



**Síntesis y caracterización de un
terpolímero basado en ácido acrílico,
itaconico y sórbico como componente
líquido de un cemento dental**

YUNARI EXSINETH LEÓN CAICEDO

GEORGE MICHAEL NIZO OLIVA

**UNIVERSIDAD ECCI
FACULTAD INGENIERÍA
INGENIERÍA MECÁNICA
BOGOTÁ, D.C.**

2018

Síntesis y caracterización de un terpolímero basado en ácido acrílico, itacónico y sórbico como componente líquido de un cemento dental

YUNARI EXSINETH LEÓN CAICEDO

GEORGE MICHAEL NIZO OLIVA

Tesis presentada como requisito para optar al título de:

Ingeniero Mecánico

Directora:

Magister SANDRA PATRICIA ROMERO PRIETO

Coodirector:

PhD. Leonardo Pacheco Londoño

**UNIVERSIDAD ECCI
FACULTAD INGENIERÍA
INGENIERÍA MECÁNICA
BOGOTÁ, D.C.**

2018

DEDICATORIA

Quiero dedicar este proyecto de grado a mis padres Luis Nizo y Meli Oliva porque gracias a su apoyo y esfuerzo estoy por culminar esta etapa de mi vida.

A mis hijos Miüler y Santiago que son la inspiración para seguir adelante en cada paso que doy y a Dios por guiarme en el camino de la ciencia.

George

Dedico este trabajo a Dios que me guía en el camino para conseguir aquello que deseo.

A quién hoy es mi compañía y me da la oportunidad de admirarlo por su humildad y alegría.

A quién me motivó a iniciar mis estudios en Ingeniería porque, aunque siempre lo quise, de su lado todo fue más fácil.

Porque fue fuerte y me dio la oportunidad de hacer lo que quería de una manera mejor.

Yunari

Agradecimientos

Los autores expresan sus agradecimientos:

A la magister Sandra Patricia Romero Nieto porque con sus conocimientos, su dedicación y su disposición nos invitó, nos motivó y nos acompañó en todas las actividades que tuvieron que ver con la realización de este trabajo.

A la universidad ECCI porque otorgó los recursos financieros para la realización de este trabajo mediante convocatoria interna.

A la ingeniera Mónica y a todo el personal encargado del laboratorio de la universidad ECCI por la disposición de tiempo, materiales y conocimientos para la realización de las diferentes pruebas.

A todo el grupo de investigadores de la Universidad ECCI que están vinculados con el macro proyecto “Síntesis y caracterización del componente líquido para cementos dentales de ionómero de vidrio” por la colaboración en la realización y el análisis de los resultados de las pruebas.

Resumen

Este trabajo presenta la síntesis y caracterización de un componente líquido de un cemento dental de ionómero de vidrio. Dicho componente consta de un terpolímero a base de ácido acrílico (AA), ácido itacónico (AI) y ácido sórbico (AS) aditivado con ácido tartárico y agua.

La síntesis del terpolímero se realizó utilizando diferentes composiciones de persulfato, siendo este componente el iniciador, y dejando constantes las concentraciones de monómeros en una relación molar 8:1:1.

El componente líquido obtenido se caracterizó mediante las técnicas de espectrografía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), cromatografía por exclusión de tamaños y viscosidad, las cuales evidenciaron que sí hubo síntesis de los monómeros.

Luego el terpolímero se mezcló con un vidrio comercial GIC Fuji II para caracterizar sus propiedades mecánicas a compresión y para ser analizado microestructuralmente mediante la técnica SEM.

Los resultados mostraron que la combinación de ácido acrílico (AA), ácido itacónico (AI) y ácido sórbico (AS) al 0.5% de persulfato fue la que presentó mejor resistencia a la compresión.

Palabras claves: Síntesis de terpolímeros, componente líquido, cemento dental, monómero, terpolímero

Abstract

This work presents the synthesis and characterization of a liquid component of a glass ionomer dental cement. Said component consists of a terpolymer based on acrylic acid (AA), itaconic acid (AI) and sorbic acid (AS) additivated with tartaric acid and water.

The synthesis of the terpolymer was carried out using different persulfate compositions, this component being the initiator, and leaving the monomer concentrations constant in a molar ratio of 8: 1: 1.

The liquid component obtained was characterized by Fourier transform infrared spectrography (FTIR), size exclusion and viscosity chromatography, which showed that there was synthesis of the monomers.

Then the terpolymer was mixed with a commercial GIC Fuji II glass to characterize its mechanical properties under compression and to be analyzed micro structurally by the SEM technique.

The results showed that the combination of acrylic acid (AA), itaconic acid (AI) and sorbic acid (AS) at 0.5% persulfate was the one that presented the best resistance to compression.

Keywords: Terpolymer synthesis, liquid component, dental cement, monomer,

Abreviaturas

AA: Ácido acrílico

AC: Ácido carboxílico

AI: Ácido itacónico

AS: Ácido sórbico

FTIR: Espectrografía infrarroja por transformada de Fourier

GIC: Cemento de ionómero de vidrio

HPLC- GPC: Técnica de Cromatografía Líquida de Alta Resolución y Permeabilidad.

NVP: N-vinilpirrolidona

pe: peso

SEM: Microscopía electrónica de barrido

SEC: Cromatografía por exclusión de tamaños

Contenido

Resumen	6
Abstract	7
Lista de Ilustraciones	11
Lista de tablas.....	12
Introducción	13
1. Capítulo 1: Marco Teórico	16
1.1 Conceptos iniciales.....	16
Cemento de ionómero de vidrio (GIC)	16
Ácido carboxílico (AC)	17
Ácido acrílico (AA)	17
Ácido itacónico (AI).....	18
Ácido sórbico (AS).....	18
Polimerización	19
Polimerización por radicales libres.....	19
Técnicas de destilación al vacío	20
1.2 Técnicas instrumentales de caracterización.....	20
Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	20
Cromatografía de exclusión por tamaño (SEC).....	21
Viscosidad de polímeros – prueba de reología	22
Ensayo de compresión	22
Microscopía Electrónica De Barrido SEM	23
Antecedentes.....	24
2. Capítulo 2: Procedimiento Experimental.....	27
Etapa 1. Síntesis de los terpolímeros.....	27
Etapa 2. Deshidratación y purificación de los poliácidos	30
Etapa 3. Caracterización en cuanto a FTIR y cromatografía de los poliácidos.....	31
Etapa 4. Formación del componente líquido de ionómero de vidrio y mezcla con el vidrio comercial de ionómero de vidrio (cemento dental).....	32
Etapa 5. Caracterización del cemento dental en cuanto a su viscosidad y propiedades mecánicas de compresión	32
Etapa 6. Caracterización de cemento dental en cuanto a SEM.....	32
3. Capítulo 3: Resultados y análisis de resultados	33
Caracterización por medio de FTIR de los polímeros sintetizados	33

<i>Caracterización en cuanto a las propiedades mecánicas a compresión</i>	37
<i>Caracterización en cuanto a SEM</i>	39
<i>Caracterización de peso molecular por medio de SEC</i>	40
<i>Caracterización en cuanto a viscosidad</i>	41
<i>Conclusiones</i>	43
<i>Bibliografía</i>	45

Lista de Ilustraciones

<i>Ilustración 1. Estructura química del ácido acrílico. Tomada de https://www.sigmaaldrich.com.....</i>	<i>18</i>
<i>Ilustración 2. Estructura química del ácido acrílico. Tomada de https://www.sigmaaldrich.com.....</i>	<i>18</i>
<i>Ilustración 3. Estructura química del ácido sórbico. Tomada de https://sigmaaldrich.com</i>	<i>19</i>
<i>Ilustración 4. Aparatos utilizados para preparar el Homopolímeros y copolímeros de ácido acrílico. (STEPHEN CRISP, June 1980).....</i>	<i>25</i>
<i>Ilustración 5. Viscosidad y peso molecular de las fibras sintetizadas. Tomada de (Tomoko Yamazaki W. B., January 2005).....</i>	<i>26</i>
<i>Ilustración 6.Reactor de polimerización. Fuente este estudio.....</i>	<i>29</i>
<i>Ilustración 7.Reactor empleado para proceso de purificación. Fuente: Este estudio.....</i>	<i>30</i>
<i>Ilustración 8. Espectros de FTIR de los monómeros AA, AI, AS</i>	<i>34</i>
<i>Ilustración 9. Espectros c=O de terpolímeros antes y después de los lavados</i>	<i>35</i>
<i>Ilustración 10.Espectro c=c de los terpolímeros lavados y sin lavar.....</i>	<i>36</i>
<i>Ilustración 11.Comparación de los espectros de los terpolímeros sintetizados con el polímero Fuji II.....</i>	<i>37</i>
<i>Ilustración 12. Resistencia promedio a la compresión de los terpolímeros y el polímero Fuji II</i>	<i>38</i>
<i>Ilustración 13.Superficie de fractura de los cementos</i>	<i>39</i>
<i>Ilustración 14. Peso molecular de los terpolímeros y Fuji II.....</i>	<i>40</i>
<i>Ilustración 15.Viscosidad de los terpolímeros sintetizados y el polímero Fuji II.....</i>	<i>41</i>

Lista de tablas

<i>Tabla 1. Variables y constantes de la síntesis.....</i>	<i>28</i>
<i>Tabla 2. Diferencia de pesos antes y después de la deshidratación de las combinaciones de los terpolímeros.</i>	<i>31</i>
<i>Tabla 3. Resistencia promedio a la compresión de los terpolímeros sintetizados y el polímero Fuji II.....</i>	<i>38</i>

Introducción

Las calzas dentales podrían definirse a partir de la amalgama, la resina y el cemento de ionómero de vidrio. La amalgama se caracteriza por ser un buen sellador y tener buena resistencia a la compresión, pero desde los años 90 su uso como restaurador dental ha ido en decadencia por su efecto tóxico debido al mercurio que la compone. La pigmentación mucosa o tatuaje por amalgama, por sus componentes metálicos aparte del mercurio, como la plata y el estaño pueden producir efectos negativos en la zona bucal de contacto. (Vera-Sirera, Risueño-Mata, Ricart-Vayá, Baquero Ruíz de la Hermosa, & Vera-Sempere, 2012)

La resina presenta inconvenientes de sellamiento porque al contraerse deja espacios vacíos y el cemento dental de ionómero de vidrio aunque sella mejor que la resina, es frágil, no presenta mayores propiedades físico mecánicas y resulta sensible a la humedad en las primeras etapas de fraguado. Por esto, se ha investigado sobre cómo optimizar los componentes para mejorar las propiedades mecánicas del cemento de ionómero de vidrio. (Sun, Yan, Duan, Zhang, & Liu, 2018)

El cemento de ionómero de vidrio consta de un componente líquido y un componente sólido. El componente líquido es un terpolímero a partir de ácidos policarboxílicos que se unen a un vidrio básico. Luego, entre el terpolímero que es ácido y el vidrio que es una base se forma una reacción ácido-base que conforman una polisal (Rahman, Ghazali, Bakar, & Masudi, 2017)

Conociendo las desventajas tóxicas de la amalgama, en Colombia actualmente se utiliza ésta como restaurador dental porque resulta manejable y su costo de producción es menor que el del cemento de ionómero de vidrio. Sin embargo, sí se quisiera reemplazar ésta por el uso de un material restaurador dental como el cemento de ionómero de vidrio o la resina entonces tocaría importar parte de los insumos porque en el país no son comercializados.

