



**DESARROLLO DEL COMPONENTE LÍQUIDO DE IONÓMERO DE VIDRIO A
PARTIR DEL POLIÁCIDO DEL ÁCIDO ACRÍLICO Y DEL ÁCIDO SÓRBICO**

**JORGE ROBERTO CERON BARRERA
JHON JAIRO SAAVEDRA FIGUEROA**

**UNIVERSIDAD ECCI
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE MECÁNICA
BOGOTÁ
2018**

**DESARROLLO DEL COMPONENTE LÍQUIDO DE IONÓMERO DE VIDRIO A
PARTIR DEL POLIÁCIDO DEL ÁCIDO ACRÍLICO Y DEL ÁCIDO SÓRBICO**

**JORGE ROBERTO CERON BARRERA
JHON JAIRO SAAVEDRA FIGUEROA**

**Trabajo de grado como requisito parcial para optar al título de:
Ingeniero mecánico**

**Director:
GERMÁN ALFONSO CASTRO PINTO
Msc. Químico**

**CODIRECTOR
LEONARDO PACHECO LONDOÑO
PhD. Química**

**Línea de investigación:
Materiales y proceso de manufactura:
Grupo de investigación:
Diseño Mecánico y Materiales GIDMyM**

**UNIVERSIDAD ECCI
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE MECÁNICA
BOGOTÁ
2018**

Dedicatoria

Dedico este proyecto a Dios por haberme dado la vida y la salud, así como la oportunidad de compartir con mi familia, docentes y compañeros momentos buenos y malos. También por darme la sabiduría necesaria para alcanzar logros propuestos y nunca perder la fe.

A mis padres por su apoyo incondicional a ellos dedico este gran esfuerzo en pro de lograr todas mis metas, doy gracias a todas las personas que me han acompañado brindándome su apoyo moral y animarme a terminar esta etapa tan importante de mi vida.

Jorge Cerón

Dedico este trabajo a mi familia, amigos y maestros por el apoyo que me brindaron en todo momento para poder alcanzar un logro muy importante en mi vida.

A mi hermano por brindarme su apoyo moral y sus buenos deseos de culminar mis estudios.

Jhon Jairo.

Agradecimientos

Los autores expresan sus agradecimientos:

Por su colaboración y dedicación y su aporte técnico a la Magíster Sandra Patricia Romero Nieto para poder culminar este trabajo.

Nuestro director Ing. Germán Alfonso Castro Pinto por su aporte técnico su disposición y acompañamiento para poder realizar este trabajo.

A la Ing. Mónica Ballen y su grupo de trabajo por el préstamo de equipos y materiales y las instalaciones del laboratorio de la universidad ECCI.

Por el préstamo del equipo para las pruebas de compresión el Ing. Andrés Guevara.

Por el aporte en la operación del equipo FTIR al profesional Yuber Avendaño.

A la universidad ECCI por su apoyo financiero y los recursos necesarios mediante la convocatoria interna.

A todo el equipo de investigadores de la universidad ECCI que están unidos al macro proyecto “síntesis y caracterización del componente líquido para cementos dentales de ionómero de vidrio” por sus aportes en la realización y el análisis de los resultados.

Resumen

El cemento dental de ionómero de vidrio es un material de restauración o calza dental, consta de dos componentes: un sólido que es un vidrio básico y un líquido que es un ácido policarboxílico, en este trabajo se desarrolló un componente líquido; realizando la síntesis y caracterización de un copolímero a partir de un ácido acrílico (AA) y ácido sórbico (AS) y utilizando como iniciador persulfato de amonio.

El componente líquido se caracterizó mediante las técnicas cromatografía por exclusión de tamaños (SEC), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y viscosidad.

Posteriormente el componente líquido se mezcló con el componente vidrio de un cemento de ionómero de vidrio comercial marca Fuji II, para verificar sus propiedades mecánicas a compresión y se utilizó la técnica microscopía electrónica de barrido (SEM) para analizar su superficie de fractura

Palabras claves: copolímero, ácido sórbico, ácido acrílico, FTIR, ionómero de vidrio.

Abstract

Glass ionomer dental cement is a restorative material or dental tracing, it consists of two components: a solid that is a basic glass and a liquid that is a polycarboxylic acid, in this work it is a liquid component; perform the synthesis and characterization of a copolymer of an acrylic acid (AA) and sorbic acid (AS) and use ammonium persulfate as initiator.

The liquid component was characterized by the size exclusion (SEC), infrared Fourier transform spectroscopy (FTIR) and viscosity techniques.

Subsequently, the liquid component was mixed with the commercial glass ionomer cement glass component of the Fuji II brand, to verify its mechanical properties under compression and the scanning electron microscopy (SEM) technique was used to analyze its fracture surface.

Keywords: copolymer, sorbic acid, acrylic acid, FTIR, glass ionomer.

Lista de abreviaturas

Ácido Acrílico: (AA)

Ácido Carboxílico: (AC)

Ácido Itacónico: (AI)

Ácido Sórbico: (AS)

Asociación Americana de Pruebas y Materiales: (ASTM)

FTIR: (Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier)

GIC: (Cemento Ionómero de Vidrio)

GPC: (Cromatografía de Permeación con Gel)

JECFA: (Comité Mixto de Expertos en Aditivos Alimentarios)

MA: (ácido Maleico)

OMS: (Organización Mundial para la Salud)

SEC: (Cromatografía de Exclusión por Tamaño)

SEM: (Microscopía Electrónica de Barrido)

Contenido

Resumen	5
Abstract	6
Lista de abreviaturas.....	7
Contenido	8
Lista de imágenes	10
Lista de tablas	11
1.Introducción.....	12
1.2 Objetivos específicos fueron	13
2. Marco teórico	14
2.1. Generalidades de los polímeros.....	14
2.2. Monómero	14
2.3. Polímero.....	14
2.4. Polimerización por adición.....	14
2.5. Polimerización por radicales libres.....	14
2.5.2. Propagación	15
2.5.3. Terminación	15
2.6. Cemento ionómero de vidrio (GIC)	15
2.7. Ácido Acrílico (AA).....	15
2.8. Ácido Itacónico (AI)	16
2.9. Ácido sórbico (AS)	17
2.10. Ácido carboxílico (AC)	17
2.11. Técnica de destilación al vacío	18
2.12. Técnicas instrumentales de caracterización.....	18
2.13. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	18
2.14. Cromatografía de exclusión por tamaños (SEC)	19
2.15. Viscosidad de polímeros –prueba de reología	19
2.16. Ensayo de compresión	19
2.17. Microscopia electrónica de barrido (SEM)	20
3. Antecedentes	20
4. Procedimiento experimental	21
4.1. Paso 1. Síntesis de copolímeros y poliácido	22
4.2. Paso 2. Deshidratación y purificación del poliácido	26

4.3. Paso 3. Caracterización con FTIR y cromatografía del poliácido y copolímeros.	28
4.4. Paso 4. Mezcla de ionómero de vidrio comercial Fuji II con el componente líquido ionómero de vidrio.....	28
4.5. Paso 5. Caracterización del cemento dental con la técnica de viscosidad y prueba de compresión a las propiedades mecánicas.	29
4.6. Paso 6. Caracterización del cemento dental utilizando la técnica (SEM)	29
5. Resultados y análisis de los resultados	29
5.1. Caracterización con la técnica (FTIR) del poliácido (AA-AI-AS) sintetizado	29
5.2. Caracterización del poliácido y copolímeros en sus propiedades mecánicas a la resistencia a compresión	34
5.3. Caracterización del cemento dental utilizando la técnica (SEM).....	35
5.4. Caracterización del poliácido y copolímeros por medio de la técnica (SEC).....	37
5.5. Caracterización de copolímeros y poliácido por medio de la técnica de viscosidad	40
6. Conclusiones	41
7. Bibliografía	43

Lista de imágenes

Imagen 1. . Estructura química ácido acrílico fuente https://www.sigmaaldrich.com	16
Imagen 2. Estructura química del ácido itacónico fuente https://www.sigmaaldrich.com	16
Imagen 3. Estructura química del ácido sórbico fuente https://www.sigmaaldrich.com	17
Imagen 4. . Equipo para la preparación de los copolímeros de ácido acrílico fuente tomada de (Crisp et al., 1980)	20
Imagen 5. Reactor de síntesis de copolímeros y terpolímero. Fuente de autores	25
Imagen 6. Reactor de purificación y deshidratación de copolímeros y poliácido fuente de autores	26
Imagen 7. Formula lineal combinación de los monómeros para el poliácido (AA-AI-AS)	29
Imagen 8. Formula lineal del poliácido (AA-AI-AS)	30
Imagen 9. Espectro (FTIR) monómero Ácido acrílico	30
Imagen 10. Espectro (FTIR) monómero Ácido itacónico	30
Imagen 11. Espectro (FTIR) monómero Ácido sórbico	31
Imagen 12. Espectros de lavados poliácido (AA-AI-AS 8H 0.5%)	32
Imagen 13. Espectros de lavado copolímeros (AA-AI)(AA-AS)0.4%.....	32
Imagen 14. Espectro de comparación entre poliácido (AA-AI-AS 8H) Ionómero de vidrio Fuji II	33
Imagen 15. Espectros de copolimeros contra polimero Fuji II.....	34
Imagen 16. Comparación de resistencia media de compresión	35
Imagen 17. copolimero (AA-AI-0.4%)	35
Imagen 18. Copolimero (AA-AI-0.4%)	35
Imagen 19. Copolimero (AA-AS-0.4%)	36
Imagen 20. copolimero (AA-AS-0.4%)	36
Imagen 21. Poliácido (AA-AI-AS-8H)	36
Imagen 22. Poliácido (AA-AI-AS-8H)	36
Imagen 23. Ionómero de vidrio comercial Fuji II.....	36
Imagen 24. Cromatograma (SEC) de copolímeros contra patrón.....	37
Imagen 25. Cromatograma (SEC) poliácido contra patrón	38
Imagen 26. Cromatograma (SEC) de copolímeros y poliácido contra patrón.....	39
Imagen 27. Prueba de viscosidad copolímero poliácido y Fuji II	40
Imagen 28. Copolímero (AA-AI-0.4%)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 29. Copolímero (AA-AI-0.4%)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 30. Copolímero (AA-AS-0.4%)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 31. Copolímero (AA-AS-0.4%)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 32. Poliácido (AA-AI-AS-8H)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 33. Poliácido (AA-AI-AS-8H)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 34. Prueba de compresión copolímero (AA-AS-0.4%)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 35. Prueba de compresión copolímero(AA-AS-0.4%)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 36. Prueba de compresión poliácido (AA-AI-AS-8H)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 37. Prueba de compresión poliácido (AA-AI-AS-8H)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 38. Espectro general FTIR del monómero (AI)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 39. Espectro FTIR general del monómero (AS)	¡Error! Marcador no definido.
Imagen 40. Espectro FTIR general del monómero.....	¡Error! Marcador no definido.

Lista de tablas

Tabla 1. síntesis de copolímero (AA-AI) relación 34:1	22
Tabla 2. Síntesis de copolímero (AA-AS) relación molar 9:1	23
Tabla 3. síntesis copolímero (AA-AI) relación molar 9:1	23
Tabla 4. síntesis terpolímero (AA-AI-AS) relación molar 8:1:1	24
Tabla 5. Deshidratación copolímero (AA-AI) relación molar 9:1	27
Tabla 6. Deshidratación de copolímero (AA-AS) relación molar 9:1	27
Tabla 7. Poliácido (AA-AI-AS) relación molar 8:1:1	28
Tabla 8. Resistencia media a la compresión poliácido y copolímeros con Fuji II.....	34

1.Introducción

Los materiales de obturación o calza dental que a nivel mundial son: las resinas, los cementos dentales de ionómero de vidrio y las amalgamas, en Colombia de estos tres materiales solo se fabrica la amalgama, los otros se deben importar para ser usado como material de restauración dental.

En Colombia el uso de la amalgama como obturador dental o calza, es muy utilizado en las entidades promotoras de salud (EPS) en los procedimientos odontológicos, debido a su bajo costo, pero no se tiene en cuenta que la amalgama contiene el cincuenta por ciento de concentración de mercurio inorgánico y gradualmente produce enfermedades en las personas. (Dalen, Lygre, Kløve, Gjerdet, & Askevold, 2003)

Debido al porcentaje de mercurio que tienen los restauradores dentales se le asocian enfermedades como pérdida de la memoria, problemas renales y problemas de deshidratación en la piel, lo cual indica el alto nivel de toxicidad que tiene el uso de la amalgama como obturador dental. (Zahir, Rizwi, Haq, & Khan, 2005)

Desde hace 25 años el estudio sobre el uso del mercurio en odontología cada vez es más polémico, el uso de técnicas de química analítica demuestra que existe una liberación continua de mercurio en las amalgamas, la intoxicación con este metal es debido a los vapores que produce el mercurio en niveles muy bajos. (Bates, 2006)

Las personas que tienen amalgamas se exponen a la liberación del vapor en su diario vivir al consumir alimentos, cepillarse los dientes, la saliva, son factores determinantes para la ingesta de mercurio, según estudios las enfermedades asociadas al uso de las amalgamas son afectación del sistema nervioso y renal, respiratorio, gastrointestinal, cardiovascular.(Bates, 2006)

El uso de la amalgama dental no solo afecta a los pacientes que utilizan este obturador para resanar los dientes, los profesionales de odontología que son los encargados de realizar la amalgama están expuestos a los vapores que libera el mercurio y sus efectos en la salud son alergias, síndrome de fatiga crónica, estudios realizados por países europeos afirman que se encuentran enfermedades asociadas como alteraciones neurológicas cognitivas y afectaciones en el sistema reproductor. (Aaseth, Hilt, & Bjørklund, 2018)

La organización mundial de la salud (OMS), recomienda que paulatinamente el uso de la amalgama se deje de usar, en los procedimientos dentales y se busque nuevas alternativas que no sean nocivas para la salud de la humanidad. (Aaseth et al., 2018)

Una alternativa que se ofrece en la actualidad es el ionómero de vidrio es un cemento de ácidos base mezclado con una solución acuosa y combinado con un (AA), utilizando un vidrio en polvo para crear una pasta y después transcurrir un tiempo se obtiene el cemento dental, las propiedades mecánicas del ionómero de vidrio reflejan una buena adherencia. (Nicholson, 2016)

Una recomendación que realiza la organización mundial para la salud (OMS) es de buscar alternativas de los materiales de obturación dental diferentes a la amalgama, como es el caso de los cementos dentales. El ionómero de vidrio se puede producir a futuro como material dental que reemplace a la amalgama en Colombia, siendo este un cemento compuesto por una solución acuosa de poliácidos carboxílicos a base de (AA) y un vidrio en polvo que al estar en contacto con el poliácido forman una reacción ácido base dando como resultado una polisal que logra un fraguado del cemento dental dando resultados de buena adherencia con el diente.

