



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS
MÉDICAS, ODONTOLÓGICAS Y DE LA SALUD
FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

**DESARROLLO DE UN POLÍMERO MULTIFUNCIONAL PARA
ELABORAR BASES DE REGISTRO PARA PRÓTESIS
TOTALES**

T E S I S

Que para optar por el grado académico de:
MAESTRO EN CIENCIAS ODONTOLÓGICAS BÁSICAS
(BIOMATERIALES)

P R E S E N T A:

ROGELIO DANOVAN VENEGAS LANCÓN

TUTORA:

DRA. LAURA SUSANA ACOSTA TORRES
ESCUELA NACIONAL DE ESTUDIOS SUPERIORES
UNIDAD LEÓN-UNAM

MÉXICO D.F. FEBRERO 2014



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

AGRADECIMIENTOS

A mi alma mater, la **Universidad Nacional Autónoma de México**, porque sin importar la entidad académica y la región geográfica; cada docente, cada investigador, cada alumno, cada paciente y cada amigo que he conocido; me han permitido que crezca en el sentido intelectual, pero sobre todo en el sentido humano. Te estaré por siempre agradecido.

Al **Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología**, por el apoyo económico que me permitió realizar mis estudios de maestría.

Al **Programa de Apoyos a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica** de la **UNAM (PAPIIT-IN 119411)** por el financiamiento otorgado para la realización de este proyecto.

Al **Programa de Maestría y Doctorado en Ciencias Médicas, Odontológicas y de la Salud** por el apoyo económico para la presentación de avances del proyecto en los congresos de IADR división México. Gracias también a la **Dra. Elba Leyva Huerta**, y al **Dr. Higinio Arzate**.

A la **Dra. Laura Susana Acosta Torres**, por la dirección de este proyecto, por su paciencia, tiempo y amistad incondicional.

Al **Dr. Federico H. Barceló Santana**, por su gran ejemplo, amistad y por apoyar en todo momento el desarrollo de este proyecto.

Al **Dr. Carlos Andrés Álvarez Gayosso**, por involucrarse, por su valioso tiempo, por compartir sus ideas, conocimientos y por su gran amistad.

A mis sinodales la **Dra. Genoveva Hernández Padrón**, el **Dr. Alfredo Maciel Cerda** y el **Dr. Jesús Arenas Alatorre**; por el tiempo y dedicación a la revisión de este proyecto. Así como, la aportación de sus valiosos comentarios y observaciones.

A mis **maestros y compañeros** que forman parte del **Programa de Maestría y Doctorado en Ciencias Odontológicas Básicas en Biomateriales**, por su aportación de ideas y conocimientos que enriquecieron este proyecto.

Un especial agradecimiento al **Mtro. Víctor Moreno Maldonado**, por ofrecerme la libertad de trabajo para la realización de muestras en el Laboratorio Interdisciplinario No. 2 Honorato Villa y Acosta de la Facultad de Odontología de la UNAM.

A la **C.D. Teresa Baeza Kingston**, al **Mtro. Jorge Guerrero Ibarra** y a los **alumnos del servicio social**, por el apoyo para la realización de las pruebas mecánicas, porosidad y estabilidad dimensional; todos ellos personal del Laboratorio de Materiales Dentales de la División de Estudios de Posgrado e Investigación de la Facultad de Odontología UNAM.

Al **Mtro. Salvador López Morales** por tu amistad incondicional, por el asesoramiento y apoyo técnico para la realización de la cromatografía de permeación en gel. Al **Químico Miguel Ángel Canseco**, por el asesoramiento y apoyo técnico en el análisis por espectroscopía infrarroja. Ambos investigadores del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM.

A la **Química Carmen Vázquez Ramos**, la **Mtra. María Dolores Manrique Juárez** y al **Mtro. Edgar Jiménez Cervantes** por su asesoramiento y apoyo técnico en la realización de la prueba de rugosidad de superficie con el microscopio de fuerza atómica. Todos ellos investigadores del Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada UNAM-Campus Juriquilla.

A la **Dra. Marina Vega González**, por su asesoramiento y apoyo técnico en la realización de la prueba de microscopía electrónica de barrido. Investigadora del Centro de Geociencias de la UNAM-Campus Juriquilla.

Un especial agradecimiento a mis amigos: el **C.D. Fernando Solórzano Lemus**, el **Esp. Federico Torres Terán**, el **T.P.D. Alain Audemar Araujo**, el **T.P.D. Ricardo Rodríguez Arredondo**, la **C.D. Mónica Peña Chávez**; **Omar Aparicio Cuevas**, **Oscar Sánchez González**, **Hilda Martínez**, **Shannon Velasco** y **Juan Christian Sánchez Jiménez**; por cubrir de manera amable mi carga académica en la Facultad de Odontología. Gracias a ellos tuve la oportunidad de dedicarme de tiempo completo a este proyecto.

Un especial agradecimiento a mi padre el **Sr. Rogelio Venegas Tamayo** por tu tiempo y por haberme ayudado a construir los soportes y pesos para la prueba de estabilidad dimensional.

Un especial agradecimiento a la **Secretaria Ana María Estrada Nieves** porque aún a distancia me orientaste y apoyaste incondicionalmente durante el proceso de titulación. Es un gesto que jamás olvidaré.

DEDICATORIAS

Uno se jacta de lo rápido que avanza, y de cuantos grados o certificados pudiste haber obtenido; cuando en realidad es el río el que te arrastra. Atrás han quedado acontecimientos importantes y es que es increíble como la vida te puede cambiar a lo largo de dos años; y es que a esta velocidad hay de dos: o tragas agua, o el agua te traga. Ayer estaba allá, en el D.F. con la incertidumbre de qué podría hacer para salir adelante; y es que siempre mis padres me han inculcado que el estudiar me abriría un sinfín de puertas a la superación, no solamente académica, sino a la plenitud como persona. Honestamente, no les creía; sin embargo, estas dos personas tan importantes en mi vida **María** y **Rogelio**, no se dieron por vencidos y aquí me tienen, cerrando un ciclo y comenzando otro. Los amo, siempre les estaré agradecido.

El ponerme a hacer este recuento de lo transcurrido me ha hecho reflexionar quién soy; y aunque me doy cuenta de que no soy la mejor persona, puedo decir que si alguien percibe algo honesto de mí, no es más que el gran reflejo de mis tíos **Yola**, **Fili**, **Sergio** y de las familias **Venegas** y **Lancón**, sin menospreciar a nadie y honrando a los que ya no están (tíos y primos, vamos hacia allá); los que de alguna forma dejaron huella en mí.

Pero no todo ha sido tristeza, he tenido bellos momentos no sólo en dos años, sino a lo largo de 30 años de convivir con esas dos personas que siempre me escuchan aunque me cueste expresarles cuanto las quiero, **Mary** y **Leslie**; les puedo decir que yo soy ustedes y ustedes tienen mucho de mí; gracias por sus hermosos retoños: **Lía** y **Ebani**, otras dos razones que me motivan día a día; los amo.

Hace ya tiempo (nueve años) que conozco al **Mtro. Víctor Moreno Maldonado** a quien le agradezco el apoyo y todo lo que me enseñó en todos los aspectos. Gracias a él pude conocer a otras grandes personas como la **Dra. Laura Acosta Torres**, el **Dr. Federico Barceló Santana**, el **Dr. Carlos Álvarez Gayosso**, de quienes he aprendido mucho; que gratificante se me ha hecho inventarnos y reinventarnos a través de la ciencia; hace dos años que me propusieron trabajar bajo su tutela, no tenía idea de que me abrirían una gran oportunidad de superación. Y es que ahora que formo parte de un gran proyecto educativo me siento afortunado; claro que otra persona vital en esto es el **Mtro. Javier de la Fuente Hernández** quien desde que egresé de la licenciatura ha confiado en mí. En verdad, gracias a todos ustedes.

Como ya he mencionado he cerrado un ciclo y no saben cómo me ha costado salir de aquella zona de confort, donde he visto mucha belleza; si en verdad hay algo real en este viaje estoy seguro que eres tú **Mariana Orrantía Bustos**; siempre tan honesta, noble y cariñosa. Siempre creí pertenecer a mi soledad, pero ahora me doy cuenta de que llegaste en el momento oportuno y te pertenezco a ti; gracias por los momentos, por los alimentos, por el apoyo; sé que seguiremos creciendo juntos haciendo lo que nos reconforte sin importar la distancia. De igual manera gracias a las familias **Orrantía** y **Bustos** por el ejemplo, la confianza y por abrirme las puertas de sus hogares.

También muchas gracias a todos mis grandes amigos que me cobijaron e hicieron crecer: **Tony** y la familia **Arellano Bonilla**, **Mario Villaseñor Gaytán**, **Tatiana Castillo Torres**, **Fernando Solórzano Lemus**, **Alain Audemar Araujo**, **Ricardo Rodríguez Arredondo**, **Federico Torres Terán**, **Amanda Godínez Alamillo**, **Leslie Serra Rosas**, **Zahir García Torres**; tal vez mencionarlos no sea lo más correcto, porque es probable que olvide a muchos, pero como alguna vez escribí, son parte de lo que soy y merecen mención en estas líneas.

Por otra parte, la corriente de este río va más rápida en el nuevo ciclo que comienzo, se avecinan grandes retos que me exigen madurez, pero no me da miedo; ya que he encontrado una gran familia en la ENES León, personas con las que nunca pensé llevarme tan bien: **Trilce Virgilio** y la **familia Virgilio** gracias por su gran amistad y hospitalidad, **Janet Naranjo**, **Silvia Hernández**, **Fátima Aguilar**, **Paola Campos**, **Fernando Tenorio**, **Gabriela Vilar**, **Jorge Vilar**, **Abraham Mendoza**, **Daniel Ibarra** y mis **nuevos alumnos**. Gracias a todos.

No sé qué tan lejos o cerca se encuentre el mar, pero cuando este río esté por desembocar, tomaré este libro, lo hojearé y me reconstruiré a partir de él, pues no confío en mi memoria. Así fue, así fuimos; se podrá decir que ésta fue la forma en que fui pero no la única, fue solamente una de ellas; un grado, un título o una publicación no te hacen grande; la amistad y el respeto de las personas que te rodean sí.

Rogelio Danovan Venegas Lancón.

ÍNDICE

RESUMEN	1
ABSTRACT	2
INTRODUCCIÓN	3
CAPÍTULO I	
1.1 Biomateriales	8
1.2 Biomateriales poliméricos.	9
1.3 Prótesis Totales.	9
1.4 Bases de Registro	11
1.5 Reacciones alérgicas al PMMA.	13
CAPÍTULO II	
2.1 Microscopía Electrónica de Barrido.	15
2.1.1 Sistemas de Detección	16
2.1.1.1 Electrones Secundarios	16
2.1.1.2 Electrones Retrodispersados	17
2.2 Espectroscopia Infrarroja.	18
2.3 Fluencia a la Tracción.	20
2.4 Resistencia a la Flexión y Módulo Elástico.	21
2.5 Rugosidad de Superficie.	23

CAPÍTULO III

3.1 DEFINICIÓN DEL PROBLEMA	25
3.2 JUSTIFICACIÓN	26
3.3 OBJETIVO GENERAL	27
3.4 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	27
3.5 HIPÓTESIS	28
3.6 MATERIAL Y MÉTODOS	28
3.6.1 Tipo de Estudio.	28
3.6.2 Población de Estudio.	29
3.6.3 Selección y tamaño de la muestra:	29
3.7 Criterios de Inclusión población de estudio y grupo control.	30
3.8 Criterios de Exclusión población de estudio y grupo control.	30
3.9 Criterios de Eliminación población de estudio y grupo control.	30
3.10 Selección del grupo control	30
Variables Dependientes	31
Variables Independientes	32
Métodos de Registro y Procesamiento	33
3.11 Plan de análisis estadístico de los datos	35
3.12 Recursos humanos	35
3.13 Recursos materiales	35
3.13.1 Reactivos	35
3.13.2 Equipo	36
3.14 Infraestructura	36

CAPÍTULO IV

4.1 Síntesis de poli (metil metacrilato) (PMMA)	38
4.2 Caracterización del PMMA	40
4.2.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).	40
4.2.2 Distribución de Pesos Moleculares por Cromatografía de Permeabilidad de un Gel.	41
4.2.3 Espectroscopía de Infrarrojo (FT-IR) del PMMA sintetizado, del UDMA y de la Resina Comercial	41
4.3 Obtención del Polímero PMMA-UDMA.	42
4.3.1 Primer Método	42
4.3.1.1 Disoluciones Piloto de PMMA:MMA	42
4.3.2 Segundo Método	43
4.3.2.1 Mezcla de UDMA + PMMA 50%	44
4.3.2.2 Mezcla de UDMA + PMMA 60%	44
4.3.2.3 Mezcla de UDMA + PMMA 62%	44
4.3.2.3 Mezcla de UDMA + PMMA 63%	44
4.4 Pruebas Físicas.	45
4.4.1 Estabilidad Dimensional (Fluencia Viscosa).	45
4.4.2 Microscopía Electrónica de Barrido	46
4.4.3 Rugosidad Superficial.	46
4.4.4 Comportamiento en Flexión.	46
4.4.5 Porosidad.	47
4.5 Incorporación de Óxido de Silicio y Dimetacrilato de Etilenglicol a la mezcla polimérica UDMA + PMMA 60%.	48

CAPÍTULO V

5.1 SÍNTESIS DE PMMA	50
5.1.1 CARACTERIZACIÓN DEL PMMA	50
5.1.1.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).	50
5.1.1.2 Cromatografía de Permeabilidad de un Gel (GPC).	51
5.1.1.3. Espectroscopía Infrarroja (FT-IR)	52
5.1.1.3.1 Poli (metil metacrilato).	52
5.1.1.3.2 Dimetacrilato de Uretano. (CAS-No. 72869-86-4).	52
5.1.1.3.3 Resina Comercial.	53
5.2 CARACTERIZACIÓN DEL POLÍMERO A BASE DE UDMA- PMMA 60%	54
5.2.1 Estabilidad Dimensional (Fluencia Viscosa).	54
5.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (zona de fractura y superficie).	56
5.2.3 Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)	62
5.2.4 Rugosidad de Superficie	65
5.2.5 Comportamiento en Flexión	66
5.2.6 Porosidad.	68
5.3 Incorporación de Óxido de Silicio y Dimetacrilato de Etilenglicol	69
5.3.1 Resistencia a la Flexión y Módulo Elástico.	69
5.3.2 Porosidad por Pérdida de Peso.	71

CAPÍTULO VI

6.1 SÍNTESIS DE PMMA	73
6.1.1 CARACTERIZACIÓN DEL PMMA	73
6.1.1.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	73
6.1.1.2 Cromatografía de Permeabilidad de un Gel (GPC).	74
6.1.1.3. Espectroscopia Infrarroja (FT-IR)	75
6.2 OBTENCIÓN DEL POÍMERO A BASE DE UDMA-PMMA	76
6.3 CARACTERIZACIÓN DEL POLÍMERO A BASE DE UDMA- PMMA.	77
6.3.1 Estabilidad Dimensional (Fluencia Viscosa).	77
6.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Microscopía de Fuerza Atómica (MFA).	78
6.3.3 Módulo Elástico, Resistencia a la Flexión y Porosidad.	80

CAPÍTULO VII

7. CONCLUSIONES	82
------------------------	-----------

REFERENCIAS	84
--------------------	-----------

RESUMEN

Las *bases de registro* son placas que se conforman en el modelo de trabajo durante la elaboración de una dentadura total. Estas se utilizan para registrar las relaciones maxilo-mandibulares de cada paciente y posteriormente para colocar los dientes artificiales antes de procesar las dentaduras. Es imprescindible que las bases de registro sean resistentes, que ajusten con precisión y sean estables dimensionalmente.

El objetivo de este estudio fue desarrollar un polímero para elaborar bases de registro de prótesis removibles, a base de UDMA-PMMA; en cual se estudió la influencia del porcentaje en peso del PMMA en las propiedades físicas.

Por lo cual, se sintetizó PMMA y se caracterizó el tamaño de partícula de éste a través de microscopía electrónica de barrido; el peso molecular a través de la cromatografía por permeación en gel y la identificación de grupos funcionales a través de espectroscopía infrarroja. Posteriormente se realizaron mezclas de UDMA-PMMA al 50, 60, 62 y 64 %; con cada una se realizaron muestras y se evaluó la estabilidad dimensional. Con la mezcla polimérica al 60%, se hicieron muestras (n=30) y se caracterizó a través de microscopía electrónica de barrido la zona de fractura y el tamaño de poros superficiales. A través de microscopía de fuerza atómica se caracterizó la rugosidad de la superficie promedio; mediante un ensayo de pérdida de peso se evaluó la porosidad interna. Y a través de un ensayo mecánico de flexión se evaluó la resistencia a la flexión y el módulo elástico. Se utilizó una resina comercial como grupo control y se sometió a la misma caracterización física. Posteriormente, a la misma mezcla polimérica se le incorporó SiO₂ al 10% y EGMA al 5% como refuerzo.

Se obtuvo un PMMA con tamaño de partícula y peso molecular uniforme mediante la modificación de la velocidad de agitación y tiempo de reacción. La mezcla de UDMA-PMMA al 60% obtuvo la mejor estabilidad dimensional de las cuatro mezclas propuestas. Al observar la zona de fractura y superficie de las muestras del polímero UDMA-PMMA al 60% se observó notoria diferencia en la integración de las fases, en comparación al grupo control. El polímero experimental presentó menor porosidad (0.018 ± 0.005 %) y rugosidad de superficie (1.84 ± 1.1 μm); en comparación del grupo control. El polímero experimental presentó valores más bajos de resistencia a la flexión (38.19 ± 6.4 MPa) y módulo elástico (5893 ± 653 MPa); en comparación al grupo control. Sin embargo, al incorporar SiO₂ al 10% y EGMA al 5%; hubo un incremento en dichos valores.

Finalmente, aunque no se obtuvo un polímero con propiedades mecánicas similares a la resina comercial; se obtuvieron mejores valores en cuanto a las demás pruebas. De igual forma, la presente investigación abre paso al estudio de la relación SiO₂/EGMA; con la finalidad de incrementar de las propiedades mecánicas.

ABSTRACT

Record bases are devices that are conformed on the model cast during the elaboration of a complete denture. Those are using for the recording of the maxillo-mandibular relationships in each patient and therefore for the articulating of acrylic teeth before the processing of the denture. It is imperative that record bases are resistant, fitting precisely and are dimensionally stable.

The objective of this study was developing a polymer based on UDMA-PMMA for the elaboration of record bases in removable prosthesis. In which were studied the influence of the PMMA percentage on the physical properties.

For which, PMMA was synthesized and the particle size was characterized by SEM, the molecular weight was analyzed by GPC and the identification of functional groups by FTIR. Thereafter mixes of UDMA-PMMA at 50, 60, 62 and 64% were made, with each one sample were performed and the dimensional stability was analyzed. Polymeric mix at 60 % sample were performed and the rupture zone and pore size were analyzed by SEM, the roughness surface was analyzed by AFM, the porosity was analyzed by a weight loss test. Through a flexion test the flexural strength and elastic modulus were analyzed. A commercial resin was used as a control group and it was subjected to the same characterization. Subsequently SiO₂ 10% and EGMA 5% were added to the 60 % polymeric mix.

PMMA was obtained with uniform particle size and molecular weight by changing the stirring speed and reaction time. The mixture of UDMA-PMMA 60% had the best dimensional stability of the four proposals mixtures. By observing the fracture zone and surface of the polymer samples UDMA-PMMA-60% was noticeable difference in the integration phase, compared to the control group. The experimental polymer had lower porosity ($0.018 \pm 0.005\%$) and surface roughness (1.84 ± 1.1 microns) versus the control group. The experimental polymer showed lower values for flexural strength (38.19 ± 6.4 MPa) and elastic modulus (5893 ± 653 MPa) compared to the control group. However, by incorporating SiO₂ EGMA 10% and 5%, there was an increase in these values.

Finally, although a polymer with similar flexural properties to the commercial resin was not obtained; best values were obtained as for the other tests. Similarly, the present investigation opens the way to studying the SiO₂/EGMA relationship, in order to increase the mechanical properties.

INTRODUCCIÓN

Las prótesis parciales y totales tienen como finalidad reemplazar los órganos perdidos de la dentición natural, así como las estructuras asociadas al maxilar y a la mandíbula con el objetivo de recuperar la función, la estética y conservar la salud emocional del paciente.¹

Durante la elaboración de una dentadura total existe un procedimiento en el cual se realizan *bases de registro*, las cuales son placas que se conforman en el modelo de trabajo y son similares a la base final de la dentadura. Las *bases de registro* se utilizan para registrar las relaciones maxilo-mandibulares y posteriormente para colocar los dientes artificiales antes de ser terminada la dentadura. Por lo tanto, es imprescindible que las bases de registro sean resistentes, ajusten con precisión y sean estables para asegurar la exactitud de los registros de las relaciones maxilo-mandibulares en la transferencia de las mismas al articulador; por lo que la elaboración de una base de registro defectuosa provoca en forma directa varios de los errores con frecuencia encontrados en la elaboración de una dentadura, además influye directamente en el éxito del tratamiento protésico.²

Para el cirujano dentista es primordial elegir un material con propiedades fisicoquímicas adecuadas para la elaboración de *bases de registro*; hoy en día, el material de primera elección es el poli (metacrilato de metilo) [PMMA].^{3,4}

El PMMA se sintetizó en el siglo XX, usándose por primera vez como base para dentaduras a principios de 1930. El Dr. Walter Wright las introdujo en el campo de la Odontología en 1937 y desde 1940 se ha extendido el uso del poli (metacrilato de metilo) no solo para la fabricación de *bases de registro* y procesado final de dentaduras en prostodoncia total, sino también para la elaboración de restauraciones provisionales directas en dientes anteriores, portaimpresiones individuales, fabricación de dientes para dentaduras, férulas, guardas oclusales y aparatos ortodóncicos.²

Por otra parte el dimetacrilato de uretano fue desarrollado por Foster y Walter en 1974. La ausencia de un anillo fenólico en la cadena de monómero conduce a una mayor flexibilidad y resistencia de éste en comparación con otras resinas multifuncionales como el Bis GMA, por lo que actualmente se utiliza como copolímero para la fabricación de diversos polímeros aplicados en odontología como las resinas compuestas y polímeros para elaboración de bases de registro.