En tanto, en este trabajo se propone la obtención de un componente líquido de un cemento dental de ionómero de vidrio porque es más fácil conseguir la materia prima, si se compara con las dificultades para encontrar la materia prima para la resina; pasando por su propiedad de liberación de fluoruro hasta su facilidad para unirse directamente a los huesos y a los dientes. (T. de Caluwé, 2017)

Además, es un cemento de restauración dental que tiene un coeficiente de dilatación térmica similar al que presenta el esmalte de los dientes, se adhiere a la dentina, es biocompatible y bajo en citotoxicidad. (Rahman et al., 2017)

Así, el objetivo general de este trabajo consiste en sintetizar y caracterizar, mediante las técnicas de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), cromatografía por exclusión de tamaños y viscosidad, un componente líquido de cemento dental de ionómero de vidrio que sirva como restaurador dental, con base en ácido acrílico (AA), ácido itacónico (AI) y ácido sórbico (AS); este último, porque es biocompatible, se puede polimerizar y es soluble en agua.

Los objetivos específicos son:

- Sintetizar tres combinaciones de terpolímero a base de ácido acrílico, itacónico y sórbico como componente líquido de cemento dental de ionómero de vidrio
- Caracterizar los componentes líquidos de cemento dental obtenido en cuanto a prueba de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).
- Caracterizar los componentes líquidos de cemento dental obtenido en cuanto a su peso molecular.
- Caracterizar los componentes líquidos de cemento dental obtenido en cuanto a su viscosidad
- Analizar los resultados obtenidos y determinar que combinación de ácido acrílico, itacónico y sórbico presentan las mejores propiedades mecánicas.

Este trabajo se divide en tres capítulos en los que se presentan un marco teórico que permite al lector introducirse en el tema, el proceso de obtención del componente líquido, la descripción de la combinación del componente líquido con

el vidrio, la caracterización de la síntesis obtenida y el análisis de los resultados. Estos permitieron determinar cuál combinación de ácido acrílico (AA), ácido itacónico (AI) y ácido sórbico (AS) presentó mejores propiedades mecánicas.

1. Capítulo 1: Marco Teórico

1.1 Conceptos iniciales

Cemento de ionómero de vidrio (GIC)

Fue descubierto por Wilson y Kent finalizando el año 1960. Es un cemento a base de agua que se obtiene a partir de cemento de silicato y sal de policarboxilato; su uso como material de restauración dental es amplio en aplicaciones clínicas porque tiene características biocompatibles, presenta buena adhesión al diente; contiene fluoruro que libera propiedades anticariogénicas con buenas propiedades de sellado marginal y alto coeficiente de retención.(Rahman et al., 2017)

De manera general, los cementos de ionómero de vidrio son materiales utilizados desde 1972 y se caracterizan por su complejidad debido al vidrio, el agua y los poliácidos que lo componen.(Nicholson, 2016)

Para preparar GIC se parte de una solución acuosa de ácido polialquenoico que reacciona con un componente de vidrio en polvo de carácter básico. La solución acuosa puede ser de ácido poliacrílico o un copolímero acrílico-maleico.

Cuando el ácido se mezcla con la base se liberan iones de calcio, aluminio, sodio y flúor que forman redes de ácido polialquenoico. Pasados mínimo dos y máximo cinco minutos el cemento se endurece y da paso a su terminación; sin embargo, la reacción aún no se detiene y permite describir procesos de maduración derivados del aumento correlacional entre la cantidad de iones y el tiempo, el aumento en la cantidad de agua que se adiciona en el cemento, la formación de fragmentos de silanol en la superficie de las partículas de vidrio y el cambio en el tamaño de los poros en el cemento.(Kent, Lewis, & Wilson, 1979)

Aunque el proceso de obtención de cementos de ionómero de vidrio converge en la obtención de propiedades físicas y químicas que son generales, de manera particular cada cemento tiene unas características que apenas son similares.(Culbertson, 2001)

En 1990, aunque no se indica en la referencia quién fue (Nicholson, 2016), se conoce que se desarrolló un cemento de ionómero de vidrio que se caracterizó por su alta viscosidad, lo cual es bueno porque a mayores valores de viscosidad se presentan mejores propiedades mecánicas; y su uso se relacionó con la técnica de tratamiento restaurativo sobre la propiedad adhesiva del ionómero. (Askeland & Phulé, 2004)

Por otro lado, los ionómeros de vidrio modificados con resina se introdujeron a partir de 1991 como materiales de revestimiento. Son materiales que incluyen componentes adicionales e iniciadores para polimerizar por adición. (Nicholson, 2016)

Ácido carboxílico (AC)

Son compuestos que se caracterizan por la presencia del grupo carboxilo (-COOH) que se encuentra unido a un grupo alquilo. Están presentes en productos comerciales de la cosmetología, la dermatología y la agronomía y se utilizan frecuentemente para proporcionar acidez a los compuestos orgánicos. (Pérez Rodríguez, Elizondo Martínez, & Nájera Martínez, 2005)

Existen ácidos carboxílicos que carecen de solubilidad en agua para llevar a cabo su valoración directa en ese medio. Así, se acude a disolver el ácido en etanol y valorarse con una base acuosa. Del mismo modo, se puede disolver el ácido en un exceso del patrón alcalino, ello seguido de valoración por retroceso con un patrón ácido. (Douglas A. Skoog, 2005)

Ácido acrílico (AA)

Es un ácido carboxílico medianamente tóxico, incoloro, inflamable y volátil; se caracteriza porque con agentes oxidantes es altamente reactivo. Inicialmente la producción de este ácido estaba relacionada con el proceso de hidrólisis pero con el tiempo este proceso fue reemplazado por otro que implica mayores gastos económicos. (Li et al., 2018)

Las aplicaciones de este ácido resultan importantes en el comercio porque tiene aplicaciones en diversos ámbitos: minería, agricultura, cuidado personal,

tratamiento de aguas residuales, pinturas, detergentes, extracción de petróleo, etc. (Capasso Palmiero et al., 2016).

En la ilustración 1 se muestra la estructura química del ácido acrílico cuya fórmula molecular es $C_3H_4O_2$

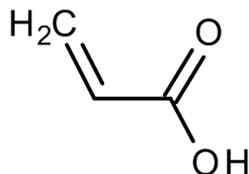


Ilustración 1. Estructura química del ácido acrílico. Tomada de <https://www.sigmaaldrich.com>

Ácido itacónico (AI)

Se trata de un ácido dicarboxílico de cinco carbonos, soluble en agua, insaturado, capaz de conformar un polvo cristalino y blanco. Sus propiedades permiten diversas aplicaciones entre las que se cuenta su uso como aditivo en la industria alimentaria. (Juliana C. da Cruz, 2017)

Existe gran interés en la producción de ácido itacónico y aunque hay diversos microorganismos que pueden producirlo, industrialmente se obtiene por un hongo con filamentos conocidos como hifas. Éste ácido pasa por diferentes procesos de purificación para obtener un alto grado de pureza, ejemplo de éstos es la extracción con disolvente y la decoloración. (Juliana C. da Cruz, 2017)

La ilustración 2 muestra la estructura química del monómero ácido itacónico (AA) cuya fórmula molecular es $C_5H_6O_4$

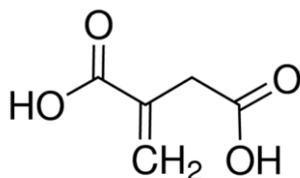


Ilustración 2. Estructura química del ácido acrílico. Tomada de <https://www.sigmaaldrich.com>

Ácido sórbico (AS)

Es un ácido graso monocarboxílico insaturado que se utiliza en su forma de sales minerales para conservar los alimentos. De manera general este ácido llama la

atención de científicos por su estructura química y por sus propiedades, que han sido estudiadas por medio de técnicas como rayos DRX. Su interés se basa en la multitud de aplicaciones que posee y que van desde la industria de los alimentos hasta la fabricación de productos para el cuidado personal, pasando por productos dietéticos, farmacéuticos, médicos, etc. (Saraiva et al., 2017)

La ilustración 3 muestra la estructura química del ácido sórbico cuya fórmula molecular es $C_6H_8O_2$

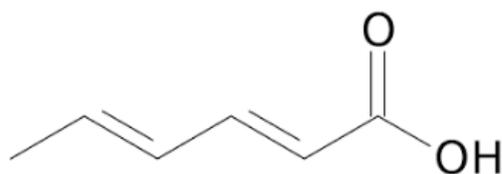


Ilustración 3. Estructura química del ácido sórbico. Tomada de <https://sigmaaldrich.com>

Polimerización

Es un proceso de reacción química en el que se agrupan moléculas de un compuesto químico mediante calor, luz o un catalizador para formar una macromolécula o polímero. Aunque existen diferentes tipos de reacciones, todas las polimerizaciones parten de pequeñas moléculas que se van agrupando entre sí para formar macromoléculas. Las pequeñas moléculas se conocen como monómeros de bajo peso molecular que al polimerizarse producen polímeros de alto peso molecular. (Askeland & Phulé, 2004)

Las reacciones de polimerización se clasifican en polimerización por condensación y polimerización por adición. La primera permite que dos compuestos orgánicos reaccionen químicamente para formar otro de mayor peso molecular y se diferencia de la segunda porque en ésta la molécula completa de monómero hace parte del polímero formado y evita la formación de subproductos. (Askeland & Phulé, 2004)

Polimerización por radicales libres

Se define como una reacción química rápida entre monómeros que pueden o no ser idénticos; es un método de polimerización que se utiliza para sintetizar polímeros a partir de monómeros con enlaces dobles del tipo carbono-carbono. Se conoce

también como reacción en cadena porque implica cuatro reacciones (iniciación, propagación, transferencia, terminación). En este caso, el monómero y los elementos propagantes que actúan pueden reaccionar entre sí; la migración de átomos altera su ordenamiento en el polímero obtenido pero mantiene la composición química porcentual del monómero inicial. (Davis, 1998)

Técnicas de destilación al vacío

Es una técnica que permite separar las sustancias que tienen diferentes puntos de ebullición y que componen una mezcla, comúnmente líquida, a partir de vacío parcial dentro del sistema de destilación, evitando la descomposición térmica de los materiales y aliviando los procesos de corrosión. Es una técnica utilizada en la industria de alimentos, en la industria biológica, farmacéutica y de tratamiento de aguas residuales. (Jaeheum Jung, 2014).

