



# **UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.**

Programa De Maestria y Doctorado en Ciencias Médicas  
Odontológicas y de la Salud.  
División de Estudios de Posgrado e Investigación Facultad de Odontología, UNAM.

## **SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE METACRILÓILO BETA ALANINA (MBA), PARA LA OBTENCIÓN DE UN MATERIAL DENTAL RESTAURADOR.**

### **T E S I S**

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE

**MAESTRO EN CIENCIAS ODONTOLÓGICAS BASICAS**

P R E S E N T A:

**C.D GUERRERO LEDEZMA JORGE OSWALDO**

TUTOR: Dra. Mirna Rosa Estrada Yáñez. Instituto de Investigación en  
Materiales, UNAM.  
Dr. Federico Humberto Barceló Santana. Facultad de Odontología, UNAM.

México, D.F Febrero.

2015.



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

C.D Jorge O. Guerrero Ledezma.

## AGRADECIMIENTOS

A mi familia:

Por el apoyo y consejos siempre brindados en mi carrera y en todos mis proyectos.

A Valeria Michelle:

Por ser el motor que me impulsa a seguir siempre adelante y tener por quien luchar.

A Rocio Ramirez:

Por tu apoyo incondicional en las buenas y en las malas siempre estuviste ahí para motivarme y seguir con este proyecto.

A mis maestros:

Que sin ellos no alcanzaria este sueño, gracias por sus conocimientos.

A mi Universidad:

Por ser mi casa y permitirme ocupar sus instalaciones para la culminación de este trabajo.

POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU UNAM.

## Tabla de contenido

<b>RESUMEN</b> .....	1
<b>ABSTRACT</b> .....	3
<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	4
<b>MARCO TEÓRICO Y ANTECEDENTES</b> .....	6
Cementos Dentales .....	6
Cemento de ionómero de vidrio .....	8
Propiedades fisicoquímicas.....	11
Avances en ionómeros de vidrio modificados con resina (IVMR) .....	18
Cloruro de metacrilato .....	19
Espectroscopía Infrarroja.....	19
Resonancia Magnética Nuclear RMN.....	22
<b>PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b> .....	24
<b>JUSTIFICACIÓN DEL ESTUDIO</b> .....	25
<b>OBJETIVO GENERAL:</b> .....	27
<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS:</b> .....	28
<b>HIPÓTESIS:</b> .....	29
<b>HIPÓTESIS NULA:</b> .....	29
<b>MATERIAL Y MÉTODOS:</b> .....	30
a) Tipo de estudio:.....	30
b) Población de estudio: .....	30
c) Selección y tamaño de muestra:.....	30
d) Criterios de inclusión, exclusión y eliminación: .....	31
Criterios de inclusión: .....	31
Criterios de exclusión:.....	32
Criterios de eliminación:.....	32
e) Variables: .....	33
Variables dependientes: .....	33
Variables independientes: .....	34
g) Métodos de registro y procesamiento:.....	34
h) Análisis estadístico: .....	35
<b>MÉTODO:</b> .....	36

Síntesis y caracterización de metacrililo beta alanina MBA.....	36
Síntesis de poli(ácido-acrílico) (PAA). .....	43
Caracterización por viscosimetría y cromatografía de permeación en gel. ....	46
Preparación de Ionómero de vidrio con MBA.....	49
Espectroscopía Infrarroja. ....	49
Caracterización por RMN. ....	49
Resistencia a la compresión. ....	50
Resistencia a la Flexión.....	52
Dureza Vickers.....	55
Pruebas complementarias.....	58
<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN:</b> .....	63
Caracterización de metacrililo beta alanina MBA por FTIR-ATR y H1RMN.....	64
Análisis viscosimétrico, GPC y termogravimetría del poli(ácido-acrílico). ....	69
Resistencia a la compresión. ....	74
Resistencia a la flexión. ....	75
Dureza Vickers.....	77
Pruebas físicas complementarias.....	78
Espesor de película.....	78
<b>CONCLUSIONES:</b> .....	80
<b>ANEXOS</b> .....	82
<b>REFERENCIAS:</b> .....	88

## RESUMEN

En la actualidad se sabe que los cementos de ionómero de vidrio (IV), han sido los más prometedores para poder ser utilizados como materiales de restauración. Desde su aparición estos cementos han sido exitosamente aplicados en la Odontología por más de 25 años. El éxito de estos cementos se atribuye al hecho de que tienen propiedades únicas tales como la adhesión directa a la estructura dental y metales base, compatibilidad térmica con el esmalte y la dentina (debido a los bajos coeficientes de dilatación térmica y expansión que son similares a la de la estructura del diente, minimizando la microfiltración en la interface del diente con el esmalte) y su liberación prolongada de flúor. A pesar de estas ventajas su fragilidad, su baja resistencia a la tracción y a la flexión ha limitado a los IV para su uso sólo en sitios con poca carga masticatoria. Mucho esfuerzo se ha hecho para mejorar la mecánica y fortalezas de los IV como: agregados de resina compuesta en los ionómeros de vidrio modificados con resina (IVMR), agregados de óxido de zirconio en la parte inorgánica de los IVMR, aumentando el peso molecular del poli(ácido-acrílico), hasta mejoras de la cadena del polímero o la matriz.<sup>1</sup>

La metodología empleada en esta investigación permitió obtener y caracterizar un nuevo sistema de ionómero de vidrio, el cual consiste en sustituir el componente 2-hidroxi-etil-metacrilato (HEMA) por metacrilato de beta-alanina (MBA), en la fase líquida, cuyo principal componente es un poli(ácido-acrílico) (PAA). La caracterización del MBA se llevó a cabo mediante resonancia magnética nuclear de protón (RMNH<sup>1</sup>), y espectroscopía infrarroja (IR-ATR). La determinación del peso molecular del PAA sintetizado se obtuvo mediante viscosimetría y cromatografía de permeación en gel (GPC) y el contenido de la parte volátil del PAA a través del análisis termogravimétrico (TGA). El nuevo ionómero de vidrio, se caracterizó físicamente mediante resistencia a la compresión y a la flexión, dureza, tiempo de fraguado neto y espesor de película.

Los resultados se compararon con los obtenidos con un ionómero de vidrio convencional experimental. Se obtuvo un peso molecular viscosimétrico para el PAA de 39,000 Dalton (D).

Para el nuevo ionómero de vidrio producido en este trabajo se encontró que su resistencia a la compresión, resistencia a la flexión y dureza fueron superiores a las de un ionómero de vidrio convencional en un 50%.

## **ABSTRACT**

Today it is known that glass ionomer cements (IV) have been the most promising to be used as restorative materials. Since its appearance, these cements have been successfully applied in dentistry for over 25 years. The success of these cements is attributed to the fact that they have unique properties such as direct bonding to tooth structure and base metals, thermal compatibility with the enamel and dentin (due to low coefficients of thermal expansion and expansion are similar to of tooth structure, minimizing the microfiltration interface with tooth enamel) and sustained release of fluoride. Despite these advantages its fragility, its low tensile strength and flexural strength have been limited to IV for use only in places with little masticatory load. Much effort has been made to improve the mechanical and strengths IV as aggregates composed resin modified glass ionomer resin (IVMR), zirconium oxide aggregates in the inorganic part of IVMR, increasing the molecular weight of the poly (acrylic acid), to improvements in the polymer chain or matrix.

The methodology used in this research allowed to obtain and characterize a new glass ionomer system, which consists of replacing the 2- hidroxi-etyl-metacrylate HEMA component methacryloyl of beta-alanine (MBA) in the liquid phase, whose main component is a poly (acid- acrylic) (PAA). MBA characterization was carried out using proton nuclear magnetic resonance ( $H^1$ NMR) and infrared spectroscopy (ATR-IR). Determining the molecular weight of PAA was synthesized and viscosimetry obtained by gel permeation chromatography (GPC) and the content of the volatile part of PAA through thermogravimetric analysis (TGA). The new glass ionomer physically was characterized by compressive strength and flexural strength, hardness, net setting time and film thickness. The results were compared with those obtained from conventional glass ionomer experimental. A viscosimetric molecular weight of 39,000 Dalton (D) PAA was obtained.

For the new glass ionomer produced in this work it was found that the compressive strength, flexural strength and hardness were higher than those of a conventional glass ionomer 50%.

## INTRODUCCIÓN

Hoy en día la odontología ha tenido grandes avances en materiales dentales, desde los materiales preventivos hasta los restaurativos, hasta la fecha se han hecho muchos intentos por conseguir un material que sustituya los tejidos dentales como dentina, esmalte e incluso tejido pulpar. Una de las propuestas más prometedoras para lograr este objetivo se enfoca en la ingeniería de tejidos. Sin embargo aún se requieren de nuevos materiales que sustituyan los tejidos que por muchas razones se han perdido y por ello fabricantes e investigadores se han dado a la tarea de generar nuevos materiales para mejorar las propiedades de los ahora existentes.

Se sabe que hasta la fecha las resinas compuestas son materiales de restauración que cumplen con la mayoría de los criterios y normas para poder ser utilizados como nuevos materiales de restauración, sobre todo por el hecho de que son materiales que pueden ser formulados para dar una apariencia muy semejante al tejido dental y constituyen uno de los materiales más estéticos que se encuentran en el mercado. Sin embargo presentan algunas limitaciones.

Un material cementante a base de agua utilizado en odontología surge por la necesidad de un material que no tenga la acidez capaz de dañar los tejidos dentales. En 1969, Wilson y B. Kent <sup>2</sup> emplearon el poli(ácido-acrílico) utilizado en los cementos de carboxilato de zinc y lo mezclaron con el poli(alquenoato de vidrio) utilizado en los cementos de silicato. De esta manera se obtuvo lo que hoy se conoce como ionómero de vidrio. En un principio fue utilizado sólo como material cementante. Posteriormente se observó que al modificarlo presenta adhesión específica al diente, coeficiente de expansión térmico lineal muy parecido a tejidos dentales, liberación prolongada de flúor, por lo tanto anticariogénico y propiedades mecánicas adecuadas para servir como material de restauración temporal y como base.

Una de las desventajas del ionómero de vidrio es la solubilidad que presenta las primeras 24 horas, debido a la reacción ácido-base ocurrida durante el fraguado de este cemento. También se ha observado que la resistencia del material ante cargas masticatorias en dientes posteriores es deficiente. Sumitra Mitra en 1991 <sup>3</sup>, uno de los investigadores pioneros en la modificación de los ionómeros de vidrio, adicionó resina compuesta a estos cementos hasta el momento ionómeros de vidrio convencionales, con este agregado de resina surgieron los ionómeros de vidrio modificados con resina. Gracias a esta modificación los ionómeros de vidrio cuya reacción de polimerización era ácido-base ahora se complementan con una reacción de polimerización por luz y de esta manera se acelera considerablemente el tiempo de fraguado solucionando la solubilidad, aumenta la resistencia a cargas masticatorias y por consiguiente se minimizan las desventajas que el ionómero de vidrio convencional presentaba. El ionómero de vidrio es un material ideal para seguir investigando, y en base a este conseguir un material capaz de sustituir tejidos dentales con excelentes propiedades.

## MARCO TEÓRICO Y ANTECEDENTES

### Cementos Dentales

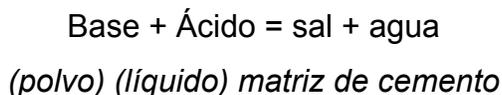
El término cemento se define como una pasta preparada por la mezcla de un polvo y agua que endurece y forma una masa dura, o como un agente de unión entre dos superficies.<sup>4,5</sup>

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

Ejemplos de estas indicaciones son:

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

El polvo generalmente es un óxido metálico o silicato (base) y el líquido es un ácido. La reacción que se lleva a cabo es extremadamente rápida y en pocos minutos después de mezclados se obtiene una masa dura.<sup>6</sup>



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

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

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

Generalmente, los líquidos que se utilizan en los ionómeros de vidrio son soluciones acuosas de ácidos orgánicos e inorgánicos. (tabla 1)

<b>Ácido protónico</b>
▪ <b>Ácido fosfórico</b>
▪ <b>Poli (ácido- acrílico)</b>
▪ <b>Ácido maléico</b>
▪ <b>Ácido pirúvico</b>
▪ <b>Ácido tartárico</b>
▪ <b>Ácido tánico</b>
▪ <b>Ácido melítico</b>
▪ <b>Eugenol</b>
▪ <b>Ácido 2-etoxibenzoico</b>

Tabla 1. Líquidos utilizados en cementos de ionómero de vidrio.

Estos ácidos incluyen ácido fosfórico, ácidos carboxílicos multifuncionales, haluros y sulfuros entre otros.<sup>6</sup>

Los polvos usualmente son óxidos e hidróxidos de metales bi y trivalentes, minerales de silicato y vidrios de aluminosilicato. Todos los polvos deben ser capaces de liberar cationes en la solución ácida.

Los mejores óxidos para la formación del cemento son anfotéricos, como por ejemplo, vidrios de aluminosilicato, óxido de zinc, que puede reaccionar con un amplio rango de soluciones acuosas ácidas, tanto de orden orgánico como inorgánico.<sup>7, 8</sup>

### **Cemento de ionómero de vidrio**

El cemento de ionómero de vidrio, también conocido como poli(alquenoato de vidrio), fue inventado en 1969 por Alan D. Wilson y Brian Kent y surgió como una alternativa para los cementos de silicato.<sup>9</sup>

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

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

La formulación original del cemento consistía en una solución acuosa de poli(ácido-acrílico) (45%) la cual reacciona con un polvo de fluoroaluminosilicato de calcio soluble.<sup>9, 11, 12, 13</sup>

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

En la mayoría de los cementos de ionómero de vidrio, la fase líquida es un copolímero con ácidos itacónico, maléico o tricarbóxico, que aumentan la reactividad del líquido y disminuyen la viscosidad. Se le agregan pequeñas cantidades de ácido tartárico con el fin de aumentar el tiempo de trabajo.<sup>13</sup>

Los componentes en polvo son principalmente de dióxido de silicio y alúmina y se mezclan con fluoruro de calcio. (Tabla 2)

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

Tabla 2. Composición de dos ionómeros de vidrio.

Estos elementos se funden y se convierten en un vidrio homogéneo al calentarlos en un intervalo de temperaturas entre 1100 – 1500 °C y se pulverizan en partículas aproximadas de 15 a 50 µm.<sup>10</sup> Otros elementos como lantano, estroncio, bario y óxido de zinc le confieren radiopacidad que es la propiedad de poder ser identificado en las radiografías.

Los materiales de ionómero de vidrio convencionales iniciales eran sensibles a la técnica de fraguado lento, ópticamente opacos al endurecer, y sensibles tanto a desecación como a hidratación durante el proceso de fraguado. Esto llevaba a un deterioro prematuro de la superficie.

La mayoría de estos problemas se han resuelto, en cierto grado, en las nuevas generaciones de cementos de ionómero de vidrio. El fraguado se ha acelerado y se han reducido los problemas de hidratación. Sin embargo, a diferencia de los composites, su uso en situaciones de cargas masticatorias aún es cuestionable.

Los cementos de ionómero de vidrio más recientes tienen gran cantidad de relleno y el tamaño de partícula es muy pequeño, por lo tanto está indicado usarlos en reconstrucciones que no son sometidas a cargas masticatorias, en caries radicales, restauraciones en túnel y restauraciones provisionales a largo plazo en dentición primaria y permanente.

El tipo de reacción química que se lleva a cabo es una reacción ácido-base, en la cual el polvo actúa como base para reaccionar con el líquido ácido. Cuando el polvo y el líquido se mezclan, se forma una pasta sólida y un gel poliácido como se muestra en el siguiente esquema:



Reaccion acido-base del ionómero de vidrio.

El aluminio, el calcio, el sodio y los iones flúor se filtran en el medio acuoso. El calcio y el aluminio que se encuentran en el polvo forman electrolitos al mezclarse con el poli(ácido-acrílico) en agua. Debida a su acción quelante, el poli(ácido-acrílico) se une primero a los iones calcio para después hacerlo con los iones aluminio, después de esto es cuando el material alcanza valores físicos altos. La reacción se completa a las 24 horas, por lo que el material requiere cuidados durante este lapso presentando la solubilidad ya mencionada en estos cementos.<sup>14</sup>

A diferencia de los compuestos a base de resina que no tienen reactividad química después del endurecimiento, los cementos de ionómero de vidrio permanecen reactivos por un tiempo prolongado. La formación de adhesión de los cementos ionómero de vidrio a los tejidos mineralizados no es un problema. A pesar de que la fuerza de adhesión alcanza sólo el 25% de aquella obtenida con los sistemas de adhesión a base de resina, la adhesión es confiable y mucho más resistente que los sistemas de resina en donde la capa híbrida puede romperse con el tiempo.<sup>15</sup>

### **Propiedades fisicoquímicas**

El ionómero de vidrio tiene propiedades adhesivas, ya que se une químicamente al esmalte, a la dentina y al cemento en forma similar a los cementos de poli(carboxilato). Esta unión se da por la presencia de grupos carboxilos que forman uniones por puentes de hidrógeno entre el polímero y el sustrato. Estas uniones son transformadas progresivamente a medida que el calcio, el aluminio y otros metales desplazan al hidrógeno.

Como el cemento tiene características de un compuesto cerámico y polimérico, es aislante térmico y eléctrico. Cuando se utiliza como cemento, tiene valores altos de resistencia a la compresión y alcanza la más baja solubilidad de todos los cementos después de 24 horas de haberse colocado. En la tabla 3 se presentan las propiedades físicas y químicas del ionómero de vidrio.

La presencia del ion flúor hace que tenga la propiedad anticariogénica y, a su vez, inhibe la formación de caries secundaria y la actividad microbiana. La concentración de los iones fluor es mayor en los primeros días, aunque se detecta después de varios meses, pero las cantidades son muy pequeñas como para que se logre esta acción. La mayoría de los estudios histológicos indican que los ionómeros de vidrio usados como base o linners son relativamente biocompatibles. Producen mayor reacción en la pulpa que el óxido de zinc y eugenol.

Los poliácidos orgánicos son ácidos relativamente débiles. Sin embargo, la proporción polvo-líquido influye en el grado de acidez y la duración de un ambiente con pH bajo.<sup>16</sup>

Propiedades físicas		Propiedades químicas	
Resistencia a la compresión (MPa)	93-226	Solubilidad en H <sub>2</sub> O (% 24 horas)	0.4-1.5
Resistencia a la tracción (MPa)	4.2-5.3	Tiempo de fraguado a 37°C (100% de humedad) (min)	6-8
Módulo elástico (GPa)	3.5-6.4	Espesor de película (µm)	22-24
Fuerza de adhesión a la dentina (MPa)	3-5		

Tabla 3. Propiedades fisicoquímicas de los ionómeros de vidrio.

Los cementos de ionómero de vidrio no requieren de disposiciones adicionales para retención consistente o adhesión, puesto que se adhieren directamente a los tejidos dentales duros, aún estando húmedos <sup>17, 18</sup> (Figura 1).

