



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

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

**Cumarinas como materiales fluorescentes en la formulación de resinas
dentales compuestas**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERA EN MATERIALES**

Presenta:

Andrea Lizbeth García Hernández

Directora:

Dra. Ana María Herrera González

Co-directora:

Dra. Nayely Trejo Carbajal

Mineral de la Reforma, Hgo, Septiembre, 2025



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo
Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería

School of Engineering and Basic Sciences

Mineral de la Reforma, Hgo., a 23 de septiembre de 2025

Número de control: ICBI-D/1698/2025

Asunto: Autorización de impresión.

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

Con 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 Andrea Lizbeth García Hernández, quien presenta el trabajo de titulación "Cumarinas como materiales fluorescentes en la formulación de resinas dentales compuestas", ha decidido, después de revisar fundamento en lo dispuesto en el Título Tercero, Capítulo I, Artículo 18 Fracción IV; dicho trabajo en la reunión de sinodales, autorizar la impresión del mismo, una vez realizadas las correcciones acordadas.

A continuación, firman de conformidad los integrantes del Jurado:

Presidente: Dr. Jesús García Serrano

Secretario: Dra. Nayely Trejo Carbajal

Vocal: Dra. Ana María Herrera González

Suplente: Dra. Mari Carmen Reyes Angeles

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

Afectuamente
"Amor, Orden y Progreso"

Mtro. Gabriel Verónica Rodríguez
Dirección 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 71 226 60 Ext. 40001
direccion_icbi@uaeh.edu.mx, veigara@uaeh.edu.mx

"Amor, Orden y Progreso"



2025



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 Dra. Ana María Herrera González y Dra. Nayely Trejo Carbajal.

Asistencia a evento académico

- XVI Encuentro de Investigaciones del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales. En la modalidad de poster. Cumarinas como materiales fluorescentes en la formulación de resinas dentales compuestas. Celebrado del 27 al 29 de septiembre del 2023 con sede en el Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería de la UAEH.

Agradecimientos

A mis padres Beatriz y Juan, por su amor y apoyo incondicional, gracias por creer en mí y por ser mi fuente de inspiración para superarme día con día. Su sacrificio y dedicación han sido mi mayor motor y mi guía en este camino. Me han enseñado a nunca rendirme y por eso les estaré eternamente agradecida, los amo con todo mi corazón.

A mis hermanos, Joshua, Paola y Juan, por su cariño y apoyo, gracias por acompañarme en cada paso de esta etapa.

A mis amigas y compañeras de carrera, Alejandra, Ximena y Anakaren, por los momentos compartidos, las risas y las lágrimas, gracias por hacer de esta etapa una experiencia inolvidable. Su amistad y apoyo han sido un regalo invaluable en mi vida.

A la Dra. Ana María Herrera González, por su valiosa dirección y mentoría, gracias por compartir su experiencia y sabiduría conmigo. Su influencia ha sido fundamental en mi formación académica y profesional.

A la Dra. Nayely Trejo Carbajal y la Dra. Mari Carmen Reyes Ángeles, por su apoyo y paciencia a lo largo de este trayecto.

A mis compañeros de laboratorio, Fernando, Esmeralda, y Ricardo, por su colaboración y amistad. Juntos hemos compartido momentos de descubrimiento y aprendizaje, su apoyo ha sido invaluable en este proceso.

CONTENIDO

Asistencia a evento académico.....	4
Agradecimientos.....	5
ÍNDICE DE FIGURAS.....	8
ÍNDICE DE TABLAS.....	9
SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS.....	10
INTRODUCCIÓN.....	12
CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO.....	14
1. Concepto de polímero.....	14
1.1.2 Clasificación de polímeros.....	14
1.2 Mecanismos de polimerización.....	17
1.2.1 Polimerización en cadena.....	17
Polimerización vía radicales libres.....	18
Reacción de iniciación.....	20
Reacción de Propagación.....	20
Reacción de terminación.....	20
Polimerización por pasos o etapas.....	21
Agente entrecruzante.....	21
1.3 Materiales compuestos.....	22
1.3.1 Clasificación de Materiales compuestos.....	22
1.4 Resinas dentales compuestas.....	23
1.4.1 Composición de las resinas dentales compuestas.....	24
1.4.2 Relleno inorgánico.....	24
1.4.3 Clasificación de las resinas por el tamaño de partícula del relleno.....	25
1.4.4 Matriz Orgánica.....	26
1.4.5 Agente de acoplamiento.....	27
1.4.6 Citotoxicidad en resinas dentales.....	27
1.4.7 Fluorescencia en resinas dentales.....	28
OBJETIVOS.....	30
Objetivo general.....	30
Objetivos específicos.....	30
JUSTIFICACIÓN.....	31
CAPÍTULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	32

2.1 Equipo	32
2.2 Disolventes y reactivos	33
2.3 Pruebas de solubilidad.....	35
2.4 Formulación de resinas experimentales.....	35
2.5 Elaboración de probetas para pruebas mecánicas.....	38
2.6 Cinética y Conversión de dobles enlaces.....	40
2.7 Valoración de la contracción por polimerización	41
2.8 Sorción acuosa	42
2.9 Análisis de citotoxicidad	44
2.10 Color y translucidez	44
2.11 Profundidad de Curado.....	45
2.12 Fluorescencia	45
CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	47
3.1 Pruebas de solubilidad.....	48
3.2 Resistencia flexural y módulo elástico.....	49
3.3 Evaluación de cinética de polimerización y conversión de dobles enlaces.....	50
3.4 Sorción acuosa y solubilidad.....	53
3.5 Citotoxicidad	53
3.6 Parámetro de translucidez.....	54
3.7 Profundidad de curado	55
3.8 Fluorescencia	56
Conclusión	58
REFERENCIAS.....	59
Apéndice.....	62

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Clasificación de los polímeros.....	15
Figura 2. Clasificación de los polímeros por su estructura.....	15
Figura 3. Clasificación de los polímeros por el número de monómeros.....	16
Figura 4. Síntesis de polímeros.....	17
Figura 5. Mecanismo de polimerización del estireno utilizando BPO como termoiniciador.....	19
Figura 6. Clasificación de materiales compuestos.....	22
Figura 7. Esquema de un material compuesto.....	24
Figura 8. Esquema de rellenos.....	25
Figura 9. Estructura de los monómeros BisGMA y TEGDMA.....	26
Figura 10. Estructura del silano.....	27
Figura 11. Ensayo de flexión de 3 puntos.....	39
Figura 12. Imagen de posicionamiento de la lampara UV, sobre la celda de equipo IR.....	41
Figura 13. Estructuras de cumarinas.....	47
Figura 14. Interacciones dipolo-dipolo entre la matriz orgánica, el relleno inorgánico y la matriz polimérica.....	50
Figura 15. Velocidad de polimerización de los materiales compuestos (Control 1)	52
Figura 16. Velocidad de polimerización de los materiales compuestos (Control 2).	52
Figura 17. Viabilidad celular (%) de las resinas experimentales.....	54
Figura 18. Fotografía del (a) Esmalte bobino, (b) Exp_ AC3C, (c) Exp_ A7MC4A, (d) Exp_ 7M4MC y (e) resina comercial.....	57

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Reactivos y algunas características.	34
Tabla 2. Concentraciones de los componentes de las resinas experimentales. ...	37
Tabla 3. Concentraciones de las resinas experimentales con su control	36
Tabla 4. Pruebas de solubilidad.	48
Tabla 5. Propiedades mecánicas de las resinas experimentales.	49
Tabla 6. Valores de Grado de Conversión.	51
Tabla 7. Valores de sorción acuosa y solubilidad.....	53
Tabla 8. Parámetros de citotoxicidad.	54
Tabla 9. Valores de parámetros de translucidez.	55
Tabla 10. Valores de profundidad de curado.....	56
Tabla 11. Valores de fluorescencia.	57

SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

%	Porcentaje
°C	Grados centígrados
6MC	6-metilcumarina
7E4MC	7-etoxi-4-metilcumarina
7M4MC	7-metoxi-4-metilcumarina
A7MC4A	Ácido-7-metoxicumarin-4-acético
ANOVA	Análisis de varianza
ATR	Reflectancia Totalmente Atenuada
BisGMA	Bisfenol-A-glicidil metacrilato
C3CA	Ácido cumarin-3-carboxílico
Cm³	Centímetros cúbicos
CQ	Canforquinona
DP	Grado de polimerización
EDAB	4-dimetil amino benzoato de etilo
F	Fuerza
FTIR	Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier
g	Gramos
GPa	Gigapascales
h	Hora
ISO	Organización Internacional de Normalización
IUPAC	Unión Internacional de Química Pura y Aplicada
kN	Kilonewton
LED	Diodo emisor de luz
MCC	Matriz compuesta cerámica
MCM	Matriz compuesta metálica
MCP	Matriz compuesta polimérica
mg	Miligramo
min	Minuto

mL	Mililitro
mm	Milímetros
mm³	Mililitro Cúbico
mmol	Milésima de mol
Mpa	Mega pascales
N	Newtons
nm	Nanómetros
°C	Grados Celsius
ORC	Odontología Restauradora y Conservadora
pH	Potencial de hidrógeno
PM	Peso Molecular
RMN-¹H	Resonancia magnética nuclear de protón
TEGDMA	Dimetacrilato de trietilenglicol
T_g	Temperatura de transición Vítrea
THF	Tetrahidrofurano
T_m	Temperatura de fusión
UDMA	Dimetacrilato Uretano
UV	Ultravioleta
Uv-Vis	Ultravioleta visible
W_{sl}	Solubilidad
W_{sp}	Sorción acuosa
µm	Micrómetro
ρ	Densidad

INTRODUCCIÓN

Aunque pueda resultar sorprendente, hay muy pocos antecedentes históricos de los materiales dentales, a pesar de que la práctica odontológica se remonta a épocas anteriores a la era cristiana. En civilizaciones antiguas como lo eran los fenicios y estruscos llegaron a utilizar bandas y alambre de oro para realizar prótesis dentales (Ralph W, 1976).

Uno de los primeros hallazgos odontológicos conocidos se encuentra en las culturas precolombinas de los incas y los mayas, entre los años 300 y 900 d.C. Estos pueblos realizaban incrustaciones de piedras preciosas en los incisivos superiores e inferiores, e incluso en los primeros molares. Los minerales utilizados incluían jadeíta, pirita, hematita, turquesa, cuarzo, serpentina, cinabrio, entre otros. Estas piedras se colocaban sobre dientes vivos, previamente perforados con un taladro de cuerda, creando una cavidad en la dentina para alojar la piedra con precisión. Se han encontrado restos de cementos a base de fosfato cálcico en estos hallazgos arqueológicos, aunque no se sabe si se utilizaban para sellar o como abrasivo para taladrar (Camps Alemany, 2004).

En Francia a principios de 1700 se utilizaron por primera vez materiales como el plomo, estaño y oro como materiales de obturación debido a que podían adaptarse al diente con relativa facilidad para reemplazar partes faltantes. Al mismo tiempo también se utilizaban mezclas de cera para sellar o metales con bajas temperaturas de fusión para fijar el marfil (Ferracane , 2001).

Para el año de 1728, se dice que la odontología comenzó, cuando Pierre Fairchild, considerado como el padre de la odontología publicó un tratado en el que describe muchos tipos de restauraciones artificiales elaboradas a partir de marfil. Posteriormente en el año de 1756, Phillip Pfaff describe lo que es el primer articulador de yeso (Ralph W, 1976).

En 1871, a la hora de realizar obturaciones en superficies vestibulares (principalmente en incisivos) se empleaban los silicatos, pero en 1947 fueron sustituidos por resinas acrílicas que contaban con mejores propiedades estéticas (Loarte-Merino , Perea-Corimaya, Portilla-Miranda, & Juela-Moscoso, 2019).

En 1962 el Doctor Ray. L. Bowen sintetizó el monómero Bis-GMA, tratando de mejorar las propiedades físicas de las resinas (Bowen, 1963). Desde ese entonces, las resinas compuestas han sido testigo de numerosos avances y su futuro es aún más prometedor, ya que se están investigando prototipos que superarían sus principales deficiencias, sobre todo para resolver la contracción de polimerización y el estrés asociado a esta (Rodríguez , Douglas , & Pereiras , 2008).

Para el año de 1970 aparecieron las resinas compuestas fotopolimerizables, en las que se utilizaba una fuente de luz visible para poder endurecer el material (Loarte-Merino , Perea-Corimaya, Portilla-Miranda, & Juela-Moscoso, 2019).

En la actualidad, debido a la creciente demanda estética y funcional por parte de los pacientes que acuden a los servicios odontológicos, las resinas compuestas o composites se han convertido en uno de los materiales dentales más utilizados para restauraciones directas. Estas resinas son estéticamente aceptables, poseen la plasticidad necesaria para su manipulación en la técnica de restauración directa y tienen la capacidad de adherirse al diente mediante procedimientos adhesivos específicos, preservando así la estructura dental sana sin la necesidad de extenderse hacia un diseño cavitario retentivo. Esto ha impulsado el avance hacia la odontología mínimamente invasiva (Rodríguez, Christiani, Álvarez, & Zamudio, 2018).

CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO

1. Concepto de polímero

De acuerdo con la IUPAC, un polímero es una molécula de relativo alto peso molecular, cuya estructura está constituida esencialmente por la repetición múltiple de unidades monoméricas, entendiendo como “relativo alto peso molecular” que al retirar o adicionar una o varias unidades monoméricas, las propiedades del polímero no cambian significativamente (IUPAC, 2012).