Esta técnica está relacionada con el presente trabajo porque se empleó para eliminar la presencia de oxígeno en un reactor que se utilizó para llevar a cabo la síntesis del terpolímero; el reactor se sometió a drenaje con nitrógeno a 1 bar de presión durante 30 minutos.

1.2 Técnicas instrumentales de caracterización

Las técnicas instrumentales de caracterización son herramientas que sirven para describir comportamientos, formular hipótesis, predecir eventos y concluir estudios de algún tema de interés científico e investigativo.

En el desarrollo de este trabajo se emplearon cuatro técnicas que permitieron describir algunas características del terpolímero sintetizado. A continuación se describe cada una.

Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Es una técnica que consiste en hacer pasar un haz de infrarrojo a través de una muestra en estudio, en donde de acuerdo a su composición química, se absorbe o se trasmite dicha radiación que se muestra en forma de espectros en una pantalla.

Lo importante de esta técnica es que cada espectro resulta ser como una huella digital del compuesto que se esté exponiendo. (J, J Urin. 2002)

Esta técnica se ha empleado para caracterizar diferentes tipos de materiales en áreas como la medicina y la industria porque en comparación con otras técnicas, puede medir la longitud de una onda sin la necesidad de referenciar o calibrar con anticipación como si sucede con un monocromador o un interferómetro. Además, el montaje para la aplicación de la técnica es básico y consiste en la colocación de la muestra sin la necesidad de utilizar otros elementos que dispersen el espectro. (J, J Urin. 2002)

Al igual que otras técnicas, la técnica FTIR presenta limitaciones y desventajas. Por ejemplo, la medida del espectro de un material puede modificarse al hacer diferentes muestreos porque la concentración de átomos es diferente a medida que transcurre el tiempo. Así mismo, la variación de la fuente de luz por vibraciones mecánicas puede alterar el interferograma, lo que conduce a un perfil reconstruido que no corresponde con el original. (J, J Urin. 2002)

Sin embargo, ésta es una técnica que ha sido utilizada ampliamente en el estudio y la caracterización de diferentes materiales. Por ejemplo, en el artículo “The measure of wear in N-vinyl pyrrolidinone (NVP) modified glass-ionomer cements” el autor menciona que los polímeros fueron caracterizados mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y resonancia magnética y concluyeron que la viscosidad del terpolímero sintetizado aumentaba a medida que aumentaba la concentración de ácido acrílico, y en cambio, la viscosidad disminuía a medida que aumentaba la concentración de N-vinyl pyrrolidinone. (Tomoko Yamazaki W. B., 2005)

Cromatografía de exclusión por tamaño (SEC)

Es una técnica que consiste en separar los componentes de una mezcla de acuerdo con su peso molecular. Las moléculas más pequeñas del compuesto pasan más tiempo en los poros del material, en cambio que las moléculas más grandes eluyen antes, lo que significa que si se aplica esta técnica en algún material, se puede

inferir sobre su viscosidad dado que a mayor peso molecular mayor es la viscosidad. (Goyon et al., 2017).

Es una técnica ampliamente utilizada para la caracterización de proteínas y el control de calidad. Principalmente determina de manera cuantitativa los agregados (dímeros, trímeros, tetrámeros, etc.) de las proteínas separándolas en especies de proteínas de alto o bajo peso molecular. (Goyon et al., 2017)

Viscosidad de polímeros – prueba de reología

La reología es la ciencia que estudia las propiedades de los fluidos, las deformaciones de los cuerpos sólidos y su comportamiento tras la reacción de fuerzas externas. (Lopez, 2014)

Uno de los métodos de la reología para el estudio del flujo se conoce como “estudio de viscosidad por placas paralelas” y consiste en separar el fluido en dos placas que pueden ser cilíndricas o planas. El movimiento de una de las placas implica un gradiente de velocidad a lo largo del fluido y determina la viscosidad. (Lopez, 2014) El viscosímetro que se utiliza para estudiar el flujo por medio de placas paralelas resulta práctico porque además puede usarse con fluidos no Newtonianos; sin embargo, una de sus mayores desventajas es el costo. (Lopez, 2014)

La medición de viscosidad de los poliácidos finales que se presenta en este trabajo, consistió en localizar el fluido entre dos placas paralelas. Una, que se define como placa superior que gira; y la otra, que se conoce como placa inferior que permanece inmóvil; en este caso, los elementos del fluido más próximo a la placa superior presentan mayor velocidad que los elementos del fluido más cercano a la placa inferior. Finalmente se presenta un cizallamiento o fuerza cortante entre las dos placas, que a modo de ventaja, requiere cantidades mínimas de muestra. (Quesada, 2008)

Ensayo de compresión

Se trata de un ensayo técnico que determina y registra el comportamiento de los materiales cuando son sometidos a cargas aplastantes. Los datos que se obtienen permiten comparar la extensión de los materiales sometidos; al graficar los datos

también es posible determinar el punto máximo de ruptura del respectivo material, esto debido a la capacidad de la prueba para simular diferentes escenarios en los que el compuesto se deforma.

Las pruebas de compresión que se documentan en este trabajo se desarrollaron con base en la norma ISO 9917-1:2003.

Microscopía Electrónica De Barrido SEM

Es una técnica de microscopía electrónica que consiste en enfocar un fino haz de electrones que está acelerado con energía de excitación entre 0.1kV y 30kV sobre una muestra produciendo una interacción electrón-materia. El haz de electrones se desplaza sobre la superficie de la muestra y la interacción entre éstos produce señales que se presentan en un detector y permiten la observación, caracterización y el análisis superficial de los materiales

La técnica SEM permite la observación y caracterización de materiales poliméricos, biológicos orgánicos, inorgánicos, arqueológicos, metalúrgicos, entre otros, a partir de la información morfológica, topográfica y de composición de las muestras que se presenta en imágenes de alta resolución porque alcanzan hasta los 3nm. (Fernández, 2012).

Antecedentes

En la actualidad se han encontrado rutas para mejorar las propiedades de los GIC empleando copolímeros de ácido acrílico modificados con aminoácidos, y copolímeros de ácido acrílico y N-vinilpirrolidona (NVP). (C.A. Costa J. H., 2003)

Entre las diferentes alternativas que han existido para mejorar las propiedades mecánicas del cemento dental se encuentra la producción de un material compuesto de ionómero de vidrio y resina, sin embargo, este último muestra desventajas porque puede presentar efectos relacionados con citotoxicidad, caries e irritaciones de la pulpa dental (C.A. Costa J. H., 2003)

Dentro de los trabajos realizados para la síntesis de un poliácido generalmente se usa la técnica de polimerización por radicales libres en una solución acuosa, a partir de un iniciador y un agente de transferencia (Crisp, Kent, Lewis, Ferner, & Wilson, 1980).

De acuerdo con la bibliografía, la primera síntesis que se realizó para la obtención de cemento de ionómero de vidrio data del año de 1967 en un laboratorio británico por Wilson y Kent (A. Khan M. H., 2013); en este proceso se empleó un balón de cinco bocas como el que se visualiza en la ilustración 4 y probetas que tenían 8 mm de diámetro x 4 mm de longitud.

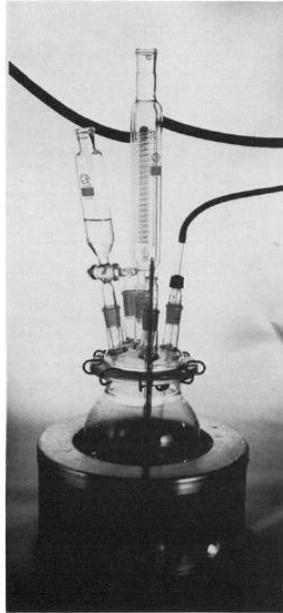


Ilustración 4. Aparatos utilizados para preparar el Homopolímeros y copolímeros de ácido acrílico. (STEPHEN CRISP, June 1980)

Inicialmente el sistema se sometió a un proceso de drenaje durante 30 minutos con nitrógeno para eliminar la presencia de oxígeno; se controló la temperatura en un rango de 80 °C - 100 °C y se mantuvo un vacío constante de 200 mm Hg. (Crisp et al., 1980)

Para las síntesis del poliácido indican haber obtenido mejores resultados con la relación molar 8:1:1 de porcentaje de peso; la mezcla fue calentada continuamente a una temperatura de 98°C y la síntesis de polvo de vidrio con el poliácido líquido se hizo a razón de 2.7/1. (Moshaverinia, Roohpour, Ansari, et al., 2009)

Se realizaron pruebas de envejecimiento al sumergir las probetas en agua destilada a 37 °C durante una hora, durante 24 horas, durante una semana y durante un mes en donde también se aplicaron fuerzas cortantes sobre las probetas y se logró determinar que el mayor valor de resistencia que se alcanzó fue de 7.7 Mpa

Así mismo, el trabajo experimental que contenía NVP fue caracterizado por la técnica FTIR y resonancia magnética nuclear, en donde se obtuvieron resultados relacionados con la viscosidad de la síntesis, su peso molecular y sus propiedades mecánicas. A modo de conclusión se mostró que estos valores dependían de la

cantidad de moles de las sustancias que intervenían en la síntesis. Por ejemplo, los resultados de la viscosidad aumentaban si la concentración de ácido acrílico aumentaba; y la viscosidad disminuía si aumentaba la concentración de NVP. También se mostró cualitativamente que la adición de bajos niveles de NVP mejoraba la mezcla entre el líquido y el vidrio en polvo. La ilustración 5 muestra los valores de viscosidad y peso molecular de las fibras sintetizadas por Wilson y Kent en 1967.

(Tomoko Yamazaki W. B., January 2005).

Polymer	Viscosity (SD) (cP)	M_w	M_n	M_w/M_n
8:1:1	3611.3 (129.24)	4.78×10^4	1.81×10^4	2.64
7:3:1	1581.3 (42.39)	4.98×10^4	2.34×10^4	2.13
6:4:2	424.5 (13.41)	3.18×10^4	1.24×10^4	2.56
5:5:3	218.5 (9.01)	3.79×10^4	1.80×10^4	2.10
Fuji IX	836.7 (24.17)	2.66×10^4	8.75×10^3	3.04

M_w , weight average molecular weight.
 M_n , number average molecular weight.
SD, standard deviation.