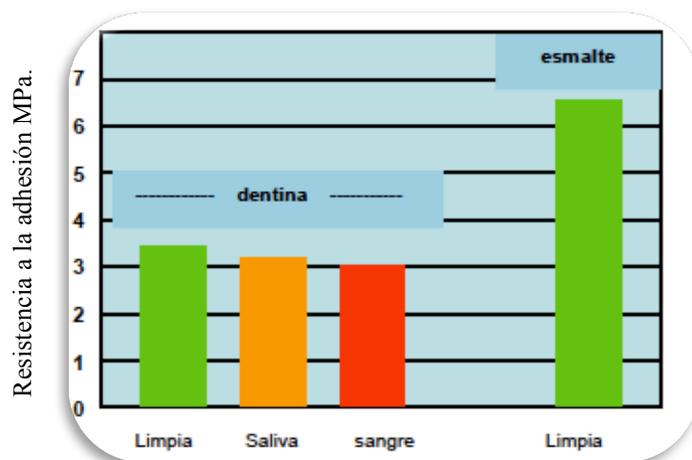


Figura 1. Fuerza de adhesión de los ionómeros de vidrio a sustratos contaminados.

Como material de relleno, los cementos de ionómero de vidrio no imitan el color del diente tan bien como las resinas compuestas y muestran una pérdida de superficie por desgaste a la masticación más rápida. Pero dado que ésta es una técnica más demandante, puede servir en muchas más formas con más éxito que los compuestos a base de resina. Por ahora, los compuestos a base de resina poseen características de superficie superiores. La modificación con resina de los cementos de ionómero de vidrio, introducida para obtener cementos de ionómero de vidrio con control del fraguado, contribuyó a una mayor resistencia al desgaste<sup>19</sup>. Los cementos de ionómero de vidrio modificados con resina son materiales a los que en su matriz se agrega una resina polimerizante hidrofílica. La resina mezclada mejora la estética inicial y la resistencia a la tensión así como la resistencia a la fractura. Además, los problemas de desecación e hidratación se ven reducidos. Los cementos de ionómero de vidrio modificados con resina polimerizan parcialmente por una reacción ácido-base. El componente de resina puede ser fotocurado. Otra parte del proceso de fraguado involucra el proceso típico ácido-base entre el relleno y la matriz poliácida. Esta última reacción no progresa totalmente como en el caso

de los ionómeros de vidrio tradicionales. El carácter hidrofílico del componente de resina también contribuye a la difusión osmótica. Otra de las características fue la introducción de resinas compuestas modificadas con poli(ácido-acrílico) y ionómero de vidrio llamadas también compómeros. El propósito de los compómeros fue combinar, de manera óptima, las propiedades de los ionómeros vítreos y de los compuestos a base de resina. Si se les ve como un material restaurativo más o menos temporal, los compómeros pueden reemplazar a los compuestos a base de resina en restauraciones proximales anteriores. En varios países los compómeros han llegado a ser los materiales de primera opción para la odontología pediátrica. En casi todas las otras aplicaciones se prefieren los composites tradicionales a los cementos de ionómero de vidrio, debido a su mayor fuerza y resistencia al desgaste, así como su mejor estabilidad dimensional. De hecho, una desventaja de los compómeros es que la facilidad en su manejo se obtuvo al costo de las propiedades específicas (viscosidad, color, dureza) establecidas de los compuestos a base de resina híbridos y de una reacción apropiada del ionómero de vidrio.

El ionómero de vidrio convencional es un material inorgánico puro y por ello está predispuesto a sufrir erosión ácida. La Figura 2 muestra cómo un bajo nivel de pH afecta significativamente al desgaste del material. Esta susceptibilidad al ácido está menos presente en los ionómeros de vidrio modificados con resina. Se puede observar que el desgaste en los tipos de ionómero de vidrio modificados con resina es considerablemente más rápido que en los ionómeros de vidrio convencionales.

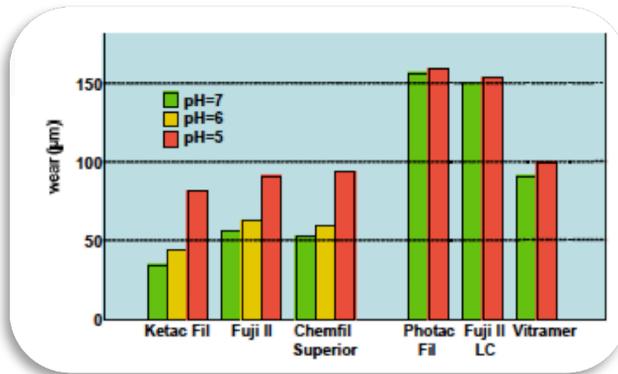


Figura 2. Desgaste erosivo de ionómero de vidrio convencionales y fotocurables a diferentes pH.

La Figura 3 muestra cómo los ionómeros de vidrio convencionales pueden erosionar seriamente cuando se usan interdentalmente en pacientes de riesgo.



Figura 3. Una higiene pobre puede causar erosión severa y progresiva en restauraciones de ionómero de vidrio convencionales.

Para la odontología restaurativa directa, el lento fraguado de los cementos de ionómero de vidrio es un inconveniente. Aparte de la molestia de tener que esperar para terminar la restauración, una desventaja del fraguado lento es que el contenido de agua del cemento recién colocado puede fácilmente ser alterado ya sea por deshidratación o por contacto con la saliva. El agua vagamente ligada puede tener un efecto negativo en la solidez inicial del ionómero de vidrio, pero es a la vez responsable de las características positivas tales como disminución en la contracción

de curado y química continua en todo el material, lo que refuerza al material y facilita la emisión de fluoruro. Una técnica mediante la cual el endurecimiento de los cementos es acelerado es con tratamiento de ultra sonido o calor, esto puede solucionar varios problemas como la lenta polimerización de los ionómeros de vidrio.<sup>20</sup>

La Figura 4 muestra que el endurecimiento acelerado previene la penetración de tinte en el ionómero de vidrio. Las propiedades mecánicas son también altamente acentuadas por tratamiento de calor o ultrasonido.

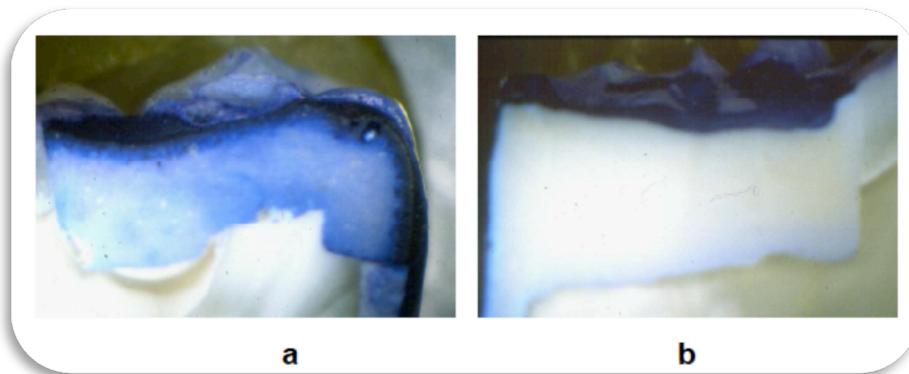


Figura 4. Infiltración de tinte en IV asentados normalmente (a) y por ultra sonido (b), luego de 3 días de almacenaje en agua.

A diferencia de la unión con resina, la adhesión del ionómero de vidrio a la estructura dental no es susceptible a la técnica y su calidad aumenta con el tiempo. Por ello el ionómero de vidrio podría resultar ser un material restaurativo más confiable en la odontología de mínima invasión basada en técnicas de adhesión.

Los ionómeros de vidrio son bioactivos y atractivos por los siguientes motivos:

- Por razones socio-económicas se prefieren las técnicas restaurativas directas en lugar de indirectas.
- El interés en la amalgama está disminuyendo.
- Los compuestos a base de resina deben cambiarse cada 3 a 5 años.

- Las imperfecciones de los composites debido a las técnicas de colocación.
- Los ionómeros de vidrio son materiales bioactivos e inteligentes.
- Los ionómeros de vidrio tienen un gran potencial para llegar a ser la primera opción como material restaurativo directo.

Los ionómeros de vidrio poseen propiedades únicas que los hacen útiles como materiales de restauración.<sup>2</sup> Su desarrollo ha abordado algunas de las desventajas de la amalgama, compuestos de resina y cementos de fosfato de zinc. Estos incluyen:

- Biocompatibilidad mejorada.
- Unión al esmalte y la dentina.
- Ser anti-cariogénico debido a la liberación de iones fluoruro.
- Inhibidor del crecimiento bacteriano a partir de liberación prolongada de fluoruro.
- Tener bajo coeficiente de expansión térmica, similar a la estructura del diente, que ayuda a minimizar la microfiltración en la interface diente-esmalte.<sup>2</sup>

Los ionómeros de vidrio se han utilizado con éxito como materiales de relleno estético en las restauraciones de clase III y lesiones erosivas clase V. Su aplicación en las zonas de alto estrés, tales como en dientes posteriores no se recomienda. La resistencia de los ionómeros de vidrio está influenciada tanto por el tipo de materiales de relleno utilizados y la composición química de la matriz del polímero (peso molecular). La resistencia a la flexión y resistencia a la compresión de los ionómeros de vidrio se ha mejorado, mediante la adición de partículas de plata por mezcla o por sinterización del componente en polvo y resina compuesta.<sup>22</sup>

El primer ionómero de vidrio modificado con resina restaurador, estéticamente aceptado fue el Fuji II<sup>23</sup>, el cual presentó mejores propiedades físicas que los materiales anteriores.<sup>24</sup>

### **Avances en ionómeros de vidrio modificados con resina (IVMR)**

Hasta el momento se han realizado múltiples investigaciones, sobre las propiedades mecánicas de los IVMR, Mitra SB<sup>3</sup> y autores como Barceló F., Guerrero J.<sup>25</sup>, Miyaki F.<sup>26</sup>, La torre M.<sup>27</sup>, Díaz D.<sup>6</sup> desde 1998, han estudiado el comportamiento mecánico de los cementos dentales, donde se obtuvieron nuevas formulaciones de cementos y poli(ácido-acrílico) determinandose que el peso molecular del poli(ácido-acrílico) ofrece mejores propiedades mecánicas.

Dong Xie, et al; en 1996 y 2004<sup>28</sup>, sintetizaron diferentes derivados aminoácidos entre ellos acrililo beta-alanina (ABA) y lo adicionaron a un poli(ácido) experimental de un ionómero modificado con resina IVMR, obteniendo excelentes propiedades de resistencia a la flexión. Por lo tanto, este autor propone continuar con sus investigaciones. En 2004<sup>29</sup>, Dong Xie, sintetiza 6 derivados de aminoácidos con el fin de sustituir el 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) por su grado de citotoxicidad y compara la resistencia mecánica en estos cementos. Obtiene resultados mayores (120 a 180 MPa) en cada aminoácido en comparación de un IVMR experimental, siendo el metacrililo beta-alanina (MBA) el candidato más prometedor para las evaluaciones en el futuro. Estos estudios continúan en el 2005 con Dong Xie y Mona Faddah<sup>30</sup>, donde resumen que los materiales donde usaron el MBA y metacrililo de ácido glutámico, son superiores a las de sus contrapartes de acrilato, ABA y acrililo glutámico alanina (AGA), por lo tanto, propone que se siga estudiando con diferentes aminoácidos para aumentar propiedades mecánicas y así mismo comprobar la biocompatibilidad de estos aminoácidos. En el 2007<sup>31,32</sup> se modifica la estructura del poli(ácido-acrílico) con adición de derivados aminoácidos, obteniendo que las propiedades mecánicas aumentan. De igual manera se estudia la biocompatibilidad del poli(ácido-acrílico) y propone que se estudie la biocompatibilidad de los diferentes derivados de aminoácidos.

Alireza Moshaverinia, Nima Roohpour e Ihtesham U. Rehman en el 2008 y 2009<sup>33,34</sup>, estudian diferentes derivados aminoácidos agregados a un poli(ácido-acrílico), encontrando resultados prometedores en resistencia mecánica y concluyen que las propiedades mecánicas de los IVMR aumentan en cuanto se adicionan moléculas de diferentes aminoácidos. En estudios más recientes 2011 y 2012<sup>35,36</sup> Yiming Weng, Dong Xi et al, continúan modificando la estructura del poli(ácido-acrílico) adicionando tanto derivados de aminoácidos como sustancias antibacterianas y concluyen que las propiedades mecánicas de los IVMR se encuentran en aumento. Pronostican que en un futuro no muy lejano se obtendrá un material dental de restauración permanente.

### **Cloruro de metacrililo**

El cloruro de metacrililo es un compuesto inflamable, corrosivo, líquido transparente; con un punto de ebullición de 95°C. Esta sustancia es un monómero reactivo que se hidroliza en contacto con agua y gradualmente se polimeriza a temperatura ambiente. El metacrililo se estabiliza con cloruro de 2,6-di-tert-butil-4-metilfenol que es seguro en condiciones normales. La mayoría del consumo de cloruro de acrililo está vinculada a la preparación de monómeros de metacrilato. Un ejemplo de producto final son los lentes de contacto. La reactividad del doble enlace de la molécula y cloruro reactivo también dió amplia gama de aplicaciones como un producto químico intermedio.

### **Espectroscopía Infrarroja**

Técnica empleada para analizar la estructura y la composición principalmente de materiales orgánicos, incluyendo a los polímeros. Es una técnica relativamente sencilla y no destructiva con la que se pueden analizar sólidos, líquidos y gases con un mínimo de cantidad de muestra. Cuando las vibraciones moleculares provocan un cambio en la unión del dipolo fluctuante, es posible estimular las transiciones

entre los niveles de energía mediante la interacción con radiación electromagnética. Cuando el dipolo vibratorio está en fase con el vector eléctrico de la radiación incidente, las vibraciones aumentan y por lo tanto, hay una transferencia de energía de la radiación incidente a la molécula. La detección de esta absorción de energía es la que constituye la base de la espectroscopia en general.

En la práctica, las transiciones espectrales son detectadas por barrido a través de la frecuencia mediante un monitoreo continuo de la intensidad de luz transmitida. Las energías de las vibraciones moleculares de interés para un trabajo analítico en el rango del infrarrojo corresponden a longitudes de onda electromagnéticas en el rango de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$  (números de onda).

La mayoría de los espectrómetros IR comerciales operan en el modo de rayo doble, uno que pasa por la muestra y otro es la referencia.

Cualquier absorción de radiación en la muestra da como resultado una diferencia en intensidad entre el rango incidente y el de referencia. La señal pulsante se amplifica para dar una señal que se utiliza para modular un atenuador en la trayectoria del rayo de referencia, con el propósito de ecualizar la muestra y las intensidades del rayo de referencia. El movimiento del atenuador se dispone de tal forma que sea directamente proporcional a la absorción de la muestra y, mediante medios electrónicos adecuados, se puede desplegar el porcentaje de transmisión en función de la longitud de onda.

Los polímeros insolubles son examinados en estado sólido y la naturaleza de la técnica tiene ciertas limitaciones por la forma de la muestra. En general, los sólidos tienen fuertes absorciones IR, lo que significa que las muestras deben ser relativamente delgadas, o que las especies absorbentes sólo deben estar presentes en una concentración muy baja. Generalmente, el espesor de la película está en el rango de 0.001 a 0.05 mm. Las películas pueden obtenerse por vaciado directamente de una solución sobre la superficie de un disco de bromuro de potasio o de cloruro de sodio, debido a que estas sales son 100% transparentes en la región IR. En la mayoría de los casos, se requiere usar previamente procedimientos de separación que involucran ya sea la extracción, la separación por precipitación

selectiva o la cromatografía con el propósito de eliminar la interferencia de las líneas espectrales que se sobreponen. Aún si no se logra una separación total, la separación parcial es adecuada para permitir la identificación del polímero y/o la sustracción selectiva del espectro <sup>37,38</sup>. Una vez concluido el análisis cualitativo, es posible realizar el análisis cuantitativo por medio de técnicas específicas.

La identificación de un polímero desconocido involucra, inevitablemente, la detección de bandas de absorción características de grupos químicos (o funcionales) particulares. Posteriormente, se toman como referencia las tablas de correlación de frecuencia de grupos y el espectro se compara con espectros estándares de referencia. Por lo tanto, el espectro actúa como una huella digital del polímero.<sup>38</sup>

## **Resonancia Magnética Nuclear RMN**

La RMN es una herramienta analítica poderosa que tiene muchas aplicaciones en todas las áreas de la química analítica y en la ciencia de los materiales. La RMN de alta resolución es una técnica versátil que no sólo proporciona información cualitativa y cuantitativa precisa acerca de la estructura química de un material, sino que también es capaz de proporcionar información acerca de ciertos aspectos de la estructura de cadena en el caso de los polímeros, lo cual no es accesible con las otras técnicas. El valor de la RMN como herramienta analítica surge debido a que la frecuencia de resonancia del núcleo de cada tipo de átomo es modificada por varios factores que dependen del ambiente molecular que rodea al átomo. La frecuencia de excitación depende del ambiente químico del núcleo, y por ello varía de acuerdo con los factores estructurales como la hibridización, la naturaleza de los átomos vecinos, deslocalización, estereoquímica y la presencia de otros átomos hidrógeno. Es esta sensibilidad de la estructura la que proporciona a la RMN su poder analítico. La frecuencia de excitación depende del ambiente químico debido a que los electrones circundantes, en respuesta al campo aplicado, generan un pequeño campo inducido opuesto al anterior. De tal forma que para diferentes núcleos químicos se observan diferentes resonancias. Para el examen del espectro de compuestos con estructura conocida, se han desarrollado correlaciones entre el conocimiento de la señal detectada de frecuencia, llamada desplazamiento químico (shift) y la estructura del material.

En RMN, no existe una escala de intensidad absoluta como en FTIR o UV. Las intensidades RMN graficadas son arbitrarias y no están relacionadas directamente con la concentración aunque si influyen. Sin embargo, el número relativo de un núcleo de hidrógeno en una muestra dada se obtiene fácilmente debido a que la intensidad total de un grupo de picos es directamente proporcional al número total de núcleos contribuyentes en la muestra.

La RMN permite analizar muestras líquidas, sólidas y geles. En el caso de muestras poliméricas se utiliza RMN de hidrógeno ( $^1\text{H}$ ) y de carbono( $^{13}\text{C}$ ).

*La muestra.*- Para lograr una alta resolución la muestra debe estar en forma líquida, generalmente en solución. Para el análisis de los hidrógenos, normalmente se utiliza un solvente deuterado; los solventes deuterados comunes son el cloroformo, la acetona, el benceno, el dimetil sulfóxido, el metanol y el agua deuterada (DH<sub>2</sub>O).

Cuantitativamente, el uso básico de la RMN es confirmar la estructura esperada para los compuestos obtenidos.<sup>38, 39</sup>

## **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

Hoy en día la Odontología requiere de materiales dentales estéticos, de alta calidad y prolongada duración. El ionómero de vidrio, es un material restaurador que proporciona buena estabilidad dimensional, posee adhesión específica a tejidos dentarios y es anticariogénico debido a la liberación prolongada de fluoruro. Estas características hacen del cemento de ionómero de vidrio un material ideal para ser un excelente restaurador. Sus debilidades son: tener un bajo módulo elástico, baja resistencia compresiva y baja resistencia a la flexión. Existe un gran interés por mejorarlo eliminando tales debilidades y encontrar materiales que proporcionen una alta resistencia a las cargas masticatorias.