1.1 Objetivo General

El objetivo general de este trabajo fue desarrollar la combinación de dos componentes líquidos de cemento dental a base de ácido acrílico-ácido sórbico (AA-AS) y ácido acrílico-ácido itacónico (AA-AI)

1.2 Objetivos específicos fueron:

- Sintetizar copolímeros a base de ácido acrílico (AA) en combinación con el ácido sórbico (AS) y ácido itacónico (AI) como componente líquido de cemento dental de ionómero de vidrio.
- Identificar y analizar los copolímeros sintetizados mediante la técnica de espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier) para identificar grupos funcionales.
- Determinar la viscosidad de los copolímeros sintetizados.
- Identificar la composición en fracciones en alto medio y bajo para el peso molecular.
- Analizar los resultados obtenidos y determinar el copolímero que presente las propiedades más cercanas a las requeridas para ser componente líquido de cemento dental.

Este trabajo de grado se divide en cuatro secciones; la primera sección es el marco teórico que es la introducción del proceso de obtención del componente líquido; la segunda sección describe el proceso experimental síntesis y caracterización del componente líquido dental; en la tercera sección muestra los resultados y los análisis obtenidos; en la cuarta sección las conclusiones.

2. Marco teórico

2.1. Generalidades de los polímeros

2.2. Monómero

Es la molécula pequeña denominada monómero la cual mediante enlaces covalentes forma los polímeros por medio de una reacción de polimerización .(William & Callister, 1995)

2.3. Polímero

Dicho lo anterior los polímeros es la unión de muchas moléculas llamadas monómeros, la transformación de un polímero sucede mediante el proceso de polimerización (William & Callister, 1995) Es la unión de muchos monómeros que se adhieren químicamente para formar macromoléculas con un gran peso molecular. (Askeland & Phulé, 2004). Los polímeros abarcan una gran variedad de materiales naturales como sintéticos siendo de gran uso en la actualidad para diferentes procesos industriales podemos encontrar lana, pieles, algodón, almidón y proteínas además fibras sintéticas como pinturas, adhesivos, cauchos, plásticos poliésteres. (William & Callister, 1995)

En los procesos de polimerización están clasificados en dos grupos; polimerización por condensación, polimerización por adición, esta división la realizaron los investigadores Carothers (Mark 1940) y Flory (1953). (Fred W.Billmeyer, 2004)

Polimerización por condensación: es la unión de muchas moléculas muy pequeñas las cuales forman una molécula funcional de gran peso molecular, en este proceso la molécula pequeña tiende a desaparecer, la molécula o grupo funcional resultante entre la reacción es se repite durante toda la cadena. (Fred W.Billmeyer, 2004)

2.4. Polimerización por adición: se forma grandes cadenas por la reacción química entre moléculas, la aparición de radicales libres por medio de un iniciador, estos radicales libres cumplen con la función de romper los enlaces dobles de la molécula funcional. (Wade, 2012)

2.5. Polimerización por radicales libres

Es el proceso que se utiliza para sintetizar polímeros con monómeros de enlaces dobles de carbono-carbono, esta polimerización consta de tres procesos:

2.5.1. iniciación. En la reacción se genera el radical libre mediante un iniciador, subsiguiente el radical libre se adhiere a una molécula del monómero.

2.5.2. Propagación. En esta parte del proceso la cadena va creciendo debido a la adición del radical al monómero y se empiezan haber cambios en la estructura debido que el monómero que se encuentra en un extremo rompe su doble enlace por el radical libre, donde las uniones pueden ser cabeza-cola, cabeza-cabeza, cola-cola

2.5.3. Terminación. Es cuando la cadena del polímero deja de crecer. (Smith, William & Hashemi, 2006)

2.6. Cemento ionómero de vidrio (GIC)

Fue inventado en los años 70, es de uso en la odontología clínica como restaurador por su fácil adherencia en las cavidades dentales es de baja citotoxicidad, aunque su uso inicialmente estuvo condicionado por sus bajas propiedades mecánicas y la poca resistencia al desgaste llevaron a los investigadores a buscar nuevas composiciones como la resina junto con ionómero de vidrio y así lograr las condiciones ideales de resistencia y estética, el ionómero de vidrio se compone por un polvo que está conformado por varias partículas de vidrio, y un líquido constituido por un poliácido y agua, su grupo funcional es un ácido carboxílico. (Sun, Yan, Duan, Zhang, & Liu, 2018)

El ionómero de vidrio (GIC) es un material basado en un polvo de vidrio de aluminio-silicato y un ácido acrílico (AA), una de sus propiedades es la buena biocompatibilidad y la liberación de fluoruro, aunque en la actualidad los GIC que se encuentran en el mercado y están bajo la norma ISO y son de grado clínico siguen presentando debilidad en sus propiedades mecánicas. (Moheet et al., 2018)

Los cementos de ionómero de vidrio tienen varias aplicaciones en la odontología clínica como sellantes de fisuras y fosas, restauración provisional, cubrimiento de fracturas, obturación de perforaciones, tienen alta estabilidad, la formación de un cemento compacto después del fraguado. (Culbertson, 2001)

2.7. Ácido Acrílico (AA)

Es un ácido con doble enlace carbono-carbono y grupo funcional carboxílico unido al carbono 3, entre sus propiedades es un líquido corrosivo de olor penetrante, como la mayoría de los monómeros funcionales es soluble en agua, alcoholes. (Wade, 2012)

Últimos estudios encuentran que el ácido acrílico aplicado en procedimientos hospitalarios describe que tiene un efecto antimicrobiano esto depende de la cantidad de ácido acrílico y el tipo de polimerización que se realice. (Gratzl, Paulik, Hild, Guggenbichler, & Lackner, 2014) En la parte comercial es utilizado en pinturas, en la producción para productos cosméticos,

procesamiento de cuero, en la fabricación de termoplásticos y caucho, teniendo en cuenta que es el ácido base en los cementos dentales utilizados en la clínica odontológica. (Petrescu, Fermeglia, & Cormos, 2016)

A continuación, se muestra la imagen 1 la estructura química del ácido acrílico con su fórmula estructural $C_3H_4O_2$

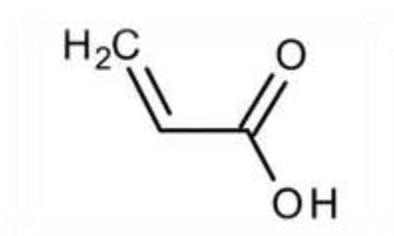


Imagen 1. . Estructura química ácido acrílico fuente <https://www.sigmaaldrich.com>

2.8. Ácido Itacónico (AI)

Es un ácido no saturado está conformado por dos grupos ionizables los cuales facilitan la formación de enlaces de hidrogeno, la polimerización de este monómero es fácil por ser soluble en agua, su obtención es originaria de materias naturales. (Sakthivel, Franklin, Sudarsan, Chitra, & Guhanathan, 2017)

No es toxico se extrae de forma natural de la fermentación de azúcar es biodegradable es utilizado en las áreas de la química y la tecnología, en la parte productiva es utilizado para producir pinturas, plásticos, resinas sintéticas, cosméticos. (Nisenbaum, Apelblat, & Manzurola, 2012)

Es un ácido carboxílico con una formula $C_5H_6O_4$ como una de sus propiedades en estado sólido es formar un polvo cristalino y blanco, además tiene la facilidad de disolverse en alcoholes de etanol propanol y metanol. (Klement & Büchs, 2013)

A continuación, se muestra la imagen 2 la estructura química del ácido itacónico con su forma lineal $C_5H_6O_4$

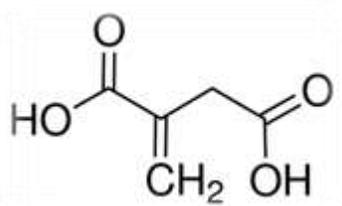


Imagen 2. Estructura química del ácido itacónico fuente <https://www.sigmaaldrich.com>

2.9. Ácido sórbico (AS)

Es un compuesto no saturado graso su fórmula estructural $C_6H_8O_2$ los estudios realizados dan a conocer que el ácido sórbico ayuda a prevenir la aparición del moho y la reproducción de las bacterias y de microorganismos que son nocivos para la salud humana. Otra de las propiedades es su función en la industria de alimentos como un conservante, usado en la medicina y cosméticos, además en los procesos de cristalización es ideal por su solubilidad. (Zhu et al., 2016)

El ácido sórbico como conservante de alimentos inhibe la levadura, moho y el sabor rancio, que no aparezcan manchas negras, es el conservante más utilizado a nivel mundial, el ácido sórbico contiene sal de potasio y calcio como un aditivo seguro para los alimentos y la ingesta humana. (Winkler, Frick, Schroecksadel, Schennach, & Fuchs, 2006)

Con lo anterior el comité mixto de expertos en aditivos alimentarios (JECFA) confirma que el ácido sórbico en altas concentraciones no produce daños de mutaciones cancerígenas al ADN no es una sustancia (genotóxica) para la salud humana. (Pandey, Kumar, & Roy, 2014) (Ferrand, Marc, Fritsch, & Cassand, 2000)

A continuación, la imagen 3 muestra la estructura química del ácido sórbico con su fórmula general $C_6H_8O_2$.

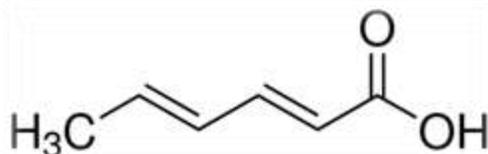


Imagen 3. Estructura química del ácido sórbico fuente <https://www.sigmaldrich.com>

2.10. Ácido carboxílico (AC)

Compuesto que se caracteriza por el grupo funcional carboxilo (COOH) es un ácido orgánico que es utilizado en industrias químicas de alimentos farmacéuticas, obteniendo productos como aceites sintéticos, pigmentos, plásticos y alimentos para animales, en la actualidad los carboxílicos son muy utilizados por las industrias petroquímicas son producidos por el método de la sintetización. Algunos ácidos no son solubles en agua lo que requiere que sean disueltos en etanol con base acuosa. (Djas & Henczka, 2018)

2.11. Técnica de destilación al vacío

Es un método utilizado para separar las sustancias de una mezcla cuando tienen una diferencia en sus temperaturas, este proceso lo que busca es calentar la mezcla hasta llegar a un punto de evaporación, al tener las sustancias en una fase de vapor y líquida y estas teniendo una dirección contraria se tiene efectivamente la separación de los componentes este método se conoce como destilación parcial o fraccionada. (Yang, Liu, Wang, Hou, & Fu, 2017)

Se relaciona la técnica de destilación en este trabajo porque fue usada en el proceso de síntesis de un políácido para eliminar la presencia de oxígeno.

2.12. Técnicas instrumentales de caracterización

Son herramientas para obtener información de un material realizar análisis de morfología, composición, estructura para poder formular hipótesis y conclusiones de un material o sustancia que sea evaluada bajo estas técnicas.

En el desarrollo de este trabajo el políácido se somete a cuatro técnicas de caracterización a continuación se describen las técnicas utilizadas.

2.13. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Es una técnica que se realiza sobre una muestra de una sustancia o un material, no es una prueba destructiva, funciona por medio de un láser el cual produce un espectro y este se almacena la información de la radiación, y es mostrada por medio de un monitor. (Liang et al., 2017)

La (FTIR) es usado en muchos campos de la ciencia, es una técnica analítica que busca ofrecer la información de las macromoléculas por medio de una banda espectral, los últimos avances (FTIR) la sensibilidad de los equipos es muy alta y ya realizan estudios sobre las alteraciones celulares y moleculares. (Anusha, Sankar, Varunkumar, Sivasindhuja, & Ravikumar, 2017)

Las ventajas que ofrece la (FTIR) son ampliamente reconocidas por la Sociedad Americana de Pruebas y Materiales (ASTM) se requiere de muestras mínimas, la alta velocidad para el análisis los equipos tienen una excelente precisión. (Chitra, Ghosh, & Mishra, 2017)

2.14. Cromatografía de exclusión por tamaños (SEC)

Es una técnica que se utiliza para la separación de moléculas según su tamaño no requiere una alta temperatura y además no se necesita de un solvente, además ofrece la evaluación de las impurezas en una sustancia o material. (Shimoyama, Fujisaka, & Obika, 2017)

La producción de polímeros en la actualidad juega un papel importante en nuestra sociedad y la polimerización tiene un factor crítico al momento de realizar los análisis del peso molecular, por medio de la técnica (SEC) se puede separar la exclusión parcial de las moléculas en su fase estacionaria. (Pirok et al., 2017)

La separación de tamaños ocurre por medio de los poros las moléculas grandes no tienen fácil acceso a los orificios de los poros mientras que las partículas pequeñas ingresan a mayor velocidad y quedan atrapadas en la columna con el tiempo se diluyen. (Pirok et al., 2017)

2.15. Viscosidad de polímeros –prueba de reología

Esta técnica ofrece análisis de los fluidos en su comportamiento y deformaciones cuando está sometido a fuerzas externas o tensión. Con la reología se puede visualizar la conducta de un fluido a nivel macroscópico. (Schramm, 1994)

Existen diferentes técnicas de reología como el método de placas paralelas, en esta técnica se utiliza un instrumento como el viscosímetro que se compone dos partes separadas por donde pasa el fluido, la geometría de las placas pueden ser una superficie paralela y un cono con un determinado ángulo. donde una de las partes del instrumento tiene una rotación, provocando un gradiente de velocidad. Para encontrar la viscosidad en el fluido este es sometido a un esfuerzo para producir una velocidad angular. (Schramm, 1994)

Se menciona lo anterior porque en el presente trabajo para el poliácido se realizó una prueba de viscosidad en el fluido con el método de placas paralelas.