Ilustración 5. Viscosidad y peso molecular de las fibras sintetizadas. Tomada de (Tomoko Yamazaki W. B., January 2005)

Por otro lado, el desarrollo de esta primera síntesis mostraba que la resistencia al desgaste estaba relacionada con las propiedades mecánicas y dependía del polímero porque la composición polimérica debería conducir a una mejor resistencia. (Tomoko Yamazaki W. B., January 2005).

De manera general el futuro en cuanto a la obtención y la aplicación del cemento de ionómero de vidrio ha sido prometedor porque de acuerdo con sus propiedades de resistencia es aceptado por odontólogos para restaurar y revestir procedimientos en odontología como las abrasiones cervicales y las erosiones. Sin embargo, hay problemas con la aceptabilidad estética de los cementos aun cuando ofrecen una mejora considerable respecto a la amalgama de plata y las restauraciones de oro. (Moshaverinia, Roohpour, Ansari, et al., 2009)

2. Capítulo 2: Procedimiento Experimental

El procedimiento experimental para desarrollar el componente líquido de ionómero de vidrio se realizó de acuerdo con las siguientes seis etapas:

Etapa 1. Preparación

Etapa 2. Síntesis de los terpolímeros

Etapa 2. Deshidratación y purificación de los poliácidos

Etapa 3. Caracterización por FTIR y cromatografía de los poliácidos

Etapa 4. Formación del componente líquido de ionómero de vidrio y mezcla con el vidrio comercial de ionómero de vidrio (cemento dental)

Etapa 5. Caracterización del cemento dental en cuanto a sus propiedades mecánicas de compresión y viscosidad

Etapa 6. Caracterización de cemento dental en cuanto a SEM.

Etapa 1. Síntesis de los terpolímeros

Para la síntesis de los terpolímeros se utilizaron como monómeros: Acido acrílico (AA), ácido itacónico (AI) y ácido sórbico (AS); como iniciador se utilizó el persulfato de amonio al 0,3 % pe, 0,5 % pe y 0,6 % pe; utilizando como solvente agua desionizada.

El persulfato de amonio se utilizó al 0,3 % pe, 0,5 % pe y 0,6 % pe porque autores como Alireza Moshaveriana, Sahar Ansari y U. Rehman indican en sus artículos que utilizaron persulfato de amonio como iniciador al 2% pe y al 0.1% pe en sus investigaciones reportando buenos resultados, en tanto que en el presente trabajo se quiso probar con cantidades entre 0.1% pe y 2% pe de persulfato porque no existen reportes bajo estas condiciones. Igualmente, se tomó máximo 0.6% pe para evitar que éste se volviera un monómero más de la síntesis. (Moshaverinia, Roohpour, Darr, & Rehman, 2009b)

Así, el diseño experimental se basó en las variables y constantes que se presentan en la tabla 1.

Constantes experimentales	Valores	Variabes experimentales	Valores
AA	27.4 ml	Persulfato de amonio	0.3% pe
AI	6.5 gr		0.5% pe
AS	5.6 gr		1.0% pe
Nitrógeno	1 bar de presión	Tiempo de síntesis	10 horas
			12 horas
			10 horas

Tabla 1. Variables y constantes de la síntesis

La reacción de polimerización se realizó en un reactor compuesto por un balón de cuatro bocas, una plancha de calentamiento con agitación magnética, un termómetro, un embudo dosificador y un condensador, la reacción se realizó con presencia de nitrógeno y con agitación constante, el reactor de polimerización se muestra en la tabla 1.

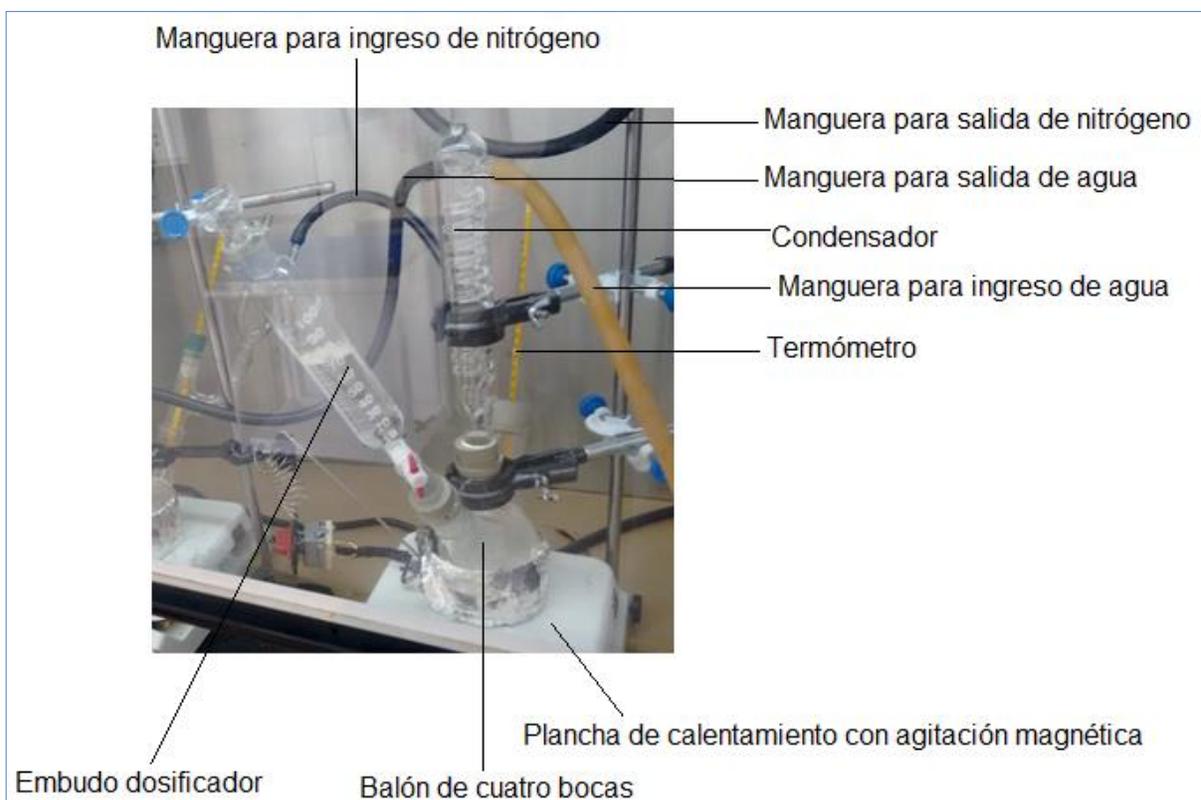


Ilustración 6. Reactor de polimerización. Fuente este estudio

El reactor mostrado en la ilustración 6 se sometió a drenaje con nitrógeno a 1 bar de presión durante 30 minutos para eliminar la presencia de oxígeno y permitir la reacción de polimerización; una de las bocas fue conectada con el embudo dosificador y se utilizó para el ingreso del reactivo, otra para el control de la temperatura del proceso utilizando un termómetro, otra para instalar un condensador y otra para permitir el ingreso de nitrógeno.

Después, en el mismo reactor de polimerización, se ingresó la solución de persulfato de amonio al 0.3% pe; el solvente utilizado fue agua desionizada. Posteriormente se adicionaron los monómeros por dosificación gota a gota como se explica a continuación.

Se preparó una solución de 27.4 ml de AA con 6.5 gramos de AI y 5.6 gramos de AS en agua desionizada, en una relación molar 8:1:1 de acuerdo a lo recomendado en las investigaciones realizadas en síntesis de componentes líquidos de ionómero

de vidrio (Moshaverinia, Roohpour, Ansari, et al., 2009), (Crisp, Kent, Lewis, Ferner, & Wilson, 1980)

Dicha solución se agitó constantemente sobre la plancha de calentamiento con agitación magnética a 350 rpm a 95 °C durante 10 horas, la reacción de polimerización se realizó en presencia de nitrógeno. (Crisp, Kent, Lewis, Ferner, & Wilson, 1980)

Del proceso de síntesis se consiguieron tres muestras de terpolímeros bajo el mismo procedimiento modificando únicamente la concentración del iniciador; siendo las tres concentraciones de persulfato de amonio (0.3% pe; 0.5% pe y 0.6% pe)

Etapa 2. Deshidratación y purificación de los poliácidos

La purificación del terpolímero se realizó con el fin de eliminar los monómeros residuales y eliminar el agua para la posterior caracterización por FTIR.

El proceso de purificación se realizó en el reactor mostrado en Ilustración 7, que consistió en un balón con desprendimiento lateral, una plancha de calentamiento por agitación magnética, un condensador, un Erlenmeyer para condensar los vapores, dos Erlenmeyer con silica en gel para retener la humedad, una bomba de vacío y un termómetro.



Ilustración 7. Reactor empleado para proceso de purificación. Fuente: Este estudio

En el balón de destilación se ingresó el terpolímero sintetizado y se calentó durante 20 minutos por calentamiento indirecto sobre la plancha de agitación magnética a 700 rpm hasta alcanzar los 40°C, después se aplicó vacío a 500 mmHg de succión para retirar los monómeros residuales y agua del terpolímero, el tiempo de reacción fue de 10 horas hasta observar una mezcla homogénea y densa posteriormente el terpolímero deshidratado se sometió a dos series de lavado con Etanol y Acetato de Etilo.

La diferencia de peso obtenida antes y después de la deshidratación en las tres combinaciones de terpolímero se muestra en la tabla 2.

Peso en gramos	AA-AI-AS (0.6% pe)	AA-AI-AS (0.5% pe)	AA-AI-AS (0.3% pe)
Inicial	68.5	75.6	70
Seco	18.7	15.8	16.1
Lavado Etanol	19.4	18.6	18.3
Lavado Acetona	19.9	16.3	18.7
Lavado Etanol	19.3	14.7	17.6
Lavado Acetona	21.8	10.5	15,7
Final	30.5	13,78	20.6

Tabla 2. Diferencia de pesos antes y después de la deshidratación de las combinaciones de los terpolímeros.

Etapa 3. Caracterización en cuanto a FTIR y cromatografía de los poliácidos

Los polímeros sintetizados fueron caracterizados por medio de (FTIR) y peso molecular.

La técnica FTIR se realizó en un equipo Bruker a 64 scan en un rango de número de onda entre 400 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} esta técnica se realizó para verificar el rompimiento del enlace C=C de los monómeros en el polímero en la síntesis y para caracterizar la estructura química del polímero. (Moshaverinia, Roohpour, Darr, & Rehman, 2009)

La técnica de cromatografía líquida de alta resolución y permeabilidad (HPLC- GPC) se utilizó para caracterizar el peso molecular de las soluciones poliméricas utilizando un volumen de inyección de 20 μ L y un tiempo máximo de 25 minutos.