Otra de las grandes desventajas de estos cementos había sido su alta solubilidad en agua y su largo tiempo de fraguado, para solucionar estas desventajas se ha modificado la matriz con resina compuesta (IVMR) y de esta manera ha aumentado la estética y disminuido el tiempo de fraguado y de trabajo de los mismos, al ser modificado con resina, se incluyeron moléculas bi-funcionales como el HEMA pero si este queda sin reaccionar puede ser un componente citotóxico que dañe a los odontoblastos. Es decir, estos cementos pueden causar citotoxicidad a los tejidos dentarios si no polimerizan completamente. Como se mencionó anteriormente estos cementos presentan baja resistencia mecánica a la compresión lo que impide que puedan ser utilizados como materiales restauradores en superficies oclusales de dientes posteriores. Por todo lo anterior, se propone hacer una modificación a la resina sustituyendo al HEMA por un derivado de aminoácido y evitar así introducir monómeros tóxicos.

Por lo cual surge la siguiente pregunta de investigación: ¿El derivado de aminoácido MBA aumentará la resistencia mecánica de un IVMR para ser utilizado como material restaurador dental en dientes posteriores?

## **JUSTIFICACIÓN DEL ESTUDIO.**

Por décadas se han utilizado las amalgamas para restaurar dientes posteriores, como una alternativa de bajo costo para el paciente, pero tienen la desventaja durante su elaboración de generar contaminación ambiental por contener mercurio. También se han utilizado resinas orgánicas para la restauración, pero se fracturan durante los tres a cinco años siguientes a su colocación. El ionómero de vidrio es un material dental de fácil manipulación, bajos costos, estabilidad de color y alta estética. Si se pudiera utilizar en la restauración de dientes posteriores eliminaría procesos de tratamiento en consultorio, como el uso de adhesivos dentales y grandes preparaciones retentivas entre otras. Con estas características sería una buena alternativa para sustituir las amalgamas y las resinas. Para lograr esto se requiere que tal material cuente con la resistencia mecánica adecuada para ser utilizado en dientes posteriores y que tenga adhesión específica al diente. Con este objetivo en mente se propone modificar un cemento de ionómero de vidrio.

La importancia de obtener un material con alta resistencia mecánica, alta estética, y adhesividad específica a tejidos dentarios repercutirá en la clínica disminuyendo la reincidencia de caries, debido tanto a la ausencia de microfiltración, como al aumento de adaptación a los tejidos dentarios que proporciona un ionómero de vidrio.

Para mejorar estos cementos se cuenta con el apoyo e infraestructura del Laboratorio de Investigación de Materiales Dentales de la División de Estudios de Posgrado e Investigación de la Facultad de Odontología de la UNAM y del Instituto de Investigación en Materiales de la UNAM.

Para la realización de este estudio se cuenta con el apoyo del área de polímeros del Instituto de Investigaciones en Materiales de la U.N.A.M, así como de la infraestructura del Laboratorio de Investigación en Biomateriales Dentales de la Facultad de Odontología de la U.N.A.M. La duración de este estudio comprendió de Agosto del 2012 a Junio del 2014, contando con el apoyo económico de CONACYT.

**OBJETIVO GENERAL:**

- Obtener un nuevo ionómero de vidrio a partir de metacrilato de beta alanina, poli(ácido-acrílico) y polvo de fluoralúminosilicato. Valorar la influencia en las propiedades mecánicas de esta nueva formulación y compararlo con un ionómero de vidrio convencional.

### OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Sintetizar el metacrililo beta alanina (MBA), a partir de cloruro de metacrililo y beta alanina mediante la reacción Química Schotten-Baumann; **Error! Marcador no definido..**
- Caracterizar el MBA mediante resonancia magnética nuclear  $H^1$ RMN y espectroscopia infrarroja.
- Sintetizar poli(ácido-acrílico) (PAA) con un peso molecular mayor a 25,000 D. Caracterizar mediante viscosimetría el PAA sintetizado para determinar su peso molecular.
- Caracterizar mediante Cromatografía de permeación en gel el PAA sintetizado para determinar su peso molecular.
- Usar el MBA, PAA obtenidos en conjunto con fluorosilicato para obtener el ionómero de vidrio.
- Valorar la resistencia a la compresión del ionómero de vidrio obtenido.
- Valorar la dureza del ionómero de vidrio obtenido.
- Valorar la resistencia a la flexión del ionómero de vidrio.
- Comparar los resultados obtenidos con los de un ionómero de vidrio convencional.

**HIPÓTESIS:**

La adición de metacrililo beta alanina en la formulación de un ionómero de vidrio experimental, tendrá una mayor resistencia a la compresión, resistencia a la flexión, y microdureza, que un ionómero de vidrio convencional.

**HIPÓTESIS NULA:**

La adición de metacrililo beta alanina en la formulación de un ionómero de vidrio experimental, tendrá la misma o menor resistencia a la compresión, resistencia a la flexión, microdureza, que un ionómero de vidrio convencional.

## **MATERIAL Y MÉTODOS:**

### **a) Tipo de estudio:**

Experimental. Subtipo: laboratorio.

### **b) Población de estudio:**

Muestras de ionómero de vidrio experimental y ionómero de vidrio convencional experimental, con dimensiones exigidas por la norma ADA 96 parte II<sup>40</sup>, es decir: muestras cilíndricas de 2mm de diámetro x 5mm de altura, para las pruebas de resistencia a la compresión.

Para las pruebas de resistencia a la flexión, las dimensiones siguen la normatividad de ADA 27<sup>41</sup> y ADA 96 parte II, es decir: son muestras rectangulares de 2mm de altura y anchura y 20mm de largo..

Se siguió la norma ASTM E92-82<sup>42</sup> para la medición de microdureza: muestras cilíndricas de 5mm de diámetro x 5mm de altura

### **c) Selección y tamaño de muestra:**

La estimación de tamaño de muestra se hará con base en un intervalo de confianza de 95%, por lo tanto el valor Z es de 1.96. Por estudios previos, se sabe que la varianza es de 65.25 y una precisión de 1.18.<sup>27</sup>

Mediante la siguiente fórmula se determinó el tamaño de muestra:

$$n = \frac{\left(Z_{\alpha/2}\right)^2 \times (\sigma^2)}{d^2}$$

Sustituyendo:

$$n = \frac{\left(Z_{\alpha/2}\right)^2 \times (\sigma^2)}{d^2} \rightarrow n = \frac{(1.96)^2 \times (65.25)}{(1.18)^2} = \frac{(3.8416) \times (65.25)}{1.3924} = \frac{250.66}{1.3924} = 180.02 \cong 180$$

Se obtendrán 180 muestras divididas en 3 grupos de 30 muestras cada uno incluyendo el grupo control de la siguiente manera como se muestra en la tabla 4:

**MUESTREO:**

PRUEBA	Ionomero experimental	Ionomero convencional control
Resistencia compresión	30	30
Dureza	30	30
Flexión	30	30
<b>Total</b>		<b>180</b>

Tabla 4. Muestreo para pruebas con ionómero experimental y grupo control.

**d) Criterios de inclusión, exclusión y eliminación:**

**Criterios de inclusión:**

- Muestras de ionómero de vidrio experimental que cumplan con las dimensiones exigidas por las norma ADA96 y ADA27<sup>40,41</sup> para resistencia a la compresión y flexión respectivamente; y ASTM E92-82<sup>42</sup> para dureza.
- Poli(ácido-acrílico) con peso molecular mayor a 25000 D.

**Criterios de exclusión:**

- Muestras que contengan defectos estructurales.
- Cementos de ionómero de vidrio no incluidos en este estudio.
- Poli(ácido-acrílico) con peso molecular menor a 25000 D.

**Criterios de eliminación:**

Muestras que no cumplan con tamaño, forma e integridad requeridos por los estándares para las pruebas.

**e) Variables:**

**Variables dependientes:**

VARIABLE	DEFINICIÓN OPERACIONAL	ESCALA DE MEDICIÓN
Resistencia a la compresión.	Esfuerzo máximo que puede soportar un material bajo una carga de aplastamiento, a las 24 horas de terminada la muestra para ensayo.	Mega Pascales (MPa)
Micro dureza	Penetración máxima de un material ante una carga compresiva o de impacto en una muestra, con indentador piramidal, a las 24 horas de terminada la muestra para el ensayo.	Escala de medición de dureza en Vickers, con un indentador piramidal.
Flexión	Deflexión máxima que soporta un material bajo una carga compresiva en tres puntos, a las 24 horas de terminada la muestra para el ensayo.	Mega Pascales (MPa)

Tabla 5. Variables dependientes.

**Variables independientes:**

VARIABLE	DEFINICIÓN OPERACIONAL	ESCALA DE MEDICIÓN
MBA.	Molécula de cloruro de metacrililo y beta alanina usadas para sintetizar MBA mediante la reacción química Schotten-Bauwman. <sup>43</sup> La caracterización de MBA se lleva a cabo por resonancia magnética nuclear de hidrógeno H1RMN y espectroscopia infrarroja IR.	% en peso
Poli(ácido acrílico) experimental	Solución acuosa de poli(ácido acrílico) con aditivos e iniciadores (canforoquinona), sintetizado por reacción de radicales libres, y peso molecular mayor a 25000 Dalton determinado por viscometría.	% en peso
Polvo de ionómero de vidrio experimental	Polvo de flúoroalúminosilicato caracterizado por resistencia compresiva, flexional y microdureza en máquina universal de pruebas mecánicas.	% peso
Ionómero de vidrio convencional	Polvo de flúoralúminosilicato obtenido comercialmente. Caracterizado por resistencia compresiva, flexional y microdureza en máquina universal de pruebas mecánicas como grupo de comparación.	% peso

Tabla 6. Variables independientes.

**g) Métodos de registro y procesamiento:**

Los datos obtenidos: resistencia a la compresión en MPa, espesor de película en mm, microdureza en Vickers, resistencia a la flexión en MPa y peso molecular en Dalton se recolectaron en una base de datos EpiData 3.1, y se analizaron en programa estadístico SPSS 22 para Mac.

**h) Análisis estadístico:**

Se realizó la comparación de muestras del ionómero de vidrio obtenido con MBA con las del grupo control (sin MBA) utilizando:

- Prueba de Kolmogorov-Smirnov para una muestra
- Prueba T- student.

## MÉTODO:

### Síntesis y caracterización de metacrililoilo beta alanina MBA

Se sintetizó MBA mediante el procedimiento de la reacción de Schotten-Baumann informada en la literatura <sup>43,44</sup> a partir de beta alanina y cloruro de metacrililoilo.

El primer paso consiste en realizar una disolución de 26.7g de beta-alanina en 40mL de agua, en un matraz bola con agitación magnética como se muestra en la figura 5.



Figura 5. Primera reacción de beta-alanina + hidróxido de sodio + H<sub>2</sub>O con agitación magnética constante.

Una vez disuelta, se adicionan 24g (0.592 mol) de hidróxido de sodio para formar la sal de sodio como se muestra en la figura 6.

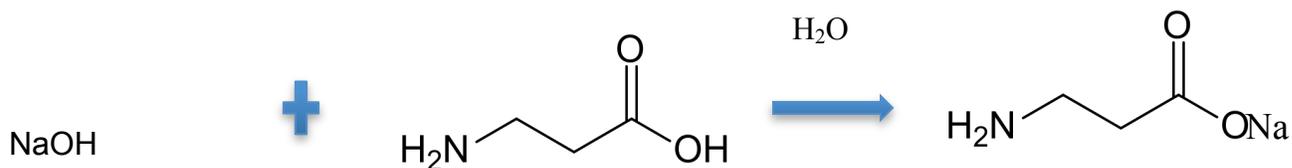


Figura 6. Reacción química de hidróxido de sodio y b-alanina en solución.

Posteriormente, la disolución se enfría en baño de hielo y se agregan 31.3g de cloruro de metacrililo en un lapso de 15min con agitación vigorosa y constante gota a gota como se muestra en la figura 7, Al término de la adición se continúa agitando por 45min.



Figura 7. Mezcla de reacción de la sal de sodio de la beta alanina y adición de cloruro de metacrililo gota a gota a 0-5°C en un baño de hielo.

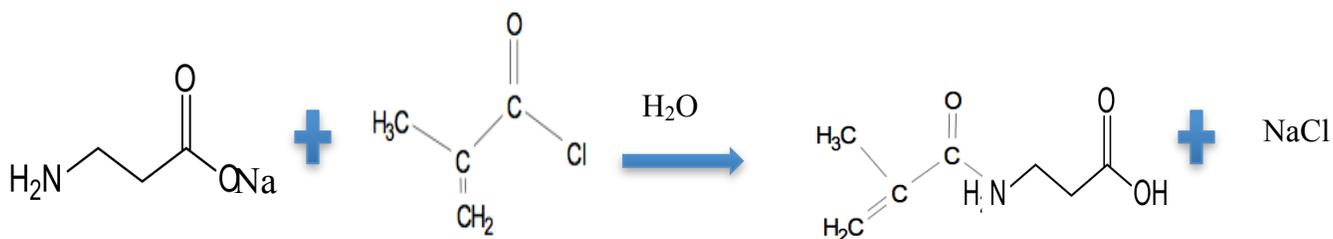


Figura 8. Reaccion química de sal de beta-alanina + cloruro de metacrililo en solución acuosa, formando MBA en solución y cloruro de sodio.

Transcurridos los 45 minutos, la solución se acidifica con ácido clorhídrico al 37% hasta conseguir que se observen dos fases, una aceitosa y una acuosa como se muestra en la figura 9 (a) o hasta alcanzar un pH de 3 medido con papel pH (figura 9 b).

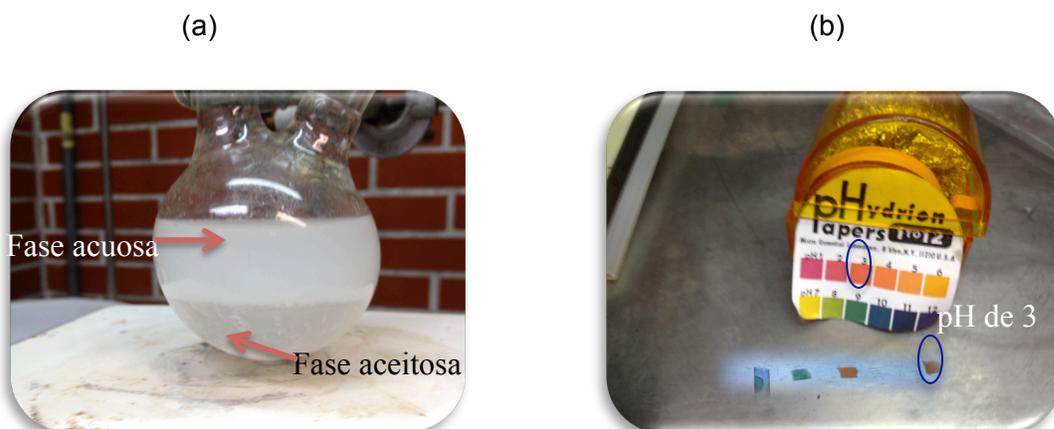


Figura 9 (a) y (b) . Separación de fases de la solución por acidificación (a). Medición cualitativa de pH de la solución (b).

**Nota:** se decidió utilizar papel pH para tener una medición del pH de la solución, ya que el procedimiento indica que se acidifica hasta poder observar una separación de fases de la solución.

Se filtra la solución para quitar el cloruro de sodio y obtener sólo las fases aceitosa y acuosa sin sólidos. La mezcla se transfiere a un embudo de separación (Figura 10) y se extrae con cloroformo, tantas veces como sea necesario para extraer el producto aceitoso que se forma.

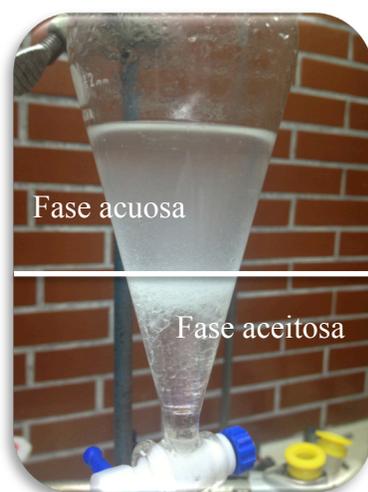


Figura 10. Separación de la fase aceitosa de la fase acuosa de la solución en cloroformo, mediante un embudo de separacion.

Al extracto aceitoso que se obtiene se le adiciona sulfato de sodio anhidro, con el fin de eliminar restos de agua (Figura 11). Posteriormente, a las 48h de reposo sobre el sulfato de sodio se decanta la solución

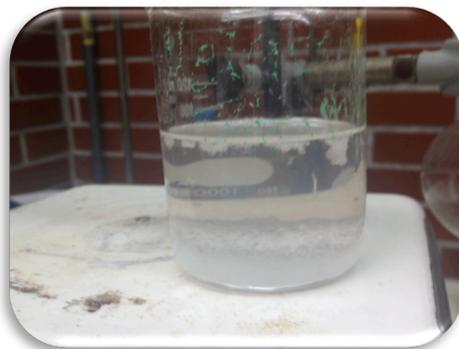


Figura 11. Extracto aceitoso con  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  puro después de 48h de deshidratación, se observa una sola fase y los restos de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .

Se usa una línea de vacío para eliminar el disolvente. Puede usarse un baño de agua tibio para acelerar la evaporación del cloroformo, como se muestra en la figura 12.



Figura 12. Dispositivo al vacío para eliminar el disolvente de cloroformo con calentamiento.

El proceso de eliminación de cloroformo como disolvente en el extracto obtenido, se realiza durante 48 horas. El extracto obtenido es un precipitado de color ámbar como se muestra en la figura 13.



Figura 13. Extracto aceitoso puro de color ámbar sin disolvente.

Posteriormente, el extracto se coloca en un baño de agua a  $90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  y se adicionan 10mL de tolueno con agitación magnética, para disolver el extracto aceitoso y eliminar impurezas por una parte disueltas en el tolueno y filtrando las impurezas solidas como se muestra en las figuras 14 y 15.



Figura 14. Baño de agua del extracto a  $90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  en tolueno.

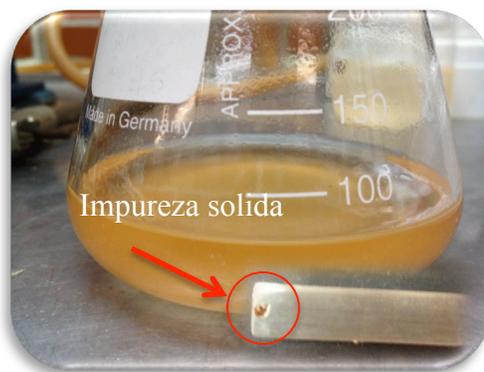


Figura 15. Eliminación de impurezas solidas del extracto por filtración.

El tolueno se elimina mediante destilación al vacío durante 6 horas a una temperatura de  $140^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  , para lo cual se monta un dispositivo de destilación con baño de aceite conectado a una bomba de vacío y nitrógeno líquido en dos trampas para condensar el disolvente. (Figura 16)



Figura 16. Dispositivo de destilación a presión reducida en baño de aceite para el extracto aceitoso disuelto en tolueno a  $140^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  conectado a dos trampas con nitrógeno líquido donde se recolectara el tolueno condensado.