2.16. Ensayo de compresión

Es un ensayo que permite analizar el comportamiento de un material bajo solicitudes de fuerza o cargas de compresión. La máquina universal en su estructura consta de dos placas cilíndricas sujetas en la parte superior e inferior, para brindar precisión en la prueba la máquina está unida a una columna guía estándar. (Gude, Schirner, Weck, Dohmen, & Andrich, 2016)

Con este ensayo se recopila información de las probetas sometidas, datos de esfuerzo vs deformación y extensión vs fuerza y así determinar el punto máximo de ruptura del material. El ensayo fue realizado bajo la norma ISO 9917-1:2003.

2.17. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Es una técnica que utiliza el análisis de imágenes en alta definición, se obtiene datos visuales de la superficie de la muestra, la técnica (SEM) es utilizada de la década de 1970, el dispositivo de un detector de electrones secundarios quien es el que permite las imágenes de alta resolución, contiene un haz de electrones quien hace un barrido sobre la muestra, si esta no es conductora, previamente la muestra es recubierta por un polvo fino de oro para obtener la imagen de la superficie. (Callahan et al., 2018)

3. Antecedentes

Los primeros estudios realizados en cementos dentales se originan en la década de 1960 por los investigadores Wilson y Kent realizaron la técnica de polimerización por radicales libres, obteniendo un cemento por medio de un polvo de vidrio G200 obteniendo un ácido-base. Prepararon una solución acuosa y utilizando un agente iniciador y uno de transferencia, el experimento lo realizaron con un balón de cinco bocas como, (Crisp, Kent, Lewis, Ferner, & Wilson, 1980) a continuación se ilustra el montaje de los dispositivos.



Imagen 4. . Equipo para la preparación de los copolímeros de ácido acrílico fuente tomada de (Crisp et al., 1980)

El método utilizado por estos investigadores fue someter al proceso a un drenaje por medio de nitrógeno para eliminar el oxígeno presente en el sistema, con un rango de temperatura entre 80⁰ C y 100⁰ C. Las dos soluciones fueron realizadas en una relación molar de 3:4:1, finalmente la solución fue concentrada por destilación al vacío. (Crisp et al., 1980)

En el año 2005 se realiza un nuevo estudio para el procedimiento de la polimerización se utilizó una solución en agua en un reactor de tres bocas, se utilizó nitrógeno y se mantuvo con una temperatura entre 95⁰ C y 100⁰ C utilizando poliácido (AA) combinado con (MA) y (NVP) la polimerización se mantuvo con una temperatura de 95⁰C con un tiempo de 10 horas. (Yamazaki, Brantley, Culbertson, Seghi, & Schricker, 2005)

Con el procedimiento anterior se lleva a cabo la caracterización del poliácido por medio de la técnica (FTIR) donde se analiza su estructura macromolecular, realizan la prueba de viscosidad, además el poliácido es sometido a la prueba de peso molecular y cromatografía de permeación de gel (GPC). Subsiguiente realizaron la mezcla del poliácido con el ionómero de vidrio Fuji II para obtener el cemento dental y realizar las probetas para luego llevarlas a la prueba de compresión mecánica. (Yamazaki et al., 2005)

Las probetas fueron sometidas a una prueba de envejecimiento por medio de agua destilada con temperatura de 37⁰C por un tiempo de veintitrés horas para obtener mejores propiedades mecánicas, los investigadores realizaron cuatro pruebas usando relaciones molares como 7:3:1-6:4:2-5:5:3, la relación molar que presento mejores porcentajes de peso fue 8:1:1. (Yamazaki et al., 2005)

En el año 2009 fue realizado otro estudio en ionómero de vidrio utilizando (AA) con la combinación (NVP) y (AI) por medio de polimerización de radicales libres, fue caracterizado por medio de la técnica (FTIR) y viscosidad, además el cemento dental fue fabricado con Fuji II, los resultados del estudio encontraron que usando (NVP) mostraba resultados de mejor adherencia y resistencia al cizallamiento que el comercial además mayor fuerza de enlace. (Moshaverinia et al., 2009)

Los (GIC) son compuestos muy importantes utilizados en la clínica odontológica como restauradores dentales de relleno y revestimiento además por ser un buen liberador de flúor y sus propiedades mecánicas y su acción antibacteriana, muchos investigadores en la actualidad realizan sus estudios con nuevos compuestos a niveles de nanopartículas para contribuir con el mejoramiento de las deficiencias en los (GIC). (Alatawi, Elsayed, & Mohamed, 2018)

4. Procedimiento experimental

La ejecución para el desarrollo experimental del ionómero de vidrio se tuvo en cuenta los siguientes pasos:

Paso 1. Síntesis del poliácido

Paso 2. Deshidratación y purificación del poliácido.

Paso 3. caracterización por (FTIR) y cromatografía del poliácido

Paso 4. Mezcla de ionómero de vidrio comercial Fuji II con el componente líquido ionómero de vidrio

Paso 5. Caracterización del cemento dental con la técnica de viscosidad y prueba de compresión a las propiedades mecánicas.

Paso 6. Caracterización del cemento dental aplicando la técnica (SEM)

4.1. Paso 1. Síntesis de copolímeros y poliácido

En este trabajo se realizó la síntesis de las combinaciones de copolímeros ácido acrílico -ácido itacónico (AA-AI) y ácido acrílico- ácido sorbico (AA-AS) y el poliácido ácido acrílico-ácido itacónico-ácido sorbico (AA-AI-AS) a continuación se describe el proceso de sintetización para cada combinación. A continuación, en la tabla 1 se describe el proceso de síntesis de la combinación (AA-AI)

Tabla 1. *síntesis de copolímero (AA-AI) relación 34:1*

Mezcla	Cantidad/ml	Cantidad /gr	Tiempo/horas
Solución I			
Agua desionizada	100		
Persulfato		0.25	
Solución II			
Agua desionizada	50		
Ácido acrílico (AA)		43.7	
Ácido itacónico		8.8	
2-propanol	10		
Solución III			
Agua desionizada	30		
persulfato		0.25	
Duración			8

Método basado de la investigación Glass ionomer cement formulations (Crisp et al., 1980)

En esta primera combinación no se adiciono el agente de transferencia 2-propanol, se mantuvo la plancha de calentamiento a una temperatura de 135°C con una agitación a 350 rpm. Los valores del persulfato se manejaron a un cincuenta por ciento del método original.

A continuación, se muestra en la tabla 2 la síntesis del copolímero (AA-AS)

Tabla 2. *Síntesis de copolímero (AA-AS) relación molar 9:1*

Mezcla	Cantidad/ml	Cantidad /gr	Tiempo/horas
Solución I			
Agua desionizada	100		
Persulfato		1.25	
Solución II			
Agua desionizada	50		
Ácido acrílico (AA)		43.7	
Ácido sórbico (AS)		7.5	
2-propanol	10		
Solución III			
Agua desionizada	30		
persulfato		1.25	
Duración			8

Método basado en la investigación Glass ionomer cement formulations. (Crisp et al., 1980)

Se mantuvo el copolímero en un rango de temperatura en la plancha de calentamiento entre 95°C 100°C, el agitador magnético durante la sintetización estuvo a 350 rpm, como en el anterior proceso los valores del persulfato y del agente de transferencia junto con la solución acuosa se mantuvieron a un cincuenta por ciento del método original. Lo que difiere de la primera combinación expuesta en la tabla 1 es el uso de ácido sórbico (AS), la mezcla de este copolímero no se encuentra registrado en ninguna investigación con respecto a los cementos dentales.

A continuación, se muestra en la tabla 3 la síntesis del copolímero (AA-AI)

Tabla 3. *síntesis copolímero (AA-AI) relación molar 9:1*

Mezcla	Cantidad/ml	Cantidad /gr	Tiempo/horas
Solución I			
Agua desionizada	100		
Persulfato		1.25	
Solución II			
Agua desionizada	50		
Ácido acrílico (AA)		43.7	
Ácido itacónico (AI)		8.8	
2-propanol	10		
Solución III			
Agua desionizada	30		
persulfato		1.25	
Duración			8

Método basado en la investigación Glass Ionomer cement formulations. (Crisp et al., 1980)

La síntesis de este copolímero se mantuvo los valores al cincuenta por ciento en la solución acuosa las variaciones para resaltar en esta síntesis fue la relación molar 9:1, y menor cantidad de persulfato adicionada al copolímero, se mantuvo la temperatura entre 95°C 100°C, el magneto agitador a 350 rpm. A continuación, en la tabla 4 se muestra la síntesis del poliácido (AA-AI-AS)

Tabla 4. *síntesis terpolímero (AA-AI-AS) relación molar 8:1:1*

Mezcla	Cantidad/ml	Cantidad /gr	Tiempo/horas
Solución I			
Agua desionizada	100		
Persulfato		1.25	
Solución II			
Agua desionizada	40.64		
Ácido acrílico (AA)		27.43	
Ácido itacónico (AI)		6.5	
Ácido Sórbico		5.6	
2-propanol	10		
Solución III			
Agua desionizada persulfato	30	1.25	
Duración			8

Método basado en la investigación Glass ionomer cement formulations. (Crisp et al., 1980)

El poliácido se mantuvo a una temperatura entre 80°C – 85°C el agitador magnético estuvo a 350 rpm el tiempo total de reacción fue de 8 horas, para tener en cuenta el terpolímero contiene (AS) como se mencionó anteriormente el (AS) no se encuentra registrado en ninguna investigación de cementos dentales. En esta combinación se utilizó una relación molar 8:1:1, se mantuvo el método de adicción de los investigadores Kent y Wilson, (Crisp et al., 1980) la relación molar se tuvo en cuenta los estudios del investigador Yomoko. (Yamazaki et al., 2005)

Para las combinaciones de copolímero (AA-AI) y (AA-AS) y el poliácido (AA-AI-AS) se utilizó el mismo reactor con los siguientes componentes un balón de cuatro bocas, ensamblado por medio de un condensador un agitador magnético un embudo dosificador y un termómetro para supervisar la temperatura interna de la polimerización además el sistema tuvo nitrógeno durante todo el proceso. A continuación, se muestra la imagen 5 la composición del reactor de polimerización

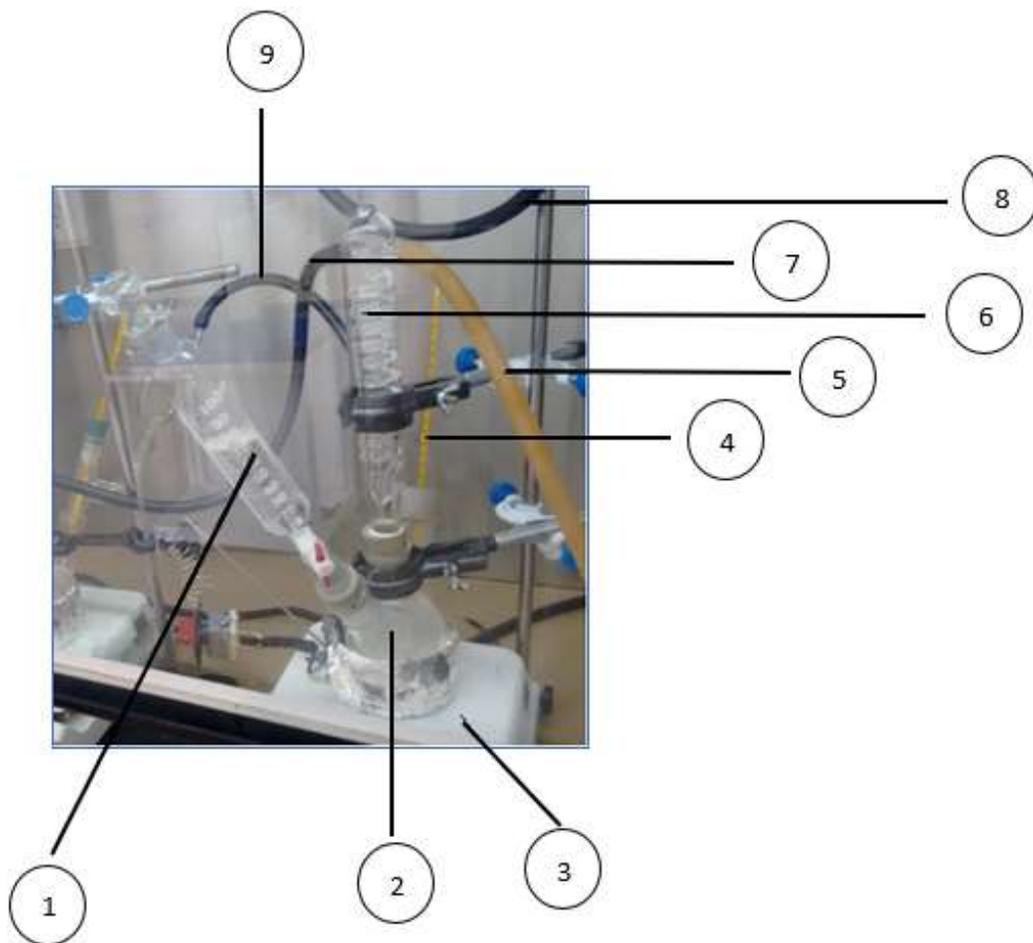


Imagen 5. Reactor de síntesis de copolímeros y terpolímero. Fuente de autores

1. Embudo dosificador
2. Balón de cuatro bocas
3. Plancha de calentamiento
4. Termómetro
5. Ingreso de agua
6. Condensador
7. Salida de agua
8. Salida de nitrógeno
9. Ingreso de nitrógeno.