Etapa 4. Formación del componente líquido de ionómero de vidrio y mezcla con el vidrio comercial de ionómero de vidrio (cemento dental)

Los terpolímeros sintetizados se mezclaron con agua, en una relación 75 % de polímero, 25% del peso en agua destilada, a 100 gramos de esta mezcla se adicionaron 5 gramos Ácido Tartárico, en un tiempo de 35 minutos, a temperatura ambiente, las proporciones se realizaron de acuerdo a lo recomendado por Crisp y sus colaboradores (Crisp et al., 1980).

El componente líquido se unió al vidrio Fuji II para formar el cemento dental, en una relación de una cucharada rasa de ionómero de vidrio Fuji II con una gota de terpolímero líquido, la mezcla se realizó a temperatura ambiente.

Etapa 5. Caracterización del cemento dental en cuanto a su viscosidad y propiedades mecánicas de compresión

La viscosidad del componente líquido se caracterizó utilizando un reómetro Bohlin CVO a 25 °C, el ensayo se realizó por triplicado.

El cemento dental se caracterizó en cuanto a su resistencia mecánica a la compresión de acuerdo a la norma ISO 9917 de 2003 en una máquina universal de ensayos Tinius Olsen, con una velocidad de carga de 0.75 mm/min , las probetas de ensayo fueron cilindros de 4 mm de diámetro y seis milímetros de altura, el número de réplicas fue de cinco; previo a la realización de la prueba mecánica las probetas se sometieron a un proceso de envejecimiento sumergiéndolas en agua desionizada por un periodo de tiempo de 23 horas a 37°C.

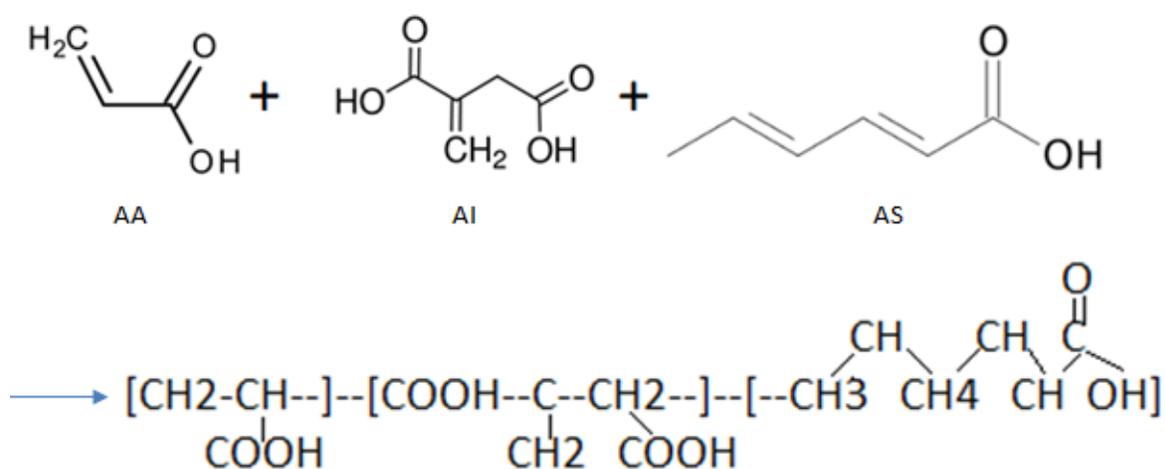
Etapa 6. Caracterización de cemento dental en cuanto a SEM.

Luego de realizarse el ensayo de compresión se caracterizó la superficie de fractura del cemento utilizando la técnica SEM a 15 Kev y 1800 X.

3. Capítulo 3: Resultados y análisis de resultados

Caracterización por medio de FTIR de los polímeros sintetizados

A continuación, se presentan las ecuaciones químicas de las reacciones de la síntesis del terpolímero basado en ácido acrílico, itacónico y sórbico.



A continuación, las ilustraciones 12(a – c) muestran los espectros de FTIR obtenidos en los monómeros AA, AI, AS en un rango de número de onda entre 1600 y 1640 porque es en éste en donde se evidencia la presencia del enlace C = C (Moshaverinia et al., 2010)

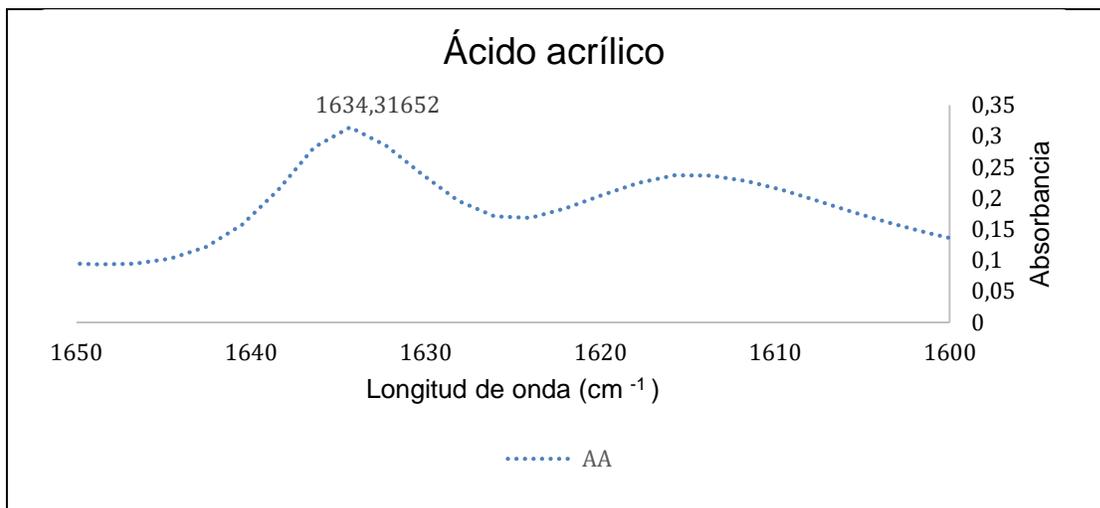


Ilustración 12a. Espectro de FTIR del monómero AA

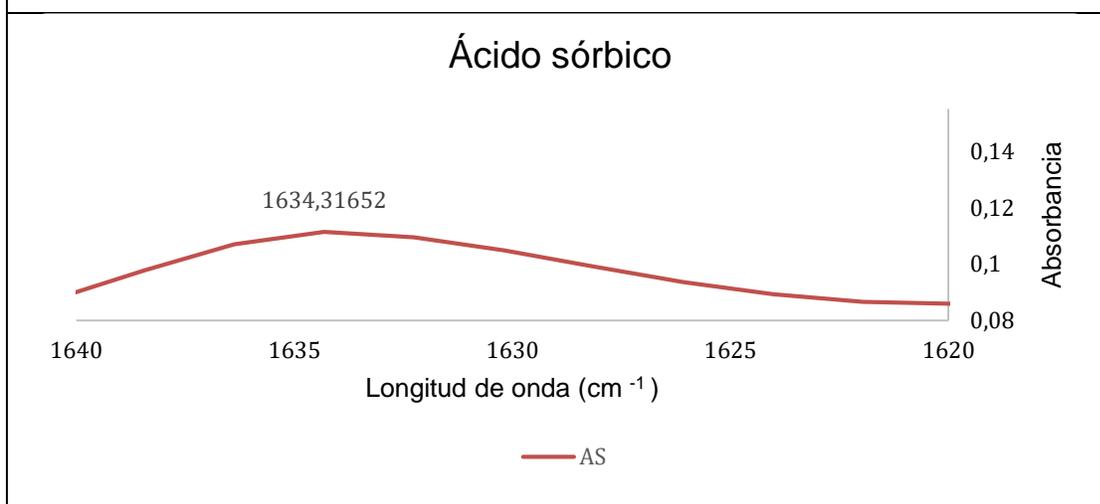


Ilustración 12b. Espectro de FTIR del monómero AS

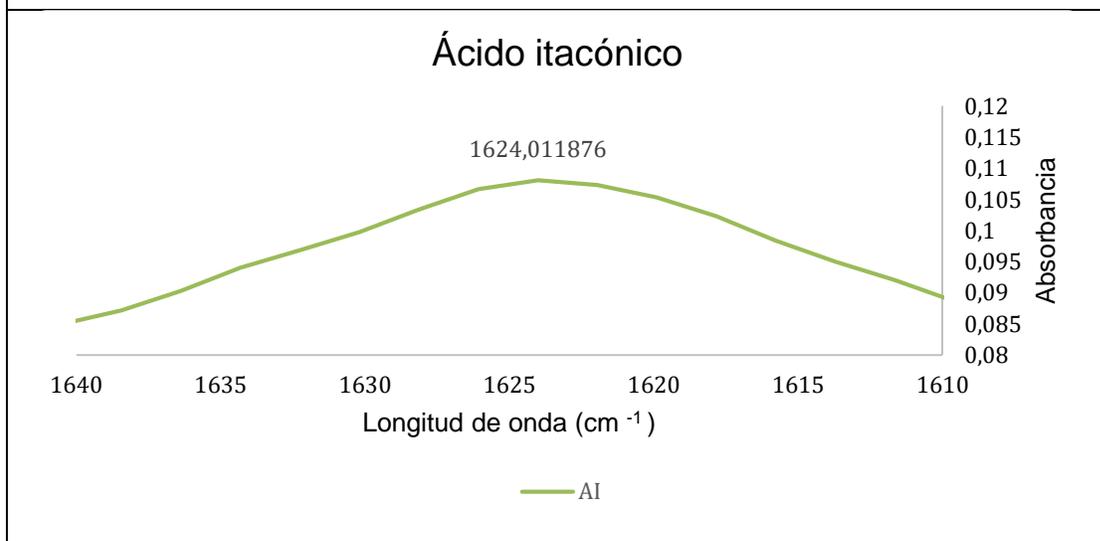


Ilustración 12c. Espectro de FTIR del monómero AI

Ilustración 8. Espectros de FTIR de los monómeros AA, AI, AS

Generalmente el enlace C = C se encuentra entre 1540 y 1650 cm^{-1} . En las ilustraciones 12 (a – c) se puede observar que en las bandas de 1634,31 cm^{-1} y 1624,01 cm^{-1} se encuentra dicho enlace para los monómeros de AA, AI y AS respectivamente. (Moshaverinia et al., 2010)

En la Ilustración 13 se muestran los espectros de los terpolímeros sintetizados al 0.3% pe, 0.5% pe y 0.6% pe de persulfato de amonio, antes y después de realizar los respectivos procesos de lavado para remover la presencia de monómeros residuales.

