



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE
HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA
ÁREA ACADÉMICA DE MATEMÁTICAS Y FÍSICA

**EFFECTO DE LA INTENSIDAD DE LA LUZ
DE CURADO SOBRE LAS PROPIEDADES
FÍSICAS DE LAS RESINAS DENTALES**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRA EN FÍSICA Y
TECNOLOGÍA AVANZADA

PRESENTA:

ARELY GUADALUPE JIMÉNEZ DÍAZ

DIRECTORES:

DR. FERNANDO DONADO PÉREZ

DRA. ANA MARÍA HERRERA GONZÁLEZ

Mineral de la Reforma, Hidalgo, Abril 2026

A Dios, por guiar mis pasos y conducirme hasta este lugar; a mis padres, Fernando y Valentina, a mis hermanos, Fernando y Víctor, y a sus familias, por ser el sostén constante y la fuerza que me acompañó en cada etapa; a mis asesores, por confiar desde el inicio en este proyecto y acompañarme con su guía y ejemplo; a Fernanda, por compartir conmigo este camino y hacerlo más llevadero; a la familia que encontré en esta ciudad, Dominga, Alejandra, Jaime y César, y en memoria de Don Amílcar, por el apoyo cotidiano, la cercanía y la generosidad con la que me hicieron sentir en casa; y al amor de mi vida, Juan F. Landaverde, por caminar conmigo en cada paso y por creer en mí incluso cuando yo dudé.

Este trabajo no es solo el resultado de un esfuerzo académico, sino el reflejo del amor, la fe y el acompañamiento de todos quienes hicieron posible este camino.

Agradecimientos

Agradezco a la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Institución que me dio los medios para culminar de manera exitosa la *Maestría en Física y Tecnología Avanzada* y de este modo crecer personal y profesionalmente. También agradezco a la Secihti por la beca otorgada con el número 1332816, sin este apoyo no hubiera sido posible la obtención de dicho grado.

Al laboratorio de Física Avanzada del Área Académica de Matemáticas y Física y al Laboratorio de Polímeros del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales por los materiales y espacios para la realización de este trabajo.

Mineral de la Reforma, Hidalgo, a 14 de abril de 2026

Número de control: ICBI-AAMyF/2061/2026

Asunto: Autorización de impresión de tesis

MTRA. OJUKY ROCÍO ISLAS MALDONADO

DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR

El jurado de examen recepcional de la tesis titulada "**Efecto de la intensidad de la luz de curado sobre las propiedades físicas de las resinas dentales**", realizada por la sustentante **Arely Guadalupe Jiménez Díaz**, con número de cuenta **406662**, perteneciente a la **Maestría en Física y Tecnología Avanzada**, una vez que ha revisado, analizado, y evaluado el documento recepcional de acuerdo con lo estipulado en el Artículo 118 del Reglamento de Estudios de Posgrado, tiene a bien extender la presente:

AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN

Por lo que el sustentante deberá cumplir los requisitos del Reglamento de Estudios de Posgrado y con lo establecido en el proceso de grado vigente.

Atentamente

"Amor, Orden y Progreso"

Presidente


Dr. Pedro Amado Miranda
Romagnoli

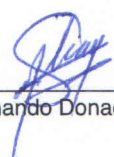
Secretario


Dr. Mario Pérez González

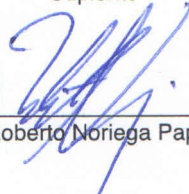
Vocal


Dra. Ana María Herrera
González

Suplente


Dr. Fernando Donado Pérez

Suplente


Dr. Roberto Noriega Papaqui



Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México. C.P. 42184
Teléfono: 52 (771) 71 720 00 Ext. 40124, 40119
aamyf_icbi@uaeh.edu.mx, ravila@uaeh.edu.mx

Resumen

Se estudiaron las propiedades físicas de las resinas dentales compuestas variando la intensidad de la luz de fotocurado. Una resina dental compuesta es un compuesto polimérico de especialidad constituido por una matriz orgánica, un relleno inorgánico, un agente de unión entre ellos y un sistema foto-iniciador. La polimerización se logró por medio de una reacción en cadena vía radicales libres. La energía proporcionada por luz azul inicia la reacción de polimerización a través de la formación de los primeros radicales, que permite la ruptura homolítica de los dobles enlaces carbono-carbono. Encontramos que si se modifica la cantidad de energía con que se inicia la formación de radicales libres, se modifica las propiedades físicas de la resina. Esto lo comprobamos con varias técnicas de caracterización, como la espectroscopía FTIR, ensayos mecánicos y pruebas ópticas de las resinas. La espectroscopía FTIR nos aportó información sobre el porcentaje de conversión de dobles enlaces carbono-carbono, que en conjunto con el ensayo mecánico de tres puntos, permitió encontrar una relación directa entre ambos resultados, a mayor conversión de dobles enlaces, mayor esfuerzo soportan las resinas, por lo que concluimos que el entrecruzamiento es más alto. Para determinar las propiedades mecánicas de nuestras resinas, se diseñó y armó una máquina de ensayos mecánicos que se adapta al rango de valores para este tipo de materiales. Esta máquina tiene una interfaz amigable con el usuario y está programada para calcular los gráficos de esfuerzo-deformación de los materiales y proporcionar al usuario las propiedades como flexión máxima y módulo de Young. Se realizaron pruebas ópticas para comprobar la hipótesis del entrecruzamiento, los resultados corroboran la hipótesis, así, a mayor intensidad de luz de curado mayor porcentaje de luz se transmite a través de la resina lo que se explica por la existencia de un mayor entrecruzamiento, el cual, deja espacios vacíos por los cuales puede viajar la luz. El módulo de Young permaneció constante en las pruebas con variación de intensidad de luz, esto nos llevó a suponer que esta propiedad depende únicamente del relleno. Para comprobar esto, se modificó el relleno de la formulación, añadiendo relleno nanométrico. Finalmente comprobamos nuestros resultados generales obtenidos con la resina experimental utilizando una resina comercial.

Publicaciones

Artículos publicados

- A.G. Jimenez-Diaz, I. Jimidar, and F. Donado, Tribocharged granular assembly of polystyrene beads confined between plates using acoustic vibrations. *Soft Matter*. **20**(47), 9434-9443. (2024) DOI:10.1039/D4SM01017E

Artículos en preparación

- Arely G. Jiménez-Díaz, F. Donado, and Ana M. Herrera-González, Physical Study of Light Intensity in Dental Resins.

Participación en eventos académicos

1. Participación en LIII Winter Meeting on Statistical Physics. Con el póster *“Crystallization of tribocharged polystyrene beads system sandwiched by plates subjected to vibrations”*.
2. Participación en la Jornada de Divulgación científica del Área Académica de Matemáticas y Física. Con la charla titulada *“Física Aplicada a Resinas Dentales”*.
3. Participación en la XIII Reunión Anual de la División de Estado Sólido de la Sociedad Mexicana de Física. Con el póster *“Análisis de las propiedades mecánicas de resinas dentales compuestas variando la intensidad de la luz de curado”*.
4. Participación en 33rd International Materials Research Congress (IMRC2025). Con el póster *“Effect of the curing light intensity on the mechanical properties of a composite dental resin”*.
5. Participación en el LXVIII Congreso Nacional de Física. Con el póster *“Efecto de la intensidad de luz de fotocurado en las propiedades físicas de resinas dentales compuestas”*.

Símbolos y acrónimos

Símbolo / Acrónimo	Descripción
BisGMA	Bisfenol-A-glicerolato dimetacrilato
TEGDMA	Trietilenglicol dimetacrilato
EDAB	Dimetilamino benzoato de etilo
MPa	Megapascuales
GPa	Gigapascuales
ANSI	American National Standards Institute
ADA	American Dental Association
E	Módulo de Young
ε	Deformación unitaria
δ	Deflexión
σ	Esfuerzo
l	Largo de la probeta
b	Ancho de la probeta
d	Espesor de la probeta
p	Peso aplicado
I	Momento de inercia de la probeta
M	Momento
F	Fuerza
ν_m	Frecuencia de vibración natural
c	Velocidad de la luz
λ	Longitud de onda
k	Constante de rigidez del enlace
h	Constante de Planck
ω	Velocidad angular
V	Voltaje
μF	Microfaradios
AC	Corriente alterna
DC	Corriente directa
FTIR	Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier

Índice general

Resumen	I
Publicaciones	II
Participación en eventos académicos	III
Símbolos y acrónimos	IV
Introducción	1
1. Antecedentes	4
1.1. Polímeros	5
1.2. Clasificación de polímeros	6
1.3. Relación estructura-propiedades	13
1.4. Materiales compuestos	14
1.5. Resina Dental Compuesta	17
1.6. Prueba de tres puntos	20
1.7. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)	28
2. Metodología Experimental	36
2.1. Formulación de las Resinas Dentales Compuestas	37
2.1.1. Monómeros	37
2.1.2. Sistema fotoiniciador	38
2.2. Máquina de Ensayos Mecánicos	42
2.2.1. Selección de materiales	42
2.2.2. Fuente de alimentación	42
2.2.3. Calibración de sensores	43
2.2.3.1. Sensor de Fuerza	43
2.2.3.2. Sensor de posición	46
2.2.4. Diseño de las mordazas	47
2.2.5. Diseño de la máquina final	49