Con la anterior imagen se muestra el montaje realizado para el proceso de polimerización de los copolímeros (AA-AI) y (AA-AS) y el poliácido (AA-AI-AS), estuvo sometido a 30 minutos con nitrógeno para eliminar la presencia de oxígeno, una de las bocas del balón fue utilizada para

colocar el embudo dosificador y el condensador la plancha de calentamiento es la encargada de mantener la temperatura.

En este reactor se adicione el agua desionizada se agrega el persulfato de amoniac y la solución concentrada del poliácido (AA)-(AI)-(AS) es suministrada gota a gota para no tener reacciones agresivas en el momento de la adición, a continuación, se describe el proceso.

Se obtiene una solución de 35.8 gr de (AA)-(AI) -(AS) se le adiciona 17.9 ml de H₂O en una relación molar de 8:1:1 como lo indica el investigador Moshaverinia con una temperatura entre 95°C -100° C con una duración de 8 horas teniendo en cuenta el procedimiento L44 con presencia de nitrógeno para eliminar la presencia de oxígeno. (Crisp et al., 1980)

4.2. Paso 2. Deshidratación y purificación del poliácido

Con las síntesis realizadas a las combinaciones de los copolímeros (AA-AI) (AA – AS) y el poliácido (AS-AI AS), se realizó la deshidratación para descartar monómeros residuales que no fueron sintetizados. Los copolímeros y el terpolímero fueron sometidos a lavados con acetato de etilo y etanol con un tiempo de duración de lavado de 2 horas y 30 minutos aproximadamente disueltos en agua desionizada y agregando ácido tartárico. Los componentes que se utilizaron en el laboratorio fueron los siguientes: condensador, plancha de calentamiento, un balón de tres bocas sin base, soporte universal, pinzas, matraz Erlenmeyer, bomba de vacío gel sílice para retener la humedad, termómetro para el control interno de temperatura en la reacción. A continuación, se muestra en la siguiente imagen 6 el equipo de laboratorio que se utilizó para la deshidratación de los copolímeros y el poliácido.

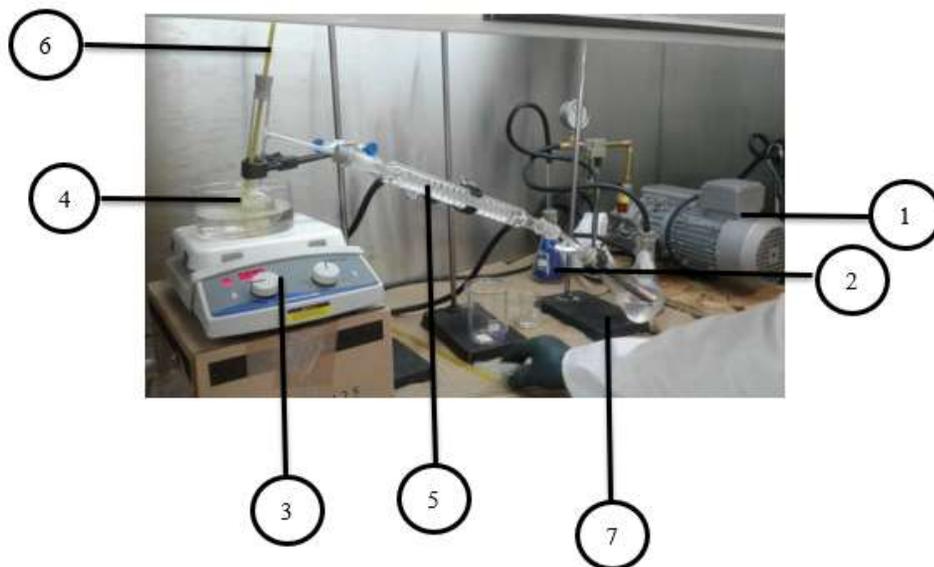


Imagen 6. Reactor de purificación y deshidratación de copolímeros y poliácido fuente de autores

Se describen los componentes de la imagen 6 utilizados para la deshidratación:

1. Bomba de vacío
2. Vaso Erlenmeyer con gel sílice
3. Plancha de calentamiento
4. Balón sin base y con desprendimiento lateral
5. Condensador
6. Termómetro
7. Base universal

A continuación, en las tablas se describe el procedimiento y valores utilizados para la deshidratación en los copolímeros y el poliácido.

Tabla 5. *Deshidratación copolímero (AA-AI) relación molar 9:1*

Nº lavados	Polímero cantidad en gramos	tipo de alcohol y solvente	Tiempo/minutos
Polímero inicial	80.5		
Lavado I	38.6	Alcohol Etanol	95
Lavado	43.8	Acetato Etilo	25
Lavado III	36.5	Alcohol Etanol	35
Lavado IV	43.1	Acetato Etilo	28
Lavado V	36.5	Agua Desionizada	48
Lavado VI	38.7	Agua Desionizada	50
Ácido Tartárico 5%	2.58		
Duración Horas			4:41

Método basado en la investigación Glass ionomer cement formulations. (Crisp et al., 1980)

Tabla 6. *Deshidratación de copolímero (AA-AS) relación molar 9:1*

Nº lavados	Polímero cantidad en gramos	tipo de alcohol y solvente	Tiempo/minutos
Polímero inicial	80.2		
Lavado I	23.3		95
Lavado	21.7	Alcohol Etanol	20
Lavado III	21.3	Acetato Etilo	10
Lavado IV	23	Alcohol Etanol	15
Lavado V	24.1	Acetato Etilo	15
Lavado VI	21.7	Agua Desionizada	50
Lavado VII	21.4	Agua desionizada	50
Ácido Tartárico 5%	1.426		
Duración Horas			4:15

Basado en el método Glass ionomer cement formulations. (Crisp et al., 1980)

Tabla 7. *Poliácido (AA-AI-AS) relación molar 8:1:1*

Nº lavados	Polímero cantidad en gramos	tipo de alcohol y solvente	Tiempo/minutos
Polímero inicial	80		
Lavado I	23.5		95
Lavado	24.3	Alcohol Etanol	25
Lavado III	24.2	Acetato Etilo	35
Lavado IV	27	Alcohol Etanol	28
Lavado V	26.6	Acetato Etilo	50
Lavado VI	28.9	Agua Desionizada	40
Lavado VII	22.4	Agua desionizada	50
Ácido Tartárico 5%	1.4933		
Duración Horas			5:23

Método basado de los investigadores Moshaverinia, Crisp, Kent. (Moshaverinia et al., 2009) (Crisp et al., 1980)

Los copolímeros y el poliácido estuvieron sometidos con el agitador magnético a 350 rpm la temperatura se mantuvo a 40°C para todas las combinaciones hasta obtener una mezcla homogénea.

4.3. Paso 3. Caracterización con FTIR y cromatografía del poliácido y copolímeros.

Las combinaciones fueron sometidas a la técnica (FTIR) utilizando un equipo Bruker a 64 Scan con un rango de onda entre 400 cm⁻¹ y 4000 cm⁻¹ y visualizar la macroestructura y poder detectar el rompimiento del doble enlace de carbono. Además, las combinaciones se utilizó la cromatografía líquida de alta resolución y permeabilidad (HPLC-GPC) como caracterización del peso molecular de las combinaciones de los copolímeros y el poliácido con un volumen de inyección de 20 µL en un tiempo de 25 minutos.

4.4. Paso 4. Mezcla de ionómero de vidrio comercial Fuji II con el componente líquido ionómero de vidrio.

Se extrae una cucharada de 1.0 gramos de polvo de ionómero de vidrio comercial Fuji II el polvo fue dividido en dos partes, en una de ellas se le adiciona dos gotas del componente líquido ionómero de vidrio con un peso de 1.01 gramos por gota se realizó la mezcla durante 15 segundos pasado este tiempo se adiciono la parte restante del polvo y se mezcló hasta obtener un cemento homogéneo, luego se procedió colocar la mezcla en los moldes para obtener las probetas, los moldes fueron realizados con las dimensiones de 4 mm de diámetro y 6 mm de altura, después de 24 horas se retiraron las probetas de los moldes.

4.5. Paso 5. Caracterización del cemento dental con la técnica de viscosidad y prueba de compresión a las propiedades mecánicas.

Por medio de la técnica de la viscosidad se caracterizó los copolímeros y el poliácido esta fue realizada con un reómetro Bohlin CVO a 25° C.

Se caracterizo el cemento dental en cuanto a sus propiedades mecánicas de compresión utilizando una maquina universal de ensayos de marca Tinius Olsen los parámetros manejados en la maquina fueron de una velocidad de carga de 0.75 mm/min la resistencia mecánica a la compresión, la caracterización estuvo bajo la norma ISO 9917-1:2013. (Standards, 2003) realizando los ensayos con probetas con dimensiones de 4 mm de diámetro y 6 mm de altura, se realizaron cinco probetas.

4.6. Paso 6. Caracterización del cemento dental utilizando la técnica (SEM)

Realizado el ensayo de compresión las muestras fracturadas fueron sometidas con la técnica SEM con parámetros en el equipo de 15 Kev y 1800 X.

5. Resultados y análisis de los resultados

5.1. Caracterización con la técnica (FTIR) del poliácido (AA-AI-AS) sintetizado

A continuación, se presentan las fórmulas lineales de los monómeros utilizados para realizar el poliácido (AA-AI-AS) y su fórmula lineal final.

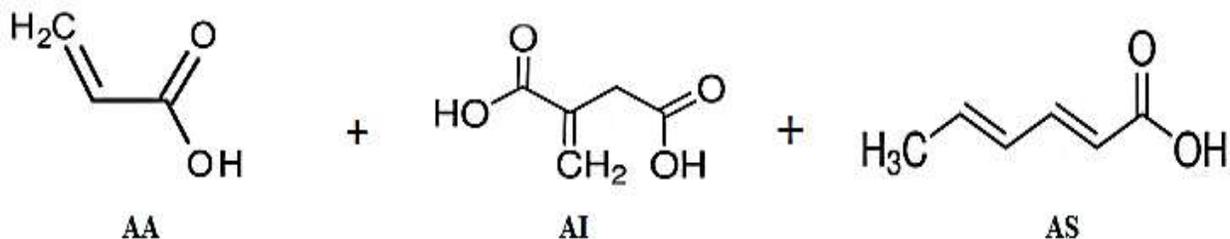


Imagen 7. Formula lineal combinación de los monómeros para el poliácido (AA-AI-AS)

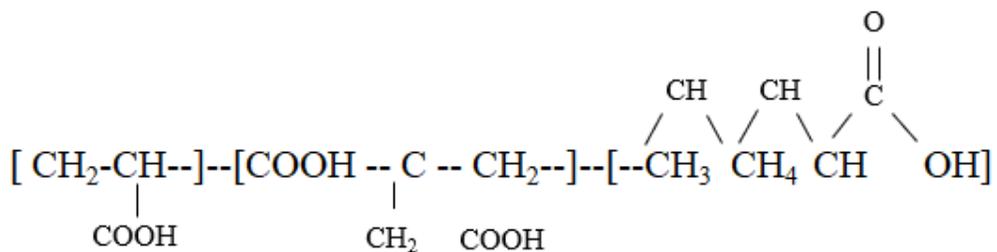


Imagen 8. Formula lineal del poliácido (AA-AI-AS)

A continuación, en las imágenes 9,10,11 se muestra el espectro de la técnica FTIR realizados a los monómeros (AA) (AI) (AS), entre un rango de onda de 1600 y 1700 cm^{-1} para poder visualizar el doble enlace carbono carbono (C=C).

