por ZnO y MgO.

Tabla 4. Aspecto y peso molecular de soluciones de poliácido acrílico de las series PA1 a PA5

Solución	Aspecto	Peso molecular	Viabilidad
PA1	Transparente, viscosidad media, estable	40,000	Si
PA2	Transparente, viscosidad media, estable	23,000	Si
PA3	Transparente, viscosidad media, estable	108,000	Si
PA4	Transparente, viscosidad media, estable	38,000	Si
PA5	Transparente, viscosidad media, estable	45,000	Si

Segunda etapa:

Posteriormente se realizaron 8 formulaciones experimentales del líquido PA1 con variantes (*tabla 5*), y la formulación de polvo de zinc para cemento de carboxilato, conteniendo en su fórmula general principalmente ZnO y MgO, y una formulación de polvo de fluoroaluminosilicato para ionómero de vidrio conteniendo en su formulación Al_2O_3 , SiO_2 , CaF_2 , AlF_3 , AlPO_4 y NaAl_6 .

Tabla 5. Formulaciones variantes de PA1

Grupo	Formulación
1	Copolímero de ácido acrílico + ácido itacónico + ácido maléico
2	Copolímero de ácido acrílico + ácido itacónico + ácido maléico + 5% ácido tartárico
3	Copolímero de ácido acrílico + ácido itacónico
4	Copolímero de ácido acrílico + ácido itacónico + 5% ácido tartárico
5	Copolímero de ácido acrílico + ácido maléico
6	Copolímero de ácido acrílico + ácido maléico + 5% ácido tartárico
7	Poliácido acrílico
8	Poliácido + 5% ácido tartárico

Las formulaciones comerciales utilizadas para la comparación de las formulaciones experimentales fueron:

Sistema polvo – líquido de policarboxilato de zinc (*fig 5*)

1. Durelon ESPE (Dental Medizin GmbH and Co, Alemania, lote 31031214)
2. PCA (Medental International, USA, lote 96031004)
3. Harvard CC (Harvard Dental-GmbH. Alemania. Lote 950302)



Figura 5 Cementos de carboxilato comerciales

Sistema polvo – líquido de ionómero de vidrio comerciales (fig. 6)

1. Ionómero de vidrio Medental. USA, lote 98031004
2. Ionómero de vidrio Degussa, Alemania, lote 971004
3. GC Fuji I, GC Corporation, Japón, lote 151171
4. 3M Vitremer, 3M St. Paul, MN, lote 19990709
5. GC Fuji Plus, GC Corporation, Japón, lote 130671



Figura 6 Cementos de ionómero de vidrio comerciales

8. Métodos de prueba

Condiciones ambientales

Todas las muestras fueron preparadas a una temperatura de $23^{\circ} \pm 1^{\circ} \text{C}$ y una humedad relativa de $55 \pm 5\%$.

Método de mezclado

Los diferentes cementos se mezclaron manualmente, con una espátula terno de acero inoxidable en una loseta de vidrio de $8 \times 12 \times 1 \text{cm}$ de grosor, siguiendo las proporciones sugeridas por las formulaciones comerciales. (fig. 7)

Los tiempos de mezcla se establecieron en 30 segundos, se dividió el polvo en dos porciones, se incorporó la primera al líquido en 15 segundos y el tiempo restante la segunda, con movimientos envolventes hasta obtener una mezcla homogénea.

Se preparó suficiente material para asegurar que cada espécimen estuviera completo en una mezcla (fig. 8)

Una mezcla fresca fue preparada para cada muestra.



Figura 7. Relación .polvo y liquido



Figura 8. Mezclado del cemento

Resistencia a la compresión

Materiales:

- Estufa Hanau a temperatura de $37 \pm 1^\circ\text{C}$ y a 95% de humedad relativa (Hanau Engineering Co., Estados Unidos de Norteamérica, 1650 watts, 115 volts).
- Moldes de acero inoxidable para obtener muestras de $4\text{mm} \pm 0.1\text{ mm}$ de diámetro y $6\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ de alto. (*fig. 9*)
- Prensas con placas planas y lisas de acero inoxidable (*fig. 10*)
- Máquina Universal de Pruebas (Instron corporation. Modelo 1137. Estados Unidos de Norteamérica)
- Cera cristalina diluida en tolueno como agente separador.



Figura 9. Molde de acero



Figura 10. Prensa de acero

Métodos:

- El primer paso fue colocar con un pincel delgado el separador a los moldes de las muestras para evitar que el cemento se adhiriera en su interior.
- Se colocó el molde encima de la primera placa de acero inoxidable.
- Se preparó una mezcla de cemento de acuerdo a las condiciones y tiempos establecidos previamente y se llevó al molde, sobrellenándolo ligeramente y

evitando atrapar burbujas de aire, esto dentro de los dos minutos de haber comenzado la mezcla.

- Se colocó posteriormente la segunda placa de acero inoxidable en la parte superior del molde y se sujetaron con la prensa.
- 2 minutos 30 segundos después de iniciada la mezcla, el molde se transfirió a la estufa a una atmósfera de 95 % de humedad relativa a 37° C.
- 60 min. más tarde se retiró de la estufa la prensa con el molde y se retiraron las placas de acero.
- Las superficies del molde con las muestras de cemento se desgastaron en forma plana, en ángulos rectos al eje, usando polvo de carburo de silicio de grano fino(25-50 micras). Las muestras de prueba se mantuvieron húmedas durante el desgaste y se rotaron un cuarto de vuelta después del desgaste (técnica de pulido metalográfico).
- Después de desgastar las muestras se removieron del molde y se almacenaron en agua tridestilada a 37° C, por 23 horas \pm 0.5.
- Transcurrido ese tiempo las muestras se colocaron en la máquina universal de pruebas y se aplicó una fuerza compresiva hasta la fractura, a una velocidad de 1mm por minuto.(fig. 11 y 12)
- Los resultados se obtuvieron en papel milimétrico y se analizó con la fórmula $C = \frac{4p}{\pi} \times d^2$ (p = máxima carga aplicada en Newtons, d = diámetro de la muestra).
- El valor de la resistencia a la compresión se reportó como promedio de 3 o más de un lote de 5 muestras.

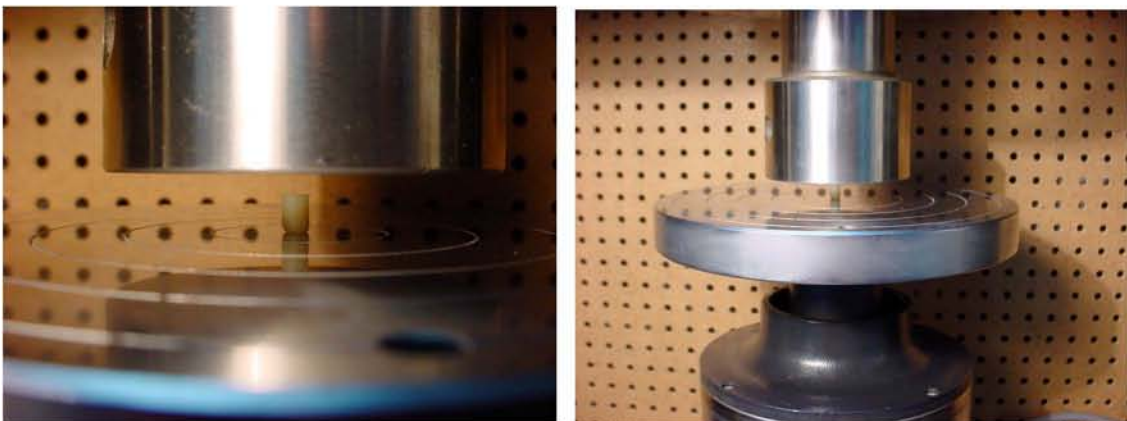


Figura 11 y 12 . Muestra aplicándole carga compresiva en INSTRON

Tiempo de fraguado

Materiales:

- Anillo metálico de 4.8mm de altura, 11.1mm de diámetro externo y 9.5mm de diámetro interno.
- Estufa Hanau a temperatura de $37 \pm 1^\circ\text{C}$ y una atmósfera de 95% de humedad relativa (Hanau engineering Co. Estados Unidos de Norteamérica, 1650 watts, 115 volts). (fig. 13)
- Indentador Gillmore de $400\text{g} \pm 5\text{g}$ de masa con punta de trabajo cilíndrica de aproximadamente 5mm y punta plana de $1\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ (fig. 14)
- Loseta de vidrio
- Cronómetro



Figura 13. Estufa Hanau

Método:

- Se colocó el anillo metálico (mantenido a temperatura ambiente $23 \pm 1^\circ\text{C}$) sobre la loseta y se llenó hasta la superficie con una mezcla de cemento recién hecha.

- 60 segundos después de terminada la mezcla se colocó el indentador con la muestra en la estufa
- 30 segundos después se bajó verticalmente la punta del indentador sobre la superficie horizontal del cemento por 5 segundos.
- Se levantó la punta y se limpió de residuos de cemento.
- Se repitió el procedimiento de bajar la punta a intervalos de 30 segundos para determinar el tiempo aproximado de fraguado, el indicador fue cuando la aguja falla en hacer un círculo perceptible sobre la superficie de la muestra cuando se le permite descansar bajo su propio peso.
- Se realizaron tres determinaciones para cada cemento.



Figura 14. Indentador Gillmore

Espesor de película

Materiales:

- Dos cristales o placas de vidrio planas de grosor uniforme 5mm y una superficie de contacto de aproximadamente $200 \text{ mm}^2 \pm 25 \text{ mm}^2$
- Tornillo micrométrico (Mitutoyo M820-25, Japón)
- Aparato para aplicar una carga de $150 \text{ N} \pm 2\text{N}$ en un eje vertical en relación a la muestra. (diseño del LIMD)

Método:

- Se determinó el grosor inicial de las dos placas de vidrio colocadas una sobre otra, mediante el uso del tornillo micrométrico con una precisión de $1\mu\text{m}$, registrándose éste primer dato. (*fig. 15*)



fig. 15 tornillo micrométrico con placas de vidrio

- Se retira la placa de vidrio superior.
- Se mezcla y se coloca en el centro de la segunda placa una porción del cemento ($0.1 \text{ ml} \pm 0.05 \text{ ml}$), se coloca encima la primera de las dos placas, teniendo especial cuidado de hacerlo en la misma posición en la que se encontraba al hacer la primera medición.



fig. 16 placas de vidrio con cemento

- 90 segundos después de que la mezcla se inició, se aplicó la carga de $150 \text{ N} \pm 2 \text{ N}$ verticalmente sobre la placa superior.
- Diez minutos después de aplicada la carga se determinó el grosor de las dos placas con la película de cemento entre ellas.
- La diferencia en el grosor de las dos placas, con y sin película de cemento, se considera como el espesor de la película.
- Se reportó un promedio de 4 pruebas para cada cemento (ver anexo).

Erosión ácida

Materiales:

- Ambientador de 37°C y humedad relativa 30%
- Micrómetro medidor de profundidad, de punta plana 1mm, (Mitutoyo ID-C1012EBS, Japón) precisión de $\pm 0.01\text{mm}$
- Cronómetro
- Aparato de erosión ácida (diseño del LIMD con especificaciones de la norma 96 ADA), consta de un receptáculo de vidrio con una llave para regular el flujo de líquido que se inserta a un tubo de vidrio con ocho salidas iguales de 1mm de diámetro. Funciona con una bomba de recirculación que mantiene constante el volumen de la solución. (fig. 17)
- Base de acero inoxidable con ocho orificios para sujetar muestras.
- Moldes para muestras (utilizados para la prueba de resistencia compresiva)
- Dilución acuosa de ácido láctico.
- Potenciómetro (pH tester 3900-50 Cole Parmer. USA. Electrodo 590000-56 Cole Parmer, USA)

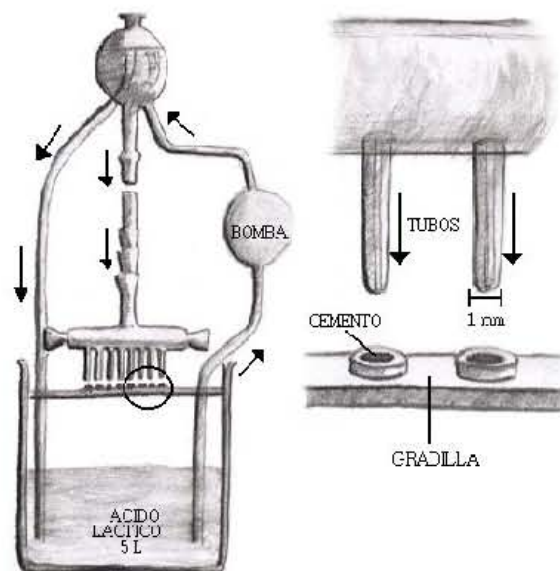


Figura17. Aparato de erosión ácida

Métodos:

-
- Se preparan 5 litros de solución (20 mmol/ \pm 1 mmol/l de ácido láctico) 18 horas antes de la prueba, diluido en agua grado 3 y un pH de 2.7 ± 0.02 . El control del pH se hace mediante el potenciómetro. Si es necesario el pH se ajusta con una solución 1 mol/litro de hidróxido de sodio o una solución de ácido clorhídrico 1 mol/litro.
- Se obtienen 4 muestras de cada cemento, necesarias para esta prueba siguiendo la metodología para la prueba de resistencia compresiva.
- Después de obtenidas las muestras, se colocan para su periodo de acondicionamiento en el ambientador a 37°C , por 23 ± 0.5 horas, se almacenan en un recipiente hermético conteniendo las muestras en un papel filtro humedecido.
- Pasado el tiempo de acondicionamiento se colocan las muestras en la base de acero inoxidable y se toman 5 lecturas (centro y cuatro puntos cardinales) de la superficie de cada muestra, con el micrómetro de profundidad (*fig.18*) obteniéndose un promedio (D_1)
- Las muestras son colocadas en una gradilla metálica (*fig.19*) en el aparato de inyección ácido, con el chorro constante cayendo sobre ellas a una distancia de 10mm. por un período de tiempo, para cementos de carboxilato 1 hora y para Ionómeros de 24 hr.
- Transcurrido el tiempo establecido, se toma una segunda medición con el mismo principio que la primera obteniéndose un promedio (D_2)



Figura 18. Micrómetro de profundidad

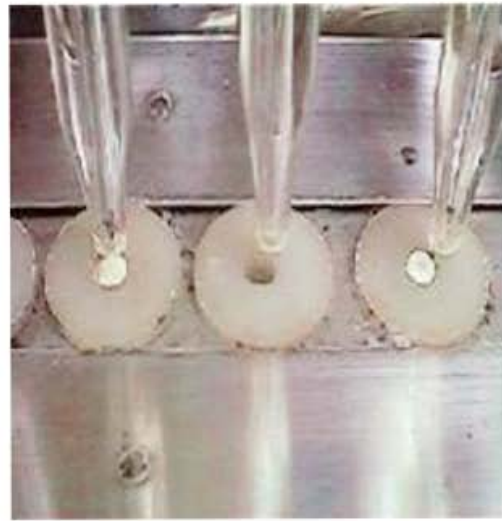


Figura19 . Gradilla metálica con muestras

- Los resultados se obtuvieron de la diferencia entre la primera medición con respecto a una segunda, y se aplicó la fórmula correspondiente para la obtención de la velocidad de erosión : $R = \frac{D_2 - D_1}{t}$.

9. Resultados

Se muestran en principio los resultados de pruebas de resistencia a la compresión de la formulación de óxido de zinc para cementos de carboxilato y los líquidos del PA1 a PA5 mezclados a relaciones de polvo- líquido de 1.5:1, 2:1, 2.9:1.

También se muestran los resultados con las ocho formulaciones de líquidos, derivadas de las modificaciones del PA1, se compararon con los cementos comerciales en pruebas de resistencia compresiva, tiempo de fraguado, espesor de película y erosión ácida.

A los resultados obtenidos se les aplicaron las pruebas estadísticas de análisis de varianza y la prueba de comparaciones múltiples de Tukey para observar las posibles diferencias estadísticamente significativas.