En la actualidad se han mejorado las propiedades físicas y químicas de estos materiales, con la finalidad de obtener un mejor desempeño de éstos; así como para desarrollar un modo de empleo más rápido y eficiente con la intención de que el cirujano dentista obtenga mejores tiempos de trabajo en el consultorio dental.⁵ De esta filosofía surgió el interés de estudiar y desarrollar las resinas multifuncionales de metacrilato, de las cuales destaca la de poli (metacrilato de metilo)- dimetacrilato de uretano (UDMA).⁵⁻⁸ La principal característica de esta resina es que polimeriza al aplicarse luz, lo cual simplifica su modo de empleo.

La elaboración de *bases de registro* para dentadura, portaimpresiones y prótesis parciales provisionales son sus principales usos.⁹⁻¹³ Sin embargo, cuando se utiliza una resina multifuncional de PMMA–UDMA para la elaboración de una *base de registro*, una vez en boca, tiende a presentar un desajuste clínicamente perceptible.

Una de las principales propiedades de los polímeros que puede explicar el desajuste es *la fluencia viscosa (creep)*; que es un cambio permanente en la forma inducido a través de un largo periodo de tiempo, debido a la deformación viscosa. Dentro de la *fluencia viscosa* se pueden valorar cuatro tipos: *fluencia a la tracción, fluencia a la compresión, fluencia de flexión y fluencia de ruptura*, especificadas por la norma D-2990 de la ASTM¹⁴ y, basados en esta norma, la estabilidad dimensional que tiene un material se puede expresar como porcentaje de deformación.

De igual manera son de gran importancia las propiedades físicas de los polímeros de PMMA-UDMA; principalmente la rugosidad de superficie, el contenido de monómero residual, la resistencia a la flexión, el módulo elástico y la porosidad. Estas propiedades, a pesar de ser muy diferentes entre sí están en estrecha relación y contribuyen significativamente al comportamiento y estabilidad del material dentro de la cavidad bucal.¹⁵⁻¹⁸ Un ejemplo de esto es el contenido de monómero residual, valor que indica el porcentaje de monómero que no reaccionó durante la polimerización, el cual queda entre las moléculas del material polimerizado; actualmente se ha demostrado que está en estrecha relación con el ciclo de polimerización utilizado durante su manipulación. Cuando el material polimerizado entra en contacto con agua, el monómero residual se transporta hacia el exterior del polímero y en su lugar se absorbe agua que provoca inestabilidad dimensional, la formación de grietas y la eventual deformación.¹⁹⁻²²

Cabe mencionar que en México no existe alguna manufacturera dental nacional que desarrolle este tipo de resinas, de ahí el interés y propósito de esta investigación, para desarrollar una resina multifuncional de PMMA-UDMA que cumpla con la norma D-2990 de ASTM y determinar la relación PMMA:UDMA que cumpla con los valores de *estabilidad dimensional* a corto plazo (30 días). Posteriormente, basados en la norma ISO 1567, evaluar la rugosidad de superficie, el contenido de monómero residual, la resistencia a la flexión, el modulo elástico y la porosidad en el Laboratorio de Materiales Dentales de la División de Estudios de Posgrado e Investigación de la Facultad de Odontología de la UNAM.

Capítulo I

Conceptos Actuales

en Biomateriales y

Prótesis Total.





1.1 Biomateriales

Biomateriales es un término utilizado para los materiales que constituyen parte o la totalidad de implantes médicos, aparatos extracorporales e instrumentos que se utilizan en medicina, cirugía, odontología, medicina veterinaria, así como algunos aspectos del cuidado de los pacientes. Los Institutos de la Salud (NIH) definen un biomaterial como cualquier sustancia (que no sean drogas) o material o combinación de éstos, de origen natural o sintético, que puede ser utilizado como un todo o como parte de un sistema que trata, aumenta, o sustituye cualquier tejido, órgano o función del cuerpo.^{23,24}

Los biomateriales tienen que ser “biológicamente inertes”, no deben provocar reacciones adversas en los tejidos con los que se encuentren en contacto.

En 1987 la Sociedad Europea de Biomateriales definió el término de biocompatibilidad como la habilidad de un material de actuar con una adecuada respuesta al huésped, en una aplicación específica.²³ Los materiales y dispositivos de fabricación artificial que se encuentren en contacto con los tejidos y los líquidos corporales, como requisito fundamental deben ser compatibles, para que en un procedimiento odontológico se desenvuelva correctamente sin afectar al huésped. La biotecnología desarrolla materiales que funcionan intraoralmente y considera las propiedades físicas, los aspectos estéticos y funcionales del mismo, además de su compatibilidad biológica.²⁵



1.2 Biomateriales poliméricos.

Los polímeros son materiales muy utilizados en aplicaciones biomédicas. Son los materiales de elección en los dispositivos cardiovasculares, en la elaboración de prótesis dentales removibles, así como para la sustitución y el aumento de los diversos tejidos blandos.^{23,26}

Dimetacrilatos y monometacrilatos forman parte de numerosos materiales de uso en odontología restaurativa, estos incluyen resinas compuestas, sistemas adhesivos, selladores de fisuras, materiales utilizados para elaborar prótesis provisionales, resinas acrílicas de poli(metacrilato de metilo) para bases de dentaduras, reparación de prótesis totales, cementos, etc. Los dimetacrilatos han demostrado mínima toxicidad,²⁷⁻³⁰ debido a que son insolubles cuando se encuentran polimerizados y la cantidad de material que logra desprenderse después de algunas semanas.

1.3 Prótesis Totales.

La pérdida de dientes es debido a diversas causas, las más frecuentes son enfermedades con gran prevalencia como la caries y la enfermedad periodontal. Otras causas son los traumatismos y las tumoraciones. Pueden faltar dientes por no existir su formación (agenesia) o falta de erupción (inclusión dentaria). La pérdida de dientes lleva como consecuencia un déficit en la eficacia del habla y de la función masticatoria con posibles trastornos de la articulación temporomandibular (ATM), esto provoca problemas tanto funcionales como orgánicos. Algunas enfermedades digestivas requieren una masticación correcta, por ello, es necesario sustituir los dientes perdidos.²⁷

Las prótesis dentales son instrumentos o aparatos, cuya misión es la de sustituir los dientes perdidos, para restablecer la función masticatoria y también contribuyen a mejorar la estética del paciente, ya que la falta de dientes produce hundimientos de partes blandas de la cara y en muchas personas produce un efecto antiestético marcado.³⁰



El soporte de las dentaduras se basa en el contacto directo con la mucosa bucal y la retención se logra con la tensión superficial de la saliva, fuerza que sujeta las prótesis.

La estabilidad de la prótesis depende de varios factores, ya que no todos los pacientes consiguen llevar la prótesis de forma confortable y con buen funcionamiento.² Por tal motivo se deben considerar diferentes factores para la estabilidad de la prótesis de los cuales destacan:

1. Forma y morfología de las arcadas dentarias: a mejor estado óseo, mejor soporte de las prótesis.
2. Musculatura e inserciones musculares: muchas veces las fuerzas musculares hacen expulsiva a la prótesis, lo cual resulta en la incomodidad para el paciente de que se desalojen las prótesis con los movimientos del habla y la masticación.
3. Factores psicológicos: algunos pacientes no soportan la idea de llevar prótesis removibles, y a mayor edad, es difícil el hecho de acostumbrarse a utilizar prótesis.
4. Prótesis mal equilibradas por defectos de construcción: no seguir las instrucciones del fabricante para manipular los materiales lleva a elaborar las prótesis con deficiencias en estabilidad dimensional.
5. Enfermedades de la boca: síndrome de boca ardiente, sequedad bucal, acumulación bacteriana, proliferación de *Cándida albicans*, son factores que pueden ocurrir en los pacientes portadores de prótesis.
6. Alergia a los materiales de las prótesis: diversos componentes del polímero o el monómero, técnicas inadecuadas de procesado pueden causar reacciones alérgicas en algunos pacientes. Es recomendable mantener las prótesis en agua durante 17 horas previo a su colocación en el paciente, para eliminar el monómero residual y disminuir así el riesgo de provocar una reacción alérgica.



1.4 Bases de Registro

Se han perfeccionado las técnicas para elaborar prótesis totales, durante años ha prevalecido la técnica de hacer una prótesis bibalanceada, es decir contactos dentarios en ambos lados durante la masticación. Por lo tanto, hasta la aparición de los implantes, ha sido largo el camino para mantener una prótesis total sujeta y estable en la boca.³¹

Las dentaduras ejercen presiones que deben ser biológicamente compatibles con los tejidos blandos de soporte. El uso de dentaduras completas es causa de alteración de la mucosa de soporte, lo cual puede causar inflamación. Esta patología puede acelerar el proceso de resorción ósea.³² Estos aparatos protésicos deben ser diseñados para cumplir la extensión y adaptación adecuada a los tejidos de soporte, de manera que satisfagan con los factores de funcionalidad protésica: soporte, retención y estabilidad.³³ Así mismo, es indispensable que se cumpla con los objetivos fundamentales de un buen tratamiento protésico, como son la función y la estética.

Para la fabricación de la prótesis a lo largo de la historia, se han utilizado un sin número de materiales entre los cuales predomina la resina acrílica a base de poli (metacrilato de metilo) por sus características físicas, mecánicas y biológicas.²⁷

La popularidad de las prótesis dentales de poli(metacrilato de metilo) es debido a que es incompatible, de bajo costo y a la facilidad de manipulación y simplicidad del equipo que requiere la técnica de procesado por compresión.^{34,35}

Los fabricantes han trabajado para mejorar la calidad de las resinas acrílicas por tal motivo han añadido pigmentos y fibras de refuerzo, para mejorar las propiedades mecánicas y la apariencia de las resinas al estar en contacto con los tejidos bucales.^{36,37}

Sin embargo, otro factor importante durante la elaboración de la prótesis es la fabricación de una base de dentadura transicional que en la odontología es conocida como *base de registro*.



La elaboración de una base de registro bien adaptada es un componente esencial para el éxito del tratamiento protésico.¹⁻³ Las bases de registro sirven como una estructura para la obtención de las relaciones craneomandibulares. Estas bases soportan los rodillos de cera y los dientes artificiales durante la inserción de prueba de la dentadura. Por tal motivo, el ajuste sobre los tejidos duros y blandos de soporte es necesario para la adecuada obtención de los registros.⁴

Se ha utilizado una gran variedad de materiales y técnicas para su elaboración.³⁻⁷ Antiguamente se utilizaban goma laca y ceras; posteriormente se utilizaron polímeros activados químicamente.⁷ Desafortunadamente, estos polímeros presentaban una notable contracción de polimerización y una potencial problemática de salud en relación a la exposición al metacrilato de metilo.²

Actualmente, los materiales para elaboración de bases de registro fotoactivados han ganado popularidad, principalmente los que están fabricados a base de dimetacrilato de uretano debido a su fácil manipulación, la ausencia de metacrilato de metilo y la baja contracción de polimerización, en comparación de los materiales activados químicamente.^{8,9}

Por lo tanto, los materiales para la elaboración de bases de registro deben cumplir ciertos requisitos:¹⁰

1. Amoldarse con facilidad a la forma y contornos requeridos, en un mínimo de tiempo, a bajo costo y con destreza técnica.
2. Ser rígidos y fuertes sobre todo en las secciones más delgadas.
3. No presentar deformación alguna a la temperatura de la cavidad bucal.
4. Ser resistente y estables durante el procedimiento de elaboración del aparato protésico.
5. Poseer un color similar a los dientes artificiales.



1.5 Reacciones alérgicas al PMMA.

La selección y uso de los materiales dentales se basa en los supuestos de que los beneficios de su uso superan los riesgos biológicos. Sin embargo, siempre existe la posibilidad de que algún paciente experimente efectos adversos durante el tratamiento dental. Los dos principales efectos biológicos son las reacciones alérgicas y efectos tóxicos. Las rutas principales por las que los agentes tóxicos entran en el cuerpo son a través del tracto gastrointestinal, los pulmones, la ruta parenteral y la piel.^{38, 39}

Desde el punto de vista teórico, la irritación química del poli (metacrilato de metilo) se presenta por los componentes del polímero, monómero residual, peróxido de benzoílo, hidroquinona, colorante o una reacción producto de algún componente de la base de la prótesis y su medio.^{36,40-42}

Se han reportado algunas reacciones alérgicas al PMMA, debido a la presencia de monómero residual en las prótesis ya que el monómero de metacrilato de metilo (MMA) sale de las dentaduras y se difunde a través de los tejidos bucales adyacentes, lo que puede resultar en irritación y reacciones alérgicas que incluyen la sensación de “boca ardorosa”.⁴³

Sin embargo, la cantidad de monómero residual que se encuentra en una prótesis bien procesada (siguiendo las instrucciones del fabricante) es cercana a 0.5 %, lo cual no es causante de alguna reacción de hipersensibilidad.^{36,41,42}

Una técnica analítica adecuada es necesaria para la determinación rutinaria de MMA en PMMA. La valoración de bromo, espectroscopia de infrarrojo (IR), cromatografía líquida de alta presión (HPLC) y más comúnmente la cromatografía de gases (GC) son las técnicas utilizadas para determinar la cantidad de MMA presente en las resinas acrílicas de poli(metacrilato de metilo).⁴⁴

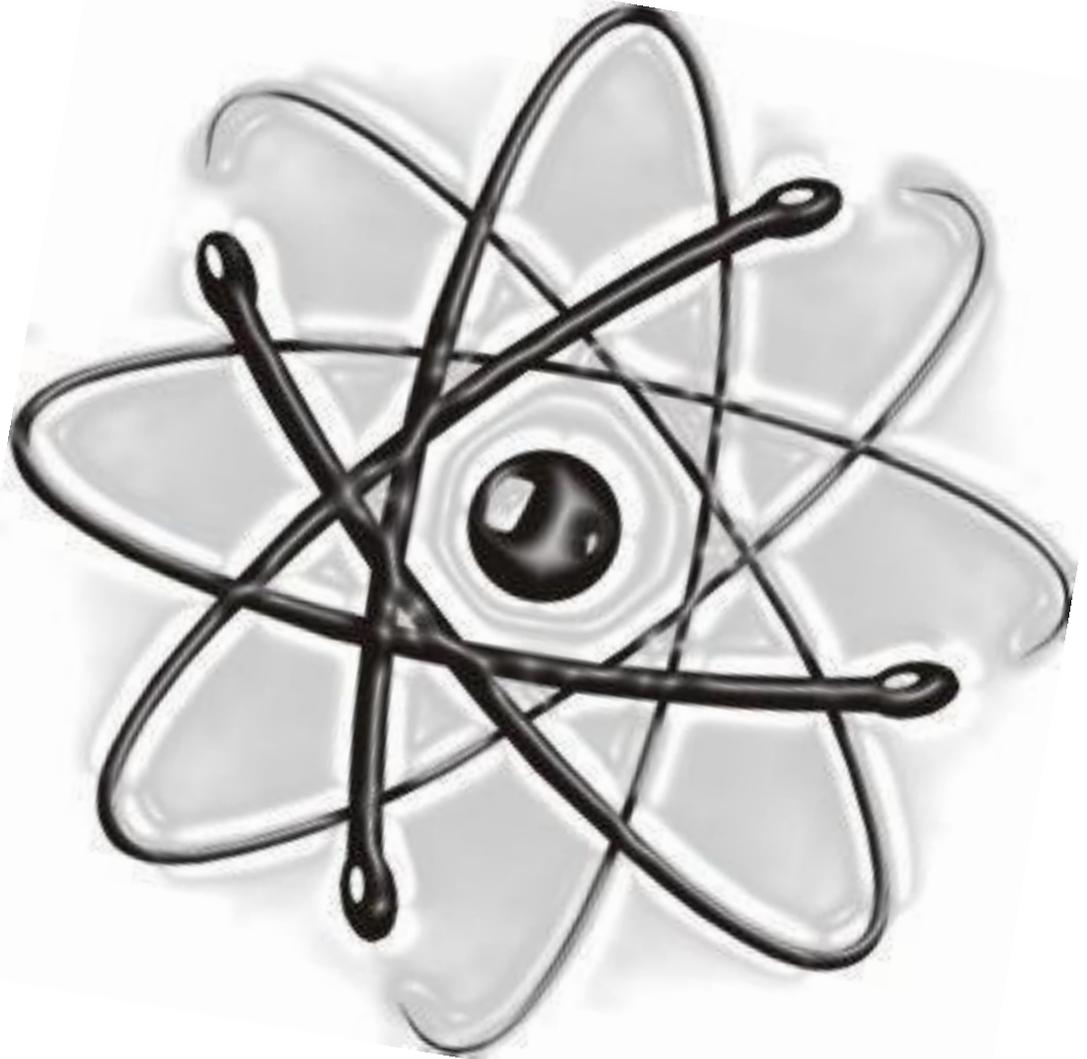
Capítulo II

Conceptos y

Técnicas de

Caracterización de

Polímeros





2.1 Microscopía Electrónica de Barrido.

El microscopio electrónico de barrido, instrumento que permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos, y de esta forma se puede obtener información morfológica del material analizado. A partir de esta técnica se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características. Se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de los distintos materiales con los que trabajan los investigadores de la comunidad científica y las empresas privadas, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas.⁴⁵

El microscopio electrónico de barrido puede estar equipado con diversos detectores, entre los que se pueden mencionar: un detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) permite coleccionar los rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas.⁴⁶



2.1.1 Sistemas de Detección

2.1.1.1 Electrones Secundarios

La señal más utilizada en el microscopio electrónico de barrido es aquella proveniente de los electrones secundarios. Estos son detectados por un sistema conocido como detector Everhart-Thornley el cual incluye un contador de centelleo y un fotomultiplicador. Los electrones secundarios golpean el elemento del contador de centelleo, por ejemplo fósforo, el cual emite luz. La luz se transmite a través de un conductor hasta el fotomultiplicador, el cual convierte los fotones en pulsos de electrones, que son amplificados y utilizados para modular la intensidad del TRC.⁴⁷ La energía de los electrones secundarios es muy pequeña (10-50 eV) para excitar el sistema de centelleo, por lo que los electrones son primero acelerados (+10 eV) hacia una película de aluminio que recubre el sistema de centelleo. Un colector, el cual está a un potencial de algunos cientos de volts, rodea al centellador y tiene dos propósitos; el primero es el prevenir que el alto voltaje del centellador afecte al haz de electrones incidente, y el segundo mejorar la eficiencia de colección que atrae a los electrones secundarios, incluso aquellos que inicialmente no se dirigían hacia el detector.⁴⁸ Para especímenes planos, la recolección de electrones secundarios es prácticamente total.⁴⁶



2.1.1.2 Electrones Retrodispersados

Evidentemente, los electrones retrodispersados que viajen en la dirección apropiada, llegarán al centellador del detector Everhart-Thornley y serán detectados. Por lo tanto, la señal proveniente de los electrones secundarios contiene una pequeña componente debida a los electrones retrodispersados. Si el voltaje del centellador es apagado, o si se le aplica un voltaje negativo pequeño al colector, entonces los electrones secundarios serán excluidos y la señal corresponderá únicamente a los electrones retrodispersados.⁴⁵

Sin embargo, los requisitos geométricos son muy grandes; sólo aquellos electrones que viajan en línea recta hacia el detector serán colectados.⁴⁷

Este método de detección es, en la actualidad, poco utilizado y la mayoría de los microscopios cuentan con detectores específicos para electrones retrodispersados, los cuales son de dos tipos: detectores de centelleo que maximizan el ángulo sólido de colección aunque restringen la distancia de trabajo del microscopio (por ejemplo el detector de Robinson), y detectores de estado sólido que utilizan un semiconductor donde los electrones producen pares electrón-hueco.⁴⁶ La mayor desventaja de los detectores de estado sólido es su tiempo de respuesta grande lo que los hace poco adecuados para velocidades de barrido rápidas.⁴⁸



2.2 Espectroscopía Infrarroja.

La espectroscopía infrarroja tiene casi 125 años de existencia. El primer espectro de vibraciones moleculares fue observado en 1881 por Abney y Festing; quienes prepararon emulsiones fotográficas sensibles al infrarrojo cercano y fotografiaron el espectro de absorción de 48 líquidos orgánicos.⁴⁹ Encontraron bandas características en estos espectros, las cuales asociaron con la presencia de hidrógeno en las moléculas estudiadas. En 1892, Julius obtuvo el espectro infrarrojo de 20 compuestos orgánicos, encontró que todos los compuestos que contienen metilo (CH_3) exhiben una banda de absorción de $3.45 \mu\text{m}$ y llegó a la conclusión de que la absorción de “ondas caloríficas” se debe a movimientos intramoleculares; en otras palabras, la estructura interna de la molécula determina el tipo de absorción.⁴⁹ También encontró que el efecto no es “aditivo”; es decir, que no se puede predecir el espectro de absorción de un compuesto a partir del conocimiento de los espectros de los átomos constituyentes. Los espectrómetros infrarrojos son una de las herramientas más importantes para observar espectros vibracionales.⁵⁰



Las características más relevantes de esta espectroscopía son las siguientes:⁵¹

1. Si dos moléculas están constituidas por átomos distintos, o tienen distinta distribución isotópica, o configuración, o se encuentran en ambientes distintos, los espectros infrarrojos serán distintos.
2. Una sustancia definida puede identificarse por su espectro infrarrojo. Estos espectros pueden ser considerados como las huellas digitales de dicha sustancia.
3. Los espectros muestran bandas que son típicas de grupos funcionales particulares y que tienen localizaciones e intensidades específicas dentro de los espectros infrarrojos.
4. A partir de los espectros se pueden inferir las estructuras moleculares. Para ello se requiere un modelo en el cual basar los cálculos.
5. Es posible, mediante el uso de dispositivos experimentales adecuados, obtener espectros infrarrojos sin alteración de la muestra, lo que constituye a esta espectroscopía como una herramienta de análisis no destructiva.
6. El tiempo necesario para obtener y almacenar un espectro infrarrojo es del orden de minutos.



