



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
ÁREA ACADÉMICA DE CIENCIAS DE LA TIERRA Y MATERIALES

Síntesis y evaluación de monómeros a base de 6-hidroxiquinolina en
resinas dentales

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERA EN MATERIALES

Presenta:

Ximena Cerón López

Directora:

Dra. Ana María Herrera González

Co-director:

Dr. Carlos Enrique Cuevas Suárez

Mineral de la Reforma, Hgo., noviembre, 2024

Mineral de la Reforma, Hgo., a 7 de noviembre de 2024

Número de control: ICBI-D/1378/2024
 Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCÍO ISLAS MALDONADO
DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

Con fundamento en lo dispuesto en el Título Tercero, Capítulo I, Artículo 18 Fracción IV; Título Quinto, Capítulo II, Capítulo V, Artículo 51 Fracción IX del Estatuto General de nuestra Institución, por este medio le comunico que el Jurado asignado a la Egresada de la Licenciatura en Ingeniería de Materiales **Ximena Cerón López**, quien presenta el trabajo de titulación "**Síntesis y evaluación de monómeros a base de 6-hidroxiquinolina en resinas dentales**", después de revisar el trabajo en reunión de Sinodales ha decidido autorizar la impresión del mismo, hechas las correcciones que fueron acordadas.

A continuación, firman de conformidad los integrantes del Jurado:

Presidente: Dr. Carlos Enrique Cuevas Suárez

Secretario: Dra. Nayely Trejo Carbajal

Vocal: Dra. Ana María Herrera González

Suplente: Dra. Mari Carmen Reyes Ángeles



Sin otro particular por el momento, reciba un cordial saludo.

Atentamente
 "Amor, Orden y Progreso"

Mtro. Gabriel Vergara Rodríguez
 Director del ICBI



GVR/YCC

Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México. C.P. 42184
 Teléfono: 771 71 720 00 Ext. 40001
 direccion_icbi@uaeh.edu.mx,
 vergarar@uaeh.edu.mx

El presente trabajo de tesis se realizó en el Laboratorio de Polímeros del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, bajo la dirección de la doctora Ana María Herrera González.

Agradecimientos

A mi madre, Ilda, y mi padre, Raúl, quienes a lo largo de sus vidas me han inculcado la cultura del trabajo honrado y el estudio. Su esfuerzo constante para asegurarme una educación son un regalo que valoro más allá de las palabras. A mi hermano Enrique, por su apoyo, a quien le deseo siempre lo mejor.

A la Dra. Ana María Herrera González, la primer Dra. que conocí de la carrera, y la última a la que veo antes de continuar a la siguiente etapa de mi vida, a quien le agradezco por su paciencia y su cariño por la enseñanza. Por siempre darme esperanzas en tiempos difíciles, pero por sobre todo, en ser mi guía en este maravilloso mundo de la ciencia de polímeros.

Al Dr. Carlos Enrique Cuevas cuya experiencia, paciencia y ayuda constante fueron fundamentales para la realización de este trabajo. Le agradezco infinitamente su comprensión y empatía que demostró desde el primer día.

A la Dra. Nayely Trejo Carbajal y la Dra. Mari Carmen Reyes Ángeles, cuyo apoyo y conocimientos hicieron posible mi formación. Les agradezco infinitamente su dedicación y su cariño.

Al resto de compañeros del Laboratorio de Polímeros del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales de la UAEH, a Fernando, Ricardo, Miguel, y sobre todo a Esmeralda.

A mis compañeras de carrera, a quienes me atrevo a llamar amigas, Andrea, Alejandra y Anakaren. Gracias por estar, y espero seguir compartiendo más con ustedes.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	5
ÍNDICE DE FIGURAS	7
ÍNDICE DE TABLAS.....	9
ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS	10
RESUMEN	12
INTRODUCCIÓN	13
JUSTIFICACIÓN	14
OBJETIVOS	15
Objetivo general.....	15
Objetivos específicos.....	15
CAPÍTULO I. ANTECEDENTES.....	16
1.1 Polímeros	17
1.1.1 Clasificación de los polímeros.....	17
1.1.2 Propiedades de los polímeros.....	26
1.2 Material Compuesto	29
1.2.1 Clasificación de los materiales compuestos.....	30
1.3 Resinas dentales compuestas.....	33
1.3.1 Componentes de las resinas dentales compuestas	34
1.3.2 Propiedades fluorescentes de las resinas dentales para su aplicación	35
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	39
2.1 Equipos	40
2.2 Reactivos y disolventes	41
2.3 Síntesis de los monómeros	43
2.3.1 Síntesis del monómero 6-quinolinmetacrilato (6QMA).....	43
2.3.2 Síntesis del 6-quinolinalilcarbonato (6QAC).....	44
2.4 Formulación de las resinas compuestas	45
2.5 Valoración de las propiedades de las resinas	46
2.5.1 Valoración mecánica	46

2.5.2	Valoración de la profundidad de curado	48
2.5.3	Valoración de traslucidez	49
2.5.4	Valoración del grado de conversión de dobles enlaces y cinética de reacción.....	49
2.5.5	Valoración de la contracción volumétrica	51
2.5.6	Valoración de la fluorescencia.....	52
2.5.7	Valoración de citotoxicidad	53
CAPÍTULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....		55
3.1	Caracterización de los monómeros 6QMA y 6QAC.....	56
3.1.1	Caracterización del monómero 6-quinolinmetacrilato (6QMA) ..	56
3.1.2	Caracterización del monómero 6-alilquinolincarbamato (6QAC)	58
3.2	Evaluación del efecto de los monómeros 6QMA y 6QAC y compuestos 6HQ y 6M5NQ en las propiedades de las resinas dentales	60
3.2.1	Evaluación de la resistencia a la flexión y módulo elástico	60
3.2.2	Evaluación de la contracción volumétrica	62
3.2.3	Evaluación de la profundidad de curado	63
3.2.4	Evaluación de la conversión de dobles enlaces y cinética de reacción.....	64
3.2.5	Evaluación de traslucidez.....	67
3.2.6	Evaluación de la fluorescencia.....	67
3.2.7	Evaluación de citotoxicidad	68
CONCLUSIONES.....		70
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		71
ANEXOS		74

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Clasificación de los polímeros.....	18
Figura 2. Estructura de los polímeros; A) lineal, B) ramificado, C) entrecruzado. .	19
Figura 3. Simbología de los commodities.....	21
Figura 4. Estructura de algunos polímeros de ingeniería.	22
Figura 5. Estructura de algunos polímeros de especialidad.....	23
Figura 6. Esquema de la polimerización de pasos o etapas del PET.....	24
Figura 7. Esquematación de una reacción de polimerización en cadena.	24
Figura 8. Esquema de la polimerización del poliestireno por radicales libres.	25
Figura 9. Grado de polimerización n en el polietileno.....	26
Figura 10. Representación de un polímero semi-cristalino.	27
Figura 11. Esquematación del ensayo de tres puntos.	29
Figura 12. Forma y distribución de los materiales de refuerzo en un material compuesto.....	32
Figura 13. Fluorescencia en un incisivo vista por un microscopio fluorescente. ...	36
Figura 14. Reacción de sustitución nucleofílica acídica para la síntesis del monómero 6-quinolinmetacrilato.	43
Figura 15. Reacción de sustitución nucleofílica acídica para la síntesis del monómero 6-quinolinilcarbonato.	44
Figura 16. Componentes de la matriz orgánica donde 1) BisGMA/TEGDMA, 2) 6HQ,6H5MQ,6QMA ó 6QAC, 3) CQ y 4) EDAB.....	46
Figura 17. Esquematación del conformador para la elaboración de las probetas para realizar el ensayo mecánico.....	47
Figura 18. Posicionamiento del fotopolimerizador.....	50
Figura 19. Muestreo de luminosidad en canal RGB para medición de fluorescencia por Photopea.....	53
Figura 20. Espectro de RMN ¹ H a 400 MHz del monómero 6QMA en CDCl ₃	57
Figura 21. Espectro FTIR del monómero 6-quinolinmetacrilato(6QAC).	58
Figura 22. Espectro de RMN ¹ H a 400 MHz del monómero 6QAC en CDCl ₃	59
Figura 23. Espectro FTIR del monómero 6-alilquinolincarbonato (6QAC).....	60

Figura 24. Esquema de la interacción entre las moléculas en la resina compuesta con el monómero 6QAC.....	62
Figura 25. Profundidad de curado.....	63
Figura 26. Velocidad de polimerización de las resinas formuladas con 6HQ y 6M5NQ.....	66
Figura 27. Velocidad de polimerización de las resinas formuladas con los monómeros 6QMA y 6QAC.....	66
Figura 28. Fluorescencia del diente bovino (izquierda) y las resinas experimentales.....	67
Figura 29. Viabilidad celular (%) de las resinas.....	69

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Características de reactivos y disolventes	41
Tabla 2. Concentraciones de los componentes de las resinas experimentales.....	45
Tabla 3. Resistencia a la flexión, módulo de elasticidad y contracción volumétrica de las resinas experimentales.	61
Tabla 4. Profundidad de curado y conversión de dobles enlaces de las resinas experimentales.	64
Tabla 5. Parámetros de traslucidez de las resinas experimentales.	67
Tabla 6. Fluorescencia de las resinas experimentales.	68

ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS

%	Porcentaje
°C	Grados Celcius
°F	Grados Fahrenheit
µg	Microgramo
µm	Micra
6HQ	6-Hidroxiquinolina
6M5NQ	6-Metil-5-Nitroquinolina
6QAC	6-quinolinalilcarbonato
6QMA	6-quinolinmetacrilato
ANOVA	Análisis de varianza
ATR	Reflectancia Totalmente Atenuada
BisGMA	Bisfenol glicidil metacrilato
CDCl ₃	Cloroformo deuterado
CIE	Commission International de l'Eclairage (Comisión Internacional de la Iluminación francesa)
cm	Centímetro
CQ	Canforquinona
DP	Grado de polimerización
EDAB	4-(dimetilamino)benzoato de etilo
FTIR	Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier
g	Gramo
GPa	Gigapascales
h	Hora
ISO	Organización Internacional de Normalización (Internacional Organization for Standardization)
kN	Kilonewton
LED	Diodo Emisor de Luz
MHz	Megahertz

min	Minuto
mL	Mililitro
mm	Milímetro
mm ³	Milimetro Cúbico
mmol	Milimol
MPa	Megapascales
Mw	Milivatios
N	Newton
PBT	Tereftalato de polibutileno
PET	Polietileno de Tereftalato
PM	Peso Molecular
R*	Radical libre
RMN ¹ H	Resonancia Magnética Nuclear de Protón
RMN ¹³ C	Resonancia Magnética Nuclear de Carbono 13
s	Segundo
TEGDMA	Trietilenglicol dimetacrilato
T _g	Temperatura de Transición Vítrea
T _m	Temperatura de Fusión
uma	Unidad de Masa Atómica
UDMA	Uretano dimetil metacrilato
UV	Ultravioleta
ρ	Densidad

RESUMEN

El presente trabajo reporta la síntesis y caracterización de los monómeros fluorescentes 6-quinolinmetacrilato y el 6-quinolinalilcarbonato, a partir del compuesto fluorescente 6-hidroxiquinolina. Los dos monómeros fueron caracterizados por las técnicas espectroscópicas de FTIR y RMN ¹H. También se evaluó el efecto de los monómeros 6-quinolinmetacrilato, 6-quinolinalilcarbonato, el compuesto precursor 6-hidroxiquinolina y el compuesto 6-metil-5-nitroquinolina, en la formulación de resinas dentales compuestas.

En los materiales compuestos, controles y experimentales, se utilizó BisGMA/TEGDMA como matriz orgánica y óxido de silicio como relleno inorgánico. Los monómeros y los compuestos experimentales fueron adicionados en un porcentaje de 1%. Se evaluó la resistencia a la flexión, el módulo de elasticidad, la contracción volumétrica, el grado de conversión de dobles enlaces, la profundidad de curado, el color, la translucidez y la fluorescencia de los materiales formulados.

Los resultados muestran que el mejor material compuesto experimental es el Exp.4- 6QAC, porque sus propiedades de resistencia a la flexión, módulo de elasticidad, contracción volumétrica, conversión de dobles enlaces, cinética de polimerización y fluorescencia son mejores que la resina control.

INTRODUCCIÓN

Los materiales poliméricos han ganado preferencia en diversos aspectos de la vida cotidiana por sus propiedades, costo, aspecto y durabilidad frente a otros materiales. Los materiales poliméricos tienen aplicaciones en casi todos los campos profesionales, y uno en el que se destaca su funcionabilidad y estética es en odontología. De manera más específica, los materiales dentales para restauraciones más utilizados en la actualidad son resinas dentales compuestas, también conocidas como composite, a base de polímeros.

Las resinas dentales compuestas son un material compuesto de matriz polimérica con un refuerzo particulado de tipo cerámico suelen preferirse en la actualidad sobre otros materiales de restauración por su capacidad a resistir la degradación por los fluidos orales. Las resinas dentales compuestas son utilizadas por su valoración estética, puesto que permiten que la restauración pase desapercibida simulando la apariencia de un diente natural.

Las restauraciones estéticas son de importancia puesto que el aspecto físico tiene un impacto relevante en la percepción personal y el juicio social. Las restauraciones estéticas no deben comprometer la funcionabilidad de la pieza dental ni la salud del paciente, si no ser una combinación para garantizar la satisfacción y salud.

JUSTIFICACIÓN

Las afecciones dentales afectan a más del 40% de la población a nivel mundial según registra la Organización Mundial de la Salud (OMS) en el informe sobre la salud bucodental del 2020. En México, las enfermedades bucodentales más comunes son la maloclusión, la gingivitis y las caries. De acuerdo a la secretaría de salud, se estima que al menos el 90% de la población mexicana padece de caries. El tratamiento por excelencia para las caries, es la restauración dental utilizando resinas dentales compuestas.

A lo largo de la historia, se han utilizado diferentes materiales para recuperar la funcionalidad oral, como los cementos, los metales preciosos y recientemente los polímeros. El amplio uso de las resinas dentales compuestas con una matriz polimérica es gracias a que permiten restauraciones con un acabado estético y una buena funcionalidad debido a sus notables propiedades mecánicas similares a las de los dientes naturales las convierten en el material de preferencia para las restauraciones dentales.

Aunque las limitaciones que presentan son menores en comparaciones a otros materiales de restauración, éstas limitaciones promueven la síntesis de nuevos monómeros que le atribuyan a las resinas dentales nuevas características para satisfacer necesidades específicas.

La fluorescencia es una propiedad que tienen los dientes naturales, y para imitar esta propiedad, se adicionan, a las resinas dentales, componentes inorgánicos, entre ellos tierras raras, como el europio, terbio o cerio, y aunque esta adición permite reproducir una fluorescencia similar a la natural, se ha identificado el efecto toxicológico negativo que éstas tienen cuando se está expuesto a las mismas.

La síntesis de monómeros fluorescentes biobasados permitirá eliminar este riesgo cuando se requiera una restauración dental, debido a que el monómero fluorescente se unirá a través de enlaces covalentes a la matriz orgánica de BisGMA/TEGDMA.

OBJETIVOS

Objetivo general

- Sintetizar y caracterizar nuevos monómeros fluorescentes a base de 6-hidroxiquinolina que puedan ser útiles en la formulación de resinas compuestas.

Objetivos específicos

- Sintetizar el nuevo monómero 6-quinolinmetacrilato y estudiar su aplicación como monómero fluorescente en resinas dentales compuestas.
- Sintetizar el monómero 6-quinolinalilcarbonato y estudiar su aplicación como monómero fluorescente en resinas dentales compuestas.
- Caracterizar los monómeros sintetizados por medio de RMN ^1H y FTIR.
- Comparar los efectos que tienen los monómeros sintetizados contra su compuesto precursor.
- Determinar la resistencia a la flexión y el módulo de flexión de las resinas dentales compuestas.
- Determinar el efecto de los monómeros sintetizados como agentes entrecruzantes en resinas dentales compuestas.
- Determinar el efecto que tienen los monómeros fluorescentes sobre la fluorescencia de las resinas dentales compuestas.

CAPÍTULO I.

ANTECEDENTES

1.1 Polímeros

Un polímero es una molécula de relativo alto peso molecular cuya estructura se compone por la repetición múltiple de unidades monoméricas. El término “relativamente alto peso molecular” indica que la adición o remoción de unidades monoméricas no supone un cambio relevante en el comportamiento del polímero. (IUPAC, 2012)

Comúnmente, la unidad constitucional de un polímero proviene directamente de los monómeros con los que se realiza la síntesis de un polímero, y son una parte esencial en la estructura de los polímeros. La unidad constitucional es la unidad más pequeña formada por átomos o grupos de átomos pendientes. Un monómero es una molécula de relativo bajo peso molecular que puede llevar a cabo una reacción de polimerización y constituye la estructura esencial de un polímero (Mirau, 2001) (Chawla, 2012).

La unidad monomérica, es la unidad más grande atribuida a las moléculas de los monómeros en la estructura del polímero (IUPAC, 2012). La unidad constitucional repetitiva, es la unidad más pequeña donde su patrón repetitivo da lugar a estructuras regulares.

Los polímeros poseen pesos moleculares promedio que van de 10,000 a más de un millón de *umas*, por lo tanto, adicionar o sustraer unidades monoméricas no promueven un cambio en sus propiedades (Shackelford, 2005). Sin embargo, resulta conveniente mencionar a los oligómeros, que son moléculas de relativo intermedio peso molecular, también constituidos por unidades monoméricas, y que a diferencia de los polímeros sus propiedades varían al adicionar o remover unidades monoméricas. Los oligómeros están presentes en las etapas iniciales en una reacción de polimerización en pasos o etapas, y mientras la reacción continua, los oligómeros ganan unidades monoméricas y otros oligómeros, hasta convertirse en polímero.

1.1.1 Clasificación de los polímeros

Los polímeros pueden clasificarse de diferentes formas bajo diferentes criterios, entre los cuales se discuten los siguientes: por su estructura, sus propiedades termomecánicas, número de monómeros, por su relación costo-producción y por

sus mecanismos de obtención. En la Figura 1, se muestran las clasificaciones mencionadas.