Posteriormente, se obtiene un extracto aceitoso puro de MBA al cual se le adicionan 10 mL de hexano para cristalizarlo. La precipitación se acelera colocando el matraz en hielo. (Figura 17 y 18)



Figura 17. Extracto aceitoso puro obtenido.



Figura 18. Precipitado con hexano congelado.

A las 24 horas, el precipitado se filtra en un embudo buchner de vidrio conectado a una bomba al vacío con trampas de vidrio y nitrógeno líquido, para eliminar restos de hexano, de esta manera, recristalizar el extracto para obtener cristales blancos. Se obtienen 13.55g o 75% de rendimiento del precipitado de MBA. (figura 20 y 21)<sup>43,44</sup>

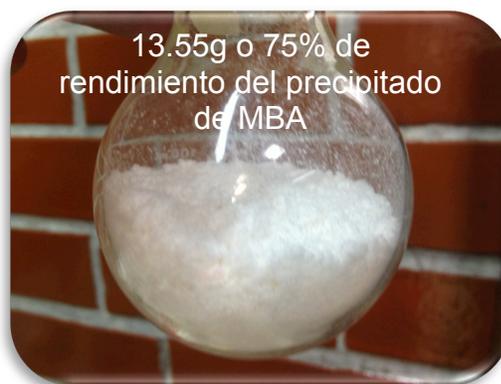


Figura 19. Dispositivo de recristalización. El embudo buchner filtra el sólido obtenido y elimina el hexano. El disolvente se atrapa en una trampa de vidrio sumergida en nitrógeno líquido al vacío.  
Figura 20. Cristales blancos de metacrililo beta alanina MBA.

Posteriormente, se caracteriza el producto obtenido con espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR) con ATR en la cual por la técnica seleccionada solo se colocó 5mg de MBA, para obtener las bandas características de grupos funcionales de MBA sobre todo las vibraciones correspondientes a la doble ligadura carbono-carbono. El espectro FTIR obtenido se compara con espectros FTIR de MBA publicados en la literatura<sup>28</sup>. Se caracteriza por resonancia magnética nuclear de protón (RMN) con integración, para obtener picos que identifiquen ubicación y cantidad de hidrógenos presentes en la muestra. En esta técnica se disolvió 5mg de MBA en 3ml de cloroformo deuterado ( $\text{CDCl}_3$ ), se realizó la medición con técnica de líquidos en equipo de resonancia magnética nuclear del IIM de la UNAM. (Figura 21)



Figura 21. Equipo de RMN del IIM de la UNAM.

### **Síntesis de poli(ácido-acrílico) (PAA).**

Se sintetiza poli(ácido-acrílico) mediante una reacción de polimerización en solución acuosa, en un reactor de vidrio de 300 mL que contiene una capa de vidrio para un sistema de enfriamiento, un condensador, agitador mecánico externo, un embudo de adición y control de temperatura con termómetro de mercurio como se muestra en la figura 22. La polimerización se realiza adicionando ácido acrílico, iniciador y una mezcla agua-propanol como disolvente. Se siguió la técnica informada en la literatura.<sup>45</sup>

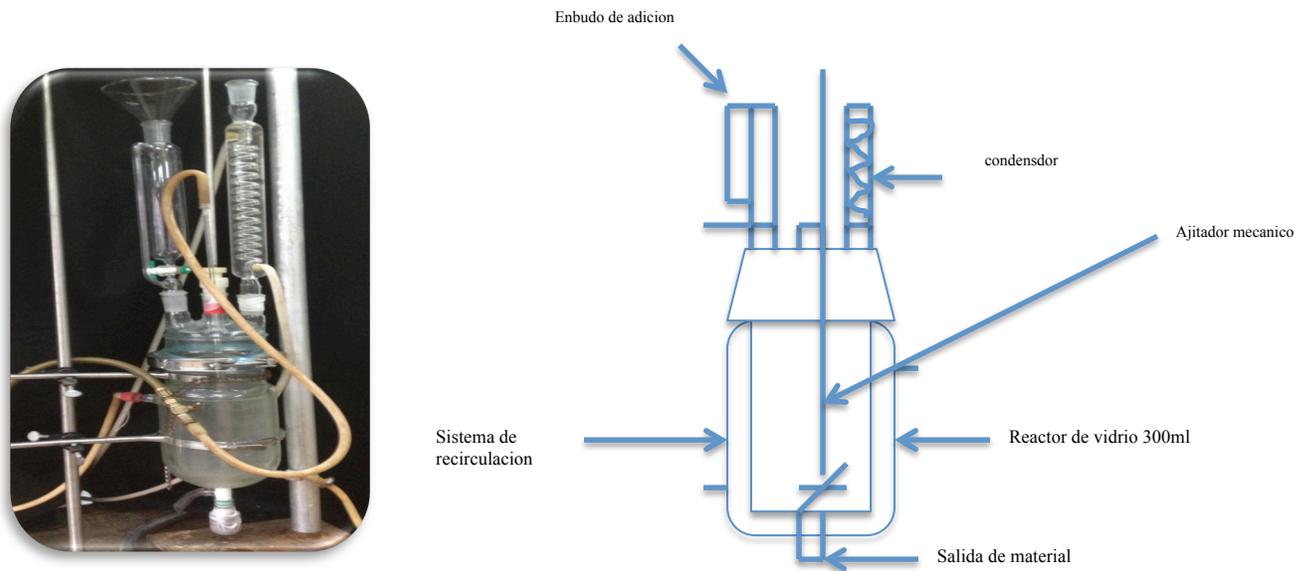


Figura 22.Reactor de vidrio de 300ml.

La concentración del ácido acrílico que se utilizó fue del 25% ya que a mayor cantidad puede ocasionarse reacciones explosivas. La solución de poli(ácido-acrílico) se prepara por polimerización en solución acuosa con persulfato de amonio como iniciador y 2-propanol como agente de transferencia de cadena <sup>46, 47</sup>. Este proceso involucra el uso de tres soluciones.

Preparación de las soluciones I y III:

Se prepara una solución de persulfato de amonio en agua desionizada para la solución I a una concentración conocida <sup>45</sup> y persulfato de amonio en agua desionizada a diferente concentración <sup>45</sup> para la solución III con agitación manual durante un minuto, para disolver perfectamente la solución.

Preparacion de la solucion II:

Esta solución se prepara agregando ácido acrílico, 2-propanol en agua desionizada con agitacion manual durante un minuto.

Las soluciones I II y III, se añaden progresivamente al reactor en un periodo de dos horas, manteniendo la agitación, la inyección de nitrógeno y una temperatura entre 70 y 80°C.<sup>45</sup> La mezcla acuosa con el PAA que se obtiene (762g) se trasvasa a frascos de vidrio.

**Secado:**

Se procede a secar una muestra del PAA y a determinar el contenido de agua. El proceso de secado se llevó a cabo con una cámara de humedad y temperatura controlada marca felissa (Figura 23) durante 120 horas a 40°C hasta alcanzar un peso constante de  $356 \pm 2g$ .<sup>45,26, 27</sup> Se obtiene una masa transparente fácil de retirar del recipiente de vidrio.



Figura 23. Cámara de humedad a temperatura controlada.

## Caracterización por viscosimetría y cromatografía de permeación en gel.

### Caracterización por viscosimetría.

Determinación de la viscosidad intrínseca.

Para evaluar la viscosidad intrínseca ( $\eta$ ) se traza la curva de calibración. Se mide la viscosidad de la solución polimérica a diferentes concentraciones en solución acuosa salina de bromuro de sodio. Las concentraciones deben abarcar un intervalo lo suficientemente amplio, ya que se requiere la extrapolación de los datos a disolución infinita.

Las mediciones de viscosidad se hicieron con un viscosímetro Ubbelohde tipo 2C con constante de calibración de  $0.2937 \text{ mm}^2/\text{s}^2$ .(Figura 24)

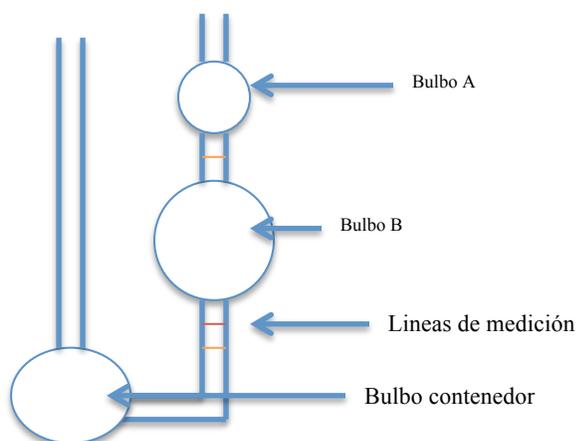


Figura 24. Viscosímetro Ubbelohde 2C.

El viscosímetro se coloca en un baño térmico y se llena con cada una de las disoluciones diluídas y con el disolvente sin soluto. Se permite que el viscosímetro conteniendo al líquido alcance la temperatura del baño; mínimo 10 minutos<sup>48</sup>, se registran 10 lecturas de tiempo con una precisión de décimas de segundo. El baño

térmico, a 15°C, se controla con una precisión de  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ . La viscosidad corregida de un viscosímetro con constante de calibración menor a 0.05cSt/s se determina con la expresión matemática que relaciona al volumen (V) del bulbo capilar, con la longitud (L) del capilar, el diámetro (d) del capilar, el tiempo(t), la densidad del líquido ( $\rho$ ) y la constante del viscosímetro <sup>49</sup> de acuerdo a la ecuación:

$$\eta = C\tau\rho - \frac{E\rho}{t^2} \quad \text{----- (1)}$$

donde E se define como:

$$E = \frac{1.66 V^{1.5}}{L\sqrt{Cd}} \quad \text{----- (2)}$$

La viscosidad reducida se obtuvo siguiendo el método de ASTM D2857-87. <sup>49</sup> Básicamente consiste primero, en obtener la viscosidad relativa:

$$\eta_{rel} = \frac{\eta_{disolución\ corregida}}{\eta_{disolvente}} \quad \text{----- (3)}$$

Como segundo paso se procede a calcular la viscosidad específica:

$$\eta_{esp} = \eta_{rel} - 1 \quad \text{----- (4)}$$

Finalmente se calcula la viscosidad reducida:

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{esp}}{C_{disolución}} \quad \text{----- (5)}$$

Las viscosidades reducidas a diferentes concentraciones y temperaturas calculadas se llevaron a una gráfica de viscosidad reducida VS concentración para determinar la viscosidad intrínseca, la ordenada al origen (concentración cero ) de la gráfica  $\eta_{red}$  vs C, representa la viscosidad intrínseca. Una vez determinada la viscosidad intrínseca, se determina el peso molecular con la ecuación de Mark-Houwink-Sakurada.

$$([\eta] = K M v^\alpha) \text{----- (6)}$$

Determinación de peso molecular viscosimétrico.

Los pesos moleculares se calcularon a partir de la ecuación (6) para cada sistema donde los parámetros K y v de la ecuación son valores absolutos que fueron obtenidos por dispersión de luz. Los valores de K , v y  $\alpha$  fueron tomados de la literatura.<sup>50</sup>

$$k=52.7 \times 10^3 \text{ ml/g}$$

$$\alpha= 0.628 \times 10^3$$

### **Caracterización por cromatografía de permeación en gel.**

Para la determinación de peso molecular absoluto por cromatografía de permeación en gel se uso muestra de 1mL de solución de PAA en THF.

Posteriormente se determinó la cantidad de agua del sistema mediante análisis termogravimétrico en aire.

### **Preparación de Ionómero de vidrio con MBA.**

Se agregan, por cada 0.370g de fluoraluminosilicato, 0.24g de MBA, 0.0024g de canforoquinona (CF) y 0.288g de dimetilparatoluidina. Se utilizan 50g de PAA formulado <sup>45</sup> y 24g de agua. Se mezcla el polvo de fluoraluminosilicato de calcio con el líquido de poli(ácido-acrílico) en proporción 2:3 en peso. Las muestras se someten a fotocurado durante 30 s.

### **Espectroscopía Infrarroja.**

El espectro de ATR-FTIR se obtiene en un espectrofotómetro marca Nicolet modelo 510P que opera en modo de transmitancia con un promedio mínimo de 32 barridos por corrida.

### **Caracterización por RMN.**

El equipo usado fue un espectrómetro marca Bruker Avance 400 (400 MHz). El disolvente usado fue CDCl<sub>3</sub>.

### Resistencia a la compresión.

Para realizar esta prueba se acondiciona un molde de metal en dos piezas de acero inoxidable, con dimensiones internas de  $6 \pm 0.1$ mm de altura y  $4 \pm 0.1$ mm de diámetro a  $23 \pm 1^\circ\text{C}$  por 30 min. (Figura 25)

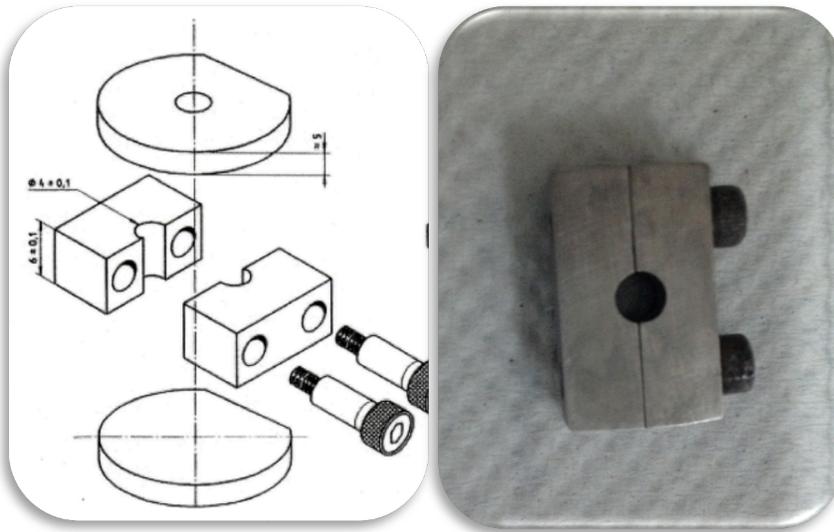


Figura 25. Molde de acero de dos piezas para muestras de resistencia a la compresión.

Posteriormente se realiza el mezclado del polvo de fluoraluminosilicato de calcio con el líquido de poli(ácido-acrílico) en una relación polvo-líquido (2:3) en peso. 60 segundos después de finalizado el proceso de mezclado, se llena el molde de acero inoxidable con el cemento.

Con el propósito de consolidar el cemento y evitar que quede aire atrapado, se transfieren porciones grandes de cemento mezclado con una espátula para cements dentro del molde. Se retira el excedente de cemento sobrante y se coloca una placa metálica en la parte superior e inferior del molde. Se coloca el molde y las placas en una abrazadera de tornillo (Figura 26) y se aplica presión. A los 120 s después de finalizado el mezclado se coloca el conjunto en una cámara de humedad y temperatura controlada marca Polyshine a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  y humedad relativa de 90% durante 60 m.

El procedimiento para las muestras con modificación de MBA es el siguiente:  
Se agrego por cada .370g de fluoraluminosilicato .24g de MBA y .0024g de canforoquinona (CF). Se utiliza 50g de PAA sintetizado agregando 2.5 ac. tartarico, 1.5g ac. Maleico, .288g de dimetilparatoluidina y 24g de agua. Se mezclo el polvo de fluoraluminosilicato/ MBA/ CF, con el PAA en proporcion 2:3 en peso, estas muestras fuerón sometidas a fotocurado con durante 30 s. (Figura 27) Este procedimiento se empleo en todas las pruebas del ionómero modificado con MBA.

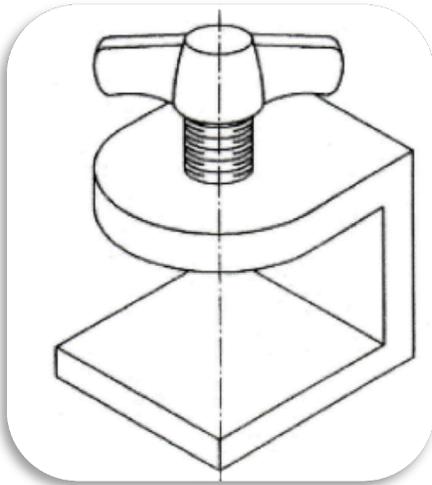


Figura 26. Abrazadera de tornillo.

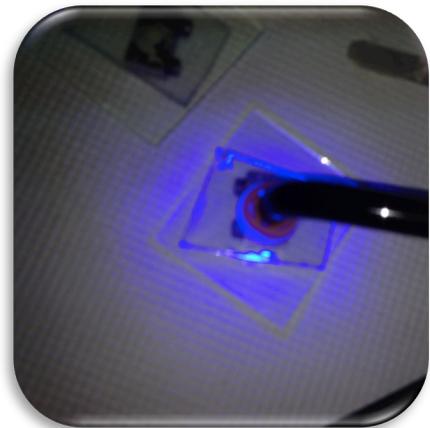


Figura 27. Fotocurado de la muestra.

Al retirar la muestra del molde se comprueba que no existan oquedades o bordes. (Figura 28) Inmediatamente después, las muestras se sumergen en agua tridestilada conforme a la Norma ISO 3696, a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  durante  $24 \pm 0.5$  h.

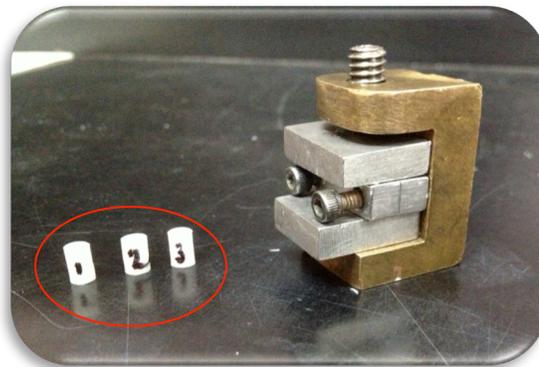


Figura 28. Muestras para resistencia a la compresión.

A las 24 horas se mide el diámetro de cada muestra de ensayo con un vernier electrónico. Se obtiene el promedio dos mediciones realizadas en cada una de las muestras. (Figura 29) Posteriormente se realiza la prueba de resistencia a la compresión, (Figura 30) en una máquina universal de pruebas mecánicas (Inston modelo 5567) a una velocidad de cruceta de 0.75mm/min y un rango de carga de 50 N/min.



Figura 29. Medición de muestras.

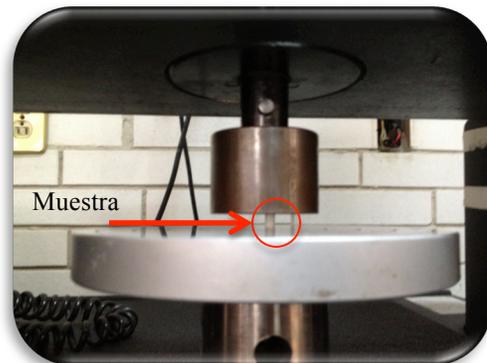


Figura 30. Prueba de resistencia a la compresión.