2.2.6. Interfaz de LabView	51
2.3. Transmisión de luz	52
3. Resultados	53
3.1. Caracterización de la luz	54
3.2. Espectroscopia FTIR	56
3.3. Pruebas mecánicas	60
3.3.1. Variando la intensidad de luz de polimerización	60
3.3.2. Variando el porcentaje de relleno nanométrico añadido	65
3.3.3. Pruebas con Filtek Z250X	68
3.4. Pruebas ópticas	71
Conclusiones y trabajos futuros	73
3.5. Conclusiones	73
3.6. Trabajo a futuro	74

Introducción

Los polímeros constituyen una clase de materiales de amplia relevancia en la vida cotidiana debido a su versatilidad, bajo costo y capacidad de adaptación a múltiples aplicaciones tecnológicas. En la actualidad, una proporción significativa de los objetos de uso diario está compuesta parcial o totalmente por materiales poliméricos, lo que resalta su importancia en diversos sectores industriales y científicos. En particular, dentro del ámbito biomédico y, de manera específica, en la odontología, se ha desarrollado un interés creciente en el estudio y diseño de materiales biocompatibles que cumplan con los requerimientos mecánicos, estéticos y funcionales necesarios para su adecuado desempeño clínico. Entre estos materiales, las resinas dentales compuestas destacan como uno de los sistemas más utilizados. Se denominan “compuestos” debido a que están formadas por dos fases principales: una matriz orgánica de naturaleza polimérica y una fase de relleno inorgánico, siendo el dióxido de silicio (SiO_2) uno de los materiales más comúnmente empleados. La matriz polimérica corresponde típicamente a un copolímero de especialidad, constituido principalmente por monómeros como BisGMA y TEGDMA, cuya combinación permite ajustar propiedades como la viscosidad, el grado de conversión y la estabilidad estructural del material final. El proceso de polimerización de estos sistemas ocurre mediante un mecanismo de radicales libres inducido por irradiación con luz azul. En particular, una longitud de onda cercana a los 450 nm proporciona la energía necesaria para activar el sistema iniciador, en el cual la canforquinona actúa como fotoiniciador y el EDAB como co-iniciador. Como resultado de este proceso, se forman redes poliméricas tridimensionales de carácter amorfo, cuya estructura final depende tanto de las condiciones de curado como de la composición química del sistema. El estudio de estos materiales resulta de gran interés, ya que sus propiedades físicas deben cumplir con estándares específicos establecidos por normativas internacionales, como la norma ANSI/ADA especificación No. 27 [1]. En este contexto, diversos trabajos han analizado los factores que influyen en el comportamiento de las resinas compuestas. Las propiedades finales de las resinas dentales dependen del proceso de polimerización y de la natu-

raleza de los monómeros, el tipo y proporción de relleno, así como de los sistemas iniciadores. Para mejorar o modificar las propiedades de las resinas dentales, se ha realizado diferentes estudios y desarrollado estrategias para ello. Estas estrategias incluyen el desarrollo de nuevos monómeros, la optimización de sistemas fotoiniciadores y la incorporación de rellenos con propiedades específicas.

Las propiedades mecánicas representan un aspecto crítico en la evaluación del desempeño de estos materiales. Entre ellas, el módulo de Young y la resistencia a la flexión antes de la fractura son parámetros fundamentales, ya que determinan la rigidez y la capacidad del material para soportar cargas en condiciones clínicas. En este sentido, diversos estudios se han centrado en la optimización de dichas propiedades mediante el análisis de diferentes composiciones y porcentajes en la formulación de las resinas dentales compuestas [2-4]. A pesar de los avances reportados en la literatura, en muchos de estos estudios la relación entre las condiciones de fotocurado, la composición del material y sus propiedades físicas ha sido abordada principalmente desde una perspectiva cualitativa o química. En este sentido, resulta necesario profundizar en un análisis cuantitativo que permita establecer correlaciones directas entre la intensidad de la luz de curado y la respuesta mecánica de las resinas dentales. Por lo anterior, el objetivo principal de esta tesis es: *caracterizar las propiedades físicas de las resinas dentales compuestas haciendo una variación en la intensidad de luz de fotocurado*. Para alcanzar este objetivo, se desarrolló una metodología experimental estructurada en diversas etapas. En primer lugar, se realizó la caracterización y el control de la intensidad de la luz de fotocurado mediante el uso de rendijas con aperturas micrométricas, lo que permitió establecer condiciones de irradiación bien definidas. Posteriormente, se determinó el porcentaje de conversión de dobles enlaces mediante espectroscopía FTIR, siguiendo la metodología reportada por Herrera-González et al. [5], con el fin de evaluar el grado de polimerización alcanzado bajo distintas condiciones de irradiación. En una segunda etapa, se evaluaron las propiedades mecánicas de las resinas mediante ensayos de flexión en tres puntos. Para ello, se diseñó y construyó una máquina de ensayos mecánicos adaptada a las características del material, equipada con sensores de alta precisión y controlada mediante una interfaz desarrollada en LabVIEW. Este sistema permitió determinar las curvas esfuerzo-deformación, a partir de las cuales se obtuvieron el módulo de Young y la resistencia máxima a la flexión. Con base en los datos experimentales, se llevó a cabo un análisis cuantitativo de la relación entre la intensidad de la luz de fotocurado y las propiedades mecánicas, el módulo de Young, la resistencia máxima a la flexión y la energía de deformación, esta última obtenida a partir del área bajo la

curva esfuerzo-deformación. Adicionalmente, considerando que se ha reportado que el módulo de Young depende principalmente del contenido de relleno, se realizó un estudio complementario mediante la incorporación de relleno nanométrico al relleno micrométrico, con el fin de contrastar los resultados con lo reportado en la literatura [2]. Finalmente, se realizaron mediciones de transmitancia de luz en las resinas utilizando un sistema basado en un láser y un sensor de luz, con el propósito de analizar la relación entre la intensidad de curado, la penetración de la luz en el material y el grado de entrecruzamiento de la red polimérica. Este análisis permitió complementar la comprensión del efecto de la intensidad de la luz sobre la estructura y las propiedades finales del material.

La estructura del presente trabajo se organiza de la siguiente manera. En el capítulo 1 se abordan los antecedentes relacionados con los polímeros, los materiales compuestos y las resinas dentales; asimismo, se presenta una revisión de los trabajos previos enfocados en el estudio de las resinas dentales y sus propiedades. En el capítulo 2 se describe la metodología experimental empleada, comenzando con la formulación de las resinas dentales, seguido del diseño y la construcción de la máquina de ensayos mecánicos, así como de la metodología implementada para la medición de la transmitancia de luz. En el capítulo 3 se presentan y analizan de manera detallada los resultados obtenidos a partir de las pruebas mecánicas y ópticas realizadas, estableciendo la relación entre los distintos experimentos y las hipótesis planteadas. Finalmente, se exponen las conclusiones derivadas del presente estudio, incluyendo las hipótesis comprobadas, así como las posibles líneas de trabajo a futuro.

Capítulo 1

Antecedentes

Los polímeros son moléculas de alto peso molecular, también llamadas macromoléculas. Los polímeros tienen una amplia variedad de usos, por ejemplo, los utilizamos cotidianamente en la ropa, porque en su mayoría está hecha por poliésteres. Otro ejemplo lo observamos en los tenis con espuma viscoelástica de poliuretano "*memory foam*" caracterizada por su deformación reversible. También son utilizados en recipientes para guardar alimentos, en botellas de Tereftalato de Polietileno (PET) para líquidos, en cajas o bolsas de polipropileno (PP), en envases de bebidas calientes y en charolas de comida a base de poliestireno expandido (PS-E). Pero no solo se utilizan en materiales como ropa y recipientes, muchas partes de autos y de aviones están hechas de polímeros como el tereftalato de polibutileno (PBT). Además, en el área de la salud muchas prótesis son a base de polímeros como el polimetilmetacrilato (PMMA). Pareciera que solo son materiales sintéticos desarrollados en las últimas décadas, sin embargo, los polímeros existen desde el principio de la vida, todas las formas de vida contienen polímeros [6].

Acerca de los usos de los polímeros se encontró que los primeros humanos emplearon polímeros para curtir la proteína en pieles de animales y fabricar cuero [7]; también fueron utilizados para curtir caparazones resistentes al calor. Los mayas y aztecas utilizaban caucho (otro tipo de polímero natural) como combustible [8]. El asfalto era utilizado en los tiempos prebíblicos [9]; el ámbar era conocido por los antiguos griegos [10]; y el mastique de goma era usado por los romanos [11].

1.1. Polímeros

Hasta antes de 1900 solo se conocían moléculas de dimensión finita como el H_2O , NH_3 , CH_4 , o compuestos más elaborados como la sacarosa $C_{12}H_{22}O_{11}$ o la triestearina $C_{57}H_{110}O_6$, que tiene más de una centena de átomos en su estructura. Puesto que no se consideraba la existencia de estructuras más grandes, materiales como la celulosa cuya fórmula por análisis elemental es $C_6H_{10}O_5$ pero que no mostraban propiedades físico-químicas como la de materiales con fórmulas similares o idénticas, se consideraban que tenían una estructura micelar, es decir, se encontraban, según esta teoría, agrupadas en partículas mucho más voluminosas e indisociables por medio de fuerzas de asociación fuertes, pero indeterminadas, lo que era difícil de explicar [12].