2.3 Fluencia a la Tracción.

Para determinar las propiedades de fluencia, el material se somete a una tensión constante prolongada o a una carga de compresión a temperatura constante.⁵² La deformación se registra en intervalos de tiempo especificados y se traza un diagrama de fluencia contra tiempo.⁵³ La pendiente de la curva en cualquier punto es la velocidad de fluencia. Si se produce un fallo, se termina el ensayo y se registra el tiempo requerido para ruptura. Si la probeta no se rompe dentro del período de ensayo, se puede medir la recuperación de la fluencia. Para determinar la relajación de esfuerzos del material, la probeta se deforma una cantidad determinada y se registra la disminución del esfuerzo durante un período prolongado de exposición a temperatura constante. Los procedimientos de ensayo de fluencia estándares se describen con detalle en la ASTM E-139, ASTM D-2990 y D-2991 (plásticos) y ASTM D-2294 (adhesivos).⁵⁴



2.4 Resistencia a la Flexión y Módulo Elástico.

El módulo de elasticidad, también denominado módulo de Young, es un parámetro que se obtiene empíricamente a partir de un ensayo denominado ensayo a tracción.⁵⁵ En caso de que tengamos un material elástico lineal e isótropo, el módulo de Young calculado en el ensayo a tracción también resulta válido para los casos en que haya compresión.⁵⁶ El ensayo a tracción estudia el comportamiento de un material sometido a un esfuerzo de tracción progresivamente creciente, ejercido por una máquina apropiada, hasta conseguir la rotura. El ensayo se efectúa sobre una probeta normalizada, marcada con trazos de referencia, para poder determinar las deformaciones en función de los esfuerzos.⁵⁷

Los esfuerzos se definen como:⁵⁸

$$\sigma = \frac{P}{A_0}$$

siendo P la carga aplicada sobre la probeta, con un área transversal inicial A_0 .

Mientras que las deformaciones las definimos como:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$$

con $\Delta l = l - l_0$, siendo l la longitud correspondiente a una carga determinada y l_0 la longitud inicial (sin carga).



A partir de los ensayos de tracción se obtienen las curvas tensión deformación de los distintos materiales. En dichas curvas se representan los valores obtenidos de los alargamientos frente a los esfuerzos aplicados.

Las tensiones son proporcionales a los alargamientos unitarios y esto se expresa con una ecuación analítica que constituye la ley de Hooke.⁵⁸

$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$

Donde σ representa la tensión normal, ε las deformaciones unitarias y E el módulo de elasticidad. Por tanto, podemos definir el módulo de elasticidad como la pendiente de la curva tensión-deformación en la zona elástica. Es, por tanto, una medida de la rigidez del material, esto es su resistencia a la deformación elástica. El módulo de Young es diferente para cada material.⁵⁶



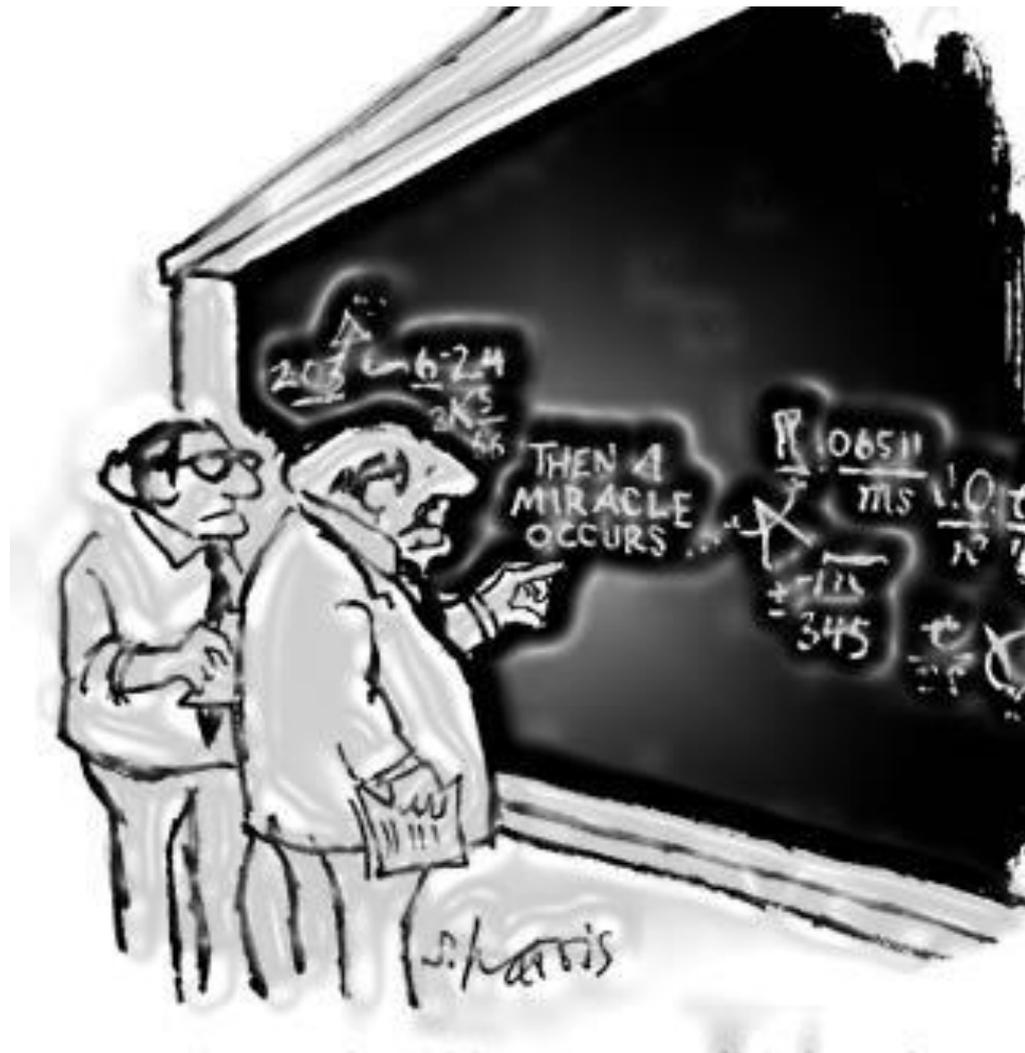
2.5 Rugosidad de Superficie.

Aunque durante mucho tiempo la medición de la rugosidad no fue considerada como una rama de la metrología, en la actualidad es un requerimiento importante debido al reconocimiento creciente de la importancia y necesidad de esta medición. Una superficie perfecta es una abstracción matemática, ya que cualquier superficie real, por perfecta que parezca, presentará irregularidades que se originan durante el proceso de fabricación. Las irregularidades (macro geométricas) son errores de forma, asociados con la variación en tamaño de una pieza, paralelismo entre superficies y planitud de una superficie o conicidad, redondez y cilindridad, y que pueden medirse con instrumentos convencionales. Las irregularidades menores (microgeométricas) son la ondulación y la rugosidad.⁵⁷

La primera la puede ocasionar la flexión de la pieza durante el maquinado, la falta de homogeneidad del material, la libración de esfuerzos residuales, las deformaciones por tratamiento térmico, las vibraciones, etcétera; la segunda la provoca el elemento utilizado para hacer el maquinado, por ejemplo, la herramienta de corte o la piedra de rectificado. Los errores superficiales mencionados se presentan simultáneamente sobre una superficie, lo que dificulta la medición individual de cada uno de ellos. La rugosidad (que es la huella digital de una pieza) son irregularidades provocadas por la herramienta de corte o elemento utilizado en su proceso de producción, corte, arranque y fatiga superficial.⁵⁸

Capítulo III

Diseño Experimental





3.1 DEFINICIÓN DEL PROBLEMA

A pesar de que el material de primera elección para elaborar *bases de registro* durante la elaboración de una dentadura en prostodoncia total es el PMMA,²³ se ha buscado la forma de modificar su formulación, para obtener materiales más fáciles de utilizar como la resina multifuncional de PMMA-UDMA, la cual, aunque se considera un biomaterial que presenta propiedades físicas aceptables y se encuentra en continua modificación. En la Clínica de Prostodoncia Total de la Facultad de Odontología de la UNAM en el grupo 4003 del ciclo escolar 2010-11 se trabajó con una población de 40 pacientes y se encontró que este tipo de material no cumple con los requerimientos apropiados para elaborar una *base de registro*, ya que una vez polimerizado es frágil, pesado y después de un mes presenta un desajuste en el reborde residual; siendo que el promedio de uso de una base de registro durante la elaboración de una dentadura realizada por un alumno es mayor a un mes (tres meses aproximadamente).

Aunado a lo anterior, en México, las resinas para bases de dentaduras disponibles comercialmente son de importación, por lo que sería conveniente tener un producto de origen nacional. Por lo tanto, es necesario encontrar la formulación de la resina multifuncional de PMMA-UDMA que presente valores adecuados de estabilidad dimensional con base a la prueba de fluencia que se realice; además de cumplir con los valores requeridos en las pruebas de rugosidad de superficie, resistencia a la flexión, modulo elástico y porosidad.



3.2 JUSTIFICACIÓN

En la actualidad se busca desarrollar biomateriales dentales que tengan un desempeño físico adecuado en boca sin embargo, se tiene como otra primicia facilitar su manipulación, ya que el agilizar la consulta dental favorece tanto al paciente adulto mayor como al cirujano dentista. En la actualidad diversos investigadores⁵ han propuesto combinar el dimetacrilato de uretano (UDMA) con el poli(metacrilato de metilo) (PMMA), con la finalidad de obtener un material fotopolimerizable para elaborar bases de registro para la elaboración de dentaduras que presenten buenas propiedades mecánicas (resistencia a la flexión y módulo elástico). Es por eso que surgió el interés del presente proyecto por desarrollar un material a base de UDMA-PMMA para elaborar bases de registro, dando seguimiento la línea de investigación en síntesis y caracterización de PMMA realizada en el Laboratorio de Materiales Dentales de la División de Estudios de Posgrado e Investigación de la Facultad de Odontología de la UNAM⁵⁹⁻⁶¹



3.3 OBJETIVO GENERAL

Desarrollar un material a base de PMMA-UDMA, con propiedades de estabilidad dimensional, resistencia a la flexión, módulo elástico, rugosidad y porosidad adecuadas en base a las Normas Internacionales para elaborar bases de registro de prótesis removibles.

3.4 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Sintetizar PMMA mediante suspensión.
2. Caracterizar el PMMA sintetizado por medio de espectroscopía de Infrarrojo (FT-IR) y microscopía electrónica de barrido (SEM).
3. Elaborar mezclas de PMMA-UDMA a partir de relaciones de PMMA: 25, 50 y 75 %.
4. Evaluar la estabilidad dimensional en muestras fotopolimerizadas, a partir de las relaciones de PMMA-UDMA obtenidas (ASTM D-2990).
5. Caracterizar la relación de PMMA-UDMA que presente mayor estabilidad dimensional por medio de: espectroscopía infrarroja, y microscopía de fuerza atómica.
6. Evaluar la resistencia a la flexión y el módulo elástico a muestras elaboradas con la mejor relación PMMA-UDMA bajo las especificaciones de la norma ISO 1567.
7. Evaluar la porosidad mediante la técnica de pérdida de peso a las muestras con la mejor relación PMMA-UDMA.
8. Evaluar una resina comercial con las mismas pruebas para utilizarla como grupo control.



3.5 HIPÓTESIS

El polímero con base en PMMA-UDMA que se desarrolle cumplirá con los parámetros necesarios (resistencia a la flexión, módulo elástico, rugosidad y porosidad) para la elaboración de *bases de registro*.

3.6 MATERIAL Y MÉTODOS

3.6.1 Tipo de Estudio.

- Experimental: Debido a que una parte del trabajo de investigación consistirá en la modificación de la variable independiente y se realizarán mediciones de: Resistencia a la flexión, módulo elástico, estabilidad dimensional, rugosidad de superficie y porosidad.
- Longitudinal: Se observará al mismo grupo de muestras de manera repetida a lo largo de un periodo de tiempo específico, durante la investigación de carácter científico. Así mismo, se estudiarán las tendencias y cambios que producen dichas muestras.
- Prospectivo: A partir de las mediciones y análisis correspondientes se observará cuál de las mezclas mencionadas anteriormente, se asemeja más al a la resina acrílica y pueda ser considerada como una buena opción.



3.6.2 Población de Estudio.

Polímero experimental de PMMA-UDMA.

Polímero comercial Light Tray.

3.6.3 Selección y tamaño de la muestra:

La selección del tamaño de la muestra será no probabilística (conveniencia).

- **Fluencia a la tracción:** 30 muestras de $19 \pm 0.1 \times 63.5 \pm 0.1 \times 2 \pm 0.1$ mm. La porción central deberá presentar 3.18 ± 0.1 mm de ancho.
- **Resistencia a la flexión y módulo elástico:** 30 muestras de $25 \pm 0.2 \times 2 \pm 0.1 \times 2 \pm 0.1$ mm.
- **Rugosidad de superficie:** 30 muestras de $30 \pm 0.1 \times 10 \pm 0.1 \times 2.5 \pm 0.1$ mm.
- **Porosidad:** 30 muestras de $10 \pm 0.1 \times 2 \pm 0.1 \times 2 \pm 0.1$ mm.



3.7 Criterios de inclusión.

Las muestras elaboradas con la resina experimental de PMMA-UDMA y la resina comercial Light Try® que cumplieron con las dimensiones especificadas por las normas ASTM D 2990, ISO 1567 y para la prueba de porosidad.

3.8 Criterios de exclusión.

Todas aquellas muestras que no cumplieron con los parámetros en dimensiones y condiciones requeridos por las normas ASTM D 2990, ISO 1567 y para la prueba de porosidad.

Resinas comerciales diferentes a las utilizadas en este estudio.

3.9 Criterios de eliminación.

Todas las muestras que se fracturaron antes de iniciar la prueba.

Todas aquellas muestras que resultaron defectuosas en apariencia.

3.10 Selección del grupo control

Resina comercial PMMA-UDMA Light Try® (Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein).



Tabla 1. Variables dependientes (identificación, definición, escalas de medición).

VARIABLES DEPENDIENTES	
Variable	Definición operacional y Escala de medición
<i>Estabilidad dimensional</i>	Se acondicionaron las muestras a 37 ± 1 °C con humedad relativa de 50 ± 1 % durante 48 h antes de la prueba. Se montaron las muestras en los sujetadores y se colocó el instrumento de medición. Se realizó a cada muestra una marca como referencia de inicio para medir la extensión. Se seleccionó la fuerza y se mantuvo durante 48 h. Una vez finalizado el intervalo de tiempo, sin que se haya roto la muestra se retiró la carga y se realizaron mediciones y cálculos con base en la norma ASTM D-2990, para obtener el porcentaje de deformación (% de deformación).
<i>Rugosidad de superficie</i>	Un fragmento de cada polímero se observó en el microscopio de fuerza atómica para analizar la rugosidad de superficie y se obtuvieron imágenes en 3D. Se expresaron en valores de rugosidad medio Ra (μm) .
<i>Porosidad</i>	La porosidad se evaluó colocando las muestras en un desecador a 37 ± 1 °C y pesándolas cada 24 h hasta que tuvieron un peso constante. El valor final se calculó de acuerdo a las ecuaciones: $W_a = (d_r - d_a)(V_{sp} - V_{ip})$. Una vez calculado el volumen de porosidad interna se obtuvo el porcentaje de porosidad(P): % .
<i>Resistencia a la flexión</i>	Las muestras de cada polímero, fueron colocadas sobre los soportes de una máquina universal de pruebas mecánicas (INSTRON, Illinois Tools Works Inc. EUA), con una velocidad de carga de 5 ± 1 mm/min en el centro de cada muestra hasta la fractura. Se calculó la resistencia a la flexión (MPa) y módulo elástico (MPa) de acuerdo a la Norma ISO 1567.
<i>Módulo elástico</i>	



Tabla 2. Variables independientes (identificación, definición, escalas de medición).

VARIABLES INDEPENDIENTES	
Variable	Definición operacional y Escala de medición
<i>Relación PMMA:UDMA</i>	Se mezcló PMMA con UDMA en relaciones PMMA:UDMA de 25, 50 y 75 % en peso (g) . El PMMA se disolvió en MMA y después se incorporó el UDMA. Se agregó canforoquinona 0.5 % en masa (g) como iniciador.
<i>Tiempo de Polimerización</i>	La polimerización se llevó a cabo mediante un aparato de luz halógena (Ivoclar Targis Power®) con una exposición de 10 min , para realizar muestras del polímero con base en las dimensiones de las Normas ASTM D-2990 e ISO 1567.



Tabla 3. Métodos de registro y procesamiento de datos.

CARACTERIZACIÓN DEL PMMA, POLÍMERO PMMA-UDMA Y RESINA LIGHT TRY.		
Prueba	Método de registro	Método de procesamiento
<i>Microscopía Electrónica de Barrido</i>	Se obtuvieron micrografías a 500X y 1000X ampliaciones.	Por medio de un programa computacional a cada micrografía se calculó el tamaño de partícula.
<i>Espectroscopía de Infrarrojo (FT-IR)</i>	Se obtuvieron valores de absorbancia de luz y longitud de onda. Los cuales se almacenaron en hoja de cálculo de Excel.	Por medio del programa computacional Origin 8 se procesaron los valores obtenidos para obtener espectros y posteriormente se procedió a la identificación de bandas para su interpretación.
<i>Estabilidad dimensional</i>	Las mediciones se realizaron manualmente y se registraron en una bitácora.	Por medio del programa computacional Origin 8 se procesaron los valores y se obtuvieron diagramas de fuerza vs elongación y se interpretaron.



Tabla 3 (continuación). Métodos de registro y procesamiento de datos.

CARACTERIZACIÓN DEL POLÍMERO PMMA-UDMA CON MEJORES VALORES DE ESTABILIDAD DIMENSIONAL Y RESINA LIGHT TRY		
Prueba	Método de registro	Método de procesamiento
<i>Rugosidad de la superficie</i>	Se obtuvieron micrografías 3D.	En cada una de las micrografías se midió la profundidad de los valles con ayuda de un programa computacional.
<i>Porosidad</i>	Cada uno de los valores de los pesajes necesarios para obtener el % de porosidad se realizó manualmente y se anotaron en una bitácora.	Los valores obtenidos de los pesajes se procesaron en una hoja de cálculo de Excel; de esta forma se obtuvo el porcentaje de porosidad.
<i>Resistencia a la flexión</i>	Se obtuvieron valores de fuerza vs deflexión, los cuales se almacenaron en una hoja de cálculo de Excel.	Los valores obtenidos se procesaron en una hoja de cálculo de Excel para obtener valores de esfuerzo vs deflexión y se calculó el módulo elástico y la resistencia a la flexión. Los valores de esfuerzo vs deflexión, se procesaron en el programa computacional Origin 8 para obtener sus respectivos diagramas.
<i>Módulo elástico</i>		



3.11 Plan de análisis estadístico de los datos

- Análisis estadístico de Kruskal Wallis ($P < 0.05$) y Dunnet Test ($P = < 0.001$) fueron aplicados a los valores obtenidos de porcentaje de deformación, módulo elástico, resistencia a la flexión y porosidad.
- Análisis estadístico de Mann-Whitney ($P < 0.05$) fue aplicado a los valores de rugosidad de superficie.

3.12 Recursos humanos

Especialistas que operan cada uno de los aparatos de las diversas técnicas que se ocuparon en el Laboratorio de Materiales Dentales de la DEPeI UNAM, el Instituto de Investigaciones en Materiales UNAM y el Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada UNAM Campus Juriquilla, Querétaro.

3.13 Recursos materiales

- Resina PMMA-UDMA Light Try® (Ivoclar Vivadent AG, Schaan Liechtenstein).

3.13.1 Reactivos

- Metacrilato de metilo (MMA) (Sigma-Aldrich®, EUA).
- Dimetacrilato de uretano (Sigma-Aldrich®, EUA).
- Canforoquinona (Sigma-Aldrich®, EUA).
- Fe_2O_3 (R-4511 González Cano y Compañía S.A de C.V).
- TiO_2 (RF-9400 González Cano y Compañía S.A de C.V).
- Reactivos para síntesis de PMMA: metacrilato de metilo, peróxido de benzoílo, Hidróxido de sodio. (Sigma-Aldrich, St. Louis MO).
- Reactivos para cromatografía de Gases con grado de pureza HPLC como hidroquinona, acetona, tetrahidrofurano, metanol (Sigma-Aldrich, St. Louis MO).



3.13.2 Equipo

- Máquina universal de pruebas mecánicas Instron (INSTRON ®, Illinois Tools Works Inc. EUA)
- Cromatógrafo de gases: GC-2010 Shimadzu®Columna: Tubo capilar Stabilwax® entrecruzada Carbowax-Polietilenglicol, de 30m de longitud y 0.53 mm de diámetro interno. (Restek®, USA).
- Microscopio electrónico de barridoJSM-6060LV, (JEOL, Peabody,MA)
- Espectroscopio de Infrarrojo. Bruker Vector 33 Instrument, (Bruker, Germany).
- Computadora TOSHIBA Satellite T215D-SP1002M.