Un polímero es una molécula construida por la repetición de pequeñas unidades químicas simples. En algunos casos dicha repetición es lineal de forma semejante a una cadena formada por eslabones. En otro caso las cadenas son ramificadas o interconectadas formando redes tridimensionales.

La unidad constitucional repetitiva del polímero es usualmente equivalente o casi equivalente al monómero de partida del que se obtiene el polímero. La longitud de la cadena del polímero viene especificada por el número de unidades que se repiten en la cadena, a esto se le llama “grado de polimerización”. El peso molecular del polímero es el producto del peso molecular de la unidad constitucional repetitiva por el grado de polimerización (Phillips, 1996).

1.1.2 Clasificación de polímeros

Existen varias formas de clasificar los polímeros, en la Figura 1 se muestran algunas clasificaciones. Una de ellas es por su estructura, que lo divide en lineales, ramificados o entrecruzados. Otra forma de clasificación se basa en el número de monómeros que forman su estructura, dividiéndolos en homopolímeros (constituidos de un solo tipo de monómero) y copolímeros (constituidos de dos o más tipos de monómeros). Por último, también se pueden clasificar por su comportamiento mecánico y térmico, en termoplásticos y termoestables respectivamente.

La primera clasificación es por su estructura molecular como se muestra en la Figura 1. Los polímeros lineales están formados de cadenas moleculares en forma lineal, es decir que están formado de una sola cadena principal, aunque no necesariamente tienen forma de línea recta (Askeland, 2016).

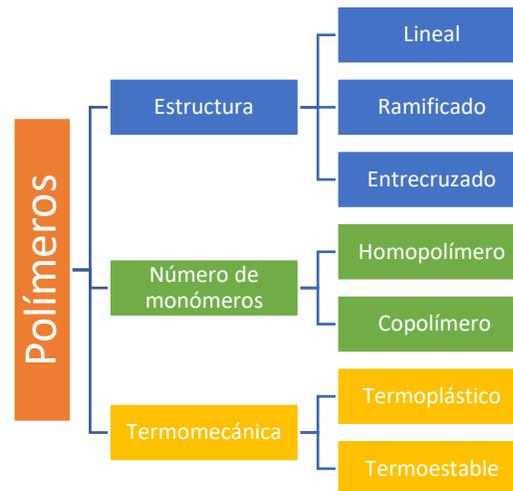


Figura 1. Clasificación de los polímeros.

Por otro lado, los polímeros ramificados tienen cadenas principales y cadenas secundarias más pequeñas que nacen de las cadenas principales (Askeland, 2016).

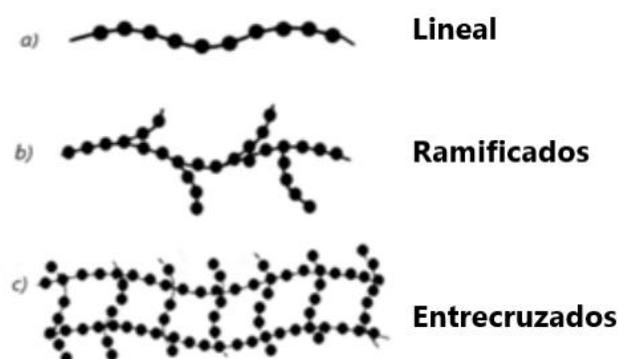


Figura 2. Clasificación de los polímeros por su estructura.

Por último, entrecruzados implican la formación de una red tridimensional formada por la unión con enlaces covalentes o iónicos de las diferentes cadenas

poliméricas de igual o diferente naturaleza. La obtención de redes poliméricas puede llevarse a cabo con la reacción de polimerización de monómeros con tres o más funcionalidades que se unan con otro monómero de tres o más funcionalidades que se unan con otros monómeros para formar una sola molécula de gran tamaño (Gomis Marcilla & Beltrán Rico , 2012)

La siguiente clasificación es de acuerdo con el número de monómeros presentes en un polímero, Figura 3. Si en la estructura molecular de un polímero se identifican unidades de repetición de un solo monómero que presentan una misma naturaleza química, se le denomina homopolímero. Esto implica que su secuencia de monómeros es uniforme y repetitiva, ya que las unidades que lo integran son idénticas y se relacionan entre sí de la misma manera. Sin embargo, también existen los copolímeros que se forman a partir de la combinación de dos o más tipos de monómeros, lo que les confiere propiedades y características especiales, tales como mayor resistencia, tenacidad y estabilidad térmica (Kalpakjian & Schmid, 2008)

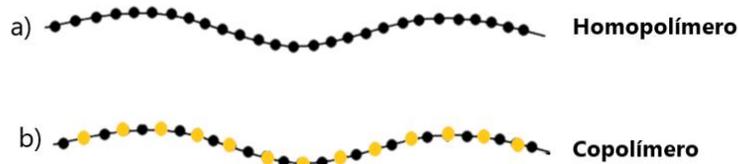


Figura 3. Clasificación de los polímeros por el número de monómeros.

La última clasificación corresponde a su comportamiento mecánico y térmico. Los polímeros termoplásticos están formados de cadenas lineales o ramificadas largas, estos polímeros se comportan de manera plástica y dúctil. Algunas de las características de estos polímeros es que pueden ser amorfos, cristalinos o semicristalinos, además que al aplicarles altas temperaturas se ablandan y se funden, también pueden ser reciclados fácilmente (Askeland & Wright, 2016).

Por otro lado, los polímeros termoestables, están constituidos por cadenas largas entrecruzadas de moléculas fuertemente unidas por enlaces cruzados y entrelazados para formar redes tridimensionales (Askeland, 2016). Tienden a ser

resinas de mucha rigidez, y someterlos a temperaturas elevadas promueven la descomposición química del polímero además a temperatura ambiente, son duros y frágiles (Besednjak, 2005).

En resumen, los termoplásticos son moléculas bidimensionales que se ablanda con el calor y vuelven a su estado original al enfriarse, mientras que los termoestables son polímeros de red tridimensional que no pueden moldearse por calentamiento (Seymou & Carraher, 1995)

1.2 Mecanismos de polimerización

Los mecanismos de polimerización son divididos en dos grupos, conocidos como polimerización en cadena y polimerización por etapas (Figura 4).

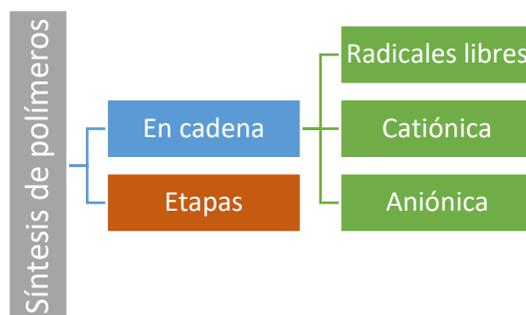


Figura 4. Síntesis de polímeros

1.2.1 Polimerización en cadena

En una polimerización en cadena, es esencial que los compuestos de partida (monómeros) sean moléculas que contengan al menos un doble enlace carbono-carbono (C=C) capaz de romperse de forma homolítica o heterolítica, generando centros reactivos de tipo: radical libre, catión o anión según sea el caso, permitiendo la unión sucesiva de monómeros y de esta forma favorecer la reacción en cadena. Este tipo de polimerización puede llevarse a cabo de dos formas distintas: vía radicales libres o iónicamente, la cual a su vez puede ser catiónica o aniónica.

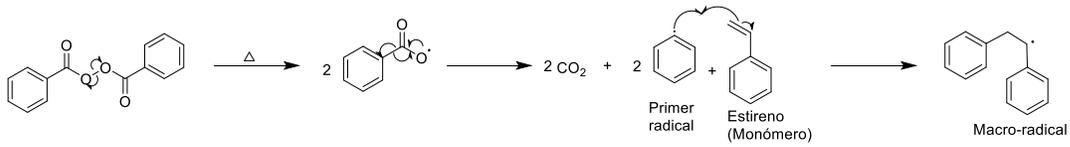
Polimerización vía radicales libres

La polimerización por radicales libres es una reacción rápida que consta de tres pasos: iniciación, propagación y terminación. Sin embargo, en el mecanismo de reacción se ve involucrada una etapa previa a la iniciación, en la cual a partir de un iniciador se obtienen los primeros radicales. Los primeros radicales libres pueden obtenerse por distintos tipos de fuentes de energía, entre los cuales se encuentra la descomposición térmica de peróxidos orgánicos o hidroperóxidos, compuestos azo o diazo, la descomposición fotoquímica de fotoiniciadores como la canforquinona, reacciones de oxidación reducción o una iniciación electroquímica, en todos estos métodos lo que sucede es una ruptura heterolítica u homolítica de enlaces covalentes.

Comúnmente se utiliza la descomposición térmica, por ejemplo, en la Figura 5 se muestra la formación de radicales libres con peróxido de benzoilo (BPO) por la ruptura homolítica del enlace O-O. Los radicales libres obtenidos de un iniciador son conocidos como primeros radical. La estabilidad de los radicales puede variar ampliamente según su reactividad, teniendo como radicales mayormente estables a radicales terciarios y menos estables a los primarios.

Esta estabilidad se ve reflejada en su tiempo de vida media, el cual es un parámetro para tomar en cuenta cuando se buscan las condiciones de reacción para el proceso de polimerización. A continuación, en la Figura 5, se describen las tres etapas de la polimerización vía radicales libres.

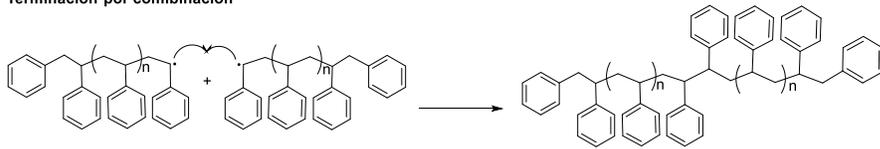
Iniciación



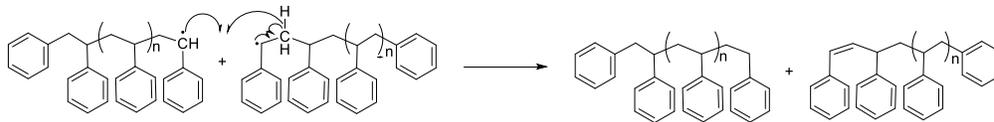
Propagación



Terminación por combinación



Terminación por dismutación



Terminación por transferencia de cadena

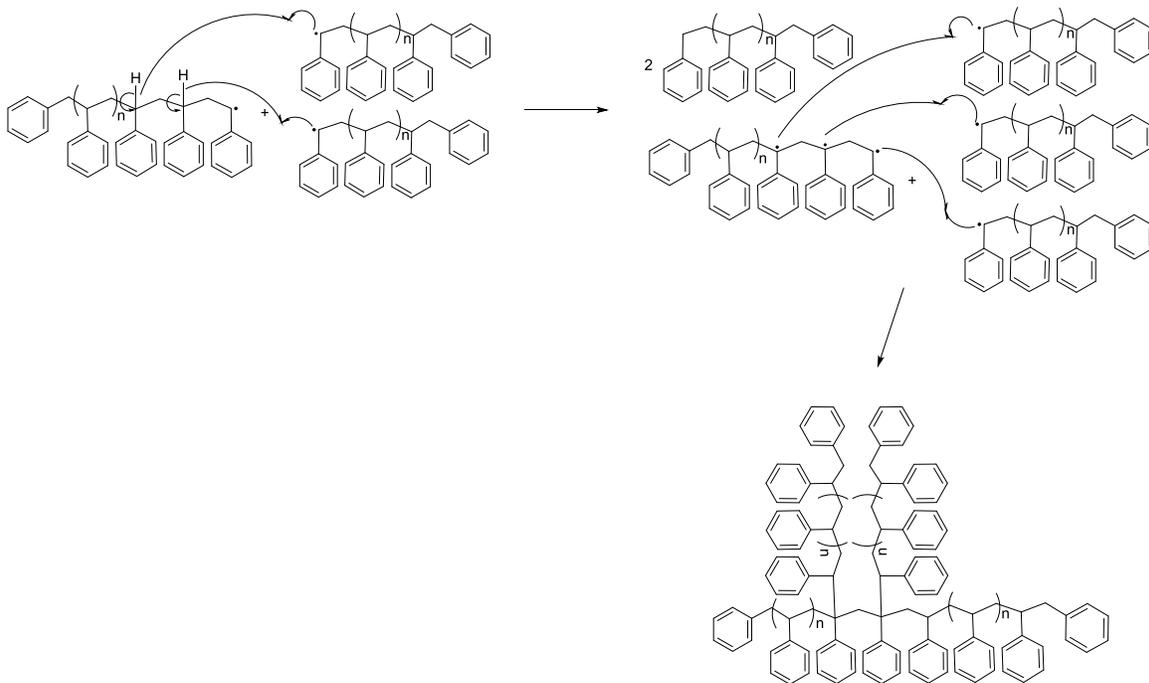


Figura 5. Mecanismo de polimerización del estireno utilizando BPO como terminiciador.