La hipótesis formal de la existencia de las macromoléculas no fue bien aceptada por la sociedad científica, ya que no concebían que existieran moléculas con altos pesos moleculares. Fue hasta 1826 que se descubrió la fórmula empírica del caucho. Poco despues, en 1860 se obtiene el primer polímero sintético, llamado isopreno [13]. En 1880, Raoult [14] y van't Hoff [15] propusieron métodos experimentales para calcular pesos moleculares, obteniendo pesos de 10,000 a 40,000 para sustancias como el caucho, el almidón y el nitrato de celulosa. La aceptación llegó hasta 1920 cuando Staudinger introduce el término macromolécula [16]; debido a sus esfuerzos en 1953 obtuvo el premio Nobel por ser pionero en la defensa de esta hipótesis. Unos años más tarde Carothers proporciona pruebas cuantitativas [17] para comprobar la hipótesis de Staudinger.

A las moléculas de alto peso molecular se les denominó Polímeros. Polímero es una palabra derivada del griego *poly* y *meros* que significan muchas y partes, respectivamente. Según la IUPAC la definición de **polímero** es:

Molécula de relativo alto peso molecular, cuya estructura está constituida esencialmente por la repetición múltiple de unidades monoméricas.

Entendiendo por relativo alto peso molecular que, al retirar o adicionar una o varias unidades monoméricas, las propiedades del polímero no cambian significativamente [18]. Así también la definición de **monómero** según la IUPAC es:

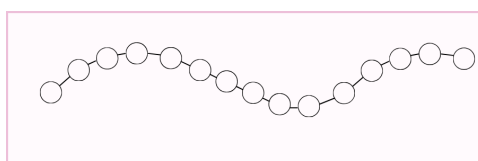
Molécula de relativamente bajo peso molecular que puede llevar a cabo la reacción de polimerización y constituye la estructura esencial de la macromolécula [18].

La reacción que llevan a cabo los monómeros para unirse unos a otros y formar las cadenas poliméricas se llama polimerización.

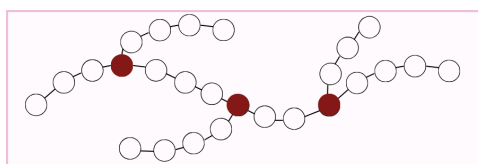
El descubrimiento de la teoría de las macromoléculas fue una revolución a los materiales, debido a que solucionaba los problemas del estudio de materiales como el caucho. Además, la síntesis de polímeros es toda una rama de estudio, ya que, al poder manipular el peso molecular y la forma en que se lleva a cabo la reacción de polimerización se le pueden conferir propiedades específicas a los materiales, lo cual con otros materiales era más difícil lograr.

1.2. Clasificación de polímeros

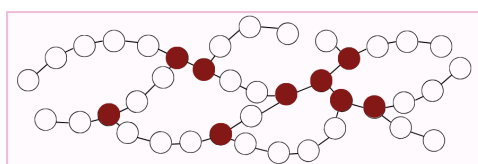
La clasificación de los polímeros se realiza con base en sus características estructurales y/o propiedades. Por lo tanto, existen muchas y diferentes clasificaciones. Por ejemplo, una de ellas es la clasificación de los polímeros por su estructura, teniendo así a los polímeros lineales, ramificados y entrecruzados, como los podemos ver en la Fig. 1.1.



(a) Lineal



(b) Ramificado



(c) Entrecruzado

Figura 1.1: Clasificación de polímeros según su estructura. En el inciso (a) podemos notar a los polímeros lineales (b) ramificado y (c) entrecruzado.

La estructura se debe principalmente a las características de la unidad monomérica que constituye al polímero. En la Fig. 1.1 (a) se puede observar que los monómeros se unen en forma de una línea mientras que en la Fig. 1.1 (b) y Fig. 1.1 (c) observamos que los monómeros se unen formando ramificaciones derivadas de una cadena principal. Mientras que los polímeros entrecruzados forman redes tridimensionales.

Otra forma de clasificarlos es por su número de monómeros presentes en el polímero, así tenemos homopolímeros y copolímeros. En la Fig. 1.2 podemos notar solo la presencia de monómero A en el homopolímero, mientras que en el copolímero tiene la presencia de los monómeros A, B y C.

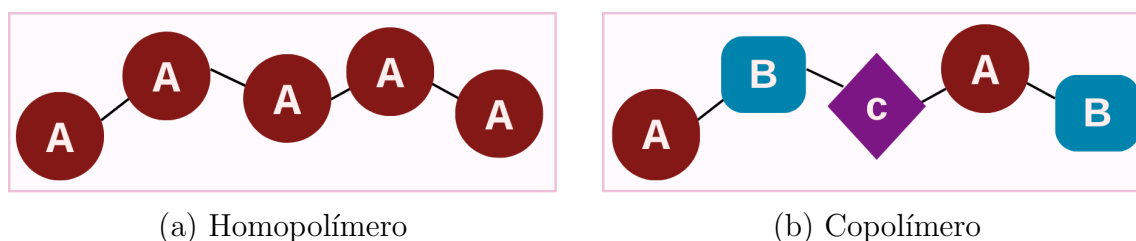
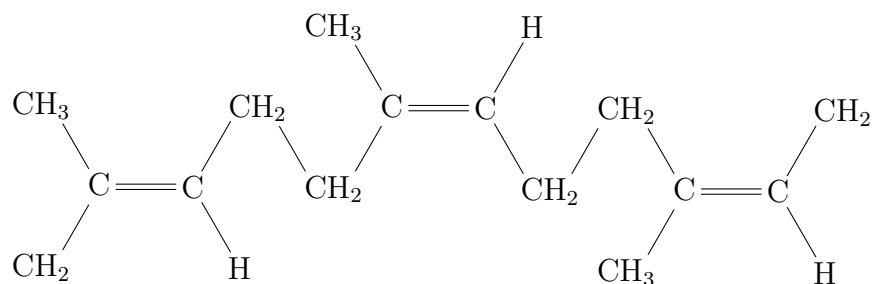


Figura 1.2: Clasificación de polímeros según su número de monómeros (a) constituido por un solo monómero, (b) constituido por dos o más monómeros.

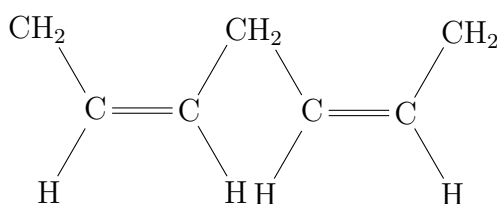
Se pueden clasificar por sus propiedades termomecánicas; los termoestables son aquellos donde el cambio de estado sólido a líquido es irreversible, mientras que los termoplásticos son aquellos donde el cambio de estado sólido-líquido es reversible. Con esta clasificación se consideran sus aplicaciones y la temperatura de uso. Los termoestables tienen bajo orden en sus cadenas, mientras que en los termoplásticos pueden tener un alto orden de sus cadenas cuando están solidificados.

Por su origen es otra forma de clasificarlos, los sintéticos son obtenidos por reacciones químicas controladas en un laboratorio, los naturales, como el caucho, son directamente obtenidos de la naturaleza y los semisintéticos son una modificación química de los obtenidos de la naturaleza.

Caucho natural (*Cis-poliisopreno*):



Caucho sintético (*trans-polibutadieno*):



Los polímeros se clasifican además por el tipo de elementos que los conforman como orgánicos e inorgánicos. En los orgánicos, como el almidón o polietileno, su cadena principal está conformada por átomos de carbono (C), hidrógeno (H), oxígeno (O) y nitrógeno (N). En los inorgánicos como las siliconas y polifosfacenos, sus cadenas principales están formadas por elementos diferentes al C, H, O ó N como el silicio o fósforo en este caso, algunos ejemplos se muestran en la Fig. 1.3.