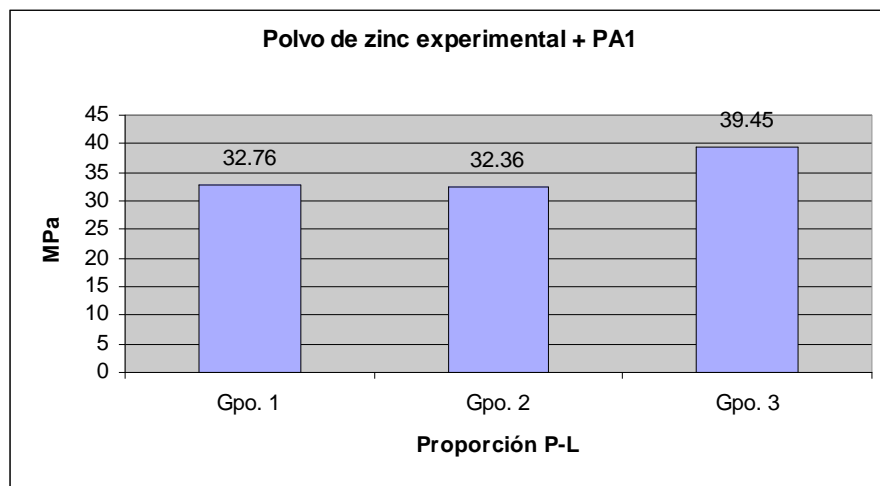
Primera etapa

Resultados de las formulaciones de polvo de zinc para cemento de carboxilato experimental en pruebas de compresión medidos en MPa.

Tabla 6.

Polvo de zinc experimental+ PA1			
Muestra	(Gpo. 1) Relación 1.5:1	(Gpo. 2) Relación 2:1	(Gpo. 3) Relación 2.9:1
1	35.56	31.21	38.07
2	25.58	34.90	41.82
3	33.38	32.70	36.82
4	39.94	26.80	41.82
5	34.32	36.20	38.70
Promedio	32.76 Mpa	32.36 MPa	39.45 Mpa
Desv. Est.	4.09	3.66	2.27

En la tabla 6 se puede observar que los valores promedio son muy semejantes aunque con la proporción 2.9:1 aumento la resistencia a la compresión.



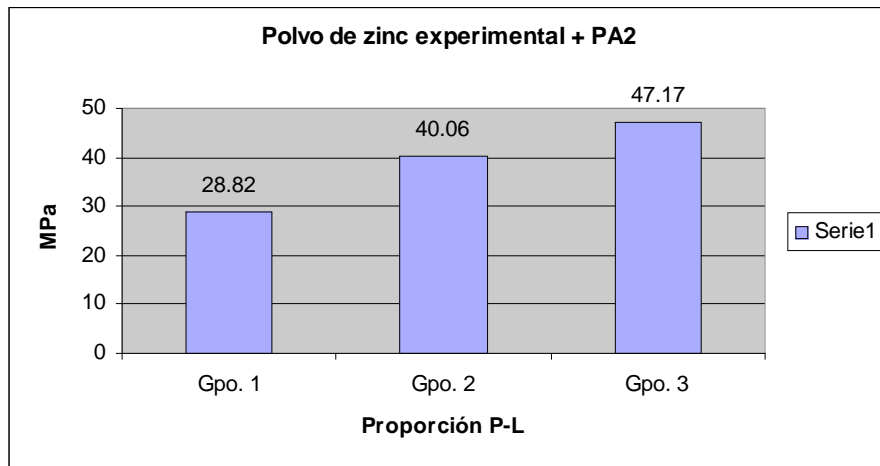
Gráfica 1.

De acuerdo al análisis de varianza existió una diferencia significativa ($P = 0.011$), y al aplicar la prueba de comparaciones múltiples de Tukey se encontraron diferencias significativa ($P < 0.05$) entre los grupos 1 vs. 3 y 2 vs. 3

Tabla 7

Polvo de zinc para carboxilato experimental + PA2			
Muestra	(Gpo. 1) Relación 1.5:1	(Gpo. 2) Relación 2:1	(Gpo. 3) Relación 2.9:1
1	29.32	39.93	52.41
2	29.32	40.56	51.79
3	27.45	42.43	46.17
4	31.20	43.05	36.19
5	26.83	34.32	49.29
Promedio	28.82 MPa	40.06 MPa	47.17 MPa
Desv. Est.	1.73	3.46	6.61

El grupo 3 observa la mayor resistencia a la compresión, mientras que el valor inferior fue obtenido por el grupo 1.



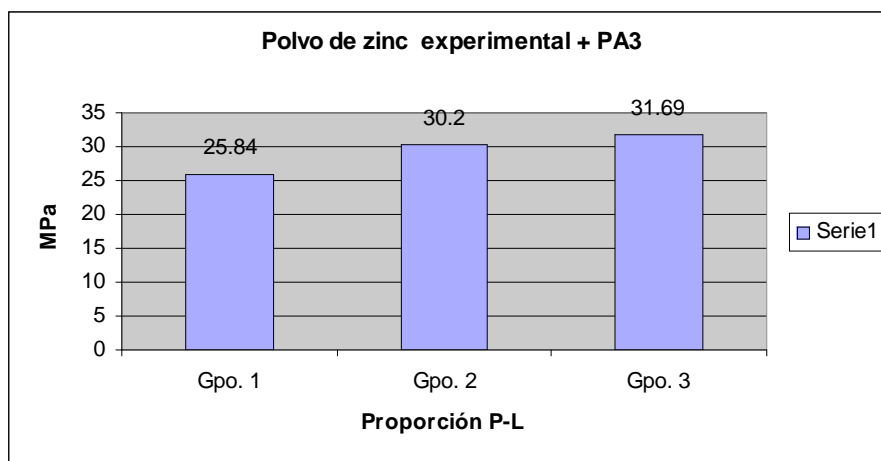
Gráfica2

De acuerdo al análisis de varianza existió una diferencia significativa ($P = 0.011$), y al aplicar la prueba de comparaciones múltiples de Tukey se encontraron diferencias significativa ($P < 0.05$) entre los grupos 1 vs. 2 y 1 vs. 3

Tabla 8.

Polvo de zinc para carboxilato experimental + PA3			
Muestra	(Gpo. 1) Relación 1.5:1	(Gpo. 2) Relación 2:1	(Gpo. 3) Relación 2.9:1
1	26.83	28.08	33.69
2	26.83	30.57	17.47
3	21.88	29.95	31.82
4	28.08	31.82	38.68
5	25.58	30.57	36.81
Promedio	25.84 MPa	30.20 MPa	31.69 MPa
Desv. Est.	2.38	1.37	8.39

Los valores obtenidos con esta formulación son muy semejantes no se nota una diferencia entre las proporciones manipuladas.



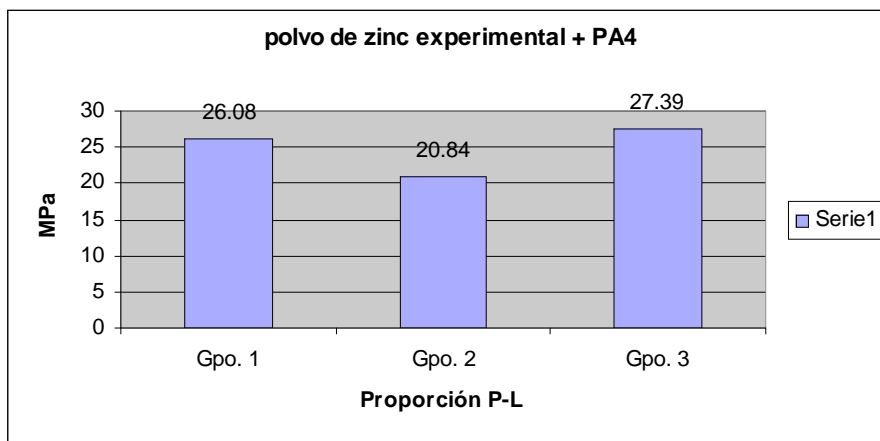
Gráfica 3

De acuerdo al análisis de varianza no existió una diferencia significativa ($P = 0.210$) entre los grupos.

Tabla 9.

Polvo de zinc para carboxilato experimental + PA4			
Muestra	(Gpo. 1) Relación 1.5:1	(Gpo. 2) Relación 2:1	(Gpo. 3) Relación 2.9:1
1	24.96	13.72	21.21
2	28.08	17.47	34.32
3	26.83	24.33	35.56
4	29.95	24.32	24.02
5	20.59	24.34	21.84
Promedio	26.08 MPa	20.84 MPa	27.39 MPa
Desv. Est.	3.56	4.96	6.98

En esta tabla se observan valores muy semejantes en los tres grupos comparados no existiendo diferencia estadística.



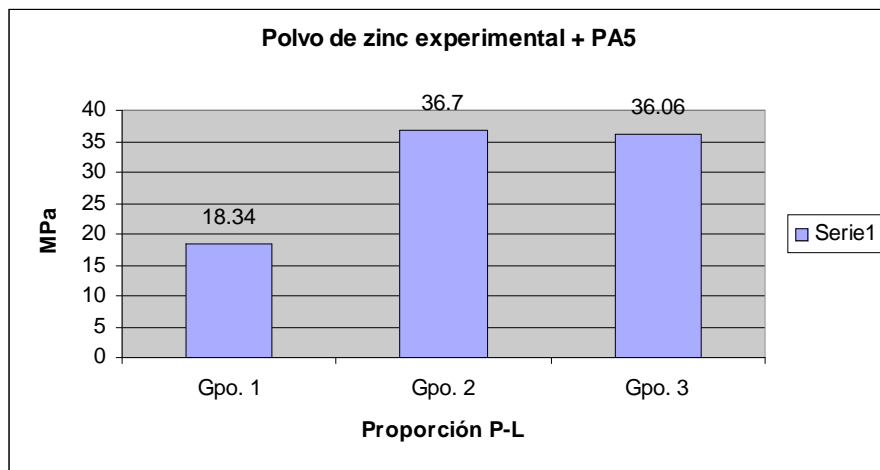
Gráfica 4.

De acuerdo al análisis de varianza no existió una diferencia significativa ($P = 0.166$) entre los grupos.

Tabla 10.

Polvo de zinc para carboxilato experimental + PA5			
Muestra	(Gpo. 1) Relación 1.5:1	(Gpo. 2) Relación 2:1	(Gpo. 3) Relación 2.9:1
1	24.96	38.06	33.69
2	19.34	19.34	53.66
3	14.35	39.93	22.46
4	15.60	57.43	28.08
5	17.47	28.74	42.43
Promedio	18.34 MPa	36.7 MPa	36.06 MPa
Desv. Est.	4.15	14.20	12.29

En la tabla se observa que la relación 1.5:1 tiene los valores mas bajos de resistencia compresiva comparados con los otros dos grupos que tienen valores muy similares.



Gráfica 5.

De acuerdo al análisis de varianza existió una diferencia significativa ($P = 0.037$), y al aplicar la prueba de comparaciones múltiples de Tukey se encontraron diferencias significativa ($P < 0.05$) entre los grupos 1 vs. 2 y 1 vs. 3

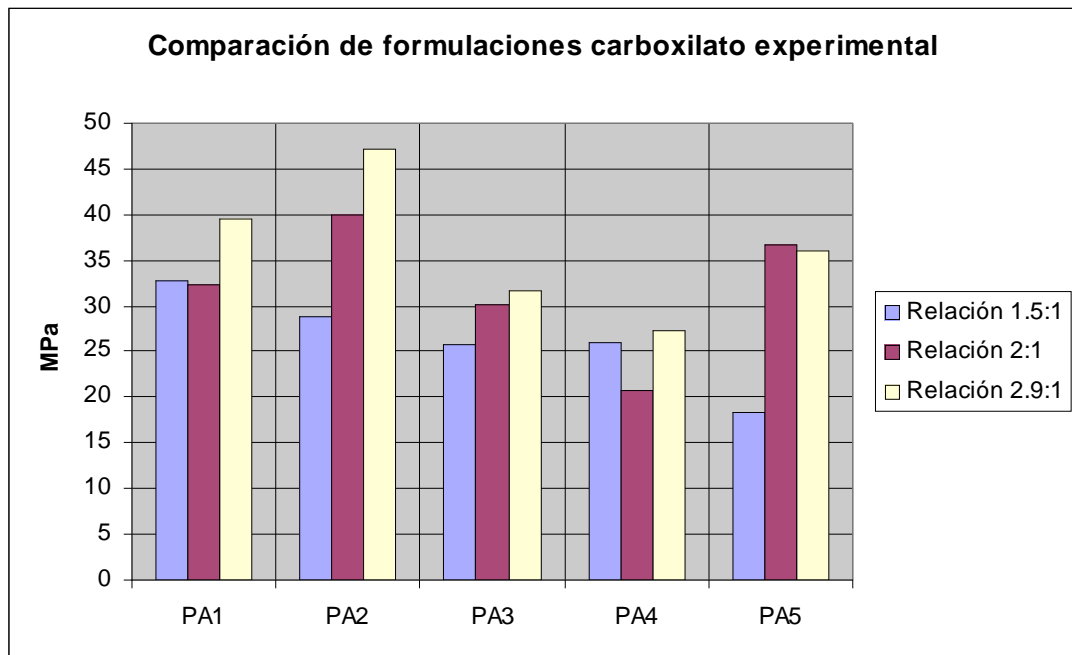
En la siguiente gráfica se muestra la comparación de los valores de la mezcla del polvo de zinc experimental con los 5 grupos de poliácido acrílico experimentales.

En ella se observan valores menores a los mencionados en la norma 96 de la ADA, que es de 70 MPa como mínimo para todas las formulaciones y en sus distintas relaciones polvo-liquido.

Para la relación 1.5:1 la que obtuvo el valor mas alto fue el grupo PA1 (32 MPa) y el menor el PA5 (18 Mpa).

En la relación 2:1 el valor mas alto lo obtuvo el grupo PA2 (40 MPa) y el mas bajo PA1 (20 MPa).

La relación 2.9:1 los valores encontrados fueron , el mayor PA2 (47 MPa) y el menor PA1 (28 MPa).



Gráfica 6

Segunda etapa

Resultados de las diferentes pruebas realizadas al polvo de óxido de zinc para carboxilato experimental mezclado con modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos), comparados con los cementos comerciales.

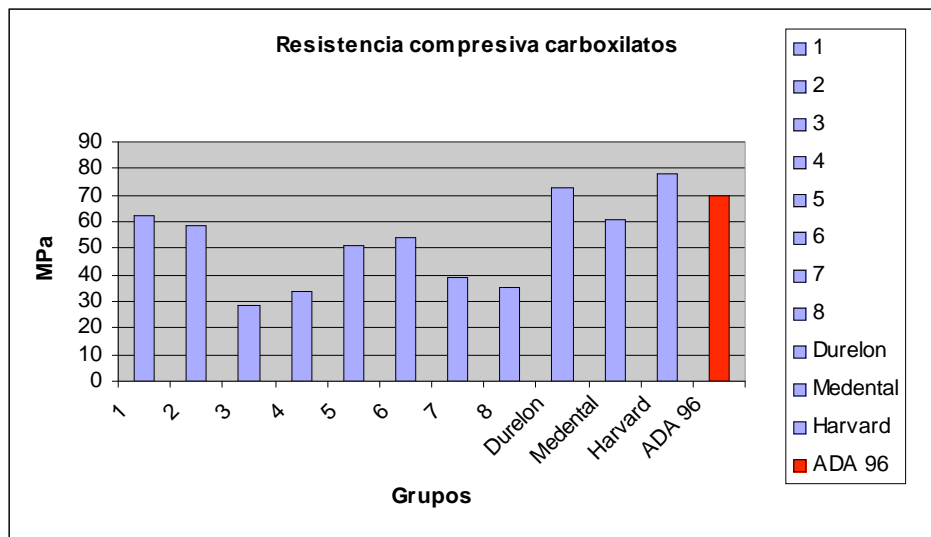
Prueba de resistencia a la compresión

Tabla 11

Grupo	1	2	3	4	5	6	7	8
Muestra 1	59.92	54.62	33.32	35.42	41.74	55.16	41.67	33.32
Muestra 2	61.17	59.30	26.06	33.47	51.89	54.38	35.81	35.74
Muestra 3	64.29	62.42	26.06	37.61	49.47	58.91	40.81	35.81
Muestra 4	56.68	56.80	26.37	27.07	51.89	54.31	40.65	37.14
Muestra 5	68.04	60.55	32.30	35.89	61.17	47.13	37.92	34.72
Promedio MPa	62.02	58.73	28.82	33.89	51.23	53.98	39.37	35.34

Tabla 12

Grupo	Durelon	Medental	Harvard
Muestra 1	65.70	57.32	71.23
Muestra 2	71.45	63.19	79.45
Muestra 3	83.23	68.06	75.68
Muestra 4	70.05	61.23	78.98
Muestra 5	74.65	55.34	83.12
Promedio MPa	73.016	61.028	77.692



Gráfica 7

Datos obtenidos al realizar el análisis de varianza de una vía

Tabla 13.