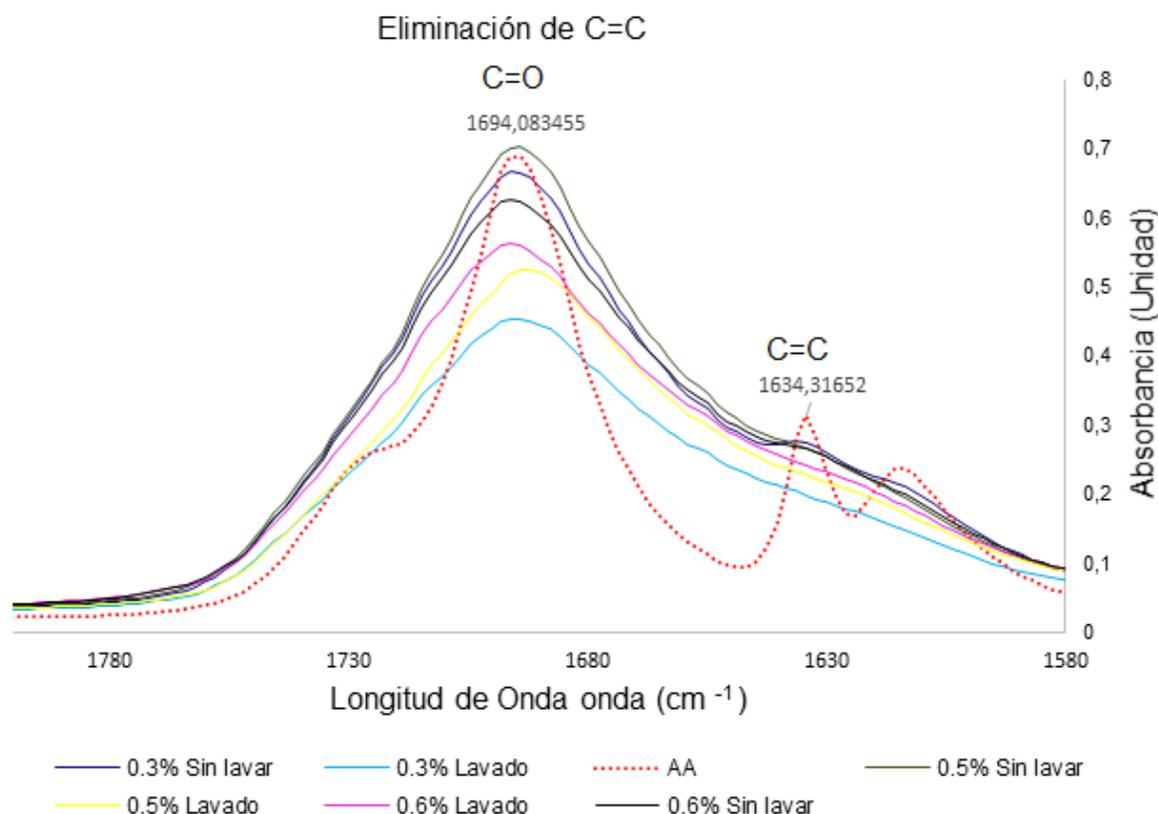


Ilustración 9. Espectros c=o de terpolímeros antes y después de los lavados

De acuerdo con la ilustración 9 la banda con número de onda 1694.08 cm^{-1} muestra que sí está presente el enlace C=O (Moshaverinia et al., 2010)

Eliminación de C=C

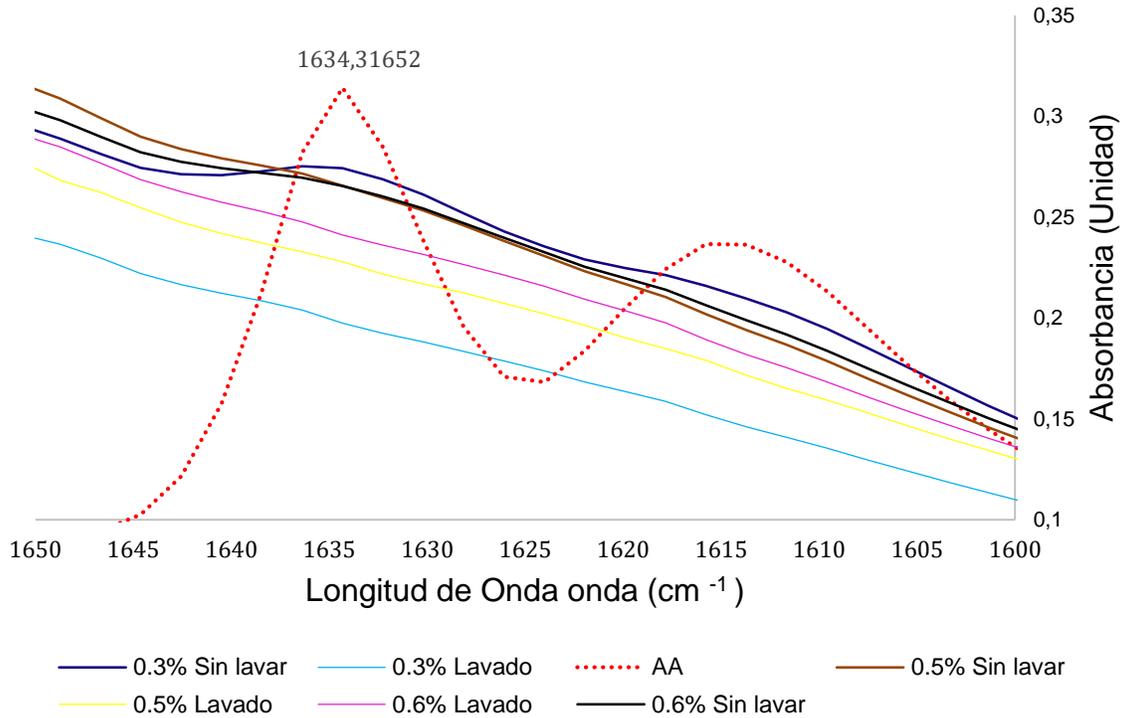


Ilustración 10. Espectro c=c de los terpolímeros lavados y sin lavar

De acuerdo con la ilustración 10 la banda correspondiente al enlace C=C con número de onda 1634.31 cm^{-1} muestra que para cada uno de los terpolímeros el pico de la banda disminuyó, lo cual indica que sí hubo rompimiento del enlace C=C y eliminación de los monómeros residuales después de los respectivos lavados. (Moshaverinia et al., 2010)

A continuación, la ilustración 11 presenta los espectros por FTIR del polímero Fuji II y los terpolímeros sintetizados y mezclados con ácido tartárico.

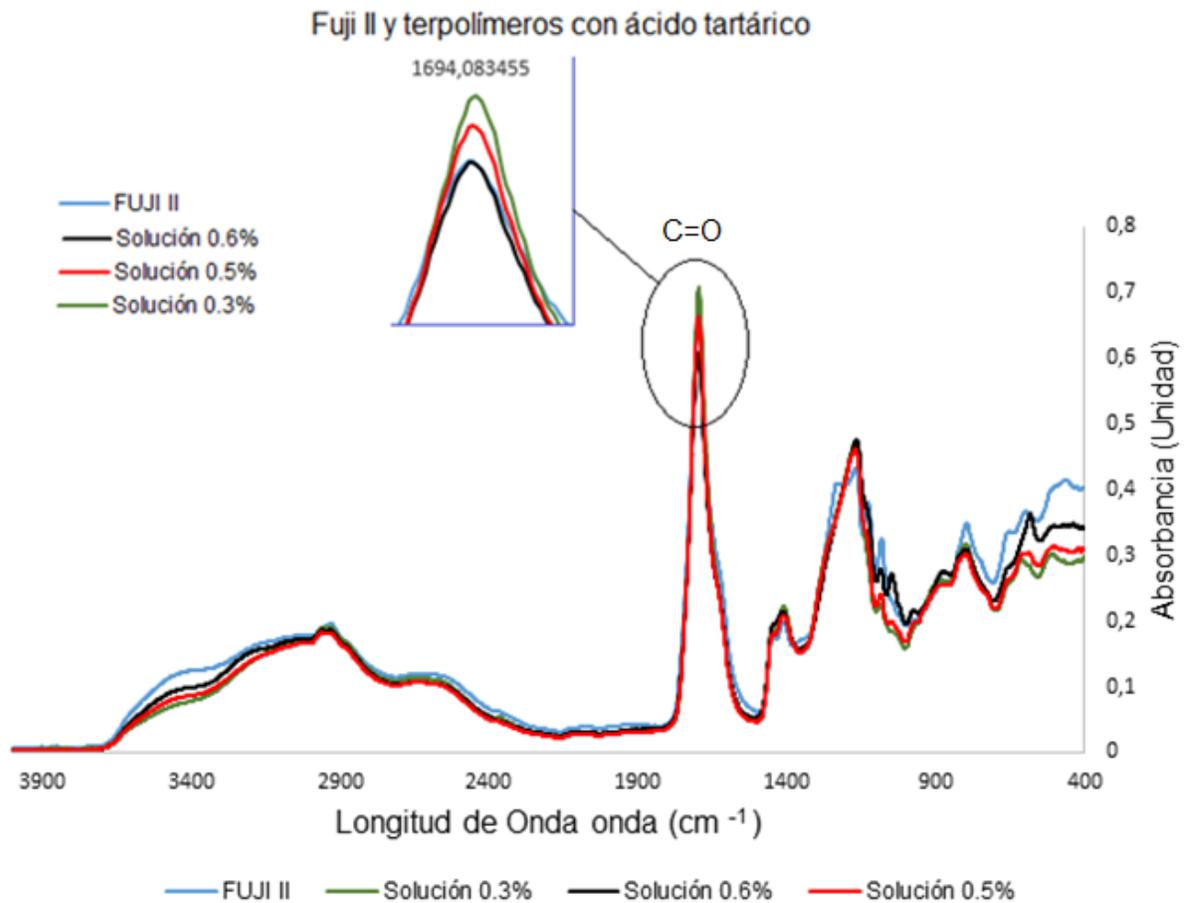


Ilustración 11. Comparación de los espectros de los terpolímeros sintetizados con el polímero Fuji II

De acuerdo con la ilustración 11 es posible mencionar que los espectros de los terpolímeros sintetizados al ser comparados con el espectro del polímero Fuji II coinciden en diferentes puntos dando así, gráficas de espectros que prácticamente se superponen una con la otra, lo cual indica que se logró obtener un polímero con características similares al polímero comercial Fuji II.

Caracterización en cuanto a las propiedades mecánicas a compresión

La tabla 3 y la ilustración 12 muestran la resistencia a la compresión promedio de los terpolímeros y el polímero Fuji II.