### Resistencia a la Flexión

Se usan moldes rectangulares de  $25(\pm 2) \times 2 (\pm 0.1)$  mm indicados para la prueba de resistencia a la flexión según la norma 27 de la ADA (Figura 31). Se colocan ambas partes del molde sobre una lámina de vidrio cubierta por cinta de poliéster (mylar).

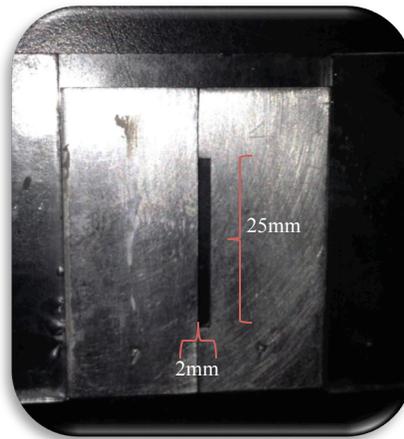


Figura 31. Moldes de  $25(\pm 2) \times 2(\pm 0.1)$  mm para muestras de resistencia a la flexión.

Estos moldes, se rellenan con 0.890g del material inmediatamente después de obtener la mezcla sin dejar espacios o burbujas como se muestra en la figura 32. Con el molde ligeramente sobre llenado con 0.890g de ionómero de vidrio se coloca una cinta mylar y encima una lámina de vidrio como se muestra en la figura 33. Se ejerce presión con una prensa y se elimina el material excedente. Las muestras que contienen MBA, se fotocuran durante 30s (figura 33) e inmediatamente después se llevan a una cámara de humedad y temperatura controlada durante una hora.



Figura 32. Preparación de la muestra.

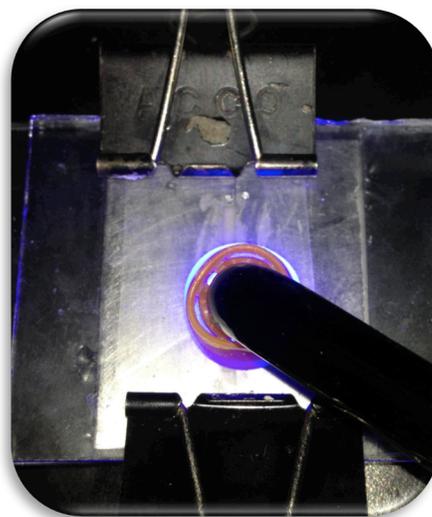


Figura 33. Fotocurado de muestras con MBA.

Se mide con un vernier la base y la altura de la muestra. A las 24 horas se coloca cada muestra en la máquina universal de pruebas mecánicas Instron modelo 5567 para llevar a cabo la prueba de flexión en 3 puntos (Figura 34). La prueba se realiza a la velocidad de  $0.75 \pm 0.25$  mm/min, con una proporción de carga de  $50 \pm 16$  N/min (de acuerdo a la norma 27 de la ADA). Los datos se procesan con conversión a unidades de esfuerzo- deflexión y después se obtiene la resistencia a la flexión y el módulo elástico con la ecuación (7).

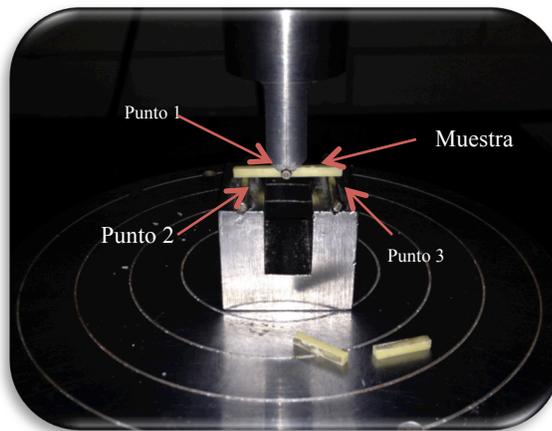


Figura 34. Prueba de resistencia a la flexión.

$$\sigma_{flexión} = \frac{3FL}{2wh^2} \text{-----} (7)$$

Donde F es la carga máxima aplicada hasta la ruptura.

L es la distancia entre los puntos de apoyo.

w es el ancho del especimen .

h la altura.

### Dureza Vickers

Para medir la dureza Vickers, las muestras se preparan con un molde de metal de 19mm de largo x 16mm de ancho con un orificio en el centro de 5mm de diámetro y 5mm de profundidad como se muestra en la figura 35. Previamente el molde es acondicionado a  $23\pm 1^{\circ}\text{C}$ . Posteriormente se realiza el mezclado del ionómero de vidrio con el tiempo de trabajo de 40s y una relación polvo-líquido 2:3 en peso. (Figura 36) Se llena el molde de metal hasta el nivel de la superficie y se cubre con una lamina de vidrio.



Figura 35. Molde para preparación de muestras de dureza. Figura 36. Molde con la muestra.

A los 60 segundos después de haber finalizado el mezclado y el llenado del molde, se coloca todo el conjunto (que comprende el molde, vidrios de 19 x 16mm y ancho de 2mm la muestra de ensayo) dentro de una cámara de humedad y temperatura controlada marca Polyshine a  $37\pm 1^{\circ}\text{C}$  y humedad relativa de 90% (Figura 37). Se polimeriza la muestra de ionómero de vidrio inmediatamente después de colocarse en el molde de acero durante 30s.



Figura 37. Cámara de humedad y temperatura.

Una vez que se colocan los moldes dentro de la cámara de temperatura controlada durante una hora, las muestras se acondicionan en agua en horno a 37°C durante 24 horas. Posteriormente se realiza la prueba de dureza Vickers con un microdurímetro Fino-Test No 536 Frank, con un peso de 500g, una velocidad de carga de 10 s, un penetrador de diamante de forma piramidal a un ángulo de 136° y un microscopio de medición con aumento de 200 X y lámpara de iluminación de 5 W con un transformador.( Figura 38)



Figura 38. Microdurímetro Fino-Test No 536 Frank.

Una vez calibrado el microdurómetro se realiza la penetración de la muestra cinco veces para cada muestra. La primera huella se lleva al microscopio, en el ocular se observan tres escalas. Para evaluar la huella, se ajustan las tres escalas de medida y se toma la medición.(Figura 39)

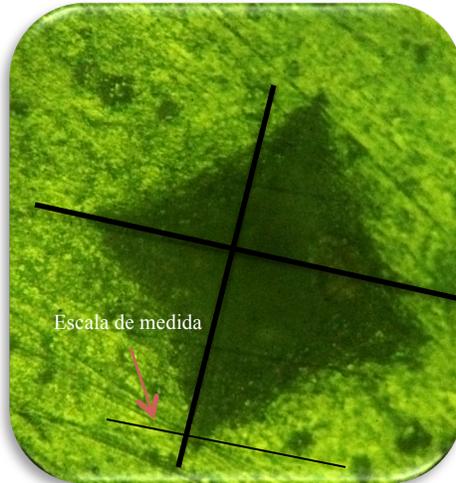


Figura 39. Medición de las huellas.

Los valores en el objetivo se leyeron a un aumento de 200X, una vez obtenido el valor del ocular se realizan las 5 mediciones para cada una de las muestras obteniendo un promedio para cada muestra.

Se usan las tablas de Vickers Frank para obtener el valor de dureza, de acuerdo a la penetración de las huellas en la muestra.

## **Pruebas complementarias.**

### **Determinación de la proporción polvo-líquido**

Para determinar la proporción polvo-líquido correcta, se recurre a una prueba de acierto-error para obtener los mejores resultados en cuanto a comportamiento del material y propiedades físicas. Se llevan a cabo valoraciones en cuanto a la facilidad de manejo, tiempo de trabajo de 40s y consistencia aparente, para encontrar una proporción adecuada. Lo anterior debido a que se parte del hecho de que se esta “fabricando” un nuevo producto. De esta manera pudo determinarse que la proporción correcta para el ionómero de vidrio experimental fue de dos partes de polvo por tres partes de líquido en peso (2/3). (Figura 40)

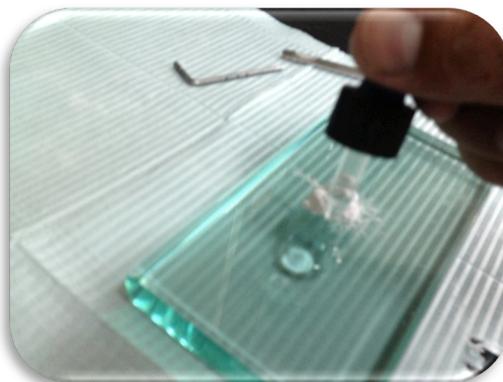


Figura 40. Determinación de la relación de polvo-líquido.

### **Tiempo de fraguado neto**

Las medidas del molde para prueba de fraguado son de 19mm de largo x 16mm de ancho y 5mm de profundidad, con una abertura central de 10mm de largo y 8mm de ancho (figura 41) acondicionado a  $23\pm 1^{\circ}\text{C}$ , sobre papel aluminio. Posteriormente se realiza el mezclado del ionómero de vidrio con el tiempo de trabajo de 40s y relación polvo-líquido 2:3 en peso. (Figura 42) Se llena el molde de metal hasta el nivel de la superficie.

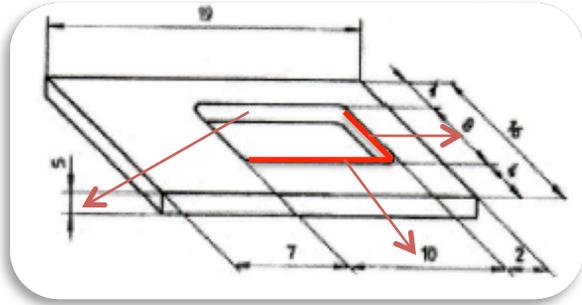


Figura 41. Molde para preparación de muestras de tiempo de fraguado. Figura 42. Mezcla de ionómero de vidrio.

60 segundos después de haber finalizado el mezclado y llenándose como se muestra en la Figura 43, se coloca todo el conjunto que comprende el molde, el papel aluminio y la muestra de ensayo dentro de una cámara de humedad y temperatura controlada marca Polyshine a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  y humedad relativa de 90%, con un buen contacto entre el molde y el papel aluminio.



Figura 43. Muestra para tiempo de fraguado.

90 segundos después de haber mezclado la muestra y dentro de la cámara de humedad y temperatura controlada, se penetra verticalmente la superficie del cemento con un penetrómetro de  $400 \pm 5\text{g}$  de masa y cuyo diámetro del extremo plano es de  $1 \pm 0.1\text{mm}$ , con punta cilíndrica. (Figura 44) Manteniendo por 5s la punta en la muestra. Se repite la penetración en intervalos de 30s hasta que la aguja ya no

completa la penetración circular en el cemento (Figura 45). Se registra el tiempo de fraguado marcado con un cronómetro manual marca Mitutoyo.



Figura 44. Penetrómetro.

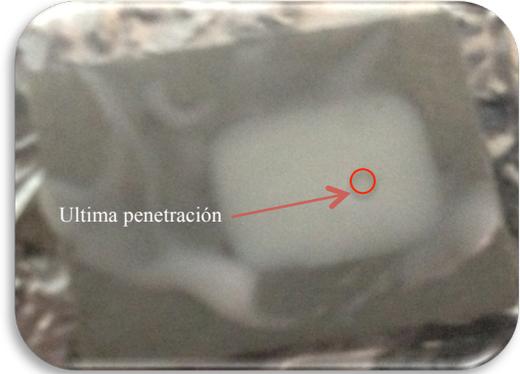


Figura 45. Muestra penetrada.

Se repite el proceso, con penetración en intervalos de 10s, 30s antes del tiempo aproximado de fraguado. Se registra el tiempo de fraguado neto como el período de tiempo que se mide al final de proceso de mezclado y el momento en que la aguja no completo la penetración en diferentes zonas de la muestra. Este proceso se realiza minimo 10 veces.

### Espesor de película.

Para la realización de esta prueba se mide, con una precisión de  $\pm 1.25\mu\text{m}$ , mediante un micrómetro, el grosor de dos placas de cristal cuadradas de 2mm de ancho y 6 x 6mm, con un área de superficie de contacto de  $200\text{mm}^2$  ; una vez sobrepuestas una encima de la otra se toma la primera lectura a la que llamamos lectura A, con el fin de obtener el grosor del espacio que existe entre las dos placas de vidrio. (Figura 46)

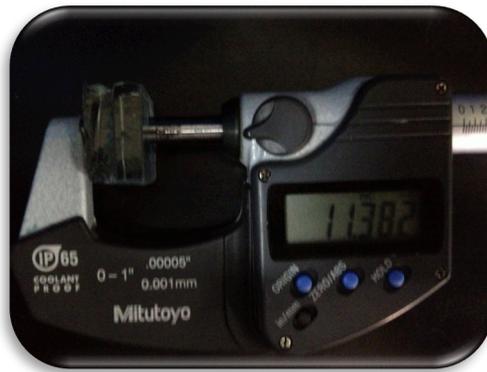


Figura 46. Medición de la lectura A del espesor de los vidrios.

Se retira la placa superior y se coloca  $0.01 \pm 0.05\text{mL}$  de ionómero de vidrio en el centro de la placa inferior, (Figura 47) por debajo de un dispositivo de carga(Figura 48), se coloca la segunda placa exactamente sobre la muestra de ionómero de vidrio y en la misma posición en la que se realizó la primera medición. (Figura 49)

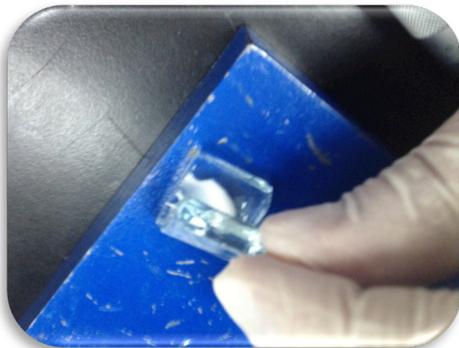


Figura 47. Colocación del cemento en la placa inferior.

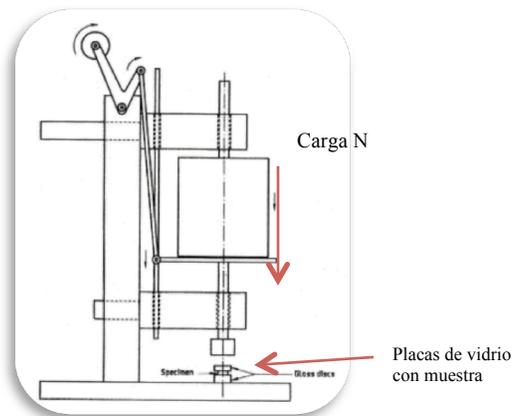


Figura 48. Dispositivo de carga.

Diez segundos antes de que concluya el tiempo de trabajo del ionómero de vidrio de 2.30 min, se aplica con el dispositivo de carga a la muestra de ensayo una fuerza vertical de  $150\text{ N} \pm 2\text{ N}$  a través de la placa de vidrio superior. (Figura 50)



Figura 49. Medición del tiempo de fraguado.

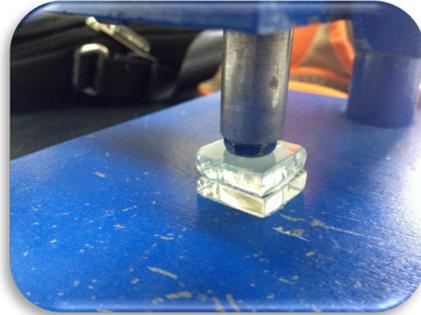


Figura 50. Dispositivo de carga a 150 N.

10 minutos después de la aplicación de la carga, se retiran las placas y se mide el grosor combinado de las dos placas de cristal y la película de cemento a la que llamamos lectura B, con el fin de obtener la medida del espacio que ocupa el ionómero de vidrio.

## **RESULTADOS Y DISCUSIÓN:**

El ionómero de vidrio es un cemento muy versátil utilizado en la odontología, por esa razón existe gran interés por continuar con las mejoras de este material. S. Mitra lo modificó agregando HEMA al sistema y con esto logra obtener dobles ligaduras que interactúan con el poli(ácido-acrílico) y la luz, con el fin que éste frague más rápido y mejore sus propiedades. Por otro lado, existen diferentes estudios sobre el HEMA donde se ha informado que existe citotoxicidad de los tejidos tanto en la pulpa como el hueso.<sup>51,52</sup> Oliva<sup>53</sup> et. al. evaluaron varios cementos de ionómero de vidrio dental, y concluyen que el cemento que contiene HEMA exhibe citotoxicidad hacia los osteoblastos. Goodwin, et. al. encontraron que HEMA causa mayor citotoxicidad e inhibe la liberación de hormonas bioactivas. Esto es causa de mucha preocupación porque la conversión del polímero está limitada en muchas reacciones de polimerización por radicales libres. La conversión más alta de monómero normalmente polímero durante la polimerización de las resinas compuestas dentales varía siempre entre un 85-88%.<sup>54</sup> Por lo tanto, HEMA sin reaccionar u otras moléculas pequeñas a menudo son atrapadas en el material y se filtran dentro del material con el tiempo.

Los aminoácidos son moléculas que se sabe que son muy biocompatibles para células y tejidos. Incluso no se espera que un derivado de aminoácido constituya un riesgo biológico para la salud humana, de cualquier manera todos los derivados de aminoácidos que se propongan deberán ser estudiados para determinar experimentalmente su inocuidad. Los derivados de aminoácidos pueden, por lo tanto, tener un brillante futuro en la odontología restauradora y en la ortopedia.

El metacrililo de beta-alanina es un derivado de aminoácido que fue elegido y utilizado en este estudio debido a que en estudios previos realizados por Dong Xie, Wei Wu , Aaron Puckett , Brandon Farmer , Jimmy W., MaysMona Faddah, Alireza Moshaverinia, Nima Roohpour y Ihtesham U. Rehman encontraron que los derivados de la beta-alanina fueron los que mejores propiedades aportaron a los cementos de ionómero de vidrio modificados con resina.

La estructura química y los grupos funcionales de la parte orgánica del metacrililo de beta alanina MBA se obtuvieron mediante FTIR-ATR y  $^1\text{H}$ -RMN. El peso molecular del poli(ácido-acrílico) se determinó por viscosimetría mientras que la cantidad de agua total del sistema por análisis termogravimétrico. Adicionalmente se obtuvieron valores de resistencia a la compresión, resistencia a la flexión y dureza Vickers mediante pruebas especificadas por la Norma 96 y 27 de la ADA<sup>40, 41</sup> así como pruebas complementarias al cemento como tiempo de trabajo, relación polvo-líquido, tiempo de fraguado neto, erosión ácida, espesor de película y cromatografía de permeación en gel.

Los resultados fueron analizados mediante una prueba de de Kolmogorov-Smirnov para una muestra para analizar que los resultados presenten una curva normal, por lo tanto al estar dentro de esta curva, estos fueron analizados mediante una prueba estadística T de student.