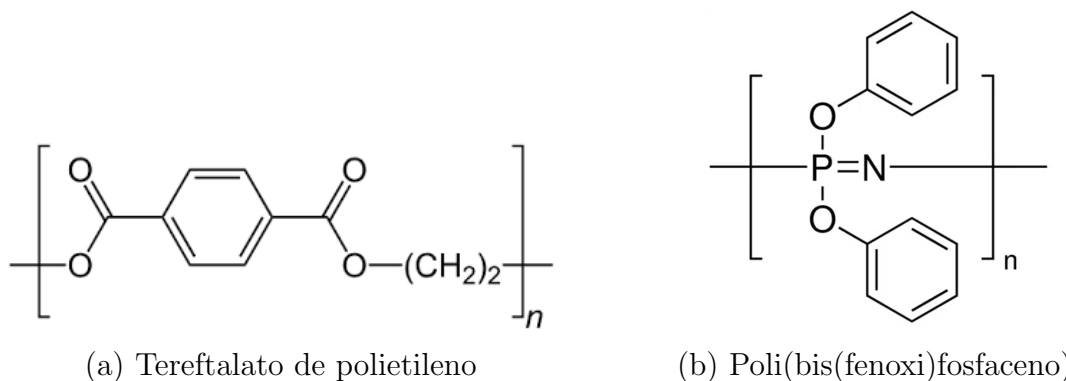
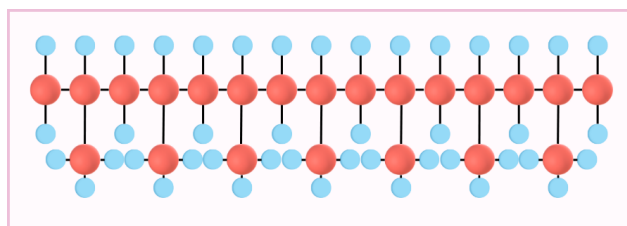
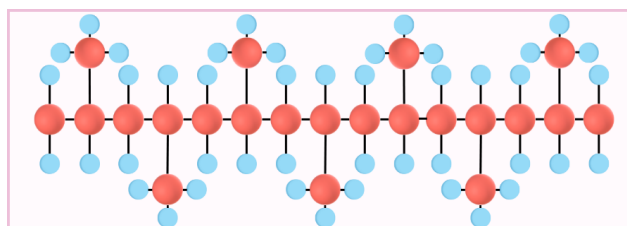


Figura 1.3: Ejemplos de la clasificación de polímeros por los elementos que los conforman (a) orgánico y (b) inorgánico.

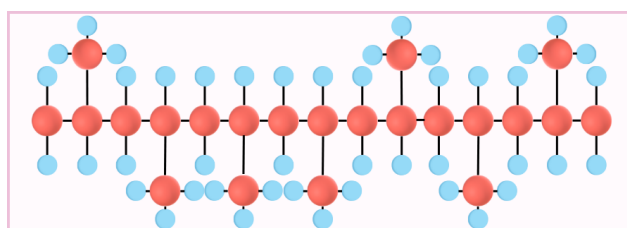
Otra clasificación muy importante es por su tacticidad, una clasificación que describe el orden de la unidad monomérica que posee al menos un grupo funcional pendiente, es decir, un conjunto de átomos unido a un átomo de la cadena principal del polímero. En esta clasificación están los isotácticos, sindiotácticos y atácticos. En la Fig. 1.4 encontramos que los de mayor orden son los isotácticos y sindiotácticos, Fig. 1.4 (a) y Fig. 1.4 (b), mientras que los más desordenados son los atácticos, Fig. 1.4 (c).



(a) Polipropileno isotáctico



(b) Polipropileno sindiotáctico



(c) Polipropileno atáctico

Figura 1.4: Ejemplos de la clasificación de polímeros según su tacticidad: (a) polímero isotáctico donde el grupo pendiente tiene la misma orientación, (b) polímero sindiotáctico donde se ve un patrón en el orden del grupo pendiente y (c) atácticos donde todos los grupos pendientes tienen orientación variable y no se observa ningún patrón.

Cuando estudiamos polímeros, la relación costo-producción es otro factor por el cual se clasifican, en esta clasificación encontramos a los commodities, como los de más bajo costo de producción y por lo cual se producen a gran escala, más del 90 % de los polímeros producidos a nivel global pertenecen a esta categoría. Por otra parte, tenemos a los polímeros de ingeniería, con un costo más alto que los commodities y un porcentaje de menos del 9 % de producción en general. Finalmente están los polímeros de especialidad o de altas propiedades específicas, cuya producción es de menos del 1 % con los costos más elevados de producción. Cabe mencionar que los commodities son los polímeros que utilizamos en la vida diaria en ropa, utensilios de cocina, artículos de uso diario, etc. En la Fig. 1.5 podemos notar algunos ejemplos de cada tipo de polímero en relación costo - producción donde se ve desde los commodities hasta los de altas prestaciones.

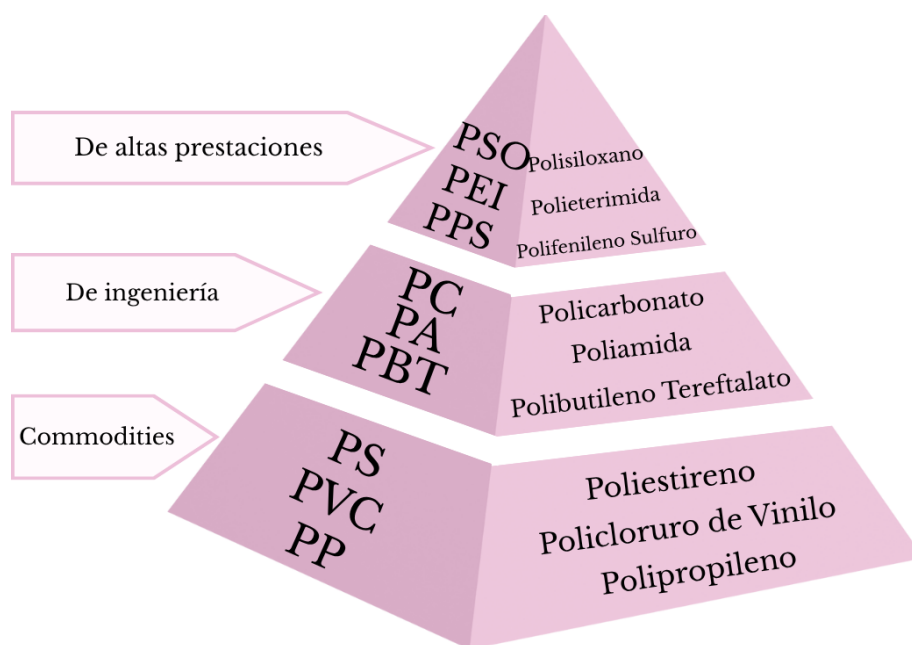


Figura 1.5: Pirámide de polímeros con ejemplos de cada categoría de la clasificación costo - producción.

Existen dos formas de clasificar las reacciones de polimerización. Esta reacción puede ser de adición o de condensación. La clasificación depende de si se condensan o no moléculas de bajo peso molecular como agua (H_2O) o ácido clorhídrico (HCl), quien introdujo esta clasificación fue Carothers en 1936 [19].

En los polímeros de adición no se liberan moléculas de bajo peso molecular, la reacción de polimerización inicia con un reactivo llamado iniciador, que generalmente, vía radicales libres, se une a los monómeros, provocando la ruptura homolítica de dobles enlaces carbono-carbono, $C = C$. La principal característica de los polímeros de adición es que la unidad repetitiva tiene el mismo número de átomos que el monómero del que proviene. Entre los principales polímeros de adición se encuentran el polietileno (PE), poliacrilonitrilo (PAN), poliestireno (PS), policloruro de vinilo (PVC), entre otros.

Los polímeros de condensación son aquellos cuyos monómeros tienen al menos dos grupos funcionales, que durante la reacción de polimerización condensan moléculas de bajo peso molecular. Los principales polímeros de condensación son las poliamidas, los poliésteres y las proteínas.

Por su mecanismo de obtención es una de las principales clasificaciones de los polímeros. Cada mecanismo nos permite modificar propiedades como el peso molecular o el rendimiento de los polímeros. Existen dos mecanismos de obtención, en cadena y en pasos o etapas, términos introducidos por Flory en 1953 [20].

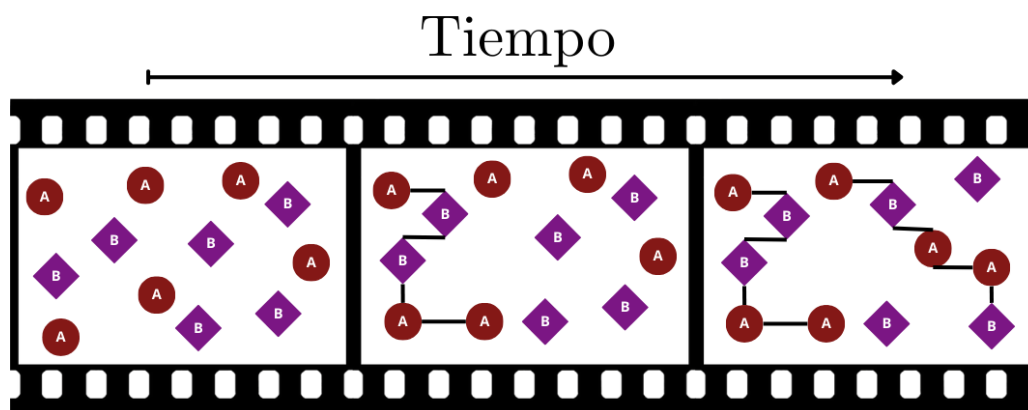


Figura 1.6: Ejemplo del mecanismo de polimerización en cadena donde al tiempo 0 solo hay monómeros A y B, al pasar el tiempo se forma una cadena y mientras más pasa el tiempo se forma otra cadena pero del mismo tamaño que la primera.