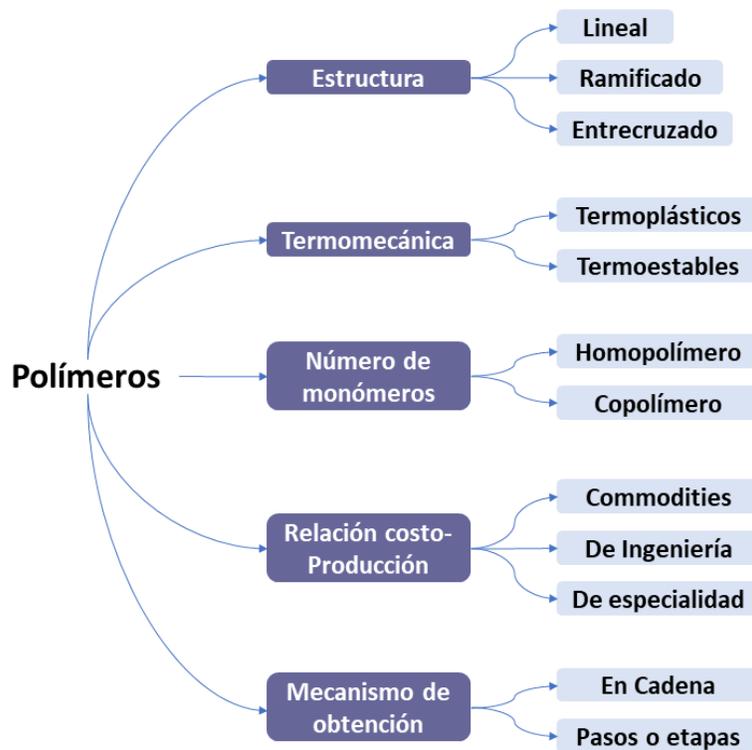


Figura 1. Clasificación de los polímeros.

Clasificación de los polímeros en relación a su estructura

Por su estructura los polímeros se pueden clasificar en tres grupos: lineales, ramificados y entrecruzados (Painter, 1996). En la Figura 2 se ilustra esquemáticamente las diferentes estructuras.

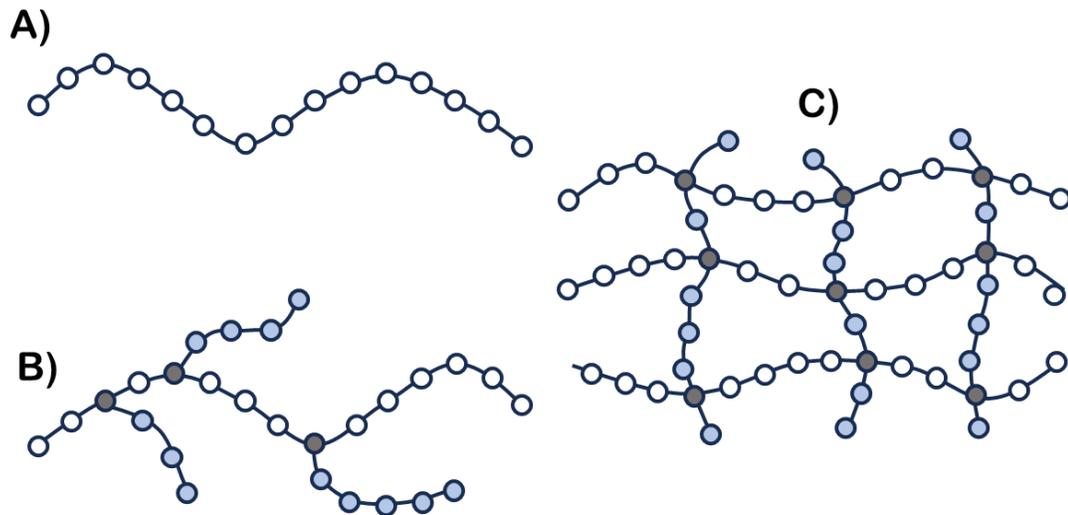


Figura 2. Estructura de los polímeros; A) lineal, B) ramificado, C) entrecruzado.

La estructura de los polímeros lineales comprende la repetición múltiple a través de una línea y de manera secuencial de unidades monoméricas de relativo bajo peso molecular. La mayoría de los polímeros termoplásticos tienen una estructura lineal, como el polietileno y poliestireno (Askeland, 2015).

Los polímeros ramificados se componen de una cadena lineal, que se denomina cadena principal, de la cual existen ramificaciones de distinta longitud. Las ramificaciones se tratan de otras cadenas lineales que se unen a la cadena principal por enlaces covalentes, como el caucho.

Los polímeros entrecruzados no poseen una cadena principal, toman su forma por reacciones entre macromoléculas o las cadenas, donde quedan todas enlazadas entre sí, dando como resultado una estructura similar a una red tridimensional (Critchley, 2001). Muchos de los polímeros denominados termoestables poseen éste tipo de estructura, como lo son las resinas epóxicas.

Clasificación de los polímeros en relación a sus propiedades termomecánicas

Termoplásticos

Los polímeros termoplásticos, al conformarse de cadenas largas y lineales de polímero, presentan un comportamiento plástico y dúctil. Éstos polímeros no se conforman exclusivamente de cadenas lineales, puesto que las cadenas también

pueden estar entrelazadas por interacciones como las de Van der Waals. Para poder conformar productos con éstos polímeros, éstos deben procesarse a altas temperaturas, donde se reblandecen hasta fundirse (Askeland, 2015). Después de éste calentamiento, recuperan sus propiedades originales al enfriar. Es ésta propiedad por la que éstos plásticos tienen una facilidad para ser reciclados.

Termoestables

Los plásticos termoestables se constituyen por cadenas largas de moléculas que se encuentran unidas entre sí a través de enlaces para formar redes tridimensionales (Crietcheley, 2001) (Askeland, 2015). En algunas conformaciones, es necesario aplicar calor para su polimerización. Este comportamiento se debe a que con el calor se forman nuevos entrecruzamientos que provocan una mayor resistencia a la fusión, por lo que no funden, pero se descomponen a temperaturas mucho más altas que la de los termoplásticos. Por lo tanto, no pueden ser reprocesados con facilidad después de que haya ocurrido la reacción de enlaces cruzados y el reciclaje es difícil.

Clasificación de los polímeros en relación a su número de monómeros

Homopolímeros

Los homopolímeros son aquellos polímeros que se obtienen de la polimerización de un solo tipo de monómero. Para nombrarlos se agrega el prefijo “poli” seguido del nombre del monómero.

Copolímeros

Los copolímeros, por tanto, se conforman de dos o más monómeros diferentes. Para nombrarlos, se utiliza igualmente del prefijo “poli” y los nombres de los dos monómeros enlazados con un conector -co-. Si el polímero está formado por más de dos monómeros, los nombres de los monómeros también se enlazan con el conector (Askeland, 2015).

Clasificación de los polímeros en relación a su costo-producción

Commodities

Los commodities son los polímeros más utilizados. Entre las características principales es que en su mayoría se tratan de polímeros de tipo lineal, de baja densidad, insolubles en agua y son termoplásticos, por lo que los productos conformados con éstos polímeros pueden tener diversos métodos de conformación.

Para poder identificar éstos polímeros se establece una simbología, que acorde al número de dicho símbolo, le corresponde a un polímero en específico. En la figura 3 se ilustra ésta simbología, y de manera general, los commodities son los polímeros más usados y a su vez, los más reciclados. Cuando se hace la separación de residuos, esto facilita su reciclaje.

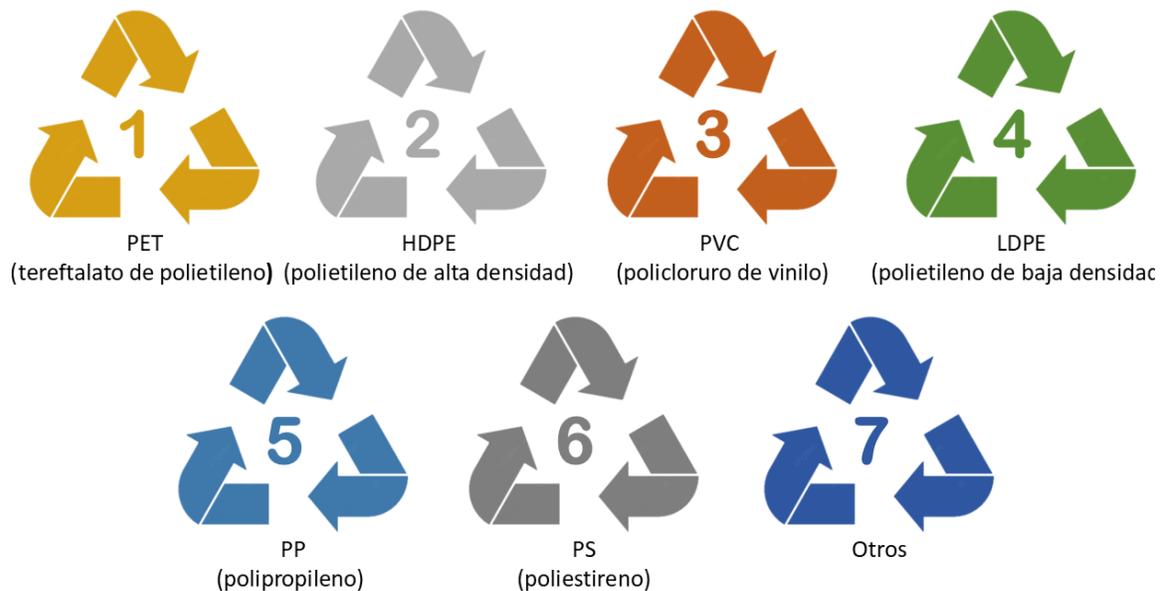


Figura 3. Simbología de los commodities.

Polímeros de Ingeniería

Este tipo de polímeros poseen propiedades mecánicas y/o térmicas mejoradas en comparación a los commodities. Estos polímeros tienen un precio mayor y se producen en menor tonelaje, pero permiten reemplazar algunos materiales ya existentes y mejorar su desempeño. Algunos de los polímeros de ingeniería más

comunes son las poliamidas (referidas como PA) como el Nylon en la Figura 4 A), utilizado para esquí y funciona como aislante térmico; policarbonato (referido como PC) en la Figura 4 B), utilizado en cascos de motocicletas por su gran resistencia al impacto; el polimetilmetacrilato (referido como PMMA) en la Figura 4 C), utilizado ampliamente por su transparencia y rigidez en el diseño de ventanales para acuarios y con usos en la odontología en la fabricación de prótesis e implantes dentales (parciales o completas) por su baja sorción acuosa y resistencia. El plástico de ingeniería actualmente más consumido es el poli(acrilonitrilo-co-butadieno-co-estireno) (ABS) en la Figura 4 D), utilizado ampliamente en la impresión 3D.

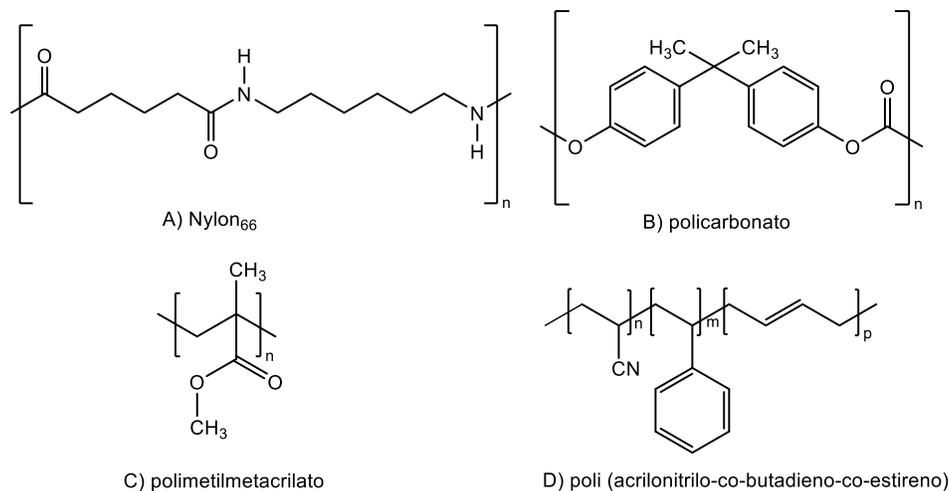


Figura 4. Estructura de algunos polímeros de ingeniería.

Polímeros de especialidad

Los polímeros de especialidad, también conocidos como polímeros de alto rendimiento HPP (por sus siglas en inglés High Performance Polymers) están diseñados para satisfacer las demandas críticas de distintas industrias, como la industria automotriz, aeronáutica, almacenamiento de energía, tecnologías de membrana, dispositivos inteligentes, farmacéutica y de salud. De manera general, estos polímeros presentan propiedades aumentadas como la resistencia al calor, resistencia química, resistencia a la flexión, dureza, protección contra la corrosión y la abrasión, biocompatibilidad, de seguridad, entre otras (Srivastova, 2017).

Algunos de los polímeros de especialidad que son conocidos es el polisulfuro de fenileno (PPS) un polímero termoplástico con una elevada resistencia mecánica

incluso a temperaturas de 200°C cuya estructura química se representa en la Figura 5 A). Otro es el poliéter éter cetona (PEEK) que posee una alta resistencia a la flexión comparable a componentes metálicos de tipo no ferroso representada en la Figura 5 B). La poliéterimida (PEI) tiene una alta resistencia química, es resistente al calor, resistencia al impacto, resistencia a la flexión y tiene buena rigidez y se representa en la Figura 5 C).

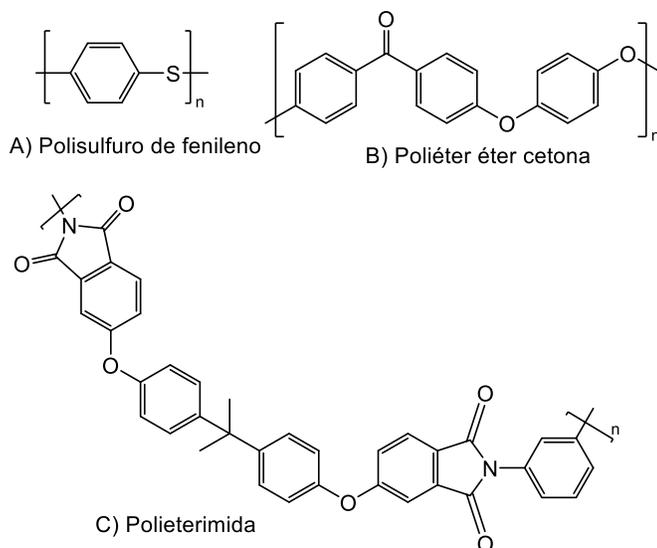


Figura 5. Estructura de algunos polímeros de especialidad.

Clasificación de los polímeros en relación a su mecanismo de obtención

Pasos o etapas

En éstos polímeros, la reacción de polimerización se da entre los grupos funcionales y en éstos, el tamaño de las cadenas de polímero aumenta lentamente (Carraher, 2008). Es decir, reaccionan inicialmente un monómero con otro monómero, dando lugar a un dímero, éste dímero reacciona con otro monómero para formar un trímero, y así sucesivamente hasta que todos los monómeros presentes en la reacción formen parte de la cadena polimérica (Long, 2001). El polímero más usado que se sintetiza a partir de ésta reacción es el Tereftalato de polietileno (PET), y en la Figura 6, se esquematiza la reacción para sintetizar PET. Para éste tipo de polimerización se necesitan tiempos relativamente prolongados para obtener cadenas poliméricas de mayor peso molecular.

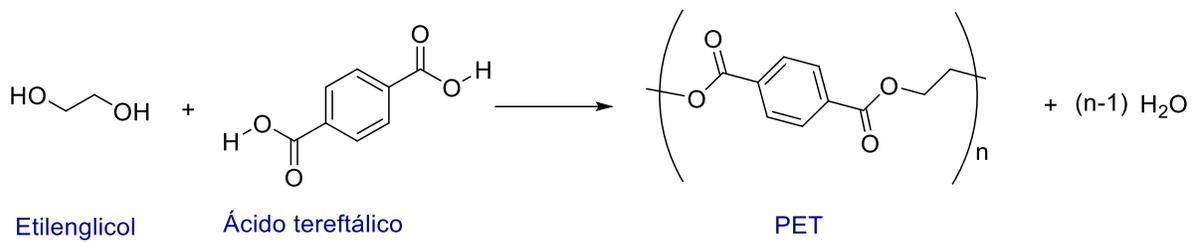


Figura 6. Esquema de la polimerización de pasos o etapas del PET.

En cadena

La polimerización en cadena, por otro lado, es una reacción mucho más veloz debido a que se agrega una especie química que se le conoce como iniciador. Dicho iniciador posee un centro reactivo, que puede representarse como R^* . El centro reactivo puede ser de naturaleza iónica: un anión o un catión o un radical. (Long, 2001).

Para el presente trabajo éste mecanismo de polimerización resulta de interés, y su comprensión se facilita con la Figura 7 donde se encuentra un esquema de éste tipo de reacción de polimerización generalizada. En la Figura 8 se representa el mecanismos de polimerización del poliestireno con la formación de un macrorradical y representando las tres maneras diferentes en las que la reacción en cadena termina.

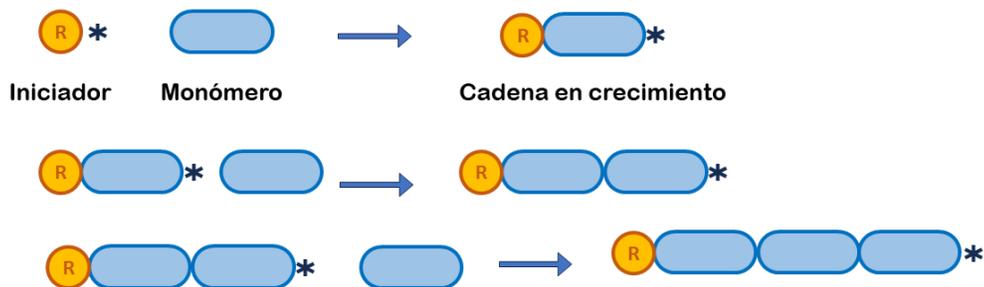
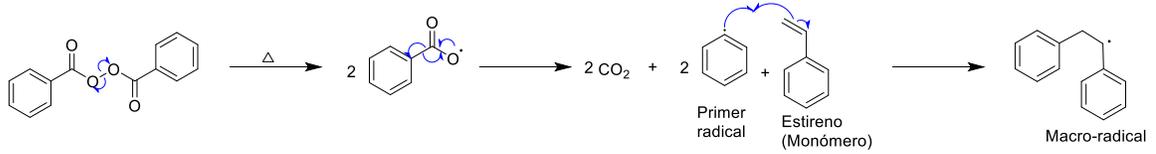
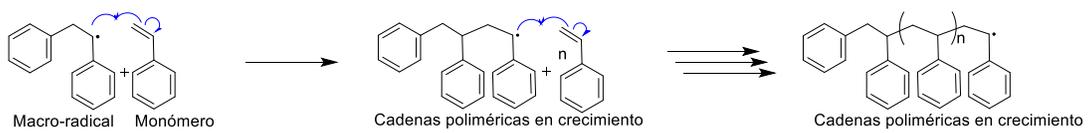


Figura 7. Esquematación de una reacción de polimerización en cadena.