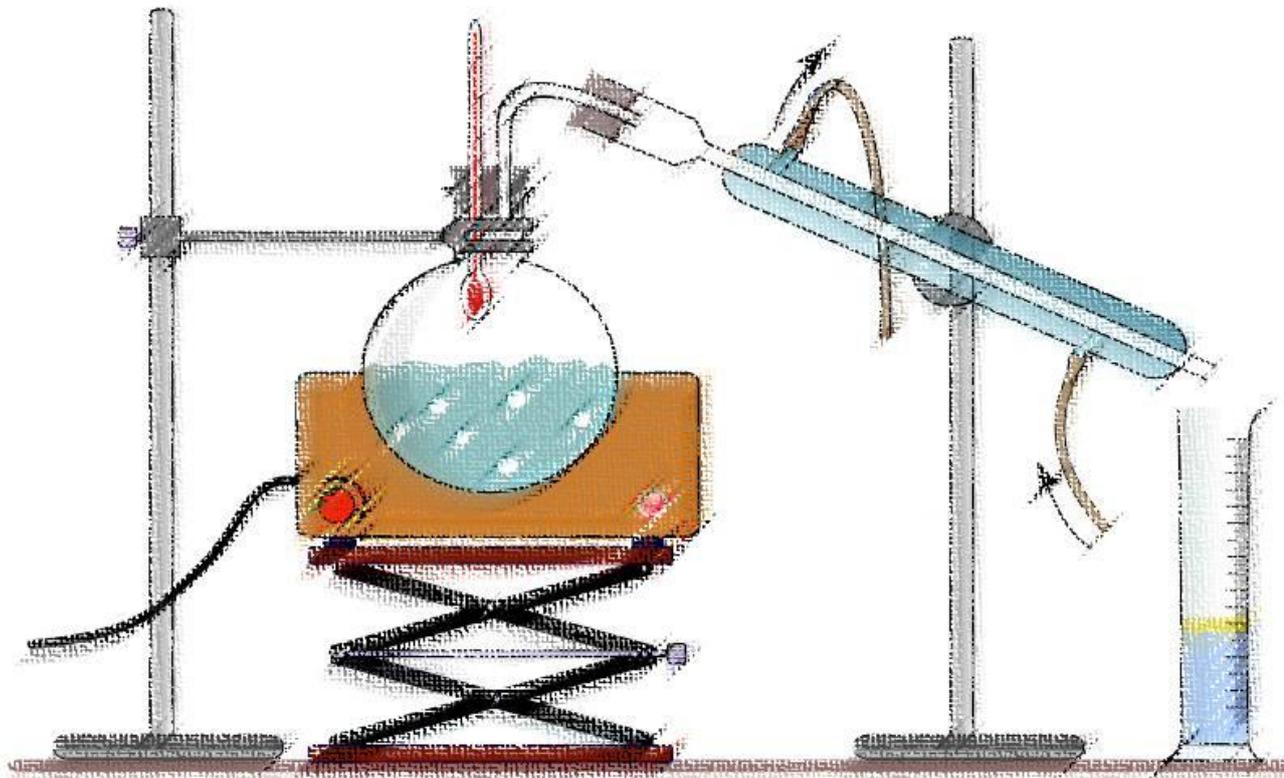
3.14 Infraestructura

- Laboratorio Interdisciplinario “Honorato Villa y Acosta,” Facultad de Odontología de la UNAM. Ciudad Universitaria D. F.
- Laboratorio de Materiales Dentales, División de Estudios de Posgrado e Investigación de la Facultad de Odontología UNAM. Ciudad Universitaria D. F.
- Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada, UNAM Campus Juriquilla Querétaro.
- Laboratorio de Cromatografía, Departamento de Polímeros del Instituto de Investigaciones en Materiales. UNAM. Ciudad Universitaria D. F.

Capítulo IV

Desarrollo

Experimental





4.1 Síntesis de poli (metacrilato de metilo) (PMMA)

La síntesis del PMMA experimental se realizó en suspensión y se utilizaron nanopigmentos de TiO_2 y Fe_2O_3 ; basado en los estudios de Plata-Rodríguez y colaboradores.⁵⁹ y Acosta-Torres y colaboradores.^{60,61}

Se utilizó peróxido de benzoílo como iniciador al 0.3 % y grenetina como agente surfactante.

- a) Se mezclaron en termoagitador los pigmentos en 500 mL de agua desionizada durante 30 min (Figura 1)



Figura 1. Mezclas de pigmentos en termoagitador.

- b) Se agregó la mezcla al reactor de cinco entradas (para reactivos, agitador, nitrógeno termómetro y condensador) en agitación.
- c) Se añadió grenetina en atmósfera de nitrógeno.⁶¹
- d) Por separado se disolvió hidróxido de sodio en 200 mL de agua desionizada a 70 ± 1 °C.



- e) En el termoagitador se mezcló peróxido de benzoílo en 100 mL de agua a 70 ± 1 °C.
- f) La síntesis se mantuvo en agitación a una velocidad de 1200 rpm. (Figura 2).
- g) Se mantuvo la reacción durante 1 h 30 min a 70 ± 1 °C.



Figura 2. Reactor de cinco entradas en las cuales se conecta el flujo de nitrógeno, agua a 70 °C, serpentín de refrigeración y motor de agitación.

- h) Las partículas obtenidas se lavaron con agua desionizada y se dejaron sedimentar. Se secaron en estufa a 60 ± 1 °C durante 24 horas.
- i) Las partículas se separaron con tamiz número 100.



Figura 3. Partículas de PMMA en proceso de secado

4.2 Caracterización del PMMA

4.2.1 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

Las partículas de PMMA experimental se montaron en porta muestras metálicos (Figura 4) y se ionizaron con una capa de oro-paladio durante 3 minutos a 1500 KV y a 10 μ A (Figura 5) y fueron observadas a ampliificaciones de 600, 1500 y 6000 X (Figuras 6 y 7).



Figura 4. Colocación de las muestras en los portaobjetos.



Figura 5. Ionización de las muestras con una capa de oro-paladio.



Figura 6. Colocación de los portaobjetos en la platina del microscopio.



Figura 7. Microscopio Electrónico de Barrido.



4.2.2 Distribución de Pesos Moleculares por Cromatografía de Permeabilidad de un Gel (GPC).

Se obtuvo la distribución de pesos moleculares M_n y M_w de cada una de los poli(metacrilato de metilo) sintetizados en un equipo Waters 2695 ALLIANCE Separation Module, el cual cuenta con un detector de índice de refracción integrado modelo Waters 2414, des-gasificador en línea y un banco de dos columnas Waters HPLC styragel HR4E con intervalo de M_w entre 5×10^5 y styragel HR5E y M_w de 2×10^3 a 4×10^6 . Tetrahidrofurano (THF) fue usado como eluyente a una velocidad de flujo de 0.3 mL/min y a una temperatura de 35 ° C. Se realizaron dos curvas de calibración por separado a las condiciones anteriormente descritas y se utilizaron 18 y 10 estándares de poliestireno y poli(metacrilato de metilo), respectivamente.

4.2.3 Espectroscopía de Infrarrojo (FT-IR) del PMMA sintetizado, del UDMA y de la Resina Comercial

La espectroscopía FT-IR se llevó a cabo en un aparato Bruker Vector 33. Para las partículas de PMMA se usó la técnica de transmitancia. Se obtuvieron espectros FT-IR en las longitudes de onda de 400 y 4000 cm^{-1} .



4.3 Obtención del Polímero PMMA-UDMA.

4.3.1 Primer Método

El PMMA se disolvió en MMA y después se incorporó el UDMA. Se agregó canforoquinona 0.5% (wt) como iniciador.⁵

4.3.1.1 Disoluciones Piloto de PMMA:MMA

1. El PMMA sintetizado se disolvió en MMA en vasos de precipitado a las relaciones en peso mostradas en la Tabla 4.
2. Las mezclas fueron mezcladas en termoagitador durante 7 días hasta que el PMMA se disolvió por completo.
3. Las mezclas disueltas se mezclaron con el UDMA en relaciones 1:1 en peso.
4. Al mismo tiempo se incorporó canforoquinona al 0.5% como iniciador y dimetil-p-toluidina al 0.5% como co-iniciador.

Tabla 4. Relaciones piloto de PMMA:MMA.

RELACIONES PMMA:MMA	
1g PMMA	5 g MMA
2.5 g PMMA	5 g MMA
1 g PMMA	10 g MMA



4.3.2 Segundo Método

Incorporación de poli (metacrilato de metilo) con dimetacrilato de uretano(UDMA).

- 1 g de UDMA
- 3 g de PMMA
- .002 g de CFQR (0.5%)
- 0.02 g de DMPT (0.5%)

Se incorporó gramo a gramo y se observó que solamente se pudo incorporar 1.808 g de PMMA = (64.4%).

Una vez que se observó que el límite de saturación del UDMA fue de 64.4% de PMMA se decidió utilizar cuatro porcentajes de PMMA en relación al peso (Figura 8):

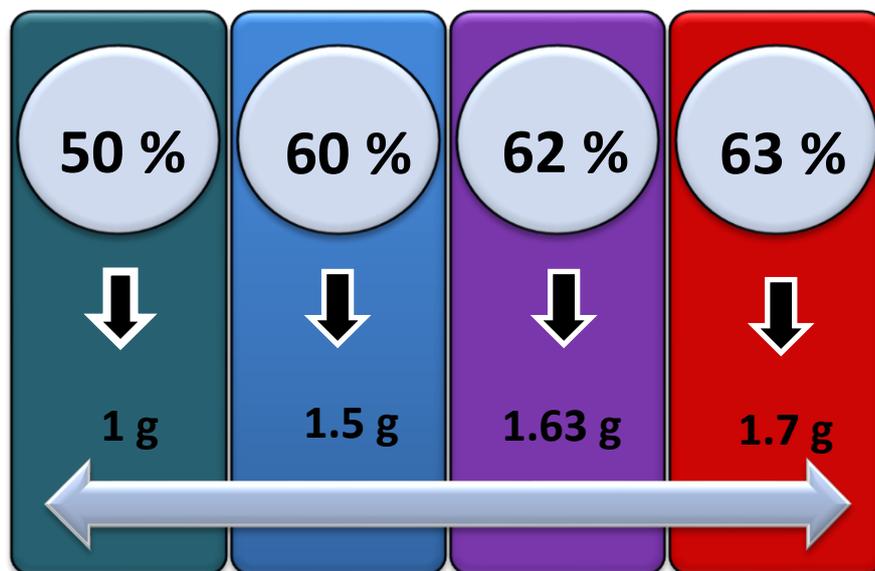


Figura 8. Porcentajes de PMMA en peso seleccionados para la realización de los grupos experimentales.



4.3.2.1 Mezcla de UDMA + PMMA 50%

- 1 g de UDMA
- 1 g de PMMA
- 0.01 g de CFQR (0.5%)
- 0.01 g de DMPT (0.5%)

4.3.2.2 Mezcla de UDMA + PMMA 60%

- 1 g de UDMA
- 1.5 g de PMMA
- 0.0125 g de CFQR (0.5%)
- 0.0125 g de DMPT (0.5%)

4.3.2.3 Mezcla de UDMA + PMMA 62%

- 1 g de UDMA
- 1.631 g de PMMA
- 0.0131 g de CFQR (0.5%)
- 0.0131 g de DMPT (0.5%)

4.3.2.3 Mezcla de UDMA + PMMA 63%

- 1 g de UDMA
- 1.7 g de PMMA
- 0.0135 g de CFQR (0.5%)
- 0.0135 g de DMPT (0.5%)



4.4 Pruebas Físicas.

4.4.1 Estabilidad Dimensional (Fluencia Viscosa).

Se acondicionaron las muestras a 37 ± 1 °C con humedad relativa de 50 ± 1 % durante 48 h antes de la prueba. Se montaron las muestras en las pinzas del equipo y se colocó el instrumento de medición. Se realizó a cada muestra una marca como referencia de inicio para medir la extensión. Se seleccionó la fuerza ideal que no fracturó de manera directa el material y se mantuvo durante 48 h.

Una vez finalizado el intervalo de tiempo, sin haber roto la muestra se retiró la carga y se realizaron mediciones y cálculos con base en la norma ASTM D-2990 para obtener el porcentaje de deformación (*% de deformación*).

Esta prueba también se realizó a la resina comercial Light Try®.

NOTA: *Con los resultados obtenidos de porcentaje de deformación se seleccionó el mejor grupo experimental de PMMA-UDMA. Al grupo de PMMA-UDMA seleccionado y a la resina comercial Light Try® y se les realizaron las siguientes pruebas: **microscopía electrónica de barrido, rugosidad superficial, comportamiento en flexión y porosidad.***



4.4.2 Microscopía Electrónica de Barrido

La relación de UDMA-PMMA al 60%, (la cual presentó mayor estabilidad dimensional) y la resina comercial utilizada como grupo control fueron caracterizadas por medio de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB); y Microscopía de Fuerza Atómica (AFM). Un fragmento de cada polímero se observó en el microscopio de fuerza atómica para analizar la zona de fractura, y la rugosidad de la superficie.

4.4.3 Rugosidad Superficial.

La relación de UDMA-PMMA al 60%, (la cual presentó mayor estabilidad dimensional) y la resina comercial utilizada como grupo control fueron caracterizadas por medio de microscopía de fuerza atómica (AFM). Un fragmento de cada polímero se observó en el microscopio de fuerza atómica para analizar la rugosidad de la superficie y se obtuvieron imágenes en 3D.

4.4.4 Comportamiento en Flexión.

Las muestras de cada polímero fueron colocadas sobre los soportes de una máquina universal de pruebas (INSTRON®, Illinois Tools Works Inc. EUA), con una velocidad de carga de 5 ± 1 mm/min en el centro de cada muestra hasta que se fracturaron. Se calculó la resistencia a la flexión (MPa) y módulo elástico (MPa) de acuerdo a la Norma ISO 1567.



4.4.5 Porosidad.

El porcentaje de porosidad se evaluó al colocar las muestras en un desecador a 37 ± 1 °C y fueron pesadas cada 24 h hasta obtener un peso constante. El valor final se calculará de acuerdo a las ecuaciones: $W_a = (d_r - d_a)(V_{sp} - V_{ip})$; donde W_a es la muestra pesada en el aire (g), d_r es la densidad de la resina acrílica (1.198 g/cm^3), d_a es la densidad del aire en condiciones de la Ciudad de México ($T = 21$ °C, 585 mmHg) (0.00123 g/cm^3); V_{sp} es el volumen de la muestra (cm^3) y V_{ip} es el volumen de porosidad interna.

Una vez calculado el volumen de porosidad interna se aplicará la siguiente ecuación para obtener el porcentaje de porosidad (P): $\% P = 100 * V_{ip} / V_{sp}$



4.5 Incorporación de Óxido de Silicio y Dimetacrilato de Etilenglicol a la mezcla polimérica UDMA + PMMA 60%.

Se realizaron las siguientes mezclas, junto con el grupo experimental UDMA+PMMA 60%. Se renombraron todas con las cuatro primeras letras del alfabeto inglés para su mejor clasificación y análisis de datos.

CLASIFICACIÓN DE MEZCLAS	
A	Mezcla de UDMA + PMMA 60% <ul style="list-style-type: none"> • 17.16164 g de UDMA • 25.74246 g de PMMA • 0.214520 g de CFQR (0.5%) • 0.214520 de DMPT (0.5%)
B	Mezcla de UDMA + PMMA 60% + EGDMA 5% <ul style="list-style-type: none"> • 17.16164 g de UDMA • 25.74246 g de PMMA • 0.214520 g de CFQR (0.5%) • 0.214520 de DMPT (0.5%) • 0.85802 g de EGDMA (5%)
C	Mezcla de UDMA + PMMA 60% + EGDMA 5% + SiO₂(M-325S) 10% <ul style="list-style-type: none"> • 16.3622 g de UDMA • 24.54342 g de PMMA • 0.2045285 g de CFQR (0.5%) • 0.2045285 g de DMPT (0.5%) • 0818114 g de EGDMA (5 %) • 2.45 g de SiO₂ (10%)
D	Mezcla de UDMA + PMMA 60% + SiO₂(M-325S) 10% <ul style="list-style-type: none"> • 17.1146 g de UDMA • 25.6719 g de PMMA • 0.213932 g de CFQR (0.5%) • 0.213932 g de DMPT (0.5%) • 2.56 g de SiO₂ (10%)
GRUPO CONTROL	

Capítulo V

Resultados





5.1 SÍNTESIS DE PMMA

Las cinco primeras síntesis de PMMA se realizaron a 850 rpm durante 1 h 30, sin embargo, presentaron el inconveniente de que al final de la reacción las partículas presentaron gran tamaño. Se decidió variar la velocidad de agitación a 1200 revoluciones por minuto y el tiempo de reacción a 2 horas, lo cual resultó en un mejor control del tamaño de partícula final.

5.1.1 CARACTERIZACIÓN DEL PMMA

5.1.1.1 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

En la Figura 9 se observan partículas de una síntesis de PMMA, las cuales presentaron forma regular y esférica; con un tamaño dentro del intervalo de 5 a 120 μm de diámetro.

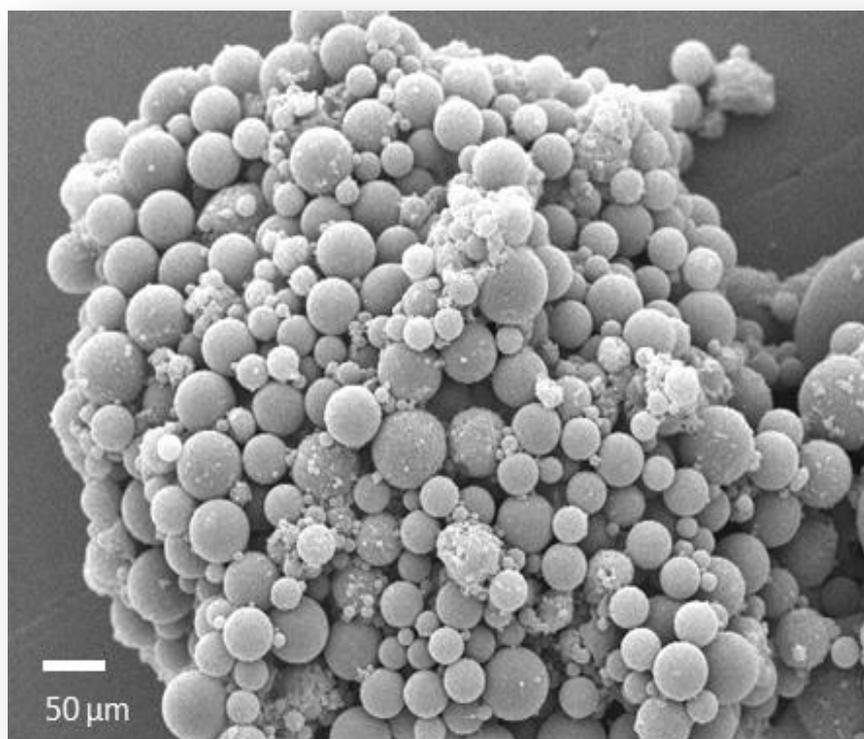


Figura 9. Micrografía de las partículas de PMMA sintetizado.



5.1.1.2 Cromatografía de Permeabilidad en un Gel (GPC).

Los valores obtenidos en cuanto a peso molecular promedio en número (Mn), peso molecular promedio en peso (Mw) e índice de polidispersidad (PDI) de las síntesis obtenidas (Tabla 5) se sometieron a una prueba estadística no paramétrica de Kruskal Wallis ($p < 0.05$) con una prueba de Dunnett y se observó que no hay diferencia estadísticamente significativa.

Tabla 5. Valores promedio de peso molecular promedio en número (Mn), peso molecular promedio en peso (Mw) e índice de polidispersidad (PDI) de las síntesis de PMMA.

Resultados de las Muestras Analizadas por GPC			
Muestra	Mn	Mw	PDI
1	227874	908265	3.986
2	217793	909503	4.176
3	295876	1157164	3.911
4	251542	1118271	4.446
5	250874	953391	3.800
6	334686	1302984	3.893
7	239424	1151981	4.811
PROMEDIO	259724.14 ± 41344	1071651.29 ± 150790	4.15 ± 0.36



5.1.1.3. Espectroscopía Infrarroja (FT-IR)

5.1.1.3.1 Poli(metil metacrilato).

En la figura 10 se observan las bandas características de los enlaces **C=O** (1716 cm^{-1}), **C-O-C** (1190 cm^{-1}) y **C-C** (749 cm^{-1}), **CH₃** (1386 cm^{-1}).

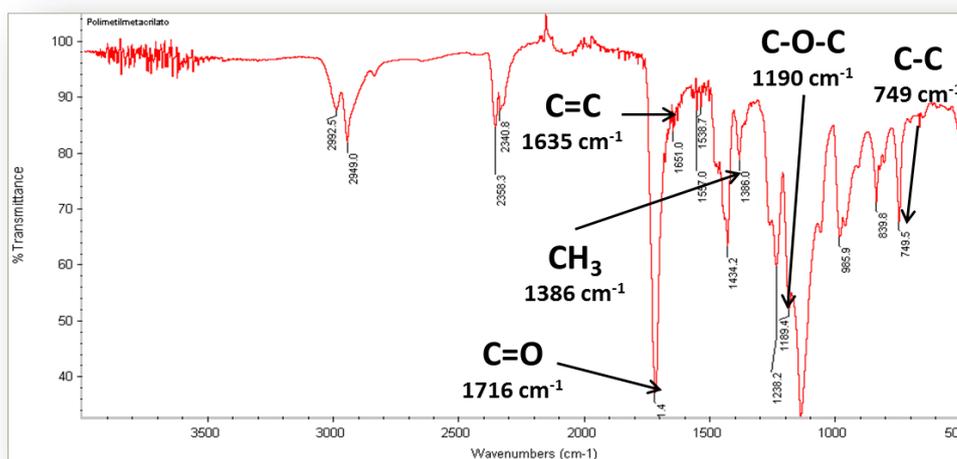


Figura 10. Espectro Infrarrojo de PMMA sobre KBr por transmitancia.

5.1.1.3.2 Dimetacrilato de Uretano. (CAS-No. 72869-86-4)

En la figura 11 se observan las bandas características de los enlaces **N-H** (3349 cm^{-1}), **CH₃** (2956 cm^{-1}), **C=O** (1696 cm^{-1}), **N-H** (1526 cm^{-1}), **C-O-C** (1297 cm^{-1}) y **C-N** (1240 cm^{-1}).