El mecanismo en cadena se produce vía radicales libres o por iones (polimerización aniónica o catiónica), lo que hacen estos centros reactivos es unirse a los monómeros, haciendo que estos reaccionen de igual forma con los demás monómeros, formando así las cadenas poliméricas. La principal característica que deben tener los monómeros

para poder llevar a cabo la reacción de polimerización en cadena, es que sus enlaces terminales sean dobles enlaces $C = C$, de manera que, cuando el centro reactivo se une a uno de ellos el doble enlace sufre una ruptura homolítica, produciendo que el centro reactivo sea ahora el radical que buscará unirse a otro monómero y así sucesivamente. Los tiempos de reacción en este mecanismo son muy cortos, por lo que, mientras más pasa el tiempo, solo aumenta el rendimiento de reacción, pero el peso molecular sigue siendo el mismo. En otras palabras el largo de las cadenas es el mismo. En la Fig. 1.6 se observa que en el tiempo 0 solo hay monómero, al siguiente tiempo hay una cadena y en el tercer tiempo hay dos cadenas del mismo largo, las cadenas poliméricas se forman desde el inicio de la reacción y durante todo el proceso.

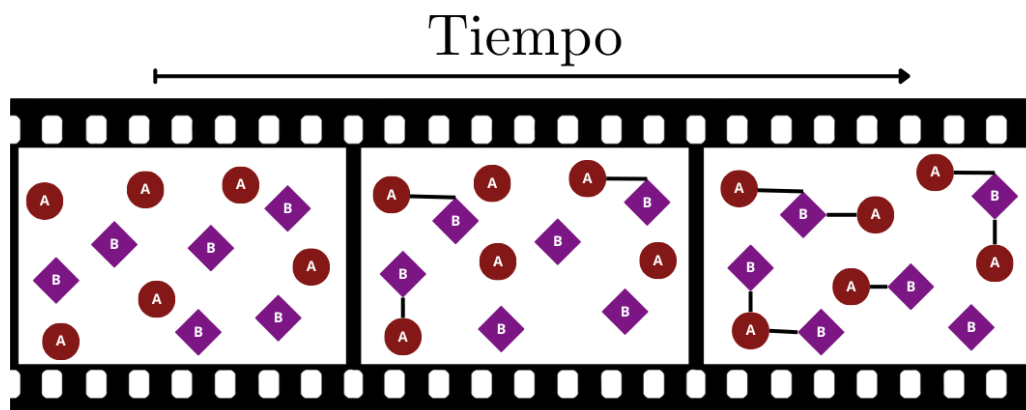


Figura 1.7: Ejemplo del mecanismo de polimerización en pasos o etapas, en el tiempo 0 solo hay monómeros A y B, al pasar el tiempo se forman dímeros y mientras más tiempo los dímeros pasan a trímeros y hay formación de nuevos dímeros.

La polimerización por pasos o etapas, como su nombre lo dice, se lleva a cabo por la reacción paso a paso entre los grupos funcionales; este crecimiento es gradual y a un ritmo relativamente lento. Procede de monómero a dímero, luego a trímero y así sucesivamente como se esquematiza en la Fig. 1.7. En el tiempo 0 hay solo monómeros, en el tiempo 1 hay dímeros formados y en el tiempo 2 hay trímeros y formación de un nuevo dímero. En este tipo de mecanismo, el crecimiento de las cadenas es proporcional al tiempo, de manera que, mientras más tiempo pasa, más larga es la cadena polimérica que se forma. Todo el tiempo están surgiendo cadenas por lo que en el sistema de reacción se encuentran distintos tamaños de cadenas poliméricas.

1.3. Relación estructura-propiedades

Los polímeros han adquirido un papel fundamental en el desarrollo científico y tecnológico de las últimas décadas, convirtiéndose en materiales indispensables para múltiples industrias, desde la medicina y la electrónica hasta la automotriz y la alimentaria. Esta creciente dependencia se debe a su notable versatilidad: los polímeros pueden ser sintetizados de manera controlada y modificados estructuralmente para conferirles propiedades físicas, químicas y mecánicas específicas, adaptadas a los requerimientos de cada aplicación.

Uno de los aspectos clave en el estudio de los polímeros es el orden que presentan sus cadenas poliméricas. En este sentido, se distingue entre polímeros amorfos, cuyas cadenas están dispuestas de manera aleatoria y desordenada, y polímeros cristalinos, en los cuales las cadenas muestran un alto grado de organización espacial. Esta diferencia estructural no es trivial, ya que incide directamente en propiedades fundamentales del material, como en las mecánicas (resistencia, elasticidad), en las ópticas (transparencia, refracción) y termodinámicas (temperatura de transición vítrea, punto de fusión, entre otros).

La capacidad de un polímero para adoptar una estructura más o menos ordenada también está estrechamente relacionada con la naturaleza de la unidad monomérica que lo compone. En general, monómeros con estructuras simétricas, lineales y con pocos grupos funcionales voluminosos tienden a favorecer una organización regular en el polímero resultante, promoviendo la formación de regiones cristalinas. Por el contrario, la presencia de sustituyentes grandes o grupos funcionales asimétricos dificulta el empaquetamiento ordenado de las cadenas, incrementando así el carácter amorfo del material. En la tabla 1.1 podemos observar la relación que guardan algunas propiedades con su estructura, es decir, si aumenta o disminuye la propiedad o no es el caso.

Tabla 1.1: Relaciones entre las propiedades y la estructura de los polímeros.
 + = incrementa la propiedad; - = decrece la propiedad; M = la propiedad pasa por un máximo; V = resultado variable que dependen de la muestra y la temperatura particulares. [21]

Relaciones entre el rendimiento general de la propiedad y la estructura de los polímeros				
Propiedad	Aumento de la cristalinidad	Mayor entrecruzamiento	Adición de unidades de red polar	Adición de grupos de refuerzo en la cadena principal
Resistencia a la abrasión	+	+	+	-
Fragilidad	-	M	+	+
Resistencia química	+	V	-	+
Dureza	+	+	+	+
T_g	+	+	+	+
Solubilidad	-	-	-	-
Resistencia a la tracción	+	M	+	+

1.4. Materiales compuestos

Los materiales compuestos son sistemas heterogéneos, formados por la combinación de dos o más componentes, con propiedades físicas o químicas distintas. La unión da lugar a un material con características superiores a las de cada uno de sus constituyentes por separado.

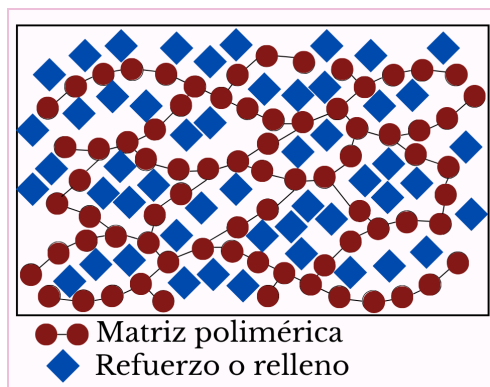


Figura 1.8: Representación de material compuesto con matriz polimérica y partículas de refuerzo.

En general, un material compuesto está constituido por una fase continua o matriz (que puede ser polimérica, metálica o cerámica) y una fase dispersa o refuerzo (como fibras, partículas o laminillas) como se puede observar en la Fig. 1.8 donde hay una matriz polimérica y partículas de refuerzo. Esta unión de materiales proporciona mejoras significativas en propiedades mecánicas, térmicas o químicas del sistema. La sinergia entre matriz y refuerzo permite diseñar materiales con desempeño optimizado para aplicaciones específicas [22] .

El cambio en las propiedades mecánicas se puede ver, por ejemplo, en la Fig. 1.9, modificando tipo de material de refuerzo en el caso de una resina epoxi, utilizando arcilla y grafito expandido (GE) en diferentes porcentajes de peso.

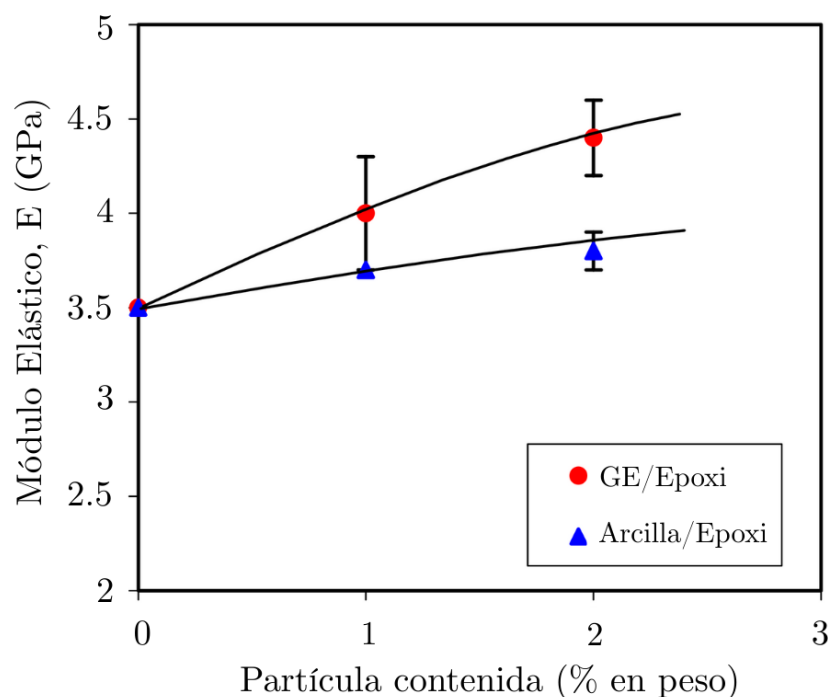


Figura 1.9: Variación del módulo elástico como función de la partícula contenida y su porcentaje en peso (%). El material es una matriz de resina epoxi reforzada con grafito expandido (GE/Epoxi) comparada a la reforzada con nano arcilla (Arcilla/Epoxi). Tomada de [23].