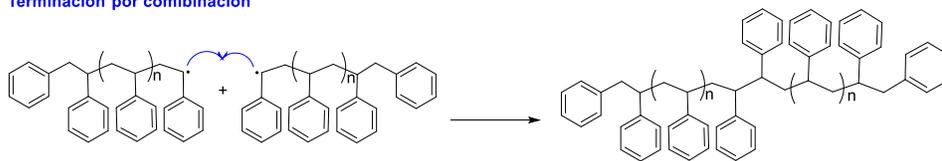
Iniciación



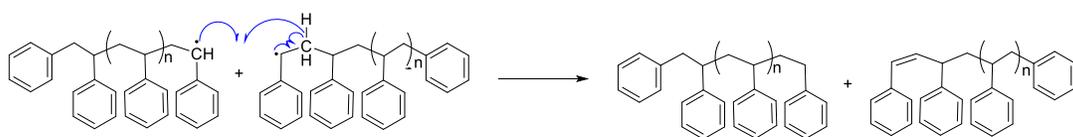
Propagación



Terminación por combinación



Terminación por dismutación



Terminación por transferencia de cadena

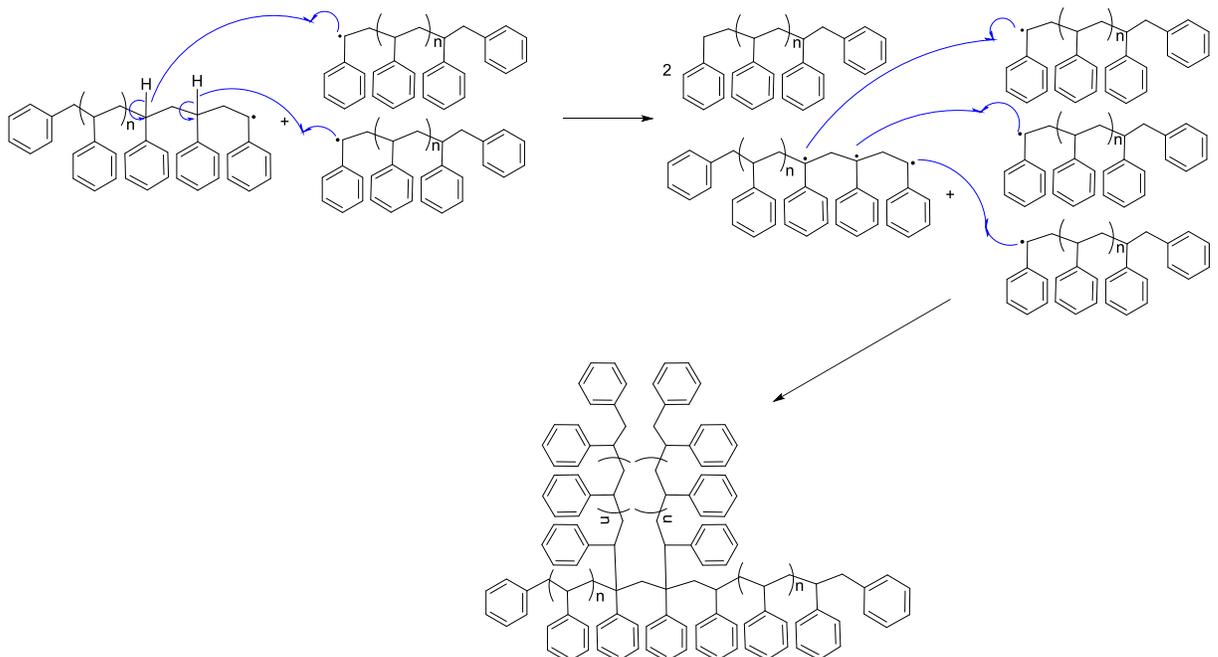


Figura 8. Esquema de la polimerización del poliestireno por radicales libres.

El crecimiento de la cadena es posible debido a que las unidades de monómero se unen al extremo reactivo de la cadena en crecimiento, por lo que a medida que pasa el tiempo, la concentración de monómero disminuye hasta desaparecer. Dependerá de la concentración de iniciador la cantidad de cadenas poliméricas que se formen, y por lo tanto su peso molecular. Debido a la naturaleza reactiva del iniciador, el tiempo de ésta reacción es considerablemente menor a la polimerización por pasos o etapas.

1.1.2 Propiedades de los polímeros

Grado de polimerización y peso molecular

Se puede definir al grado de polimerización como el número de unidades constitucionales que se repiten en una cadena polimérica. Se denomina como DP, por sus siglas en inglés (degree polymerization), y se representa como n fuera de los corchetes en la representación de una cadena polimérica en la Figura 9 (Askeland, 2015).

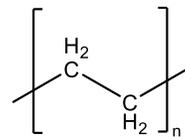


Figura 9. Grado de polimerización n en el polietileno.

El peso molecular de una cadena de polímero es el resultado del grado de polimerización y el peso molecular de las unidades constitucionales. Sin embargo, los pesos moleculares de todas las cadenas poliméricas no son iguales entre sí, y por lo tanto cuando se habla de pesos moleculares en polímeros se toma en cuenta un promedio para definir el peso del polímero resultante. El peso molecular afecta en gran medida en muchas de las propiedades físicas y mecánicas de los polímeros.

Cristalinidad

La cristalinidad en los polímeros es completamente diferente a la cristalinidad de otros materiales como los cerámicos y metálicos. Los polímeros no pueden ser considerados completamente cristalinos, pero pueden tener una naturaleza semi-cristalina o amorfa. Los dominios cristalinos en los polímeros se denominan estructuras de lamela, y se forman cuando una cadena polimérica larga se dobla y forma una estructura compacta y continua como se muestra en la Figura 10, y las estructuras amorfas se forman cuando las cadenas moleculares se conforman de una manera irregular. Las estructuras de lamelas se encuentran entre estructuras amorfas en todo el polímero (Askeland, 2015).

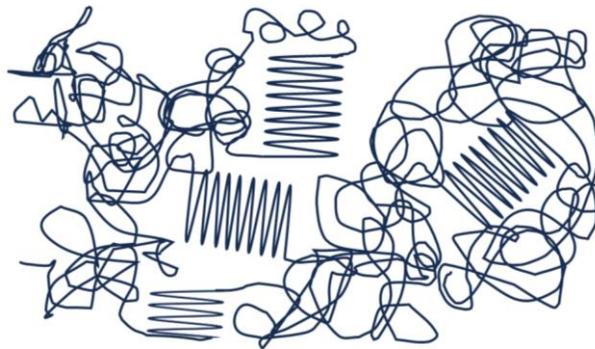


Figura 10. Representación de un polímero semi-cristalino.

Temperatura de transición vítrea y temperatura de fusión

Los polímeros se caracterizan por tener dos principales temperaturas de transición. La temperatura de fusión T_m corresponde a la temperatura de fusión de los dominios cristalinos, y la temperatura de transición vítrea T_g , es aquella a la que los dominios amorfos adquieren las propiedades características de los materiales vítreos: fragilidad, dureza y rigidez. La principal diferencia entre estas dos temperaturas de transición puede comprenderse mejor si se consideran los cambios que ocurren cuando los polímeros líquidos se enfrían (Odián, 2004).

Las energías de traslación, rotación y vibración de las moléculas del polímero disminuyen al enfriarse, y cuando estas energías han disminuido hasta el punto en que son esencialmente cero y se cumplen determinados requisitos de simetría, la

cristalización es posible. Sin embargo, cuando la cristalización se pierde por el incremento de la temperatura, se denomina temperatura de fusión T_m .

Sin embargo, no todos los polímeros cumplen los requisitos de simetría necesarios para la cristalización. Si éstos no se cumplen no se produce la cristalización, pero las energías de las moléculas siguen disminuyendo a medida que baja la temperatura. Finalmente, se alcanza una temperatura, la temperatura de transición vítrea T_g , en la que se detienen los movimientos de largo alcance de las cadenas poliméricas. El movimiento de largo alcance, también denominado movimiento segmentario, se refiere al movimiento de un segmento de una cadena polimérica por la rotación concertada de los enlaces en los extremos del segmento.

Propiedades mecánicas de polímeros

El comportamiento mecánico de los polímeros varía considerablemente en función del grado de cristalinidad, el grado de entrecruzamiento y los valores de T_g y T_m . Los polímeros de alta resistencia se obtienen mediante diversas combinaciones de altos grados de cristalinidad, entrecruzamiento o cadenas rígidas (caracterizadas por una alta T_g). Las propiedades mecánicas que son de interés para este trabajo se describen a continuación:

Resistencia a la flexión

La resistencia a la flexión es el parámetro que define la capacidad del material para resistir la deformación bajo una carga. Este valor se calcula realizando un ensayo de flexión de tres puntos, donde la muestra se coloca en el cabezal y se ejerce una fuerza justo en el centro de la muestra (Figura 11). El máximo esfuerzo aplicado a la muestra para romperla se conoce como la resistencia a la flexión definitiva de un material.

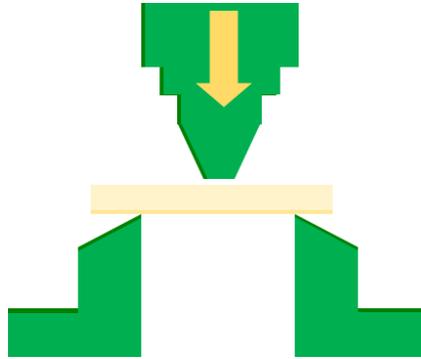


Figura 11. Esquemática del ensayo de tres puntos.

Módulo de elasticidad

También conocido como módulo de Young describe la rigidez relativa de un material, que se mide por la pendiente de elasticidad de un gráfico de esfuerzo y deformación. Un material rígido tendrá un módulo de elasticidad alto, mientras que un material flexible tendrá un módulo de elasticidad bajo.

1.2 Material Compuesto

Este tipo de materiales están conformados por dos o más materiales, donde se distinguen fases, su principal característica es que presentan propiedades que ninguno de sus componentes poseen por sí mismos (Wesolowski, 2020). Esto no quiere decir que las propiedades finales de los materiales compuestos sea una suma de las propiedades de los materiales base, si no que se trata de propiedades específicas.

Independientemente de su composición, los materiales compuestos presentan dos fases fundamentales: la fase que se encuentra en mayor cantidad denominada matriz, y la de menor concentración, denominada refuerzo (Charles, 2002).

La matriz es la fase continua dentro del material compuesto, los materiales compuestos se identifican según la fase continua. La matriz mantiene en la posición correcta al material de relleno, y transfiere las cargas. La matriz por lo general es la que aporta el control principal sobre las propiedades eléctricas, el comportamiento químico y el uso a temperaturas elevadas de un material compuesto (Chawla, 2012).

El reforzante es la fase dispersa en una matriz continua que permite mejorar ciertas propiedades en el material que dependerán de la longitud, diámetro, cantidad

y propiedades de los reforzantes, los cuales pueden ser de forma esférica, en hojuelas, agujas o filamentos. En algunos materiales es necesario añadir un agente de acoplamiento, que actúa como una interfaz que une a la matriz con el refuerzo. Si no se agrega un agente de éste tipo, la probabilidad de que la matriz y el refuerzo no se enlacen entre si es alta; si eso sucede, entonces el refuerzo debilita al material al hacerlo discontinuo.

1.2.1 Clasificación de los materiales compuestos

Clasificación en relación al tipo de matriz

Matriz metálica

La elección del material de la matriz metálica depende principalmente de los requisitos de resistencia, temperatura, densidad y costo de las aplicaciones previstas. Otros factores, como la ductilidad, la tenacidad a la fractura y la resistencia a la fatiga, adquieren mayor importancia una vez que se selecciona un metal en específico.

Uno de los factores más importantes es la compatibilidad del material de la matriz con el refuerzo, es decir que no suceda una reacción química indeseable en la interfaz de la matriz y el refuerzo. Ésta reacción puede dar lugar a la formación de compuestos intermetálicos en la interfaz que pueden actuar como concentradores de esfuerzos y ocasionar grietas en el material. Comúnmente están formados por metales livianos como el aluminio. Los materiales compuestos de matriz metálica incluyen aluminio, magnesio, cobre, níquel y aleaciones compuestas intermetálicas reforzadas con fibras cerámicas y metálicas.

Los materiales compuestos de matriz metálica satisfacen una diversidad de aplicaciones aeroespaciales y automotrices. La matriz de metal permite que el material compuesto funcione a altas temperaturas, pero para su diseño y producción debe considerarse que el procesamiento y costo de este tipo de materiales para matrices aumenta si se compara con los materiales compuestos de matriz polimérica

Matriz cerámica

Los materiales compuestos con matriz cerámica tienen buenas propiedades a temperaturas elevadas y tienen menor peso que los materiales compuestos de matriz metálica. Aunque muchos de estos compuestos tienen propiedades útiles, son intrínsecamente caros, porque el proceso está limitado por el tamaño y la forma.

Matriz polimérica

Las matrices poliméricas son particularmente comunes por su rango amplio en distintas propiedades como la resistencia a la tracción, el módulo de Young, la resistencia a la compresión, la resistencia al impacto, la temperatura de fusión, la temperatura de transición vítrea (T_g), la inflamabilidad, la durabilidad en servicio, la disponibilidad del material, la facilidad de procesamiento y el precio. Tanto los termoplásticos como los termoestables están disponibles con diferentes formas y concentraciones de reforzantes que permiten una mejora en sus propiedades (Myer, 2015).

Los materiales compuestos con este tipo de matriz ganan cada día más mercado por sus propiedades mejoradas para distintas industrias como la aeronáutica, tecnológica, médica, de construcción, entre muchas más.

Matrices termoestables más comunes

Epoxi

Se curan fácilmente sin producción de compuestos volátiles o subproductos mediante una amplia gama de especies químicas. Las resinas epoxi se utilizan habitualmente como adhesivos, revestimientos, encapsulados, materiales de fundición, compuestos para macetas y aglutinantes (Kelly, 2000)

Poliéster

Los compuestos de resina de poliéster son rentables debido a su capacidad de curarse de diversas maneras sin alterar las propiedades físicas de la pieza acabada. Para diferentes aplicaciones con necesidades específicas lo más común para este tipo de polímero es cambiar la forma de su material de refuerzo.

Poliimida

Poseen una alta estabilidad térmica y termo-oxidativa y además poseen propiedades mecánicas, tanto a temperatura ambiente como a temperaturas

elevadas. Sus capacidades de temperatura límite superior de 230 °C (450 °F) por períodos de tiempo prolongados, y aquellos capaces de uso extendido hasta 315 °C (600 °F).

Resinas fenólicas

Ofrecen ciertas características como una buena resistencia al fuego, un excelente rendimiento a altas temperaturas, durabilidad a largo plazo y resistencia a los hidrocarburos y disolventes clorados. Algunas resinas como poliéster, epoxi y ésteres vinílicos son remplazadas con fenólicas para aplicaciones específicas con estrictos requisitos de resistencia al fuego.

Matrices termoplásticas más comunes

Las resinas termoplásticas más comunes utilizadas como materiales de matriz en los composites son algunos termoplásticos convencionales como el polipropileno (PP), la poliamida (PA) o Nylon, los poliésteres termoplásticos (PET, PBT) y los policarbonatos.

Clasificación estructural de los materiales compuestos

Dependiendo de la naturaleza de la matriz dependerá también que reforzante es compatible. En la Figura 12 se muestra la forma y distribución de distintos reforzantes (Jones, 1999).

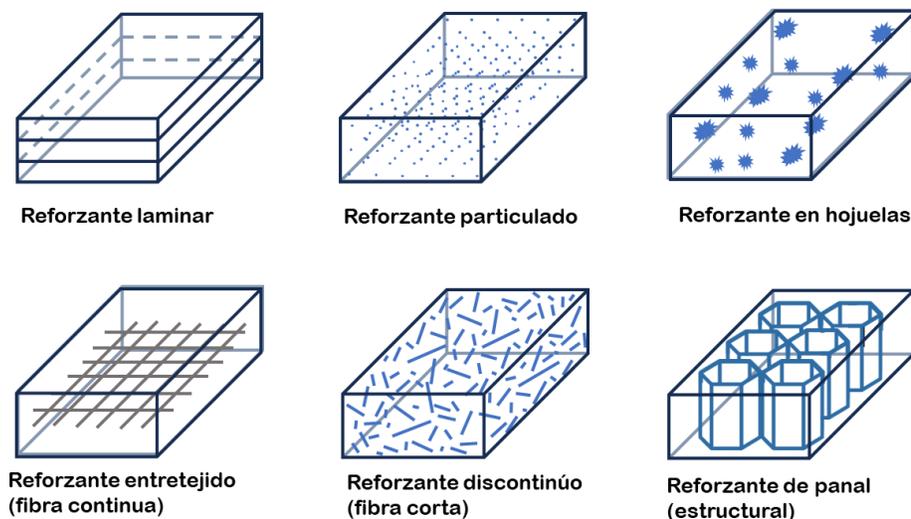


Figura 12. Forma y distribución de los materiales de refuerzo en un material compuesto.

1.3 Resinas dentales compuestas

Los materiales a base de resina aparecieron en odontología a finales de la década de 1940. Se volvieron populares debido a diferentes aspectos, como la facilidad de su fabricación, permiten restauraciones con un acabado estético y relativamente más económicas que otro tipo de restauraciones (como las metálicas), pero sus desventajas no tardaron en hacerse evidentes: contracción por polimerización de hasta un 20-25%, escasa estabilidad del color pasado el tiempo, baja rigidez y falta de adhesión a la estructura dental. En la década de los 50, Knock y Glenn desarrollaron un nuevo material restaurador que solucionaba el problema de la contracción por polimerización incorporando partículas de relleno inorgánico a la resina (Bowen, 1956).

Bowen, que trabajaba en la National Bureau of Standards de Washington, DC, desarrolló el monómero bisfenol-A-glicidilmetacrilato (BisGMA) en 1956, añadiendo grupos metacrilato de metilo. Las resinas que contenían BisGMA se denominaron "resinas Bowen" y, en 1962, se comercializaron resinas compuestas basadas en BisGMA. En 1962, patentó una combinación de resina BisGMA y partículas de sílice tratadas con silano, que es la base de la mayoría de los composites a base de resina que se comercializan hoy en día (Bowen, 1962).

Pero no fue hasta la década de 1970 cuando las resinas compuestas fueron universalmente aceptadas por los odontólogos, y entonces solo para sustituir a los cementos de silicato en las restauraciones de clase (Bowen, 1982). Pero las resinas no eran perfectas, puesto que presentaban una mala adhesión al esmalte. Además, seguían existiendo problemas relacionados con la mala adaptación marginal, la decoloración y el fuerte desgaste de los materiales.

De manera general y después de los cambios que han realizado para perfeccionar las resinas dentales, se puede generalizar bajo la siguiente definición: Una resina dental es un material compuesto de matriz polimérica termoestable y entrecruzada reforzada con un relleno cerámico en forma de partículas.