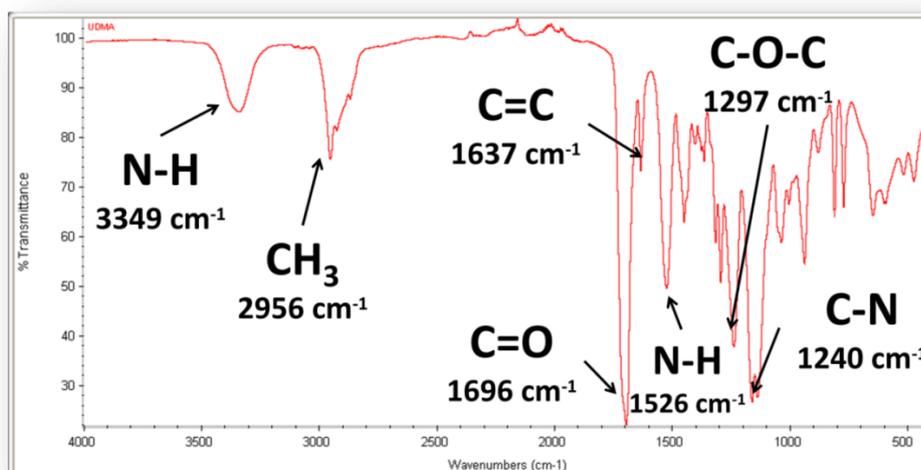


Figura 11. Espectro Infrarrojo de UDMA sobre KBr por transmitancia.



5.1.1.3.3 Resina Comercial.

En la figura 12 se observan las bandas características de los enlaces **N-H** (3367 cm^{-1}), **CH₃** (2955 cm^{-1}), **C=O** (1715 cm^{-1}), **C-O-C** (1297 cm^{-1}) y **C-N** (1238 cm^{-1}).

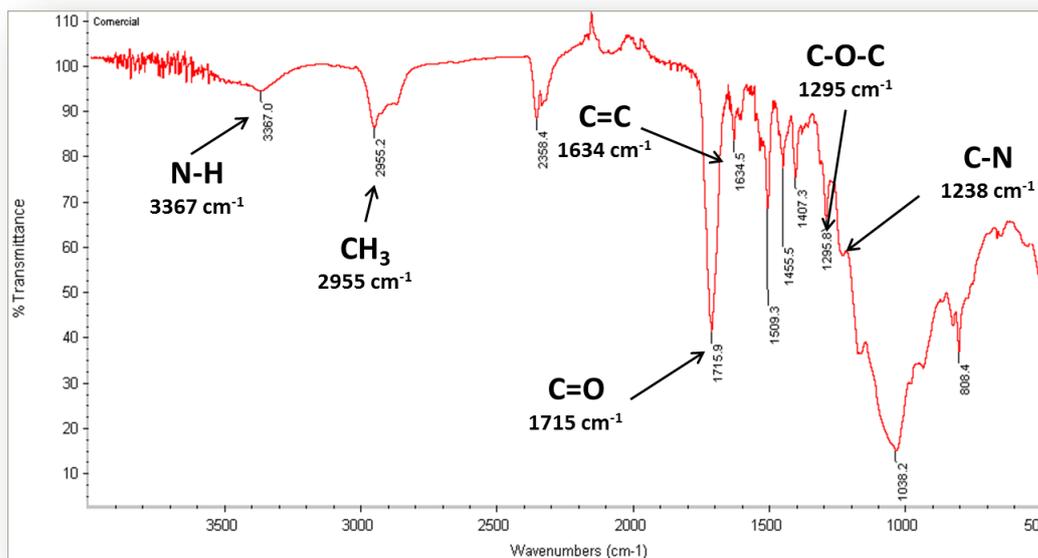


Figura 12. Espectro Infrarrojo de la Resina Comercial sobre KBr por transmitancia.



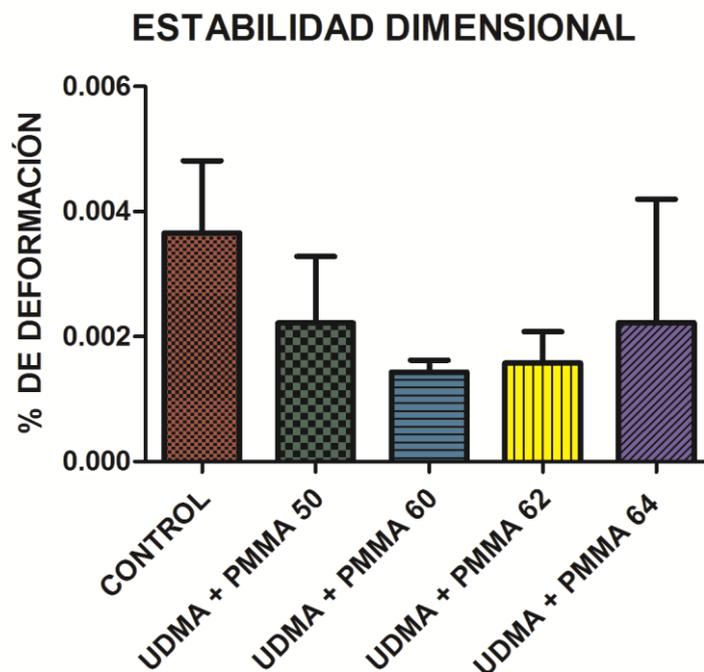
5.2 CARACTERIZACIÓN DEL POLÍMERO A BASE DE UDMA-PMMA 60%

5.2.1 Estabilidad Dimensional (Fluencia Viscosa).

Los valores obtenidos de deformación y porcentaje de deformación (Tabla6) y (Gráfica 1) fueron analizados mediante una prueba estadística no paramétrica de Kruskal Wallis($p < 0.05$) con una prueba de Dunnet y se observó que no había diferencias estadísticamente significativas. Sin embargo, se eligió la relación UDMA +PMMA 60% debido a que presentó el valor más bajo de porcentaje de deformación.

Tabla 6. Valores promedio de deformación (adimensional) y porcentaje de deformación (%) de los cuatro grupos experimentales y la resina control.

ESTABILIDAD DIMENSIONAL		
GRUPO	DEFORMACIÓN	% DEFORMACIÓN
UDMA + PMMA 50% (n=10)	0.001828 \pm 0.001150	0.18
UDMA + PMMA 60% (n=10)	0.001069 \pm 0.00064	0.11
UDMA + PMMA 62% (n=10)	0.001376 \pm 0.0007	0.14
UDMA + PMMA 64% (n=10)	0.002702 \pm 0.0023	0.27
RESINA COMERCIAL (n=10)	0.003180 \pm 0.002	0.32



Gráfica 1. Representación gráfica de los valores promedio de porcentaje de deformación de los cuatro grupos experimentales y el grupo control.

NOTA: Con los resultados obtenidos de porcentaje de deformación se seleccionó el mejor grupo experimental de PMMA-UDMA. Al grupo de PMMA-UDMA seleccionado y a la resina comercial Light Try® y se les realizaron las siguientes pruebas: **microscopía electrónica de barrido, rugosidad superficial, comportamiento en flexión y porosidad.**



5.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (zona de fractura y superficie).

En las micrografías a, b, c y d (Figura 13); se analizó la zona de fractura de una muestra hecha con el polímero de UDMA-PMMA al 60%. Se pudo observar que las partículas de PMMA quedan embebidas en el UDMA, y una vez que se realiza la fractura de la muestra, éstas se separan fácilmente del recubrimiento. Al realizar las mediciones adecuadas fue posible medir el tamaño de partícula y se ratificó que el intervalo de medición va de los 4 a 98 μm (micrografías a, b y c; Figura 14).

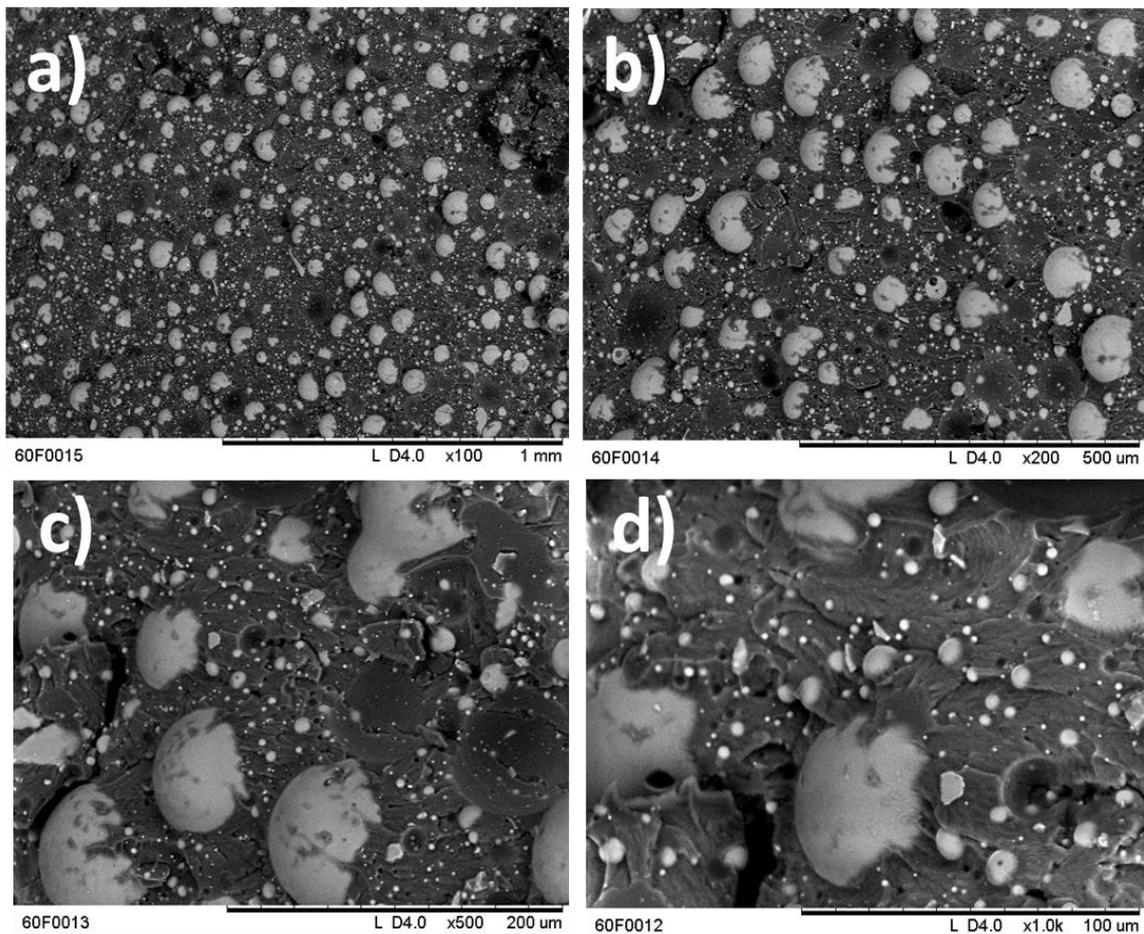


Figura 13. Muestra fracturada de UDMA + PMMA 60% en magnificaciones 100, 200, 500 y 1000 X; distancia de trabajo de 7.74 mm, bajo detector de electrones retrodispersados.

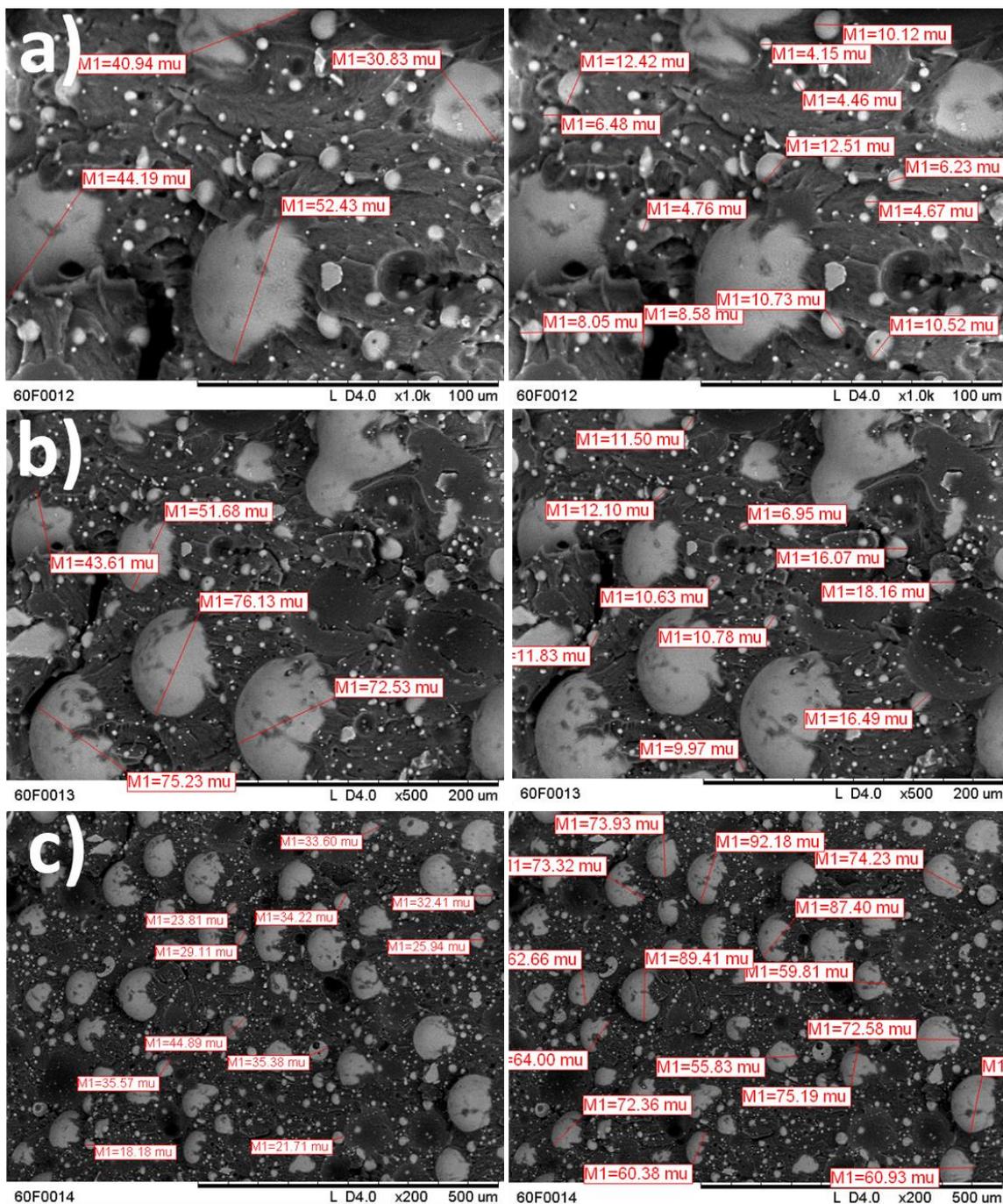


Figura 14. Medición del tamaño de partículas de PMMA de una muestra fracturada de UDMA + PMMA 60% en magnificaciones 100, 200, 500 y 1000 X; distancia de trabajo de 7.74 mm, bajo detector de electrones retrodispersados.



En cuanto a las micrografías a, b, c y d(Figura 15),en éstas se analizó la zona de fractura de muestras hechas con la resina comercial (grupo control).Al considerar la escala de grises de las micrografías es posible mencionar que la composición del material es más uniforme, contrario al polímero experimental en el cual se observa una diferencia clara de fases y un aparente relieve en las partículas esféricas de PMMA.

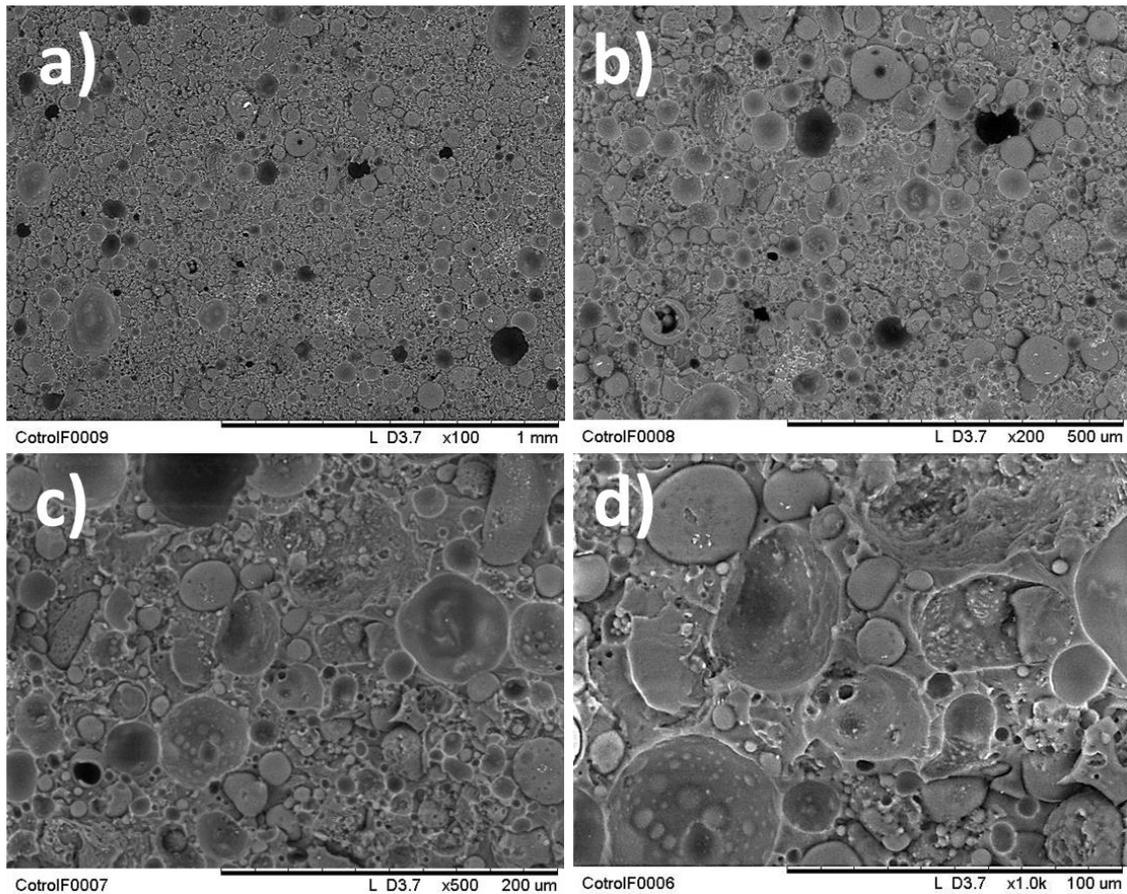


Figura 15. Muestra fracturada de resina comercial en magnificaciones 100, 200, 500 y 1000 X; distancia de trabajo de 7.48 mm, bajo detector de electrones retrodispersados.



En las micrografías a, b y c(Figura 16), fueron realizadas las mediciones adecuadas para medir el tamaño de partícula y se ratificó que el intervalo de tamaño es de 7 - 93 μm .

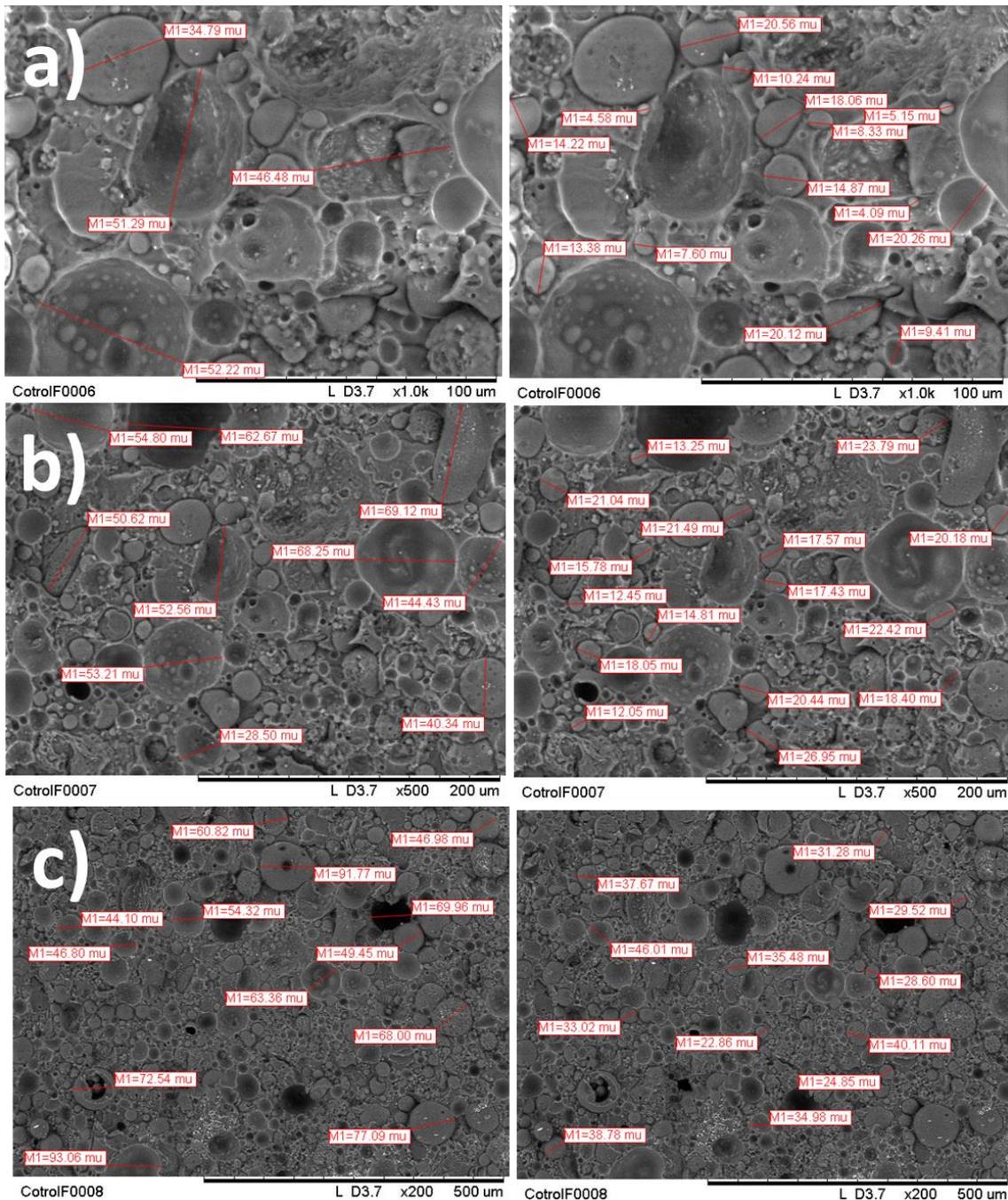


Figura 16.Medición del tamaño de partículas de una muestra fracturada de resina comercial en magnificaciones 100, 200, 500 y 1000 X; distancia de trabajo de 7.48 mm, bajo detector de electrones retrodispersados.