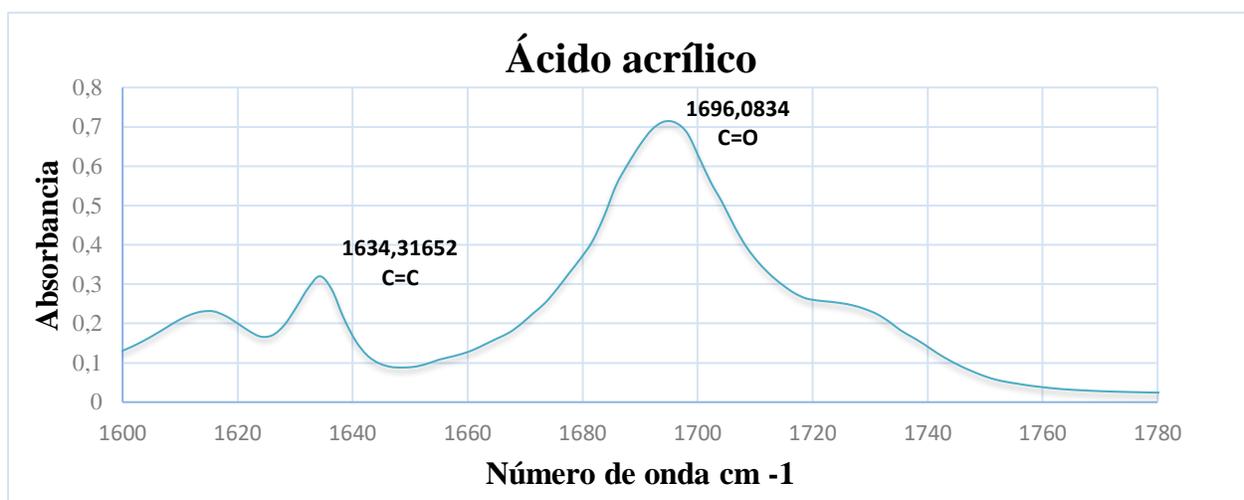


Imagen 9. Espectro (FTIR) monómero Ácido acrílico

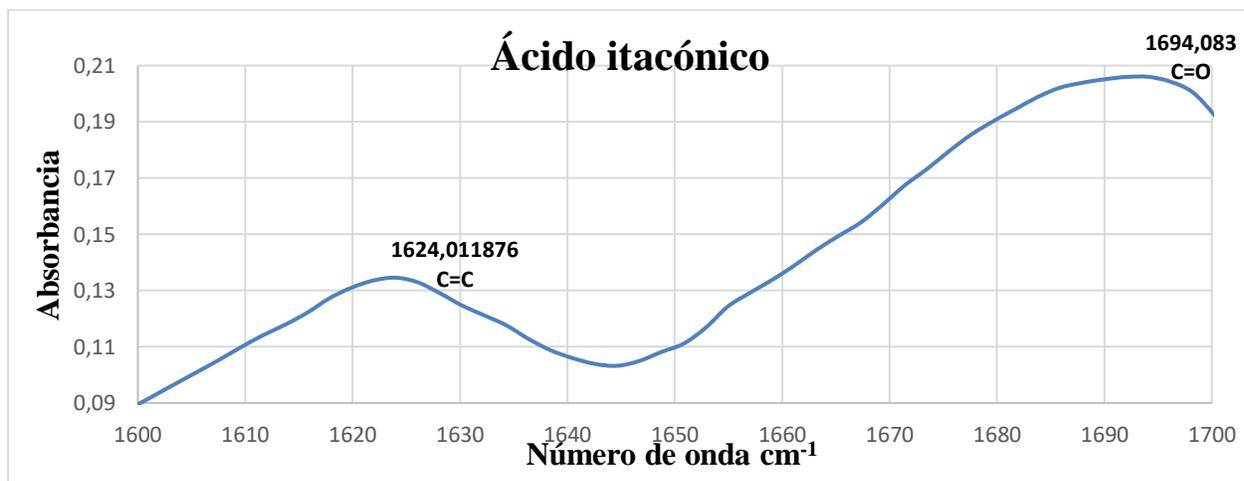


Imagen 10. Espectro (FTIR) monómero Ácido itacónico

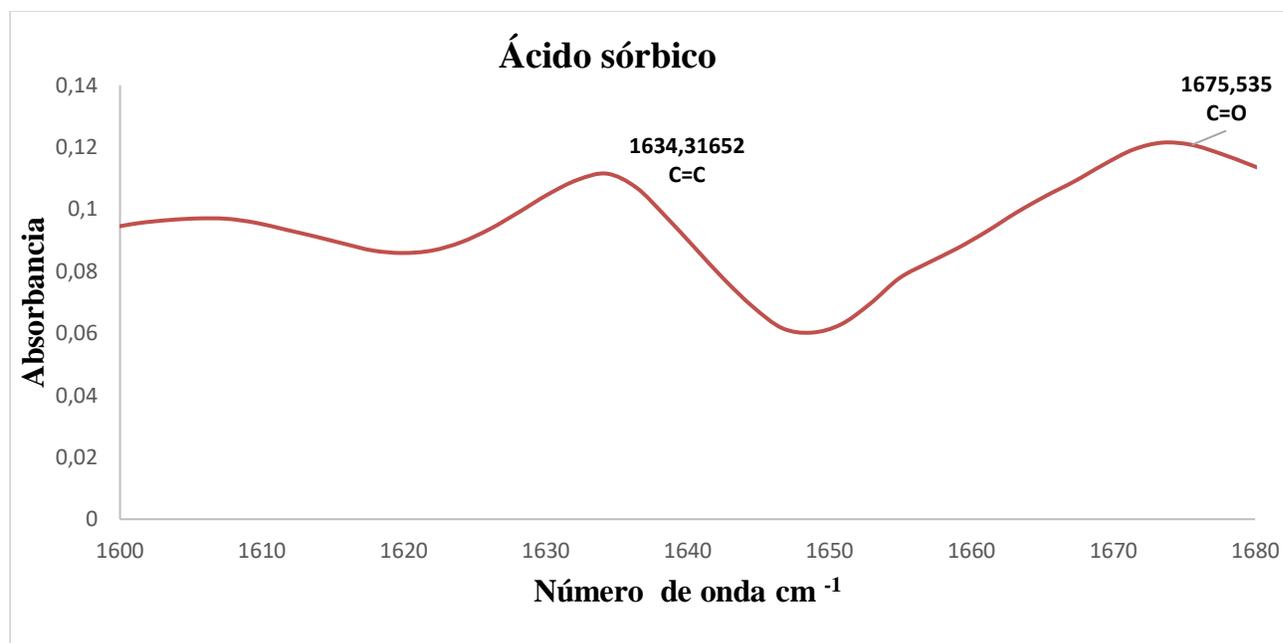


Imagen 11. Espectro (FTIR) monómero Ácido sórbico

Según el investigador Moshaverinia el doble enlace de carbono (C=C) se encuentra alrededor de un número de banda entre 1540 cm^{-1} y 1650 cm^{-1} (Moshaverinia et al., 2009) en **la imagen 9** se puede observar que el espectro del monómero (AA) su primer pico corresponde al doble enlace carbono carbono (C=C) y se ubica con un valor de número de onda de $1624,01\text{ cm}^{-1}$ y el segundo pico se ubica el enlace carboxílico con un valor de número de onda de $1696,0834\text{ cm}^{-1}$.

En **la imagen 10** podemos evidenciar que el espectro del monómero (AI) en su primer pico se encuentra el enlace doble carbono carbono (C=C) tiene un valor de número de onda de $1624,01187\text{ cm}^{-1}$, y su segundo pico nos muestra el enlace carboxílico con un valor de número de onda de $1694,083\text{ cm}^{-1}$.

En **la imagen 11** el espectro del monomero (AS) en su primer pico se encuentra el doble enlace carbono carbono (C=C) con un valor de número de onda de $1634,316\text{ cm}^{-1}$, y en el segundo pico podemos observar el doble enlace carboxílico (C=O) con un valor de número de onda de $1675,535\text{ cm}^{-1}$.

En **la imagen 12** se muestran los espectros de lavado del poliacido (AA-AI-AS 8H) para eliminar los monómeros residuales, se muestra el poliacido con un 0.5% de persulfato de amonio.

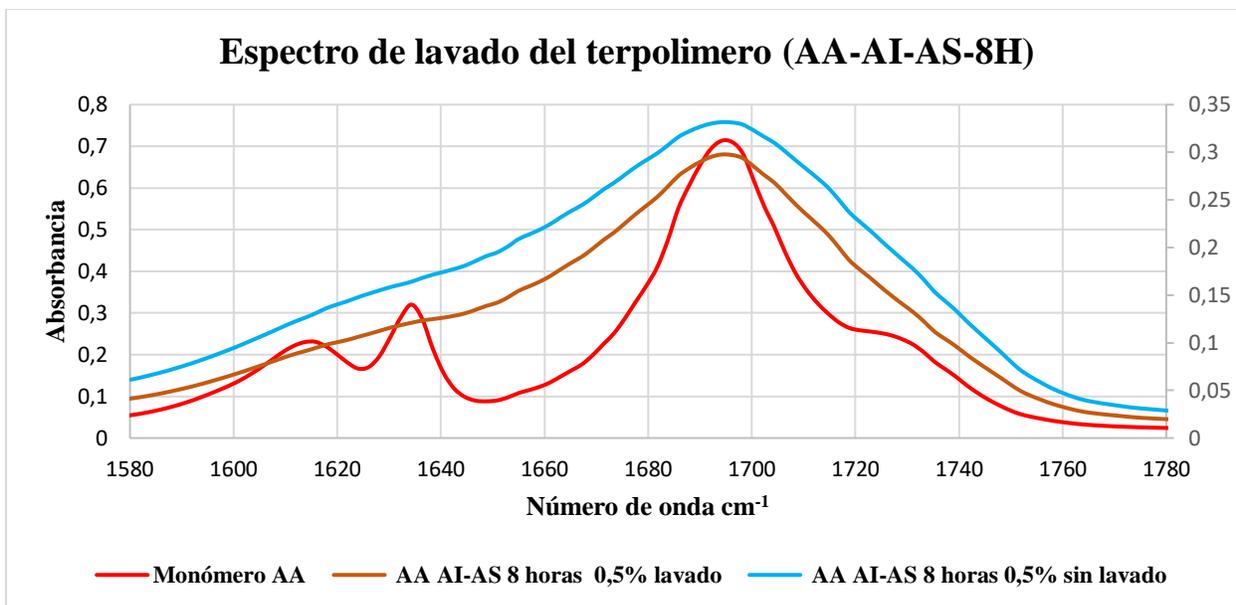


Imagen 12. Espectros de lavados poliácido (AA-AI-AS 8H 0.5%)

Con la imagen anterior se puede evidenciar que esta presente el enlace C=O con un número de onda de $1696,083455 \text{ cm}^{-1}$ en el poliácido con el 0.5% de persulfato, además se puede notar una disminución en el enlace C=C del poliácido con 0.5% de persulfato de amonio con un número de onda $1634,3152 \text{ cm}^{-1}$ después de los respectivos lavados. (Moshaverinia et al., 2009).

A continuación se muestra en la **imagen 13** los espectros lavado de las combinaciones de los copolímeros

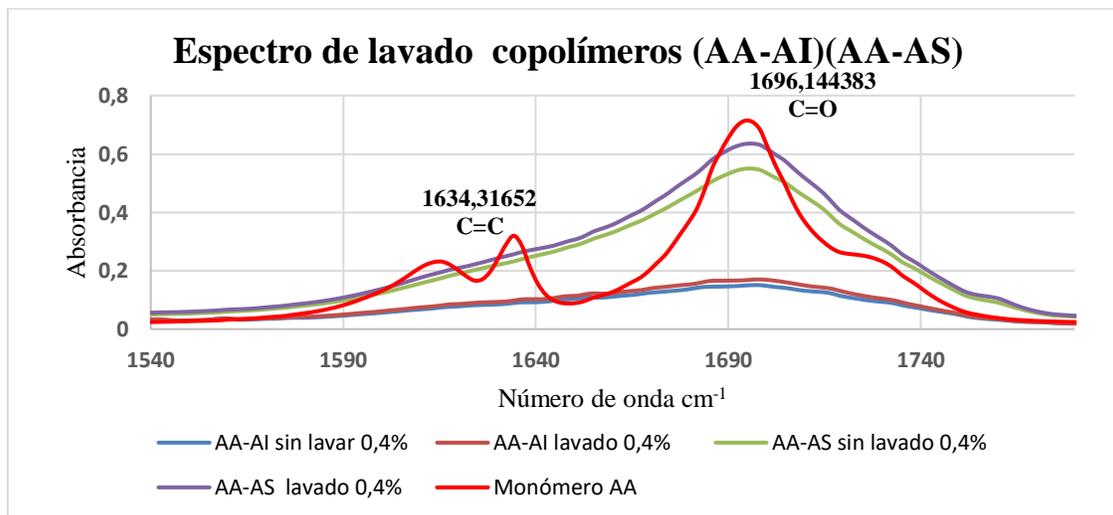


Imagen 13. Espectros de lavado copolímeros (AA-AI)(AA-AS)0.4%

En la **imagen 13** se visualiza que el copolímero (AA-AS) está presente el enlace C=O y la disminución del enlace C=C, en comparación con el copolímero (AA-AI) se puede observar que está muy por debajo del espectro del monómero (AA) tanto en sus enlaces C=O y C=C.

En la **imagen 14** se muestra la comparación de espectros por (FTIR) entre el poliácido (AA-AI-AS 8H-0.5%) lavado con el ácido tartárico contra el ionomero de vidrio comercial Fuji II.

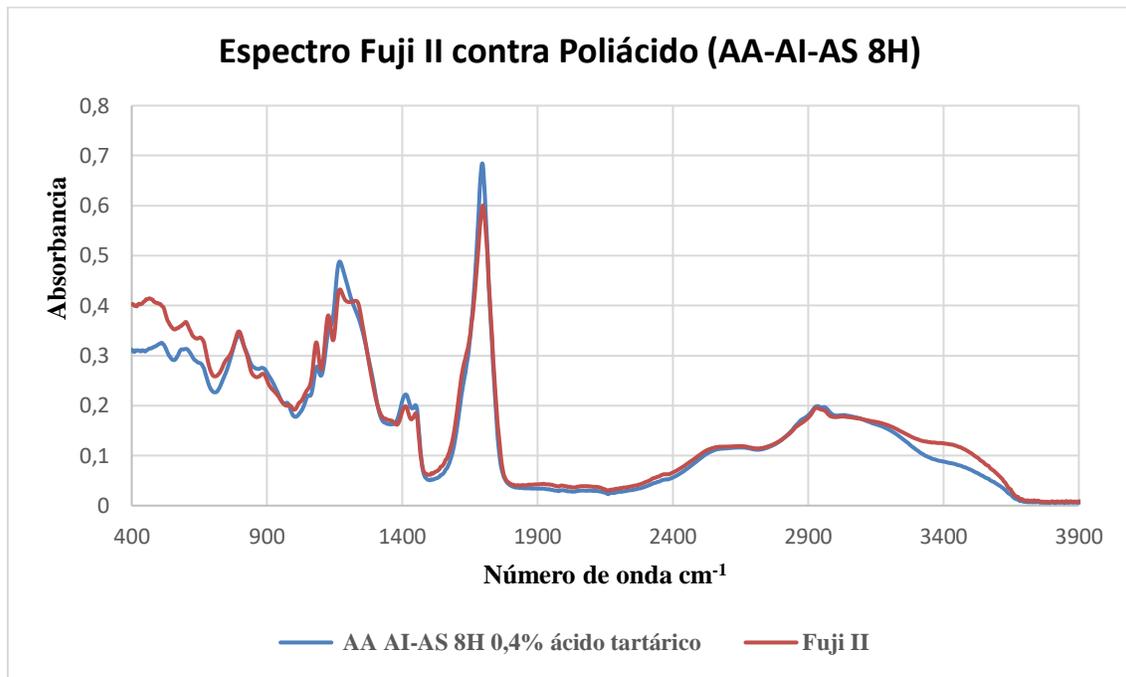


Imagen 14. Espectro de comparación entre poliácido (AA-AI-AS 8H) Ionómero de vidrio Fuji II

En la **imagen 14** se puede observar que el espectro del poliácido junto con el ionómero de vidrio Fuji II, tienen semejanzas en algunos puntos de la gráfica, además el espectro del poliácido superpone al componente Fuji II, quiere decir que el poliácido tiene características semejantes al polímero Fuji II.