Reacción de iniciación

Cuando el radical, reacciona con el doble enlace C=C de un monómero, el sitio reactivo (radical) se trasfiere a un átomo de carbono del monómero donde se llevó a cabo la ruptura homolítica, formando una nueva especie química reactiva; a esta nueva especie formada por la primera molécula de monómero y el primer radical se le conoce como macroradical, la cual es una especie muy reactiva capaz de generar una reacción en cadena con más moléculas del monómero.

Reacción de Propagación

Esta etapa se caracteriza por la adición sucesiva de n moléculas de monómero al macro-radical. Este paso de reacción se repite muchas veces dando como resultado la formación de una “cadena polimérica”, la cual se conoce como cadena polimérica en crecimiento.

Reacción de terminación

La etapa de propagación podría continuar hasta agotar la concentración de monómeros, si no fuera por la tendencia de los radicales a reaccionar en pares formando enlaces covalentes con pérdida de la reactividad. La etapa de terminación puede llevarse a cabo de tres formas, siendo dos las más comunes:

- a) *Combinación o acoplamiento*. En este proceso se unen dos cadenas en crecimiento poniendo fin a la reacción de polimerización.
- b) *Dismutación*. En este proceso un átomo de hidrógeno del penúltimo carbono del extremo reactivo de la cadena en crecimiento es transferido al radical libre del extremo de otra cadena en crecimiento, dando como resultado la formación de dos moléculas, una con un grupo terminal insaturado y otra con un grupo saturado.
- c) *Transferencia de cadena*. Aunque mucho menos común que las anteriores, en este proceso uno o más átomos de hidrógeno, excepto el del penúltimo carbono del extremo reactivo de la cadena en crecimiento, es transferido a otra cadena en crecimiento, dando como resultado una o más cadenas

poliméricas terminadas y una cadena polimérica en crecimiento con más de un radical libre. Estas cadenas con más de un radical libre son capaces de continuar la reacción en cadena en varios sitios reactivos generando la formación de polímeros ramificados.

Polimerización por pasos o etapas.

En una reacción de polimerización por etapas reaccionan dos moléculas que, dependiendo de los grupos funcionales que contengan generalmente, condensan pequeñas moléculas de agua, ácido o alcohol. Para que una polimerización por pasos forme polímeros de elevado peso molecular las reacciones deben tener lugar repetidamente y además el tiempo debe ser muy largo. En consecuencia, los monómeros utilizados en una polimerización por etapas tienen dos o más grupos funcionales que puedan llevar a cabo la reacción necesaria para formar la cadena del polímero. Por lo general, en los polímeros por etapas el monómero se consume rápidamente desde el inicio de la reacción, pero el peso molecular va aumentando lentamente (Burton & Routh, 1977).

Los polímeros obtenidos por etapas son aquellos en los que la unidad constitucional repetitiva de la cadena de polímero carece de algunos átomos presentes en el monómero del que está formado. Por ejemplo: un poliéster se forma por reacciones típicas de condensación entre monómeros bifuncionales con la eliminación de agua (Billmeyer, 1975).

Agente entrecruzante

Un agente entrecruzante es una especie química que posee dos o más funcionalidades en su estructura. Cada una de estas funcionalidades puede formar enlaces en dos o más segmentos de la misma cadena o de diferentes cadenas poliméricas. Es decir, un agente entrecruzante tiene la capacidad de formar redes poliméricas utilizando prepolímeros o polímeros como materiales base. También es posible obtener redes poliméricas mediante la reacción de monómeros con dos o más funcionalidades, los cuales también pueden actuar como agentes entrecruzantes.

En términos generales, la función de un agente entrecruzante es unir covalentemente las cadenas del polímero, formando redes tridimensionales fuertemente unidas entre sí. Este proceso confiere al polímero mayor resistencia térmica y mayor resistencia mecánica, entre otras propiedades. La elección cuidadosa del agente entrecruzante es esencial para lograr las propiedades deseadas en el material polimérico final (Pérez Mondragon, 2025).

1.3 Materiales compuestos

El término material compuesto se refiere a una combinación tridimensional de por lo menos dos materiales químicamente diferentes con una interfase definida. Bien realizada, esta combinación de materiales proporciona propiedades que no se podrían obtener con ninguno de los componentes individuales (Billmeyer, 1975).

Se encuentran dos fases: una continua, constituida por la *matriz*, y otra fase discontinua, llamada *refuerzo*. Los componentes de un material compuesto no se disuelven ni se fusionan completamente uno con otro. La identificación de los materiales y la de su interfase debe ser posible distinguirse (Besednjak, 2005).

1.3.1 Clasificación de Materiales compuestos

La clasificación más importante de los materiales compuestos es la que se refiere a su matriz y de la cual se pueden identificar tres grupos como se muestra en la Figura 6.

Los materiales compuestos de matriz metálica (MCM), tienen una matriz de un metal dúctil. Estos materiales se pueden utilizar a temperaturas más altas que sus

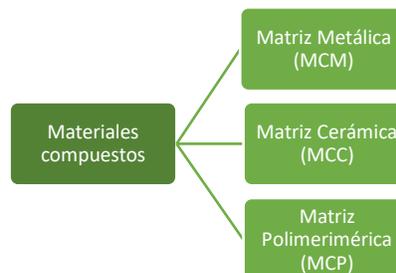


Figura 6. Clasificación de materiales compuestos.

precursores; además, el refuerzo puede mejorar la rigidez específica, la resistencia específica a la abrasión, la resistencia a la fluencia, la conductividad térmica y la estabilidad dimensional. Algunas de las ventajas de estos materiales sobre los materiales compuestos de matriz polimérica son temperaturas más altas de operación, inflamabilidad y una mayor resistencia a la degradación por fluidos orgánicos (Callister & Rethwisch, 2019).

Los materiales compuestos de matriz cerámica (MCC) presentan una enorme complejidad, tanto en su comportamiento como en su producción industrial. El objetivo es disponer de un material cerámico con la inherente resistencia térmica de los cerámicos, pero con un valor de tenacidad que permita utilizarlas en aplicaciones estructurales (Callister & Rethwisch, 2019).

Los materiales compuestos de matriz polimérica (MCP) constan de una matriz de resina polimérica, con fibras o partículas como medio de refuerzo. Estos materiales se usan en una gran diversidad de aplicaciones de materiales compuestos, así como en cantidades más grandes, en vista de sus propiedades a temperatura ambiente, su facilidad de fabricación y su costo (Callister & Rethwisch, 2019).

1.4 Resinas dentales compuestas

Las resinas dentales compuestas, conocidas como composites, son materiales sintéticos formados por diferentes materiales. Estos materiales son combinaciones tridimensionales de al menos dos elementos químicos distintos, que crean una interfaz única y les otorgan propiedades superiores a las de sus componentes individuales.

Es posible modificar la formulación de las resinas compuestas para obtener diferentes características, como color, translucidez y opacidad, con el objetivo de imitar el color de los dientes naturales. Por esta razón, son consideradas el material más estético para realizar restauraciones directas. En un principio, las resinas compuestas solo se utilizaban en el sector anterior de los dientes por motivos estéticos. Sin embargo, gracias a los avances en los materiales, también se

comenzaron a usar en el sector posterior. Estos avances han permitido mejorar propiedades como la resistencia al desgaste, la manipulación y la estética de las resinas compuestas (Cuevas Suárez, 2010), (Rodríguez G & Pereira S, 2008).

1.4.1 Composición de las resinas dentales compuestas

Las resinas compuestas están formadas por tres componentes químicos distintos: una matriz orgánica o polimérica, un relleno inorgánico o fase dispersa, y un agente de unión que las une entre sí, Figura 7.

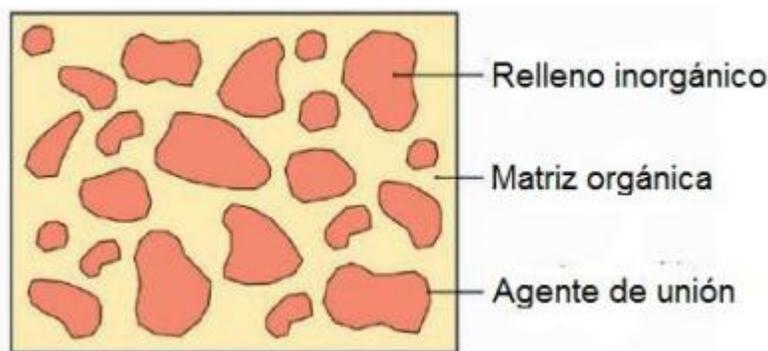


Figura 7. Esquema de un material compuesto.

1.4.2 Relleno inorgánico

Acorde a la norma ASTM-D-883 de la American Society for Testing and Materials, un relleno es un material relativamente inerte que se incorpora a la matriz orgánica para modificar su resistencia mecánica, estabilidad, propiedades de uso, y otras características o para reducir su precio (Gonalves, Azevedo, Ferracane, & Braga , 2011), (Seymour & Carraher, 1995).

El relleno consiste en partículas de vidrio, cuarzo, dióxido de silicio, silicatos de boro, silicatos de litio, aluminio, bario entre otros. Es de suma importancia la elección del relleno, ya que este decide en gran medida las propiedades mecánicas del material de restauración. Reduce el coeficiente de expansión térmica, la

contracción general de curado proporciona radiopacidad, mejora el manejo y los resultados estéticos (Trejo Valdez, 2021).

1.4.3 Clasificación de las resinas por el tamaño de partícula del relleno

Otra de las clasificaciones de las resinas compuestas es basado en el tamaño y distribución de las partículas de relleno, propuesta por Lutz y Phillips: estas son macro-relleno, micro-relleno e híbridas (Figura 8).

- Resina de macro-relleno: El tamaño de sus partículas es de 0.1 a 100 μm .
- Resinas de micro-relleno: El tamaño de sus partículas es de 0.04 μm .
- Compuestos híbridos: El tamaño de sus partículas es diferente, combina micro y macro-relleno en diferentes proporciones (Lutz & Phillips , 1983).

Estas partículas son incorporadas a la fase orgánica para mejorar las propiedades físico-mecánicas de la matriz orgánica.

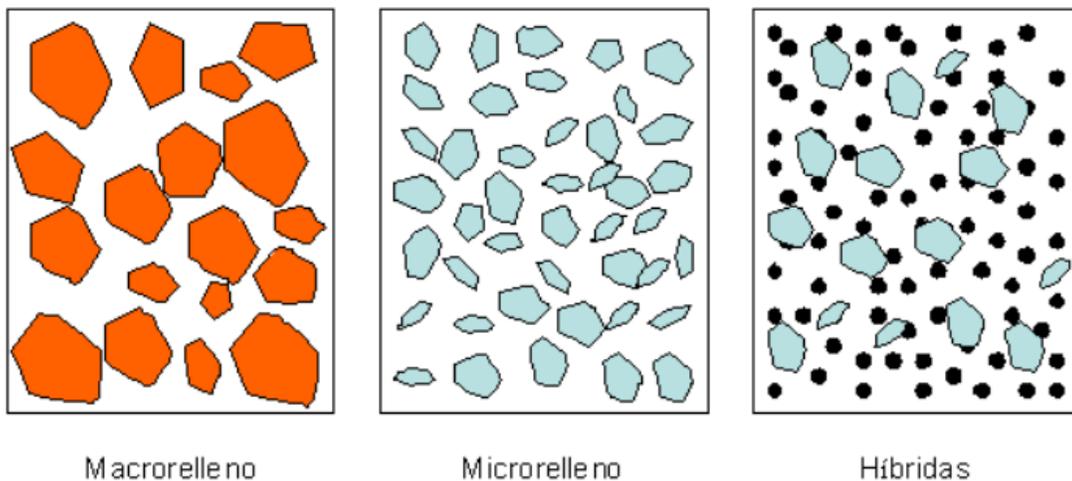


Figura 8. Esquema de rellenos.

1.4.4 Matriz Orgánica

La matriz orgánica de la mayor parte de las resinas compuestas es a base de los monómeros bisfenol-A-glicidil metacrilato (Bis-GMA) y trietilenglicol dimetacrilato (TEGDMA) Figura 9.

La polimerización de los dos dimetacrilatos puede activarse mediante la luz ultravioleta o luz visible. Los materiales activados con luz ultravioleta o visible contienen un fotoiniciador que inicia la fotopolimerización y permite que esta se lleve a cabo en un intervalo de tiempo de 30 a 60 segundos cuando hay una fuente de luz (Craig, O'Brien, & Powers, 1940).

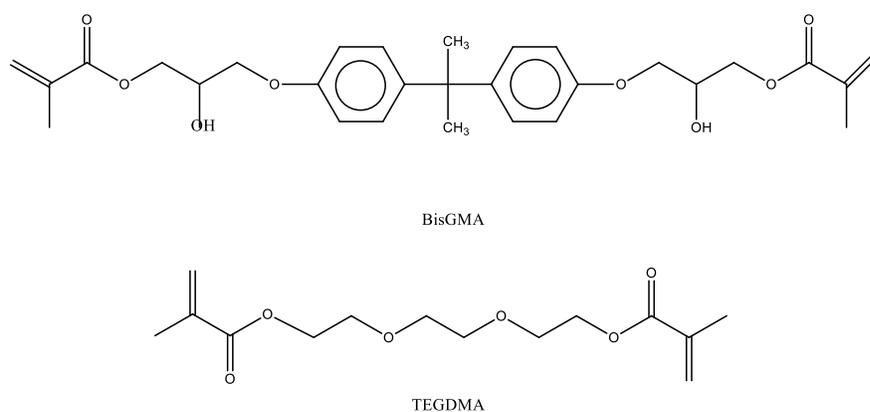


Figura 9. Estructura de los monómeros BisGMA y TEGDMA.