En las micrografías a, b, c y d (Figura 17) se analizó la superficie de una muestra polimerizada del polímero UDMA+PMMA 60%; y se observó la presencia de agujeros amorfos, los cuales fueron medidos y se determinó que las dimensiones estuvieron dentro del intervalo de medición de 16 - 69 μm de ancho y 21 - 100 μm de longitud.

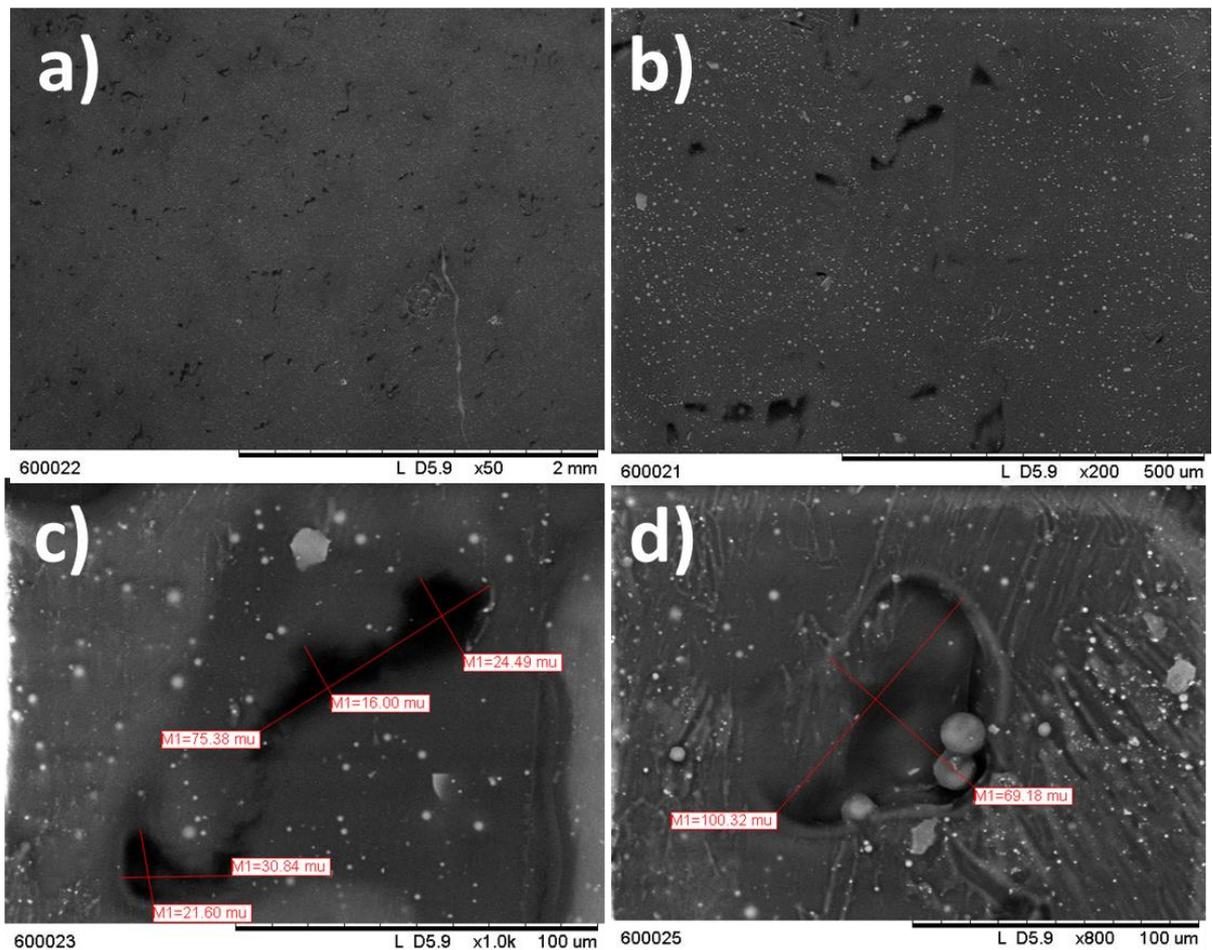


Figura 17. Superficie de una muestra del polímero UDMA + PMMA 60% en magnificaciones 50, 200, 800 y 1000 X; distancia de trabajo de 9.66 mm, bajo detector de electrones retrodispersados.



En las micrografías a, b, y c (Figura 18) se analizó la superficie de una muestra polimerizada de la resina comercial; y se observó la presencia de agujeros circulares, los cuales fueron medidos mediante un programa de medición por computadora y se determinó que las dimensiones estuvieron dentro del intervalo de medición de 32 μm de ancho y 35 μm de longitud.

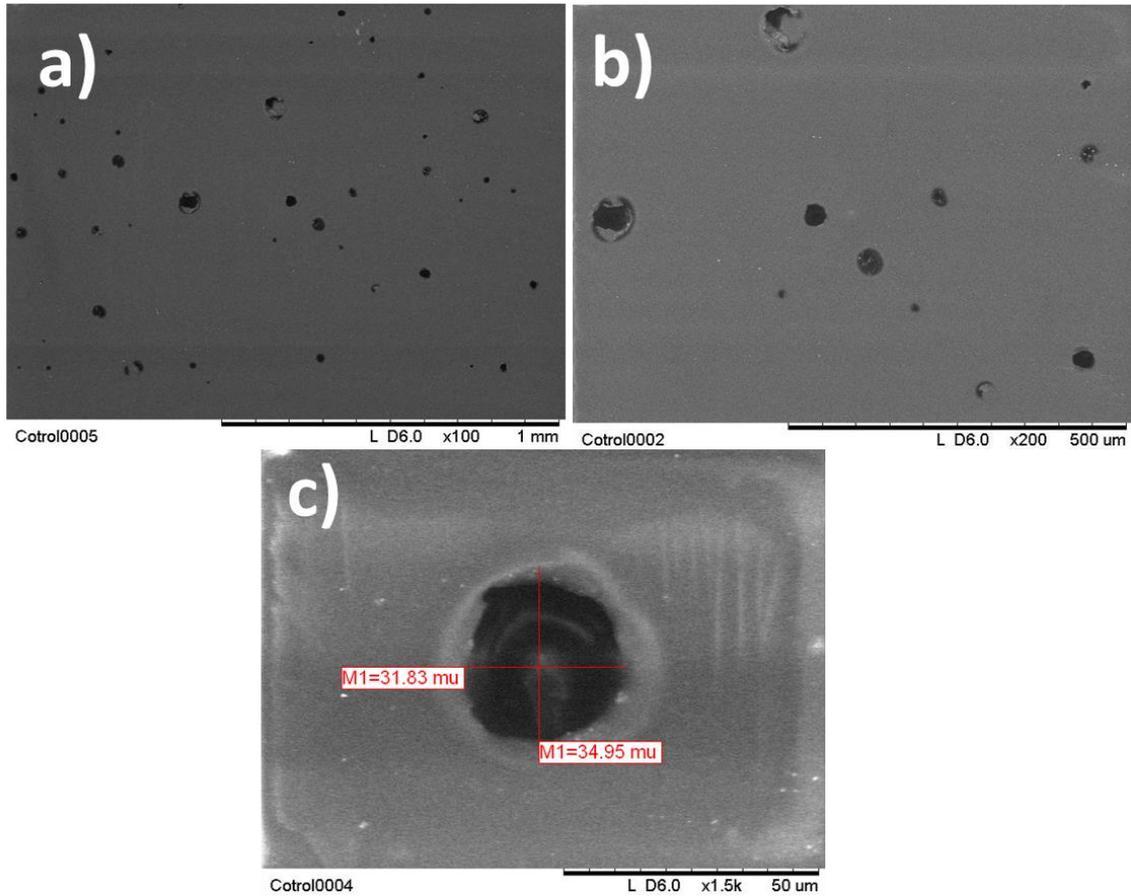


Figura 18. Superficie de una muestra de resina comercial en magnificaciones 100, 200 y 1500 X; distancia de trabajo de 9.66 mm, bajo detector de electrones retrodispersados.



5.2.3 Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

Se realizaron muestras polimerizadas del polímero UDMA+PMMA 60% y de la resina comercial y se observaron en el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) con una área de 11 μm en las zonas más planas de la muestra. Se realizaron observaciones a distintos Hertz de barrido y se determinó que a 1 Hz los detalles de la superficie se observaron mejor.

En la micrografía a (Figura 19) se observa la superficie de una muestra polimerizada elaborada con el polímero UDMA+PMMA 60%, la cual se aprecia más lisa que la superficie de la micrografía b (Figura 19), la cual pertenece a una muestra polimerizada elaborada con la resina comercial.

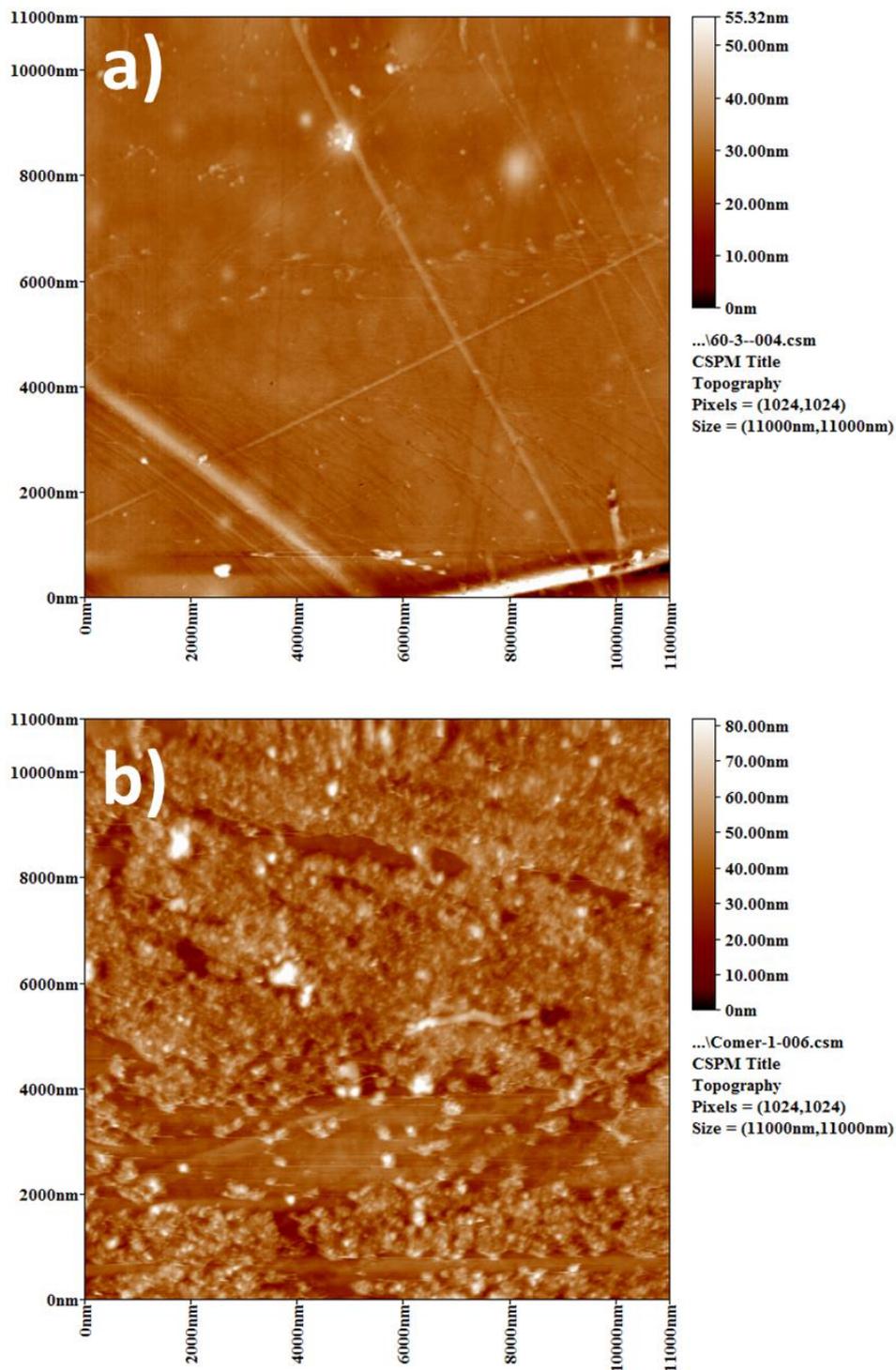


Figura 19. Micrografía en dos dimensiones por fuerza atómica del polímero experimental UDMA + PMMA 60% (a) y de la resina comercial (b); área de 11 μm a 1 Hz.



Se obtuvieron imágenes en tercera dimensión (Figura 20, a y b) y a través del mismo programa se procesaron las imágenes para obtener valores promedio de rugosidad (S_a).

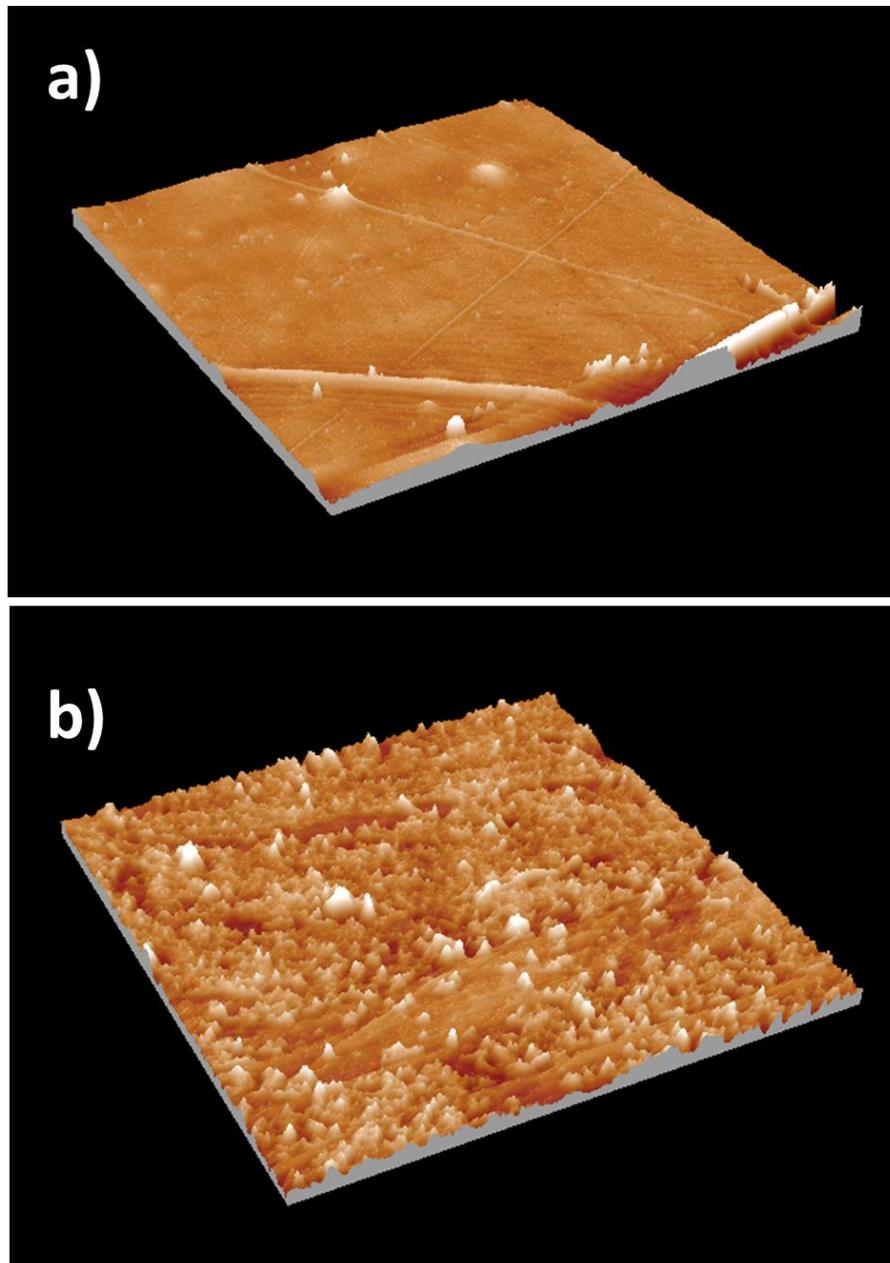


Figura 20. Micrografía en tres dimensiones por fuerza atómica del polímero experimental UDMA + PMMA 60% (a) y de la resina comercial (b); área de $11 \mu\text{m}$ a 1 Hz.

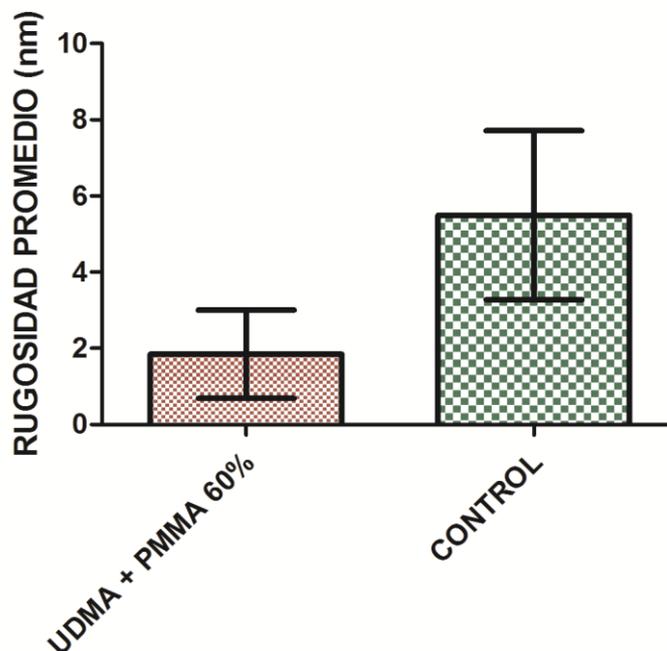


5.2.3.1 Rugosidad de Superficie

Los valores promedio de rugosidad de superficie del polímero experimental UDMA + PMMA 60% y la resina comercial (**Tabla 7** y **Gráfica 2**) fueron analizados por una prueba estadística no paramétrica de Mann-Whitney test ($p < 0.05$) con la cual se observó la existencia de diferencias estadísticamente significativas.

Tabla 7. Valores de rugosidad promedio ($n=30$) del grupo experimental y control.

RUGOSIDAD PROMEDIO S_a(nm)	
UDMA + PMMA 60%	1.847 ± 1.15
CONTROL	5.493 ± 2.21



Gráfica 2. Representación gráfica de los valores promedio de rugosidad de superficie del grupo experimental y el grupo control.



5.2.5 Comportamiento en Flexión

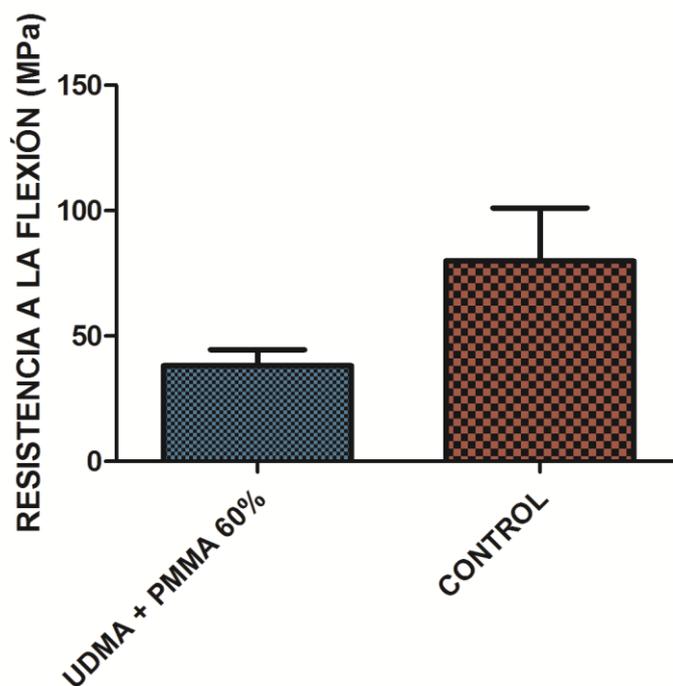
Los valores obtenidos de resistencia a la flexión (Tabla 8 y Gráfica 3) y módulo elástico (Tabla 9 y Gráfica 4) para las muestras de UDMA + PMMA 60% fueron analizados bajo una prueba estadística no paramétrica de Mann-Whitney test ($p < 0.05$) con la cual se observó la existencia de diferencias estadísticamente significativas. En comparación con el polímero UDMA + PMMA 60%, la resina comercial presentó valores más altos en cuanto a resistencia a la flexión, flexión máxima y módulo elástico, lo cual lo atribuimos a la presencia de material de relleno y agentes de unión en la resina comercial.