A continuación, en la **imagen 15** se muestra los espectros de los copolímeros contra el polímero Fuji II.

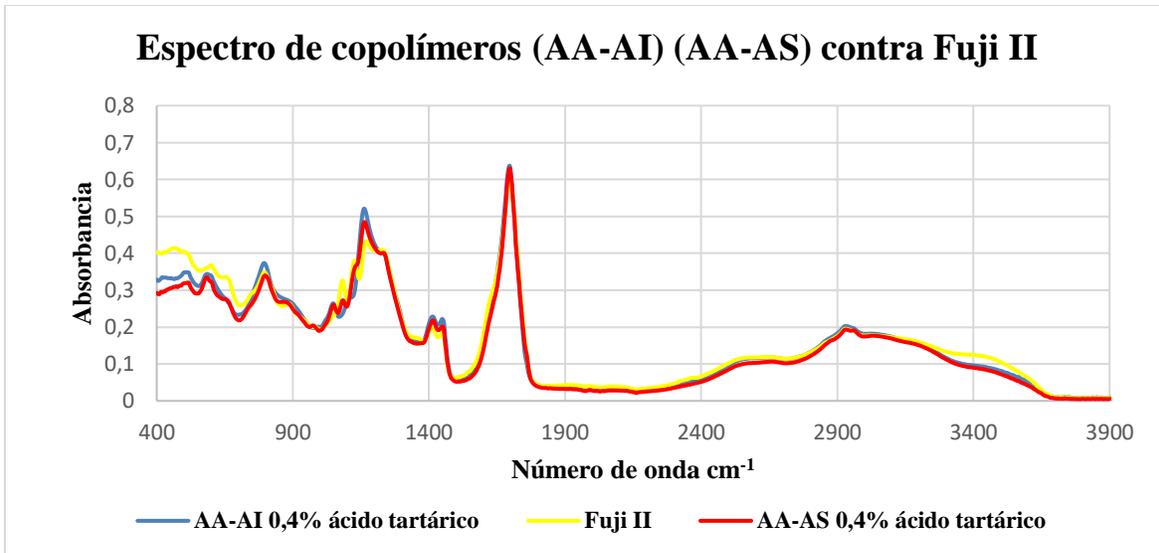


Imagen 15. Espectros de copolimeros contra polimero Fuji II

En la imagen anterior se puede observar que los copolímeros con el ácido tartárico, sus espectros coinciden en varios puntos de la gráfica contra el espectro del polímero comercial Fuji II, se puede decir que los copolímeros tienen características semejantes al Fuji II.

5.2. Caracterización del poliácido y copolímeros en sus propiedades mecánicas a la resistencia a compresión

La **tabla 8** muestra la resistencia a la compresión del poliácido y los copolímeros contra el polímero Fuji II comercial

Tabla 8. Resistencia media a la compresión poliácido y copolímeros con Fuji II

Tipo de tratamiento	Resistencia media a la compresión (Mpa)	Desviación estándar (σ)	Coefficiente de variación (Cv)
Fuji II	69,1	13,1	19
AA-AI-AS-8H	98,2	12,2	12
AA-AI-0.4%	109,0	20,4	23
AA-AS-0.4%	89,1	24,1	22

Parámetros de compresión Norma ISO 9917-1:2003(Standards, 2003)

De acuerdo con la tabla 8 y teniendo en cuenta la Norma ISO 9917-1:2003, los cementos de ionómeros de vidrio la desviación estándar no debe superar el valor de 20, en este caso el poliácido (AA-AI-AS-8H) cumple con la norma porque su valor está por debajo de lo indicado, en cambio los copolímeros (AA-AI-0.4%) y (AA-AS-0.4%) tienen valores superiores con

respecto a la norma. A continuación, en la **imagen 16** se grafica la resistencia media del polímero comercial el poliácido y los copolímeros.

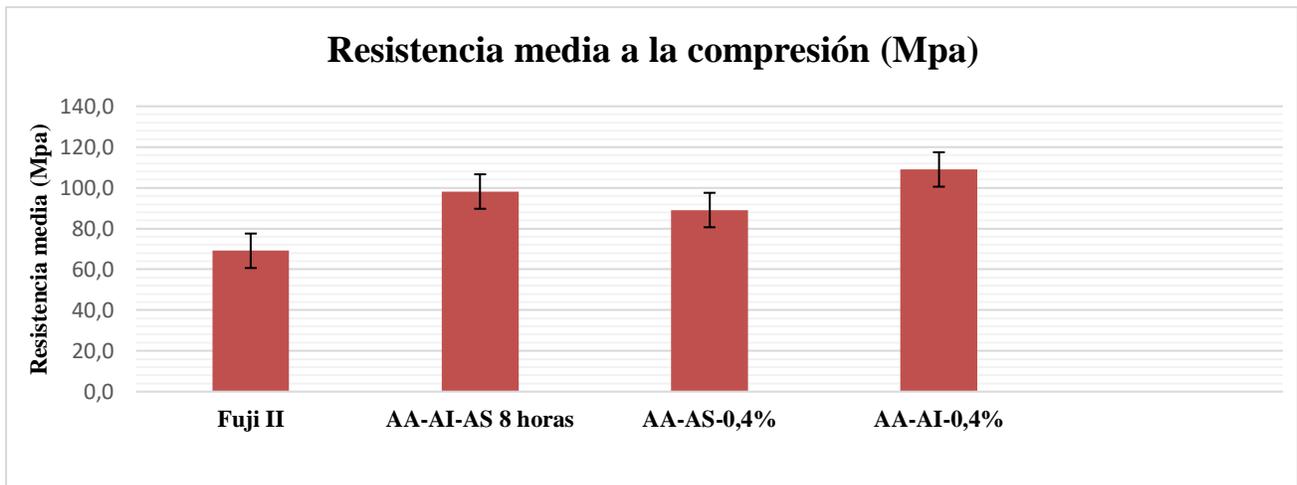


Imagen 16. Comparación de resistencia media de compresión

En la imagen anterior la gráfica nos indica que el poliácido (AA-AI-AS-8H) presente mayor resistencia a la compresión seguido del copolímero (AA-AS-0.4%) y el copolímero (AA-AI-0.4%), en cambio el polímero comercial Fuji II presente la menor resistencia a la compresión.

5.3. Caracterización del cemento dental utilizando la técnica (SEM)

se realiza prueba de SEM a las probetas fracturadas para realizar el análisis estructural de los cementos. A continuación, en las imágenes del 17 al 23 se muestra la estructura del copolímero (AA-AI-0.4%) y el copolímero (AA-AS-0.4%) y el patrón Fuji II comercial.

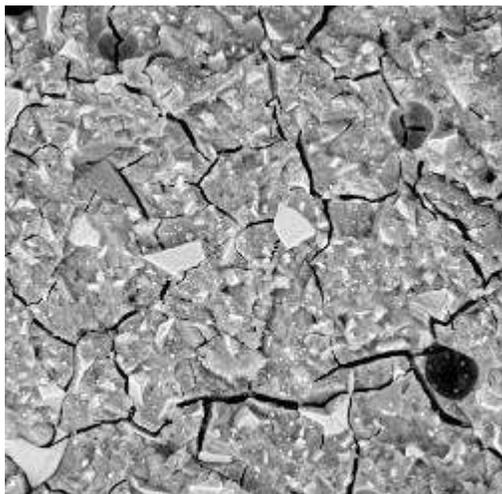


Imagen 17. copolímero (AA-AI-0.4%)

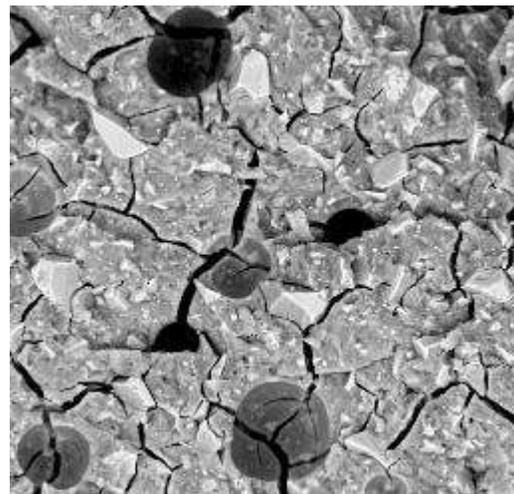


Imagen 18. Copolímero (AA-AI-0.4%)

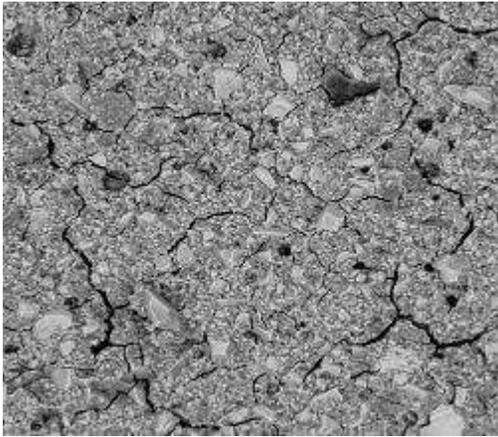


Imagen 19. Copolimero (AA-AS-0.4%)

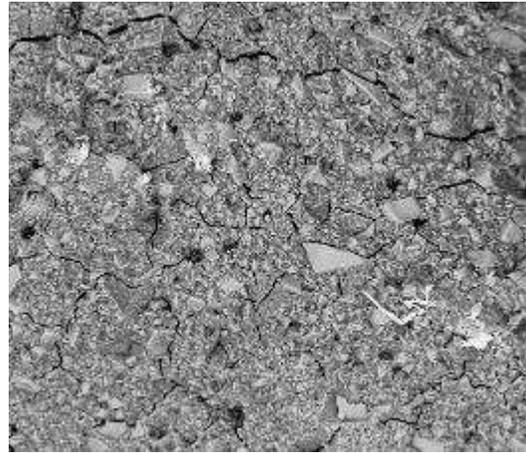


Imagen 20. copolimero (AA-AS-0.4%)

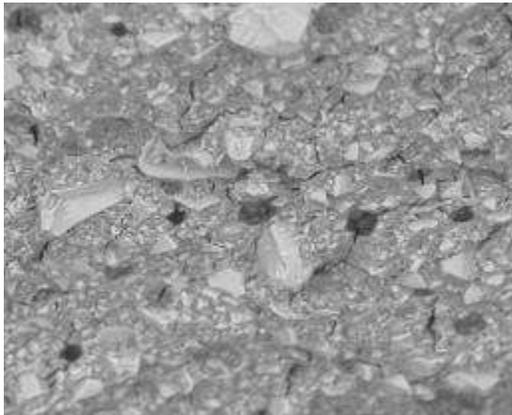


Imagen 21. Poliácido (AA-AI-AS-8H)

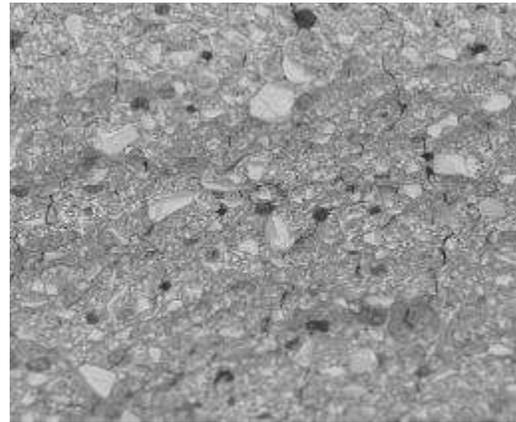


Imagen 22. Poliácido (AA-AI-AS-8H)

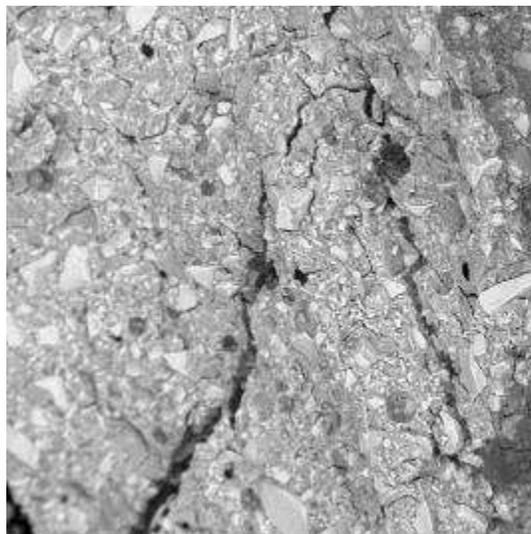


Imagen 23. Ionómero de vidrio comercial Fuji II

En las imágenes 17-18 del copolímero (AA-AI-0.4%) se evidencia un mayor número de grietas y de un color mucho más oscuro en comparación con las imágenes 19-20 del copolímero (AA-AS-0.4%), comparando los copolímeros contra la imagen 23 del vidrio Fuji II, se puede decir que el copolímero (AA-AI-0.4%) presenta mayor número de grietas, que el Fuji II comercial.

Realizando la comparación de las imágenes 19-20 del copolímero (AA-AS-0.4%) se puede evidenciar grietas de menor profundidad. En comparación con la imagen 23 polímero Fuji II comercial se observan grietas de mayor número y con una mayor profundidad.