El BisGMA es uno de los monómeros base más utilizados en la fabricación de resinas dentales. Sin embargo, cuenta con una alta viscosidad lo que complica su manipulación, para ello es necesario añadir un monómero con bajo peso molecular como lo es el TEGDMA, este es un monómero que funciona principalmente como comonómero diluyente para permitir la incorporación del relleno inorgánico debido a que logra disminuir la viscosidad del monómero BisGMA (Gonalves, Azevedo, Ferracane, & Braga, 2011).

Para que se pueda iniciar una reacción de fotopolimerización es importante contar con un fotoiniciador y con una fuente de energía. Para las resinas

fotopolimerizables el iniciador es una alfa dicetona (Canforquinona) (Loarte Merino , Perea Corimaya, Portilla Miranda, & Juella Moscoso, 2019) y como coiniciador se utiliza el N,N'-4-dimetilamino benzoato de etilo (EDAB).

1.4.5 Agente de acoplamiento

Durante el desarrollo inicial de las resinas compuestas, Bowen demostró que las propiedades óptimas del material dependían de la formación de una unión fuerte entre el relleno inorgánico y la matriz orgánica. La unión de estas dos fases se logra haciendo reaccionar el relleno con un agente de acoplamiento que tiene características tanto del relleno como de la matriz orgánica. El agente responsable de esta unión es una molécula bifuncional que tiene grupos silano (Si-OH) en un extremo y un doble enlace (C=C) en el otro, nombrado metacrilato de 3-(trimetoxisililpropano). Debido a que la mayoría de las resinas compuestas disponibles comercialmente tienen relleno basado en sílice, el agente de acoplamiento más utilizado es el silano, Figura 10 (Rodriguez , Douglas , & Pereiras , Evolución y tendencias actuales en resinas compuestas, 2008)

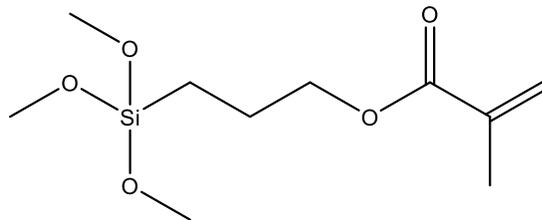


Figura 10. Estructura del metacrilato de 3-(trimetoxisililpropano).

1.4.6 Citotoxicidad en resinas dentales

La evolución en el campo de la odontología se atribuye en parte a los riesgos para la salud asociada con el uso de amalgamas de mercurio y plata, respaldado por estudios que alertaban sobre la posible intoxicación por mercurio. En su lugar, se utilizan las resinas compuestas, que no solo ofrecen una apariencia estética deseada, sino también se consideran biocompatibles y seguras.

Este cambio en el material utilizado en las obturaciones dentales ha sido ampliamente aceptado a nivel mundial, y todavía sigue siendo una tendencia en la actualidad. La posibilidad de ofrecer seguridad biológica y belleza estética ha sido un factor determinante en la popularidad de las resinas compuestas. Con el avance de la tecnología, estas resinas cada vez mejoran más, lo que aumenta su demanda y prestigio en la odontología (Galvis García & Flores Pajaro, 2017)

1.4.7 Fluorescencia en resinas dentales

La fluorescencia de los materiales restauradores junto con sus parámetros de color convencionales juega un papel importante en las propiedades ópticas de una restauración ideal. Las resinas compuestas disponibles comercialmente pueden igualar el color de un diente natural cuando se observa a la luz del día, pero pueden no igualarlo cuando la fuente de luz cambia.

Los componentes básicos de las resinas compuestas no emiten fluorescencia y para mejorar su estética, se han incluido en las cargas de vidrio óxidos de tierras raras como europio, cerio e iterbio, que son materiales fluorescentes bien conocidos, como aditivos fluorescentes. Hasta donde sabemos, la fluorescencia en los composites dentales todavía se obtiene mediante la adición de componentes inorgánicos al material; dichos materiales son opacos y podrían disminuir el paso de la luz de fotoactivación a través del material, reduciendo así la profundidad de polimerización. Teniendo esto en cuenta, es necesario explorar nuevos enfoques para conferir fluorescencia a un composite dental. La fluorescencia es un fenómeno que ocurre cuando una sustancia absorbe radiación electromagnética y luego emite luz.

Los dientes humanos son naturalmente fluorescentes debido a la presencia de material orgánico en los tejidos dentales. La fluorescencia es importante para lograr una apariencia natural y estética en las restauraciones dentales. Sin embargo, la fluorescencia de los dientes naturales y los materiales de restauración todavía no se comprende completamente. Se han desarrollado nuevos materiales restauradores estéticos de resinas compuestas que emiten fluorescencia, pero

todavía se deben explorar nuevos enfoques para conferir fluorescencia a los compuestos dentales. En este sentido, se ha propuesto el uso de productos naturales fluorescentes como las cumarinas, que se encuentran en la naturaleza y tienen propiedades ópticas y biológicas interesantes.

En este trabajo, se propone la formulación de materiales compuestos de uso odontológico a base de cumarinas sintéticas. La evaluación del efecto de su incorporación en las propiedades mecánicas y ópticas de los materiales compuestos es de gran interés para lograr restauraciones estéticas y naturales.

OBJETIVOS

Objetivo general

Evaluar las propiedades mecánicas y ópticas de nuevas resinas experimentales formuladas con las cumarinas: 6-metilcumarina, 7-etoxi-4-metilcumarina, 7-metoxi-4-metilcumarina, ácido 7-metoxicumarin-4-metilacético y ácido cumarin-3-acético para su posible aplicación en resinas dentales compuestas.

Objetivos específicos

1. Diseñar la formulación de nuevas resinas experimentales variando la concentración de la matriz orgánica, el sistema fotoiniciador y la concentración de las cumarinas.
2. Evaluar las propiedades mecánicas: resistencia a la flexión y el módulo de flexión de las resinas experimentales utilizando las cumarinas como agentes de acoplamiento.
3. Evaluar su desempeño como material restaurativo dental, mediante pruebas de citotoxicidad, fluorescencia, sorción acuosa y solubilidad en agua.

JUSTIFICACIÓN

La investigación sobre la fluorescencia en materiales dentales ha sido un área de gran interés en la odontología en las últimas décadas. La capacidad de los materiales dentales para emitir fluorescencia ha sido reconocida como un factor clave para lograr restauraciones dentales estéticamente agradables y naturales. Como resultado, se han desarrollado nuevos materiales restauradores estéticos de resinas compuestas que incorporan propiedades fluorescentes, lo que ha mejorado significativamente la calidad y la apariencia de las restauraciones dentales.

Sin embargo, a pesar de los avances logrados, la fluorescencia en materiales dentales compuestos todavía se logra principalmente mediante la adición de componentes inorgánicos opacos, como pigmentos fluorescentes. Aunque estos componentes pueden proporcionar la fluorescencia deseada, también pueden tener efectos negativos en la calidad del material, como la reducción de la profundidad de curado debido a la disminución del paso de la luz de fotoactivación a través del composite. Esto puede comprometer la durabilidad y la estabilidad a largo plazo de la restauración dental. En este contexto, surge la necesidad de explorar nuevos enfoques para conferir fluorescencia en compuestos dentales que no dependan de la adición de componentes inorgánicos opacos. La investigación sobre materiales compuestos a base de cumarinas, con la propiedad de fluorescencia, ha sido un campo escasamente explorado.

Es de interés para este trabajo formular y evaluar materiales compuestos de uso odontológico usando como aditivo las cumarinas: 6-metilcumarina, 7-etoxi-4-metilcumarina, 7-metoxi-4-metilcumarina, ácido 7-metoxicumarina-4-acético, y ácido cumarina-3-acético con el objetivo de determinar su efecto en las propiedades mecánicas y ópticas de estos materiales.

CAPÍTULO II. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 Equipo

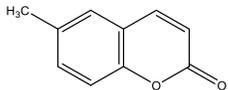
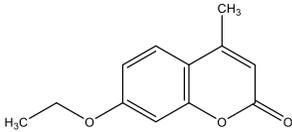
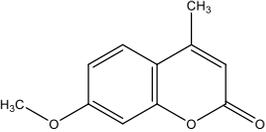
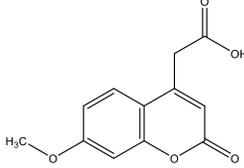
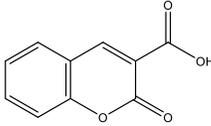
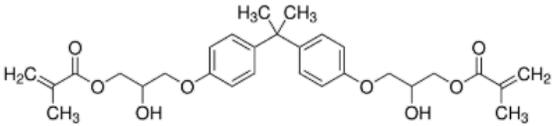
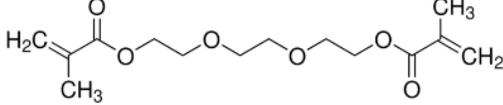
- Los espectros de FTIR fueron obtenidos en un espectrómetro Infrarrojo Perkin-Elmer modelo Frontier. Las muestras fueron analizadas con un accesorio de reflectancia totalmente atenuada (ATR) con una resolución espectral de 4 cm^{-1} .
- Las dimensiones de las probetas fueron medidas utilizando un calibrador digital Mitutoyo (Mod. CD-6C Mitutoyo corp. Japan)
- La translucidez y el color de las probetas se determina con un lector de color de la marca KONICA MINOLTA modelo CR-20.
- El ensayo de flexión de 3 puntos fue realizado en una máquina de pruebas universales Instron modelo 1100 Mas US.
- La fotopolimerización de las resinas se realizó con un dispositivo de fotopolimerización Bluephase Ivoclar-Vivadent con luz visible LED.

2.2 Disolventes y reactivos

En este trabajo, se utilizaron los siguientes disolventes: diclorometano, acetona, ciclohexano, etanol, cloroformo, hexano y tetracloruro de carbono. Todos ellos fueron destilados y secados.

Los reactivos utilizados se presentan en la siguiente tabla, al igual que algunas de sus características principales.

Tabla 1. Reactivos y algunas características.

Nombre y Estructura	Características
<p data-bbox="418 310 743 352">6-metilcumarina (6MC)</p> 	<p data-bbox="954 310 1166 352">Marca: Aldrich</p> <p data-bbox="954 367 1377 409">Peso molecular: 160.17 g/mol</p>
<p data-bbox="344 499 824 541">7-etoxy-4-metilcumarina (7E4MC)</p> 	<p data-bbox="954 499 1166 541">Marca: Aldrich</p> <p data-bbox="954 556 1377 598">Peso molecular: 204.22 g/mol</p>
<p data-bbox="328 709 841 751">7-metoxi-4-metilcumarina (7M4MC)</p> 	<p data-bbox="954 709 1166 751">Marca: Aldrich</p> <p data-bbox="954 766 1360 808">Peso molecular: 190.2 g/mol</p>
<p data-bbox="311 919 857 1012">Ácido 7-metoxicumarin-4-metilacético (A7MC4A)</p> 	<p data-bbox="954 919 1166 961">Marca: Aldrich</p> <p data-bbox="954 976 1377 1018">Peso molecular: 234.20 g/mol</p>
<p data-bbox="354 1213 815 1255">Ácido cumarin-3-ácetico (AC3C)</p> 	<p data-bbox="954 1213 1166 1255">Marca: Aldrich</p> <p data-bbox="954 1270 1367 1312">Peso molecular: 190.15 g/mol</p>
<p data-bbox="522 1423 646 1465">BisGMA</p> 	<p data-bbox="954 1423 1166 1465">Marca: Aldrich</p> <p data-bbox="954 1480 1377 1522">Peso molecular: 512,59 g/mol</p>
<p data-bbox="516 1621 652 1663">TEGDMA</p> 	<p data-bbox="954 1621 1166 1663">Marca: Aldrich</p> <p data-bbox="954 1680 1377 1722">Peso molecular: 286.32 g/mol</p>

2.3 Pruebas de solubilidad

Se realizaron pruebas de solubilidad a temperatura ambiente de las cumarinas en disolventes polares y no polares, los cuales fueron: cloroformo, etanol, acetona, hexano, tetracloruro de carbono, diclorometano, ciclohexano y la mezcla BisGMA/TEGDMA 70/30.

2.4 Formulación de resinas experimentales.

Para la formulación de resinas experimentales, se llevaron a cabo diversas pruebas de copolimerización utilizando dos proporciones de BisGMA/TEGDMA. Además, también se varió la concentración del sistema fotoiniciador. La Tabla 2 muestra todas las resinas experimentales formuladas.

Se formuló 1 g para cada resina compuesta con las cumarinas 6-metilcumarina (6MC), 7-etoxi-4-metilcumarina (7E4MC), 7-metoxi-4-metilcumarina (7M4MC), ácido 7-metoxicumarin-4-metilacético (A7MC4A) y ácido cumarin-3-acético (AC3C). El relleno inorgánico utilizado fue SiO₂ sin silanizar, con un tamaño micrométrico de 0.2-0.3 μm.

Tabla 2. Concentraciones de las resinas experimentales y las resinas control.