Grupo	Promedio	Desviación estándar
1	62.020	4.331
2	58.738	3.077
3	28.822	3.661
4	33.892	4.089
5	51.232	6.943
6	53.978	4.269
7	39.372	2.438
8	35.346	1.422
Durelon	73.016	6.553
Medental	61.028	5.007
Harvard	77.6922	4.473

P= <0.001 | F= 65.640

Resultados obtenidos en la prueba de comparaciones múltiples de Tukey

Tabla 14.

Comparación de grupos	Diferencia de promedios	Diferencia significativa P<0.05
Harvard vs. 3	48.870	Si
Harvard vs. 4	43.800	Si
Harvard vs. 8	42.346	Si
Harvard vs. 7	38.320	Si
Harvard vs. 5	26.460	Si
Harvard vs. 6	23.714	Si
Harvard vs. 2	18.954	Si
Harvard vs. Medental	16.664	Si
Harvard vs. 1	15.672	Si
Harvard vs. Durelon	4.676	No
Durelon vs. 3	44.194	Si
Durelon vs. 4	39.124	Si
Durelon vs. 8	37.670	Si
Durelon vs. 7	33.644	Si
Durelon vs. 5	21.784	Si
Durelon vs. 6	19.038	Si
Durelon vs. 2	14.278	Si
Durelon vs. Medental	11.988	Si
Durelon vs. 1	10.996	Si
1 vs. 3	33.198	Si
1 vs. 4	28.128	Si
1 vs. 8	26.674	Si
1 vs. 7	22.648	Si
1 vs. 5	10.788	Si
1 vs. 6	8.042	No
1 vs. 2	3.282	No
1 vs. Medental	0.992	No
Medental vs. 3	32.206	Si
Medental vs. 4	27.136	Si
Medental vs. 8	25.682	Si
Medental vs. 7	21.656	Si
Medental vs. 5	9.796	Si
Medental vs. 6	7.050	No

Medental vs. 2	2.290	No
2 vs. 3	29.016	Si
2 vs. 4	24.846	Si
2 vs. 8	23.392	Si
2 vs. 7	19.366	Si
2 vs. 5	7.506	No
2 vs. 6	4.760	No
6 vs. 3	25.156	Si
6 vs. 4	20.086	Si
6 vs. 8	18.632	Si
6 vs. 7	14.606	Si
6 vs. 5	2.746	No
5 vs. 3	22.410	Si
5 vs. 4	17.340	Si
5 vs. 8	15.886	Si
5 vs. 7	11.860	Si
7 vs. 3	10.550	Si
7 vs. 4	5.480	No
7 vs. 8	4.026	No
8 vs. 3	6.524	No
8 vs. 4	1.454	No
4 vs. 3	5.070	No

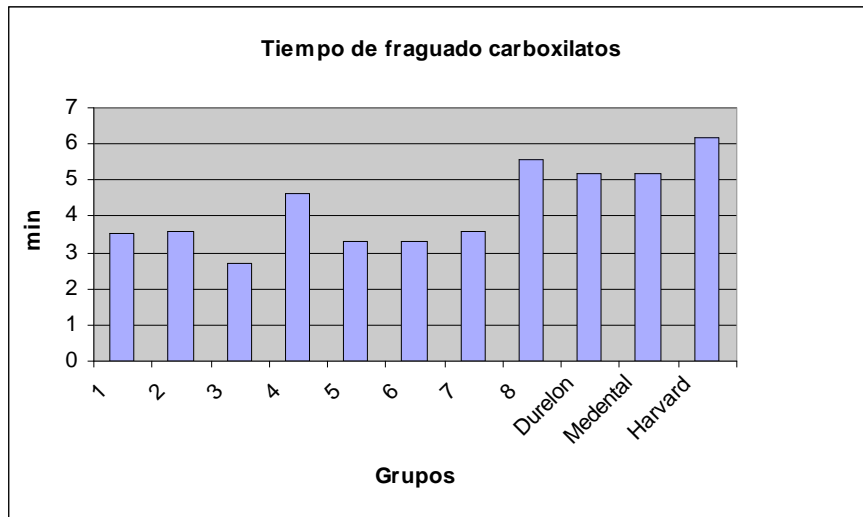
Tiempo de fraguado medido en minutos

Tabla 15.

Número muestra	Grupo	1 (min)	2 (min)	3 (min)	4 (min)	5 (min)	6 (min)	7 (min)	8 (min)
1		3.56	3.70	2.80	4.42	3.25	3.32	3.60	5.65
2		3.60	3.45	2.85	4.91	3.42	3.27	3.63	5.38
3		3.41	3.61	2.45	4.55	3.20	3.27	3.57	5.67
t promedio		3.52	3.58	2.70	4.62	3.29	3.28	3.60	5.56

Tabla 16

Número muestra	Grupo (min)	Durelon (min)	Medental (min)	Harvard (min)
1		4.45	5.80	5.89
2		5.32	5.04	6.65
3		5.78	4.78	5.98
t promedio		5.18	5.20	6.17



Gráfica 8

Datos obtenidos al realizar el análisis de varianza de una vía

Tabla 17.

Grupo	Promedio (min)	Desviación estándar
1	3.523	0.100
2	3.587	0.127
3	2.700	0.218
4	4.627	0.254
5	3.290	0.115
6	3.287	0.028
7	3.600	0.030
8	5.567	0.162
Durelon	5.183	0.675
Medental	5.207	0.530
Harvard	6.173	0.415

P= <0.001 | F= 39.410

Resultados obtenidos en la prueba de comparaciones múltiples de Tukey

Tabla 18.

Comparación de grupos	Diferencia de promedios	Diferencia significativa P<0.05
Harvard vs. 3	3.473	Si
Harvard vs. 6	2.887	Si
Harvard vs. 5	2.883	Si
Harvard vs. 1	2.650	Si
Harvard vs. 2	2.587	Si
Harvard vs. 7	2.573	Si
Harvard vs. 4	1.547	Si
Harvard vs. Durelon	0.990	Si
Harvard vs. Medental	0.967	Si
Harvard vs. 8	0.677	No
8 vs. 3	15.781	Si
8 vs. 6	2.280	Si
8 vs. 5	2.277	Si
8 vs. 1	2.043	Si
8 vs. 2	1.980	Si
8 vs. 7	1.967	Si
8 vs. 4	0.940	Si
8 vs. Durelon	0.383	No
8 vs. Medental	0.360	No
Medental vs. 3	2.507	Si
Medental vs. 6	1.920	Si
Medental vs. 5	1.917	Si
Medental vs. 1	1.683	Si
Medental vs. 2	1.620	Si
Medental vs. 7	1.607	Si
Medental vs. 4	0.580	No
Medental vs. Durelon	0.023	No
Durelon vs. 3	2.483	Si
Durelon vs. 6	1.897	Si
Durelon vs. 5	1.893	Si

Durelon vs. 1	1.660	Si
Durelon vs. 2	1.597	Si
Durelon vs. 7	1.583	Si
Durelon vs. 4	0.557	No
4 vs. 3	1.927	Si
4 vs. 6	1.340	Si
4 vs. 5	1.337	Si
4 vs. 1	1.103	Si
4 vs. 2	1.040	Si
4 vs.7	1.027	Si
7 vs. 3	0.900	No
7 vs. 6	0.313	No
7 vs. 5	0.310	No
7 vs. 1	0.076	No
7 vs. 2	0.013	No
2 vs. 3	0.887	No
2 vs. 6	0.300	No
2 vs. 5	0.297	No
2 vs. 1	0.063	No
1 vs. 3	0.823	No
1 vs. 6	0.237	No
1 vs. 5	0.233	No
5 vs. 3	0.590	No
5 vs. 6	0.003	No
6 vs. 3	0.587	No

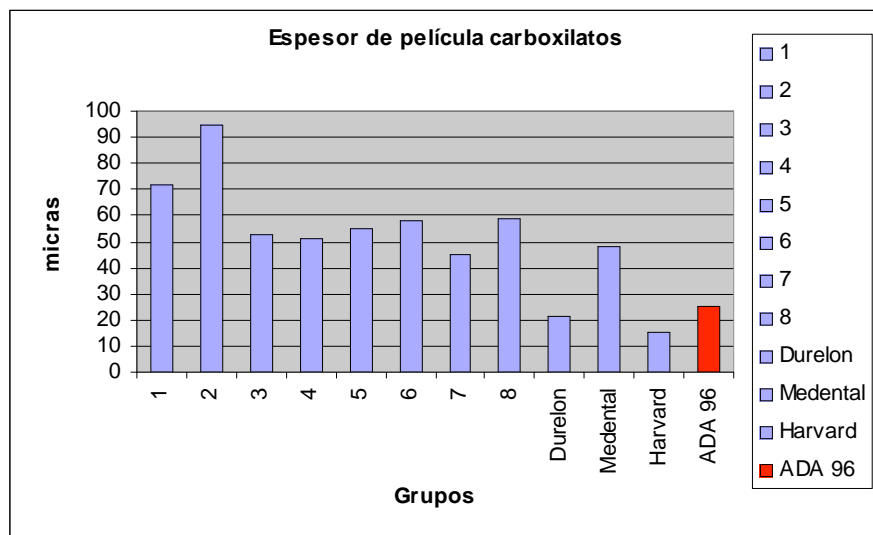
Espesor de película medido en μm .

Tabla 19.

Muestra	Grupo	1	2	3	4	5	6	7	8
1		83	100	61	49	51	52	49	48
2		73	93	57	45	54	48	55	49
3		62	99	49	57	56	54	42	49
4		77	88	54	50	56	83	35	53
5		68	96	47	57	58	56	47	96
Promedio μm		72	95	53	51	55	58	45	59

Tabla 20.

Muestra	Grupo	Durelon	Medental	Harvard
1		16	50	10
2		23	42	13
3		21	42	21
4		31	61	20
5		17	47	15
Promedio μm		21	48	15



Gráfica 9.

Datos obtenidos al realizar el análisis de varianza de una vía

Tabla 21

Grupo	Promedio	Desviación estándar
1	0.072	0.008
2	0.095	0.004
3	0.053	0.005
4	0.051	0.005
5	0.055	0.002
6	0.058	0.014
7	0.045	0.007
8	0.0590	0.020
Durelon	0.0216	0.005
Medental	0.048	0.007
Harvard	0.015	0.004

P= <0.001 | F= 26.861

Resultados obtenidos en la prueba de comparaciones múltiples de Tukey

Tabla 22.

Comparación de grupos	Diferencia de promedios	Diferencia significativa P<0.05
2 vs. Harvard	0.079	Si
2 vs. Durelon	0.073	Si
2 vs. 7	0.049	Si
2 vs. Medental	0.046	Si
2 vs. 4	0.043	Si
2 vs. 3	0.041	Si
2 vs. 5	0.040	Si
2 vs. 6	0.036	Si
2 vs. 8	0.036	Si
2 vs. 1	0.022	Si
1 vs. Harvard	0.056	Si
1 vs. Durelon	0.051	Si
1 vs. 7	0.027	Si
1 vs. Medental	0.024	Si
1 vs. 4	0.021	Si
1 vs. 3	0.019	No
1 vs. 5	0.017	No
1 vs. 6	0.014	No
1 vs. 8	0.013	No
8 vs. Harvard	0.043	Si
8 vs. Durelon	0.037	Si
8 vs. 7	0.013	No
8 vs. Medental	0.010	No
8 vs. 4	0.007	No
8 vs. 3	0.005	No
8 vs. 5	0.004	No
8 vs. 6	0.0004	No
6 vs. Harvard	0.042	Si
6 vs. Durelon	0.037	Si
6 vs. 7	0.013	No
6 vs. Medental	0.010	No

6 vs. 4	0.007	No
6 vs. 3	0.005	No
6 vs. 5	0.003	No
5 vs. Harvard	0.039	Si
5 vs. Durelon	0.033	Si
5 vs. 7	0.009	No
5 vs. Medental	0.006	No
5 vs. 4	0.003	No
5 vs. 3	0.001	No
3 vs. Harvard	0.037	Si
3 vs. Durelon	0.032	Si
3 vs. 7	0.008	No
3 vs. Medental	0.005	No
3 vs. 4	0.002	No
4 vs. Harvard	0.035	Si
4 vs. Durelon	0.030	Si
4 vs. 7	0.006	No
4 vs. Medental	0.003	No
Medental vs. Harvard	0.032	Si
Medental vs. Durelon	0.026	Si
Medental vs. 7	0.002	No
7 vs. Harvard	0.029	Si
7 vs. Durelon	0.024	Si
Durelon vs. Harvard	0.005	No

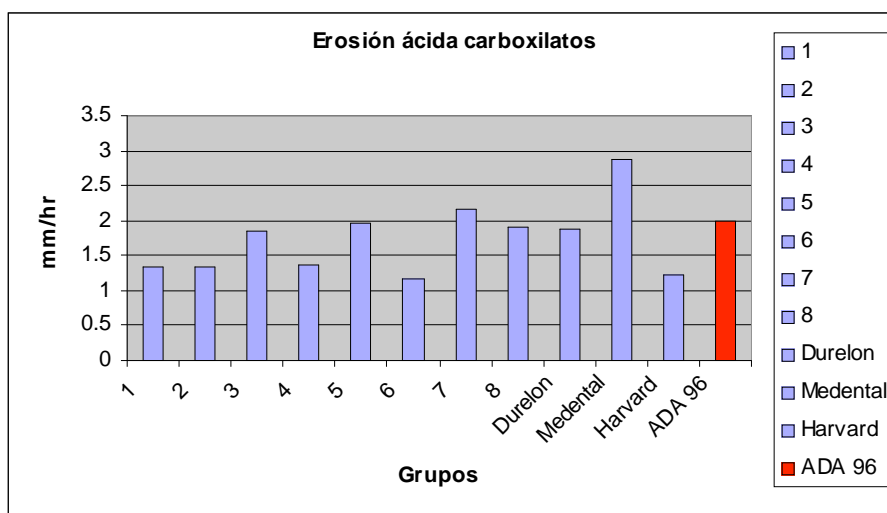
Erosión ácida medida en mm/hr

Tabla 23.

Muestra	Grupo	1	2	3	4	5	6	7	8
1		1.488	1.524	1.716	1.320	1.854	1.106	1.958	1.742
2		1.570	1.372	2.224	1.420	1.726	1.284	2.314	1.926
3		1.650	1.174	1.676	1.556	1.906	1.124	1.882	1.974
4		0.624	1.250	1.824	1.156	2.386	1.138	2.468	2.010
Promedio mm/hr		1.33	1.330	1.860	1.363	1.968	1.163	2.155	1.913

Tabla 24.

	Grupo	Durelon	Medental	Harvard
Muestra 1		1.854	3.654	1.458
Muestra 2		2.032	3.012	1.187
Muestra 3		1.657	2.045	1.231
Muestra 4		1.965	2.761	1.021
Promedio mm/hr		1.877	2.868	1.224



Gráfica10

Datos obtenidos al realizar el análisis de varianza de una vía

Tabla 25.

Grupo	Promedio	Desviación estándar
1	1.333	0.477
2	1.330	0.153
3	1.860	0.251
4	1.363	0.169
5	1.968	0.289
6	1.163	0.081
7	2.156	0.281
8	1.913	0.119
Durelon	1.877	0.164
Medental	2.868	0.665
Harvard	1.224	0.180

P= <0.001 | F= 11.283

Resultados obtenidos en la prueba de comparaciones múltiples de Tukey

Tabla 26.