Otro caso es como cambia la eficiencia de transferencia de carga, cuando se blindas la matriz polimérica con un refuerzo de arcilla, como se ve en la Fig. 1.10.

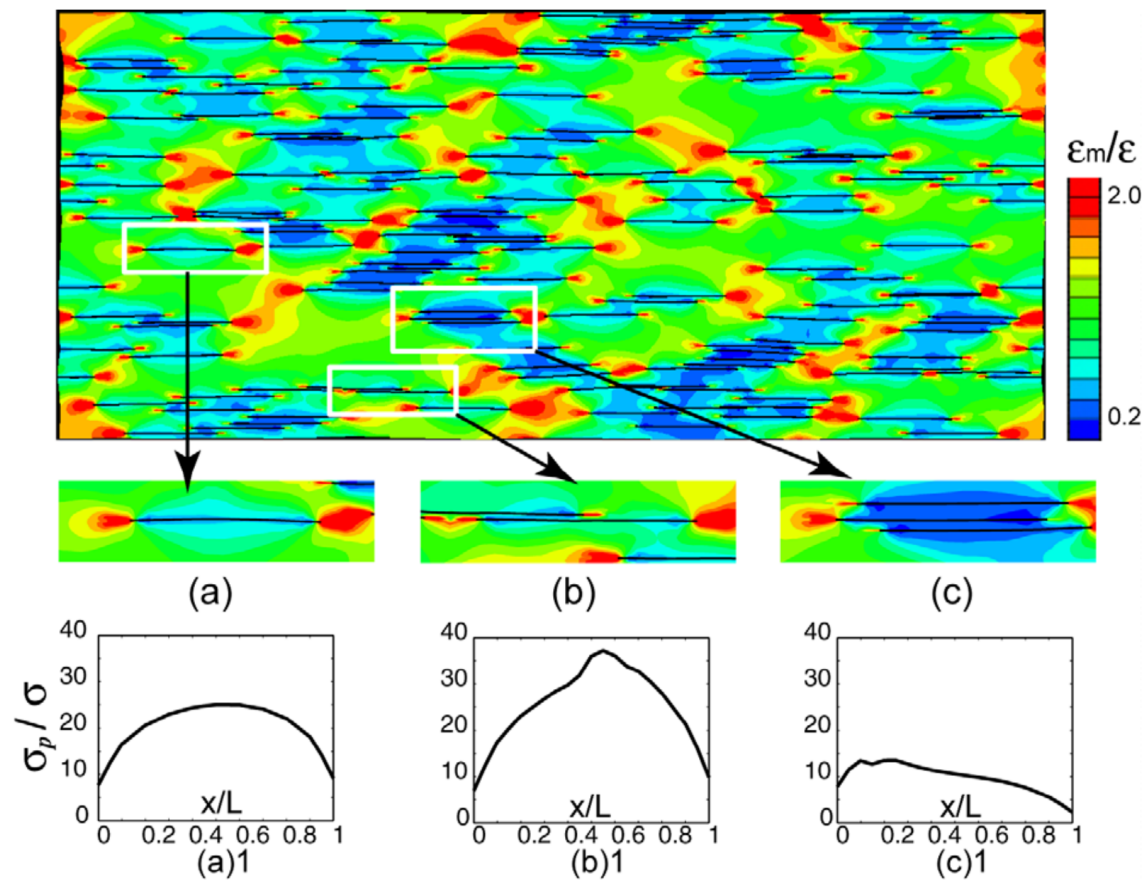
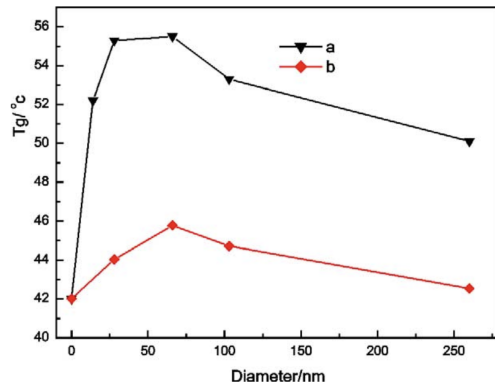
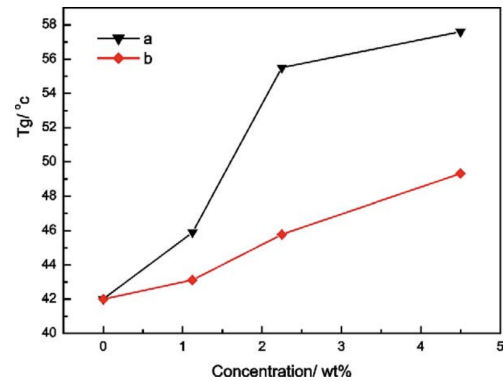


Figura 1.10: Distribuciones de tensión normalizadas en las partículas (a) sola, (b) superpuesta y (c) completamente superpuesta x/L es la distancia fraccional a lo largo de la partícula. Tomada de [24].

Las propiedades térmicas se ven modificadas dependiendo del refuerzo o relleno. La Fig. 1.11 muestra el caso de un poliuretano con refuerzo de partículas de sílice, como función del diámetro de partícula y la concentración de relleno utilizados en dos tipos de polimerización, se analiza la temperatura de transición vítrea de cada polímero bajo las condiciones dadas.



(a) Con respecto al diámetro del relleno



(b) Con respecto a la concentración del relleno

Figura 1.11: Temperatura de transición vítrea de un material con matriz a base de poliuretano con relleno de partículas de sílice en el caso de una polimerización in situ a y una polimerización usando el método de mezcla b, con respecto al diámetro del relleno (a) y concentración del relleno (b). Tomada de [25].

1.5. Resina Dental Compuesta

Las restauraciones dentales se realizaban desde el siglo VII en China con amalgamas, pero se popularizaron hasta el siglo XIX, estas contenían mercurio y esto significaba un peligro para los pacientes y los odontólogos, además de que la estética de las amalgamas no se parecía a la anatomía del diente. Debido a esto, los esfuerzos se empezaron a encaminar en materiales biocompatibles y de manipulación sencilla, con apariencia similar a la del diente como lo podemos observar en la Fig. 1.12.



Figura 1.12: Ejemplo de la estética entre (a) amalgama y (b) resina compuesta.

Las resinas como materiales utilizados en odontología comenzaron a utilizarse en 1937 con la introducción del polimetilmetacrilato (PMMA) como resina acrílica para las prótesis totales por Wright [26]. Fue años más tarde, en 1962, cuando Bowen propuso el BisGMA como monómero [27], esto solucionó los problemas de contracción y mejoró la durabilidad de las resinas dentales compuestas. Bowen en 1978 patentó la polimerización de las resinas dentales compuestas por medio de luz visible [28] con ayuda de un fotoiniciador (Canforquinona) y una amina terciaria como co-iniciador. Esta patente optimizó la utilización de las resinas dentro de consultorios dentales ya que así proveía mayor control de la polimerización, ya que antes de esto las resinas eran autopolimerizables.

Las resinas dentales compuestas consisten en una matriz orgánica, un relleno inorgánico y un sistema fotoiniciador. Usualmente se utilizan los siguientes reactivos [29].

- Matriz orgánica: BisGMA (bisfenol-A-glicerolato dimetacrilato) y TEGDMA (triethylenglicol dimetacrilato)
- Relleno inorgánico: SiO_2
- Sistema fotoiniciador; Canforquinona y co-iniciador; EDAB (dimetilamino benzoato de etilo)

Estas necesitan cumplir características que internacionalmente están definidas por la ISO 4049 [30] o por la norma ANSI/ADA especificación No. 27 [1]. La norma establece especificaciones para:

- Propiedades físicas y mecánicas: Resistencia a la flexión, contracción por polimerización, dureza superficial, solubilidad y absorción en agua [29].
- Clasificación: Según su uso ya sea en anteriores o posteriores, según su tipo de curado como fotopolimerizable, autopolimerizable o dual.
- Biocompatibilidad
- Requisitos de etiquetado e instrucciones del fabricante
- Métodos de prueba estandarizados

Típicamente el proceso de polimerización se lleva a cabo por medio de radicales libres, este proceso se realiza en tres etapas: iniciación, propagación y terminación.

La iniciación se realiza con ayuda de luz visible. La propagación implica la reacción de un macro-radical y n moléculas de monómero; en este proceso, el polímero vitrifica, evitando la difusión de las cadenas poliméricas, provocando la disminución de la velocidad de polimerización y finalmente termina. Esta auto desaceleración da como resultado monómeros residuales que permanecen en la restauración [31].