1.3.1 Componentes de las resinas dentales compuestas

Las resinas dentales comerciales se componen de 4 componentes principales: una matriz polimérica, un sistema iniciador de polimerización, un agente de acoplamiento y el relleno inorgánico (Marcelo, 2001).

Matriz orgánica

Comercialmente, la matriz polimérica, también llamada matriz orgánica, como se hará referencia más adelante, está constituida por los monómeros BisGMA o el UDMA, que son monómeros dimetacrilatos alifáticos o aromáticos conocidos como monómeros base. Sin embargo, por la alta viscosidad de dichos monómeros, se utiliza un monómero eluyente, como el TEGDMA (trietilenglicol diametacrilato) que tiene un peso molecular y una viscosidad menor a los monómeros base anteriores, y dicha mezcla de monómeros tiene una viscosidad menor y su manipulación resulta más fácil.

Sistema iniciador

Las resinas dentales se pueden manipular mientras que la base orgánica de la misma se encuentra en un estado líquido, y para que ésta se convierta en un sólido, se debe de llevar a cabo la polimerización. La polimerización en las resinas dentales se lleva a cabo vía radicales libres, generados con el sistema iniciador. Para éste tipo de resinas se utilizan iniciadores que forman los radicales libres a través de una reacción química que utiliza como fuente de energía luz visible. En las resinas fotopolimerizables, la canforquinona y aminas terciarias componen el sistema iniciador más común por su facilidad de formación de radicales libres (Stansbury, 2000).

Agente de acoplamiento

Debido a que las resinas dentales son materiales compuestos con dos fases, para favorecer la interacción entre ambas fases es necesario agregar un agente de acoplamiento para que exista una unión fuerte que permita incrementar sus propiedades mecánicas. El silano es el agente de acoplamiento más usado, pues permite la unión de la matriz de BisGMA/TEGDMA o UDMA/TEGDMA con el relleno inorgánico.

Relleno inorgánico

El relleno inorgánico le proporciona a la resina una mejora en sus propiedades mecánicas como la resistencia a la flexión y módulo de flexión, además de ofrecer una estabilidad dimensional y disminuye la contracción volumétrica generada durante la reacción de polimerización.

El relleno más utilizado es el SiO_2 que conforma más de la mitad de concentración en la resina compuesta. Para agregarlo a la resina debe de estar previamente tratado con el agente de acoplamiento para una mejor distribución. Debido a que se trata de un relleno de tipo particulado, este puede agregarse en diferentes tamaños y composiciones, siendo la más popular el relleno híbrido (combinación de micro y nano relleno).

1.3.2 Propiedades fluorescentes de las resinas dentales para su aplicación

El estudio de la fluorescencia dental es un tema relativamente de estudio nuevo. Es a partir de que Benedict observa en 1928 que los dientes exhiben esta emisión fluorescente en el rango azul, que son años antes del desarrollo de las resinas poliméricas (Rey, 2012). La inspección visual de los dientes restaurados resulta difícil, puesto que un método habitual de detección consiste en examinar las diferencias en el diente. Si la resina compuesta tiene propiedades ópticas distintivas, la inspección ya no es igual. La fluorescencia es una buena propiedad para utilizar como método de detección sin contacto en diversos materiales y ya se utiliza en muchos campos.

Debido a que no todas las resinas consiguen imitar esta propiedad, varios fabricantes adicionaron agentes luminóforos del grupo de las tierras raras como europio, terbio o cerio en la composición de las resinas, permitiendo reproducir satisfactoriamente la fluorescencia de los dientes naturales (Volpato, 2018).

Los óxidos de tierras raras son materiales fluorescentes bien conocidos y ampliamente utilizados. La sílice, que forma el relleno vítreo de la resina compuesta, ofrece una alta solubilidad para otros óxidos de tierras raras. El óxido de tierras raras en el relleno de vidrio es fluorescente, lo que permite su inspección visual. Sin embargo, estos compuestos inorgánicos, poseen efectos toxicológicos negativos. Otro punto negativo para el uso de compuestos derivados de las tierras raras, el

precio de las mismas: al tratarse de materiales difíciles de encontrar y el gran volumen de materia que debe de procesarse para extraerse aumentan su precio e impacto ambiental.

Fluorescencia en los dientes naturales

La fluorescencia puede ser definida como la propiedad de un cuerpo o sustancia para emitir luz cuando es expuesta a radiaciones del tipo ultravioleta, rayos catódicos o rayos X. Las radiaciones absorbidas (invisibles al ojo humano), son transformadas en luz visible, o sea, de una longitud de onda mayor al incidente.

Los dientes humanos poseen fluorescencia porque la radiación ultravioleta es fácilmente absorbida por las especies presentes en los tejidos como el esmalte y la dentina, donde una vez que es absorbida, los dientes emiten luz dentro del espectro visible (Volpato, 2018). En la figura 9 se presenta la magnificación de un diente bajo un microscopio fluorescente, donde se diferencia la fluorescencia entre la dentina y el esmalte (Da-Silva, 2014).

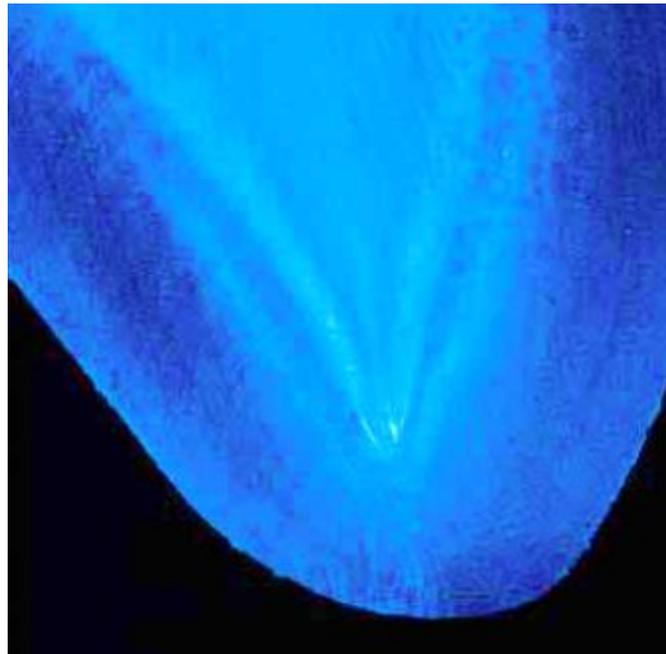


Figura 13. Fluorescencia en un incisivo vista por un microscopio fluorescente. (Fotografía tomada de: Rey-Duro, F., Souza-Andrade, J. y Duarte, S. (2012). Fluorescence: Clinical Evaluation of New Composite Resins. Quintessence of Dental Technology. (1-12 pp.) Quintessence Publishing.)

Encontrar alternativas a los compuestos mencionados con anterioridad es en lo que se enfoca el presente trabajo, y una de las alternativas viables para la obtención de compuestos fluorescentes para las resinas es obtener derivados de compuestos orgánicos naturalmente fluorescentes.

Las quinolinas son compuestos de naturaleza orgánica, y algunos productos derivados de las mismas presentan fluorescencia. Las quinolinas o quiloneínas son unos compuestos orgánicos heterocíclicos formados por la unión de un núcleo derivado del benceno y otro pirídico; además, estos compuestos poseen un isómero denominado isoquinoleína. Estos compuestos provienen de la naftalina y solo habría que cambiar un átomo de nitrógeno por un CH.

Diversos compuestos derivados de las quinolinas tienen usos ya en diversas industrias, pero en la que se destaca su importancia es en la industria médica. Algunos de estos derivados son de interés por su efecto antimicótico y su origen biobasado (Musiol, 2010).

Algunas plantas y animales pueden sintetizar alcaloides de quinolina con efectos antimicóticos para combatir hongos patógenos. Por su origen, son menos susceptibles a causar resistencia al fármaco ya que prometen ser libres de efectos secundarios. Las rutáceas (familia *rutaceace*) como la *Haplophyllum sieversii* pueden combatir algunos patógenos de la familia *Colletotrichum* con los alcaloides activos como la haplamina, flindersina y anhidroevoxina. Dichos compuestos a concentraciones micromolares tienen efectos sobre *Fusarium oxysporum* y *Phomopsis obscurans*, así como *Botrytis cinerea*.

Otra planta, *Pilocarpus grandiflorus*, de la misma familia de Rutáceas, contiene dictamnina y platydesmina que tienen actividad antifúngica sobre *Leucoagaricus gongylophorus*. Recientemente, se ha demostrado que las decahidroquinolinas, que se encuentran en la piel de algunos anfibios como alcaloides, podrían funcionar como antimicrobianos. Estos compuestos y sus análogos sintéticos inhiben el crecimiento de la bacteria *Bacillus subtilis* y fueron eficaces contra el hongo *Candida albicans*.

Derivados de las quinolinas son utilizados como agentes antipalúdicos debido a que actúan interfiriendo en el metabolismo del grupo prostético de varias

hemoproteínas indispensables para la célula (Bawa, 2010). Con el aumento de cepas de *Plasmodium falciparum* resistentes a la cloroquina y un programa de vacunación ineficiente contra la malaria han impulsado varias modificaciones químicas de la quinolina para conseguir análogos con potentes propiedades antipalúdicas contra cepas sensibles y resistentes de *Plasmodium*, junto con un mínimo de posibles efectos secundarios indeseables.

Por lo que el presente trabajo reporta el uso de quinolinas y monómeros a base de quinolinas como materiales fluorescentes y biocompatibles en resinas dentales compuestas.

CAPÍTULO II. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1 Equipos

Los espectros de resonancia magnética nuclear (RMN) se realizaron en un espectrómetro de resonancia magnética nuclear Bruker de 400 (400MHz/100MHz), utilizando como disolvente cloroformo deuterado (CDCl_3) y (tetrametilsilano (TMS) como referencia interna. Los desplazamientos químicos (δ) se expresan en ppm.

Las constantes de acoplamiento (J) están expresadas en Hz. La multiplicidad de las señales en los espectros de RMN ^1H , se abrevia como s: señal simple, d: señal doble, t: señal triple, dt: doble de triples, dc: doble de cuádruples, ddt:, doble de doble de triples.

Las reacciones fueron monitoreadas por cromatografía en capa fina. Se emplearon cromatoplasmas de sílica gel con espesor de capa de 0.22 mm MERCK y diversas mezclas de disolventes como fase móvil. Como agente revelador se empleó la lámpara de luz UV SPECTROLINE, MODEL ENF-240C.

Los espectros de Infrarrojo se obtuvieron en un espectrofotómetro de infrarrojo Perkin-Elmer modelo Frontier.

La fotopolimerización se realizó con una lámpara para fotopolimerización de uso dental Bluephase® (Ivoclar-Vivadent) equipada con una luz visible de LED, que cuenta con la posibilidad de variar la intensidad de la luz emitida en un rango de 1200 mW/cm² a 460 mW/cm².

Las dimensiones de las probetas fueron medidas con un calibrador Mitutoyo (Mod. CD-6C Mitutoyo corp. Japan).

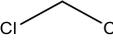
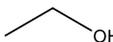
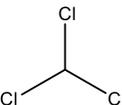
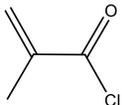
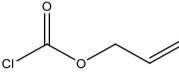
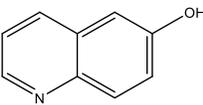
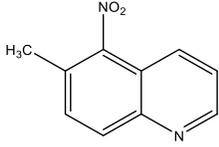
El ensayo de flexión de 3 puntos fue realizado en una máquina de pruebas universales Instron (Instron modelo 1100 Mas USA).

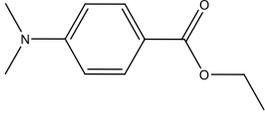
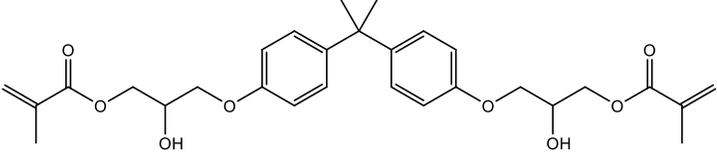
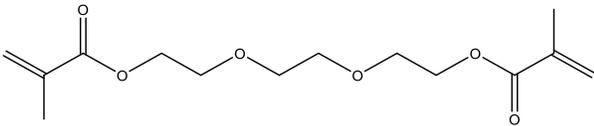
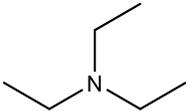
La translucidez y el color de las probetas se determina con un lector de color de la marca KONICA MINOLTA modelo CR-20.

2.2 Reactivos y disolventes

En la Tabla 1 se muestra los disolventes y reactivos ocupados para la síntesis. Los disolventes se purificaron y secaron con sulfato de sodio anhidro con un mínimo de 12 horas antes de hacer la reacción.

Tabla 1. Características de reactivos y disolventes

Nombre	PM (g/mol)	Estructura molecular
Tetrahidrofurano	72.11	
Diclorometano	84.93	
Alcohol etílico	46.068	
Cloroformo	119.38	
Cloruro de metacrililo	104.54	
Alilcloroformiato	120.53	
6-Hidroxiquinolina	145.16	
6-Metil-5-Nitroquinolina	188.19	
Canforquinona (CQ)	166.22	

4-dimetilamino benzoato de etilo	193.24	
Bisfenol-A- glicidil metacrilato (BisGMA)	512.59	
Trietilenglicol dimetacrilato (TEGDMA)	286.32	
Trietilamina	101.19	

2.3 Síntesis de los monómeros

La síntesis de los monómeros se llevó a cabo por una reacción de sustitución nucleofílica acílica entre el compuesto precursor la 6-hidroxiquinolina (6HQ) y el cloruro de metacrililo o el alilcloroformiato respectivamente.

2.3.1 Síntesis del monómero 6-quinolinmetacrilato (6QMA)

El monómero 6QMA se sintetizó a partir de la reacción de sustitución nucleofílica acílica entre la 6HQ y el cloruro de metacrililo. Dicha reacción se encuentra esquematizada en la Figura 14.

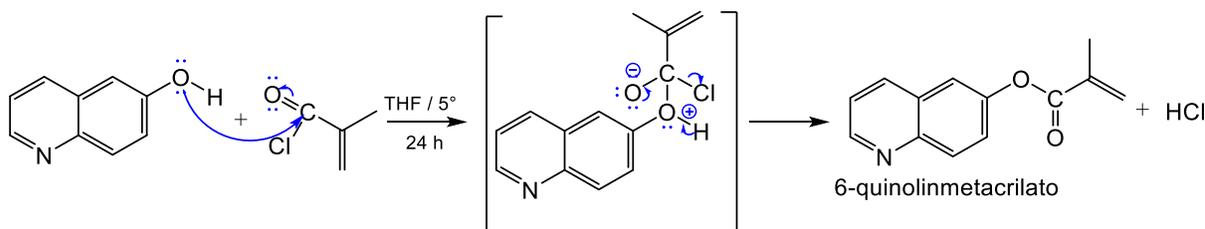


Figura 14. Reacción de sustitución nucleofílica acílica para la síntesis del monómero 6-quinolinmetacrilato.

Procedimiento:

En un matraz balón de una boca de 100 mL provisto de un agitador magnético se disolvieron 0.5 g de 6-hidroxiquinolina (3.44 mmol) en 10 mL de THF. El matraz se colocó en un baño de hielo y posteriormente se añadieron 0.4 mL (4.13 mmol) de cloruro de metacrililo y se dejó en agitación a temperatura ambiente. Después de 24 h de reacción, se evaporó el disolvente y el crudo de reacción se disolvió en diclorometano para realizar tres extracciones con agua destilada.

El monómero fue recuperado de la fase orgánica, el diclorometano se secó sobre sulfato de sodio y se evaporó el disolvente. El monómero se purificó mediante cromatografía en columna utilizando sílica como fase estacionaria y una mezcla etanol:diclorometano 1:9 como fase móvil obteniendo 0.630 g de un sólido cristalino de color blanco, lo cual corresponde a un rendimiento de reacción del 85.8%.

RMN-¹H: (400 MHz, CDCl₃) δ (ppm); 8.92 (1H, dd, H4), 8.17 (1H, d, H5), 8.14 (1H, d, H6), 7.63 (1H, d, H3), 7.52 (1H, dd, H1), 7.43 (1H, dd, H2), 6.43 (1H, s, H7'), 5.81 (1H, s, H7), 2.11 (3H, s, H8) Figura 20.

FT-IR: (cm^{-1}); 2985 (νCH), 1721 ($\nu\text{C=O}$), 1635 ($\nu\text{C=C}_{\text{vinilo}}$), 1598 ($\nu\text{C=C}_{\text{aromático}}$), 1213 ($\nu\text{C-O-C}$), 1152 ($\nu\text{C-O}$), 816 ($\delta\text{C-H}$) Figura 21.

2.3.2 Síntesis del 6-quinolinalilcarbonato (6QAC)

El monómero 6QAC se sintetizó a partir de la reacción de sustitución nucleofílica acílica entre la 6-hidroxiquinolina y el alilcloroformiato. Dicha reacción se encuentra esquematizada en la Figura 15.

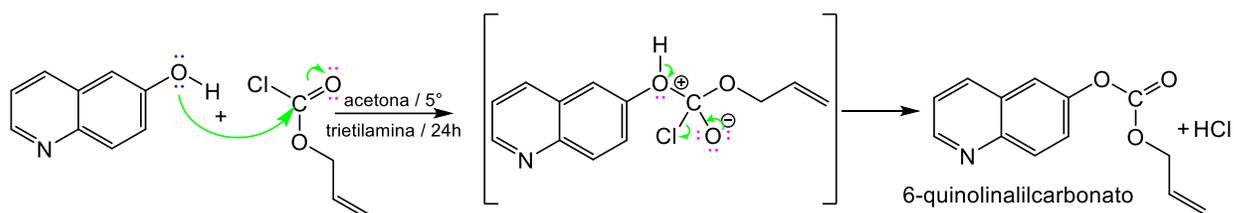


Figura 15. Reacción de sustitución nucleofílica acílica para la síntesis del monómero 6-quinolinalilcarbonato.

Procedimiento:

En un matraz balón de dos bocas de 100 mL provisto de un agitador magnético se disolvió 1 g de 6-hidroxiquinolina (6.8 mmol) en 60 mL de acetona. Posteriormente, se añadieron lentamente y de manera simultánea 0.76 mL de cloroformiato de alilo (7.12 mmol) y 1.15 mL de trietilamina (8.2 mmol). La reacción se mantuvo en agitación constante durante 24 h a temperatura ambiente. Al término del tiempo de reacción el crudo se filtró para separar el sólido formado y se realizaron 3 lavados con acetona.

El monómero puro se recuperó del disolvente orgánico obteniéndose un sólido blanco que se secó y pesó 1.3 g, que corresponden al 82% de rendimiento. El monómero presentó un punto de fusión de 37°C y fue soluble en diclorometano, etanol y acetona e insoluble en agua, hexano y acetato de etilo.