<i>Material compuesto</i>	Matriz Orgánica 30%				Relleno 70%	Cumarina (%)
	BisGMA %wt	TEGDMA %wt	CQ %wt	EDAB %wt	SiO ₂ %wt	
Control 1	70	30	0.5	1	100	--
Exp_7E4MC	70	30	0.5	1	95	5
Exp_6MC	70	30	0.5	1	99	1
Exp_7M4MC	70	30	0.5	1	95	5
Exp_AC3C	70	30	0.5	1	99	1
Exp_A7MC4A	70	30	0.5	1	95	5
Control 2	70	30	0.8	1.6	100	--
Exp_7E4MC	70	30	0.8	1.6	95	5
Exp_6MC	70	30	0.8	1.6	99	1
Exp_7M4MC	70	30	0.8	1.6	95	5
Exp_AC3C	70	30	0.8	1.6	99	1
Exp_A7MC4A	70	30	0.8	1.6	95	5

Después de analizar los resultados de propiedades mecánicas de las resinas se seleccionaron las cinco resinas experimentales con las mejores propiedades mecánicas, Tabla 2.

Tabla 3. Concentraciones de los componentes de las resinas experimentales y controles seleccionadas.

<i>Material compuesto</i>	Matriz Orgánica 30%				Relleno 70%	
	BisGMA %	TEGDMA %	CQ %	EDAB %	SiO ₂ %	Cumarinas %
Control 1	70	30	0.5	1	100	--
Exp_7E4MC	70	30	0.5	1	95	5
Exp_6MC	70	30	0.5	1	99	1
Control 2	70	30	0.8	1.6	95	--
Exp_7M4MC	70	30	0.8	1.6	95	5
Exp_AC3C	70	30	0.8	1.6	99	1
Exp_A7MC4A	70	30	0.8	1.6	95	5

La metodología que se siguió para la formulación de las resinas fue el siguiente: en un vaso de precipitado se agregan 700 mg del SiO₂ sin silanizar, posteriormente, se adicionan las cumarinas (1% en peso para 6MC y AC3C, 5 % en peso para 7E4MC, 7M4MC y A7MC4A) y 1 mL de dicloro, se deja en agitación en un agitador orbital hasta que el dicloro se evapore por completo.

Posteriormente, en un vidrio de reloj se colocaron 300 mg de BisGMA/TEGDMA relación 70/30, además de las CQ y EDAB con sus respectivos porcentajes dependiendo de la formulación, como se indica en la Tabla 2.

El sistema iniciador CQ y EDAB, se mezcló con la matriz orgánica hasta que solubilizaron por completo. La mezcla se cubrió con papel aluminio para que las burbujas generadas en el mezclado salgan antes de agregar el SiO₂. Se adicionó 700mg de SiO₂ poco a poco a la matriz orgánica hasta obtener una mezcla homogénea con suficiente fluidez para su manipulación. Posteriormente, la mezcla se vertió a un tubo eppendorf de 1.5 mL para después colocar la mezcla en ciclos de centrifugación de 5 min, y entre cada intervalo 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 papel aluminio para evitar el paso de la luz.

2.5 Elaboración de probetas para pruebas mecánicas

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

La norma establece que se necesitan probetas con medidas de 20x2x2 mm por lo que se utilizó un conformador de acero inoxidable para la preparación de probetas con las medidas indicadas. Para obtener las probetas se realizó el siguiente procedimiento: se cubre un lado del conformador con una película transparente de 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 formulada 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 llevó a cabo la fotopolimerización durante 60 segundos de irradiación de luz visible, utilizando una lampara 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. Se inició con 10 s en el centro, continuando por cada extremo 10 s. Este procedimiento se repitió en el otro lado del conformador hasta obtener al menos 5 probetas. Dichas probetas se almacenan en un vial con agua destilada a una temperatura de 37 °C durante 24 horas.

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 micrómetro de precisión, en este caso con calibrador Vernier digital y se registran los datos.

Para la prueba de flexión de tres puntos se hizo uso de una máquina de pruebas universales de ensayos mecánicos marca Instron que consiste de 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 como se muestra en la Figura 11.

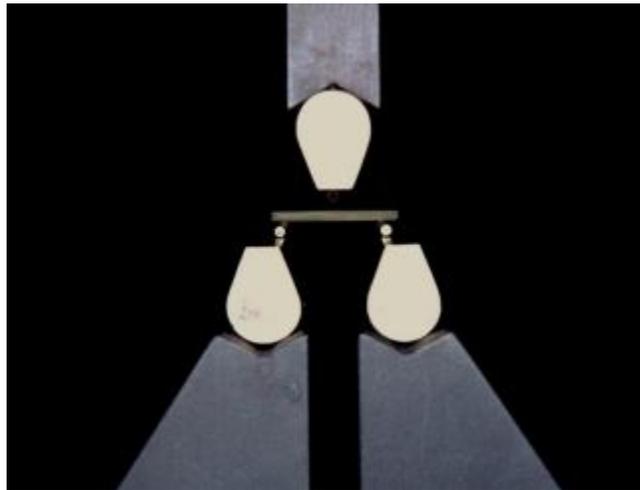


Figura 11. Ensayo de flexión de 3 puntos.

La resistencia flexural se calculó mediante la siguiente ecuación:

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2} \quad \text{Ecuación 1}$$

Para la captura de datos se utiliza el programa Series IX.

Donde:

σ = Resistencia flexural (MPa).

F = Fuerza al momento de la fractura (N).

l = distancia entre los soportes (mm).

b = ancho de las probetas (mm).

h = altura de la probetas (mm).

El módulo de flexión fue calculado con la siguiente ecuación:

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

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 de la probeta (mm).

La norma indica que al menos deben obtenerse 4 resultados, por lo cual fueron obtenidos un total de 5 valores de resistencia flexural y módulo de flexión para cada grupo evaluado. Dichos valores fueron evaluados mediante la prueba estadística ANOVA para observar si existen diferencias entre los grupos.

2.6 Cinética y Conversión de dobles enlaces

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

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 capturó 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 ν C=C situada a 1636 cm^{-1} y la altura de la banda de absorción del enlace ν C=C aromático situada a 1609 cm^{-1} . El experimento se realizó tres veces. Se utilizó la siguiente ecuación para la determinación de la conversión de dobles enlaces:

$$\text{Grado de conversión (\%)} = \left[\left(1 - \frac{\left(\frac{A_{1636}}{A_{1609}} \right)_{mon}}{\left(\frac{A_{1636}}{A_{1609}} \right)_{pol}} \right) * 100 \right] \quad \text{Ecuación 3}$$

Dónde:

- A₁₆₃₆ es la altura máxima de la banda a 1636 cm^{-1}

- A_{1609} es la altura máxima de la banda a 1609 cm^{-1}
- El término "mon" corresponde al espectro de la mezcla de monómeros no polimerizada, y el término "pol" se refiere al espectro del material polimerizado.

Para realizar la cinética de polimerización se debe filmar la pantalla mientras el proceso de fotopolimerización está ocurriendo. El material utilizado debe estar colocado como se muestra en la Figura 12. En este momento, es importante que el proceso de fotopolimerización y filmación de la pantalla estén sincronizados.



Figura 12. Imagen de posicionamiento de la lámpara UV, sobre la celda de equipo IR.

2.7 Valoración de la contracción por polimerización

La contracción volumétrica fue obtenida midiendo la densidad por el principio de Arquímedes. Las medidas fueron realizadas usando una balanza analítica acoplada a un kit de determinación de densidad. Para la obtención de medidas se llevó a cabo el siguiente procedimiento en una habitación libre de humedad, y a temperatura estable se prepararon todas las resinas experimentales y la resina control.

La medición se realizó pesando primero las esferas de resina sin polimerizar dentro y fuera del disolvente, de la manera más rápida posible para evitar que el disolvente fluyera a través de la muestra del soporte de la balanza. Después se realizó el mismo procedimiento, pero ahora con las esferas polimerizadas.

Para la determinación de la densidad de las esferas se utilizó la siguiente ecuación:

$$\rho = \frac{m_{agua}}{m_{aire} - m_{agua}} (\rho_{agua} - \rho_{aire}) + \rho_{aire} \quad \text{Ecuación 4}$$

Donde:

- ρ es la densidad del material
- m_{agua} es el peso en gramos de la muestra en agua
- m_{aire} es el peso en gramos de la muestra en aire
- ρ_{agua} es la densidad del agua a la temperatura de la medición
- ρ_{aire} es la densidad del aire (0.0012 g/cm)

Con base en los resultados se aplicó la siguiente ecuación para la determinación de la contracción:

$$\Delta V = \left(\frac{1}{\rho_{pol}} - \frac{1}{\rho_{sp}} \right) \frac{1}{\rho_{sp}} 100\% \quad \text{Ecuación 5}$$

Donde:

- ΔV es el porcentaje de cambio de volumen (contracción)
- ρ_{pol} es la densidad de las muestras polimerizadas
- ρ_{sp} es la densidad de las muestras sin polimerizar.

2.8 Sorción acuosa

Con el material formulado de resina control y experimentales se realizan probetas redondas con un conformador de acero inoxidable de 5 mm de diámetro y 1 mm de espesor. Para elaborar las probetas es necesario cubrir un extremo con acetato y portaobjetos de vidrio de aproximadamente 1 mm de espesor, mientras que la parte superior del conformador permanezca libre para agregar la mezcla y posteriormente cubrirlo con un acetato y portaobjetos de vidrio. La muestra se polimerizó por 30 segundos de cada lado, utilizando una lámpara fotopolimerización de uso dental Bluephase® (Ivoclar-Vivadent). Las probetas se almacenan en un vial para evitar su manipulación excesiva. Para iniciar con el ensayo es necesario tomar el peso de las probetas previamente identificadas. El peso se registrará para su comparación posterior. A la par, es necesario secar el desecante en una estufa de

secado por lo menos 12 horas antes de iniciar el ensayo, una vez que éste esté frío, se coloca en el fondo del desecador, para colocar las probetas y cerrar el desecador. Pasadas 24 horas, las probetas se sacan y vuelve a registrarse el peso, comparándolo con el peso anterior.

Es necesario repetir este paso hasta que el peso de las probetas se mantenga estable, este se denominará como m_1 . Con un vernier electrónico se midieron las dimensiones de las muestras para calcular el volumen de las probetas. El grosor se reconoce en este trabajo como h , y dos veces el diámetro en puntos equidistantes, que se registran como D_1 y D_2 .

$$v = \frac{\pi \left(\frac{D_1 + D_2}{2} \right) h}{4} \quad \text{Ecuación 6}$$

La segunda parte de esta experimentación se realiza colocando las probetas en un tubo tipo eppendorf de 1.5 mL lleno de agua desionizada, cuidando que no queden burbujas de aire entre las probetas para asegurar que toda la superficie de estas se encuentre en contacto con el agua. Una vez identificados, las probetas se colocan dentro de una estufa a 37°C durante 7 días. Cumplidos los siete días, las probetas se sacan del agua y se deben de secar superficialmente. El pesaje se debe de hacer justo después de este secado, y este peso se denominará como m_2 . Como en este trabajo se utilizó compuestos fluorescentes, el agua donde están sumergidas las muestras no se desecha ni se mezcla, se guarda en los mismos tubos de eppendorf y se analizan bajo luz ultravioleta de corta y larga onda para determinar si hay parte del compuesto que se solubilice. Las probetas deben volver a secarse utilizando la misma metodología citada en el párrafo anterior, y este último peso estable se registra como m_3 .

Para calcular la sorción se hace uso de la siguiente ecuación 7 establecida en la norma:

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{v} \quad \text{Ecuación 7}$$

Para la solubilidad se utiliza la siguiente Ecuación 8:

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{v} \quad \text{Ecuación 8}$$

En ambos casos los datos de los pesos deben estar registrados en μg y el volumen en mm^3 .

2.9 Análisis de citotoxicidad

Se prepararon probetas circulares 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 estreptomycin (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.

2.10 Color y translucidez

Para la obtención de color y translucidez se elaboraron 7 probetas circulares siguiendo la metodología que se utilizó en las pruebas de sorción acuosa para realizar dichas probetas.

Se hizo uso del equipo Colorímetro CR-20 previamente calibrado, que usa el sistema CIE L*a*b*, en dicho sistema L* es la luminosidad, a* es la coordenada verde-rojo y b* es la coordenada azul-amarillo.

La metodología consiste en utilizar probetas 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 translucidez se realiza sobre el fondo negro, ambos ensayos realizados sobre el mismo lado de la probeta.

Los valores obtenidos son útiles para el análisis del color de restauraciones directas o indirectas y para la comunicación, reproducción y verificación del color de restauraciones indirectas, por lo que proporcionan la información que se requiere para una determinación predecible del color.

2.11 Profundidad de Curado

Al igual que en las pruebas anteriores, la determinación de la profundidad de curado se realizó según la norma ISO 4049. Se colocó un molde con dimensiones de 6 mm de profundidad y 0.5 mm de diámetro, sobre una película transparente y posteriormente se llenó el molde con resina, teniendo cuidado de no atrapar ninguna burbuja de aire. Se excedió el límite superior del molde con la resina colocándose una segunda película transparente y encima un portaobjetos de vidrio, después se irradió con luz ultravioleta por 30 segundos en un solo lado del molde.

Con ayuda de una espátula se removió el material que no polimerizó. Se utilizó un Calibrador Vernier Digital para medir la resina polimerizada. Se registraron 3 pruebas de profundidad de cada compuesto y se compararon con el control.