Comparación de grupos	Diferencia de promedios	Diferencia significativa P<0.05
Medental vs. 6	1.705	Si
Medental vs. Harvard	1.644	Si
Medental vs. 2	1.538	Si
Medental vs. 1	1.535	Si
Medental vs. 4	1.505	Si
Medental vs. 3	1.008	Si
Medental vs. Durelon	0.991	Si
Medental vs. 8	0.955	Si
Medental vs. 5	0.900	Si
Medental vs. 7	0.713	No
7 vs. 6	0.992	Si
7 vs. Harvard	0.931	Si
7 vs. 2	0.825	Si
7 vs. 1	0.823	Si
7 vs. 4	0.792	Si
7 vs. 3	0.295	No
7 vs. Durelon	0.278	No
7 vs. 8	0.242	No
7 vs. 5	0.188	No
5 vs. 6	0.805	Si
5 vs. Harvard	0.744	No
5 vs. 2	0.638	No
5 vs. 1	0.635	No
5 vs. 4	0.605	No
5 vs. 3	0.108	No
5 vs. Durelon	0.091	No

5 vs. 8	0.055	No
8 vs. 6	0.750	Si
8 vs. Harvard	0.689	No
8 vs. 2	0.583	No
8 vs. 1	0.580	No
8 vs. 4	0.550	No
8 vs. 3	0.053	No
8 vs. Durelon	0.036	No
Durelon vs. 6	0.714	No
Durelon vs. Harvard	0.653	No
Durelon vs. 2	0.547	No
Durelon vs. 1	0.544	No
Durelon vs. 4	0.514	No
Durelon vs. 3	0.017	No
3 vs. 6	0.697	No
3 vs. Harvard	0.636	No
3 vs. 2	0.530	No
3 vs. 1	0.527	No
3 vs. 4	0.497	No
4 vs. 6	0.200	No
4 vs. Harvard	0.139	No
4 vs. 2	0.033	No
4 vs. 1	0.030	No
1 vs. 6	0.170	No
1 vs. Harvard	0.109	No
1 vs.2	0.003	No
2 vs. 6	0.167	No
2 vs. Harvard	0.106	No
Harvard vs. 6	0.061	No

Tabla comparativa con respecto a la norma 96 ADA

Tabla 27.

Formulación	Aplicación	Resistencia a la compresión	Tiempo de fraguado	Espesor de película	Erosión ácida
Norma 96	Cementar Base	70 MPa	2.5 - 8 min	25µm	2.0 mm/h
1	"	62.02 MPa	3.52 min	72µm	1.33 mm/h
2	"	58.73 MPa	3.58 min	95µm	1.33 mm/h
3	"	28.82 MPa	2.70 min	53µm	1.86 mm/h
4	"	33.89 MPa	4.62 min	51µm	1.36 mm/h
5	"	51.23 MPa	3.29 min	55µm	1.96 mm/h
6	"	53.97 MPa	3.28 min	58µm	1.16 mm/h
7	"	39.37 MPa	3.60 min	45µm	2.15 mm/h
8	"	35.34 MPa	5.56 min	59µm	1.93 mm/h
Durelon	"	73.01 MPa	5.18 min.	21µm	1.87 mm/h
Medental	"	61.02 MPa	5.20 min.	48 µm	2.86 mm/h
Harvard	"	77.69 MPa	6.17	15 µm	1.22 mm/h

Resultados de las diferentes pruebas realizadas al polvo de fluoroaluminosilicato para ionómero de vidrio experimental mezclado con modificaciones del poliácido acrílico (8 grupos), comparados con los cementos comerciales.

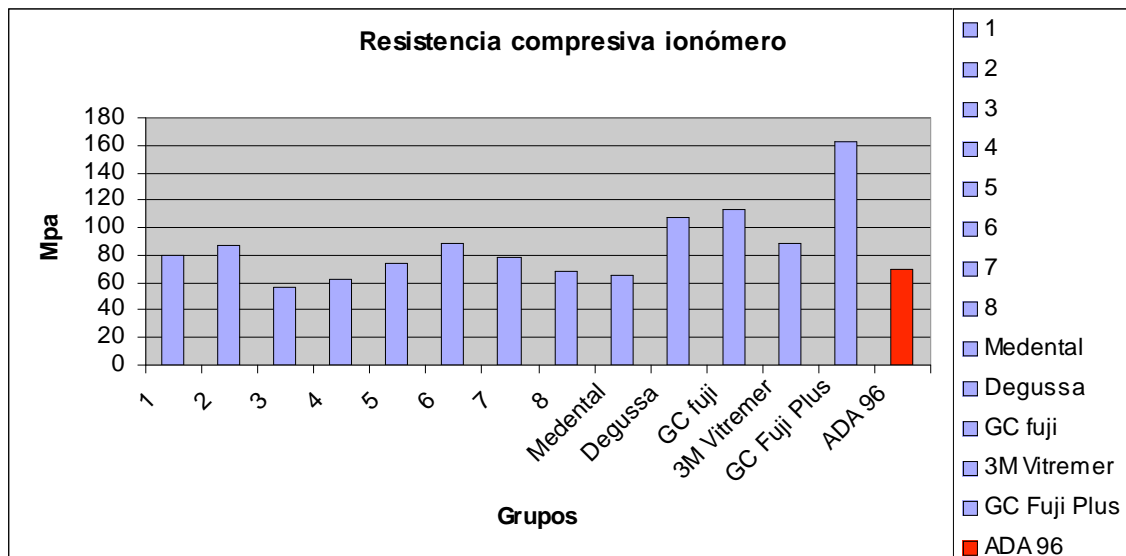
Prueba de resistencia a la compresión en MPa

Tabla 28.

Muestra	Grupo	1	2	3	4	5	6	7	8
1		84.35	92.16	60.84	34.32	71.78	79.58	71.78	60.84
2		82.79	81.22	60.84	63.96	82.70	87.38	85.83	76.44
3		76.54	84.35	53.04	68.64	82.70	88.95	71.78	78.00
4		85.91	84.35	49.92	73.32	68.66	93.63	84.27	62.40
5		70.29	90.60	56.16	71.76	67.10	92.07	81.14	65.52
Promedio		79.97	86.53	56.16	62.40	74.58	88.32	78.96	68.64

Tabla 29

Muestra	Grupo	Medental	Degussa	GC Fuji I	3M Vitremer	GC Fuji Plus
1		67.08	112.32	85.80	93.60	176.28
2		45.24	93.6	101.40	82.68	154.44
3		82.68	115.44	126.36	87.36	152.88
4		65.52	102.96	107.64	92.04	170.04
5		67.08	115.44	143.52	84.24	157.56
Promedio		65.52	107.95	112.94	87.98	162.24



Gráfica 11

Datos obtenidos al realizar el análisis de varianza de una vía

Tabla 30.

Grupo	Promedio	Desviación estándar
1	79.976	6.479
2	86.536	4.636
3	56.160	4.808
4	62.400	16.099
5	74.588	7.594
6	88.322	5.476
7	78.960	6.768
8	68.640	8.031
Medental	65.520	13.329
Degussa	107.952	9.515
GC Fuji	112.944	22.434
3M Vitremer	87.984	4.757
GC Fuji Plus	162.240	10.348

P= <0.001 | F= 35.235

Resultados obtenidos en la prueba de comparaciones múltiples de Tukey

Tabla 31.

Comparación de grupos	Diferencia de promedios	Diferencia significativa P<0.05
GC Fuji Plus vs. 3	106.080	Si
GC Fuji Plus vs. 4	99.840	Si
GC Fuji Plus vs. Medental	96.720	Si
GC Fuji Plus vs. 8	93.600	Si
GC Fuji Plus vs. 5	87.652	Si
GC Fuji Plus vs. 7	83.280	Si
GC Fuji Plus vs. 1	82.264	Si
GC Fuji Plus vs. 2	75.704	Si
GC Fuji Plus vs. 3M Vitremer	74.256	Si
GC Fuji Plus vs. 6	73.918	Si
GC Fuji Plus vs. Degussa	54.288	Si
GC Fuji Plus vs. GC Fuji	49.296	Si
GC Fuji vs. 3	56.784	Si
GC Fuji vs. 4	50.544	Si
GC Fuji vs. Medental	47.424	Si
GC Fuji vs. 8	44.304	Si
GC Fuji vs. 5	38.356	Si
GC Fuji vs. 7	33.984	Si
GC Fuji vs. 1	32.968	Si
GC Fuji vs. 2	26.408	Si
GC Fuji vs. Vitremer	24.960	Si
GC Fuji vs. 6	24.622	Si
GC Fuji vs. Degussa	4.992	No
Degussa vs. 3	51.792	Si

Degussa vs. 4	45.552	Si
Degussa vs. Medental	42.432	Si
Degussa vs. 8	39.312	Si
Degussa vs. 5	33.364	Si
Degussa vs. 7	28.992	Si
Degussa vs. 1	27.976	Si
Degussa vs. 2	21.416	No
Degussa vs. 3M Vitremer	19.968	No
Degussa vs. 6	19.630	No
6 vs. 3	32.162	Si
6 vs. 4	25.922	Si
6 vs. Medental	22.802	No
6 vs. 8	19.682	No
6 vs. 5	13.734	No
6 vs. 7	9.362	No
6 vs. 1	8.346	No
6 vs. 2	1.786	No
6 vs. 3M Vitremer	0.338	No
3M Vitremer vs. 3	31.824	Si
3M Vitremer vs. 4	25.584	Si
3M Vitremer vs. Medental	22.464	No
3M Vitremer vs. 8	19.344	No
3M Vitremer vs. 5	13.396	No
3M Vitremer vs. 7	9.024	No
3M Vitremer vs. 1	8.008	No
3M Vitremer vs. 2	1.448	Si
2 vs. 3	30.376	Si
2 vs. 4	24.136	No
2 vs. Medental	21.016	No
2 vs. 8	17.896	No
2 vs. 5	11.948	No
2 vs. 7	7.576	No
2 vs. 1	6.560	Si
1 vs. 3	23.816	No
1 vs. 4	17.576	No
1 vs. Medental	14.456	No
1 vs. 8	11.336	No
1 vs. 5	5.388	No
1 vs. 7	0.215	No
7 vs. 3	22.800	No
7 vs. 4	16.560	No
7 vs. Medental	13.440	No
7 vs. 8	10.320	No
7 vs. 5	4.372	No
5 vs. 3	18.428	No
5 vs. 4	12.188	No
5 vs. Medental	9.068	No
5 vs. 8	5.948	No

8 vs. 3	12.480	No
8 vs. 4	6.240	No
8 vs. Medental	3.120	No
Medental vs. 3	9.360	No
Medental vs. 4	3.120	No
4 vs. 3	6.240	No

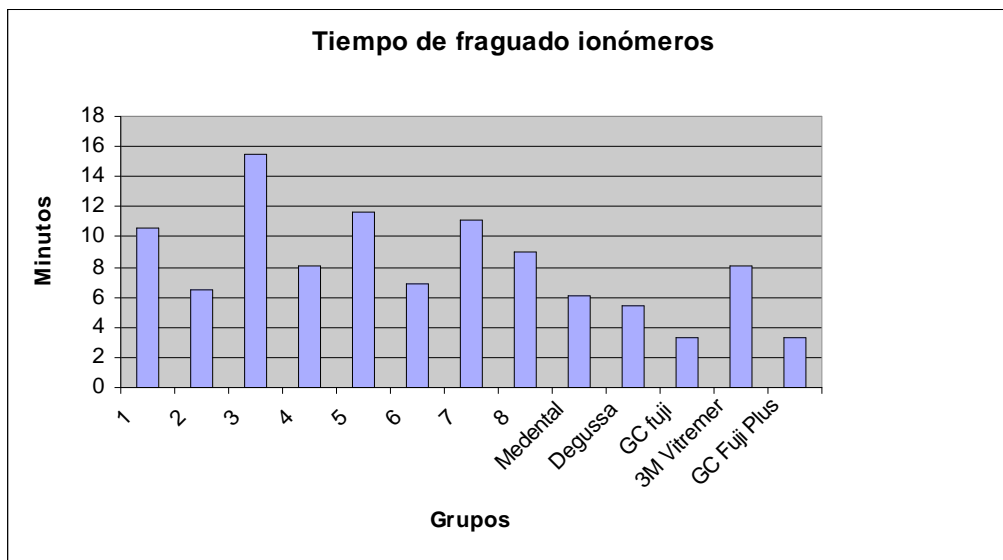
Tiempo de fraguado medido en minutos

Tabla 32.

Muestra	Grupo	1	2	3	4	5	6	7	8
1		10.66	7.16	15.33	7.50	11.66	6.82	11.50	9.00
2		10.50	6.33	15.50	8.33	11.66	6.83	11.00	9.50
3		10.50	6.16	15.50	8.50	11.83	6.83	11.00	8.50
Promedio min.		10.55	6.55	15.43	8.10	11.71	6.83	11.16	9.00

Tabla 33.

Muestra	Grupo	Medental	Degussa	GC Fuji I	3M Vitremer	GC Fuji Plus
1		6.30	5.55	3.40	9.30	3.50
2		6.00	5.40	3.10	7.45	3.00
3		6.15	5.20	3.25	7.50	3.30
Promedio min.		6.15	5.38	3.25	8.08	3.26



Gráfica 12.

Datos obtenidos al realizar el análisis de varianza de una vía

Tabla 34.

Grupo	Promedio	Desviación estándar
1	10.553	0.092
2	6.550	0.535
3	15.443	0.098
4	8.110	0.535
5	11.717	0.098
6	6.827	0.005
7	11.167	0.289
8	9.000	0.500
Medental	6.150	0.150
Degussa	5.383	0.176
GC Fuji	3.250	0.150
3M Vitremer	8.083	1.054
GC Fuji Plus	3.267	0.252

P= <0.001 F= 216.282

Resultados obtenidos en la prueba de comparaciones múltiples de Tukey

Tabla 35.

Comparación de grupos	Diferencia de promedios	Diferencia significativa P<0.05
3 vs. GC Fuji	12.193	Si
3 vs. GC Fuji Plus	12.177	Si
3 vs. Degussa	10.060	Si
3 vs. Medental	9.293	Si
3 vs. 2	8.893	Si
3 vs. 6	8.617	Si
3 vs. 3M Vitremer	7.360	Si
3 vs. 4	7.333	Si
3 vs. 8	6.443	Si
3 vs. 1	4.890	Si
3 vs. 7	4.277	Si
3 vs. 5	3.727	Si
5 vs. GC Fuji	8.467	Si
5 vs. GC Fuji Plus	8.450	Si
5 vs. Degusta	6.333	Si
5 vs. Medental	5.567	Si
5 vs. 2	5.167	Si
5 vs. 6	4.890	Si
5 vs. 3M Vitremer	3.633	Si
5 vs. 4	3.607	Si
5 vs. 8	2.717	Si
5 vs. 1	1.163	No
5 vs. 7	0.550	No
7 vs. GC Fuji	7.917	Si

7 vs. GC Fuji Plus	7.900	Si
7 vs. Degussa	5.783	Si
7 vs. Medental	5.017	Si
7 vs. 2	4.617	Si
7 vs. 6	4.340	Si
7 vs. 3M Vitremer	3.083	Si
7 vs. 4	3.057	Si
7 vs. 8	2.167	Si
7 vs. 1	0.613	No
1 vs. GC Fuji	7.303	Si
1 vs. GC Fuji Plus	7.287	Si
1 vs. Degusta	5.170	Si
1 vs. Medental	4.403	Si
1 vs. 2	4.003	Si
1 vs. 6	3.727	Si
1 vs. 3M Vitremer	2.470	Si
1 vs. 4	2.443	Si
1 vs. 8	1.553	Si
8 vs. GC Fuji	5.750	Si
8 vs. GC Fuji Plus	5.733	Si
8 vs. Degussa	3.617	Si
8 vs. Medental	2.850	Si
8 vs. 2	2.450	Si
8 vs. 6	2.173	Si
8 vs. 3M Vitremer	0.917	No
8 vs. 4	0.890	No
4 vs. GC Fuji	4.860	Si
4 vs. GC Fuji Plus	4.843	Si
4 vs. Degussa	2.727	Si
4 vs. Medental	1.960	Si
4 vs. 2	1.560	Si
4 vs. 6	1.283	Si
4 vs. 3M Vitremer	0.026	No
3M Vitremer vs. GC Fuji	4.833	Si
3M Vitremer vs. GC Fuji Plus	4.817	Si
3M Vitremer vs. Degussa	2.700	Si
3M Vitremer vs. Medental	1.933	Si
3M Vitremer vs. 2	1.533	Si
3M Vitremer vs. 6	1.257	Si
6 vs. GC Fuji	3.577	Si
6 vs. GC Fuji Plus	3.560	Si
6 vs. Degusta	1.443	Si
6 vs. Medental	0.677	No
6 vs. 2	0.277	No
2 vs. GC Fuji	3.300	Si
2 vs. GC Fuji Plus	3.283	Si
2 vs. Degusta	1.167	No
2 vs. Medental	0.400	No