RMN-¹H: (400 MHz, CDCl_3) δ (ppm); 8.90 (1H, dd, H4), 8.13 (1H, d, H5), 8.11 (1H, d, H6), 7.65 (1H, d, H3), 7.54 (1H, dd, H1), 7.42 (1H, dd, H2), 6.01 (1H, ddt, H8), 5.43 (1H, dd, H9), 5.34 (1H, dd, H9'), 4.77 (2H, d, H8) Figura 22.

FT-IR: (cm^{-1}); 2980 (νCH), 1757 ($\nu\text{C=O}_{\text{asim}}$), 1747 ($\nu\text{C=O}_{\text{sim}}$), 1624 ($\nu\text{C=C}_{\text{vinilo}}$), 1602 ($\nu\text{C=C}_{\text{arom}}$), 1213 ($\nu\text{C-O-C}$), 1151 ($\nu\text{C-O}$), 948 ($\delta\text{C-H}$) Figura 23.

2.4 Formulación de las resinas compuestas

Para los distintos ensayos se formuló 1 gramo de resina compuesta utilizando el 1% en peso de 6HQ, 6M5NQ y de los monómeros 6QMA y 6QAC respectivamente, así como de la resina control correspondiente a cada compuesto experimental como se muestra en la Tabla 2.

Para la formulación de cada resina compuesta, en un vidrio de reloj se colocan 300 mg de BisGMA/TegDMA relación 70/30, posteriormente se pesó el sistema fotoiniciador. Finalmente, se pesaron los compuestos experimentales como se señala en la Figura 16. Las concentraciones de cada componente de las resinas formuladas se muestran en la Tabla 2, donde el control 1 es correspondiente a las resinas formuladas con los compuestos 6HQ y 6M5NQ, y el control 2 corresponde a las resinas formuladas con los monómeros 6QMA y 6QAC.

Tabla 2. Concentraciones de los componentes de las resinas experimentales.

Resina	Compuesto Experimental (mg)	BisGMA (mg)	TEGDMA (mg)	CQ (mg)	EDAB (mg)	SiO ₂ Sin Silanizar (mg)
Control 1	0	210	90	2.4	4.8	700
6HQ	7	210	90	2.4	4.8	700
6M5NQ	7	210	90	2.4	4.8	700
Control 2	0	210	90	1.5	3	700
6QMA	7	210	90	1.5	3	700
6QAC	7	210	90	1.5	3	700

Los compuestos experimentales se incorporaron primero con la matriz orgánica hasta solubilizarlos. Posteriormente, se añadió la CQ y el EDAB. Todo se mezcló hasta que ya no se observaron sólidos de algún componente.

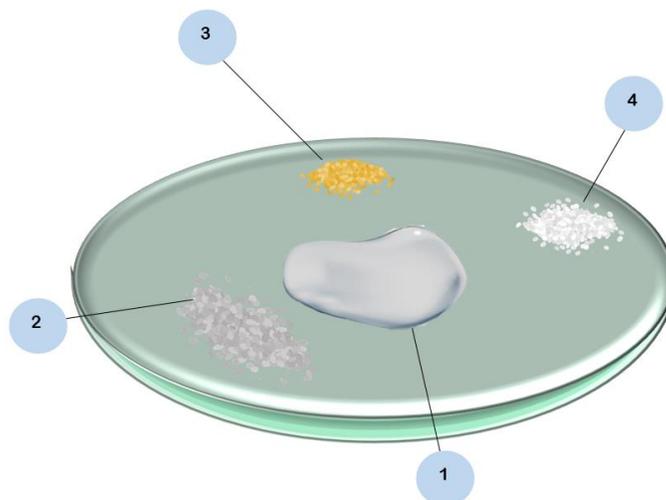


Figura 16. Componentes de la matriz orgánica donde 1) BisGMA/TEGDMA, 2) 6HQ,6H5MQ,6QMA ó 6QAC, 3) CQ y 4) EDAB.

La mezcla se cubre con aluminio para que las burbujas generadas en el mezclado salgan de la mezcla antes de agregar el SiO_2 . Posteriormente se adicionó 700mg del SiO_2 sin silanizar lentamente hasta obtener una mezcla homogénea y con suficiente fluidez para su manipulación.

La mezcla se colocó en un tubo eppendorf de 1.5 mL para colocar la mezcla en la centrifuga por 5 min, y entre cada intervalo de 5 min, se mezcla nuevamente en el mismo tubo hasta obtener una mezcla homogénea. Es necesario cuidar la mezcla de la luz para evitar la fotopolimerización antes de tiempo, por lo que el tubo y la tapa de la centrifuga se cubren con aluminio para evitar el paso de la luz.

2.5 Valoración de las propiedades de las resinas

2.5.1 Valoración mecánica

Para llevar a cabo el ensayo de flexión de tres puntos para determinar la resistencia a la flexión y módulo de elasticidad se sigue la metodología establecida en la norma ISO 4049.

La norma establece que se necesitan probetas con medidas de 25 mm x 2 mm x 2 mm por lo que se utiliza un conformador de acero inoxidable como se muestra en la Figura 17 para la preparación las probetas con medidas indicadas.

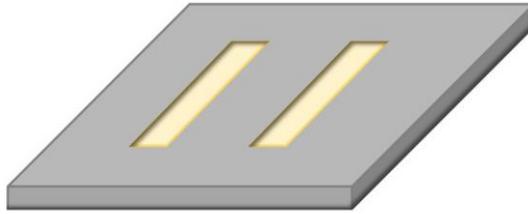


Figura 17. Esquematización del conformador para la elaboración de las probetas para realizar el ensayo mecánico.

Para la preparación de las probetas se utilizó el siguiente procedimiento: se cubre un lado del conformador de acero con una película transparente, en este caso acetato, y se coloca un portaobjetos de vidrio de aproximadamente 1 mm de espesor. La parte superior del molde se deja libre para agregar la resina hasta llenar el espacio. A continuación, se cubre con acetato y otro portaobjetos de vidrio, y se aplica presión suficiente para eliminar el exceso de muestra. Se inicia la polimerización con 30 s de luz azul, comenzando con 10 s por el centro y continuando 10 s por cada extremo. Este procedimiento se repite en el otro lado de la muestra hasta obtener al menos 5 probetas. Dichas probetas se almacenan en un vial con agua destilada a una temperatura de 37 °C durante al menos 24 h.

Antes de realizar las pruebas, se lijan las probetas con papel de lija de grano 140 para eliminar cualquier rebaba y así obtener mejores resultados. Posteriormente, se toman medidas de las dimensiones de la probeta con un Vernier Digital y se registran los datos.

Para las pruebas de flexión de tres puntos se hizo uso de una máquina de pruebas universales de ensayos mecánicos marca Instron que consiste dos soportes cilíndricos de 2 mm de diámetro paralelos entre sí, con una distancia de 20 mm y un tercer soporte de 2 mm de diámetro centrada entre ambos soportes de modo que haya 3 barras en combinación, utilizando una celda de carga de 1 kN, con una velocidad del cabezal de 1 mm por minuto.

Se registró la carga extendida sobre la probeta y se retiraron los restos de las probetas de la máquina antes de realizar el ensayo en las probetas restantes. Para la captura de datos se utiliza el programa Series IX.

La resistencia a la flexión se calculó mediante la siguiente fórmula:

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2} \quad (1)$$

Donde:

σ = Resistencia a la flexión (MPa)

F = Fuerza al momento de la fractura (N)

l = distancia entre los soportes (mm)

b = ancho de las probetas (mm)

h = altura de las probetas (mm)

El módulo de flexión fue calculado con la siguiente fórmula:

$$E = \frac{3F_1 l^3}{4bh^3d} \quad (2)$$

Donde:

E= Módulo de flexión (MPa)

F₁= Fuerza registrada donde la deformación deja de ser directamente proporcional a la fuerza registrada en el gráfico (N)

l= Distancia entre los dos soportes

b= Ancho de la probeta (mm)

h= Altura de la probeta (mm)

d= Deflexión del a probeta (mm)

Fueron obtenidos un total de 5 valores de resistencia a la flexión y módulo de flexión para cada grupo evaluado. Dichos valores fueron evaluados mediante la prueba estadística ANOVA para observar si existen diferencias significativas entre los grupos.

2.5.2 Valoración de la profundidad de curado

Para éste ensayo se sigue el método de la norma estándar ISO 4049. Un conformador cilíndrico de 6 mm de profundidad y 4cmm de diámetro se llenó de resina sin polimerizar y se cubren ambos extremos con acetato, y de la parte superior se coloca un portaobjetos de vidrio de 1 mm de espesor para asegurar una superficie plana.

Se polimeriza de la parte superior durante 30 s con la lámpara dental. Al término de los 30 s se retira la parte sin polimerizar de la parte inferior con una

espátula, para después retirar la parte polimerizada del conformador. Es necesario retirar toda la resina sin polimerizar de la muestra, para posteriormente medir con un vernier digital la longitud de la muestra. Dichos valores deben de dividirse entre dos antes de realizar análisis estadístico en ANOVA.

2.5.3 Valoración de traslucidez

Para este ensayo se utilizan probetas redondas que se obtienen siguiendo la metodología mencionada en la sección anterior. Para la obtención de los valores colorimétricos de las resinas dentales compuestas formuladas con 6HQ, 6H5NQ, 6QMA y 6QAC se utilizó el método objetivo o instrumental mediante un colorímetro de la marca KONICA MINOLTA modelo CR-20.

Para éste ensayo las probetas deben de estar libres de polvo en su superficie, por lo que se deben de manipular con pinzas durante todo el proceso. El colorímetro debe calibrarse antes de cada ensayo con el aditamento para calibración en blanco. Una vez que el software propio del equipo este configurado a un guardado automático, se puede iniciar el ensayo. Para determinar el color debe de hacerse sobre el fondo blanco, y para la traslucidez se realiza sobre el fondo negro, ambos ensayos realizados sobre el mismo lado de la probeta.

El colorímetro CR-20 utiliza el sistema de notación CIE $L^*a^*b^*$, desarrollado por la Commission Internationale de L'Éclairage (Comisión Internacional sobre Iluminación). El espacio de color CIE $L^*a^*b^*$ es usado comúnmente en estudios perceptuales y para la evaluación del color dental porque cubre visualmente de manera uniforme el espacio de color. En este sistema, L^* es la Luminosidad, que es una coordenada acromática; a^* es la coordenada verde-rojo, donde a^- es verde y a^+ es rojo; y b^* es la coordenada azul-amarillo, donde b^- es azul y b^+ es amarillo.

2.5.4 Valoración del grado de conversión de dobles enlaces y cinética de reacción

La cinética de polimerización y conversión de dobles enlaces de los materiales experimentales se evaluó con un espectrofotómetro infrarrojo de transformada de Fourier (FT-IR) de la marca Perkin-Elmer modelo Frontier.

La valoración se realizó tres veces a cada formulación experimental. Se colocó una pequeña muestra sobre la celda de diamante en la unidad ATR. Primero una pequeña muestra de aproximadamente 100 mg de resina compuesta se colocó en la ventana de celda de diamante de la unidad ATR. Se registró un espectro antes y después del proceso de polimerización. En cada uno de los espectros obtenidos se midieron dos alturas, la altura de la banda de absorción del enlace alifático $\nu\text{C-C}$ situada a 1638 cm^{-1} y la altura de la banda de absorción del enlace aromático $\nu\text{C=C}$ situada a 1608 cm^{-1} . Se utilizó la siguiente ecuación para la determinación de la conversión de dobles enlaces:

$$\text{Grado de conversión (\%)} = \left[\left(1 - \frac{\left(\frac{A_{1638}}{A_{1608}} \right)_{mon}}{\left(\frac{A_{1638}}{A_{1608}} \right)_{pol}} \right) * 100 \right] \quad (6)$$

Dónde:

- A_{1638} es la altura máxima de la banda a 1638 cm^{-1}
- A_{1608} es la altura máxima de la banda a 1608 cm^{-1}
- El término "mon" corresponde al espectro de la mezcla con monómero no polimerizado, y el término "pol" se refiere al espectro del material polimerizado.

Para realizar la cinética de polimerización se debe filmar la pantalla mientras se lleva a cabo la reacción de fotopolimerización. La lámpara de fotopolimerización se colocó como se muestra en la Figura 18. En este momento, es importante que el proceso de fotopolimerización y filmación de la pantalla estén sincronizados.



Figura 18. Posicionamiento del fotopolimerizador.

Una vez grabada la pantalla y obtenidos los vídeos, con el Software AviTricks se generan fotogramas de cada archivo de video. Posteriormente, con Microsoft Paint se traza una línea de 1660 cm⁻¹ a 1560 cm⁻¹. Se debe realizar con cada una de las imágenes generadas.

Por último, se realiza el cálculo de cinética. Con ayuda del programa ImageJ, se miden las distancias entre la línea trazada y el punto más alto en 1638 cm⁻¹ y 1608 cm⁻¹.

2.5.5 Valoración de la contracción volumétrica

La contracción volumétrica se obtiene midiendo la densidad por el principio de Arquímedes de las muestras sin polimerizar y después de polimerizar. Las medidas fueron realizadas usando una balanza analítica acoplada a un kit de determinación de densidad, donde se utiliza hexano como el disolvente.

Para la obtención de medidas se llevó a cabo el siguiente procedimiento: en una habitación a temperatura estable, sin humedad y con la menor incidencia de luz posible se pesaron pequeñas esferas de resina compuesta de cada mezcla de los diferentes monómeros sintetizados y compuestos precursores. Dichas esferas de resina sin polimerizar se pesan fuera y dentro del disolvente. Se realiza la misma metodología pero con esferas fotopolimerizadas, y se registró el peso dentro y fuera del solvente.

Para la determinación de la densidad de las esferas de resina sin polimerizar se utilizó la siguiente fórmula dada por el estándar ISO 17304 para materiales dentales de alta viscosidad:

$$\rho_{sp} = \frac{m_{sp,1} \times \rho_0}{m_{sp,1} - m_{sp,2}} \quad (7)$$

Donde:

ρ_{sp} es la densidad de la resina sin polimerizar.

$m_{sp,1}$ es la masa de la resina sin polimerizar en el aire en g.

$m_{sp,2}$ es la masa de la resina sin polimerizar dentro del disolvente en g.

ρ_0 es la densidad del disolvente (hexano) en g/mL.

Para el cálculo de la densidad de las esferas polimerizadas, se toma la siguiente fórmula dada por el estándar ISO 17304:

$$\rho_p = \frac{m_{p,1} \times \rho_0}{m_{p,1} - m_{p,2}} \quad (8)$$

Donde:

ρ_p es la densidad de la resina polimerizada.

$m_{p,1}$ es la masa de la resina polimerizada en el aire en g.

$m_{p,2}$ es la masa de la resina polimerizada dentro del disolvente en g.

ρ_0 es la densidad del disolvente (hexano) en g/mL.

Para el cálculo de la contracción se calcula la diferencia en volumen utilizando la siguiente fórmula:

$$S = \left(\frac{\rho_P - \rho_{SP}}{\rho_P} \right) \times 100 \quad (9)$$

2.5.6 Valoración de la fluorescencia

Para la valoración de ésta propiedad no existe una norma, sin embargo está reportado el uso de la comparación de la fluorescencia a través de la fotografía para materiales dentales.

Para la determinación de la fluorescencia, se realizaron probetas redondas siguiendo la metodología mencionada anteriormente en este trabajo de las resinas experimentales y la resina control (sin compuesto fluorescente). Además se utilizó una muestra de diente de bovino, que presenta una fluorescencia similar a la de la dentadura humana. De esta manera, las muestras se colocaron bajo una lámpara de luz ultravioleta y posteriormente se ajustaron las condiciones de captura para la toma de la fotografía.

Una vez que la fotografía quede completada, ésta se procesó con un software de edición de fotos como Photopea o Photoshop donde por medio de muestreo de luminosidad, como se muestra en la Figura 19, se obtienen valores de la luminosidad de las muestras. La luminosidad se refiere a la cantidad de luz emitida o reflejada por un objeto. Para su correcta valoración se debe de realizar el muestreo mediante el histograma en el canal de RGB (por sus siglas del inglés R

de *red* G de *green* y B de *blue*). El modelo RGB explica cómo se definen los colores y su finalidad es facilitar la identificación de los colores de forma uniforme. Cada color del modelo RGB contiene rojo, verde y azul como componentes principales y se compone de mezclas adicionales de estos colores.

Los canales RGB siguen aproximadamente los receptores de color del ojo humano y se utilizan en pantallas de computadora y escáneres de imágenes. Las medidas de la muestra deben de tener un valor fijo para obtener valores numéricos confiables que permitan la evaluación estadística.

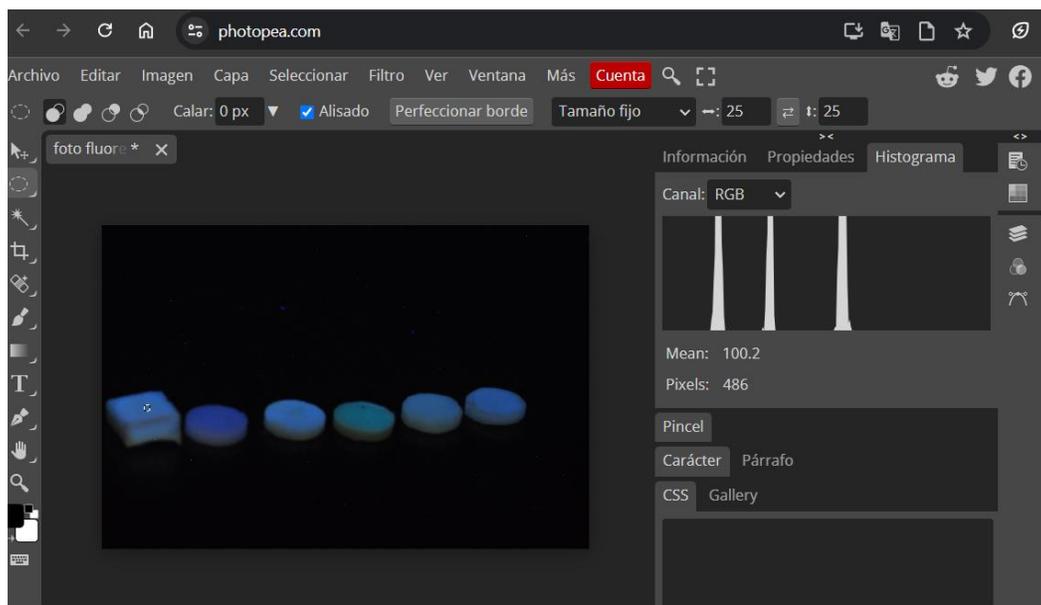


Figura 19. Muestreo de luminosidad en canal RGB para medición de fluorescencia por Photopea.