### **Caracterización de metacrililo beta alanina MBA por FTIR-ATR y H1RMN.**

En la figura 51 se muestra el espectro de FTIR-ATR de MBA obtenido en el Instituto de Investigación en Materiales de la UNAM. La Tabla 7 muestra las señales de MBA obtenidas por FTIR-ATR. El MBA mostró señales correspondientes a amida I, y dobles enlaces carbono-oxígeno, enlace hidroxilo, dobles enlaces carbono-carbono en: 3600 $\text{cm}^{-1}$ , 1720, 3000(ancha), 1620, 1540, y 1655  $\text{cm}^{-1}$  respectivamente.

Figura 51. FTIR-ATR de MBA.

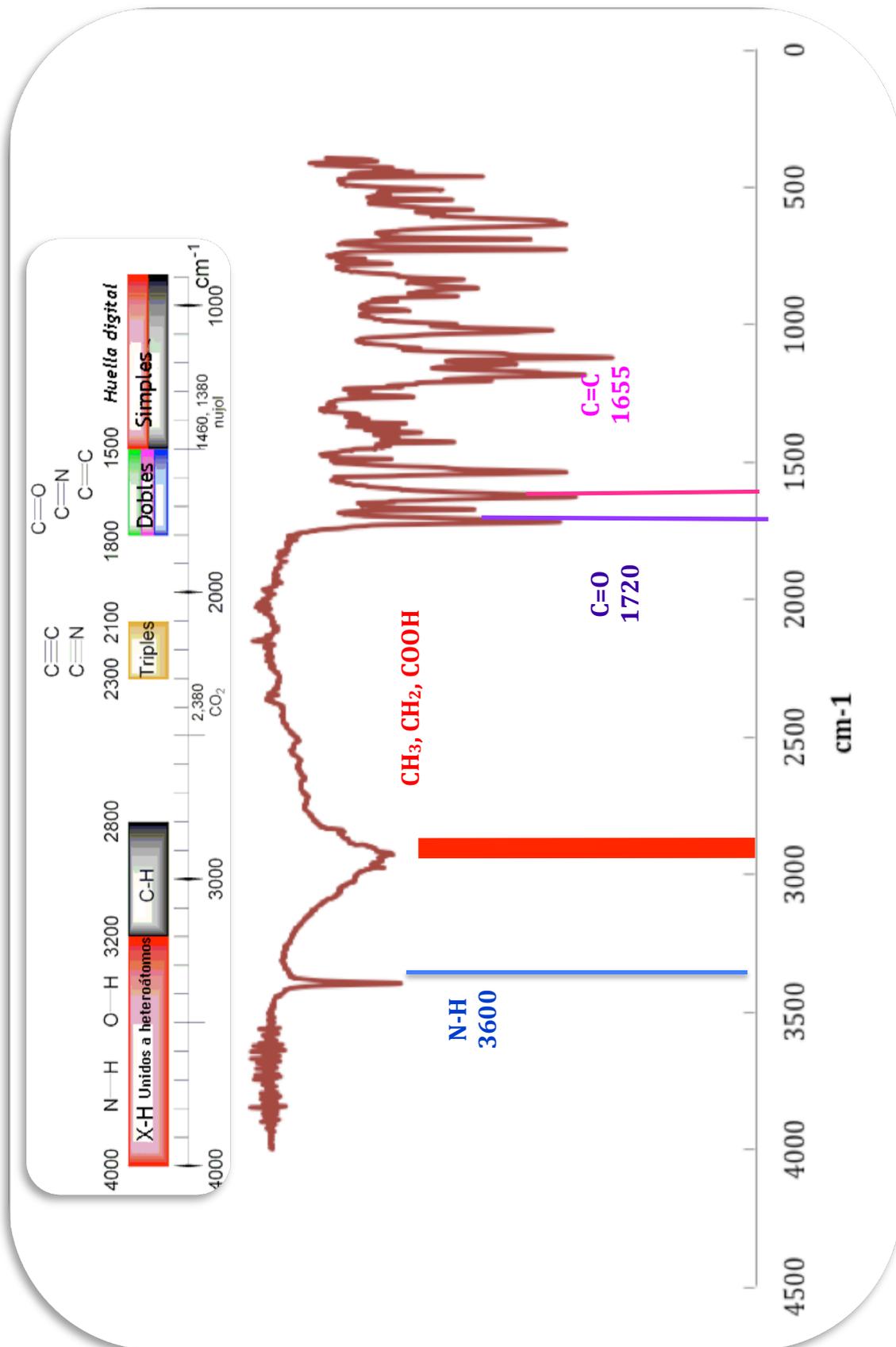
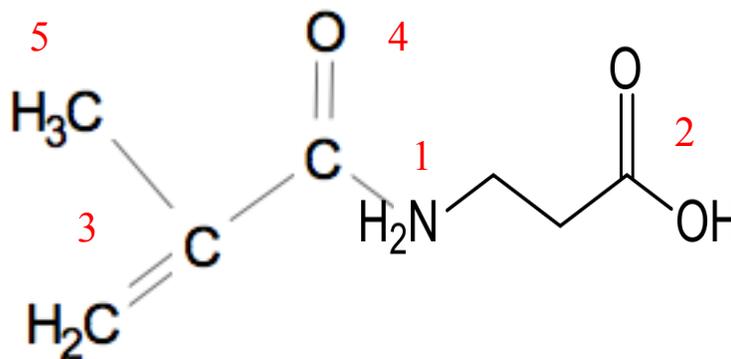


Tabla 7. Señales obtenidas de MBAFpor FTIR-ATR.

Nombre del Grupo	Grupo	Pico (cm-1)	Número
Amida 1	N-H	3600	1
Doble enlace carbono	C=C	1620,1540, y 1655	3
hidroxilo	C-OH	3000	2
Doble enlace oxígeno	C=O	1720	4
Metilo	C-H <sub>3</sub>	2920	5



Las señales obtenidas por FTIR-ATR corresponden a las reportadas en la literatura.<sup>29,30,31,32,33,34</sup>

La espectroscopía infrarroja permite observar la presencia de la doble ligadura carbono-carbono en 1655 cm<sup>-1</sup>, necesaria para lograr un sistema fotocurable.

El MBA mostró las señales correspondientes a amida I, al doble enlace carbono-oxígeno al doble enlace carbono-carbono y la banda ancha del hidroxilo que confirma la obtención del compuesto.

La estructura de MBA se confirma con la  $^1\text{H}$ -RMN en solución de  $\text{CDCl}_3$ . Los gupos característicos de MBA se muestran en la figura 52 y tabla 8.

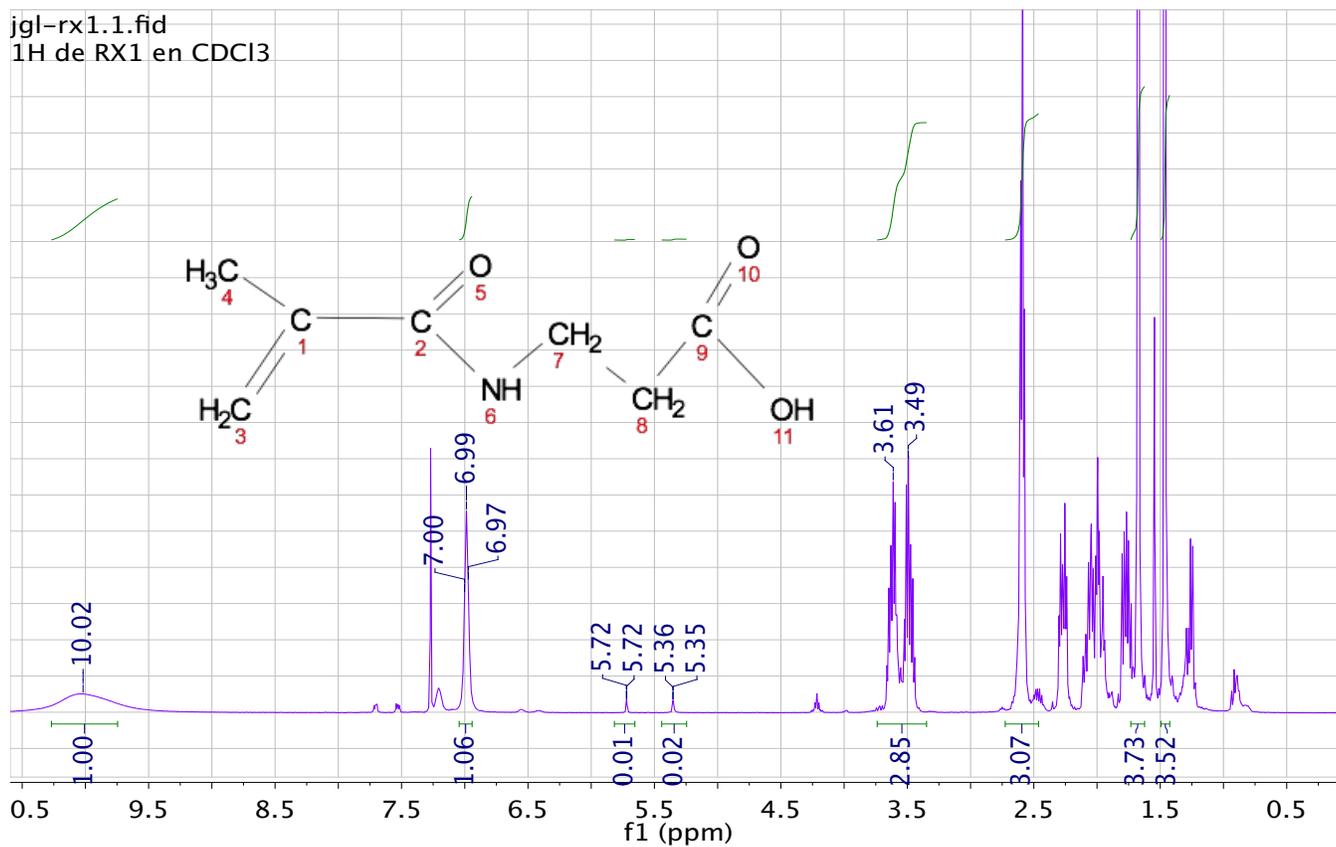


Figura 52.  $^1\text{H}$ -RMN de MBA.

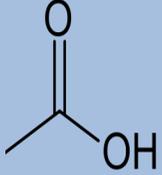
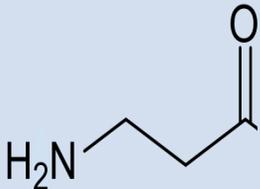
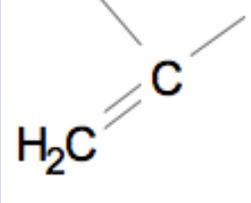
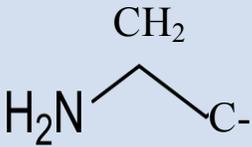
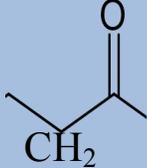
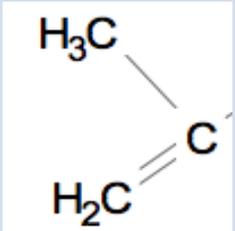
PROTON EN	ASOCIADO A	DESPLAZAMIENTO ppm
Hidroxilo  -C-O-H		10.02
Amida I  -N-H		6.99
Metileno  -CH <sub>2</sub> =		5.36 y 5.72
Metileno  -N-CH <sub>2</sub> -		3.61
Metileno  -CH <sub>2</sub> -C		2.55
Metilo  -CH <sub>3</sub>		1.6

Tabla 8. Señales obtenidas de MBA por 1H-RMN .

El espectro de  $H^1$ -RMN muestra las señales características de MBA que se muestran en la Tabla 8 y confirman la estructura de la materia prima MBA obtenida en el laboratorio.

### Análisis viscosimétrico, GPC y termogravimetría del poli(ácido-acrílico).

Para obtener el peso molecular viscosimétrico por medio de las ecuaciones ya descritas en la metodología, se prepararon soluciones del polímero en bromuro de sodio a diferentes concentraciones, como se muestra en la tabla 9.

Viscosidades obtenidas a diferentes concentraciones.								
Concentración	g/mL	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	T (s)	$\eta$ (g/dL)	$\eta_{rel}$ (g/dL)	$\eta_{esp}$ (g/dL)	$\eta_{red}$ (g/dL)	Concentración corregida por viscosímetro empleado (g/dL)
C0	0.030	1.04	5.557	1.44	2.88	1.88	62.66	3.00
C1	0.025	0.95	5.343	1.24	2.47	1.47	58.8	2.50
C2	0.021	0.943	5.005	1.10	2.20	1.20	57.14	2.10
C3	0.018	0.949	4.949	1.09	2.17	1.17	65	1.80
C4	0.016	0.95	4.835	1.04	2.08	1.08	67.5	1.60
C5	0.013	0.947	4.751	1.01	2.01	1.01	77.69	1.30

Tabla 9. Viscosidades a diferentes concentraciones de poli(ácido-acrílico).

Las viscosidades reducidas a diferentes concentraciones y temperaturas calculadas se grafican como se muestra en la figura 53. Para determinar la viscosidad intrínseca, la ordenada al origen (concentración cero) de la gráfica  $\eta_{red}$  vs C, representa la viscosidad intrínseca.

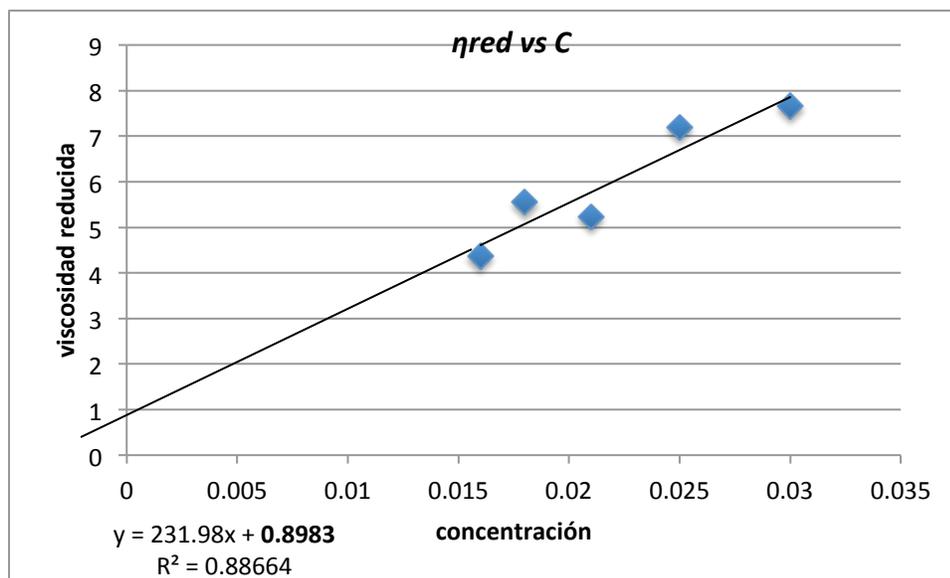


Figura 53. Viscosidad reducida vs concentración.

Los pesos moleculares se calcularon a partir de la ecuación de Mark-Houwink-Sakurada (MHS) ( $[\eta] = K M v^\alpha$ )

Donde  $[\eta] = 0.8983$

$k = 52.7 \times 10^3 \text{ ml/g}$

$\alpha = 0.628 \times 10^3$

con lo cual se obtuvo un valor de M de 39,355.007

En la Tabla 10 se muestra el peso molecular viscosimétrico calculado para poli(ácido-acrílico) sintetizado, así como el porcentaje de agua del sistema.

Peso molecular viscosimétrico y porcentaje de agua total.

polimero	PM Viscosimétrico	%agua
PAA 1	39,355.007	24.83%

Tabla 10. Peso molecular viscosimétrico de PAA y % total de agua.

En la figura 54 y tabla 11 se muestran los resultados del peso molecular absoluto por GPC asi como la curva de masas moleculares promedio para PAA experimental.

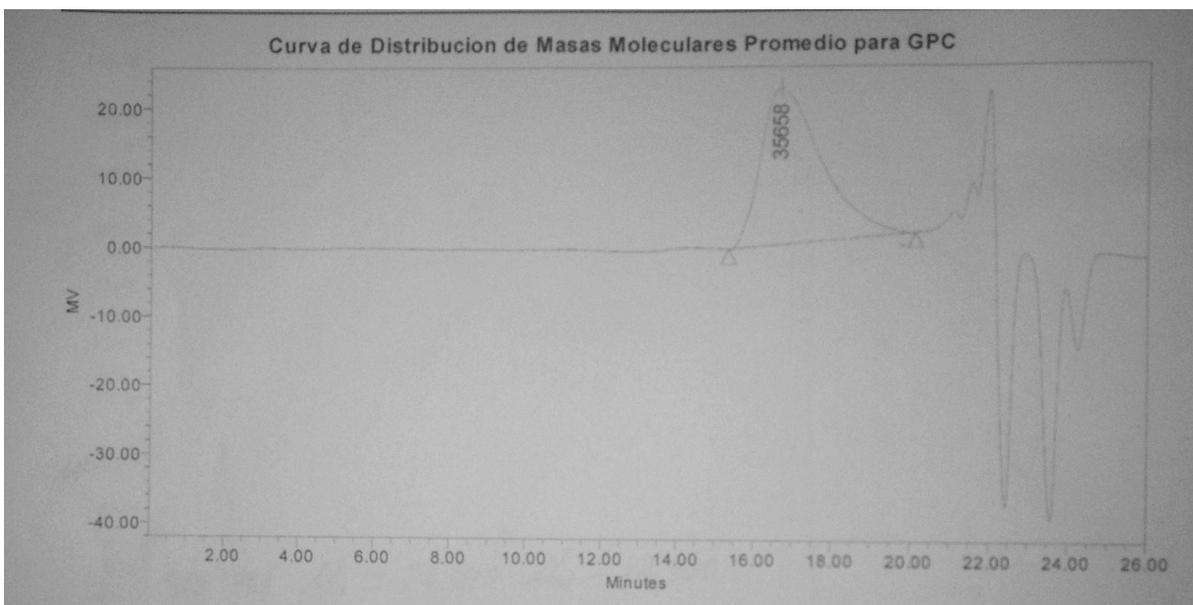


Figura 54. Curva de distribución de masas moleculares promedio.

Resultados de la curva de distribución GPC			
Mn	Mw	MP	Mz
16002 D	29537 D	35658 D	39735D

Tabla 11. Pesos moleculares promedio.

El peso molecular viscosimétrico del poli(ácido-acrílico) que se obtuvo fue de 39355 D, el cual es superior al reportado por Alvarez Gayosso en el 2000, que tiene un peso molecular viscosimétrico de 25000 D (tabla 12) y se atribuye a las distintas condiciones de polimerización (la velocidad de mezcla, la cantidad de nitrógeno burbujeado, el tipo de reactor y la purificación de la materia prima). El peso viscosimétrico obtenido se encuentra muy cercano a la distribución de peso molecular Mz con 39 735 proveniente del GPC.

Pesos viscosimétricos vs GPC			
Polímero	PM Viscosimétrico	PM GPC	%agua
PAA 1 (este trabajo)	39,355	35658	24.83%
PAA Alvarez-Gayosso	entre 20,000 y 25,000		24%

Tabla 12. Pesos moleculares viscosimétricos y obtenidos por GPC.

Braden M, Clarke RL, Nicholson J, Parker S desde 1997 señalan que un ionómero de vidrio el cual contenga poli(ácido-acrílico) con pesos moleculares altos tendrá mejores propiedades mecánicas, por lo tanto en esta investigación en donde se superan los pesos moleculares obtenidos por Alvarez-Gayosso (entre 20,000 y 25,000) se obtuvieron mejores propiedades mecánicas que lo reportado por este autor.