Medental vs. GC Fuji	2.900	Si
Medental vs. GC Fuji Plus	2.883	Si
Medental vs. Degussa	0.767	No
Degussa vs. GC Fuji	2.133	Si
Degussa vs. GC Fuji Plus	2.117	Si
GC Fuji Plus vs. GC Fuji	0.016	No

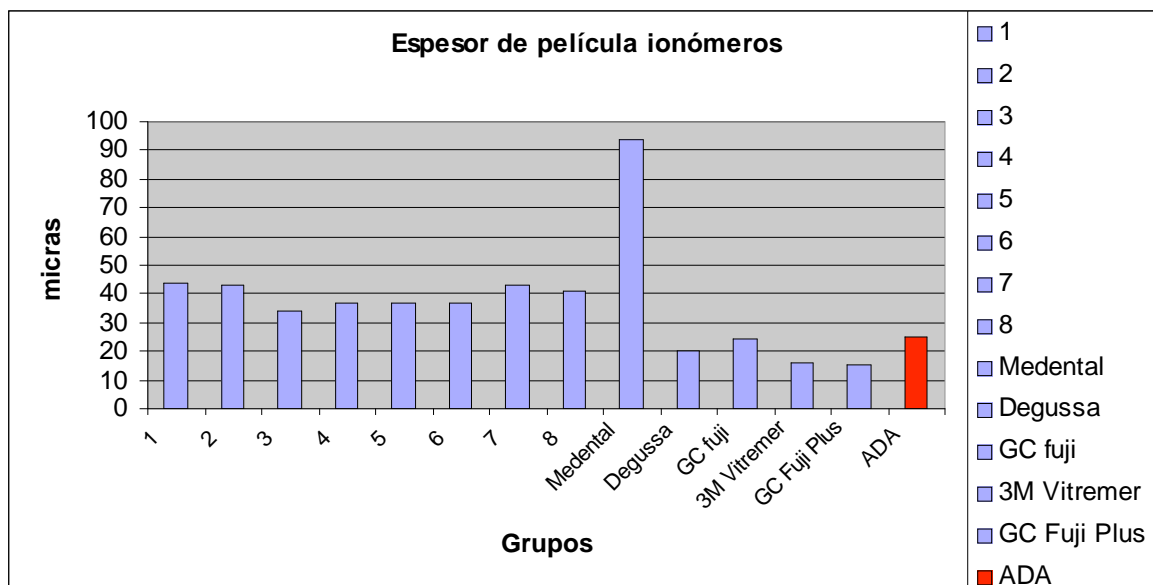
Espesor de película medido en μm .

Tabla 36.

Muestra	Grupo	1	2	3	4	5	6	7	8
1		42	47	33	36	43	36	44	39
2		43	42	36	45	38	38	36	42
3		47	43	36	37	35	39	40	41
4		43	47	35	34	37	43	40	39
5		47	37	34	37	35	37	33	45
Promedio μm		44	43	34	37	37	37	43	41

Tabla 37.

Muestra	Grupo	Medental	Degussa	GC Fuji I	3M Vitremer	GC Fuji Plus
1		62	19	27	13	20
2		173	20	23	19	16
3		100	22	23	18	8
4		37	19	24	16	16
5		99	22	25	17	17
Promedio μm		94	20	24	16	15



Gráfica 13

Datos obtenidos al realizar el análisis de varianza de una vía

Tabla 38.

Grupo	Promedio	Desviación estándar
1	0.044	0.002
2	0.043	0.004
3	0.034	0.001
4	0.037	0.004
5	0.037	0.003
6	0.038	0.002
7	0.038	0.004
8	0.041	0.002
Medental	0.094	0.051
Degussa	0.020	0.001
GC Fuji	0.024	0.001
3M Vitremer	0.016	0.002
GC Fuji Plus	0.015	0.004

P= <0.001 | F=9.24

Resultados obtenidos en la prueba de comparaciones múltiples de Tukey

Tabla 39.

Comparación de grupos	Diferencia de promedios	Diferencia significativa P<0.05
Medental vs. GC Fuji Plus	0.078	Si
Medental vs. 3M Vitremer	0.077	Si
Medental vs. Degussa	0.073	Si
Medental vs. GC Fuji	0.069	Si
Medental vs. 3	0.059	Si
Medental vs. 5	0.056	Si
Medental vs. 4	0.056	Si
Medental vs. 6	0.055	Si
Medental vs. 7	0.055	Si
Medental vs. 8	0.053	Si
Medental vs. 2	0.051	Si
Medental vs. 1	0.049	Si
1 vs. GC Fuji Plus	0.029	No
1 vs. 3M Vitremer	0.027	No
1 vs. Degussa	0.024	No
1 vs. GC Fuji	0.020	No
1 vs. 3	0.009	No
1 vs. 5	0.006	No
1 vs. 4	0.006	No
1 vs. 6	0.005	No
1 vs. 7	0.005	No
1 vs. 8	0.003	No
1 vs. 2	0.001	No
2 vs. GC Fuji Plus	0.027	No
2 vs. 3M Vitremer	0.026	No
2 vs. Degussa	0.022	No
2 vs. GC Fuji	0.018	No
2 vs. 3	0.008	No
2 vs. 5	0.005	No
2 vs. 4	0.005	No

2 vs. 6	0.004	No
2 vs. 7	0.004	No
2 vs. 8	0.002	No
8 vs. GC Fuji Plus	0.025	No
8 vs. 3M Vitremer	0.024	No
8 vs. Degussa	0.020	No
8 vs. GC Fuji	0.016	No
8 vs. 3	0.006	No
8 vs. 5	0.003	No
8 vs. 4	0.003	No
8 vs. 6	0.002	No
8 vs. 7	0.002	No
7 vs. GC Fuji Plus	0.023	No
7 vs. 3M Vitremer	0.022	No
7 vs. Degussa	0.018	No
7 vs. GC Fuji	0.014	No
7 vs. 3	0.003	No
7 vs. 5	0.001	No
7 vs. 4	0.0008	No
7 vs. 6	0.0009	No
6 vs. GC Fuji Plus	0.023	No
6 vs. 3M Vitremer	0.022	No
6 vs. Degussa	0.018	No
6 vs. GC Fuji	0.014	No
6 vs. 3	0.003	No
6 vs. 5	0.001	No
6 vs. 4	0.0008	No
4 vs. GC Fuji Plus	0.022	No
4 vs. GC 3M Vitremer	0.021	No
4 vs. Degussa	0.017	No
4 vs. GC Fuji	0.013	No
4 vs. 3	0.003	No
4 vs. 5	0.0002	No
5 vs. GC Fuji Plus	0.022	No
5 vs. 3M Vitremer	0.021	No
5 vs. Degussa	0.017	No
5 vs. GC Fuji	0.013	No
5 vs. 3	0.002	No
3 vs. GC Fuji Plus	0.019	No
3 vs. 3M Vitremer	0.018	No
3 vs. Degussa	0.014	No
3 vs. GC Fuji	0.010	No
GC Fuji vs. Fuji Plus	0.009	No
GC Fuji vs 3M Vitremer	0.007	No
GC Fuji vs. Degussa	0.004	No
Degussa vs. GC Fuji Plus	0.005	No
Degussa vs. 3M Vitremer	0.003	No
3M Vitremer vs. GC Fuji Plus	0.001	No

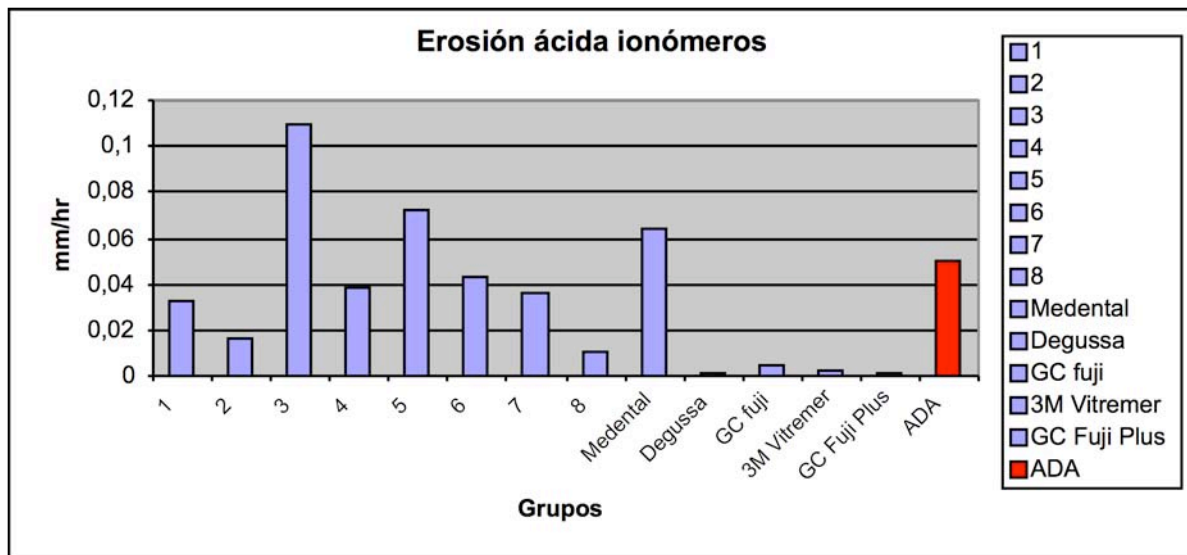
Erosión ácida medida en mm/hr

Tabla 40.

Muestra	Grupo	1	2	3	4	5	6	7	8
1		.0760	.0001	.0928	.0397	.0877	.0470	.0406	.0105
2		.0336	.0085	.1430	.0380	.0625	.0390	.0356	.0100
3		.0369	.0487	.0929	.0399	.0725	.0460	.0342	.0111
4		.0335	.0058	.1073	.0372	.0667	.0400	.0340	.0113
Promedio		.0450	.0158	.1090	.0387	.0723	.0430	.0361	.0107

Tabla 41.

Muestra	Grupo	Medental	Degussa	GC Fuji I	3M Vitremer	GC Fuji Plus
1		.0637	.0016	.0040	.0030	.0015
2		.0651	.0022	.0041	.0011	0
3		.0395	.0018	.0048	.0003	.0012
4		.0858	.0015	.0045	.0067	.0011
Promedio		.0635	.0017	.0043	.0027	.00095



Gráfica13

Datos obtenidos al realizar el análisis de varianza de una vía

Tabla 42.

Grupo	Promedio	Desviación estándar
1	0.045	0.020
2	0.015	0.022
3	0.109	0.023
4	0.038	0.001
5	0.072	0.011
6	0.043	0.004
7	0.036	0.003
8	0.010	0.0005
Medental	0.063	0.018
Degussa	0.001	0.0003
GC Fuji	0.004	0.0003
3M Vitremer	0.002	0.002
GC Fuji Plus	0.0009	0.0006

P= <0.001 | F=28.27

Resultados obtenidos en la prueba de comparaciones múltiples de Tukey

Tabla 43.

Comparación de grupos	Diferencia de promedios	Diferencia significativa P<0.05
3 vs. GC Fuji Plus	0.108	Si
3 vs.3M Vitremer	0.106	Si
3 vs. Degussa	0.107	Si
3 vs. GC Fuji	0.105	Si
3 vs. 8	0.098	Si
3 vs. 2	0.093	Si
3 vs. 7	0.072	Si
3 vs. 4	0.070	Si
3 vs. 6	0.066	Si
3 vs. 1	0.064	Si
3 vs. Medental	0.045	Si
3 vs. 5	0.036	Si
5 vs. GC Fuji Plus	0.071	Si
5 vs. Degussa	0.070	Si
5 vs. 3M Vitremer	0.069	Si
5 vs. GC Fuji	0.068	Si
5 vs. 8	0.061	Si
5 vs. 2	0.056	Si
5 vs. 7	0.036	Si
5 vs. 4	0.033	Si
5 vs. 6	0.029	No
5 vs. 1	0.027	No
5 vs. Medental	0.008	No
Medental vs. GC Fuji Plus	0.062	Si
Medental vs. Degussa	0.061	Si
Medental vs. 3M Vitremer	0.060	Si
Medental vs. GC Fuji	0.059	Si
Medental vs. 8	0.052	Si
Medental vs. 2	0.047	Si
Medental vs. 7	0.027	No

Medental vs. 4	0.024	No
Medental vs. 6	0.020	No
Medental vs. 1	0.018	No
1 vs. GC Fuji Plus	0.044	Si
1 vs. Degussa	0.043	Si
1 vs. 3M Vitremer	0.042	Si
1 vs. GC Fuji	0.040	Si
1 vs. 8	0.034	Si
1 vs. 2	0.029	No
1 vs. 7	0.008	No
1 vs. 4	0.006	No
1 vs. 6	0.002	No
6 vs. GC Fuji Plus	0.042	Si
6 vs. Degussa	0.041	Si
6 vs. 3M Vitremer	0.040	Si
6 vs. GC Fuji	0.038	Si
6 vs. 8	0.032	Si
6 vs. 2	0.027	No
6 vs. 7	0.006	No
6 vs. 4	0.004	No
4 vs. GC Fuji Plus	0.037	Si
4 vs. Degussa	0.036	Si
4 vs. 3M Vitremer	0.035	Si
4 vs. GC Fuji	0.034	Si
4 vs. 8	0.028	No
4 vs. 2	0.022	No
4 vs. 7	0.002	No
7 vs. GC Fuji Plus	0.035	Si
7 vs. Degussa	0.034	Si
7 vs. 3M Vitremer	0.033	Si
7 vs. GC Fuji	0.031	Si
7 vs. 8	0.025	No
7 vs. 2	0.020	No
2 vs. GC Fuji Plus	0.014	No
2 vs. Degussa	0.014	No
2 vs. 3M Vitremer	0.013	No
2 vs. GC Fuji	0.011	No
2 vs. 8	0.005	No
8 vs. Degussa	0.008	No
8 vs. GC Fuji Plus	0.009	No
8 vs. 3M Vitremer	0.007	No
8 vs. GC Fuji	0.006	No
GC Fuji vs. GC Fuji Plus	0.003	No
GC Fuji vs. Degussa	0.002	No
GC Fuji vs. 3M Vitremer	0.001	No
3M Vitremer vs. GC Fuji Plus	0.001	No
3M Vitremer vs. Degussa	0.001	No
Degussa vs. GC Fuji Plus	0.0008	No

Tabla comparativa con respecto a la norma 96 ADA

Tabla 44.

Cemento	Aplicación	Resistencia compresiva	Tiempo de fraguado	Espesor de película	Erosión ácida
Norma 96	Cementar	70 Mpa	2.5 - 8 min	25µm	0.05 mm/h
Gpo. 1		79.97 Mpa	10.55 min	44µm	0.045 mm/h
Gpo. 2		86.53 Mpa	6.55 min	43µm	0.015 mm/h
Gpo. 3		56.16 Mpa	15.43 min	34µm	0.109 mm/h
Gpo. 4		62.40 Mpa	8.10 min	37µm	0.038 mm/h
Gpo. 5		74.58 Mpa	11.71 min	37µm	0.072 mm/h
Gpo. 6		88.32 Mpa	6.83 min	38µm	0.043 mm/h
Gpo. 7		78.96 Mpa	11.16 min	38µm	0.036 mm/h
Gpo. 8		68.64 Mpa	9 min	41µm	0.010 mm/h
Medental	"	65.52 Mpa	6.2	94µm	0.063 mm/h
Degussa	"	107.95 Mpa	5.32	20µm	0.0017 mm/h
GC Fuji I	"	112.94 Mpa	3.23	24µm	0.0043 mm/h
3M Vitremer	"	87.98 Mpa	7.47	16µm	0.0027 mm/h
GC Fuji Plus	"	162.24 Mpa	3.24	15µm	.00095 mm/h

10. Discusión

El propósito de este trabajo fue analizar formulaciones a base de poliácido acrílico, polvo de zinc y fluoroaluminosilicato desarrollados en el LIMD y formulaciones comerciales en pruebas de resistencia a la compresión, tiempo de fraguado, espesor de película, erosión ácida; y posteriormente comparar los resultados obtenidos por cada formulación con lo especificado en la norma número 96 de la ADA.