2.5.7 Valoración de citotoxicidad

Se prepararon probetas redondas siguiendo la metodología mencionada anteriormente en este trabajo. El ensayo de citotoxicidad fue realizado conforme a la norma ISO 10993-5:2009. Células de fibroblastos de ratón (L929) fueron cultivadas en una densidad de 2×10^4 células en placas de 96 pocillos que contenían medio DMEM (Dulbecco's Modified Eagle's medium), constituido con 10% de L-glutamina, 10% de suero fetal de bovino (FBS), penicilina (100 U/mL) y estreptomicina (100 U/mL). Las células fueron incubadas a 37 °C bajo una atmósfera de 95% de aire y 5% de CO₂ durante 24h.

El porcentaje de viabilidad celular fue evaluado mediante un ensayo colorimétrico de tipo WST⁻¹. Dichas probetas fueron colocadas en placas de 24 pocillos con 1 mL de DMEM e incubadas a 37 °C y un pH de 7.2. Después de 24 h, 200 µl del eluyente de cada muestra fueron transferidos a la placa de 96 pocillos que contenían a las células precultivadas. La placa fue incubada por un periodo de 24 h a 37 °C y 5% CO₂. Después de este tiempo, el medio fue aspirado, y una solución de tipo WST⁻¹ fue aplicada. Los resultados fueron leídos en un espectrofotómetro con una longitud de onda de 450 nm, donde los valores de absorbancia fueron considerados como un indicador de viabilidad celular.

CAPÍTULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización de los monómeros 6QMA y 6QAC

Los 2 monómeros 6QMA y 6QAC son sólidos a condiciones ambientales. Son insolubles en hexano y agua y son solubles en acetona, etanol, cloroformo y diclorometano. Además, también son solubles en monómeros comerciales como el TEGDMA y Bis-GMA, lo que los hace monómeros útiles en la formulación de resinas dentales compuestas. Ambos monómeros son capaces de polimerizar usando luz visible con el sistema CQ/EDAB.

Para la caracterización de los monómeros 6QMA y 6QAC, se utilizaron las técnicas espectroscópicas de FTIR y RMN ^1H . Los espectros se discuten a continuación.

3.1.1 Caracterización del monómero 6-quinolinmetacrilato (6QMA)

La estructura molecular de los monómeros se elucidó mediante espectroscopia de resonancia magnética nuclear de protón (RMN ^1H). El espectro de RMN ^1H del monómero 6QMA se muestra en la Figura 20. Se aprecian nueve señales congruentes con los nueve tipos de protones presentes en la molécula del monómero.

En un rango de 7.42 a 8.92 ppm se observan las señales correspondientes a los protones H4, H5, H6, H3, H1 y H2 del heterociclo. Las señales que dan evidencia de la obtención del monómero son las que se observan en 6.43 y 5.82 ppm, las cuales fueron asignadas a los protones H7' y H7 del grupo metacrilato. Finalmente, en un desplazamiento de 2.11 ppm se observa la señal correspondiente a los protones H8 del metilo.

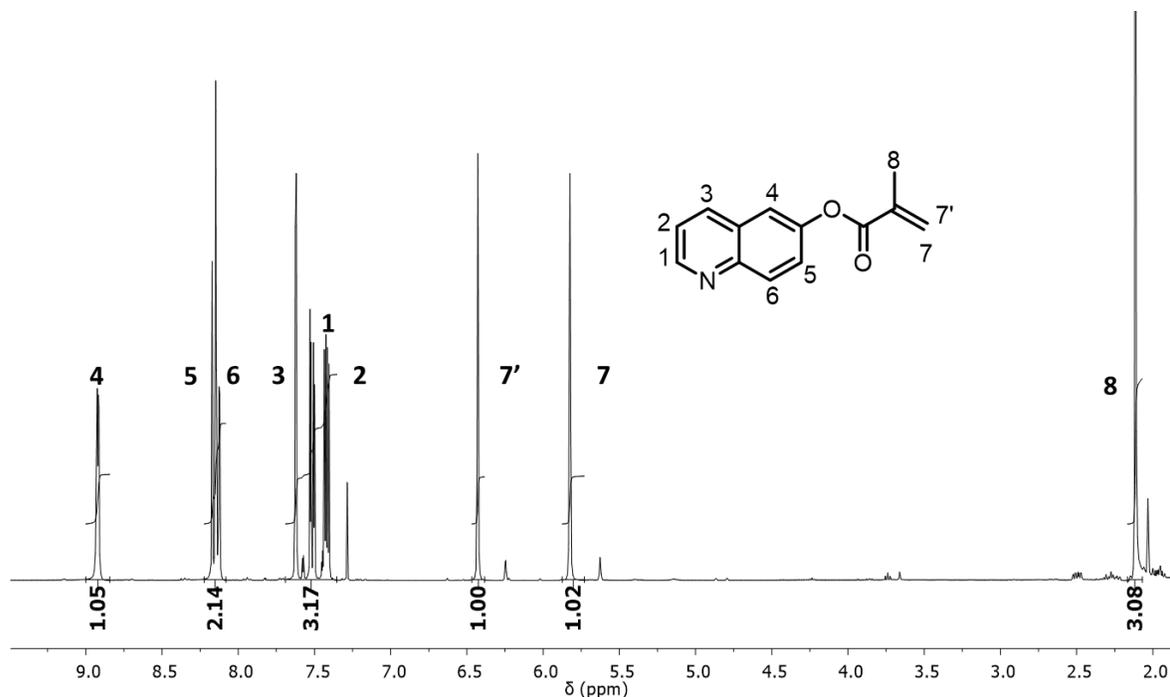


Figura 20. Espectro de RMN ¹H a 400 MHz del monómero 6QMA en CDCl₃.

En la Figura 21 se observa el espectro FTIR del monómero 6QMA. Las principales bandas de absorción que dan evidencia de la obtención del monómero son las bandas debidas a los modos de vibración del éster obtenido en la reacción de sustitución nucleofílica acílica. En 1721 cm⁻¹, se observa una banda que corresponde a la vibración del enlace νC=O, así como las bandas en 1213 y 1152 cm⁻¹ debidas a la vibración de νC-O-C y νC-O respectivamente.

Otra evidencia de la obtención del monómero 6QMA es la presencia de las bandas de absorción correspondientes a la vibración del enlace νC=C del grupo metacrilato en 1635 cm⁻¹. Finalmente, en 1598 cm⁻¹ se observa una banda de absorción debida a las vibraciones de elongación de los enlaces νC=C del anillo aromático.

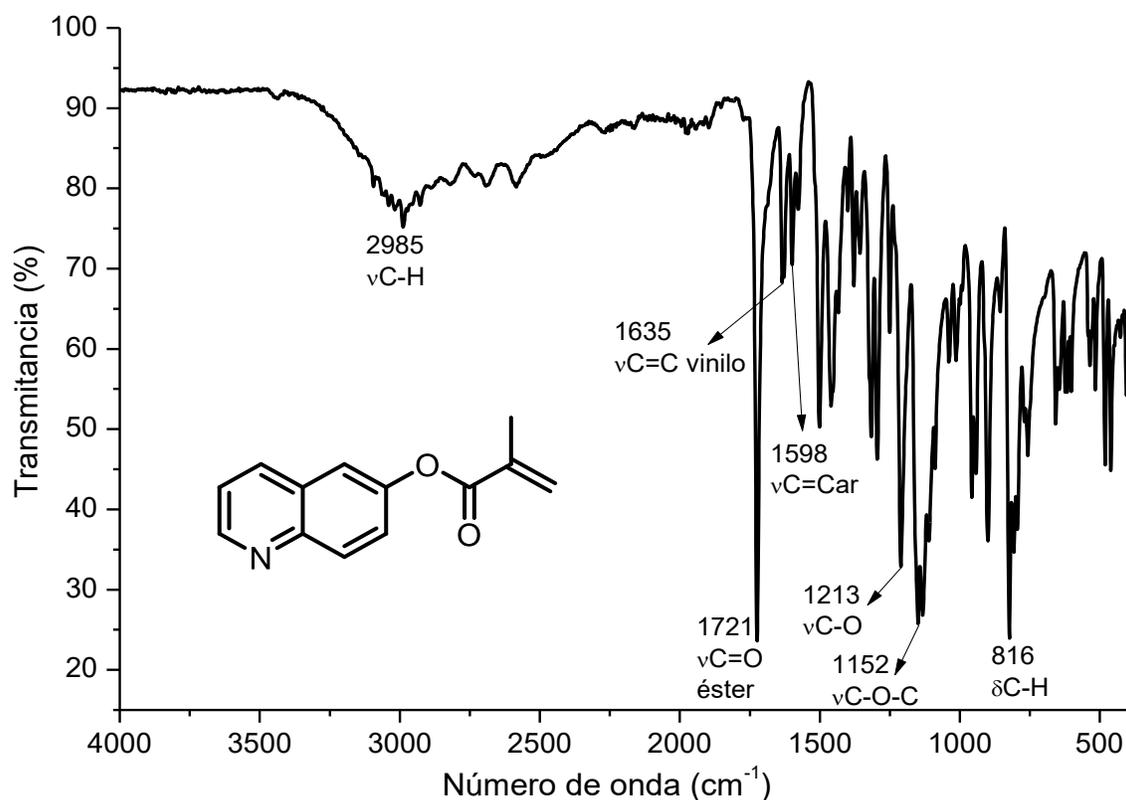


Figura 21. Espectro FTIR del monómero 6-quinolinmetacrilato(6QAC).

3.1.2 Caracterización del monómero 6-alilquinolincarbamato (6QAC)

Con la finalidad de evidenciar la obtención del monómero 6QAC, se utilizó la técnica de resonancia magnética nuclear de protón (RMN ^1H). El espectro de RMN- ^1H del monómero 6QAC se muestra en la Figura 22. En él se observa la presencia de 10 señales que corresponden a los tipos de protones presentes en la molécula del monómero.

En un rango de 7.44 a 8.91 ppm se observan las señales correspondientes a los protones H4, H5, H6, H3, H1 y H2 del heterociclo. Las señales que dan evidencia de la obtención del monómero se observan en un desplazamiento de 6.02, 5.47, 5.37 y 4.79 ppm, las cuales fueron asignadas a los protones H8 del grupo metino, H9 y H9' que corresponden al CH_2 del doble enlace y H7 del metileno, respectivamente.

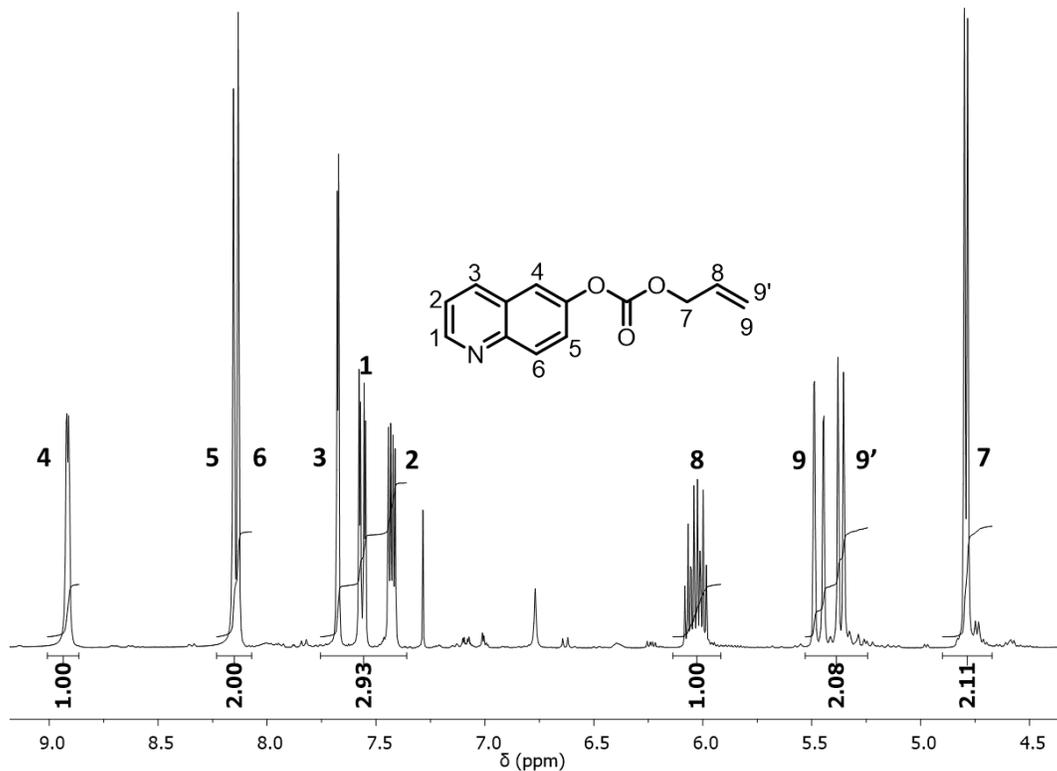


Figura 22. Espectro de RMN ¹H a 400 MHz del monómero 6QAC en CDCl₃.

El espectro FTIR del monómero 6QAC se muestra en la Figura 23. Las principales bandas de absorción que evidenciaron la obtención del monómero son las bandas debidas a los modos de vibración del carbonato obtenido durante la reacción de sustitución nucleofílica acílica. En 1757 y 1747 cm⁻¹ se observan las bandas correspondientes a las vibraciones del grupo carbonato νC=O, así como las bandas de absorción que se observan en 1213 cm⁻¹ y 1151 cm⁻¹ que corresponden a la vibración de νC-O-C y νC-O. Las bandas de absorción correspondientes al grupo vinilo se encuentran en 1624 cm⁻¹ asociada a la vibración del enlace νC=C y en 948 cm⁻¹ se encuentra la banda de absorción de la vibración del enlace δC-H.

Finalmente, en 1602 cm⁻¹ se observa una banda de absorción debida a las vibraciones de elongación de los enlaces νC=C del anillo aromático. Por lo tanto, la presencia de las bandas de absorción de los modos de vibración de los grupos carbonato y alílico demuestran la obtención del monómero 6QAC.

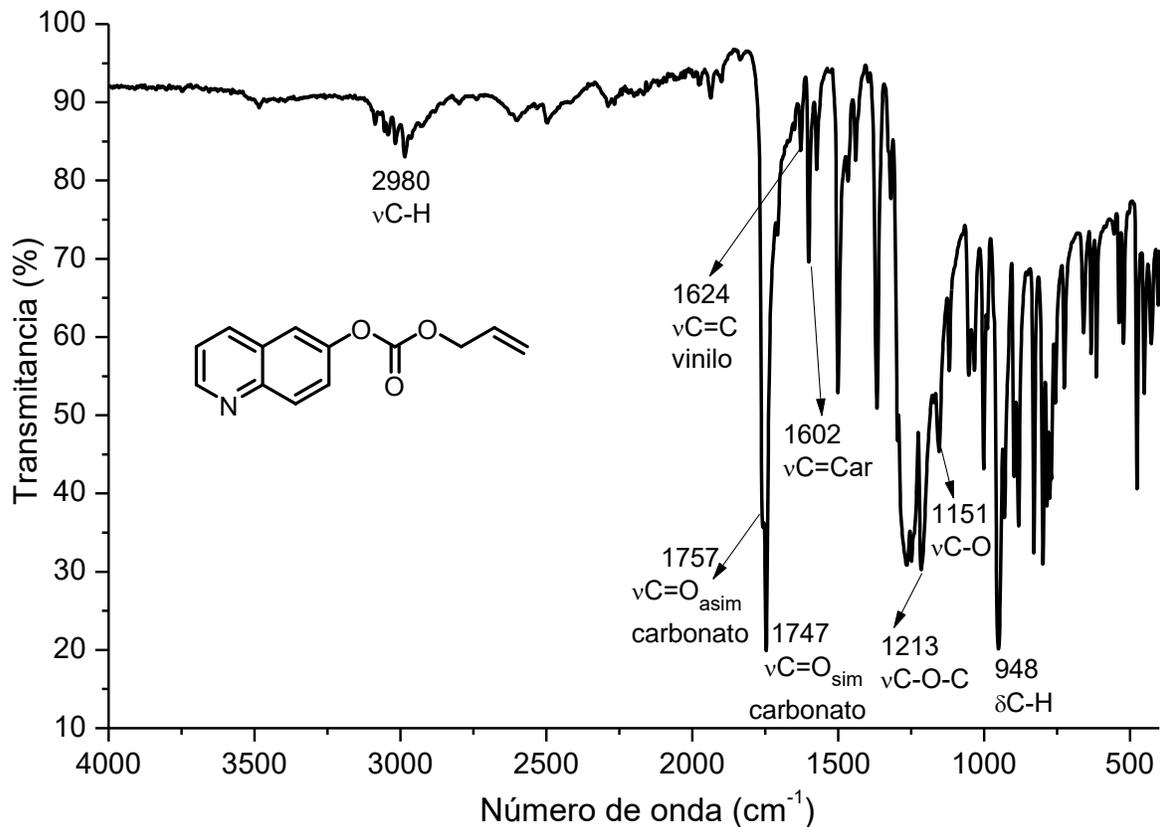


Figura 23. Espectro FTIR del monómero 6-alilquinolincarbonato (6QAC)

3.2 Evaluación del efecto de los monómeros 6QMA y 6QAC y compuestos 6HQ y 6M5NQ en las propiedades de las resinas dentales

Se evaluaron en total 4 resinas dentales experimentales formuladas con los monómeros 6QMA y 6QAC y los compuestos 6HQ y 6M5NQ, así como, dos resinas control como se muestra en la Tabla 3.

3.2.1 Evaluación de la resistencia a la flexión y módulo elástico

Para su análisis se realizó análisis estadístico de los valores de resistencia a la flexión y módulo elástico, con el programa ANOVA, los resultados se presentan en la Tabla 3. Donde para cada columna, las letras superíndice diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$).

Tabla 3. Resistencia a la flexión, módulo de elasticidad y contracción volumétrica de las resinas experimentales.

Grupo	Resina	Resistencia a la flexión (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Contracción volumétrica (%)
Grupo 1	Control 1	50.65 (3.18) ^a	9.88 (0.69) ^a	2.84 (0.72) ^a
	Exp.1- 6HQ	50.70 (6.52) ^a	10.66 (0.78) ^a	4.03 (1.93) ^b
	Exp.2- 6M5NQ	52.83 (3.88) ^a	10.74 (0.34) ^a	2.95 (0.72) ^a
Grupo 2	Control 2	54.97 (3.09) ^a	10.74 (0.56) ^a	3.11 (0.24) ^a
	Exp.3- 6QMA	55.71 (2.75) ^a	11.59 (0.26) ^a	3.30 (0.19) ^a
	Exp.4- 6QAC	59.67 (2.62) ^a	11.05 (0.70) ^a	2.11 (0.52) ^b

En el primer grupo de resinas Exp1- 6HQ y Exp.2- 6M5NQ los valores de resistencia a la flexión y módulo de elasticidad muestran un aumento, pero no lo suficiente para considerar que tiene una mejora estadísticamente significativa frente a la resina control.