Tabla 8. Valores promedio de resistencia a la flexión ($n=30$) del grupo experimental y control.

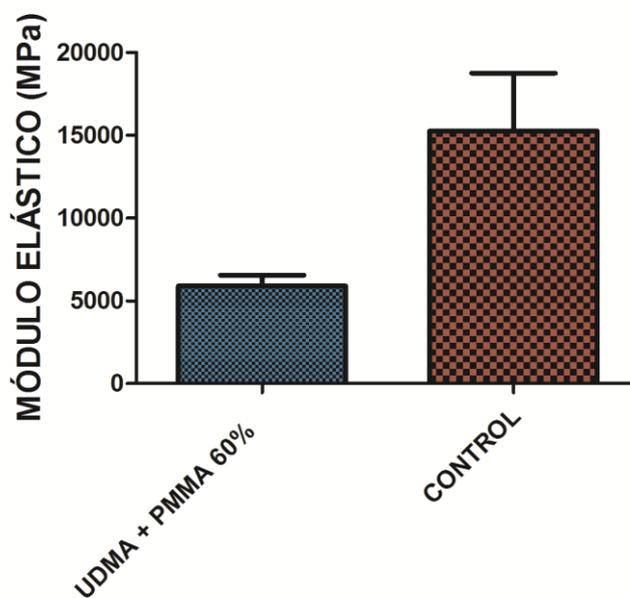
RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (MPa)	
UDMA + PMMA 60%	38.19 ± 6.4
CONTROL	79.98 ± 21

Tabla 9. Valores de módulo elástico ($n=30$) del grupo experimental y control.

MÓDULO ELÁSTICO(MPa)	
UDMA + PMMA 60%	5893 ± 653.3
CONTROL	15260 ± 3487



Gráfica 3. Representación gráfica de la resistencia a la flexión promedio del polímero experimental y el grupo control.



Gráfica 4. Representación gráfica del módulo elástico promedio del polímero experimental y el grupo control.

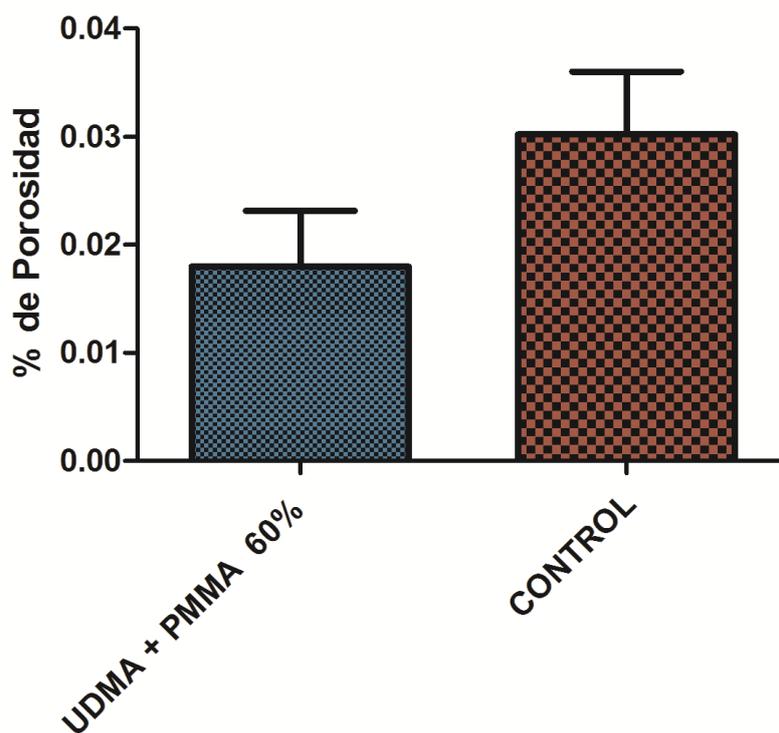


5.2.6 Porosidad.

Los valores de porosidad por pérdida de peso (Tabla 10 y gráfica 5) fueron analizados bajo un prueba estadística no paramétrica de Mann-Whitney test ($p < 0.05$), con la cual se observó la existencia de diferencias estadísticamente significativas.

Tabla 10. Valores de módulo elástico ($n=30$) del grupo experimental y control.

POROSIDAD %	
UDMA + PMMA 60%	0.01799 ± 0.005
CONTROL	0.03022 ± 0.006



Gráfica 5. Representación gráfica del porcentaje de porosidad promedio del polímero experimental y el grupo control.



5.3 Incorporación de Óxido de Silicio y Dimetacrilato de Etilenglicol

5.3.1 Resistencia a la Flexión y Módulo Elástico.

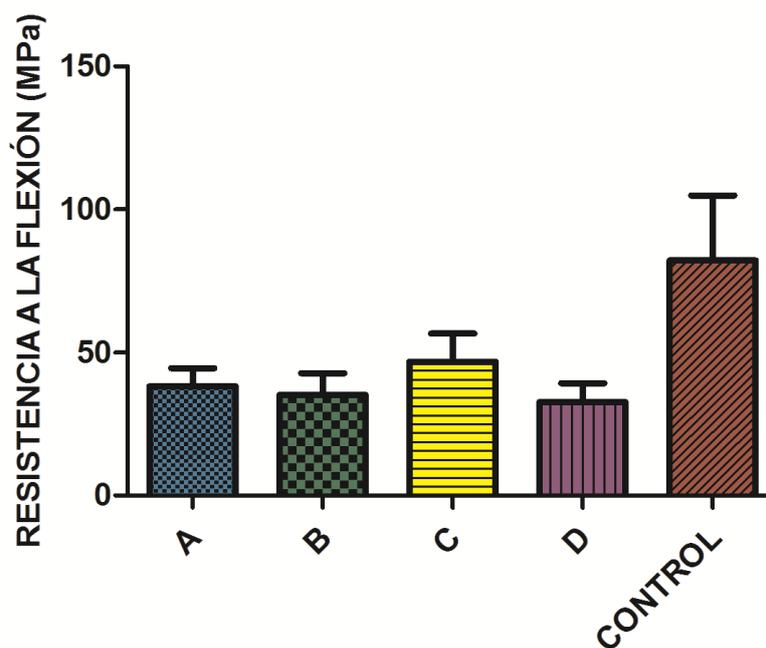
Los valores obtenidos de resistencia a la flexión (Tabla 11 y Gráfica 6) y módulo elástico (Tabla 12 y Gráfica 7) de los grupos reforzados con EGDMA y SiO₂ fueron analizados bajo una prueba estadística no paramétrica de Mann-Whitney test ($p < 0.05$) con la cual se observó que en cuanto a valores de resistencia a la flexión, el grupo **A** tuvo diferencia estadísticamente significativa entre el grupo **C** y el grupo **CONTROL**. Es importante destacar que el grupo **C** presentó diferencias estadísticamente significativas con el grupo **CONTROL**, de igual manera, en cuanto a resistencia a la flexión; lo cual da indicio de que agregar agente de entrecruzamiento y material de relleno incrementó el desempeño mecánico del polímero experimental. Por otra parte, en cuanto al módulo elástico no hubo diferencias estadísticamente significativas en relación al grupo **CONTROL** vs grupo **C**.

Tabla 11. Valores promedio de resistencia a la flexión ($n=30$) de los grupos experimentales y el grupo control.

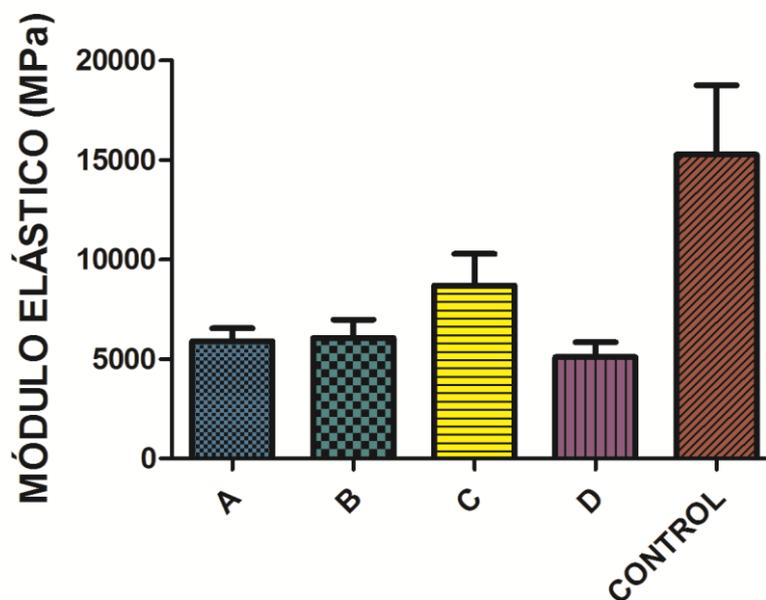
RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (MPa)	
A = UDMA + PMMA 60%	38.19 ± 6.4
B = UDMA + PMMA 60 % + EGMA 5 %	35.17 ± 7.6
C = UDMA + PMMA 60 % + EGMA 5 % + SiO ₂ 10%	46.76 ± 9.8
D = UDMA + PMMA 60 % + SiO ₂ 10%	32.66 ± 6.6
GRUPO CONTROL	82.24 ± 22.68

Tabla 12. Valores de módulo elástico ($n=30$) de los grupos experimentales y el grupo control.

MÓDULO ELÁSTICO (MPa)	
A = UDMA + PMMA 60%	5893 ± 653.3
B = UDMA + PMMA 60 % + EGMA 5 %	6057 ± 920.5
C = UDMA + PMMA 60 % + EGMA 5 % + SiO ₂ 10%	8697 ± 1585
D = UDMA + PMMA 60 % + SiO ₂ 10%	5097 ± 738
GRUPO CONTROL	15260 ± 3487



Gráfica 6. Representación gráfica de la resistencia a la flexión de los grupos experimentales y el grupo control.



Gráfica 7. Representación gráfica del módulo elástico de los grupos experimentales y el grupo control.

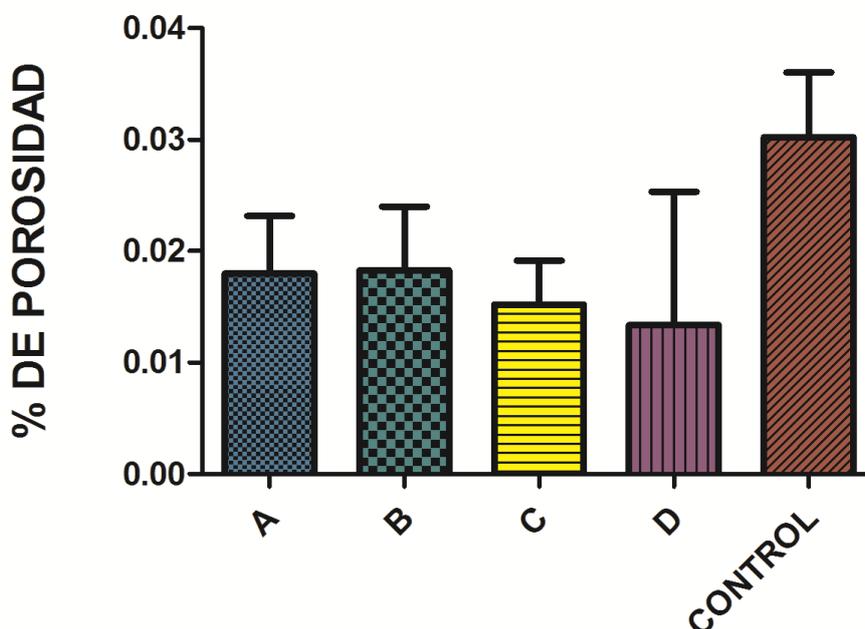


5.3.2 Porosidad.

Los valores obtenidos de porosidad por pérdida de peso (Tabla 13 y Gráfica 8) de los grupos reforzados con EGDMA y SiO₂ fueron analizados bajo la prueba estadística no paramétrica de Mann-Whitney test ($p < 0.05$), con la cual se observó que sí existieron diferencias estadísticamente significativas, en comparación del grupo CONTROL con los demás grupos ya que éste presentó el mayor valor.

Tabla 13. Valores promedio de porosidad ($n=30$) de los grupos experimentales y el grupo control.

POROSIDAD (%)	
A = UDMA + PMMA 60%	0.01799± 0.005
B = UDMA + PMMA 60 % + EGMA 5 %	0.01827± 0.006
C =UDMA + PMMA 60 % + EGMA 5 % + SiO₂ 10%	0.01520± 0.004
D =UDMA + PMMA 60 % + SiO₂ 10%	0.01337± 0.011
GRUPO CONTROL	0.03022 ± 0.006



Gráfica 8. Representación gráfica del porcentaje de porosidad de los grupos experimentales y el grupo control.

Capítulo VI

Discusión





6.1 SÍNTESIS DE PMMA

Durante la síntesis de poli(metacrilato de metilo) (PMMA) se siguieron las condiciones de agitación de 850 revoluciones por minuto (rpm) durante un tiempo de reacción de 1 h 30 min reportadas por Plata-Rodríguez⁵⁹ y grenetina como surfactante reportado por Acosta-Torres⁶⁰ sin embargo, presentaron el inconveniente de que al final de la reacción las partículas demasiado grandes e irregulares. Diversos autores han postulado que la modificación de estos factores durante la obtención de partículas de PMMA en suspensión repercute directamente en el tamaño y forma final de éstas;^{44,62,63} por tal motivo se decidió variar la velocidad de agitación (1200 rpm) y el tiempo de reacción (2 h). Por lo tanto, el método de síntesis fue estandarizado de tal manera que el tamaño y la forma final de las partículas de poli (metacrilato de metilo) obtuvieron las mismas características entre cada síntesis.

6.1.1 CARACTERIZACIÓN DEL PMMA

6.1.1.1 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

Para la estandarización del método de síntesis, el PMMA obtenido de cada síntesis fue caracterizado por Microscopia Electrónica de Barrido; con lo que fue posible obtener imágenes en cuanto a morfología y tamaño de partícula.⁶⁴ A pesar de que el SEM es una técnica que ofrece imágenes en dos dimensiones; las imágenes obtenidas resultaron convenientes para ser medidas y obtener por esta vía el tamaño de partícula promedio; el cual resultó en un intervalo de 5 a 120 μm de diámetro. Concordando con los resultados obtenidos por Moreno et al.⁶⁴



6.1.1.2 Cromatografía de Permeación en Gel (GPC).

Debido a las modificaciones realizadas en cuanto a la velocidad de agitación y el tiempo de reacción, la estandarización del método de síntesis no se fundamentó solamente en el hecho de obtener partículas de forma regular y tamaño establecido dentro de un intervalo; se recurrió a la medición de la distribución de pesos moleculares a través de la Cromatografía de Permeabilidad de un Gel por considerarse una propiedad de gran relevancia en la aplicación del material.⁶⁵

Se obtuvo un peso molecular promedio (M_w) de 1071651.29 g/mol y un índice de polidispersidad promedio (PI) de 4.17. En cuanto al valor del índice era de esperarse que no fuese igual a 1 debido a la disparidad de tamaño de cadenas formadas durante la polimerización por radicales libres en la síntesis por suspensión del PMMA.⁶⁶

Sin embargo, gracias a los valores obtenidos a través de esta prueba fue corroborado que el método de síntesis de PMMA fue estandarizado con seguridad.



6.1.1.3. Espectroscopia Infrarroja (FT-IR)

Mediante la espectroscopía infrarroja por transmitancia fueron analizados los espectros del PMMA sintetizado, del dimetacrilato de uretano (UDMA) y de la resina comercial que se utilizó como grupo control. En cuanto al espectro del PMMA se observaron las bandas características de los enlaces C=O (1716 cm^{-1}), C-O-C (1190 cm^{-1}) y C-C (749 cm^{-1}), CH₃ (1386 cm^{-1}) de la misma forma en como lo describieron Hansson⁶⁷ y Noorsaiyyidah.⁶⁸

En el espectro del UDMA se observaron las bandas características de los enlaces N-H (3349 cm^{-1}), CH₃ (2956 cm^{-1}), C=O (1696 cm^{-1}), N-H (1526 cm^{-1}), C-O-C (1297 cm^{-1}) y C-N (1240 cm^{-1}); concordando con las bandas descritas por Moszner⁶⁹ y Buruiana⁷⁰ en sus respectivos estudios.

En cuanto al espectro de la resina comercial, se observaron las bandas características de los enlaces N-H (3367 cm^{-1}), CH₃ (2955 cm^{-1}), C=O (1715 cm^{-1}), N-H (1526 cm^{-1}), C-O-C (1297 cm^{-1}) y C-N (1238 cm^{-1}) las cuales se identificaron mediante la utilización de las tablas de George Socrates.⁷¹ El análisis de los espectros indica que la composición de esta resina está en estrecha relación con los grupos funcionales presentes en el UDMA y el PMMA. De igual manera esta técnica fue vital para poder estandarizar el método de síntesis de PMMA.



6.2 OBTENCIÓN DEL POLÍMERO A BASE DE UDMA-PMMA.

Para la obtención del polímero experimental en un principio se siguió la metodología propuesta por Kaniey Kadokawa.⁵ Sin embargo, no se pudo obtener la mezcla apropiada para la producción del polímero. Esto puede ser atribuido a varios factores, dentro de los que destacan el peso molecular del poli (metacrilato de metilo) utilizado (1,071,651.29 g/mol), ya que hubo una diferencia considerable comparándolo con el peso molecular del PMMA (350,000 g/mol) que mejores resultados propició al ser utilizado por los autores antes mencionados; de igual manera otro factor que se puede considerar es el grado de pureza del poli (metacrilato de metilo) esto es debido a que el utilizado por los autores fue de diferente grado de pureza comparado con el sintetizado en el presente estudio; ya que para dar el color rosa al polvo de PMMA; la fórmula dictamina la adición de nanopigmentos de Fe_2O_3 y TiO_2 ⁶¹. Finalmente, cabe mencionar que para la obtención de la mezcla requerida influyeron las limitaciones técnicas para realizar el mezclado, dando como resultado la deficiente disolución de las partículas del PMMA en el MMA, en consecuencia no se logró así, la dispersión de nuestra disolución de PMMA/MMA en el UDMA como fue propuesto por Kanie.

Por tal motivo, se consideró la consistencia como factor determinante para la obtención del polímero experimental, ya que este tipo de material cuando es comercializado se ofrece en forma de láminas preformadas, las cuales el dentista tiene que adosar al modelo de trabajo sin necesidad de hacer alguna mezcla. Fue entonces que se comprobó la saturación de una porción en peso de UDMA y se concluyó que la saturación máxima con las partículas de PMMA fue de 64.4 % en peso. De tal forma se eligieron las concentraciones en peso al 50, 60, 62 y 63% de PMMA.



6.3 CARACTERIZACIÓN DEL POLÍMERO A BASE DE UDMA-PMMA.

6.3.1 Estabilidad Dimensional (Fluencia Viscosa).

Actualmente, en el diseño de materiales dentales, se considera el cumplimiento de normas de control de calidad, la norma 12 de la ADA y la norma 1567⁷² de la ISO²¹ (en específico para los polímeros para bases de dentaduras). Sin embargo, ninguna de las dos hace referencia al estudio de la fluencia viscosa, la cual, acorde a la definición del problema de investigación, es una propiedad importante que en el presente estudio se asoció directamente con la estabilidad dimensional del polímero experimental. Basados en la teoría de diversos autores, en que la estabilidad dimensional está relacionada con las condiciones de temperatura y fuerza constante recibida durante un periodo de tiempo establecido;⁷³⁻⁷⁶ se decidieron someter las muestras a una temperatura similar a la bucal ($37^{\circ}\text{C} \pm 1$) con una fuerza constante de 0.98 N durante 30 días. Con base a los resultados de la prueba se observó que la relación UDMA-PMMA al 60% presentó el valor de porcentaje de deformación más bajo. Se decidió utilizar este porcentaje debido a su baja fluidez y fácil manipulación como lo sugiere Kanie y Kadokawa.⁵ Por tal motivo la relación UDMA + PMMA 60% se eligió para continuar con el estudio.

Sin embargo, podemos suponer que la estabilidad dimensional clínicamente está comprometida no solamente por el esfuerzo y la deformación que sufra el polímero a la temperatura bucal durante la obtención de los registros máxilo-mandibulares; ya que al ser un material fotopolimerizable y utilizado en forma de lámina, la superficie más cercana a la fuente de luz polimeriza primero creando espacios entre el modelo de yeso y el polímero, los cuales son producto de la contracción por polimerización tal y como lo describieron Boberick y McCool⁷⁷; en cuyo estudio demostraron el constante aumento de dichos espacios sobre todo en la región del paladar. Por tal motivo sería importante complementar el presente estudio con una prueba similar.



6.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Microscopía de Fuerza Atómica (MFA).

Diferentes tipos de mezclas poliméricas se han estudiado por otros autores, algunos ejemplos son el policarbonato/poli(metacrilato de metilo) (PC/PMMA)^{78,79}, poli(cloruro de vinilo)/poli(metacrilato de metilo) (PVC/PMMA)^{80,81} y poliestireno/poli(metacrilato de metilo) (PS/PMMA).⁸² Se sabe que las mezclas inmiscibles poseen propiedades combinadas a partir de los dos polímeros base y también pueden tener estructuras segregadas con dominios predominantemente formados a partir de los homopolímeros. De igual manera se ha demostrado que el cambiar la proporción de las fases modifica la estructura y la morfología superficial.⁸⁰⁻⁸²

En el caso de la mezcla polimérica experimental de UDMA-PMMA 60%, al ser observada por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) a nivel superficial se apreció la presencia de una fase continua color gris oscuro, que en la escala de grises ofrecida por el detector de electrones retrodispersados del microscopio electrónico, se atribuye a que corresponde al dimetacrilato de uretano, ya que al momento en que se fracturó la muestra y se realizaron observaciones por la misma técnica en la zona se apreciaron las partículas de poli(metacrilato de metilo) embebidas en la fase correspondiente al UDMA.