Se infiere que el aumento de peso molecular del poli(ácido-acrílico) influye y aumenta las propiedades mecánicas del sistema. Por otra parte, al poseer un peso molecular alto, la manipulación del ionómero de vidrio fue deficiente y se propone para futuras investigaciones estudiar el comportamiento del material a diferentes pesos moleculares.

En la figura 55 se muestra el análisis termogravimétrico del poli(ácido-acrílico) en un ambiente de aire. Se da la primera descomposición del material a una temperatura media de 110°C con una pérdida de masa de 24.83%, lo que se interpreta como el contenido de agua contenido en la muestra del poli(ácido-acrílico) obtenido mediante la metodología de Alvarez Gayosso y Mariana La Torre en 1998. El porcentaje de volátiles hasta 180 grados es del 24 % de la mezcla de reacción. Es importante tener esto en cuenta en la formulación final del ionómero de vidrio.

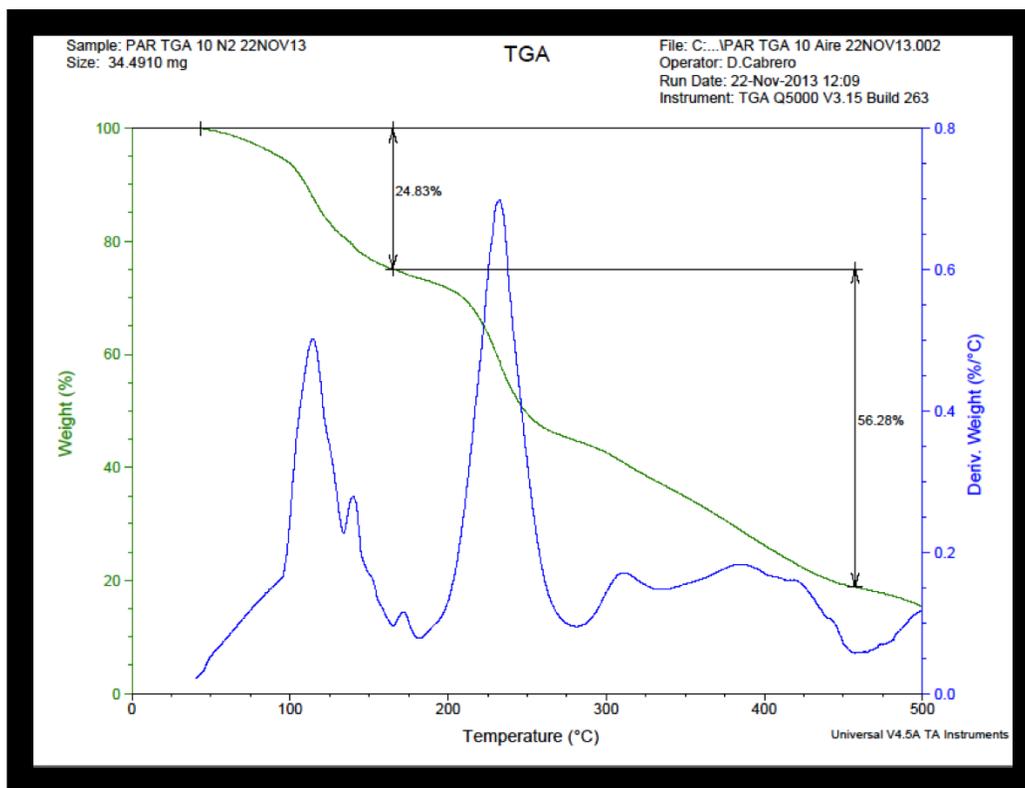


Figura 55. Análisis Termogravimétrico del PAA.

En la fase sólida se utilizó la formulación del polvo de fluoraluminosilicato utilizado en el ionómero de vidrio convencional (producido por Miyaki Ishihara P, Jorge Guerrero Ibarra, Dante Díaz Suarez, Federico H. Barceló). Esta no fue una variable en esta investigación.

### Resistencia a la compresión.

En la figura 56 se muestran los resultados de la resistencia a la compresión del ionómero de vidrio convencional (47.7 Mpa) contra un ionómero de vidrio modificado con MBA (88.62 Mpa), donde se observan diferencias estadísticamente significativas entre el ionómero de vidrio convencional y el ionómero de vidrio modificado con MBA.

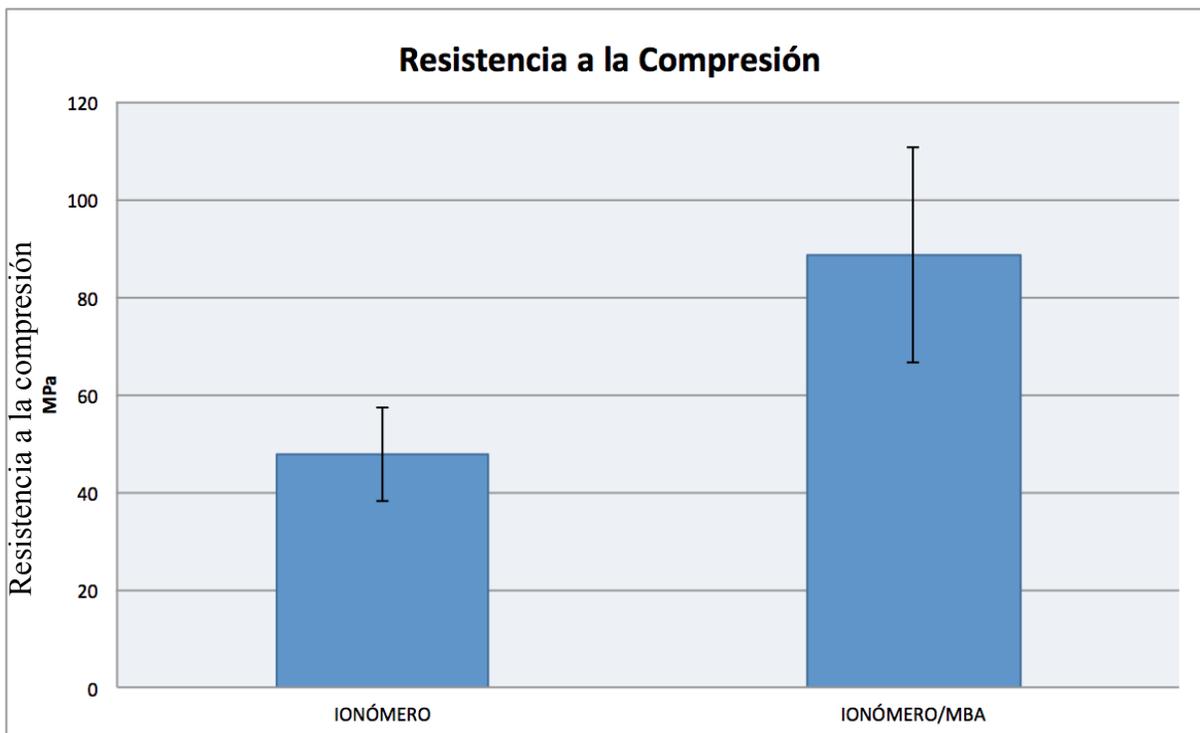


Figura 56. Resistencia a la compresión de IV convencional VS ionómero/MBA.

En este estudio, la prueba de resistencia a la compresión permitió aceptar la hipótesis de trabajo ya que los resultados obtenidos cuando un ionómero de vidrio es modificado con metacrililo beta-alanina aumenta significativamente sus propiedades, por que mejora considerablemente el cemento en resistencia compresiva comparado con un ionómero de vidrio convencional, de la misma manera que muestra Dong Xie en sus estudios en el 2003. Marin Miriam, en el 2001, propuso mejorar este mismo polvo de ionómero de vidrio y adiciono cáscara de arroz y oxido de zirconio sin lograr mejorar sus propiedades, sin embargo ya que este estudio ha demostrado que el MBA puede aumentar significativamente las propiedades mecánicas, será de suma importancia probar el material con agregados de oxido de zirconio y poder aumentar las propiedades de este ionómero de vidrio modificado experimentalmente.

### **Resistencia a la flexión.**

En la figura 57 se muestran resultados de resistencia a la flexión de ionómero de vidrio convencional (4.89 Mpa) contra un ionómero de vidrio modificado con MBA (8.32 Mpa), donde se observan diferencias estadísticamente significativas entre el ionómero de vidrio convencional y el ionómero de vidrio modificado con MBA.

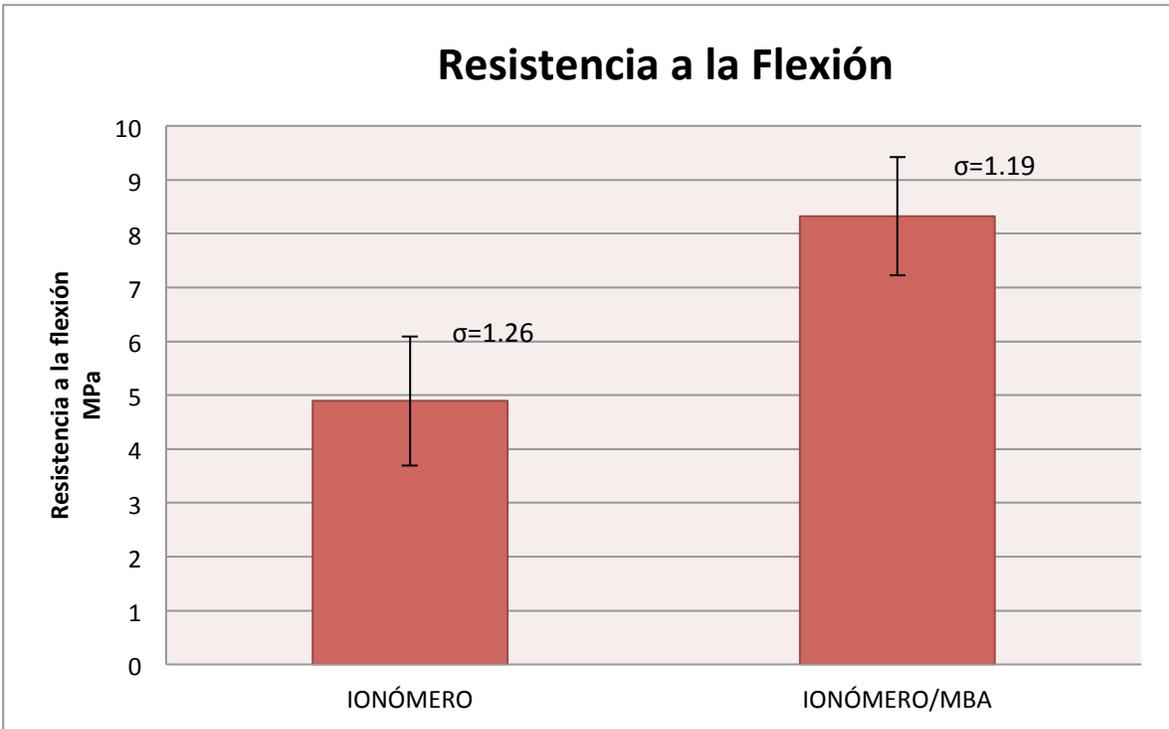


Figura 57. Resistencia a la flexión de IV convencional VS ionómero/MBA.

A diferencia de las pruebas de resistencia a la tensión dimetral utilizadas por Dong Xie et. al, en este estudio se decidió realizar la prueba de flexión en su lugar, ya que se considera que al ser una prueba que involucra tres puntos, de manera directa se relaciona o es más significativa a la acción que ocurre en la boca. Los tres puntos representan cúspides de trabajo de un molar al momento de la masticación. De forma semejante que el aumento de resistencia a la compresión, la resistencia a la flexión se vio duplicada en el ionómero modificado con MBA comparada con el ionómero convencional.

### Dureza Vickers.

En la figura 58 se muestran los resultados de dureza del ionómero de vidrio convencional (623.5 HV) contra un ionómero de vidrio modificado con MBA (1245.7 HV), donde se observan diferencias estadísticamente significativas entre el ionómero de vidrio convencional y el ionómero de vidrio modificado con MBA.

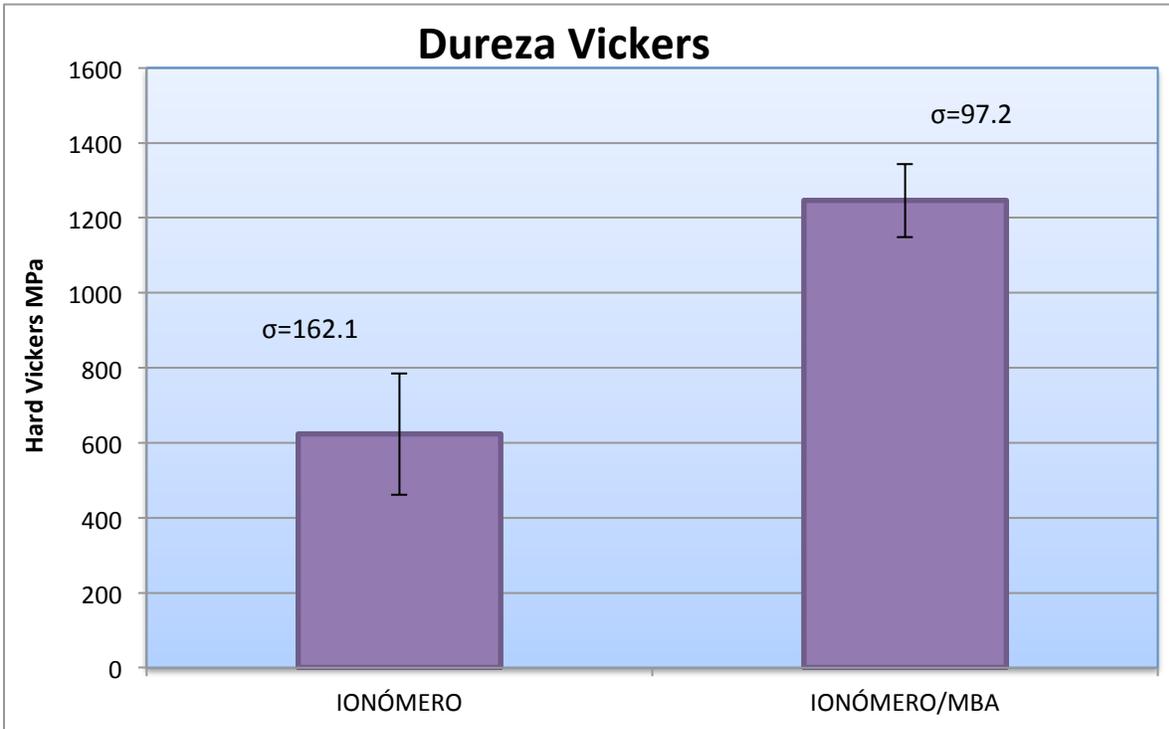


Figura 58. Dureza vickers de IV convencional VS ionómero/MBA.

De la misma manera que las pruebas anteriores la dureza, medida en la escala de Vickers, este estudio nos da parámetros para poder rechazar definitivamente la hipótesis nula, ya que se ve aumentada esta propiedad considerablemente cuando el material es reforzado con MBA.

**Pruebas físicas complementarias.****Tiempo de fraguado neto**

La prueba de tiempo de trabajo se realizó bajo las condiciones de la norma 96 de la ADA y se obtuvo un tiempo promedio de 3:10 min.

**Espesor de película**

En la tabla 13 se muestra las lecturas y promedio final de espesor de película para ionómero de vidrio convencional restando la lectura B a la lectura A.

Resultados de espesor de película.			
N°	Lectura A	Lectura B	LecturaA- lecturaB
1	11.3	11.4	0.77
2	11.3	11.4	0.103
3	10.4	10.5	0.102
4	11.3	11.4	0.86
5	11.3	11.4	0.29
6	11.3	11.4	0.74
7	11.3	11.4	0.70
8	11.4	11.4	0.50
9	11.3	11.3	0.21
10	11.5	11.6	0.94
<b>Promedio</b>			<b>0.52</b>

Tabla 13. Espesor de película.

Las pruebas complementarias al ionómero de vidrio convencional experimental se realizaron sólo para corroborar que fuera un material confiable para realizar pruebas para el mejoramiento del mismo, cumpliendo este mismo con nuestras expectativas y superando los requerimientos de la norma 96 de la A.D.A.

En la tabla 14 se muestran los requerimientos para los cementos dentales exigidos por la Norma 96 de la A.D.A. <sup>40</sup>

Tabla 14. Requerimientos para cementos dentales.

Chemical type	Application	Film thickness max. µm	Net setting time min		Compressive strength min. MPa	Acid erosion max. mm/h	Opacity C <sub>0,25</sub>		Acid-soluble As content mg/kg	Acid-soluble Pb content mg/kg
			min.	max.			min.	max.		
Zinc phosphate	luting	25	2,5	8	70	0,1	—	—	2	100
Zinc polycarboxylate	luting	25	2,5	8	70	2,0	—	—	2	100
Glass polyalkenoate	luting	25	2,5	8	70	0,05	—	—	2	100
Zinc phosphate	bases/liners	—	2	8	70	0,1	—	—	2	100
Zinc polycarboxylate	bases/liners	—	2	8	70	2,0	—	—	2	100
Glass polyalkenoate	bases/liners	—	2	8	70	0,05	—	—	2	100
Silicate	restorative	—	2	8	170	0,05	0,35	0,55	2	100
Silicophosphate	restorative	—	2	8	170	0,05	0,35	0,90	2	100
Glass polyalkenoate	restorative	—	2	8	130	0,05	0,35	0,90	2	100

## **CONCLUSIONES:**

En base a los resultados obtenidos en este estudio y al aumento considerable en las propiedades mecánicas entre el ionómero de vidrio convencional y ionómero con agregado de MBA podemos concluir lo siguiente:

- Se encontró que incorporando MBA al fluoraluminosilicato de un ionómero de vidrio experimental, existe influencia en un 50% en la magnitud de las propiedades mecánicas realizadas bajo la metodología de la ADA.
- Se obtuvo un nuevo ionómero de vidrio con propiedades significativamente mayores a las de los ionómeros de vidrio convencionales.
- Aumentó la resistencia a la compresión del ionómero de vidrio modificado con MBA en comparación con el ionómero de vidrio convencional.
- Aumentó la resistencia a la flexión del ionómero de vidrio modificado con MBA en comparación con el ionómero de vidrio convencional.
- Aumentó la Dureza del ionómero de vidrio modificado con MBA en comparación con el ionómero de vidrio convencional.
- Se rechaza la hipótesis nula en este estudio.
- El sistema IVMR desarrollado en este trabajo es fotocurado y libre de HEMA.

Cometario final.

Los estudios futuros se centrarán en la evaluación de la adhesión a los dientes, biocompatibilidad, envejecimiento y otras propiedades de este ionómero de vidrio.

Se recomienda hacer pruebas al ionómero de vidrio modificado con MBA a diferentes pesos moleculares del poli(ácido-acrílico).

También se debe de explorar el uso de nuevos derivados de aminoácidos, así como las diferentes concentraciones de estas en el fluoraluminosilicato de los ionómeros de vidrio.