En la primera etapa se analizaron los resultados de la prueba de resistencia a la compresión para formulaciones a base de poliácido acrílico (PA1 a PA5) y polvo de óxido de zinc a diferentes relaciones polvo-liquido como lo menciona Wilson para encontrar la proporción ideal de uso de la mezcla⁸. Los datos encontrados demostraron estar por debajo de los valores mínimos requeridos en la norma 96 que es de 70 MPa. Cabe señalar que los valores de los 5 grupos experimentales se encontraron entre 29 a 47 MPa. El valor mas cercano a la norma lo obtuvo el grupo PA2 y se debió fundamentalmente al incremento de la relación en la cantidad de polvo tal y como lo demuestra Billington³³, en su artículo variación en la relación polvo/liquido de cementos restaurativos de ionómero de vidrio utilizados en la practica dental.

Debido a los valores inferiores a los requeridos se decidió cambiar las formulaciones de ácido poliacrílico para realizar las demás pruebas³⁴.

En la segunda etapa se analizaron 8 formulaciones de poliácido acrílico con un polvo de óxido de zinc para carboxilato y uno de fluoroaluminosilicato para ionómero de vidrio experimentales, comparándose con 3 carboxilatos comerciales (Durelon, Harvard, Medental) y 5 ionómeros comerciales (Medental, Degussa, GC Fuji I, 3M Vitremer, GC Fuji Plus) respectivamente.

En la prueba de resistencia compresiva para formulaciones de carboxilato experimentales se obtuvieron valores comprendidos entre 29 MPa (gpo. 3) y 62 MPa (gpo. 1) siendo todos inferiores a lo restablecido en la norma, cabe señalar que estos valores son semejantes a los valores obtenidos por Barton,³⁵ y Crisp^{12,36} en sus formulaciones iniciales y corroborados por Nicholson.³⁷

Hill³⁸ y Xie³⁹ destacan enfáticamente la necesidad de controlar tanto las características de viscosidad, peso molecular, concentración de ácido itacónico, maléico y tartárico para controlar la gelación del poliácido acrílico, así como el tamaño de partícula de los polvos y el tiempo de almacenamiento de las muestras para obtener un incremento significativo en la resistencia a la compresión.

Dos de las tres formulaciones comerciales (Durelon y Harvard) obtuvieron valores por arriba de la norma 73 y 77 MPa respectivamente, que coinciden con los reportados por Øilo con 80 MPa⁴⁰ y Nicholson de 73 MPa²⁵ utilizando como grupo control Durelon. La formulación de la marca Medental registro un valor de 61 MPa comparables con las registradas por las formulaciones experimentales antes mencionadas.

En las formulaciones a base de fluoroaluminosilicato – poliácido acrílico experimentales se encontraron que los grupos 1 (79.9 MPa), 2 (86.5 MPa), 5 (74 .5 MPa), 6(88MPa), y 7(78.9 MPa) tienen valores por encima de los requeridos por la norma, sin embargo el grupo 8 (68.6 MPa) está muy cercano al valor requerido por la norma.

Los grupos 3 y 4 no llegaron al valor predeterminado.

Hay que destacar que los grupo experimentales que obtuvieron los valores mas altos fueron el 2 y el 6, relacionándose directamente con la presencia de ácido maléico y la incorporación de ácido tartárico al liquido.³⁶

De la misma forma al compararse los cementos comerciales en esta prueba, cuatro de los cinco rebasaron el valor establecido (Degussa 107 MPa, GC Fuji I 112 MPa, 3M Vitremer 87.9 MPa, GC Fuji Plus 162 MPa).

El valor registrado para 3M Vitremer difiere de acuerdo a estudios realizados por Tartaro al encontrar 107.2 MPa,⁴¹ no tiene una relevancia significativa al estar por arriba del valor de la norma.

El cemento Medental obtuvo un valor promedio inferior a la norma de 65.5 MPa y este valor tiene relevancia al ser comparado con las formulaciones experimentales ya que la mayoría de éstas sobrepasa dicho valor.

Bansal y Mathis hacen dos consideraciones importantes aplicables al estudio, la primera que al preparar las muestras para la prueba con cementos convencionales, la resistencia a la compresión se puede disminuir en algunos casos atribuibles a la disolución del material al contacto con el agua durante su almacenamiento¹⁸; y la segunda, que la mayoría de los cementos de ionómero de vidrio actuales (como es el caso del cemento GC Fuji Plus.⁴² el cual es un material híbrido) tienen agregados de otros materiales, como resinas que elevan la resistencia a la compresión. Esto explica la diferencia estadística ($P < 0.05$) con las demás formulaciones, tanto comerciales como experimentales.

En la prueba de tiempo de fraguado las formulaciones a base de poliácido acrílico - polvo de zinc experimentales y formulaciones comerciales, están dentro de los parámetros mencionados en la norma, que es de 2.5 minutos como mínimo y 8 minutos como máximo.

Las formulaciones experimentales tuvieron valores mínimos de 2.7 minutos (grupo 3) y máximos de 5.5 minutos (grupo 8).

Se destacan dos grupos experimentales, el grupo 4 y el 8 que obtuvieron los tiempos mas prolongados de endurecimiento comparables con las tres formulaciones comerciales (Durelon 5.18 min., Medental 5.20 min., Harvard 6.17 min.) ya que en su formulación contiene ácido tartárico que según lo indican estudios previos de Crisp y colaboradores^{36,43} y corroborados por Nicholson^{25,37,44} al incorporar ácido tartárico en el liquido influye directamente en el incremento del tiempo de fraguado.^{36,43}

Para las formulaciones de poliácido acrílico – fluoroaluminosilicato, la mayoría de los cementos experimentales se comportaron de distinta manera al sobrepasar el máximo de tiempo permitido por la norma (grupos 1, 3, 5, 7, 8). Los grupos 2 (6.5 min.), 4(8 min.), 6(6.8 min.) están dentro de los parámetros establecidos.

Podemos entender éste comportamiento de incremento en tiempo de fraguado de la siguiente manera y de acuerdo a lo referido por Nicholson⁴⁵, Mc Lean²⁹ y Wasson²⁸; que el papel que tiene el ácido tartárico en estas formulaciones es el de ser un inhibidor de la reacción inicial de fraguado al reaccionar con el polvo que contiene usualmente iones aluminio, provocando que el cemento se mantenga fluido por un periodo de tiempo mayor comparado con las formulaciones de polvos de zinc - poliácido acrílico.

Culberston y colaboradores puntualizan lo contrario, que el ácido tartárico contenido en el líquido influye como un acelerador de la reacción, acortando los tiempos de fraguado de estos cementos.²¹ Esto es de relevancia ya que los valores mas altos obtenidos por las formulaciones experimentales (grupos 1,3,5,7) no contenían ácido tartárico como uno de sus componentes.

Todas las formulaciones comerciales cumplieron los tiempos de fraguado para esta prueba, el cemento con el menor tiempo fue GC Fuji (3.25 min.) y el de mayor tiempo fue 3M Vitremer (8 min.) , existiendo una discrepancia con la información técnica dada por el fabricante de éste último cemento , el cual menciona un tiempo de fraguado de 3.5 a 4.5 minutos⁴⁶. Hay que mencionar que el tiempo de fraguado ideal es aquel que permite hacer una mezcla homogénea del producto y poderla llevar a cavidad bucal manteniendo sus características plásticas.

Los resultados de espesor de película para las 8 formulaciones experimentales de poliácido acrílico - óxido de zinc no cumplen lo estipulado por la norma, de 25 μm de espesor como máximo para ser utilizado como agente cementante.

En los resultados podemos observar que los valores van desde 45 μm (grupo 7) hasta 95 μm (grupo 2) y se homogenizan los valores con respecto a los demás grupos (51,53,55,58,59 y 72 μm)

De las formulaciones comerciales los valores fueron para Durelon 21 μm , Harvard 15 μm y Medental 48 μm , siendo éste último el único que no cumplió el requisito como agente cementante mencionado en la norma. Estudios realizados por Nicholson^{14,37} y otros autores como Barton demuestran concordancia con los datos obtenidos para el cemento Durelon que en la mayoría de los casos fue utilizado como referencia.^{35,39}

De igual manera al ser comparados las formulaciones experimentales a base de poliácido acrílico- fluoroaluminosilicato se encontraron valores por arriba de lo máximo permitido por la norma, sin embargo estos valores fueron más homogéneos entre grupos (34 μm el menor a 44 μm el mayor).

Los cementos comerciales obtuvieron valores por debajo de los requeridos (Degussa 20 μm , GC Fuji 24 μm , 3M Vitremer 16 μm , GC Fuji Plus 15 μm) excepto Medental que fue el cemento con mayor espesor de película (94 μm) comparado con todos los cementos.

Una explicación posible a éstos resultados, a que ningún cemento experimental obtuviera valores acordes a la norma es mencionado por Wilson¹⁵ , que el espesor de película se ve influenciado por el tamaño de partícula del polvo y corroborado por Nicholson²⁴ , el cual indica que el tamaño de la partícula debe ser menores a 45 μm para ser utilizado como agente de obturación y menores a 15 μm para agente cementante. Esto es de interés debido a que en la obtención de los polvos experimentales se utilizó una malla #400 con la cual se obtiene partículas aproximadas a 34 μm , lo cual es mayor a lo recomendado.

Rosentiel⁴⁷ relacionó los principales factores que pueden afectar el éxito de los cementos a largo plazo. De los principales factores encontrados y que se relacionan con la

investigación es la importancia de la trituración y tamizado mecánico para controlar el tamaño de partícula y que se reflejaría teóricamente en su comportamiento clínico, principalmente si el espesor es mayor a las 25 μ m ocasionaría que el cemento no podrá utilizarse como agente de unión ya que dejaría espacios suficientes como para no sellar la interfase diente-restauración.

El control de las variables en su manipulación tales como la temperatura de mezclado y la relación polvo-liquido. Una mezcla hecha a temperatura relativamente bajas reduce el grosor de película y alarga el tiempo de trabajo.

Siendo la erosión ácida una prueba diseñada para evaluar la durabilidad de cementos dentales en un medio similar al de la cavidad bucal, la norma 96 refiere un valor de 2.0 mm/h de pérdida de materia para cementos a base de poliácido acrílico - óxido de zinc y de 0.05 mm/h para ionómeros de vidrio.

Siguiendo la metodología recomendada por Nicholson^{31,48} los resultados encontrados demuestran que para las formulaciones experimentales a base de poliácido acrílico-óxido de zinc, este valor se cumplen para todos los grupos exceptuando el grupo 7 (2.155 mm/hr), este resultado aunque es cercano para cumplir el valor de la norma se puede relacionar con el trabajo de Nicholson⁴⁴ y Eisenburger⁴⁹ en el cual mencionan la importancia de la incorporación de ácido itacónico o maléico en el líquido para aumentar su reactividad con el polvo y lograr una estructura más resistente y homogénea. En el grupo antes mencionado no contiene el líquido ningún agregado de dichos ácidos.

Los cementos comerciales Durelon y Harvard cumplieron con lo establecido en la norma excepto Medental que fue el que obtuvo el valor mas alto (2.868 mm/hr) de todos los grupos tanto experimentales como comerciales. Las formulaciones experimentales para esta prueba tuvieron valores similares comparables a Durelon y Harvard.

De igual manera al ser comparados las formulaciones experimentales a base de poliácido acrílico- fluoroaluminosilicato con la norma (0.05mm/hr) y las formulaciones comerciales, se encontró que para las ocho formulaciones experimentales los grupos 3 y 5 no cumplieron con el parámetro establecido, sin embargo no se pudo establecer la relación de este dato con su composición.

En las formulaciones comerciales se pudo observar que el cemento Medental (0.06 mm/hr) sobrepaso el valor de la norma y los valores de los demás cementos. Degussa, GC Fuji I, 3M Vitremer y GC Fuji Plus tienen valores muy por debajo de los requeridos en la norma. En los trabajos realizados por Nomoto^{50,51} se encontraron valores aproximados de degradación ácida (0.001 mm/hr) en el cemento GC Fuji I con respecto a los de esta investigación (0.004 mm/hr). Es de importancia mencionar que Eisenburger⁴⁹ establece la relación entre la disminución notable de pérdida de material

por erosión ácida al incorporarse resinas a la formulación convencional de ionómero de vidrio, como es el caso de los cementos 3M Vitremer⁴⁶ y GC Fuji Plus .

11. Conclusiones

Los datos obtenidos conforme a la metodología reproducida de acuerdo a la norma 96 de la ADA y aplicada en este estudio dan a lugar a las siguientes conclusiones:

En los grupos experimentales para cementos de carboxilato, los diferentes grupos se comportaron con valores homogéneos para pruebas de erosión ácida con valores menores a 2 mm/h dado por la norma, excepto el grupo 7 con 2.15 mm/h.

En la prueba de tiempo de fraguado los valores obtenidos de los 8 grupos experimentales, estuvieron acorde a los dados por la norma de 2.5 a 8 min. Sin embargo para las pruebas de resistencia a la compresión y espesor de película éstos mismos no cumplieron con los parámetros establecidos.

De los tres grupos comerciales comparados para este tipo de cemento, se encontró que Medental no cumplió con los valores mínimos requeridos por la norma en las pruebas de resistencia compresiva, espesor de película y erosión ácida, lo que significa que no es un material apropiado para su utilización en cavidad bucal.

Con respecto a los grupos experimentales para cementos de ionómero, el grupo 2 (copolímero de ácido acrílico + ácido itacónico + ácido maléico + 5 % de ácido tartárico y polvo de fluoroaluminosilicato), obtuvo los resultados más elevados comparados con los otros siete. Se debe fundamentalmente a incorporación de ácido tartárico, lo que incrementa la resistencia a la compresión y disminuye el grado de erosión por agentes ácidos.

Los grupos 1 y 7 cumplen con los valores para resistencia compresiva y erosión ácida, pero no con las pruebas de tiempo de fraguado y espesor de película, de igual manera intervienen notoriamente las características del polvo en las propiedades finales del cemento.

De los 5 grupos comerciales Medental no cumplió con tres de las cuatro pruebas realizadas (resistencia compresiva, espesor de película y erosión ácida), los demás cementos obtuvieron valores acordes a la norma.

Es importante mencionar que se efectuaron las modificaciones pertinentes a las diferentes formulaciones y fue factible desarrollar un ionómero de vidrio en el LIMD para posteriormente realizar la transferencia de la formulación obtenida a una empresa mexicana (Viarden) para su fabricación y distribución del producto terminado denominado longlass[®] que cumple con las normas de control de calidad internacionales.

Referencias bibliográficas

1. Guzmán HJ. Biomateriales odontológicos de uso clínico. Colombia:CAT Editores;1990.
2. O'Brien WJ, Ryge G. Materiales dentales y su elección. Editorial Medica Panamericana; 1980.
3. Vera GR. Física de los polímeros [notas introductorias]. México: Universidad Nacional Autónoma de México;1993.
4. Bernard GN, Smith SW, Brown D. The clinical handling of dental materials. 2nd ed. St. Louis (MO): Mosby; 1993.
5. American National Standard/American Dental Association. Specification No. 96. Council on Dental Materials, Instrument and Equipment. Chicago, USA; 1994.
6. Barceló SF, Palma CJ. Materiales Dentales. Conocimientos básicos aplicados. 2ª ed. México: Trillas; 2004.
7. Vega del Barrio JM. Materiales en Odontología. Fundamentos biológicos, clínicos, biofísicos y fisicoquímicos. Madrid: Ediciones Avances medicodentales;1996.
8. Wilson AD, Nicholson WJ. Acid-base cements, their biomedical and industrial applications. Great Britain: Cambridge University press; 1993.
9. Braden M, Clarke RL, Nicholson J, Parker S. Polymeric Dental Materials. Berlín, Germany: Springer-Verlag; 1997.
10. Anusavice KJ. Phillips Ciencia de los materiales dentales. 11ª ed. Madrid, España: McGraw-Hill Interamericana; 2004.