Para el segundo grupo de resinas, la resistencia a la flexión de la resina Exp.4- 6QAC demuestra un aumento mayor al Exp.3- 6QMA y el control, aunque ambos no tienen un incremento estadísticamente significativo.

El incremento de la resistencia a la flexión de la resina Exp.4- 6QAC, se debe a la fuerte interacción que existe entre el nuevo monómero 6QAC y el relleno inorgánico SiO₂ y la matriz orgánica de Bis-GMA/TEGDMA. La interacción entre el relleno inorgánico y el monómero 6QAC es a través de las interacciones dipolo-dipolo de tipo puente de hidrógeno como se muestra en la Figura 24. Mientras que la interacción entre el nuevo monómero y la matriz orgánica es a través de enlaces covalentes durante la reacción de fotopolimerización.

Los valores del módulo de elasticidad para las resinas formuladas con ambos monómeros 6QMA y 6QAC tienen mayores valores, sin embargo, dichas diferencias no muestran ser estadísticamente significativas.

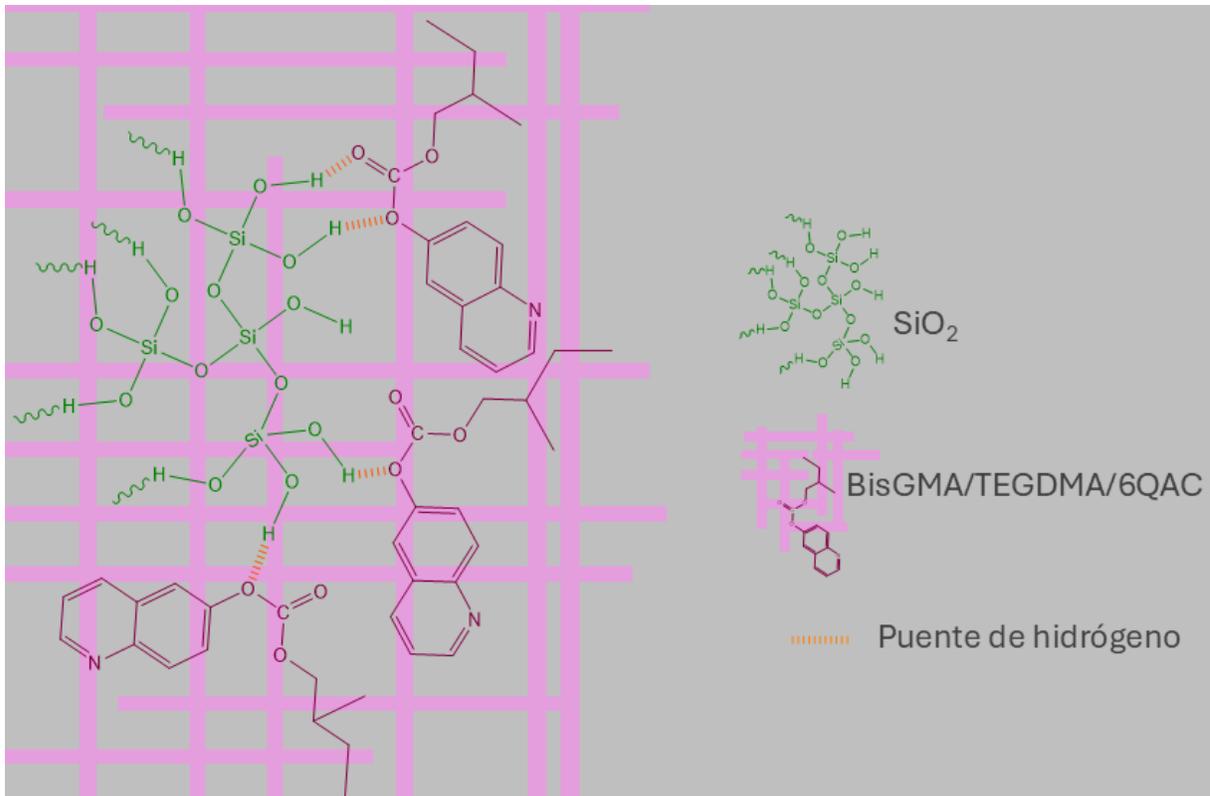


Figura 24. Esquema de la interacción entre las moléculas en la resina compuesta con el monómero 6QAC.

3.2.2 Evaluación de la contracción volumétrica

La contracción volumétrica durante la polimerización es el resultado de la disminución en el volumen específico del material debido a la formación de enlaces covalentes entre las moléculas de monómero. Durante la reacción de polimerización, los monómeros polimerizan a través de la ruptura homolítica de los dobles enlaces carbono-carbono para formar enlaces covalentes entre sí y formar una red polimérica. La formación de enlaces covalentes entre las moléculas de monómeros provoca la disminución del volumen, llamado contracción por la reacción de polimerización. Esta contracción molecular conlleva a una reducción del volumen total del material. Los resultados de contracción volumétrica se muestran en la Tabla 3.

En el primer grupo de resinas el porcentaje de contracción de la resina Exp.1-6HQ tiene un aumento estadísticamente significativo frente a la resina control, mientras que la resina Exp.2-6M5NQ no tiene cambios significativos.

Esto se debe a que ambos compuestos no son monómeros y por lo tanto no forman enlaces covalentes con la matriz orgánica y sólo interactúa por fuerzas intermoleculares.

En el segundo grupo de resinas con los monómeros se observó una disminución en el porcentaje de contracción con la resina Exp.4-6QAC estadísticamente significativa en relación a la resina de control. Mientras que la resina Exp.3- 6QMA, no presentó un cambio estadísticamente en comparación a la resina control. La disminución de la contracción volumétrica de la resina experimental con el monómero 6QAC puede deberse a la interacción generada entre el SiO_2 y la matriz orgánica que puede provocar mayor volumen libre en la red polimérica.

Con la mejora de propiedades mecánicas y disminución de la contracción volumétrica que tiene la resina formulada con el monómero 6QAC, se puede decir que es un monómero potencialmente útil en la formulación de resinas dentales compuestas.

3.2.3 Evaluación de la profundidad de curado

La profundidad de curado indica la distancia que existe desde la superficie expuesta de la resina hasta la profundidad máxima a la que la luz puede penetrar para efectuar la polimerización como se muestra en la Figura 25.

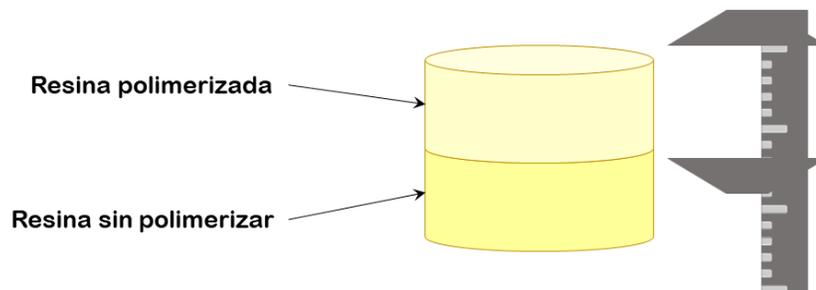


Figura 25. Profundidad de curado.

La Tabla 4 muestra los resultados de profundidad de curado donde se observa que para ambos grupos de resinas formuladas los valores de profundidad de las resinas experimentales presentan una disminución estadísticamente significativa

con respecto al control, excepto la resina formulada con el monómero 6QAC. Para cada columna, las letras superíndice diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$).

Tabla 4. Profundidad de curado y conversión de dobles enlaces de las resinas experimentales.

Grupo	Resina	Profundidad de curado (mm)	Conversión de dobles enlaces (%)
Grupo 1	Control 1	1.82 (0.03) ^a	60.44 (1.62) ^a
	Exp.1- 6HQ	1.57 (0.05) ^c	54.49 (0.17) ^a
	Exp.2- 6M5NQ	1.7 (0.03) ^b	59.74 (5.49) ^a
Grupo 2	Control 2	2.03 (0.04) ^a	59.67 (2.11) ^a
	Exp.3- 6QMA	1.85 (0.05) ^b	42.48 (15.86) ^a
	Exp.4- 6QAC	1.95 (0.03) ^a	56.81 (3.18) ^a

La disminución de la profundidad de curado tiene relación con la propiedad de fluorescencia. La absorción de la luz UV-vis, usada en la fotopolimerización es dispersada en diferentes direcciones en lugar de viajar directamente a través del material, debido a que los compuestos 6HQ y 6M5NQ y el monómero 6QMA son compuestos fluorescentes, y absorben parte de la luz para después emitirla, lo que resulta en una distribución irregular de la luz, donde las áreas más cercanas a la fuente reciben más energía y polimerizan sin inconvenientes, y las zonas más alejadas no reciben la suficiente energía para iniciar la polimerización. El monómero 6QAC también es un compuesto fluorescente, sin embargo esta propiedad no le impide significativamente el paso de la luz durante la reacción de polimerización, lo que le permite tener una profundidad de curado sin cambios estadísticos.

3.2.4 Evaluación de la conversión de dobles enlaces y cinética de reacción

Para que una resina compuesta pueda ser considerada útil en una restauración dental, es necesario que tenga una alta conversión de dobles enlaces para garantizar un buen desempeño. Está comprobado que a un mayor porcentaje de conversión de dobles enlaces en una resina, las propiedades mecánicas mejoran considerablemente (Flavia, 2009).

El porcentaje usual de conversión para las resinas a base de dimetilacrilatos va desde el 43% al 75%, y suele atribuirse a las concentraciones en las que se utiliza el TEGDMA como monómero eluyente del BisGMA, que si bien disminuye la viscosidad permitiendo un incremento en el grado de conversión, altas concentraciones de TEGDMA resultan en un incremento de la contracción volumétrica después de la polimerización aumentando la tendencia a la formación de microfisuras en la restauración dental.

Los resultados del porcentaje de conversión de dobles enlaces se muestran en la Tabla 4, y en general se observa que, para todas las resinas experimentales, el porcentaje de conversión de dobles enlaces no presenta cambios estadísticamente significativos.

La resina experimental Exp.4 formulada a partir del monómero 6QAC, a pesar de ser un monómero alílico no tiene diferencia estadísticamente significativa en la conversión de dobles enlaces con el control. Esto puede deberse a que durante la fotopolimerización se forman suficientes radicales libres en los monómeros BisGMA/TEGDMA que permiten su polimerización a pesar de su autoinhibición.

La fluorescencia también influye en la velocidad de polimerización de las resinas durante una exposición de 30 s de luz sobre la muestra cómo se observa en la Figura 26 y 27. Para todas las resinas experimentales se observa que en los primeros 5 s de exposición a la luz se lleva a cabo la reacción de polimerización (Figura 26 y 27). Con excepción de la resina formulada con el monómero 6QMA (Exp.3), esta resina se caracteriza por presentar la menor velocidad de polimerización.

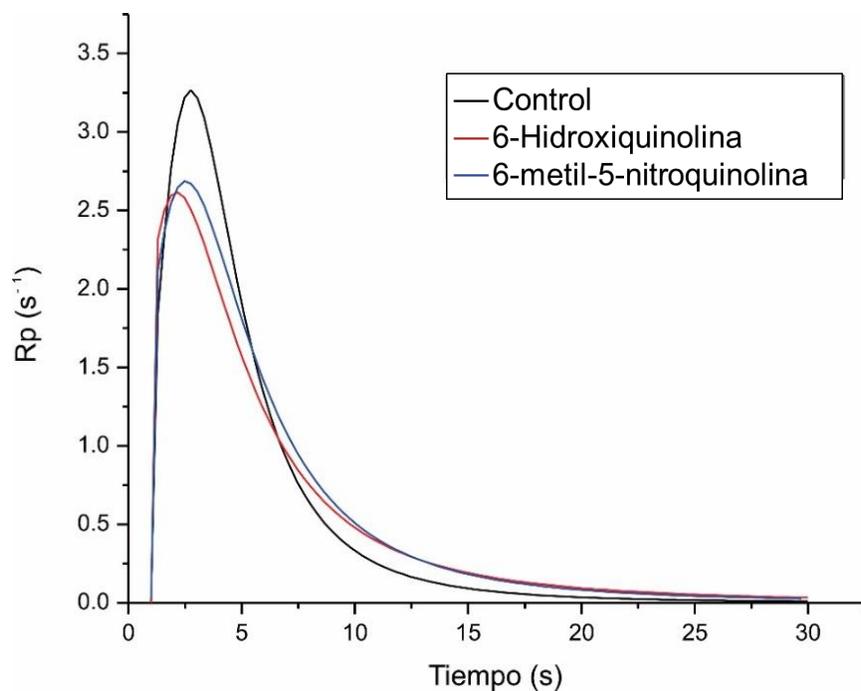


Figura 26. Velocidad de polimerización de las resinas formuladas con 6HQ y 6M5NQ.

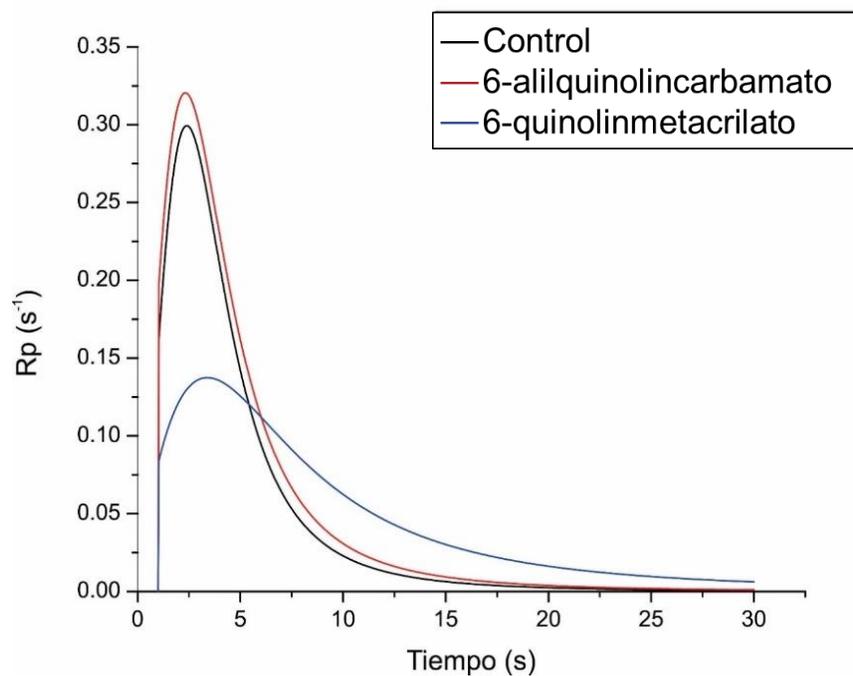


Figura 27. Velocidad de polimerización de las resinas formuladas con los monómeros 6QMA y 6QAC.

3.2.5 Evaluación de translucidez

En la Tabla 5 se muestran los valores del parámetro de translucidez. En general, se observa que todas las resinas experimentales, debido a la presencia de compuestos fluorescentes, disminuye el parámetro de la translucidez de la resina. Para cada columna, las letras superíndice diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$).

Tabla 5. Parámetros de translucidez de las resinas experimentales.

Grupo	Resina	Parámetro de Translucidez
Grupo 1	Control 1	42.47 (1.22) ^a
	Exp.1- 6HQ	39.60 (2.39) ^{ab}
	Exp.2- 6M5NQ	38.22 (1.34) ^b
Grupo 2	Control 2	42.47 (1.22) ^a
	Exp.3- 6QMA	42.42 (2.06) ^a
	Exp.4- 6QAC	36.42 (1.36) ^b

Sin embargo, los valores del parámetro de translucidez sugieren que la adición de estos compuestos no son clínicamente perceptibles en comparación a la resina control.

3.2.6 Evaluación de la fluorescencia

La técnica utilizada para la valoración de la fluorescencia en el presente trabajo es la fotografía, de la cual se obtiene la siguiente imagen:

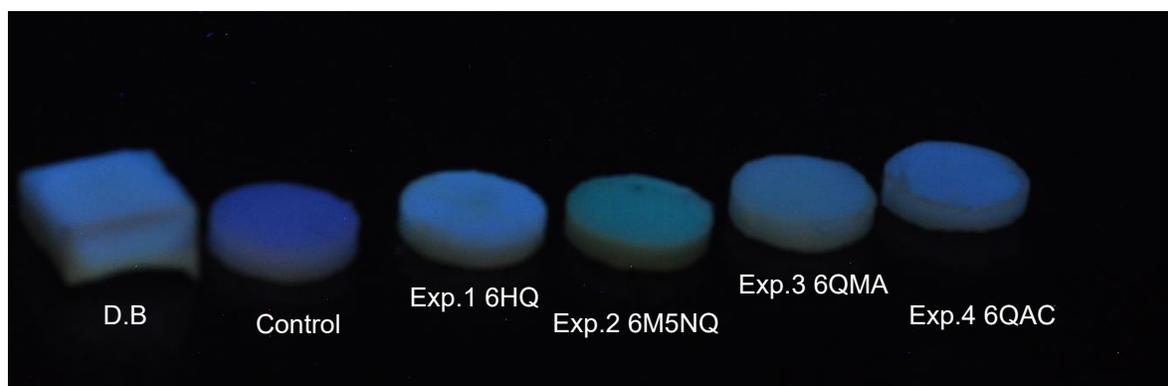


Figura 28. Fluorescencia del diente bovino (izquierda) y las resinas experimentales.

En la tabla 6 se encuentran los valores de luminosidad de las fotografías. Se puede apreciar que la única resina que no presenta una diferencia significativa contra el diente natural es la resina Exp.1- 6HQ. Para cada columna, las letras superíndice diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$).

Las resinas Exp.3- 6QMA y Exp.4- 6QAC presentan valores de fluorescencia menores frente al diente natural, sin embargo, presentan fluorescencia contra la resina control.

Tabla 6. Fluorescencia de las resinas experimentales.

Grupo	Resina	Fluorescencia (U.A.)
	Diente natural	102.8 (1.286) ^a
	Control	73.1 (1.250) ^c
Grupo 1	Exp.1- 6HQ	99.8 (2.902) ^a
	Exp.2- 6M5NQ	73.1 (1.563) ^c
Grupo 2	Exp.3- 6QMA	83.8 (1.709) ^b
	Exp.4- 6QAC	84.8 (0.872) ^b

3.2.7 Evaluación de citotoxicidad

Los resultados de la viabilidad celular de las resinas en células de fibroblastos de ratón (L929) se muestra en la Figura 29. Las resinas control obtuvieron resultados mayores al 90% de viabilidad, que indica que ninguno de los componentes de dichas resinas tiene efecto citotóxico en las células de fibroblastos de ratón.