Las imágenes 21-22 del poliácido (AA-AI-AS-8H) muestran una superficie mucho más compacta en comparación de la imagen 23 polímero Fuji II. Se podría asociar que el color oscuro en las grietas es debido a la profundidad y tiene mayor número de fisuras

5.4. Caracterización del poliácido y copolímeros por medio de la técnica (SEC)

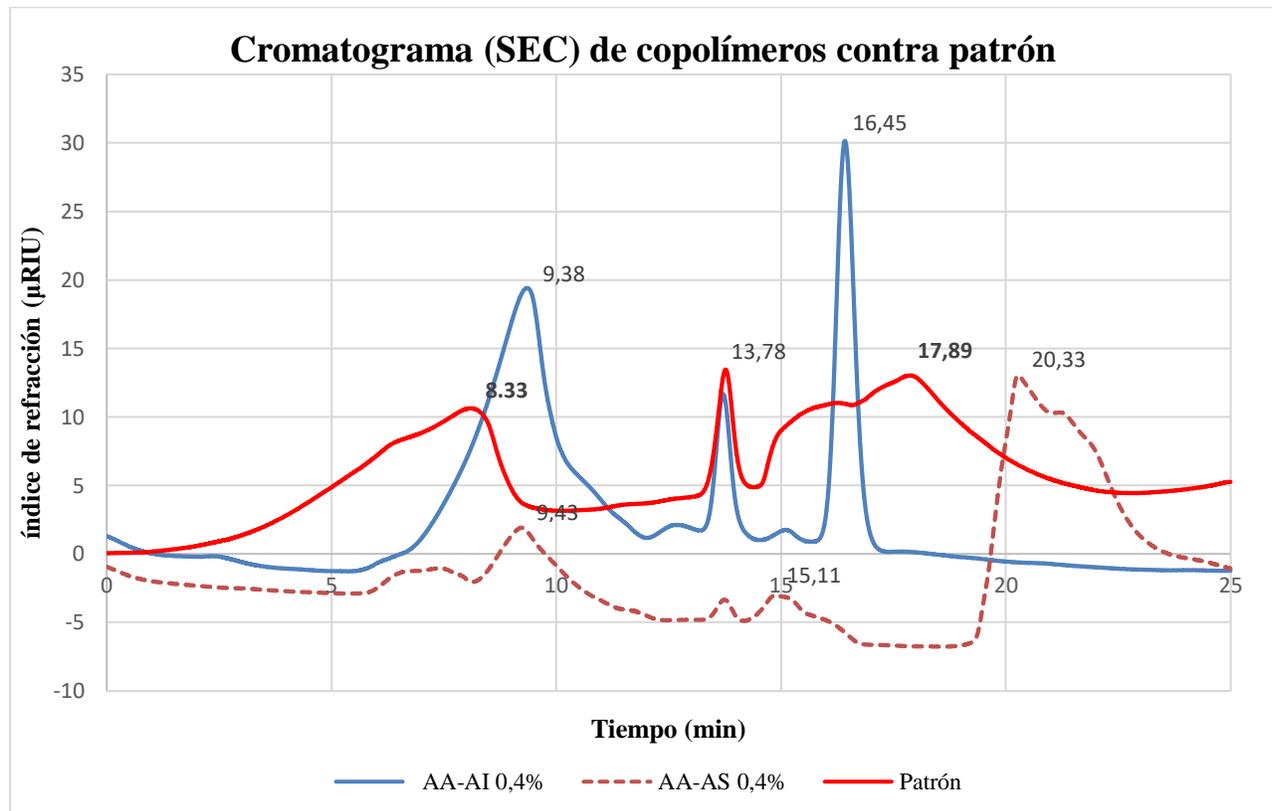


Imagen 24. Cromatograma (SEC) de copolímeros contra patrón

En la imagen 24 el cromatograma se puede observar tres picos tanto en los copolímeros como en el patrón que es el polímero Fuji II. El copolímero (AA-AI-0.4%) el primer pico las

macromoléculas empiezan su elución a partir del minuto 9.38, en el segundo pico las moléculas con menor peso molecular su elución se registra en el minuto 13.64, el tercer pico las macromoléculas con un inferior peso molecular eluyen a partir del minuto 16.45.

En la imagen anterior se puede observar el copolímero (AA-AS-0,4%) presenta tres picos no con mayor altura de columna, el primer pico las macromoléculas se eluyen a partir del minuto 9.43, el segundo pico las macromoléculas tienen una elución en el minuto 15.11, y el tercer pico las macromoléculas con inferior peso su elución es en el minuto 20.33, siendo este con el mayor tiempo de elución de las macromoléculas con respecto al patrón como al copolímero (AA-AS-0.4%).

El cromatograma del patrón (Fuji II) en su primer pico las macromoléculas eluyen a partir del minuto 8.33, el segundo pico las macromoléculas su elución es en el minuto 13.78 y el tercer pico con macromoléculas de menor peso molecular eluyen a partir del minuto 17.89.

A continuación, se muestra la imagen 25 la comparación del poliácido contra el patrón.

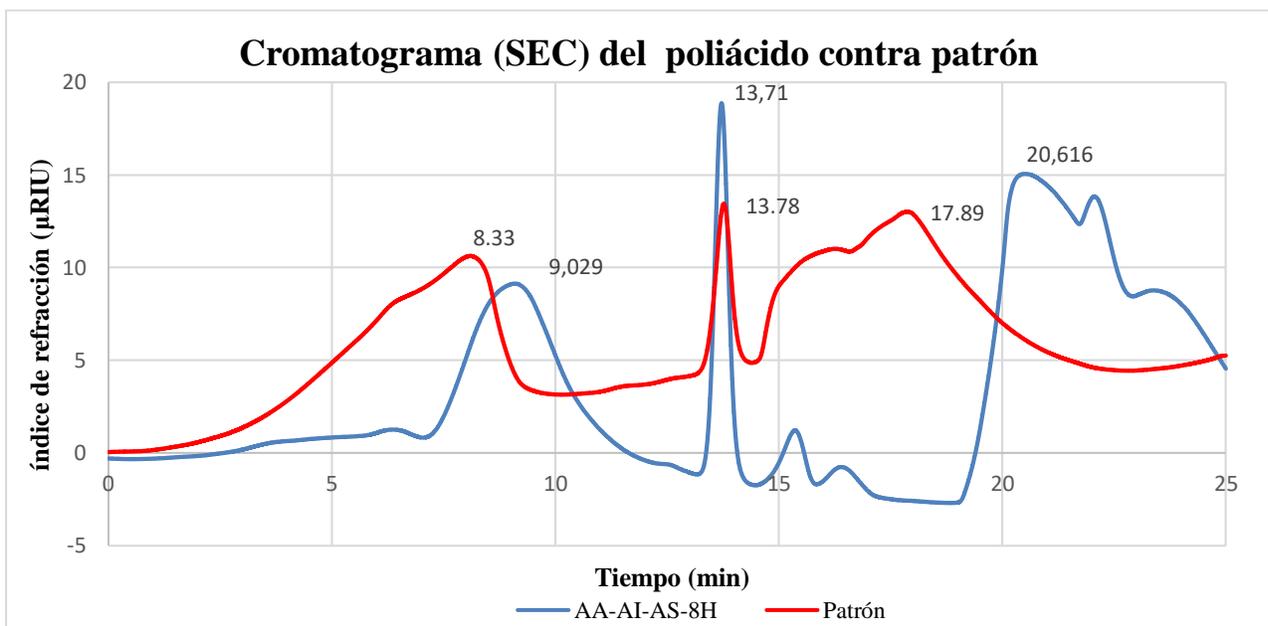


Imagen 25. Cromatograma (SEC) poliácido contra patrón

En la anterior imagen se muestra el cromatograma del poliácido (AA-AI-AS-8H) con tres picos, en el primer pico las macromoléculas eluyen en el minuto 9.02, en el segundo pico las macromoléculas tienen una elución en el minuto 13.71 y en el tercer pico las macromoléculas con un peso molecular muy inferior su elución está en el minuto 20.616.

Con respecto al patrón (Fuji II) las macromoléculas de mayor peso eluyen en el minuto 8.33 y las macromoléculas con un peso molecular inferior su elución se registra en los minutos 13.78 y 17.89. A continuación en la imagen 26 se realiza una comparación de los copolímeros el poliácido junto con el patrón

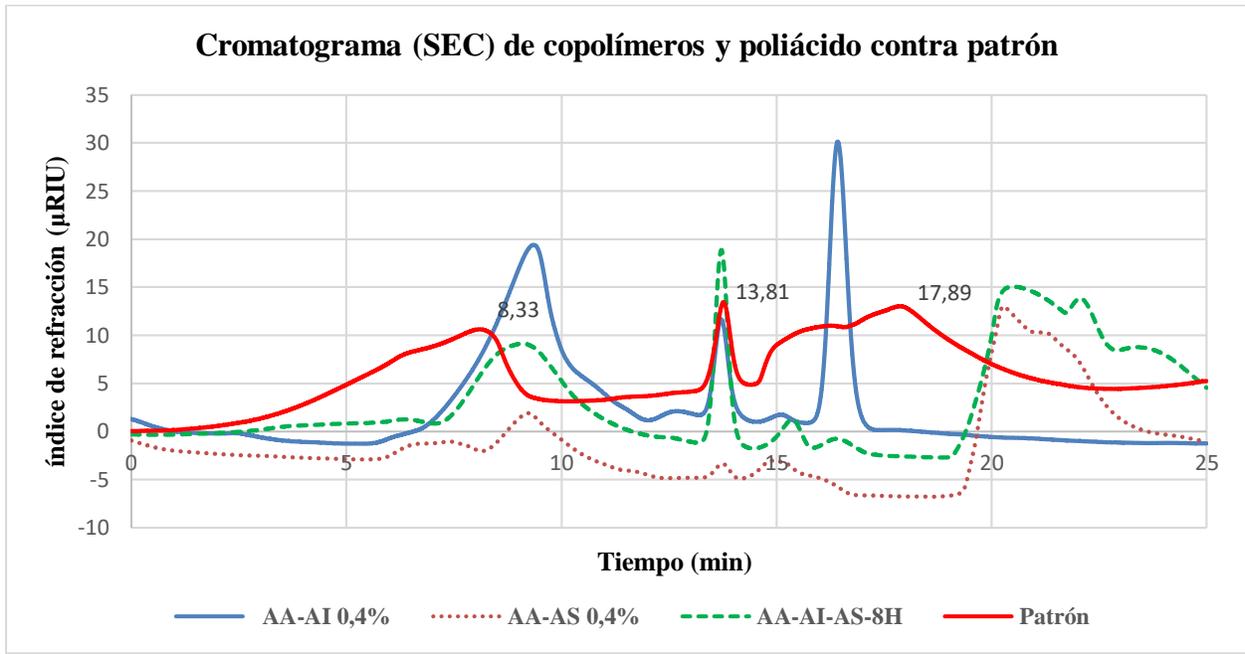


Imagen 26. Cromatograma (SEC) de copolímeros y poliácido contra patrón

En la **imagen 26** podemos observar el cromatograma de los copolímeros y el poliácido junto con el patrón (Fuji II) podemos indicar que el copolímero (AA-AS0,4%) y el poliácido (AA-AI-AS-8H) que la elución de las macromoléculas de menor peso molecular tienen el mayor tiempo 20.33 y 20.616.

El patrón se encuentra más hacia el lado izquierdo del cromatograma lo que nos dice que es de un gran peso molecular en comparación con los copolímeros y el poliácido.

El copolímero (AA-AI-0,4%) se superpone al patrón se puede evidenciar una gran altura en la columna con respecto al primer pico y tercer pico, este copolímero es el segundo con más peso molecular debido que su cromatograma es el más cerca al patrón.

El poliácido (AA-AI-AS-8H) muestra que el segundo pico y el tercer pico se superponen al patrón.

5.5. Caracterización de copolímeros y poliácido por medio de la técnica de viscosidad

En la imagen 27 se muestra la prueba de viscosidad del copolímero (AA-AS-0.4%) y el poliácido (AA-AI-AS-8H) y el Fuji II.

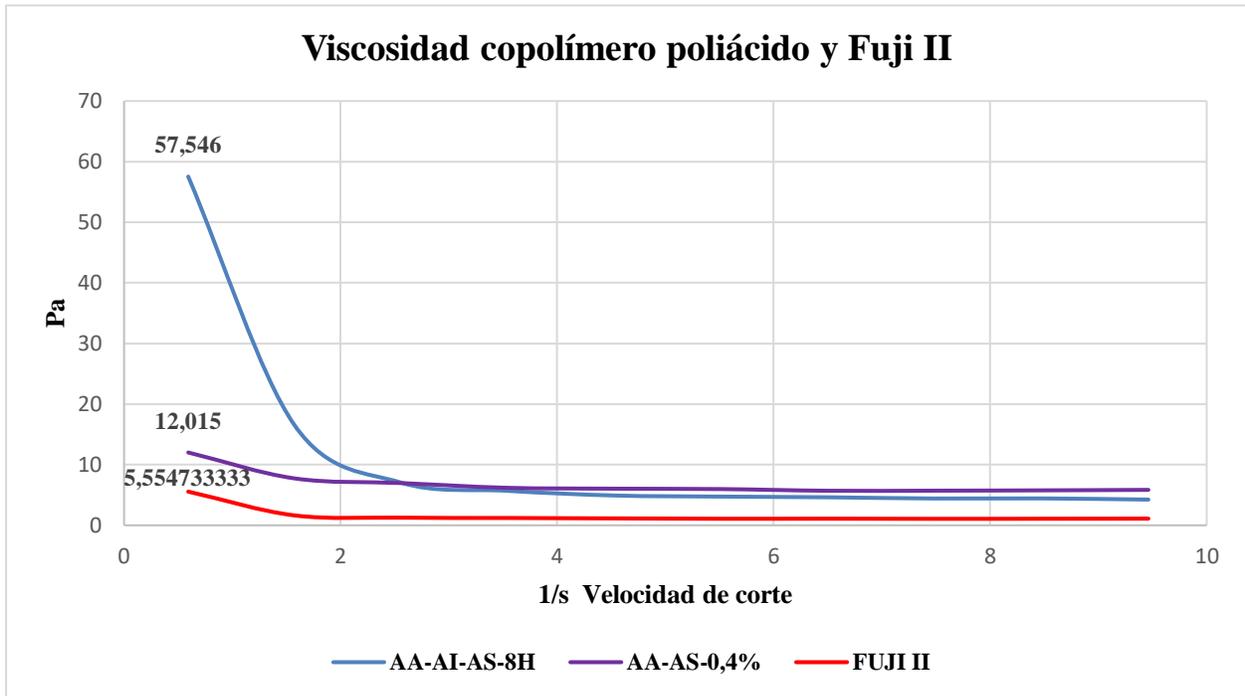


Imagen 27. Prueba de viscosidad copolímero poliácido y Fuji II

En la imagen anterior se puede evidenciar que el polímero Fuji II presenta un valor por debajo de los 10 Pa en comparación con el copolímero y el poliácido que presentan valores 12,015 y 57,46.