11. Macchi R. Materiales Dentales. 3^a ed. Argentina: Editorial Medica Panamericana; 2000.
12. Crisp S, Lewis BG, Wilson AD. Gelation of polyacrylic acid aqueous solutions and the measurement of viscosity. J Dent Res 1975;54(6):1173-5.
13. Van Noort R. Introduction to dental materials. España: Mosby; 1994.
14. Nicholson JW, Hawkins SJ, Wasson E A. A study of the structure of zinc polycarboxylate dental cements. J Mater Sci 1993; 4:32-5.
15. Wilson AD. A hard decade's work: steps in the invention of the glass-ionómero cement. J Dent Res 1996;75 (10):1723-27.
16. Crisp S, Wilson AD. Reaction in glass ionómero cements: III The precipitation reaction. J Dent Res 1974;53 (6):1420-4
17. Wilson AD, Crisp S, Ferner AJ. Reactions in Glass-Ionomer cements: IV. Efect of chelating comonomers on setting behaviour. J Dent Res 1976;55 (3): 489-95.
18. Bansal RK, Tewari US, Singh P, Murthy DV. Modified polyalkenoate (glass-ionómero) cement- a study. Journal of Oral Rehabilitation 1995;22:533-37.
19. Kent BE, Lewis BG, Wilson AD. Glass ionómero cement formulations: I. The preparation of novel fluoroaluminosilicate glasses high in fluorine. Journal of Oral Reahabilitation 1979;58(6):356-62.
20. Zimhel R, Hannig M. Non metallic restorative materials based on glass ionómero cements- recent trends and developments. Colloids and surfaces A: Physicochem Eng Aspects 2000;163:55-62.
21. Culbertson BM. Glass- ionómero dental restoratives. Prog Polym Sci 2001;26:577-604.
22. Rusz JE, Antonucci JM, Eichmiller F, Anderson MH. Adhesive properties of modified glass-ionomer cements. Dent Mater 1992;8:31-36.

23. Nicholson JW. Chemistry of glass-ionomer cements: a review. *Biomaterials* 1998;19:485-494.
24. Guggenberger R, May R, Stefan KP. New trends in glass-ionomer chemistry. *Biomaterials* 1998;19:479-483.
25. Nicholson JW. Studies in the setting of polyelectrolyte materials. *Journal of Materials in Medicine* 1995;6:404-8.
26. Cook WD. Dental polyelectrolyte cements I. Chemistry of the early stages of the setting reaction. *Biomaterials* 1982;3:232-36.
27. Anstice HM, Nicholson JW. Studies in the setting of polyelectrolyte materials. *Journal of Materials in Medicine* 1994;5:299-302.
28. Wasson EA, Nicholson JW. New Aspects of the setting of glass-ionomer cements. *J Dent Res* 1993;72(2):481-83.
29. McLean JW. Glass-ionomer cements. *Br Dent J* 1988;164:293-99.
30. Smith DC. Composition and characteristics of glass ionomer cements. *JADA* 1989;120:20-2.
31. Wilson AD, Groffman DM, Powis DR. An evaluation of the significance of the impinging jet method for measuring the acid erosion of dental cements. *Biomaterials* 1986;7(1):55-60.
32. Williams JA, Billington RW, Pearson GJ. Zinc phosphate cements: an evaluation of some factors influencing the lactic acid jet test erosion. *Biomaterials* 1994;15(12):1008-10.
33. Billington RW, Williams JA, Pearson GJ. Variation in powder/liquid ratio of restorative glass-ionomer cement used in dental practice. *Br Dent J*. 1990;169(6):164-167.
34. Vera GR, Martínez RA, Palacios AJ, Barceló SF. Characterization of Acrylic Dental Polymers. *Macromol Symp* 1999;148:463-81.

35. Barton JA, Brauer GM, Antonucci JM, Raney MJ. Reinforced Polycarboxylate cements. *J Dent Res.* 1975; 54(2):310-23.
36. Crisp S, Lewis BG, Wilson AD. Characterization of glass ionómero cement V. Effect of tartaric acid concentration in the liquid component. *Journal of Dentistry.* 1979; 7:304-5.
37. Nicholson JW, Hawkins SJ, Wasson EA. A study of the structure of zinc polycarboxylate dental cements. *Journal of Materials Science in Medicine.* 1993;4:32-35.
38. Hill RG, Labok SA. The influence of polyacrylic acid molecular weight on the fracture of zinc polycarboxylate cements. *Journal of Materials Science* 1991;26:67-64.
39. Xie D, Faddah M, Park JG. Novel amino acid modified zinc polycarboxylates for improved dental cements. *Dent Mater.* 2005;21:739-48.
40. Øilo G, Ruyter IE. The influence of varios admixes on the physical properties of a polycarboxylate cement. *J Dent Res.* 1983;62(8):937-39.
41. Tartaro GP, D'Amato S, Iтро A. Characterization of glass ionomers for surgical applications. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine.* 1996;7:431-38.
42. Mathis RS, Ferracane JL. Properties of a glass- ionomer / resin-composite hybrid material. *Dent Mater.* 1989;5:355-58.
43. Crisp S, Wilson AD. Reactions in glass ionomer cements: V. Effect of incorporating tartaric acid in the cement liquid. *J Dent Res.* 1976;55(6):1023-1031.
44. Nicholson JW. Studies in the setting of polyelectrolyte cements. Part V: The effect of organic acids on zinc polycarboxylate dental cements. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 1996;7:241-44.

45. Nicholson JW, Brookman PJ, Lacy OM, Wilson AD. Fourier transform infrared spectroscopic study of the role of tartaric acid in glass ionomer dental cements. *J Dent Res.* 1988;67(12):1451-54.
46. 3M Vitremer Technical product profile 1992. Rev. 1-12/92.
47. Rosentiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent* 1998;80:280-301.
48. Nicholson JW, Aggarwal A, Czarnecka B, Limanowska H. The rate of change of pH of lactic acid exposed to glass-ionomer dental cements. *Biomaterials* 2000; 21: 1989-1993.
49. Eisenburger M, Addy M, Roßbach. Acidic solubility of luting cements. *Journal of Dentistry* 2003; 31: 137-142.
50. Nomoto R, Mc Cabe JF. A simple acid erosion test for dental water-based cements. *Dental Materials* 2001; 17: 53-59.
51. Nomoto R, Uchida K, Momoi Y, Mc Cabe JF. Erosion of water-based cements evaluated by volumetric and gravimetric methods. *Dental Materials* 2003; 19: 240-244.

Anexo

AMERICAN NATIONAL STANDARD/AMERICAN DENTAL ASSOCIATION SPECIFICATION. NO. 96 for DENTAL WATER-BASED CEMENTS.

American Dental Association Specification No. 96 for Dental Water-Based Cements was approved by the Council on Dental Materials. Instruments and equipment of the American Dental Association. This and other specifications for dental materials, instruments equipment are being formulated by subcommittees of the Accredited Standards Committee MD156 for Dental Materials, Instruments and Equipment. The Council acts as administrative sponsor of that committee which has representation from all interests in the United States in the standardization of materials, instruments and equipment in dentistry. The Council has adopted the specifications showing Professional recognition of their usefulness in dentistry, and has forwarded them to the American National Standards Institute with a recommendation that the specifications be approved as American National Standards. Approval of ADA specification No. 96 as an American National Standard was granted by the American National Standards Institute on August 23, 1994. This standard becomes effective August 23, 1995.

The Council thanks the subcommittee members and the organizations with which they were affiliated at the time the specification was developed: John Powers (Chairman), University of Texas Health Science Center, Houston; B.Keith Moore (Secretary), Indiana University, Indianapolis_ Richard Bennett, IoD. Caulk, Milford, DE; Frederick Curro, Emerson. Ni; E. Fanta, Mizzy, Inc., Cherry Hill, NJ; James F-orbes, Unitek Corporation, Momo, CA; V.H. Dhuru, Marquette University, Milwaukee, WI; Scott. Erickson, 3M Dental Products Division, St. Paul, MN.; Steven Hondrum, Ft. Meade, MD; and David Hoover, Omaha, NE.

AMERICAN NATIONAL STANDARD/AMERICAN DENTAL ASSOCIATION SPECIFICATION NO. 96 FOR DENTAL WATER-BASED CEMENTS

Foreword

(This Foreword does not form a part of ANSI/ ADA. Specification No.96. for Dental. Water Based Cements)

Proposed ANSI/ADA Specification No 96 for Dental Water-Based Cements is essentially the same as ISO Standard 9917:1991, Dental Water-Based Cements, Differences in the standard are of editorial nature with the exception of humidity specified in the humidity cabinet.

This standard supersedes the previously published standards for the individual cements shown below.

ANSI/ ADA Specification No. 8 for Dental Zinc phosphate Cement
ANSI/ADA Specification No. 9 for Dental Silicate Cement
ANSI/ADA Specification No. 21 for Zinc Silico-Phosphate Cement
ANSI/ADA Specification No. 61 for Zinc Polycarboxylate Cement
ANSI/ADA Specification No. 66, for Glass Ionomer Cements

Specific qualitative and quantitative requirements for freedom from biological hazard are not included in this standard but it is recommended that, in assessing biological or toxicological hazards, reference should be made to ISO/TR 7405:1984, Biological evaluation of dental materials or ANSI/ADA Document No. 41 and 41a, Recommended Standard Practices for the Biological Evaluation of Dental Materials:1982.or any more recent editions.

AMERICAN NATIONAL STANDARD/AMERICAN DENTAL ASSOCIATION SPECIFICATION
No. 96 FOR DENTAL WATER-BASED CEMENTS

1 SCOPE

This Standard specifies requirements for the following types of dental cements including both hand-mixed and capsulated cements for mechanical mixing, which are intended for permanent cementation, lining and restoration and effect setting only by an aqueous acid-base reaction.

Silicate Cements based on the reaction between an aluminosilicate glass powder and an aqueous solution of phosphoric acid which may contain metal ions. They are used for the aesthetic restoration of anterior teeth.

Zinc Phosphate Cements based on the reaction between an oxide powder (the principal constituent of which is zinc oxide) and an aqueous solution of phosphoric acid which may contain metal ions. They are used as luting agents to seal dental appliances to hard oral structures or to other appliances. They can also be used as a base for restorative materials and as a temporary restorative material by increasing the ratio of powder to liquid relative to that used for luting.

Silicophosphate Cements based on the reaction between a powder of acid soluble aluminosilicate glass and metal oxides (principally zinc oxide) and an aqueous solution of phosphoric acid which may contain metal ions. They are used as temporary restorative materials or as luting agents to seal dental appliances to hard oral structures by varying the ratio of powder to liquid.

Zinc Polycarboxylate Cements based on the reaction between zinc oxide and aqueous solutions of polyacrylic acid or similar polycarboxylic compounds, or zinc oxide/polycarboxylic acid powders which are mixed with water. They are used as luting agents to seal appliances to hard oral structures or to other appliances, or as a base for restorative materials or as temporary restorative materials.

Glass Polyalkenoate Cements based on the reaction between aluminosilicate glass powder and an aqueous solution of an alkenoic acid, or between an aluminosilicate glass/polyacid powder blend and water or an aqueous solution of tartaric acid. These translucent elements are for use for aesthetic restoration of teeth, as luting agents, as bases or liners and for restoring pits and fissures.

Glass Polyalkenoate Cements in which the glass and a metal have been fused together and which are intended for the restoration of teeth are also included.

This Standard specifies limits for each of the properties according to whether the cement is intended as a luting agent, a restorative material, a base or a liner.

2 NORMATIVE REFERENCES

The following standards contain provisions which through reference in this text constitute provisions of this Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below.

Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 2590: 1973, General method for the determination of arsenic - Silver diethyldithiocarbamate photometric method

ISO 3696: 1987, Water for analytical laboratory use - Specification acid test methods.

ISO 7491: 1985, Dental materials - Determination of colour stability of dental polymeric materials.

3 DEFINITIONS

For the purposes of this Standard, the following definitions apply

3.1 Mixing Time: That part of the working time required in order to obtain a satisfactory mix of the components.

3.2 Working Time: Period of time, measured from the start of mixing, during which it is possible to manipulate a dental material without an adverse effect of its properties.

3.3 Net Setting Time: Period of time measured from the end of mixing until the material has set according to the criteria and conditions described in 7.3. For the purposes of this Standard, in view of the wide variation in mixing times of the cements, the net setting time is determined from the end of mixing.

4 CLASSIFICATION

4.1 Chemical Type

For these purposes of this Standard, dental cements are classified on the basis of their chemical composition, as follows.

4.1.1 Silicate Cement

4.1.2 Zinc Phosphate Cement

4.1.3 Silicophosphate Cement

4.1.4 Zinc Polycarboxylate Cement.

4.1.5 Glass Polyalkenoate Cement

4.2 Application

For the purposes of this Standard, materials are classified on the basis of their usage, as follows.

4.2.1 Luting cements

4.2.2 Bases and liners

4.2.3 restorative cements

5. REQUIREMENTS

5.1 Material

The cement shall consist of a powder and liquid which, when mixed according to the manufacturer's instructions, will comply with the requirements of this Standard.

5.2 Components

5.2.1 Liquid

When tested according to 7.1.2, the liquid shall be free from deposits or filaments on the inside of its container.

There shall be no visible signs of gelation.

5.2.2 Powder

When tested according to 7.1.2 the powder shall be free from extraneous material. If the powder is coloured, the pigment shall be uniformly dispersed throughout the powder.

5.3 Unset Cement

The cement when mixed as directed in 7.1.3 and tested according to 7.1 should be homogenous and of a smooth consistency.

5.4 Optical Properties

When prepared, stored and tested in the manner described in 7.6.

a) the opacity of the set cement shall be within the limits set out in table 1. Where a restorative cement is stated

by the manufacturer not to be translucent, the opacity requirement shall not apply;

b) the colour of the set cement shall match the manufacturer's shade guide or correspond to the manufacturer's description when no shade guide is supplied.

5.5 Performance Requirements

The cement shall comply with the relevant requirements specified in table 1, when tested in accordance with the test methods given in 7.2 to 7.6.

5.6 Acid-Soluble Arsenic Content

When tested according to 7.7, the acid-soluble arsenic content shall not exceed the limits given in table 1.

5.7 Acid-soluble Lead Content

When tested according to 7.7, the acid-soluble lead content shall not exceed the limits given in table 1.

5.8 Biocompatibility

See the introduction for guidance on biocompatibility.

6. SAMPLING

6.1 Hand-Mixed Cements

A sample drawn from one batch shall provide sufficient material to complete all the prescribed tests and any necessary repeats, and shall consist of a minimum of 50 g of powder and a corresponding volume of liquid where required.

6.2 Capsulated Cements

A test sample shall comprise a retail package of 100 or more capsules.

7. TEST METHODS

7.1 Preparation of Test Specimens

7.1.1 Ambient Conditions

All specimens shall be prepared at a temperature of $23 \pm 1^\circ\text{C}$ and a relative humidity of $50 \pm 5\%$

7.1.2 Inspection Requirements

Visual inspection shall be used in determining compliance with 5.2, 5.3, 5.4 and clause 8.

7.1.3 Method of Mixing

The cement shall be prepared according to the manufacturer's instructions. Sufficient cement shall be mixed to ensure that the preparation of each specimen is completed from one mix. A fresh mix shall be prepared for each specimen.

NOTE 1. For encapsulated materials, more than one capsule, simultaneously mixed, may be required for certain specimens.

7.2 Film Thickness (for luting cements only)

7.2.1 Apparatus .

7.2.1.1. Two Optically Flat, Square or Circular, Glass Plates having a contact surface area of 200mm⁺25mm². Each plate shall be of a uniform thickness of not less than 5mm.

7.2.1.2 Loading Device of the type illustrated in Figure 1, or an equivalent means, whereby a force of 150 N \pm 2 N may be generated vertically to the specimen via the upper glass plate.

In Figure 1, the anvil which is attached to the bottom of the rod carrying the load shall be horizontal and parallel to the base. The load shall be applied smoothly and in such a manner that no rotation occurs.

7.2.1.3 Micrometer or equivalent measuring instrument, accurate to 1.25 mm

7.2.2 Procedure

Measure to an accuracy of \pm 1.25 Mm the combined thickness of the two optically flat glass plates (7.2.1.1)

stacked in contact (reading A). Remove the upper plate and place 0.1 ml \pm 0.05 ml of the mixed cement in the center of the lower plate and place it centrally below the loading device (7.2.1.2) on the lower plate. Replace the second glass plate centrally on the cement in the same orientation as in the original measurement.