Finalmente de suma importancia evaluar la biocompatibilidad a los tejidos con MBA y de los diferentes derivados aminoácidos.

## ANEXOS

### Indice de tablas

Tabla 1. Líquidos utilizados en cementos de iónmero de vidrio.....	7
Tabla 2. Composición de dos ionómeros de vidrio.....	9
Tabla 3. Propiedades fisicoquímicas de los ionómeros de vidrio.....	12
Tabla 4. Muestreo para pruebas con ionómero experimental y grupo control.....	31
Tabla 5. Variables dependientes.....	33
Tabla 6. Variables independientes.....	34
Tabla 7. Señales obtenidas de MBAFpor FTIR-ATR.....	66
Tabla 8. Señales obtenidas de MBA por 1H-RMN.....	68
Tabla 9. Viscosidades a diferentes concentraciones de poli(ácido-acrílico).....	69
Tabla 10. Peso molecular viscosimetrico de PAA y % total de agua.....	70
Tabla 11. Pesos moleculares promedio.....	71
Tabla 12. Pesos moleculares viscosimétricos y obtenidos por GPC.....	72
Tabla 13. Espesor de película.....	78
Tabla 14. Requerimientos para cementos dentales.....	79

### Indice de figuras

Figura 1. Fuerza de adhesión de los ionómeros de vidrio a sustratos contaminados.....	13
Figura 2. Desgaste erosivo de ionómero de vidrio convencionales y fotocurables a diferentes pH.....	15
Figura 3. Una higiene pobre puede causar erosión severa y progresiva en restauraciones de ionómero de vidrio convencionales.....	15
Figura 4. Infiltración de tinte en IV asentados normalmente (a) y por ultra sonido (b), luego de 3 días de almacenaje en agua.....	16
Figura 5. Primera reacción de beta-alanina + hidróxido de sodio + H <sub>2</sub> O con agitación magnética constante.....	36
Figura 6. Reacción química de hidróxido de sodio y b-alanina en solución.....	36

Figura 7. Mezcla de reacción de la sal de sodio de la beta alanina y adición de cloruro de metacrililo gota a gota a 0-5°C en un baño de hielo.....	37
Figura 8. Reaccion química de sal de beta-alanina + cloruro de metacrililo en solución acuosa, formando MBA en solución y cloruro de sodio.....	37
Figura 9. Separación de fases de la solución por acidificación (a). Medición cualitativa de pH de la solución (b).....	38
Figura 10. Separación de la fase aceitosa de la fase acuosa de la solución en cloroformo, mediante un embudo de separación.....	38
Figura 11. Extracto aceitoso con Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> puro después de 48h de deshidratación, se observa una sola fase y los restos de Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	39
Figura 12. Dispositivo al vacío para eliminar el disolvente de cloroformo con calentamiento.....	39
Figura 13. Extracto aceitoso puro de color ámbar sin disolvente.....	40
Figura 14. Baño de agua del extracto a 90°C ± 5°C en tolueno.....	40
Figura 15. Eliminación de impurezas solidas del extracto por filtración.....	40
Figura 16. Dispositivo de destilación a presión reducida en baño de aceite para el extracto aceitoso disuelto en tolueno a 140°C ± 5°C conectado a dos trampas con nitrógeno liquido donde se recolectara el tolueno condensado.....	41
Figura 17. Extracto aceitoso puro obtenido.....	41
Figura 18. Precipitado con hexano congelado.....	41
Figura 19. Dispositivo de recristalización. El embudo buchner filtra el solido obtenido y elimina el hexano. El disolvente se atrapa en una trampa de vidrio sumergida en nitrógeno liquido al vacio.....	42
Figura 20. Cristales blancos de metacrililo beta alanina MBA.....	42
Figura 21. Equipo de RMN del IIM de la UNAM.....	43
Figura 22. Reactor de vidrio de 300ml.....	44
Figura 23. Cámara de humedad a temperatura controlada.....	45
Figura 24. Viscosímetro Ubbelohde 2C.....	46
Figura 25. Molde de acero de dos piezas para muestras de resistencia a la compresión.....	50

Figura 26. Abrazadera de tornillo. ....	51
Figura 27. Fotocurado de las muestra.....	51
Figura 28. Muestras para resistencia a la compresión.....	51
Figura 29. Medición de muestras.....	52
Figura 30. Prueba de resistencia a la compresión.....	52
Figura 31. Moldes de 25( $\pm$ 2) x 2 ( $\pm$ 0.1) mm para muestras de resistencia a la flexión. ....	53
Figura 32. Preparación de la muestra. ....	53
Figura 33. Fotocurado de muestras con MBA.....	53
Figura 34. Prueba de resistencia a la flexión.....	54
Figura 35. Molde para preparación de muestras de dureza.....	55
Figura 36. Molde con la muestra.....	55
Figura 37. Cámara de humedad y temperatura.....	56
Figura 38. Microdurómetro Fino-Test No 536 Frank.....	56
Figura 39. Medición de las huellas.....	57
Figura 40. Determinación de la relación de polvo-líquido.....	58
Figura 41. Molde para preparación de muestras de tiempo de fraguado.....	59
Figura 42. Mezcla de ionómero de vidrio.....	59
Figura 43. Muestra para tiempo de fraguado.....	59
Figura 44. Penetrómetro.....	60
Figura 45. Muestra penetrada.....	60
Figura 46. Medición de la lectura A del espesor de los vidrios.....	61
Figura 47. Colocación del cemento en la placa inferior.....	61
Figura 48. Dispositivo de carga.....	61
Figura 49. Medición del tiempo de fraguado.....	62
Figura 50. Dispositivo de carga a 150 N.....	62
Figura 51. FTIR-ATR de MBA.....	65
Figura 52. <sup>1</sup> H-RMN de MBA.....	67
Figura 53. Viscosidad reducida vs concentración.....	70
Figura 54. Curva de distribución de masas moleculares promedio.....	71

Figura 55. Análisis Termogravimétrico del PAA.....	73
Figura 56. Resistencia a la compresión de IV convencional VS ionómero/MBA...	74
Figura 57. Resistencia a la flexión de IV convencional VS ionómero/MBA.....	76
Figura 58. Dureza vickers de IV convencional VS ionómero/MBA.....	77

### Material y equipo utilizado en este estudio.

- Matraz de bola de tres bocas.
- Parrilla de calentamiento magnética.
- Iman electroagitador.
- Soporte universal.
- Pinzas de soporte universal.
- Vernier electrónico.
- Jeringa hipodérmica.
- Papel pH.
- Embudo de separación.
- Vaso de precipitado de 1L.
- Trampas de vidrio.
- Contenedores para nitrógeno líquido.
- Matraz de bola de 500 mL.
- Recipiente de vidrio.
- Aditamento de destilación de vidrio.
- Embudo de separación de vidrio Buchner.
- Reactor de vidrio de 300 mL.
- Agitador mecánico de acero inox.
- Vasos de precipitados de 500mL.
- Espátulas para polvos.
- Embudo de adición de vidrio.
- Embudo de condensación de vidrio.
- Cajas de Petri de vidrio.
- Cámara de temperatura y humedad controlada Fellisa a 60°C.
- viscosímetro Ubbelohde tipo 2C.
- contenedor tipo pecera con calentadores.
- Cronometro Mitutoyo.
- Pipeta.
- Molde de metal en dos piezas de acero inoxidable, con dimensiones internas de 6mm  $\pm$  0.1mm de altura y 4mm  $\pm$  0.1mm de diámetro.
- Loceta de vidrio.
- Espátula para cementos hu-fridey 324.
- Cámara de humedad y temperatura controlada Polyshine a 37 $\pm$ 1°C y humedad relativa de 90%.
- Abrazadera de tornillo.
- Lámpara de fotocurado luz led C8 Ivoclar Vivadent.
- Máquina universal de pruebas mecánicas (INSTRON<sup>®</sup>5567).
- Moldes rectangulares de 25( $\pm$  2) x 2 ( $\pm$ 0.1) mm.
- Cinta de poliéster (mylar).
- Lámina de vidrio.

- Molde de metal de 19mm de largo x 16mm de ancho con un orificio en el centro de 5mm de diámetro y 5mm de profundidad.
- Vidrios de 19 x 16mm y ancho de 2mm.
- Microdurómetro Fino-Test No 536, Frank.
- Microscopio de medición con aumento de 200 X y lámpara de iluminación de 5 W .
- Molde de metal de 19mm de largo x 16mm de ancho y 5mm de profundidad, con una abertura central de 10mm de largo y 8mm de ancho.
- Penetrómetro de 400 g  $\pm$  5g de masa y cuyo diámetro del extremo plano es de 1mm  $\pm$  0.1mm, con punta cilíndrica.
- Molde de metal de 19mm de largo x 16mm de ancho y 5mm de profundidad, con una abertura central de 10mm de largo y 8mm de ancho.
- Cámara de humedad y temperatura controlada polyshine a  $37\pm 1^{\circ}\text{C}$  y humedad relativa de 90%.
- Penetrómetro de 400 g  $\pm$  5g de masa y cuyo diámetro del extremo plano es de 1mm  $\pm$  0.1mm, con punta cilíndrica.
- Micrómetro mitutoyo con una precisión de  $\pm 1.25\mu\text{m}$ .
- Dispositivo de carga de una fuerza vertical de 150 N  $\pm$  2N
- Beta-alanina (Sigma).
- Cloruro de Metacrililo (Sigma).
- Hidróxido de sodio (Sigma).
- Ácido clorhídrico al 37% (Sigma).
- Cloroformo (Sigma).
- Cloroformo deuterado (Sigma).
- Sulfato de sodio anhidro (Sigma).
- Tolueno (Sigma).
- Persulfato de amonio, (99.7%,Sigma ).
- Ácido acrílico (99.69% Celanese Mexicana).
- 2-propanol, ( 99.98%, J.T. Baker.
- bromuro de sodio J.T. Baker.

## REFERENCIAS:

- 1 Smith DC. Development of glass-ionomer cement systems. *Biomaterials* 1998;19:467–78.
- 2 Wilson AD, Kent B. The Glass- Ionomer Cement, a New Translucent Dental Filling Material. *J. Appl. Chemical Biotechnology* 1971; 21, 313.
- 3 Mitra, S. Adhesion to dentine and physical properties of a light cured glass ionomer liner/base. *J. Dent Res.* 1991;70(1):72-74.
- 4 Barceló SF, Palma CJ. *Materiales Dentales. Conocimientos básicos aplicados.* 2ª ed. México: Trillas; 2004.
- 5 Vega del Barrio JM. *Materiales en Odontología. Fundamentos biológicos, clínicos, biofísicos y fisicoquímicos.* Madrid: Ediciones Avances medico dentales;1996.
- 6 Díaz Suarez, Dante Sergio, Tesis de maestría, Valoración física de formulaciones a base de poliácido acrílico experimental, polvo de zinc y fluoroaluminosilicato, desarrollados en el laboratorio de investigación de materiales dentales en base a la Norma No. 96 ADA, 2007. 001-11262-D1-2007.
- 7 Wilson AD, Nicholson WJ. *Acid-base cements, their biomedical and industrial applications.* Great Britain: Cambridge University press; 1993.
- 8 Braden M, Clarke RL, Nicholson J, Parker S. *Polymeric Dental Materials.* Berlín, Germany: Springer-Verlag; 1997.
- 9 Wilson AD. A hard decade's work: steps in the invention of the glass-ionómero cement. *J Dent Res* 1996;75 (10):1723-27.
- 10 Anusavice KJ. *Phillips Ciencia de los materiales dentales.* 11ª ed. Madrid, España: McGraw-Hill Interamericana; 2004.
- 11 Crisp S, Wilson AD. Reaction in glass ionómero cements: III The precipitation reaction. *J Dent Res* 1974;53 (6):1420-4.
- 12 Wilson AD, Crisp S, Ferner AJ. Reactions in Glass-Ionomer cements: IV. Effect of chelating comonomers on setting behaviour. *J Dent Res* 1976;55 (3): 489-95.
- 13 Bansal RK, Tewari US, Singh P, Murthy DV. Modified polyalkenoate (glass-ionómero) cement- a study. *Journal of Oral Rehabilitation* 1995;22:533-37.

- 14 Min W. Developing bioactive composite materials for tissue replacement. *Biomaterials*, 2003;24:13:2133-51.
- 15 Pashley DH, Tay FR, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, Ito S. Degradation of dentin collagen by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 2004; 83: 216-21.
- 16 Smith B, Wright P, Brown D. An Introduction to the general properties of dental materials. *The Clinical Handling of Dental Materials*. McGraw-Hill Interamericana. Segunda edición, EUA, 1996:1-12.
- 17 Mount GJ. Glass-ionomer cements: Past, present and future. *Oper Dent* 1994; 19: 82-90.
- 18 McLean JW. Dentinal bonding agents versus glass-ionomer cements. *Quintessence Int* 1996; 27: 659-67.
- 19 De Gee AJ, van Duinen RNB, Werner A, Davidson CL. Early and long term wear of conventional and resin modified glass ionomers. *J Dent Res* 1996; 75: 1613-9.
- 20 Kleverlaan CJ, van Duinen RNB, Feilzer AJ. Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods. *Dent Mater* 2004; 20: 45-50.
- 21 Wilson D, Alan Mc Lean, John W. *Glass Ionomer Cement*. First Edition Quintessence Publishing, Co. Inc. Chicago, 1988.
- 22 Preparation of glass-ionomer cement using N-acryloyl-substituted amino acid monomers: evaluation of physical properties, *Dent. Mater.*, 1996 (Jan.); 12: 44-51.
- 23 Kent, B.; Lewis, B.; Nilson, A.: The properties of a glass ionomer cement. *Br. Dent. J.* 1973; 135(7): 322-326.
- 24 Albers, H.: *Odontología estética. Selección y colocación de materiales*. Edit. Labor. Barcelona 1988.
- 25 Guerrero Ibarra Jorge. Tesis de Maestría. Valoración física en base a la norma de cementos de carboxilato de zinc, estudio comparativo con polvo experimental. 1997, 001-01467-G1-1997-1.
- 26 Miyaki Ishihara PF. Tesis de Maestría, Desarrollo experimental del liquido a base de acido poliacrílico para su uso en cementos de carboxilato de zinc e ionomero de vidrio. *Facultad de Odontología* Universidad Nacional Autonoma de Mexico, 2003, p. 113. 001-01475-M2-2003.

27 Torre García, Mariana La. Tesis de Maestría, Desarrollo de la molécula de poli(ácido-acrílico) y medición del peso molecular.1998. 001-01421-T7-1998-13.

28 Dong Xie, Wei Wu , Aaron Puckett , Brandon Farmer , Jimmy W. Mays. Novel resin modified glass-ionomer cements with improved flexural strength and ease of handling. *European Polymer Journal* 40 (2003) 343–351.

29 Dong Xie, Il-Doo Chunga, Wei Wua, Jack Lemonsa, Aaron Puckettb, Jimmy Maysc. An amino acid-modified and non-HEMA containing glass-ionomer cement, *Biomaterials* 25 2004 1825–1830

30 Dong Xie, Mona Faddah. Novel amino acid modified zinc polycarboxylates for improved dental cements *Dental Materials* (2005) 21, 739–748.

31 Dong Xie. Synthesis and preparation of novel 4-arm star-shape poly(carboxylic acid)s for improved light-cured glass-ionomer cements, *Dent Mater.*, 2007; 23:395-403.

32 Dong Xie. A novel comonomer-free light-cured glass-ionomer system for reduced cytotoxicity and enhanced mechanical strength, *Dent. Mater.*, 2007; 23:994-1003.

33 Alireza Moshaverinia, Nima Roohpour, Ihtesham U. Rehman. Synthesis and characterization of a novel N-vinylcaprolactam-containing acrylic acid terpolymer for applications in glass-ionomer dental cements *Acta Biomaterialia* 5 (2008) 2101–2108.

34 Alireza Moshaverinia, Nima Roohpour, Jawwad A. Darr, Ihtesham U. Rehman, Synthesis of a proline-modified acrylic acid copolymer in supercritical CO<sub>2</sub> for glass-ionomer dental cement applications. *Biomaterial* 5 (2009) 1656–1662.

35 Dong Xie. Preparation and evaluation of a novel glass-ionomer cement with antibacterial functions, *Dent. Mater.*, 2011; 27:487-496.

36 Yiming Weng a, Leah Howard a, Voon Joe Chong a, Jun Sun b, Richard L. Gregory b, Dong Xie. A novel furanone-modified antibacterial dental glass ionomer cement. *Acta Biomaterialia* 8 (2012) 3153–3160.

37 Yacamán MS, Reyes J. “Microscopía Electrónica, Una visión del Microcosmos. Fondo de Cultura Económica. México, 1995.

38 Abraham RJ, Fisher J, Loftus P. *Introduction to NMR Spectroscopy*. Wiley, Chichester, 1998.

39 Akkitt JW. *NMR and Chemistry. An Introduction to Modern NMR Spectroscopy*. Chapman Hall , tercera edición. Londres, 1992.

40 Norma ADA 96 cementos dentales.

41 Norma ADA 27 Resinas compuestas.

42 Norma ASTM E92-82 para microdureza y biocompatibilidad.

43 Varaprasad D, Rosthauser J, Winston A. Hydroxamic acid polymers: effect of structure on the chelation of iron in water. *J Polym Sci Polym chem* 1984; 22 2131.

44 A. Winston and D. Kirchner, *Macromolecules*, 11, 597(1878). *J Polym Sci Polym chem*.

45 Carlos Andres Alvarez Gayosso Compuestos polielectrolitos a partir de oxidos y sales de metales trivalentes / III, 188 páginas 2000 UNAM tesis que para obtener el grado de Doctor en Ciencias Quimicas.

46 G. Swift, K.A. Hughes, " Polimerizacion en Solucion", *Enc. Polym. Sci. Eng*, Vol 15, John Wiley and Sons, New York, 402 (1985).

47 S. Sander, W. Karo, "Polymer Synthesis", Vol. II, Cap. 9, Academic Press, Inc, 1977.

48 Norma ASTM D446-89: Standard specifications and operating instructions for glass capillary Kinematic viscometers, Philadelphia, 1993.

49 Norma ASTM D2857-87: Standard Practice for Diluted Solution Viscosity of Polymers, Philadelphia, 1993.

50 H. Elias, "Macromolecules, structure and properties", cap 6, Plenum Press, New York, 1997.

51 Stanislawski L, Daniau X, Lauti A, Goldberg M. Factors responsible for pulp cell cytotoxicity induced by resinmodified glass ionomer cements. *J Biomed Mater Res* 1999; 48(3):277—88.

52 Goodwin CJ, Davy KW, Braden M, Downes S, Marshall NJ. Effect of co-monomer composition on the integrity of bioactive growth hormone released from novel PEMA based polymers. *J Biomed Mater Res* 1996;32(4):635—43.

53 Oliva A, Della Ragione F, Salerno A, Riccio V, Tartaro G, Cozzolino A, D'Amato S, Pontoni G, Zappia V. Biocompatibility studies on glass ionomer cements by primary cultures of human osteoblasts. *Biomaterials* 1996;17(13): 1351—6.

54 Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 1997;105(2):97—116.

---