2.12 Fluorescencia

Aunque no existe una norma establecida para valorar esta propiedad, se ha reportado el uso de la comparación visual a través de fotografías como método para evaluar las resinas dentales. Se realizan probetas redondas siguiendo la metodología mencionada anteriormente en este trabajo. Los compuestos

experimentales en este trabajo son de interés por su fluorescencia, por lo que se comparan con la resina control (sin compuesto fluorescente) y una muestra de esmalte de bovino, que presenta una fluorescencia similar a la de la dentadura humana. De esta manera, las muestras se colocan bajo una lámpara de luz ultravioleta en un soporte que permite una inclinación para observar la fluorescencia de la muestra con mayor facilidad.

Una vez obtenida dicha fotografía, esta se procesó con un software de edición como Photopea o Photoshop, donde se mide la intensidad de la luz que está reflejándose en cada probeta, realizando tres mediciones en cada probeta asegurándose de que estas no se superpongan. Para obtener una valoración correcta se debe realizar el muestreo mediante el histograma en el canal RGB. Dicho modelo RGB explica cómo se definen los colores y su finalidad es identificar los colores de manera uniforme. Los canales RGB siguen aproximadamente los receptores de color del ojo humano. Las medidas de la muestra deben tener un valor fijo para obtener los valores numéricos confiables que permitan la evaluación estadística.

CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIONES

Los resultados serán abordados de acuerdo con el orden establecido en el desarrollo experimental. Por lo cual primero se presentarán las estructuras de las cinco cumarinas Figura 13. Con las cinco cumarinas como aditivo fluorescente o agente de acoplamiento, se formularon y evaluaron diez resinas experimentales que fueron comparadas con su respectiva resina control.

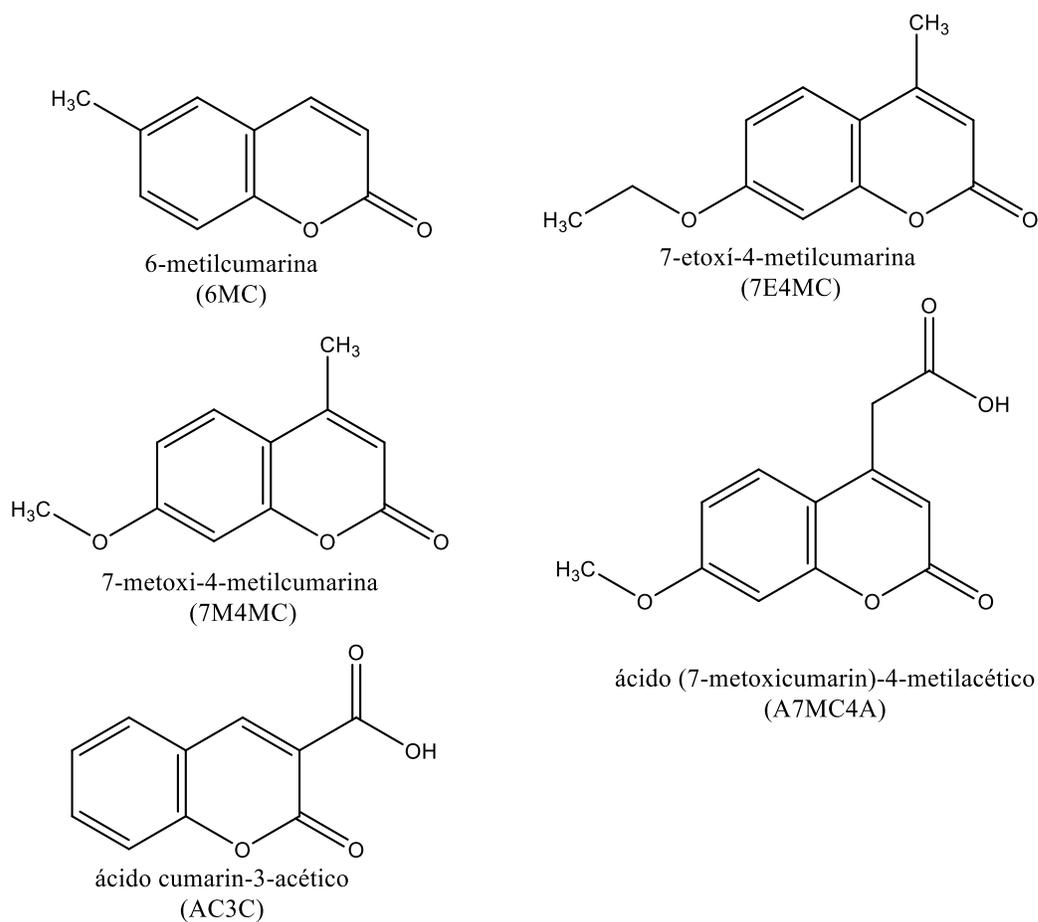


Figura 13. Estructuras de cumarinas.

3.1 Pruebas de solubilidad

Se realizaron diferentes pruebas de solubilidad de las cumarinas 6MC, 7E4MC, 7M4MC, A7MC4A y C3CA con diferentes disolventes como se muestra en la Tabla 4. La 6MC es soluble en cloroformo, hexano, diclorometano y BisGMA/TEGDMA. La 7E4MC es soluble en cloroformo, acetona, tetracloruro de carbono, diclorometano, BisGMA/TEGDMA y parcialmente soluble en hexano y ciclohexano. La 7M4MC es soluble en cloroformo, acetona, diclorometano, BisGMA/TEGDMA y parcialmente soluble en tetracloruro de carbono. La A7MC4A es soluble en hexano, BisGMA/TEGDMA y parcialmente soluble en cloroformo, etanol, tetracloruro de carbono, diclorometano y ciclohexano. La C3CA es soluble en hexano y BisGMA/TEGDMA y parcialmente soluble en cloroformo, etanol, tetracloruro de carbono, diclorometano y ciclohexano.

Todas las cumarinas son solubles en la mezcla BisGMA/TEGDMA y cloroformo. La solubilidad en el cloroformo permitió que todas las cumarinas se distribuyeran uniformemente en el relleno inorgánico y la solubilidad en el BisGMA/TEGDMA garantizó que están homogéneamente distribuidas en la matriz orgánica.

Tabla 3. Pruebas de solubilidad.

	6MC	7E4MC	7M4MC	A7MC4A	C3CA
Disolvente	Soluble				
Cloroformo	Si	Si	Si	Parcialmente	Parcialmente
Etanol	No	No	No	Parcialmente	Parcialmente
Acetona	No	Si	Si	No	No
Hexano	Si	Parcialmente	No	Si	Si
Tetracloruro de carbono	No	Si	Parcialmente	Parcialmente	Parcialmente
Diclorometano	Si	Si	Si	Parcialmente	Parcialmente
Ciclohexano	No	Parcialmente	No	Parcialmente	Parcialmente
BisGMA/TEGDMA	Si	Si	Si	Si	Si

3.2 Resistencia flexural y módulo elástico

Se realizaron 10 resinas experimentales variando la concentración de la matriz orgánica, sistema fotoiniciador y concentración de las cumarinas. De todas ellas se seleccionaron las que superan o igualan las propiedades mecánicas de la resina control. Las resinas experimentales seleccionadas son cinco y se muestran en la Tabla 5. Los valores de resistencia flexural y módulo elástico también se muestran en la Tabla 5. Donde para cada columna, letras superíndices diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$).

Tabla 4. Propiedades mecánicas de las resinas experimentales.

Resina	Resistencia a la flexión MPa	Módulo de elasticidad GPa
Control 1	51.74 (5.2) ^a	9.88 (0.52) ^a
Exp_7E4MC	41.38 (3.04) ^b	9.02 (0.70) ^b
Exp_6MC	44.83 (1.75) ^b	8.57 (0.26) ^b
Control 2	48.75 (0.88) ^b	8.87 (0.36) ^c
Exp_7M4MC	54.50 (4.30) ^a	11.21 (0.72) ^a
Exp_AC3C	55.03 (6.47) ^a	12.01 (0.54) ^a
Exp_A7MC4A	47.83 (3.26) ^b	10.33 (0.47) ^b

Para cada columna, letras superíndice diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$). El control 1 tiene 0.5/1 % en peso del sistema fotoiniciador CQ/EDAB y Control 2 0.8/1.6 % en peso del sistema fotoiniciador CQ/EDAB.

Comparando la resina Control 1 con las resinas experimentales Exp_7E4MC y Exp_6MC, se observa una disminución estadísticamente significativa en la resistencia a la flexión y el módulo elástico. Sin embargo, cuando es comparada la resina Control 2, las resinas experimentales Exp_7M4MC y Exp_AC3C presentan un incremento estadísticamente significativo en la resistencia a la flexión y el módulo de elasticidad, sobresaliendo las resinas Exp_7M4MC y Exp_AC3C porque tienen

los valores más alto en ambas propiedades. Esto posiblemente se debe a las interacciones tipo puente de hidrógeno o interacciones tipo dipolo-dipolo que se forman entre las cumarinas AC3A o 7M4MC, el relleno inorgánico y la matriz orgánica. Es decir, las cumarinas AC3A y 7M4MC actúan como agentes de acoplamiento por las fuertes interacciones dipolo-dipolo que se forman entre ellas. La Figura 14 ilustra de manera esquemática algunas de las posibles interacciones dipolo-dipolo que pueden formarse al interior del material compuesto.

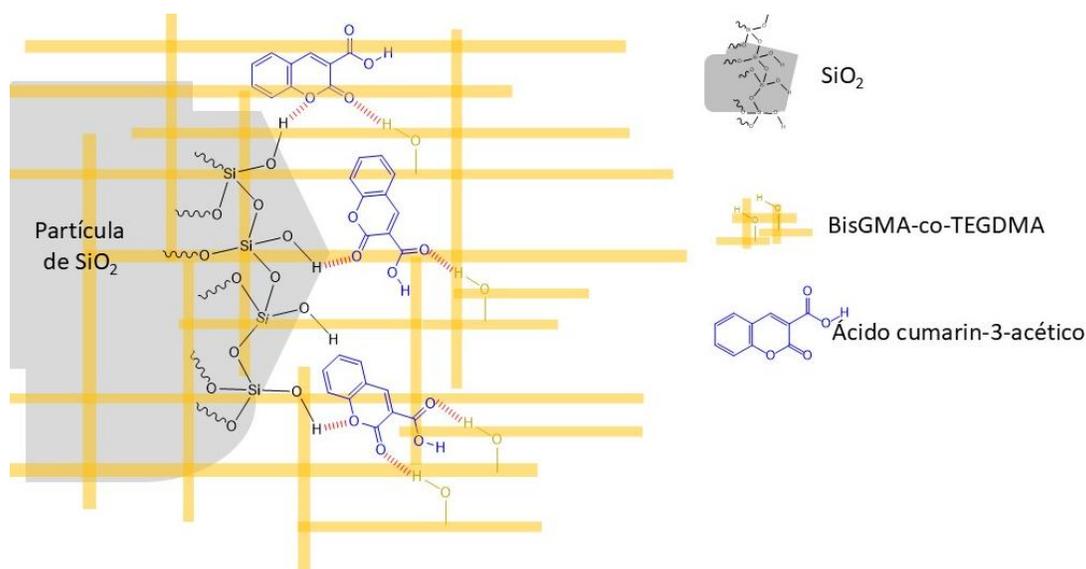


Figura 14. Esquema de las posibles interacciones dipolo-dipolo que pueden formarse al interior del material compuesto.

3.3 Evaluación de cinética de polimerización y conversión de dobles enlaces

Se evaluó la cinética de polimerización y la conversión de dobles enlaces de las resinas control y experimentales. Los resultados del porcentaje de grado de conversión de dobles enlaces se muestran en la Tabla 6.

Tabla 5. Valores de porcentaje de conversión de dobles enlaces.

Resina	Conversión de dobles enlaces %
Control 1	58.09 (2.59) ^a
Exp_7E4MC	46.23 (14.39) ^b
Exp_6MC	60.09 (0.15) ^a
Control 2	60.44 (1.62) ^a
Exp_7M4MC	61.55 (9.01) ^a
Exp_AC3C	60.7 (8.02) ^a
Exp_A7MC4A	71.56 (7.4) ^c

Para cada columna, letras superíndice diferentes indican la presencia de diferencias estadísticamente significativas ($p < 0.05$). El control 1 tiene 0.5/1 % en peso del sistema fotoiniciador CQ/EDAB y Control 2 0.8/1.6 % en peso del sistema fotoiniciador CQ/EDAB.

Cuando se compara el Control 1 con las resinas experimentales Exp_7E4MC y Exp_6MC se observa que la resina experimental Exp_6MC presenta la mayor conversión de dobles enlaces, esto es esperado por los resultados de resistencia a la flexión de la Tabla 5. Sin embargo, cuando son comparadas la resina control 2 con las resinas experimentales Exp_7M4MC, Exp_AC3C, y EXP_A7MC4A se observa un mayor incremento en la conversión de dobles enlaces. Está reportado que altos valores en la conversión de dobles enlaces, generan mayores valores en la resistencia a la flexión y módulo elástico, como se muestra en la Tabla 5.