Las investigaciones en el campo de restauraciones dentales se han centrado en las propiedades mecánicas, para ello han manipulado el protocolo de curado, estudiado el porcentaje de contracción que se produce a través de la reacción de polimerización, también se ha modificado la estructura del polímero convencional cambiando el grupo metacrilato por acrílico o alílico, y disminuyendo o aumentando la velocidad de polimerización [31]. Dentro de las modificaciones de curado está la modificación de la intensidad y tiempo de irradiación del monómero. Por ejemplo, Rueggeberg et al., [32] encontraron el tiempo y las intensidades de luz a las cuales su material estudiado polimerizaba mejor. Para esto utilizó cilindros traslúcidos por donde pasaba la luz a distintas distancias y variando el tiempo, este proceso mostraba las distancias a las cuales se polimeriza mejor la resina, pero este análisis no mostraba la intensidad de luz utilizada, solo se cuantificaba por la distancia y no de manera directa. Años más tarde Mehl et al., propusieron el método de curado de inicio suave [33], este método consiste en reducir la intensidad de irradiación durante las primeras etapas de la polimerización, esto produce una relajación del estrés de contracción antes de la vitrificación [34]. Esto tiene consecuencias directas en las propiedades mecánicas [35]. También se ha buscado modificar los monómeros utilizados en las resinas [36] [37] [38] [39] [40] con el fin de mejorar sus propiedades mecánicas y ópticas, que tengan menor contracción volumétrica y que sean biocompatibles. Las propiedades mecánicas son de gran importancia en las resinas dentales, puesto que, se ha reportado que en la cavidad bucal se realizan movimientos de hasta 1200 N de fuerza [41]. Es por esto que de manera estándar se tienen definidas las propiedades mecánicas óptimas de las resinas, las cuales son una resistencia a la flexión de entre 80 y 100 MPa [30] y módulo de Young de una resina compuesta de BisGMA y TEGDMA en porcentaje en peso de 60 - 40 % respectivamente es de 3.4 ± 0.7 GPa [3]. Estos resultados son de resinas cuyo relleno es micrométrico. Se ha encontrado que modificar el tamaño y porcentaje de relleno modifica propiedades como el módulo de Young. Este análisis se realiza con la ayuda de modelos micromecánicos. R. Othman et al. modelan el módulo de Young de una matriz polimérica con relleno nanométrico (f_1) y micrométrico(f_2) de

la siguiente forma

$$E_c = \frac{7.2K_cG_c}{(2.4 - K_c) + G_c} \quad (1.1)$$

donde las constantes K , G , V_f son el módulo volumétrico, el módulo de corte y el coeficiente de Poisson respectivamente. A su vez, las constantes K_c y G_c están definidas como

$$\begin{aligned} K_m &= \frac{E_m}{1.5(5.5 - \frac{E_m}{G_m})} \\ K_f &= \frac{E_f}{1.5(5.5 - \frac{E_f}{G_f})} \\ \overline{K_c} &= K_m + \left(\frac{V_{f1}K_m(K_{f1} - K_m)}{K_m + \beta_2(1 - V_{f1})(K_{f1} - K_m)} \right) + \left(\frac{V_{f2}K_m(K_{f2} - K_m)}{K_m + \beta_2(1 - V_{f2})(K_{f2} - K_m)} \right) \end{aligned} \quad (1.2)$$

$$\begin{aligned} G_f &= \frac{G_f}{2(1 + V_f)} \\ G_m &= \frac{G_m}{2(1 + V_m)} \\ \overline{G_c} &= G_m + \left(\frac{V_{f1}G_m(G_{f1} - G_m)}{G_m + \beta_1(1 - V_{f1})(G_{f1} - G_m)} \right) + \left(\frac{V_{f2}G_m(G_{f2} - G_m)}{G_m + \beta_2(1 - V_{f2})(G_{f2} - G_m)} \right) \end{aligned} \quad (1.3)$$

$$\begin{aligned} \beta_1 &= \frac{2 - 5.5V_m}{20(1 - V_m)} \\ \beta_2 &= 2 - \beta_1 \end{aligned} \quad (1.4)$$

De manera que el módulo de Young depende de las propiedades de los rellenos agregados [2].

1.6. Prueba de tres puntos

Las propiedades mecánicas son de los principales factores a estudiar de las resinas, para medir estas propiedades se usa una prueba llamada de tres puntos. Esta prueba mide el esfuerzo máximo (σ) que resisten las resinas y el módulo de Young (ϵ) de las

mismas. Se considera que las muestras son de forma de prismas rectangulares, como se puede ver en la Fig. 1.13, de largo l , ancho b y profundidad d . Cuando una resina en forma de prisma es sometida a una carga transversal, se produce una deformación que da lugar a esfuerzos internos de flexión.

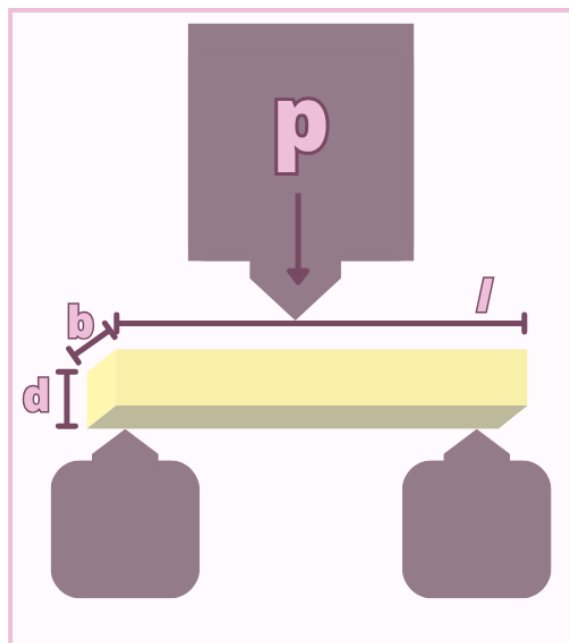


Figura 1.13: Representación de la prueba de 3 puntos.

El principal elemento que se puede calcular de este sistema físico es el momento flector. Este momento genera una curvatura en la viga. Las redes poliméricas superiores tienden a comprimirse y las inferiores a elongarse. Existe una línea dentro del material donde no hay deformación, llamada eje neutro. Para hacer el cálculo del momento flector en vigas de forma de prisma como se muestra en la Fig. 1.14 se divide la viga en dos secciones, en la sección I que es entre $0 \leq x \leq \frac{l}{2}$ se suman las fuerzas y momentos considerando que está en equilibrio, es decir $\sum_i F_i = 0$ y $\sum_i M_i = 0$. Entonces, para las fuerzas en esta sección se cumple que

$$-\frac{p}{2} + F_a = 0 \longrightarrow F_a = \frac{p}{2}$$

Para los momentos se cumple que

$$\frac{p}{2}x - M_a = 0 \longrightarrow M_a = \frac{px}{2} \quad (1.5)$$

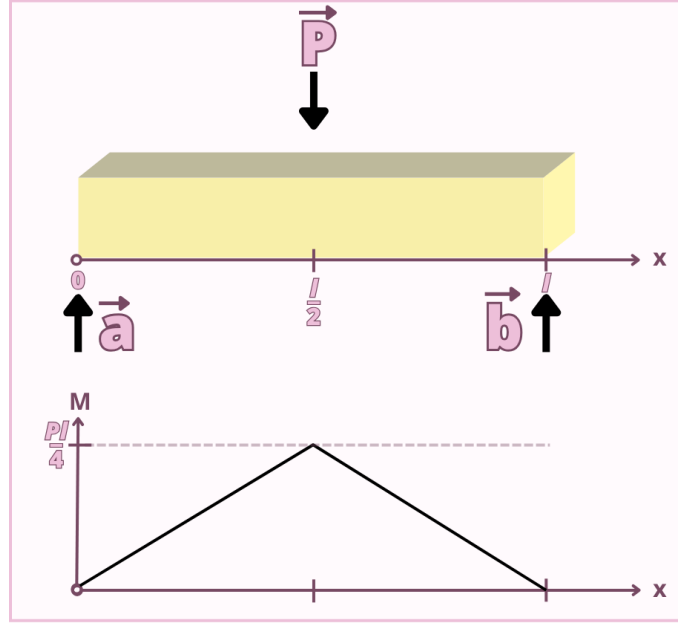


Figura 1.14: Descripción gráfica del momento flector.