Tratamiento	Resistencia media a la compresión (MPa)	Desviación Estándar	Coefficiente de variación
Fuji II	69,1	13,1	18,95
AA-AI-AS al 0.3% pe persulfato	81,1	10,38	12,78
AA-AI-AS al 0.5% pe persulfato	120,6	26,89	22,28
AA-AI-AS al 0.6% pe persulfato	98,42	15,87	16,12

Tabla 3. Resistencia promedio a la compresión de los terpolímeros sintetizados y el polímero Fuji II

A partir de la tabla 3 y de acuerdo con la norma ISO 9917 de 2003 los valores para la desviación estándar del promedio de la resistencia a la compresión de los terpolímeros son adecuados para ser utilizados en la caracterización porque el coeficiente de variación no es mayor a 25. (Standards, 2003)

La ilustración 12 muestra que el terpolímero comercial presentó menor resistencia a la compresión; seguido del terpolímero AA-AI-AS al 0.3% pe de persulfato. En tanto que el terpolímero al 0.5% pe presentó mayor resistencia a la compresión

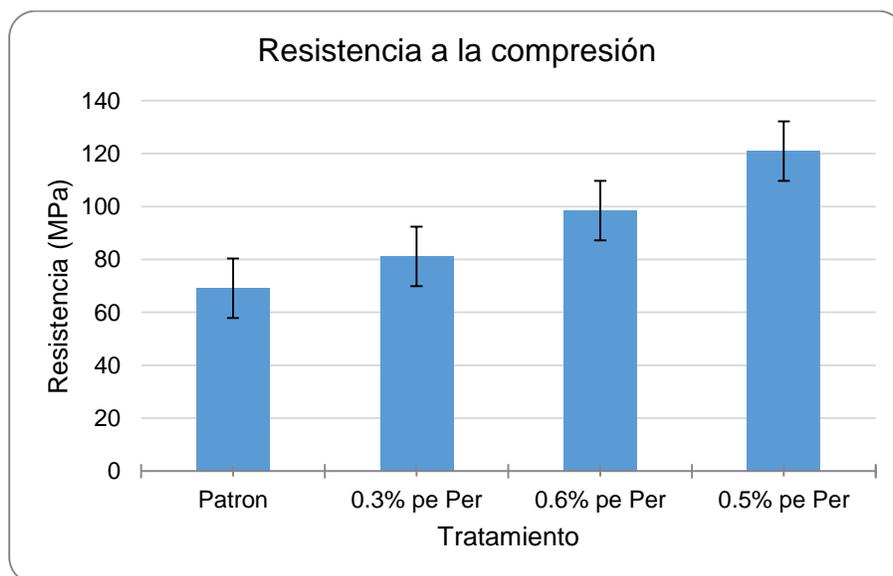


Ilustración 12. Resistencia promedio a la compresión de los terpolímeros y el polímero Fuji II

De acuerdo con la ilustración 12 y la tabla 3 se evidenció que el cemento que presentó mayor resistencia a la compresión fue el que utilizó el terpolímero con persulfato de amonio al 0.5% pe; además, todos los cementos que utilizaron los terpolímeros sintetizados presentaron mayor promedio de resistencia a la

compresión comparados con el cemento de Fuji II. Esto debido a que el cemento con terpolímero al 0.5% pe de iniciador también presentó mayor viscosidad. (Askeland & Phulé, 2004)

Caracterización en cuanto a SEM

Ilustración 13(a – d) presentan las microestructuras obtenidas de la superficie de fractura de los cementos luego de realizarse el ensayo de compresión.

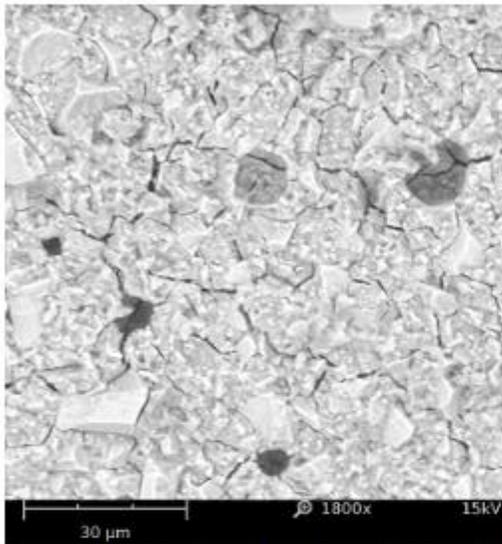


Ilustración 13 a. al 0.3% pe Pers.

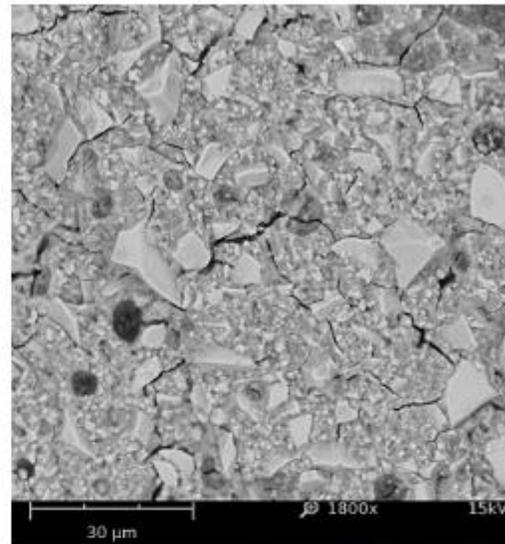


Ilustración 13 b. al 0.5% pe Pers.

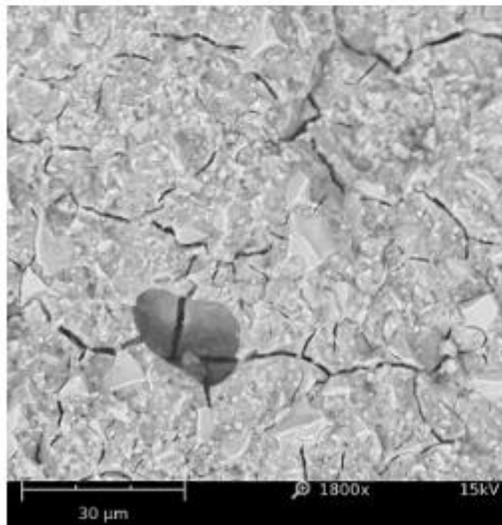


Ilustración 13 c. al 0.6% pe Pers.

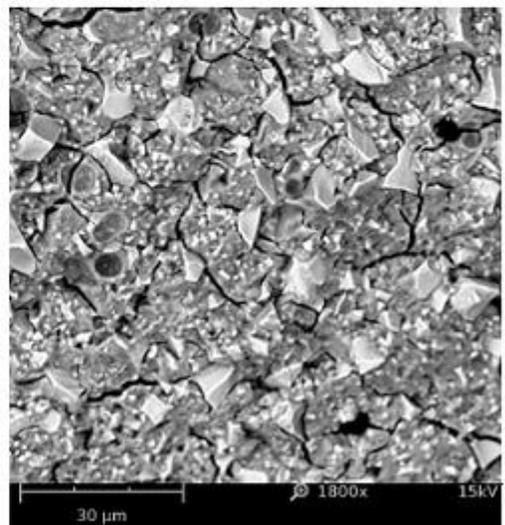


Ilustración 13 d. Fuji II

Ilustración 13. Superficie de fractura de los cementos

De acuerdo con la ilustración 13 a, b, c, d se puede observar que el terpolímero al 0.5% pe presentó menor agrietamiento respecto a las imágenes de los demás terpolímeros. Esta condición puede relacionarse con el valor de resistencia a la compresión que hubo en el terpolímero al compararse con el terpolímero al 0.3% pe y al 0.6% pe, en dónde, con respecto al terpolímero al 0.3% las grietas se presentan en mayor cantidad y con respecto al terpolímero al 0.6% las grietas son más oscuras, lo puede indicar que son más profundas. Respecto al cemento comercial Fuji II, el terpolímero al 0.5% pe presenta menor agrietamiento.

Caracterización de peso molecular por medio de SEC

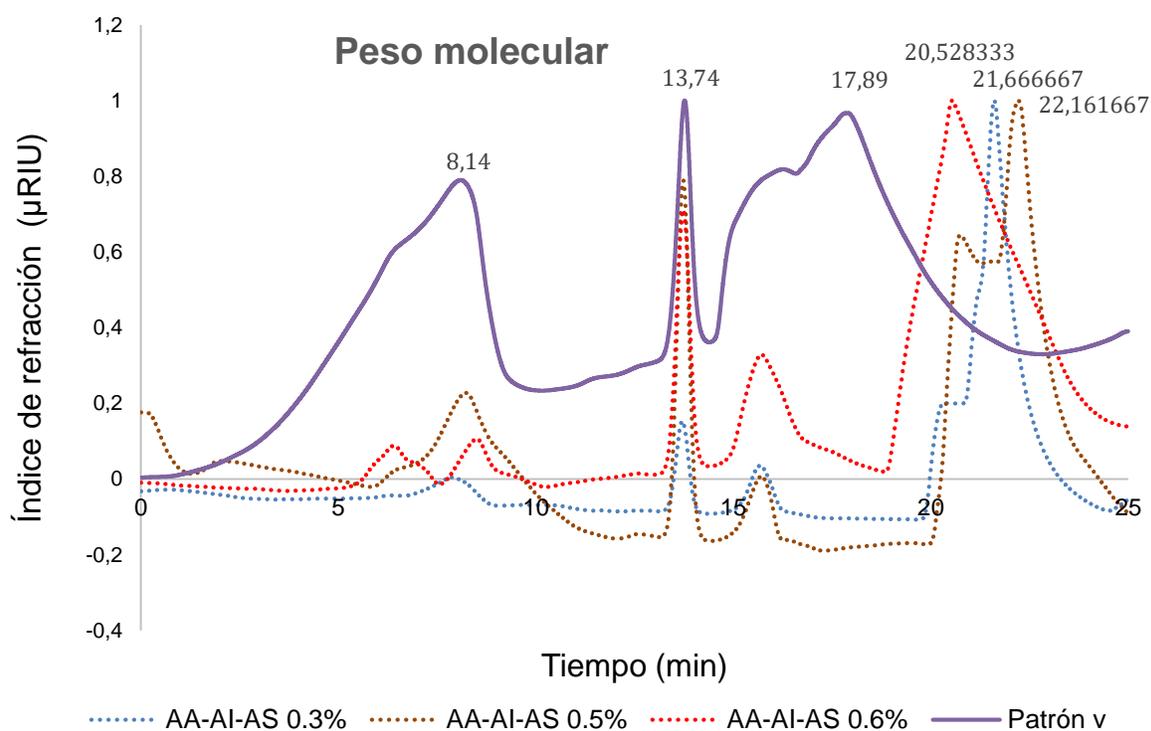


Ilustración 14. Peso molecular de los terpolímeros y Fuji II

En ilustración 14 se pueden evidenciar tres señales importantes presentadas por los terpolímeros al 0.3% pe, 0.5% pe y 0.6% pe respectivamente entre los 20.52 minutos y los 22.16 minutos; y en el polímero Fuji II entre los 8.14 minutos y los 17.89 minutos.