Por otro lado, la velocidad de polimerización entre el control 1 y las resinas experimentales Exp_7E4MC y Exp_6MC presentan un comportamiento aleatorio, esto puede ser explicado porque las cumarinas no son monómeros, pero si son compuestos fluorescentes que pueden interactuar con la luz visible utilizada durante la reacción de fotopolimerización. Cuando se compara la resina control 2 con las resinas experimentales Exp_7M4MC, Exp_AC3C, y EXP_A7MC4A, estas si presentan un comportamiento acorde con la conversión de dobles enlaces. Se ha reportado que a mayor velocidad de polimerización la conversión de dobles enlaces es menor porque vitrifican o solidifican rápidamente, evitando la difusión de las

cadenas poliméricas en crecimiento. La resina EXP_A7MC4A presenta la menor velocidad de polimerización y la mayor conversión de dobles enlaces.

Con dichos datos de resistencia flexural, módulo elástico, cinética de polimerización y conversión de dobles enlaces, se determinó que las resinas experimentales con las cumarinas 7M4MC, A7MC4A y AC3C (todas pertenecientes al control 2) presentaron las mejores propiedades, por lo tanto, se descartaron el resto de las resinas experimentales.

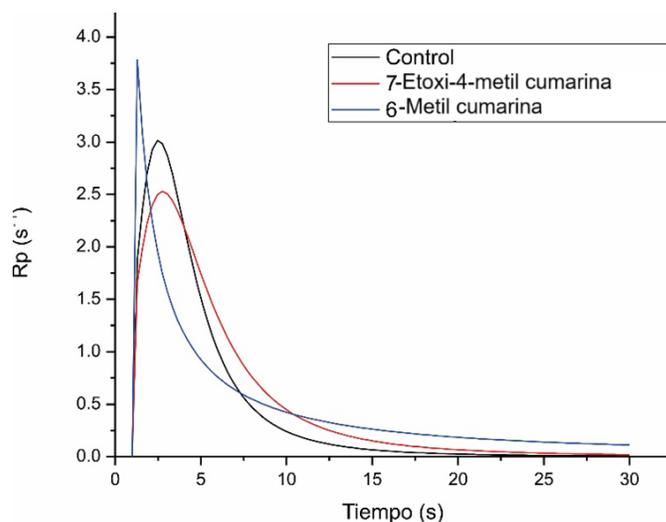


Figura 15. Velocidad de polimerización de los materiales compuestos (Control 1)

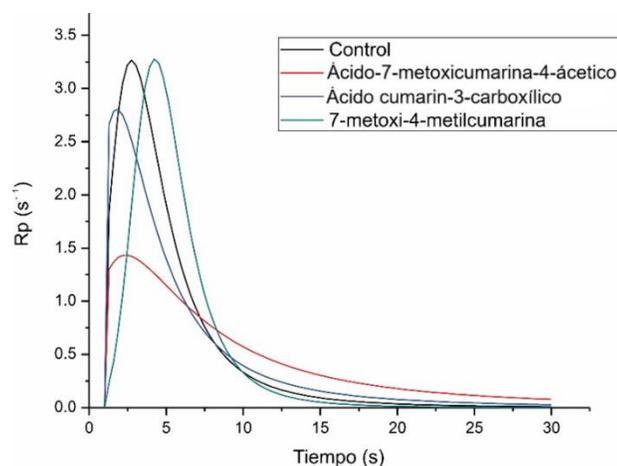


Figura 16. Velocidad de polimerización de los materiales compuestos (Control 2).

3.4 Sorción acuosa y solubilidad

Los valores de sorción acuosa (W_{sp}) y la solubilidad (W_{sl}) de las resinas evaluadas con el control 2 se muestran en la Tabla 7. Se observa que solo la resina Exp_AC3C muestra un incremento estadísticamente significativo, sin embargo, está dentro de los valores que establece la norma ISO4049. Por otro lado, la solubilidad de las resinas Exp_7M4MC y Exp_A7MC4A muestran una diferencia estadísticamente significativa, sin embargo, está dentro de la norma. Este valor es favorable para ambas resinas experimentales, al mostrar menor solubilidad, evitará la migración de cualquier componente de la resina favoreciendo la citotoxicidad del nuevo material compuesto.

Tabla 6. Valores de sorción acuosa y solubilidad.

Resina	Sorción de agua ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)	Solubilidad ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)
Control 2	0.11 (0.01) ^a	0.02 (0.22) ^a
Exp_7M4MC	0.12 (0.02) ^a	0.05 (0.01) ^b
Exp_AC3C	0.18 (0.04) ^b	0.02 (0.018) ^a
Exp_A7MC4A	0.11 (0.01) ^a	0.04 (0.03) ^{ab}

Las letras minúsculas iguales indican la ausencia de diferencias estadísticamente significativas entre las diferentes formulaciones para cada grupo.

3.5 Citotoxicidad

En la Tabla 8 y la Figura 17 se encuentran los valores de citotoxicidad de las tres resinas experimentales Exp_7M4MC, AC3C y Exp_A7MC4A y el Control 2. Los resultados muestran que al igual que la resina control, las tres resinas experimentales no son citotóxicas. Está reportado que si el valor de la viabilidad celular de cualquier material es mayor del 80% se consideran materiales no

citotóxicos. Es decir, las resinas experimentales Exp_7M4MC, AC3C y Exp_A7MC4A evaluadas no generan ningún efecto tóxico notable sobre las células.

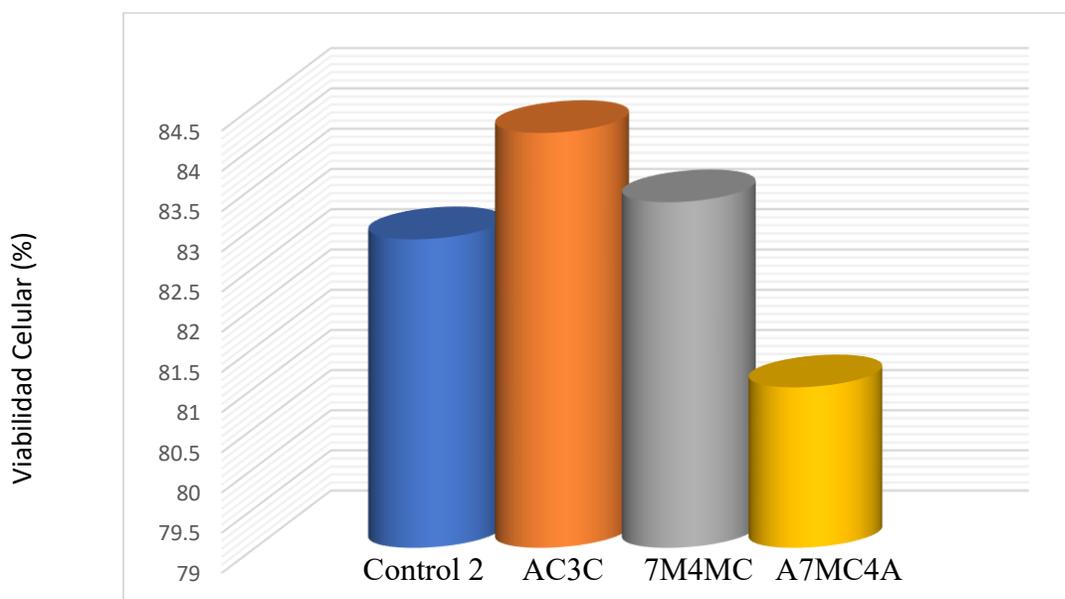


Figura 17. Viabilidad celular (%) de las resinas experimentales

Tabla 7. Parámetros de citotoxicidad.

Grupo	Parámetros de citotoxicidad
Control 2	82.74(0.24) ^b
AC3C	84.46(0.69) ^a
7M4MC	83.54(0.43) ^{ab}
A7MC4A	81.31(0.60) ^c

Las letras minúsculas iguales indican la ausencia de diferencias estadísticamente significativas entre las diferentes formulaciones para cada grupo.

3.6 Parámetro de translucidez

En la Tabla 9 se muestran los valores de parámetros de translucidez. En general, se observa que todas las resinas experimentales no presentan un cambio estadísticamente significativo cuando son comparadas con el control. Este resultado es favorable para las nuevas resinas porque su inclusión en ellas como aditivo

fluorescente o agente de acoplamiento no altera el parámetro de translucidez y por lo tanto, no tendrá efecto en la reacción de fotopolimerización.

Tabla 8. Valores de parámetros de translucidez.

Resina	Parámetro de translucidez
Control 2	42.47 (1.21) ^a
Exp_7M4MC	38.18 (3.63) ^a
Exp_AC3C	41.40 (5.86) ^a
Exp_A7MC4A	40.37 (5.23) ^a

Las letras minúsculas iguales indican la ausencia de diferencias estadísticamente significativas entre las diferentes formulaciones para cada grupo.

3.7 Profundidad de curado

En la elaboración de las resinas dentales compuestas, la profundidad de curado es esencia ya que determina la distancia en mm que puede penetrar la fuente de luz (lámpara de fotocurado) para efectuar la reacción de fotopolimerización adecuada. Esta característica influye directamente en las propiedades mecánicas, la conversión de dobles enlaces, la solubilidad y la sorción acuosa. Una adecuada profundidad de curado permite asegurar que las capas internas de la resina alcancen un grado de conversión suficiente, promoviendo así la durabilidad y el desempeño clínico del material.

La Tabla 10 presenta los resultados obtenidos para las resinas experimentales y el Control 2. La resina experimental elaborada con la A7MC4A presenta un incremento estadísticamente significativo comparada con la resina control, mientras que las resinas formuladas con la 3C3A y 7M4MC no presentan diferencias estadísticamente significativas. Los resultados dan evidencia que la formulación de resinas con las cumarinas A7MC4A, 3C3A y 7M4MC no afectan la profundidad de curado, permitiendo la reacción de fotopolimerización, porque ninguna de ellas impide el paso de la luz durante la reacción de polimerización, lo

cual permite tener una profundidad de curado que alcancé un rango mayor o igual como la resina control.

Tabla 9. Valores de profundidad de curado.

Resina	Profundidad de curado
Control 2	1.78 (0.07) ^b
Exp_7M4MC	2.09 (0.09) ^a
Exp_AC3C	1.96 (0.08) ^a
Exp_A7MC4A	1.42 (0.10) ^a

Las letras minúsculas iguales indican la ausencia de diferencias estadísticamente significativas entre las diferentes formulaciones para cada grupo.

3.8 Fluorescencia

Está reportado que los dientes humanos muestran un color blanco azulado bajo luz ultravioleta porque presentan la propiedad de fluorescencia. El estudiar nuevos materiales que confieran esta propiedad haría las restauraciones ópticamente iguales a los dientes humanos.

Los valores de fluorescencia de las resinas experimentales se muestran en la Tabla 11. Adicionalmente, los valores de un esmalte bovino, debido a la similitud con una pieza dental humana, así como la del control y una resina comercial, también se muestran en la Tabla 11. En los resultados se observa claramente que la adición de las cumarinas en las resinas experimentales confiere la propiedad de fluorescencia. Las resinas experimentales sin diferencias estadísticas con el diente bovino son las resinas Exp_A7MC4A y Exp_7M4MC. Esto significa que ambos monómeros son aditivos excelentes en la formulación de resinas dentales para conferir la propiedad de fluorescencia igualándose al esmalte bovino.

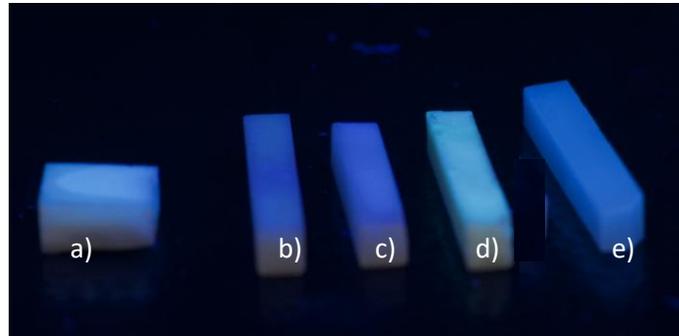


Figura 18. Fotografía del (a) Esmalte bobino, (b) Exp_AC3C, (c) Exp_A7MC4A, (d) Exp_7M4MC y (e) resina comercial.

Tabla 10. Valores de fluorescencia.

Grupo	Parámetro de fluorescencia u.a
Bovino	114.2(2.88) ^b
Control	82.03(1.10) ^d
Comercial	102.07(1.88) ^c
AC3C	99.03(0.81) ^c
7M4MC	113.73(0.78) ^b
A7MC4A	110.5(2.17) ^b

Las letras minúsculas iguales indican la ausencia de diferencias estadísticamente significativas entre las diferentes formulaciones para cada grupo.

Conclusión

Las cumarinas son compuestos químicos aromáticos que se usan en la industria cosmética por sus propiedades antioxidantes y su origen natural. Muchas de ellas están presentes en plantas de donde son extraídas. Las cumarinas, son conocidas por sus importantes propiedades ópticas, especialmente su fluorescencia, por lo que se han investigado para diversas aplicaciones en fotónica, electrónica, como colorantes y como colectores de energía solar.