Las resinas Exp.4- 6QAC y Exp.3- 6QMA tienen un promedio de viabilidad celular mayor al 70% y se considera que no tienen un efecto citotóxico en las células como lo establece la ISO 10993-5. Las resinas Exp.1- 6HQ y la Exp.2- 6M5NQ tienen una viabilidad menor al 70% y se considera que tienen un efecto potencialmente citotóxico en las células. Esto puede deberse a que como no son monómeros no se unen covalentemente a la matriz orgánica y por lo tanto salen del material compuesto.

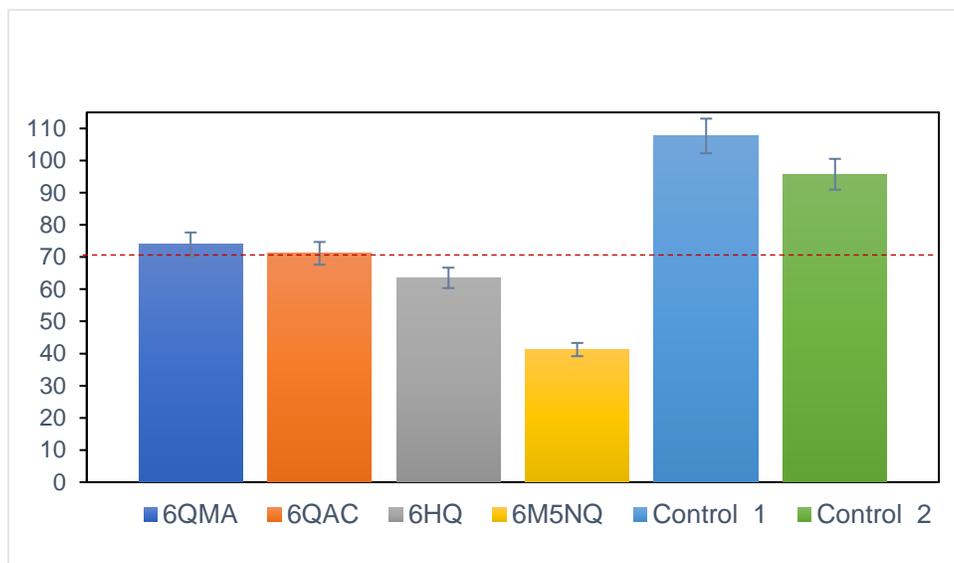


Figura 29. Viabilidad celular (%) de las resinas.

CONCLUSIONES

Se sintetizaron y se elucidó la estructura de dos monómeros a base de la 6-hidroxiquinolina (6HQ); 6-quinolinmetacrilato (6QMA) y el 6-alilquinolincarbamato(6QAC) por la caracterización espectroscópica de RMN ^1H y FTIR. Con los tres compuestos 6HQ, 6QMA , 6QAC y el 6-metil-5-nitro quinolina (6M5NQ) se formularon cuatro resinas experimentales, las cuales fueron comparadas con sus respectivas resinas control.

El monómero alílico 6QAC polimeriza con una velocidad ligeramente mayor al control por la presencia de radicales libres de los monómeros BisGMA/TEGDMA. Esta característica además de las mecánicas y ópticas lo convierte en un monómero con potenciales aplicaciones en la formulación de resinas dentales.

Con base en la mejora o similitud en las propiedades de resistencia a la flexión, módulo elástico y contracción volumétrica, así como el cambio no significativo en las propiedades de conversión de dobles enlaces, traslucidez y fluorescencia, se concluye que el monómero 6QAC es potencialmente útil para la formulación de resinas compuestas dentales.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Anusavice, K.J., Shen, C. y Rawls, R. (2013). Phillips' Science Of Dental Materials. (Duodécima edición). Elsevier Saunders. EE. UU.
- Askeland, D. R. y Wright, W. J. (2017). Ciencia e Ingeniería de Materiales. (Séptima Edición). Cengage Learning.
- Bowen, R.L. (1956). Use Of Epoxy Resins In Restorative Materials. Journal of Dental Research. (Volumen 35 (3), 360-369 pp). EE. UU.
- Bowen, R.L. (1962). Dental Filling Materials Comprising Vinyl Silane Treated Fused Silica And Binder, Consisting Of The Reaction Product Of Bisphenol And Glycidyl Methacrylate. United States Patent Office. 3,066,112. EE. UU.
- Chain, M.C. y Baratieri, L.N. (2001). Restauraciones Estéticas con Resinas Compuestas en Dientes Posteriores. (Primera Edición). Artes Médicas LTDA: Brasil.
- Chawla, K.K. (2012). Composite Materials Science and Engineering. (Tercera Edición). Springer. EE. UU. DOI 10.1007/978-0-387-74365-3
- Critchley, J. P. (2001). Polymers, Thermally Stable. Encyclopedia of Physical Science and Technology. Polymers. (Tercera Edición.775-807 pp). Academic Press. EE. UU.
- Da-Silva, T.M., De Oliviera, H.P.M., Severino, D., Balducci, I., Huntala, M.F.R.L. y Goncalves, S.E.P. (2014). Direct Spectrometry: A New Alternative for Measuring the Fluorescence of Composite Resins and Dental Tissues. Operative Dentistry. (Volumen 39 (4) 407-415 pp). Brasil. DOI: 10.2341/12-464-L
- De Lima, L.M., Abreu, J.D., Cohen-Carneiro, F., Regalado, D.F., Pontes, D.G. (2015). A new methodology for fluorescence analysis of composite resins used in anterior direct restorations. General Dentistry. EE. UU. (66-69 pp.)
- Harper, C.A. (2002). Handbook of Plastics, Elastomers, and Composites. (Cuarta Edición). McGraw Hills Handbooks. EE. UU.
- IUPAC. (2012). Compendium of Chemical Terminology "Gold Book". Version 2.3.2

- Jones, R.M. (1999). *Mechanics of Composite Materials*. (Segunda Edición). Taylor & Francis, Inc. EE. UU.
- Kutz, M. (2015). *Mechanical Engineers Handbook: Materials and Engineering Mechanics*. (Cuarta Edición. Volumen 1). John Wiley & Sons, Inc., EE. UU.
- Long, T. E., McGrath, J. E. y Turner, S. R. (2001). Polymers, Synthesis. *Encyclopedia of Physical Science and Technology*. Polymers. (Tercera Edición. 751-774 pp). Academic Press. EE. UU.
- Mirau, P. A., Jelinski, L. W. y Bovey, F. A. (2001). Macromolecules, Structure. *Encyclopedia of Physical Science and Technology*. Polymers. (Tercera Edición. 857-901 pp). Academic Press. EE. UU.
- Odian, G. (2004). *Principles Of Polymerization*. (Cuarta Edición). John Wiley & Sons, Inc. EE. UU.
- Painter, P. C. y Coleman, M. M. (1996). *Fundamentos De Ciencia De Polímeros Un Texto Introductorio*. CRC Press Taylor & Francis Group. EE. UU.
- Rey-Duro, F., Souza-Andrade, J. y Duarte, S. (2012). Fluorescence: Clinical Evaluation of New Composite Resins. *Quintessence of Dental Technology*. (1-12 pp.) Quintessence Publishing.
- Shackelford, J. F. (2005). *Introducción a la Ciencia de Materiales para Ingenieros*. (Sexta Edición). Pearson Educación. España.
- Srivastava, S., Shujaiddin, M. y Sahani N. (2017). Speciality Polymers: Exploring Versatility In Types, Applications And Future Prospects. *International Journal of Recent Scientific Research*. (Volumen. 8 (8), 16876- 16883 pp). India. DOI: 10.24327/ijrsr.2017.0809.0836
- Stansbury, J.W. (2000). Curing Dental Resins and Composites by Photopolymerization. *Journal Of Esthetic Dentistry*. (Volumen 12 (6). 300-308 pp). EE. UU. DOI: 10.1111/j.1708-8240.2000.tb00239.x
- Varma, I. K. y Gupta, V.B. (2000). Thermosetting Resin-Properties. *Comprehensive Composite Materials*. (Volumen 2: Polymer Matrix Composites. 1–56 pp). Elsevier Ltd. India. doi:10.1016/b0-08-042993-9/00177-7.
- Volpato, C. A. M., Pereira, M. R. C., y Silva, F. S. (2018). Fluorescence of natural teeth and restorative materials, methods for analysis and quantification: A

- literature review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*. (Volumen 30(5) 397–407pp). Brasil. DOI:10.1111/jerd.12421
- Wesolowski, R.A., Wesolowski, A.P. y Petrova, R.S. (2020). *Composites. The World of Materials*. Springer. (125-129 pp). Suiza. https://doi.org/10.1007/978-3-030-17847-5_16
- Zowen, R.L. (1982). Composite and sealant resins: past, present, and future. *Pediatric Dentistry*. (Volumen 4 (1). 10-15 pp). EE. UU.

ANEXOS

Anexo1. Póster presentado en el XVI encuentro de Investigaciones del ACCTyM.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO
INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
Área Académica De Ciencias De La Tierra Y Materiales
XVI Encuentro De Investigaciones Del ACCTyM-UAEH



Diseño y síntesis del monómero 6-quinolinalilcarbonato y su efecto sobre las propiedades en la formulación de resinas dentales

Ximena Cerón López¹, Nayely Trejo Carbajal², Carlos E. Cuevas-Suárez³ y Ana M. Herrera-González²

¹Licenciatura en Ingeniería en Ciencias de los Materiales, Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, C.P. 42184, México.
²Laboratorio de Polímeros, Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, C.P. 42184, México
³Área académica de Odontología, Instituto de Ciencias de la Salud, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Circuito Ex Hacienda La Concepción S/N, San Agustín Tlaxiaca, Hgo. C.P. 42160, México.

RESUMEN

El presente trabajo reporta la síntesis y caracterización del monómero 6-quinolinalilcarbonato, así como la evaluación del 6-quinolinalilcarbonato, 6-Hidroxiquinolina y el 6-metil-5-nitroquinolina, en la formulación de resinas dentales compuestas. Se formularon materiales compuestos utilizando BisGMA/TEGDMA como matriz orgánica y óxido de silicio como relleno inorgánico. El monómero y los compuestos experimentales fueron adicionados en un porcentaje de 1%. Se evaluó la resistencia a la flexión, el módulo de elasticidad, el parámetro de translucidez, el grado de conversión, la profundidad de curado, y la contracción volumétrica de los materiales. El material formulado con el 6-quinolinalilcarbonato obtuvo valores significativamente mayores de resistencia a la flexión ($p < 0.05$). En cuanto al módulo de elasticidad y la contracción volumétrica, no hubo diferencias estadísticamente significativas entre los materiales ($p > 0.05$). Comparado con el control, todos los materiales experimentales tuvieron una disminución estadísticamente significativa en el parámetro de translucidez ($p < 0.05$). Los materiales formulados con los compuestos 6-hidroxiquinolina y 6-metil-5-nitroquinolina tuvieron una disminución significativa en la profundidad de curado ($p < 0.05$). La incorporación de los compuestos 6-quinolinalilcarbonato, 6-Hidroxiquinolina, y el 6-metil-5-nitroquinolina mejora las propiedades físicas de resinas compuestas a base de BisGMA/TEGDMA.

INTRODUCCIÓN

Las restauraciones dentales resultan indispensables si se busca mantener una buena salud bucal. A lo largo de la historia, se han utilizado diferentes materiales para recuperar la funcionalidad oral, como los cementos, los metales preciosos y recientemente los polímeros. El uso extendido de las resinas dentales compuestas con una matriz polimérica es gracias a que permiten restauraciones con un acabado estético y una buena funcionalidad. La fluorescencia es una propiedad que tienen los dientes naturales, y para imitar esta propiedad, se adicionan componentes inorgánicos, entre ellos las tierras raras, como el europio, terbio y cerio, y aunque esta adición permite reproducir una fluorescencia similar a la natural, se ha identificado el efecto toxicológico negativo que éstas tienen cuando se está expuesto a las mismas. La síntesis de monómeros orgánicos fluorescentes permitirá eliminar este riesgo cuando se requiera una restauración dental, debido a que el monómero fluorescente se unirá a través de enlaces covalentes a la matriz orgánica de BisGMA/TEGDMA. El presente trabajo reporta la síntesis y caracterización del monómero 6-quinolinalilcarbonato, y su evaluación en la formulación de resinas dentales compuestas.

METODOLOGÍA



Figura 1.- Esquema de obtención de las resinas experimentales

Tabla 1. Concentraciones de las resinas experimentales

Control 1	Control 2
BisGMA/TEGDMA 0.8% de CQ y 1.6% de EDAB 6-Hidroxiquinolina al 1%	BisGMA/TEGDMA 0.5% de CQ y 1% de EDAB 6-quinolinalilcarbonato a 1%

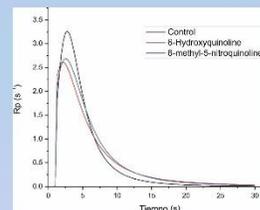


Figura 2.- Velocidad de polimerización de los materiales compuestos (Control 1)

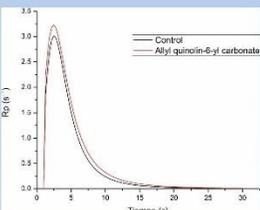


Figura 3.- Velocidad de polimerización de los materiales compuestos (Control 2)

RESULTADOS

Tabla 2. Valoración mecánica de los materiales evaluados.

Grupo	Resistencia a la flexión (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)	Profundidad de curado (μm)	Contracción volumétrica (%)
Control 1	50.65 (3.18) ^a	9.88 (0.69) ^a	1.82 (0.03) ^a	2.84 (0.72) ^a
6-Hidroxiquinolina	50.70 (6.52) ^a	10.66 (0.78) ^a	1.71 (0.03) ^a	4.03 (1.93) ^a
6-metil-5-nitroquinolina	52.83 (3.88) ^a	10.74 (0.34) ^a	1.58 (0.04) ^a	2.95 (0.72) ^a
Control 2	54.97 (3.09) ^a	10.74 (0.56) ^a	2.03 (0.03) ^a	3.10 (0.24) ^a
6-quinolinalilcarbonato	59.67 (2.62) ^a	11.05 (0.7) ^a	1.98 (0.03) ^a	2.11 (0.52) ^a

Letras superíndice diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas entre los materiales ($p < 0.05$).

Tabla 3. Valoración química y óptica de los materiales evaluados.

Grupo	Grado de conversión (%)	Fluorescencia (u.a.)	Parámetro de translucidez
Control	60.44 (1.62) ^a	0.28 (0.01) ^a	42.47 (1.22) ^a
6-Hidroxiquinolina	54.49 (0.17) ^a	0.17 (0.01) ^a	39.50 (2.39) ^a
6-metil-5-nitroquinolina	59.74 (5.49) ^a	0.39 (0.02) ^a	38.22 (1.34) ^a
Control	59.67 (2.11) ^a	0.28 (0.01) ^a	42.47 (1.22) ^a
6-quinolinalilcarbonato	56.81 (3.11) ^a	0.74 (0.02) ^a	36.42 (1.36) ^a

Letras superíndice diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas entre los materiales ($p < 0.05$).

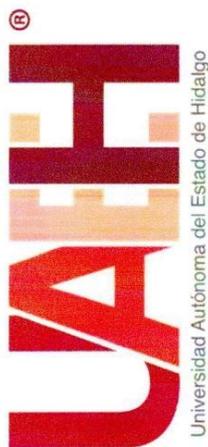
CONCLUSIONES

El monómero 6-quinolinalilcarbonato fue obtenido por una reacción nucleofílica acílica. Es un monómero sólido soluble en los monómeros dimetacrilatos BisGMA/TEGDMA, lo que lo hace apropiado para utilizarlo como aditivo fluorescente. Las resinas dentales elaboradas con 1% en peso del monómero 6-quinolinalilcarbonato presentan un aumento en sus propiedades mecánicas con respecto a la resina control correspondiente. La adición del monómero 6-AQC aumenta la velocidad de polimerización y la fluorescencia de los materiales compuestos.

REFERENCIAS

Chewla, K. K. (2012). Composite materials: science and engineering. Springer Science & Business Media, New York, EE.UU.
González-López, J. A., Pérez-Mondragón, A. A., Cuevas-Suárez, C. E., Trejo-Carbajal, N., & Herrera-González, A. M. (2020). Evaluation of dental composite resins formulated with monomers derived from catechol. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 104, 103615.
Herrera-González, A. M., Cuevas-Suárez, C. E., Calderón-Villalón, M., & Pérez-Mondragón, A. A. (2016). Photocrosslinkable bis(acylacrylates) and bisacrylic monomers used in the formulation of dental composite resins and in the crosslinking of methyl methacrylate. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(4), 42920. DOI: 10.1002/app.42920
Pérez-Mondragón, A. A., Cuevas-Suárez, C. E., Castillo, O. R. S., González-López, J. A., & Herrera-González, A. M. (2018). Evaluation of biocompatible monomers as substitutes for TEGDMA in resin-based dental composites. *Materials Science and Engineering: C*, 93, 80-87.
Pérez-Mondragón, A. A., Cuevas-Suárez, C. E., Trejo-Carbajal, N., Piva, E., Ferrández da Silva, A., & Herrera-González, A. M. (2020). Evaluation of monomers derived from catechol as ethens of bisphenol A glycidyl dimethacrylate for the formulation of dental composite resins. *Journal of Applied Polymer Science*, 137(16), 48576.
Valpino, C. A. M., Pereira, M. R. C., Silva, F. S. (2018). Fluorescence of natural teeth and restorative materials: methods for analysis and quantification: A literature review. *J Esthet Restor Dent*, 397-407. doi: 10.1111/jerd.12421. PMID: 3037571.
Wilson, M.D., Bunickson, R.F. (1987). Dental silicas composites. I. The chemistry of erosion. *J Dent Res*, 66(5):1075-85. doi: 10.1177/00220345870660051061. PMID: 3248973.

Anexo 2. Reconocimiento por la participación en el XVI encuentro de Investigaciones del ACCTyM.



La Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo a través del Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería otorga el presente

RECONOCIMIENTO

a,

Cerón López Ximena, Trejo Carbajal Nayely, Cuevas Suárez Carlos Enrique, Herrera González Ana María

Por el trabajo presentado en la modalidad de Poster con el título "Diseño y síntesis del monómero 6-quinolinilcarbonato y su efecto sobre las propiedades en la formulación de resinas dentales" el cual fue presentado en el "XVI Encuentro de Investigación del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales" mismo que se realizó del 27 al 29 de septiembre de 2023 con sede en el Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería.

Mineral de la Reforma, Hgo., a 9 de octubre de 2023

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"



Dr. Otilio A. Azevedo Sandoval
Director del ICBI

Dra. Ana María Herrera González
Coordinadora general del "XVI Encuentro de investigación del ACCTyM"

Dr. Félix Sánchez de Jesús
Jefe del ACCTyM

Número de control: ICBI-ACCTyM/2931/2023