Este comportamiento se atribuye a que en una mezcla polimérica siempre existe la tendencia a que una fase se acerque a la superficie más que la otra; ya que una diferencia entre la energía libre superficial de cada una de las fases poliméricas provoca ese acercamiento hacia la superficie.⁸³ Sin embargo, en el presente estudio no se realizó la medición de la energía libre superficial de cada uno de nuestros componentes.



En cuanto a la resina comercial fue observado un comportamiento similar. Sin embargo, a través de la diferencia en la escala de grises ofrecida por el detector de electrones retrodispersados se observó más uniformidad entre las fases que componen a ese material, lo cual se atribuye a la presencia de un agente de unión, gracias a esto se puede explicar por qué se observa como si las partículas de mayor tamaño estuvieran seccionadas transversalmente al momento de fracturar las muestras; contrario al polímero experimental, en el cual se observa una diferencia clara de fases y un aparente relieve en las partículas esféricas de PMMA, provocada por la separación íntegra de las fases al momento de la fractura de la muestra.

Por otra parte, la rugosidad de superficie de un polímero para bases de dentaduras o para elaboración de bases de registro es sumamente importante, porque dentro de su función está el quedar en contacto directo con la mucosa bucal. Diversos estudios han reportado que la presencia de una alta rugosidad de superficie propiciará el depósito de placa, lo cual provocará una estomatitis protésica.^{84,85} Bollen y Quirynen⁸⁶ propusieron que la rugosidad de superficie clínicamente aceptable no debe exceder $0.2 \mu\text{m}$. En cuanto a la rugosidad promedio; el material experimental ($0.0018 \mu\text{m}$) fue menor a la rugosidad promedio de la resina comercial ($0.0055 \mu\text{m}$); aunque los dos valores están por debajo del valor establecido se observó que hay una diferencia estadísticamente significativa entre ambos.



6.3.2 Módulo Elástico, Resistencia a la Flexión y Porosidad.

Dentro de las propiedades más importantes en el estudio de un polímero para bases de registro para prótesis totales están la resistencia a la flexión y el módulo elástico, ya que las fracturas en las bases ocurren debido a la interacción de dos diferentes tipos de fuerzas conocidas como fatiga a la flexión y al impacto.⁸⁷ Esto significa que después de repetidos esfuerzos, a pesar de ser mínimos, eventualmente provocan la falla y ruptura del material.

En el presente estudio, en comparación con el polímero UDMA + PMMA 60%, la resina comercial presentó valores más altos en cuanto a resistencia a la flexión y módulo elástico, lo cual lo atribuimos a la presencia de material de relleno y agentes de unión en la resina comercial.⁸⁸ Esto puede explicar lo observado en las micrografías (SEM) del polímero UDMA + PMMA 60%, en las cuales se apreció la facilidad de separación entre las dos fases del polímero al momento de la aplicación de la carga y, de igual manera, el valor de resistencia a la flexión y módulo elástico que fueron inferiores a los obtenidos por la resina comercial.

También, se analizó el efecto del dimetacrilato de etilenglicol como agente de entrecruzamiento y el óxido de silicio silanizado como material de relleno, sobre las propiedades físicas del polímero UDMA + PMMA 60%. Se observó que la incorporación de dimetacrilato de etilenglicol al 5 % provocó un aumento en el valor de módulo elástico, pero un declive en el valor de resistencia a la flexión (grupo A vs grupo B); aunque ambos valores no mostraron diferencias estadísticamente significativas ($P < 0.05$). Sin embargo siguen el patrón característico de a mayor concentración de agente de entrecruzamiento existirá un aumento en los valores de propiedades mecánicas la resistencia a la flexión y el módulo elástico. Estos resultados coinciden con los estudios realizados por Arima et al ^{89,91,92} y Price,⁹⁰ en los cuales estudiaron el efecto de los agentes de entrecruzamiento sobre las propiedades físicas de los polímeros para base de dentadura.



Por otra parte, la incorporación de óxido de silicio como material de relleno al 10% provocó un declive en los valores de resistencia a la flexión y módulo elástico (grupo A vs grupo B); aunque no se encontró diferencia estadísticamente significativa ($P < 0.05$). Esto corresponde con los resultados del estudio realizado por Bikiaris et al,⁹³ en los cuales la disminución de los valores en cuanto comportamiento mecánico se atribuye al acondicionamiento superficial de las nanopartículas de SiO_2 del material de relleno (es decir, la silanización).

La incorporación en conjunto del dimetacrilato de etilenglicol al 5% y el óxido de silicio al 10%, aumentó los valores de resistencia a la flexión y módulo elástico; es importante destacar que al analizar los datos (grupo C vs grupo control) no existieron diferencias estadísticamente significativas ($P < 0.05$); lo que significa que la incorporación de los componentes de refuerzo fueron favorables para el desempeño mecánico del polímero experimental.

Finalmente, la porosidad del polímero experimental (grupo A) fue menor en comparación con el grupo control. Sin embargo, al comparar el grupo C vs el grupo control; el valor de porosidad del grupo C disminuyó más. Esto puede ser explicado conforme a lo reportado por Price⁹⁰ que atribuye la disminución de la sorción, de la solubilidad y de la porosidad debido al grado de entrecruzamiento.

Capítulo VII

Conclusiones



7. CONCLUSIONES

- En la síntesis de poli (metacrilato de metilo) resultó conveniente modificar el tiempo de reacción y la velocidad de agitación, ya que facilitó la obtención de partículas con forma y tamaño regular. Sin embargo, es imprescindible modificar el método de síntesis de tal manera que el peso molecular del poli (metacrilato de metilo) sea inferior al obtenido en el presente estudio. De igual manera es preciso descartar la incorporación de los nanopigmentos de Fe_2O_3 y TiO_2 . Ya que estos son factores importantes que pensamos que interfieren con la incorporación adecuada al dimetacrilato de uretano.
- En cuanto a la prueba de estabilidad dimensional, la hipótesis de la investigación fue aceptada; aunque es conveniente complementar este estudio con un método de prueba más apegado al comportamiento del polímero en contacto con la superficie del modelo de yeso; con la finalidad de poder medir los espacios creados entre modelo y polímero después de ocurrir la polimerización. De igual manera, con base a los resultados de la prueba de estabilidad dimensional es importante estudiar la contracción por polimerización del polímero a base de UDMA/PMMA obtenido.
- En cuanto al módulo elástico y la resistencia a la flexión, la hipótesis de la investigación fue rechazada, ya los valores del polímero experimental (UDMA + PMMA 60 %), fueron menores a los del grupo control. Sin embargo, agregar material de relleno y agente de entrecruzamiento incrementó estos valores de manera significativa. Por tal motivo es conveniente complementar este estudio, mediante la manipulación de esta variable independiente.

Referencias



1. Ozawa D JY, Ozawa M JL. Fundamentos de Protopdoncia Total. México D.F. Ed. Trillas. 2010.
2. Winkler S. Essentials of Complete Denture Prosthodontics. Littleton Massachusetts. 1999.
3. Berger JC. Surface roughness of denture base acrylic resin after processing and after polishing. *J Prosthodont* 2006; 15:180-6.
4. Waltimo T, Johanna T. Adherence of *Candida albicans* to the Surface of Polymethymethacrylate-E Glass Fiber Composite Used in Dentures. *Int J Prosthodont* 1999; 12:83-86.
5. Kanie T, Kadokawa A, Arikawa H, Fujii K, Ban S. Flexural properties of ethyl or methyl methacrylate-UDMA blend polymers. *J Dent Mater* 2010;14:575-81.
6. Ali IL, Yunus N, Abu-Hassan MI. Hardness, flexural strength, and flexural modulus comparisons of three differently cured denture base systems. *J Prosthodont*. 2008 17:545-9.
7. Faltermeier A, Behr M, Rosentritt M, Handel G. Electron-beam irradiation of experimental denture base polymers. *Acta Odontol Scand*. 2007;65:171-6.
8. Kanie T, Arikawa H, Fujii K, Ban S. Light-curing reinforcement for denture base resin using a glass fiber cloth pre-impregnated with various urethane oligomers. *Dent Mater J*. 2004;23:291-6.
9. Kanie T, Arikawa H, Fujii K, Ban S. Flexural properties of denture base polymers reinforced with a glass cloth-urethane polymer composite. *Dent Mater J*. 2004;20:709-16.
10. Ling BC. A three-visit, complete-denture technique utilizing visible light-cured resin for tray and base plate construction. *Quintessence Int*. 2004;35:294-8.
11. Rizzo L, Cacciafesta V, Melsen B. Clinical comparison between a modified light-curing denture base resin and a conventional composite resin for orthodontic bonding. *Prog Orthod*. 2003;4:8-14.
12. Cunningham JL. Shear bond strength of resin teeth to heat-cured and light-cured denture base resin. *J Oral Rehabil*. 2000;27:312-6.



13. Lefebvre CA, Schuster GS. Biocompatibility of visible light-cured resin systems in prosthodontics. *J Prosthet Dent*. 1994;71:178-85.
14. American Society of Testing Methods. Designation: D2990 – 09 Standard Test Methods for Tensile, Compressive, and Flexural Creep and Creep Rupture of Plastics.
15. Silva MJ, Wander, Da Silva J, Pereira T, Del Bel A, Cunha CR, Rodríguez M. Influence of acrylic resin polymerization methods and saliva on the adherence of four *Candida* species. *J Prosthet Dent* 2006; 96:205-11.
16. Kuhar M, Nenad, Funduk. Effects of polishing techniques on the surface roughness of acrylic denture base resin. *J Prosthet Dent* 2005; 93:76-85.
17. Shah N, Parkash H, Sunderman KR. Edentulousness denture wear and denture need of Indian elderly a community-based study. *J Oral Rehab* 2004; 31:467-76.
18. O'Donnell, Randford, Sinclair, Clark. Chairside polishing of heat-cured acrylic resin: an SEM and EDTA study. *Int J Prosthodont* 2003; 16:233-8.
19. Jagger RG. Effect of the curing cycle properties of a polymethylmethacrylate denture base material. *J Oral Rehab* 1978; 5:151-7.
20. Venegas-Lancón RD, Solórzano-Lémus F, Moreno-Maldonado V, López-Morales S. Influencia del ciclo de polimerización en la concentración de monómero residual de tres resinas para base de dentadura. *Rev Odontol Mex* 2009; 13:205-216.
21. International Standard. ISO 1567. Dentistry-denture base polymers. Third Edition. 1999.
22. Pfeiffer P, Rosenbauer EU. Residual methyl methacrylate monomer, water sorption, and water solubility of hypoallergenic denture base materials. *J Prosthet Dent* 2004;92:72-8.
23. Dee KC, Puleo DA, Bizios R. An introduction to tissue-biomaterial interactions. Edit Wiley-Liss, New Jersey; 2002. P 37-52.
24. Mjör IA. Problems and benefits associated with restorative materials: side-effects and long-term cost. *Adv Dent Res* 1992;6:7-16.



25. Guzmán HJ. *Materiales Odontología de Uso Clínico*. Edit Ecoe, Colombia 2003.
26. Lai CP, Tsai MH, Chen M. Morphology and properties of denture acrylic resins cured by microwave energy and conventional and conventional water bath. *Dent Mater* 2004;20:133-41.
27. Craig RG. Prosthetic applications of polymers, In: *Restorative dental materials*. St. Louis: Mosby; 1997. P 500-551.
28. Munksgaard EC. Toxicology versus allergy in restorative dentistry. In: *advances in dental research*. *Adv Dent Res* 1992;6:17-21.
29. Hesten-Pettersen A, Jacobsen N. Perceived side effects of biomaterials in prosthetic dentistry. *J Prosthet Dent* 1991;65:38-43.
30. Kallus T, Mjör IA. Incidence of adverse effects of dental materials. *Scand J Dent Res* 1991;99:236.
31. Bength O, Ard F, Kayser, Gunnar E, Carlsson, *Odontología Protésica, Principios y estrategias terapéuticas*. Editorial Mosby, Madrid, España; 1997.
32. Zarb GA Bolender CL, Hickey JC, Carlsson GE. *Prostodoncia Total de Boucher*. Nueva editorial Interamericana, D.F, México 1994.
33. Echeverría P Roldán M. *Rehabilitación del Paciente Edentado*. Editorial Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia; 1997.
34. Reisbick. *Materiales Dentales en Odontología Clínica*. Editorial El Manual Moderno, México; 1982. P. 287-295.
35. Meng TR, Latta MA. Physical properties of our acrylic dentures base resins. *J Contemp Dent Pract* 2005;6:1-5.
36. Phillips RW. *Skinner's Science Of Dental Materials*.) ed. Philadelphia, W.B. Saunders;1991 p 140-160.
37. Phillip N. New acrylic resin composite with improved thermal diffusivity. *J Prosthet Dent* 1998;3:278-284.
38. Karacaer OI, Polat TIN, Tezvergil A. The effect of length and concentration of glass fibers on the mechanical properties of an injection and compression molded denture base polymer. *J Prosthet Dent* 2003;90:385-393.



39. Kim SH, Watts DC. The effect of reinforcement with woven E-glass fibers on the impact strength of complete dentures fabricated with high-impact acrylic resin. *J of Prosthet Dent* 2004;91:274-80.
40. Anusavice KJ, Phillips RW, Phillips Science of Dental materials. Elsevier, España; 2004.
41. Williams. Materiales en Odontología Clínica. Ed. Mundi, Paraguay; 1982. P. 300-23.
42. Mikai M, Koike M, Fujii H. Quantitative analysis of allergenic ingredients in eluate extracted from used denture base resin. *J Oral Rehab* 2006;33:216-20.
43. Lung CYK, Darvell BW. Methyl methacrylate in poly(methyl methacrylate)-validation of direct injection gas chromatography. *J Chromatograph A* 2004; 1061:93-8.
44. Malcolm PS. Polymer Chemistry an Introduction. Oxford University Press, New York, Oxford; 1999.
45. Alonso-Vante N. Electroquímica y electroanálisis. Materiales: aspectos fundamentales y aplicaciones, primera parte. Volumén Ia. Ed. El Cid Editor. Buenos Aires 2003.
46. Staniforth M, Goldstein J, Newbury D. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Springer Verlag . 2007.
47. Ojeda Sahagún JL. Métodos de Microscopía Electrónica de Barrido en Biología; Santander, Universidad De Cantabria, DL; 1997.
48. Vázquez Nin G, Echeverria O. Introducción a la Microscopía electrónica aplicada a las Ciencias Biológicas.
49. Stuart B. Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications (Analytical Techniques in the Science. Wiley 2004.
50. Online edition for students of organic chemistry lab courses at the University of Colorado, Boulder, Dept of Chem and Biochem. 2002
51. Smith B C. Infrared Spectral Interpretation: A systematic Approach. CRC Press LLC 1999.
52. McKeen LW. The Effect of Creep and Other Time Related Factors on Plastics and Elastomers. Elsevier 2009



53. ASTM STP 1369. Limitations of Test Methods for Plastics. Editor Peraro JS. USA 2010.
54. Chanda M, Roy Salil. Plastics Fundamentals, Properties, and Testing. CRC Press 2009.
55. Callister W, Rethwisch D. Materials Science and Engineering: An Introduction. Wiley 2010.
56. Askeland DR, Fulay PP. Essentials of Materials Science and Engineering. CENACGE Learning 2009.
57. Shackelford JF. Introduction to Materials Science for Engineers: International Version. Pearson International Edition.
58. Askeland DR, Fulay PP, Wright WJ. The Science and Engineering of Materials. CENACGE Learning 2010.
59. Plata-Rodríguez ME, Palma-Calero JM, Barceló-Santana FH, Acosta-Torres LS. Comportamiento físico-mecánico de una resina acrílica experimental reforzada con fibras. Tesis de Licenciatura, Facultad de Odontología UNAM, Enero 2009.
60. Acosta-Torres LS, Barceló-Santana FH, Álvarez-Gayosso CA. Synthesis and characterization of poly(methyl metacrylate) polymerized by microwave energy or conventional water bath. J Appl Polym Sci 2008;109:3953-60.
61. Acosta-Torres LS, López-Marín LM, Elvira Núñez-Anita R, Hernández-Padrón G, Castaño Meneses VM. Biocompatible Metal-Oxide Nanoparticles: Nanotechnology.
62. Rios M, Urbina de Navarro C, Micarelli MT. Optimización de las propiedades mecánicas de cementos dentales empleando PMMA obtenido a partir de AIBN nacional. REVELE 1999; 14:99-104.
63. Huang X, Brittain WJ. Synthesis and Characterization of PMMA Nanocomposites by Suspension and Emulsion Polymerization. Macromolecules 2001; 34: 3255-3260.
64. Moreno-Maldonado V, Acosta-Torres. Fiber-Reinforced nanopigmented poly(methyl methacrylate) as improved denture base. J. Appl. Polym. Sci. 2012; 126:289-296.



65. Katime I. Química Física Macromolecular. Editorial del País Vasco, Bilbao 1994.
66. Elias HG. Macromolecules Vol 4: Physical structures and properties single macromolecules .Wiley 2009.
67. Hansson S. Visualization of poly(methyl methacrylate) (PMMA) grafts on cellulose via high-resolution FT-IR microscopy imaging.
68. Noorsaiyyidah DS. FTIR Studies on Silver-Poly(methyl methacrylate) Nanocomposites via In-Situ Polymerization Technique. Int. J. Electrochem. Sci. 2012; 7:5596-5603.
69. Moszner N. A partially aromatic urethane dimethacrylate as a new substitute for Bis-GMA in restorative composites. Dent Mat 2008; 24:694-699.
70. Buruiana T. Urethane Dimethacrylate Oligomers for Dental Composite Matrix: Synthesis and Properties. Polymer Engineering and Science. 2009; 49:1127.
71. Socrates G. Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts. Wiley 2004.
72. Revised American Dental Association Specification No. 12 for denture base polymers. Reports of Councils and Boreaus/JADA 1975. p. 451-8
73. Chen KS, Hsu RF. Enviromental effects on mechanical properties and characterization of creep behavior of PMMA. Journal of the Chinese institute of engineers. 2007; 30:267-274.
74. Øysæd, H., & Ruyter, I. E. Creep studies of multiphase acrylic systems. Journal of biomedical materials research 1989. 23; 719-733.
75. Lee, H. N., Paeng, K., Swallen, S. F., Ediger, M. D., Stamm, R. A., Medvedev, G. A., & Caruthers, J. M. Molecular mobility of poly (methyl methacrylate) glass during uniaxial tensile creep deformation. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics 2009; 47:1713-1727.
76. Martinez-Vega, J. J., Trumel, H., & Gacougnolle, J. L. (2002). Plastic deformation and physical ageing in PMMA. *Polymer* 2002; 43: 4979-4987.



- 77.Boberick, K. G., & McCool, J. Dimensional stability of record bases fabricated from light-polymerized composite using two methods. *The Journal of prosthetic dentistry* 1998, 79:399-403.
- 78.Chiou JS, Barlow JW, Paul DR. *J Polym Sci Part B, Polym Phys* 1987;25:1459-71.
- 79.Lhoest JB, Bertrand P, Weng LT, Dewez JL. *Macromolecules* 1995;28:4631-7.
- 80.Davies MC, Shakesheff KM, Shard AG, Domb A, Roberts CJ, Tendler SJB, Williams PM. *Macromolecules* 1996;29:2205±12.
- 81.Jackson ST, Short RD. *J Mater Chem* 1992;2:259-60.
- 82.Tanaka K, Takahara A, Kajiyama T. *Macromolecules* 1996;29: 3232-9.
- 83.Jones RAL, Kramer EJ, Rafailovich MH, Sokolov J, Schwarz SA. *Phys Rev Lett* 1989;62:280-3.
- 84.Johnson CC, Yu A, Lee H, Fidel PL, Noverr MC. Development of a contemporary animal model of *Candida albicans* associated denture stomatitis using a novel intraoral denture system. *Infection and Immunity* 2012;80:1736–43.
- 85.Charman KM, Fernandez P, Loewy Z, Middleton AM. Attachment of *Streptococcus oralis* on acrylic substrates of varying roughness. *Letters Applied Microbiology* 2009;48:472–7.
- 86.Bollen C M, P Lambrechts, M Quirynen. Comparison of Surface Roughness of Oral Hard Materials to the Threshold Surface Roughness for Bacterial Plaque Retention: a Review of the Literature [J]. *Dent. Mater.*, 1997, 13: 258-269.
- 87.Jagger, D. C., Harrison, A., & Jandt, K. D. (1999). The reinforcement of dentures. *Journal of oral rehabilitation*, 26(3), 185-194.
- 88.Memon, M. S., Yunus, N., & Razak, A. A. Some mechanical properties of a highly cross-linked, microwave-polymerized, injection-molded denture base polymer. *The International journal of prosthodontics*, 2000; 14: 214-218.
- 89.Arima, T., Hamada, T., & McCabe, J. F. The effects of cross-linking agents on some properties of HEMA-based resins. *Journal of dental research*, 1995; 74:1597-1601



-
90. Price, C. A. (1986). The effect of cross-linking agents on the impact resistance of a linear poly (methyl methacrylate) denture-base polymer. *Journal of dental research*. 1986; 65:987-992.
91. Arima, T., Murata, H., & Hamada, T. (1995). Properties of highly cross-linked autopolymerizing reline acrylic resins. *The Journal of prosthetic dentistry*. 1995; 73:55-59.
92. Arima, T., Murata, H., & Hamad, T. The effects of cross-linking agents on the water sorption and solubility characteristics of denture base resin. *Journal of oral rehabilitation*, 1996; 23:476-480.
93. Bikiaris, D. N., Papageorgiou, G. Z., Pavlidou, E., Vouroutzis, N., Palatzoglou, P. and Karayannidis, G. P Preparation by melt mixing and characterization of isotactic polypropylene/SiO₂ nanocomposites containing untreated and surface-treated nanoparticles. *J. Appl. Polym. Sci.* 2006; 100: 2684–2696.