En el presente trabajo se reporta el uso de las cumarinas ácido cumarina-3-acético, 7-metoxi-4-metilcumarina y ácido 7-metoxicumarina-4-acético como excelentes materiales fluorescentes para resinas dentales porque a bajas concentraciones confieren a la resina experimental la fluorescencia que puede igualarse al esmalte bobino y por ende a los dientes humanos. Con esta propiedad se obtendrán resinas estéticas que igualan a los dientes humanos. Finalmente, por su estructura química las cumarinas, forman fuertes interacciones con el SiO_2 y la matriz orgánica a través de interacciones dipolo-dipolo. Como resultado de estas interacciones, las cumarinas ácido cumarina-3-acético, 7-metoxi-4-metilcumarina y ácido 7-metoxicumarina-4-acético con SiO_2 y la matriz orgánica pueden considerarse agentes de acoplamiento sustituyendo al metacrilato de 3-(trimetoxisililpropano).

REFERENCIAS

- Jiménez Díaz, A., Donado Pérez, F., & Herrera González, A. (Septiembre de 22). Física aplicada a resinas dentales . Mineral de la Reforma , Hidalgo, México.
- Ralph W, P. (1976). *La ciencia de los Materiales Dentales* (SEPTIMA EDICION ed.). Interamericana.
- Askeland, D., & Wright, W. (2016). *Ciencia e ingeniería de materiales* (Doudécima edición ed.). Elsevier Saunders. EE.UU.
- Besednjak, A. (2005). *Materiales compuestos : Procesos de fabricación de embarcaciones*. Barcelona: Edicions UPC.
- Billmeyer, F. W. (1975). *Ciencia de los polímeros* (1ra ed.). Barcelona: Reverté.
- Burton, D. J., & Routh, J. (1977). *Química Orgánica y Bioquímica*. MaGRAW-HILL INTERAMERICANA . Recuperado el 2023
- Callister , W. D., & Rethwisch, D. G. (2019). *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales* (Segunda edición ed.). Barcelona, España: Reverté.
- Camps Alemany, I. (2004). La evolución de la adhesión a dentina. Avances en odontoestomatología.
- Craig, R. G., O'Brien , W. J., & Powers , J. M. (1940). *Materiales dentales* (3a. ed.). INTERAMERICANA .
- Cuevas Suárez, C. E. (Mayo de 2010). Resina polimerizada por apertura de anillos, Tesis de Licenciatura-UAEH. San Agustín Tlaxiaca, Hidalgo, Mexico.
- Ferracane , J. (2001). *Materials in Dentistry: Principles and Applications*.

- Galvis García, S. A., & Flores Pajaro, J. J. (2017). Genotóxicidad de Resina Dental a Base de Monómeros Bis-GMA y UDMA en Cavidad bucal Humana. Cartagena.
- Gomis Marcilla , A., & Beltrán Rico , M. (2012). *Tecnología de polimeros. Procesado y propiedades*. Espana, Universidad de Alicante.
- Gonalves, F., Azevedo, C., Ferracane, J. L., & Braga , R. R. (2011). BisGMA/TEGDMA ratio and filler content effects on shrinkage stress. doi:10.1016/j.dental.2011.01.007
- IUPAC. (2012). *Compendium of Chemical Technology "Gold Book". Version 2.3.2*.
- Kalpakjian, S., & Schmid, S. (2008). *Manufactura, ingeniería y tecnología* . Pearson.
- Loarte Merino , G. J., Perea Corimaya, E., Portilla Miranda, S., & Juela Moscoso, C. (2019). Fundamentos para elegir una resina dental. (O. A. Científica, Ed.) doi:https://doi.org/10.31984/oactiva.v4iEsp.408
- Loarte-Merino , G. J., Perea-Corimaya, E., Portilla-Miranda, S., & Juela-Moscoso, C. (2019). Fundamentos para elegir una resina dental. *Odontología Activa Revista Científica, 4(Esp)*, 57–64. Obtenido de <https://doi.org/10.31984/oactiva.v4iEsp.408>
- Lutz , F., & Phillips , R. W. (1983). A classification and evaluation of composite resin systems.
- Pérez Mondragón, A. (Febrero de 2025). Síntesis de agentes entrecruzantes para la formulación de redes poliméricas con aplicación en resinas dentales. Mineral de la Reforma , Hidalgo.
- Rodríguez G, D. R., & Pereira S, N. A. (2008). Evolución y tendencias actuales en resinas compuestas. Recuperado el 17 de Noviembre de 2024, de http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0001-63652008000300026&lng=es&tlng=es.

Rodríguez, A., Christiani, J. J., Álvarez, N., & Zamudio, M. (2018). *Revisión de resinas Bulk Fill: Estado actual.*

Seymour, R., & Carraher, C. (1995). *Introducción A La Química De Los Polímeros.* Florida: REVERTÉ.

Trejo Valdez, K. A. (Mayo de 2021). *Propiedades antibacteriales de resinas dentales modificadas con moléculas sintéticas.*

Yurkanis Bruice, P. (2007). *Fundamentos de química orgánica.* PEARSON.



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 AACTyM-UAEH



Cumarinas como materiales fluorescentes en la formulación de resinas dentales compuestas
 García Hernández Andrea Lizbeth¹, Trejo Carbajal Nayely², Cuevas Suárez Carlos Enrique³ y Herrera González Ana María²

¹Licenciatura en Ingeniería de 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.
³Instituto de Ciencias de la Salud, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

Resumen

Este trabajo reporta la evaluación de las propiedades mecánicas y ópticas que tienen diferentes cumarinas en la formulación de resinas dentales. Se evaluaron cinco cumarinas, 6-Metil cumarina, 7-Metoxi-4-metilcumarina, Ácido cumarin-3-carboxílico, 7-etoxi-4-metil cumarina, y Ácido-7-metoxicumarina-4-acético. Todas ellas fueron adicionadas en 1% en peso con respecto a la matriz orgánica. De los materiales compuestos formulados, fueron evaluadas la resistencia a la flexión, el módulo de elasticidad, el parámetro de translucidez, la contracción volumétrica, la sorción de agua, la solubilidad, y la cinética de polimerización. Con respecto al control, los materiales formulados con Ácido cumarin-3-carboxílico, y 7-Metoxi-4-metilcumarina obtuvieron valores significativamente mayores en la resistencia a la flexión y el módulo de elasticidad (p<0.05). Con respecto al grado de conversión, la contracción volumétrica y el parámetro de translucidez, no se detectaron diferencias estadísticamente significativas entre los materiales (p>0.05). Finalmente, en cuanto a la fluorescencia, los materiales formulados con las cumarinas ácido-7-metoxicumarina-4-acético, 7-Metoxi-4-metilcumarina, y 7-Etoxi-4-metil cumarina, obtuvieron valores similares a los calculados al esmalte bovino. La 7-Metoxi-4-metilcumarina puede ser considerada como un potencial aditivo para la formulación de materiales compuestos en odontología.

Introducción

La fluorescencia de los materiales restauradores junto con sus parámetros de color convencionales juegan un papel importante en las propiedades ópticas de una restauración ideal. Las resinas compuestas disponibles comercialmente pueden igualar el color de un diente natural cuando se observa a la luz del día, pero pueden no igualarlo cuando la fuente de luz cambia. Los componentes básicos de las resinas compuestas no emiten fluorescencia en absoluto y para mejorar su estética, se han incluido en las cargas de vidrio óxidos de tierras raras como europio, cerio e iterbio, que son materiales fluorescentes bien conocidos, como aditivos fluorescentes. Hasta donde sabemos, la fluorescencia en los composites dentales todavía se obtiene mediante la adición de componentes inorgánicos al material; dichos materiales son opacos y podrían disminuir el paso de la luz de fotoactivación a través del material, reduciendo así la profundidad de polimerización. Teniendo esto en cuenta, es necesario explorar nuevos enfoques para conferir fluorescencia a un composite dental. Por lo tanto, este trabajo reporta la evaluación de las propiedades mecánicas y ópticas que tienen diferentes cumarinas en la formulación de resinas dentales.

Metodología Experimental

Tabla 1. Formulación de las resinas compuestas.

Componente	Concentración (%)
BisGMA	64.5
TEGDMA	34.5
Cumarinas	1
CQ	0.5* / 0.8*
EDAB	1* / 1.6*
SiO ₂	65

* Control 1 / +Control 2



Figura 1. Propiedades flexurales



Figura 2. Parámetro de translucidez



Figura 3. Contracción volumétrica



Figura 4. Determinación de la fluorescencia.

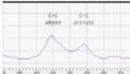
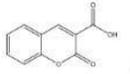


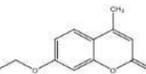
Figura 5. Cinética de polimerización

Selección de cumarinas

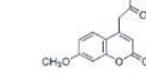
Ácido cumarin-3-carboxílico



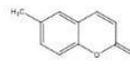
7-Etoxi-4-metil cumarina



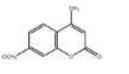
Ácido 7-metoxicumarina-4-acético



6-Metil cumarina



7-Metoxi-4-metilcumarina



Resultados

Tabla 2. Valoración de las propiedades flexurales.

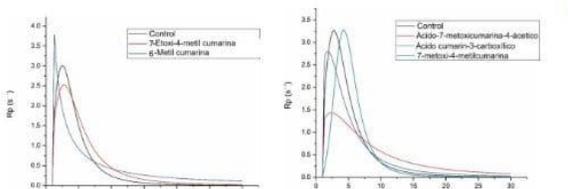
Grupo	Resistencia a la flexión (MPa)	Módulo de elasticidad (GPa)
Control 1	51.74 (5.2) ^a	9.88 (0.52) ^a
7-Etoxi-4-metil cumarina	41.38 (3.04) ^b	9.02 (0.70) ^b
6-Metil cumarina	44.83 (1.75) ^b	8.57 (0.26) ^b
Control 2	48.75 (0.88) ^b	8.87 (0.36) ^c
Ácido cumarin-3-carboxílico	47.83 (3.26) ^b	10.33 (0.47) ^b
Ácido 7-metoxicumarina-4-acético	55.03 (6.47) ^a	12.01 (0.54) ^a
7-Metoxi-4-metilcumarina	54.50 (4.30) ^a	11.21 (0.72) ^a

Letras minúsculas similares indican la ausencia de diferencias estadísticamente significativas (p<0.05).

Resultados

Grupo	Grado de conversión (%)	Contracción volumétrica (%)	Parámetro de translucidez	Fluorescencia (u.a.)
Control 1	58.09 (2.59) ^a	3.11 (0.24) ^a	38.43 (2.66) ^a	0.66 (0.1) ^c
7-Etoxi-4-metil cumarina	46.23 (14.39) ^a	2.29 (1.06) ^a	42.83 (5.43) ^a	0.88 (0.03) ^a
6-Metil cumarina	60.09 (0.15) ^a	2.74 (0.86) ^a	40.22 (1.72) ^a	0.61 (0.05) ^c
Control 2	60.44 (1.62) ^a	3.23 (0.94) ^a	42.47 (1.21) ^a	0.66 (0.01) ^c
Ácido 7-metoxicumarina-4-acético	46.55 (9.01) ^b		38.18 (3.63) ^b	0.81 (0.01) ^a
Ácido cumarin-3-carboxílico		3.54 (0.42) ^a	41.40 (5.86) ^a	0.71 (0.01) ^b
7-metoxi-4-metilcumarina	71.56 (7.4) ^a	2.29 (1.06) ^a	40.37 (5.23) ^a	0.83 (0.02) ^a

Letras minúsculas similares indican la ausencia de diferencias estadísticamente significativas (p<0.05). Para la fluorescencia, se utilizó esmalte bovino [0.88(0.01)^a] y una resina comercial [Fitek Z250, 0.77(0.01)^c] como referencias.



Conclusiones

Los materiales experimentales formulados con las cumarinas ácido cumarin-3-carboxílico, y 7-metoxi-4-metilcumarina presentaron propiedades flexurales superiores a las del grupo control. De estas, la 7-metoxi-4-metilcumarina presentó una fluorescencia similar a la del esmalte bovino. Así mismo, presentó propiedades de grado de conversión, contracción volumétrica y parámetro de translucidez similares a los del grupo control; haciendo que esta cumarina sea considerada como un potencial aditivo para la formulación de materiales compuestos en odontología.

Bibliografía

- Shen, C., Ravelli, H. R., & Esquivel-Uphshaw, J. F. (2022). PHILLIPS. Ciencia de los materiales dentales. Elsevier Health Sciences.
- Craig, R. G., D'Antonio, W. J., & Powers, J. M. (1998). Materiales dentales: propiedades y manipulación. Madrid: Mosby.
- Pereira, Ana Larissa Carneiro, Matilda, Larissa Sgarbi de Araújo, Lima, Leonardo Gomes de Silva, João Marcos Ferreira de Lima, Moraes-Sousa, Loren Kira de, Matos, Jefferson David Melo de, Vasconcelos, John Eversong Lucena de, & Medeiros, Cassio Rocha. (2018). Evaluation of the Fluorescence of Composite Resins Under an Ultraviolet Light Source. International Journal of Odontostomatology, 12(2), 252-261. https://doi.org/10.4067/1527-18381201800030252

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

RECONOCIMIENTO

a.

García Hernández Andrea Lizbeth, Trejo Carbajal Nayely, Cuevas Suárez Carlos Enrique, Herrera González Ana María

Por el trabajo presentado en la modalidad de Poster con el título "Cumarinas como materiales fluorescentes en la formulación de resinas dentales compuestas" 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. Acevedo Sandoval
Director del ICBI


Dr. Félix Sánchez de Jesús
Jefe del AACTyM



Dra. Ana María Herrera González
Coordinadora general del "XVI Encuentro
de Investigación del AACTyM"

Número de control: ICBI-AACTyM/2933/2023