Este comportamiento se puede asociar con la técnica de compresión donde el copolímero y el poliácido tuvieron resultados mayores al Fuji II.

6. Conclusiones

En este trabajo se realizó la sintetización de los copolímeros (AA-AI) y (AA-AS) utilizando persulfato de amonio como iniciador con un porcentaje de concentración al 0.4% y el poliácido (AA-AI-AS-8H) con un porcentaje de persulfato de 0.5%.

Con la técnica de caracterización (FTIR) se encontró el enlace doble carbono carbono (C=C) y el enlace carboxílico (C=O) alrededor del número de onda de 1600 cm^{-1} y 1700 cm^{-1} los valores de los picos corresponden a 1634 cm^{-1} y 1696 cm^{-1} al enlace carboxílico (C=O).

Con lo anterior se tomó el monómero de mayor participación en el proceso de sintetización para este caso fue el monómero de (AA). Con el que se realizó la comparación de los espectros de los copolímeros (AA-AI-0,4%) y (AA-AS-0,4%) junto con el poliácido (AA-AI-AS-8H-0.5%) se observó que el pico de doble enlace carbono carbono C=C desaparece en los espectros de los copolímeros y el poliácido, esto fue por la unión de los ácidos (AA-AI-AS) cuando sucedió el rompimiento del doble enlace C=C en el proceso de sintetización.

El segundo pico se visualizo fue el enlace carboxílico (C=O) este se evidencio en los espectros sin lavar y lavados de los copolímeros como del poliácido, se observó que el copolímero (AA-AI-0.4%) en los espectros sin lavar y lavado el enlace doble C=O la altura del pico es muy alta, y baja cuando se realiza el proceso de lavado en comparación con el espectro del monómero (AA).

En cambio, el copolímero (AA-AS-0,4%) el pico del enlace carboxílico C=O del espectro sin lavar tuvo una mayor altura seguido del lavado. El poliácido (AA-AI-AS-8H-0.5%) se pudo visualizar que su espectro de lavado el pico del enlace carboxílico C=O tuvo una gran altura y estuvo muy cerca al pico del monómero (AA), seguido del espectro sin lavar su altura fue mayor, pero supero el pico de los copolímeros. Esto nos indicó que tanto los dímeros y el terpolímero no tuvieron unión con los ácidos (AA-AI-AS) con este enlace carboxílico C=O.

En la prueba de resistencia mecánica el mayor valor alcanzado fue **98,2Mpa** correspondiente al poliácido (AA-AI-AS-8H-0.5%) esto se puede atribuir a la unión de los ácidos en el rompimiento del enlace doble C=C, como se pudo observar en el espectro (FTIR), aunque los copolímeros presentaron un valor de resistencia media a la compresión en comparación con polímero Fuji II, no cumplen por haber obtenido un valor superior de **20** del coeficiente estándar. El poliácido (AA-AI-AS-8H-0,5%) supera al ionómero comercial Fuji II en resistencia mecánica.

En la caracterización de la técnica (SEM) el poliácido (AA-AI-AS-8H-0,5%) presento una estructura más compacta y sin agrietamientos, lo cual nos indica que supero al polímero Fuji II esto lo asociamos al comportamiento que tuvo el poliácido (AA-AI-AS-8H-0,5%) en cuanto al

espectro de la técnica (FTIR) y el valor elevado que tuvo en la resistencia media a la compresión, se tuvo en cuenta el copolímero (AA-AS-0,4%) porque reafirmo que el uso del ácido sórbico muestra una estructura con menos grietas en comparación del Fuji II.

En la caracterización con la técnica de cromatografía por exclusión de tamaños se evidencio que el poliácido en el cromatograma esta hacia la derecha lo cual nos indicó que es de menor peso molecular en comparación con el polímero Fuji II su cromatograma esta hacia la izquierda nos dice que es de mayor peso molecular, entre el poliácido y el Fuji II el primer pico y el segundo del cromatograma presento tiempos no muy distantes, en el tercer pico si hubo una diferencia significativa de tiempo con respecto a las macromoléculas de menor peso molecular, lo que pudo incidir en esas diferencias de tiempo fue el tamaño de las macromoléculas el proceso de los gases que se utilizaron para arrastrar las moléculas por medio de la columna y el tipo de matriz por donde pasaron las macromoléculas.

En la prueba de viscosidad nos confirmó que el poliácido supero con un valor de **57,546** Pa muy ampliamente al polímero comercial Fuji II que obtuvo un valor de **5,55** Pa esto fue debido al valor superior que obtuvo el poliácido en la prueba de resistencia mecánica además el comportamiento de la sintetización, que hizo que el poliácido superara al polímero Fuji II.

7. Bibliografía

- Aaseth, J., Hilt, B., & Bjørklund, G. (2018). Mercury exposure and health impacts in dental personnel. *Environmental Research*, *164*(February), 65–69. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2018.02.019>
- Alatawi, R. A. S., Elsayed, N. H., & Mohamed, W. S. (2018). Influence of hydroxyapatite nanoparticles on the properties of glass ionomer cement. *Journal of Materials Research and Technology*, (x x), 6–11. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.01.010>
- Anusha, C., Sankar, R., Varunkumar, K., Sivasindhuja, G., & Ravikumar, V. (2017). Fourier transform-infrared spectroscopy as a diagnostic tool for mosquito coil smoke inhalation toxicity in Swiss Albino mice. *Journal of Molecular Structure*, *1149*, 128–135. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2017.07.087>
- Askeland, D. R., & Phulé, P. P. (2004). *Ciencia e ingeniería de los materiales*. Retrieved from <https://books.google.com/books?id=2kpDKWJ7eYIC&pgis=1>
- Bates, M. N. (2006). Mercury amalgam dental fillings: An epidemiologic assessment. *International Journal of Hygiene and Environmental Health*, *209*(4), 309–316. <https://doi.org/10.1016/j.ijheh.2005.11.006>
- Callahan, P. G., Stinville, J. C., Yao, E. R., Echlin, M. P., Titus, M. S., De Graef, M., ... Pollock, T. M. (2018). Transmission scanning electron microscopy: Defect observations and image simulations. *Ultramicroscopy*, *186*, 49–61. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.11.004>
- Chitra, J., Ghosh, M., & Mishra, H. N. (2017). Rapid quantification of cholesterol in dairy powders using Fourier transform near infrared spectroscopy and chemometrics. *Food Control*, *78*, 342–349. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2016.10.008>
- Crisp, S., Kent, B. E., Lewis, B. G., Ferner, A. J., & Wilson, A. D. (1980). Glass-ionomer Cement Formulations. II. The Synthesis of Novel Polycarboxylic Acids. *J Dent Res*, *59*(6), 1055–1063. <https://doi.org/10.1177/00220345800590060801>
- Culbertson, B. M. (2001). Glass-ionomer dental restoratives. *Progress in Polymer Science (Oxford)*, *26*(4), 577–604. [https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(01\)00006-5](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(01)00006-5)
- Dalen, K., Lygre, G. B., Kløve, H., Gjerdet, N. R., & Askevold, E. (2003). Memory functions in persons with dental amalgam. *Journal of Dentistry*, *31*(7), 487–492. [https://doi.org/10.1016/S0300-5712\(03\)00086-1](https://doi.org/10.1016/S0300-5712(03)00086-1)
- Djas, M., & Henczka, M. (2018). Reactive extraction of carboxylic acids using organic solvents and supercritical fluids: A review. *Separation and Purification Technology*, *201*(January), 106–119. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2018.02.010>
- Ferrand, C., Marc, F., Fritsch, P., & Cassand, P. (2000). Mutagenicity and genotoxicity of sorbic acid ± amine reaction products, *14*, 423–428.
- Fred W. Billmeyer, J. (2004). *ciencia de los polímeros*. (Reverté S:A, Ed.) (primera). Barcelona,

España. Retrieved from

<https://books.google.es/books?hl=es&lr=&id=vL9QrpOKsQcC&oi=fnd&pg=PA1&dq=related:77mSagbTbcgJ:scholar.google.com/&ots=yxLv8fvkEj&sig=LjNHxlzTndN1KY1JD-rtbFrltoY#v=onepage&q&f=false>

- Gratzl, G., Paulik, C., Hild, S., Guggenbichler, J. P., & Lackner, M. (2014). Antimicrobial activity of poly(acrylic acid) block copolymers. *Materials Science and Engineering C*, 38(1), 94–100. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2014.01.050>
- Gude, M., Schirner, R., Weck, D., Dohmen, E., & Andrich, M. (2016). Through-thickness compression testing of fabric reinforced composite materials: Adapted design of novel compression stamps. *Polymer Testing*, 56, 269–276. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2016.10.024>
- Klement, T., & Büchs, J. (2013). Itaconic acid - A biotechnological process in change. *Bioresource Technology*, 135, 422–431. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.11.141>
- Liang, D., Du, C., Ma, F., Shen, Y., Wu, K., & Zhou, J. (2017). Characterization of nano FeIII-tannic acid modified polyacrylate in controlled-release coated urea by Fourier transform infrared photoacoustic spectroscopy and laser-induced breakdown spectroscopy. *Polymer Testing*, 64(August), 101–108. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2017.09.037>
- Moheet, I. A., Luddin, N., Ab Rahman, I., Masudi, S. M., Kannan, T. P., & Abd Ghani, N. R. N. (2018). Evaluation of mechanical properties and bond strength of nano-hydroxyapatite-silica added glass ionomer cement. *Ceramics International*, (March), 0–1. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.03.010>
- Moshaverinia, A., Roohpour, N., Ansari, S., Moshaverinia, M., Schrickler, S., Darr, 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>
- Nicholson, J. W. (2016). Adhesion of glass-ionomer cements to teeth: A review. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 69, 33–38. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.03.012>
- Nisenbaum, A., Apelblat, A., & Manzurola, E. (2012). Volumetric properties of itaconic acid aqueous solutions. *Journal of Chemical Thermodynamics*, 47, 42–47. <https://doi.org/10.1016/j.jct.2011.09.014>
- Pandey, H., Kumar, V., & Roy, B. K. (2014). Assessment of genotoxicity of some common food preservatives using *Allium cepa* L. as a test plant. *Toxicology Reports*, 1, 300–308. <https://doi.org/10.1016/j.toxrep.2014.06.002>
- Petrescu, L., Fermeglia, M., & Cormos, C. C. (2016). Life Cycle Analysis applied to acrylic acid production process with different fuels for steam generation. *Journal of Cleaner Production*, 133(2016), 294–303. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.05.088>
- Pirok, B. W. J., Breuer, P., Hoppe, S. J. M., Chitty, M., Welch, E., Farkas, T., ... Schoenmakers,

- P. J. (2017). Size-exclusion chromatography using core-shell particles. *Journal of Chromatography A*, 1486, 96–102. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2016.12.015>
- Sakthivel, M., Franklin, D. S., Sudarsan, S., Chitra, G., & Guhanathan, S. (2017). Investigation on Au-nano incorporated pH-sensitive (itaconic acid/acrylic acid/triethylene glycol) based polymeric biocompatible hydrogels. *Materials Science and Engineering C*, 75, 517–523. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.02.054>
- Schramm, G. (1994). A Practical Approach to Rheology and Rheometry. *Rheology*, 291. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Shimoyama, A., Fujisaka, A., & Obika, S. (2017). Evaluation of size-exclusion chromatography for the analysis of phosphorothioate oligonucleotides. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 136, 55–65. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2016.12.036>
- Smith, William & Hashemi, J. (2006). *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*. Retrieved from <https://chirinosilvaroger.files.wordpress.com/2012/05/fundamentos-de-la-ciencia-e-ingenieria-de-materiales-4ta-edicion-3b3n-william-f-smith-javad-hashemi.pdf>
- Standards, I. (2003). म ा नक.
- Sun, L., Yan, Z., Duan, Y., Zhang, J., & Liu, B. (2018). Improvement of the mechanical, tribological and antibacterial properties of glass ionomer cements by fluorinated graphene. *Dental Materials*, 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.02.006>
- Wade, L. G. J. (2012). *www.elsolucionario.org*. (Pearson, Ed.) (septima). México.
- William, D., & Callister, J. (1995). Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. *Reverté*.
- Winkler, C., Frick, B., Schroecksadel, K., Schennach, H., & Fuchs, D. (2006). Food preservatives sodium sulfite and sorbic acid suppress mitogen-stimulated peripheral blood mononuclear cells. *Food and Chemical Toxicology*, 44(12), 2003–2007. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2006.06.019>
- Yamazaki, T., Brantley, W., Culbertson, B., Seghi, R., & Schricker, S. (2005). The measure of wear in N-vinyl pyrrolidinone (NVP) modified glass-ionomer cements. *Polymers for Advanced Technologies*, 16(2–3), 113–116. <https://doi.org/10.1002/pat.552>
- Yang, R. J., Liu, C. C., Wang, Y. N., Hou, H. H., & Fu, L. M. (2017). A comprehensive review of micro-distillation methods. *Chemical Engineering Journal*, 313, 1509–1520. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.11.041>
- Zahir, F., Rizwi, S. J., Haq, S. K., & Khan, R. H. (2005). Low dose mercury toxicity and human health. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 20(2), 351–360. <https://doi.org/10.1016/j.etap.2005.03.007>
- Zhu, P., Chen, Y., Fang, J., Wang, Z., Xie, C., Hou, B., ... Xu, F. (2016). Solubility and solution thermodynamics of thymol in six pure organic solvents. *Journal of Chemical Thermodynamics*, 92, 198–206. <https://doi.org/10.1016/j.jct.2015.09.010>