10 s before the end of the manufacturer's stated working time, carefully . generate a force of 150 N \pm 2 N vertically and centrally to the specimen via the top plate. Ensure that the cement has completely filled the space between the glass plates. When at least 10 min have elapsed after the application of the load, remove the plates from the loading device and measure the combined thickness of the two glass plates and the cement film (reading B).

Record the difference in thickness of the plates' with and without the cement film (reading B - reading A) . as the thickness of the film. Repeat the test four times.

7.2.3 Treatment of Results

At least four of the five results shall be below 25Mm for the material to pass the requirement included in table 1. If only two or less results are below 25MM, then the material fails the requirement. If three results are below 25 Mm, test a further five specimens. To comply with the requirement, all the specimens in the second series shall be below 25 Mm.

7.3 Net Setting Time

7.3.1 Apparatus

7.3.1.1 Cabinet capable of being maintained at a temperature of 37 \pm 1°C and a relative humidity of at least 90%.

7.3.1.2 Indentor of mass 400 g \pm 5 g and having a flat end of diameter 1 mm \pm 0.1 mm. The needle tip shall be cylindrical for approximately 5mm. The needle end shall be plane and perpendicular to the long axis of the needle.

7.3.1.3 Metal Mould similar to that shown in Figure 2.

7.3.1.4 Metal Block of minimum dimensions 8mm x 75mm x 100mm positioned within the cabinet and maintained at $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

7.3.1.5 Aluminum Foil

7.3.1.6 Timer accurate to ± 1 s.

7.3.2 Procedure .

Place the mould (7.3.1.3), conditioned to $23 \pm 1^\circ\text{C}$ on the aluminum foil (7.3.1.5) and fill to a level surface with mixed cement.

60 s after end of mixing, place the assembly, comprising mould, foil and cement specimen of the block (7.3.1.4), in the cabinet (7.3.1.1). Ensure good contact between the mould, foil and block.

90s after end of mixing, carefully lower the indenter (7.3.1.2) vertically onto the surface of the cement and allow it to remain there for 5 s. Carry out a trial run to determine the approximate setting time, repeating the indentations at 30 s intervals until the needle fails to make a complete circular indentation in the cement. when viewed using x 2 magnification. Clean the needle, if necessary between indentations. Repeat the process, starting the indentation at 30 s before the approximate setting time, making indentations at 10s intervals.

Record the net setting time as the time elapsed between the end of mixing to the time when the needle fails to make a complete circular indentation in the cement. Repeat the test three times.

7.3.3 Treatment of Results

Record the results of the three tests. Each result shall fall within the range specified in table 1 for the material to fulfill the requirement.

7.4 Compressive Strength

7.4.1 Apparatus

7.4.1.1 Cabinet maintained at a temperature of $37 \pm 1^\circ\text{C}$ and a relative humidity of at least 90%.

7.4.1.2 Split Mould and Plates as shown in Figure 3. The mould shall have internal dimensions 6mm \pm 0.1mm high and 4mm \pm 0.1mm diameter. The mould and plates shall be made of stainless steel or other suitable material that will not be affected by the cement. To prevent the adhesion of polyacrylic acid-based cements. in these cases the plates should be faced with cellulose acetate sheets.

7.4.1.3 Screw Clamps, as shown in Figure 3.

7.4.1.4 Mechanical Tester, which is capable of being operated at a cross-head speed of 0.75mm/min \pm 0.30 mm/min or at a loading rate of 50 N/min \pm 16 N/min

7.4.2 Preparation of Test Specimens

Condition the split mould plates (7.4.1.2) and screw clamp (7.4.1.3) at $23 \pm 1^\circ\text{C}$. Within 60 s of the end of mixing, pack the cement, prepared according to the manufacturer's instructions, to a slight excess into the split mould.

In order to consolidate the cement and avoid trapping air, convey the largest convenient portions of mixed cement to the mould and apply to one side with a suitable instrument Fill the mould to excess in this manner and then place on the bottom plate with some pressure.

Remove any bulk extruded cement, place the top metal plate in position on the mould and squeeze together.

Put the mould and plates in the screw clamp and tighten. Not later than 120 s after the end of mixing, transfer the whole assembly to the cabinet (7.4.1.1).

One hour after the end of mixing, remove the plates and grind the ends of the specimen flat and at right angles to its long axis. An acceptable method for doing this is to use wet 400 grade silicon carbide paper, but in any event the abrasive should be no coarser.

Remove the specimen from the mould immediately after surfacing and check visually without magnification for air-voids or chipped edges. Discard any such defective specimens.

To facilitate the removal of the hardened cement specimen, the internal surface of the mould may be evenly coated, prior to filling, with a 3% solution of micro-crystalline or paraffin wax in petroleum ether. Alternatively a thin film of silicone grease or PTFE dry film lubricant may be used.

Prepare five such specimens and immediately after the preparation of each, immerse it in water, Grade 3 according to ISO 3696, at $37 \pm 1^\circ\text{C}$ or 23 ± 0.5 h.

Calculate the diameter of each specimen by taking the mean of two measurements, at right angles to each other, to an accuracy of $\pm 0.01\text{mm}$.

7.4.1.3 Procedure

Twenty-four hours after the end of mixing, place each specimen with the flat ends between the platens of the mechanical tester (7.4.1.4) and apply a compressive load in the long axis of the specimen.

Record the load applied when the specimen fractures and calculate the compressive strength, C , in megapascals, using the formula:

$$C = 4p/\pi d^2$$

where

p - is the maximum load applied in newtons;

d is the measured diameter of the specimen, in millimeters. .

7.4.4 Treatment of Results

If four of the five results obtained are below the minimum strength specified in the table, the material has failed the test. If at least four of the five results are above the minimum strength specified in the table, the material has passed the test. In other cases, prepare a further 10 specimens.

To pass the test, at least 12 of the total of 1 S results shall be above the minimum strength value.

7.5 Acid erosion by impinging jet technique

This test is intended to reflect material quality, and should not be taken as an indication of possible clinical performance.

7.5.1 Apparatus

7.5.1.1 Impinging Jet Apparatus. The apparatus is designed to maintain a constant jet of liquid onto the surface of the cement specimen and is shown in Figure 4-. It consists of a constant head device feeding eight separate jets of 1 mm internal diameter with a recirculating pump and reservoir of approximately 10 l capacity. The flow of liquid from each jet shall be $120 \text{ ml/min} \pm 4 \text{ ml/min}$ and this may be adjusted by varying the height of the head. The apparatus is constructed in borosilicate glass with rubber or plastics tubing for the transport of

the liquid. The jet assembly may be constructed of other materials if this is more convenient. For example, transparent plastics tubing with Luer fittings, the jets being stainless steel tubing of 1 mm internal diameter with the corresponding Luer attachment. The specimen moulds are of stainless steel with the dimensions as given in Figure 5. The stainless steel moulds containing liquid circulating. Maintain the temperature of the circulating liquid at $23 \pm 1^\circ\text{C}$ throughout the test. Place the specimens in position in the test apparatus using a spacer to ensure that the centre of each specimen lies $10 \text{ mm} \pm 0.2 \text{ mm}$ vertically below the jet. Start the timer and allow the apparatus to run until such time as the erosion of the specimen surface is between 0.02 mm and 1.5 mm. At this point, note the time in hours ($t \pm 0.1 \text{ h}$) from the start of the test and remove the specimens.

Measure the mean depth, D_2 , of the specimens as previously described and calculate the rate of erosion.

7.5.5 Treatment of Results

Calculate the rate of erosion R , in millimeters per hour, from the equation:

$$R = \frac{D_2 - D_1}{t}$$

where.

D_1 and D_2 are as specified in 7.5.4, in millimeters;

t is the time of erosion in hours.

At least three of the four determinations shall be below the rate specified in table 1 for the material to pass the test. If three or four determinations are above the rate, the material has failed the test.

If only two are below the rate, repeat the test with a further four specimens. All four of the second series shall be below the rate specified for the material to pass the test.

NOTE 2. The time taken for the test will depend on the type of cement, e.g. only about 1 h may be necessary for zinc polycarboxylate whereas at least 2.5 h may be required for restorative glass polyalkenoate cements.

7.6 Optical Properties

See 5.4 for the application of this test.

7.6.1 Opacity (for restorative cements only)

7.6.1.1 Apparatus

7.6.1.1.1 Humidity cabinet maintained at a temperature of $37 \pm 1^\circ\text{C}$ and a relative humidity of at least 90%.

7.6.1.1.2 Opal Glass Standards with C 070 values of 0.35 and 0.55 and 0.90.

The contrast ratio C 070 is the ratio between the light reflected by the specimen on a black background and the light reflected by the specimen on a white background which has a reflectance of 70%.

7.6.1.1.3 Sheets of White Waterproof Material of polyethylene or cellulose acetate (approximately 110mm x 40mm) marked, along its entire length with black stripes 2mm wide and 3mm apart.

7.6.1.1.4 Mould consisting of a split brass or stainless steel ring contained in a former as shown in Figure 6.

The height of the ring shall be $1 \text{ mm} \pm 0.03 \text{ mm}$ and the internal diameter $10 \text{ mm} \pm 0.3 \text{ mm}$.

7.6.1.1.5 Screw Clamps.

7.6.1.2 Preparation of Test Specimen

Place the mould on the sheet (7.6.1.1.3) backed by a flat metal cover plate. Fill the split ring mould (7.6.1.1.4)

with cement prepared according to the manufacturer's instructions using a light shade of powder. Cover with the second plate faced with the sheet, press firmly together and clamp (7.6.1.1.5).

120 s after the end of mixing, place the mould plates and the screw clamp in the humidity cabinet (7.6.1.1.1).

After 1 h, remove the plates and sheets from the clamp and carefully separate the specimen from the ring. Store the specimen for seven days in water of Grade 3 according to ISO 3646 at $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

7.6.1.3 Procedure

Compare the opacity of the specimen with the two appropriate oral glass standards (7.6.1.1.2) by placing the specimen and the standards on the black and white striped background. Cover the specimen, the oral glass standards and the sheets with a thin film of distilled water while making the comparison.

If the opacity of the cement specimen is between those of the two standards or equal to either of them, it has passed the test.

Alternatively, use a photometric instrument to make this comparison, provided that it can be demonstrated that the instrument has an accuracy of within ± 0.02 C 070. In this procedure, place the specimen on an illuminated white background (reflectance 70%) and measure the reflectance (R 0.70). Then transfer it to a black background and illuminate it with the same source and measure the reflectance (RB). Calculate the opacity for the 1 mm thick disc from the equation:

$$C 070 = RB / R 0.70$$

7.6.2 Colour

7.6.2.1 Apparatus

A sheet of white bond paper giving a diffuse white background with a reflectance of approximately 0.9.

7.6.2.2 Preparation of Test Specimen

Prepare the test specimen exactly as described in 7.6.1.2 and store it for seven days in water of Grade 3 according to ISO 3696 at $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

7.6.2.3 Procedure

Remove the specimen from the distilled water, remove the excess water from the cement surface with filter paper and place the specimen on the diffuse white background. Compare the colour of the specimen with the manufacturer's shade guide using the procedure for colour comparison specified in ISO 7491. If no shade guide is supplied, the colour of the specimen should correspond with the manufacturer's description.

7.7 Acid-soluble Arsenic and Lead Contents

7.7.1 Reagents

The reagents shall be of recognized analytical grade and of a "low in lead" grade:

- hydrochloric acid, low in lead, concentrated ($\rho = 1.18 \text{ g/ml}$);
- hydrochloric acid, dilute, 20% (V/V). Add 20 ml of concentrated hydrochloric acid to 80 ml water;
- water of Grade 2 according to ISO 3696.

7.7.2 Preparation of Sample

Mix sufficient powder and liquid, at the recommended powder/liquid ratio to give 3 g of cement. Place the mixed cement in a clean plastic bag and seal the bag. Flatten the cement in the bag using finger pressure to produce a very thin disc. Place the disc in an oven at 37°C for 24 h. After 24 h, crush the disc to a fine powder in an agate pestle and mortar. Accurately weigh above 2 g of the powdered cement and transfer to a 150 ml conical flask. Add ml of the dilute hydrochloric acid.

Stopper the flask, shake it and allow it to stand for 16 h.

Use 0.5 g of organic acid-based materials, i.e. zinc polycarboxylate and glass polyalkenoate cements.

Pour the solution into a centrifuge tube and centrifuge for 10 min. Pipette the clear solution into a sample container and stopper it.

7.7.3 Procedure for Arsenic Determination

Take a suitable aliquot of the solution prepared in 7.7.2 and determine the arsenic content using ISO 2590 or a method of equivalent sensitivity.

7.7.4 Procedure for Lead Determination

Take a suitable aliquot of the solution prepared in 7.7.2 and determine the lead content using atomic absorption or a method of equivalent sensitivity.

8. PACKAGING, MARKING AND INFORMATION TO BE SUPPLIED BY MANUFACTURER

Information additional to that specified in 8.2 and 8.3 may be supplied at the discretion of the manufacturer or as required by legislation.

8.1 Packaging

The components of the material should be supplied in properly sealed containers which adequately protect their contents and have no adverse effect on the quality of the product. An outer pack may also be used to present the containers as a single unit.

8.2 Marking

Each container shall be clearly marked with the following details:

- a) the name and/or trade-mark of the manufacturer and G-le type and application of the cement;
- b) the shade of the powder according to the manufacturer's description or shade guide, if supplied;
- c) the minimum net mass, in grams, of the powder or the minimum net volume, in milliliters, of the liquid;
- d) the manufacturer's batch or lot number;
- e) if compliance with Limitational Standard 9917 is claimed by the manufacturer, this may be indicated by marking the product with the number and the year of this Standard;
- f) on the outermost packaging, the recommended conditions of storage, and the shelf life or "expiry date" for the material under those conditions of storage;

In addition, each container of encapsulated cements shall be marked with the following information:

- g) the number of capsules in container, and the net mass in each capsule;

8.3 Manufacturer's Instructions

Instructions shall accompany each package of the material and shall include the name of the product and at least the information in 8.3 or 8.3.2 as appropriate;

8.3.1 Hand-mixed Cements;

- a) the temperature range for preparation;
- b) the recommended powder/liquid ratio expressed as a mass/mass ratio for the recommended temperature range. Also for test purposes the powder/liquid ratio of a mass/mass basis to a precision of 0.01 g at a temperature of 23±1°C and a relative humidity of 50±5% shall be included;
- c) the condition and type of the mixing stick and spatula;
- d) the rate of incorporation of the powder into the liquid;
- e) the mixing time (see 3.1);
- f) the working time (see 3.2);
- g) the net setting time (see 3.3);
- h) if appropriate, a statement recommending that a liner should be placed between the cement and the

dentine;

i) the minimum time at which finishing may be commenced and the recommended method of finishing;

8.3.2 Capsulated Cements;

a) the method of bringing about physical contact between the powder and liquid;

b) the method, timing and type of mechanical mixing;

c) the net setting time (see 3.3);

d) the working time (see 3.2);

e) if appropriate, a statement recommending that a liner should be placed between the cement and the dentine;

f) the minimum time at which finishing may be commenced and the recommended method of finishing if appropriate, a statement recommending that a liner should be placed between the cement and the dentine;

g) the minimum net volume in milliliters of mixed cement in one capsule;

Requirements of Dental Cements

Chemical Type	Application	Film Thickness Max. μm	Net Setting Time		Comprehensive Strength min MPa	Acid erosion max. mm/h
			min.	max.		
Zinc phosphate	luting	25	2.5	8	70	0.1
Zinc Polycarboxylate	luting	25	2.5	8	70	2.0
Glass Polyalkoate	luting	25	2.5	8	70	0.05
Zinc Phosphate	bases/liners	-	2	6	70	0.1
Zinc Polycarboxylate	bases/liners	-	2	6	70	2.0
Glass Polyalkoate	bases/liners	-	2	6	70	0.05
Silicate	restorative	-	2	6	170	0.05
Silicophosphate	restorative	-	2	6	170	0.05
Glass Polyalkoate	restorative	-	2	6	130	0.05