Cada señal corresponde a la presencia de especies de diferente peso molecular porque a menor tiempo eluyen las especies de mayor peso molecular.

Entre los 8.14 y los 13.74 minutos se observa la presencia de moléculas con mayor peso molecular estando en mayor proporción las correspondientes al polímero comercial Fuji II seguida del polímero al 0.5% pe persulfato.

A los 13.74 minutos se observa que los terpolímeros tienen moléculas con peso molecular menor que el presentado a los 8.14 minutos. Sin embargo, es mayor la concentración de esta especie en el polímero comercial Fuji II.

Entre los 20.52 y los 22.16 minutos aún eluyen moléculas de los terpolímeros al 0.3% pe, al 0.5% pe y al 0.6%, pero en el polímero comercial Fuji II no se presentan estas especies.

Caracterización en cuanto a viscosidad

A continuación, se presenta la caracterización de viscosidad de los polímeros en la ilustración 15.

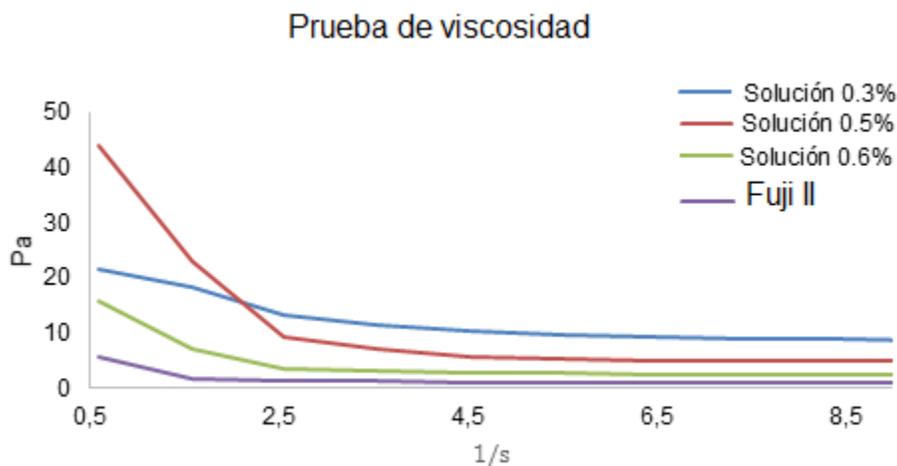


Ilustración 15. Viscosidad de los terpolímeros sintetizados y el polímero Fuji II

La ilustración 19 muestra que el polímero de Fuji II presenta una viscosidad inferior a 10 Pa que puede considerarse constante a diferentes velocidades de corte, presentando un comportamiento Newtoniano, mientras que los terpolímeros a 0.3 % pe, 0.5% pe y 0.6% pe de persulfato de amonio presentan altos valores de viscosidad (entre 15.71 y 44 Pas) a velocidades de corte inferiores a $2,5 \text{ s}^{-1}$ y a

velocidades de corte mayores, la viscosidad se reduce y se estabiliza entre 5 y 8 Pas, su comportamiento es similar al de un fluido pseudoplástico.

El terpolímero Fuji II presenta menor viscosidad que los terpolímeros sintetizados, este comportamiento puede relacionarse con los resultados obtenidos en las pruebas de compresión en donde los valores de los terpolímeros fueron mayores que los de Fuji II

Dado que el polímero de Fuji II presentó la concentración habitual de los polímeros de cemento dental de ionómero de vidrio, que corresponde a 50% masa/masa en agua y que los terpolímeros sintetizados presentaron concentración al 75% masa/masa en agua entonces los valores de viscosidad de los terpolímeros fueron mayores que los valores de Fuji II.

Conclusiones

En este trabajo fue posible sintetizar el terpolímero AA-AI-AS, utilizando como iniciador persulfato de amonio a las concentraciones de 0,3 %pe, 0,5% pe y 0.6 % pe; esto se evidenció con la desaparición de la banda a $1634,31 \text{ cm}^{-1}$ correspondiente al enlace C=C en la técnica de caracterización FTIR que se muestra con un valor mayor de absorbancia para los monómeros, pero desaparece en los terpolímeros.

El proceso del lavado por destilación al vacío del terpolímero eliminó monómeros residuales, esto se evidenció por el menor valor de absorbancia en la banda ubicada a $1634,31 \text{ cm}^{-1}$ en la técnica FTIR y la mayor eliminación de monómeros residuales durante el proceso de lavado por destilación al vacío se logró en el terpolímero de AA-AI-AS con persulfato al 0.5 %peso.

La mayor resistencia mecánica a la compresión la presentó el terpolímero AA-AI-AS con persulfato al 0,5 %peso con 120 MPa. Esto se puede atribuir a que fue el terpolímero que mayor eliminación presentó del enlace C=C evidenciado en FTIR. Lo anterior da como resultado una mayor eficiencia de la reacción de polimerización.

La superficie de fractura del terpolímero AA-AI-AS con persulfato al 0,5 %peso, evidenciada en SEM, presentó menor agrietamiento comparado con los demás cementos que utilizaron los otros componentes líquidos de ionómero de vidrio.

Los cementos con 0.3% pe y 0.6% pe de persulfato también presentan mejores propiedades mecánicas (81.1 MPa y 98,42 MPa) que las del cemento Fuji II (69,1 MPa).

Los valores de viscosidad en los terpolímeros fueron mayores que los presentados en el polímero de Fuji II, a esto también se le puede relacionar los mayores valores de resistencia a la compresión de los cementos que utilizaron poliácidos más viscosos

En la caracterización por la técnica de cromatografía de exclusión de tamaños se pueden evidenciar tres señales que coinciden en la elusión de las especies poliméricas de los terpolímeros al 0.3% pe, 0.5% pe, 0.6% pe con el polímero de Fuji II, que se presentan alrededor de los 8.14 y los 17.89 minutos.

También se pueden evidenciar otras señales alrededor de los 20.52 y los 22.16 minutos que sólo se presentaron en los terpolímeros; en el polímero Fuji II no se evidenció. Las tres primeras señales pueden ser relacionadas a copolímeros entre AA-AI, y la última señal se relaciona a especies que tienen AS.

Bibliografía

- A. Khan, M. H. (2013). Nanoparticles, properties, and applications in glass ionomer cements. En *nanobiomaterials in clinical dentistry* (págs. 93 - 108).
- C.A. Costa, J. H. (2003). In vitro cytotoxicity of five glass - ionomer cements, *Biomaterials*.
- Capasso Palmiero, U., Chovancová, A., Cuccato, D., Storti, G., Lacík, I., & Moscatelli, D. (2016). The RAFT copolymerization of acrylic acid and acrylamide. *Polymer (United Kingdom)*, 98, 156–164.
<https://doi.org/10.1016/j.polymer.2016.06.024>
- Crisp, S., Kent, B. E., Lewis, B. G., Ferner, A. J., & Wilson, A. D. (1980b). II. The Synthesis of Novel Polycarboxylic Acids. *Advanced Computer Simulation Approaches For Soft Matter Sciences I*, 1055–1063.
<https://doi.org/10.1177/00220345800590060801>
- Davis, K. M. (1998). *Handbook of Radical polymerization*. Cánada: Inc., Hoboken. Evaluation of size exclusion chromatography columns packed with sub-3 μm particles for the analysis of biopharmaceutical proteins. *Journal of Chromatography A*, 1498, 80–89.
<https://doi.org/10.1016/j.chroma.2016.11.056>
- Fernández, C. S. (2012). *patologiasconstruccion.net*. Obtenido de <https://www.patologiasconstruccion.net/2012/12/la-microscopia-electronica-de-barrido-sem-i-concepto-y-usos/>
- Goyon, A., Beck, A., Colas, O., Sandra, K., Guillarme, D., & Fekete, S. (2017). J. a., & Rehman, I. U. (2009). Effects of N-vinylpyrrolidone (NVP) containing polyelectrolytes on surface properties of conventional glass-ionomer cements (GIC). *Dental Materials*, 25(10), 1240–1247.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.05.006>
- Jing Fang, M. Z. (2015). Solubility and solution thermodynamics of sorbic acid eight pure organic solvents. *The Journal of chemical Thermodynamics*,
- Juliana C. da Cruz, E. F. (2017). Microbial Production of Itaconic Acid. *Microbial Production of Food Ingredients and Additives*, 291 - 316.

- Lopez, A. (2014). *repositorio.com*. Obtenido de <http://repositorio.unac.edu.pe/bitstream/handle/UNAC/911/126.pdf?sequence=1>
- Moshaverinia, A., Roohpour, N., Ansari, S., Moshaverinia, M., Schricker, S., Darr, Nicholson, J. W. (2016). Adhesion of glass-ionomer cements to teeth. 6. *Orthodontic Applications of Biomaterials*, 3853 - 3858.
- Quesada, G. (2008). *rua.es*. Obtenido de <https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/3626/1/tema5RUA.pdf>
- Rahman, I. A., Ghazali, N. A. M., Bakar, W. Z. W., & Masudi, S. M. (2017). Modification of glass ionomer cement by incorporating nanozirconia-hydroxyapatite-silica nano-powder composite by the one-pot technique for hardness and aesthetics improvement. *Ceramics International*, 43(16), 13247– 13253. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.07.022>
- Saraiva, G. D., Maia, J. R., Lima, J. A., Nogueira, C. E. S., Freire, P. T. C., de Sousa, F. F., ... Mendes Filho, J. (2017). Pressure induced transformations in sorbic acid. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 184, 327–334. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2017.05.019>
- STEPHEN CRISP, B. E. (June 1980). Glass-ionomer Cement Formulations.II. The Synthesis of Novel Polycarboxylic Acids. *Laboratory of the Government Chemist, Cornwall House, Stamford Street, London*, 1-9.
- T. de Caluwé, C. V. (2017). Addition of bioactive glass to glass ionomer cements: Effect on the physico-chemical properties and biocompatibility.18
- Tomoko Yamazaki, W. B. (January 2005). The measure of wear in N-vinyl pyrrolidinone (NVP) modified glass-ionomer cements. *Wiley InterScience*, 1--4
- Vera-Sirera, B., Risueño-Mata, P., Ricart-Vayá, J. M., Baquero Ruíz de la Hermosa, C., & Vera-Sempere, F. (2012). Estudio clínico-patológico e inmunohistoquímico de la pigmentación oral por amalgama. *Acta Otorrinolaringologica Espanola*, 63(5), 376–381. <https://doi.org/10.1016/j.otorri.2012.02.004>