En la sección II que se encuentra entre $\frac{l}{2} \leq x \leq l$ tenemos

$$-\frac{p}{2} + p + F_b = 0 \longrightarrow F_b = -\frac{p}{2}$$

$$\frac{px}{2} - p \left(x - \frac{l}{2} \right) - M_b = 0 \longrightarrow M_b = \frac{px}{2} - p \left(x - \frac{l}{2} \right)$$

Como podemos ver desde cualquiera de las dos secciones en el punto medio, que es donde se ejerce la fuerza en la prueba de tres puntos, el momento flector es:

$$M = \frac{pl}{4} \quad (1.6)$$

La distribución del material respecto al eje neutro afecta su resistencia a la flexión. Esta distribución se cuantifica mediante el momento de inercia de la sección transversal

$$I = \int_A y^2 dA \quad (1.7)$$

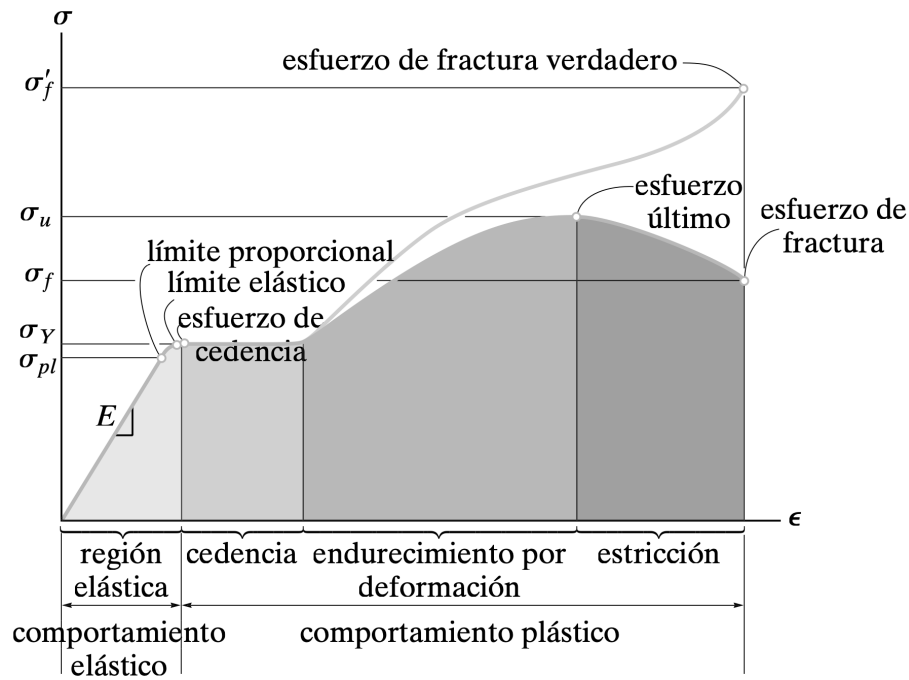
donde y es la distancia desde el eje neutro hasta un elemento diferencial de área dA y A es el área total de la sección transversal.

Para una sección rectangular de base b y altura d , el momento de inercia respecto al eje neutro horizontal que pasa por su centro es

$$I = \int_{-\frac{d}{2}}^{\frac{d}{2}} \int_0^b xy^2 dx dy = b \left(\int_0^{\frac{d}{2}} y^2 dy \right) = 2b \frac{y^3}{3} \Big|_0^{\frac{d}{2}} = \frac{2bd^3}{24}$$

$$I = \frac{bd^3}{12} \quad (1.8)$$

El esfuerzo describe la intensidad de la fuerza interna sobre un plano específico (área) que pasa a través de un punto. Cuando se aplica una fuerza a un cuerpo, ésta tiende a cambiar la forma y el tamaño del cuerpo, estos cambios se conocen como deformación, esta puede ser visible o casi imperceptible [42]. Con estas dos magnitudes se puede obtener el gráfico de esfuerzo-deformación convencional.



Diagramas de esfuerzo-deformación convencional y verdadero para un material dúctil (acero) (no se presenta a escala)

Figura 1.15: Ejemplo típico de un diagrama de esfuerzo deformación. Tomado de [42].

En la región elástica, la deformación experimenta un incremento proporcional al

esfuerzo que se rige bajo la ley de Hooke. Esta ley se expresa en este sistema como

$$\sigma = E\epsilon \quad (1.9)$$

En esta ecuación a la constante E se le llama módulo de Young. Llamada así por Thomas Young quién publicó un estudio sobre esta ley en 1807. Como podemos notar, esta constante es la pendiente de la función lineal correspondiente a la región elástica [42]. Un incremento por encima del límite elástico generará una deformación permanente, a este comportamiento lo llamamos cedencia y la deformación que ocurre se le llama deformación plástica. En la Fig. 1.15 se nota como el límite proporcional y el límite elástico son muy cercanos, a veces imperceptible en los diagramas de esfuerzo-deformación. Lo interesante de un material esta en su región elástica, es decir, en el comportamiento lineal, ya que en este punto, si se retira la carga, el material regresa a su forma original, de manera similar a un resorte.

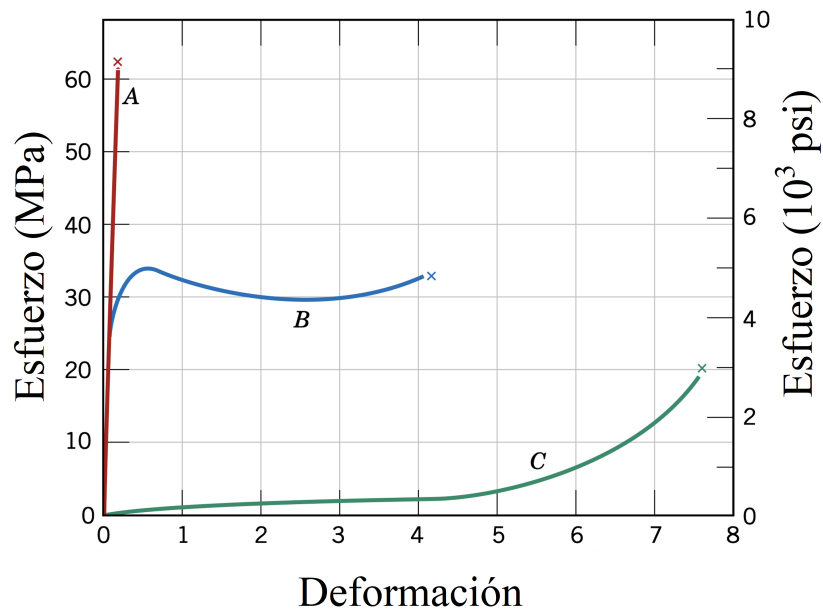


Figura 1.16: Gráficos esfuerzo deformación para materiales: frágiles A, plásticos B y elastómeros C. Modificado de [22].

Este tipo de diagramas para polímeros los vemos en la Fig. 1.16 donde se muestra como aumenta el esfuerzo con respecto a la deformación del material bajo la carga.

Existen tres comportamientos típicos en los gráficos esfuerzo-deformación de polímeros. La curva A representa un material frágil, el cual se fractura mientras se deforma elásticamente. La curva B representa un material plástico, donde la primera parte de su deformación es elástica, luego sigue una región donde experimenta una cedencia y por último, otra parte donde se observa una deformación plástica. Finalmente, la curva C presenta una deformación completamente elástica; los materiales que presentan este tipo de curvas se denominan elastómeros.

En esta prueba mecánica se realiza una flexión pura, es decir, se tiene un estado de esfuerzo uniaxial. Como podemos observar en la Fig. 1.17.

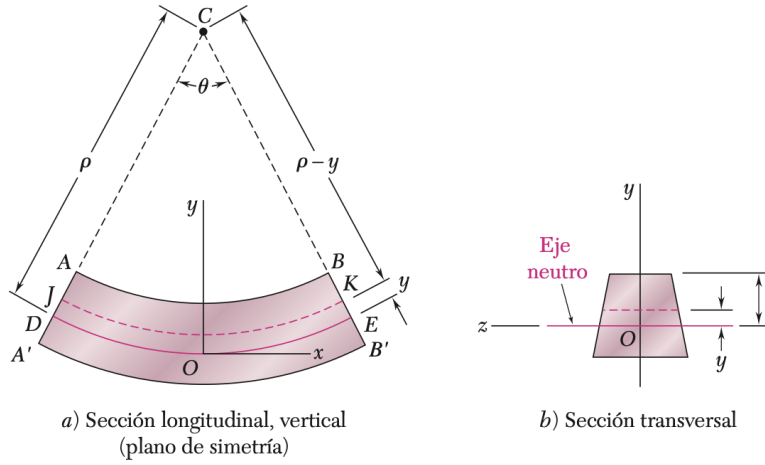


Figura 1.17: Esquema de flexión en barras. Tomado de [43].

La deformación y esfuerzo son negativos en la superficie de la probeta, ya que se ejerce una compresión, por otra parte, en la superficie inferior de la probeta son positivos, ya que se ejerce una tensión en este caso. De aquí se concluye que debería existir una superficie neutra paralela a las dos anteriores. Sabemos que la longitud del arco la podemos escribir como

$$L = \rho\theta \quad (1.10)$$

Si consideramos la longitud del arco flexionada tenemos ahora que

$$L' = (\rho - y)\theta \quad (1.11)$$

De manera que la deformación en este caso se considera como

$$\delta = L' - L = (\rho - y)\theta - \rho\theta = -y\theta \quad (1.12)$$

Considerando que la deformación unitaria en x es

$$\varepsilon_x = \frac{\delta}{L} = \frac{-y\theta}{\rho\theta} = -\frac{y}{\rho} \quad (1.13)$$

El valor absoluto de la deformación unitaria máxima ε_m ocurre cuando $y = c$, de manera que

$$\varepsilon_m = \frac{c}{\rho} \Rightarrow \varepsilon_x = -\frac{y}{c}\varepsilon_m \quad (1.14)$$

Multiplicando ambos lados por E y considerando la ecuación 1.9

$$\begin{aligned} E\varepsilon_x &= -\frac{y}{c}E\varepsilon_m \\ \sigma_x &= -\frac{y}{c}\sigma_m \end{aligned} \quad (1.15)$$

Integrando la ecuación con respecto al área

$$\int \sigma_x dA = - \int \frac{y}{c}\sigma_m dA \quad (1.16)$$

Ahora, considerando de la estática que la suma de las fuerzas o esfuerzos es 0 si no hay aceleración en ese eje, tenemos

$$\int \sigma_x dA = - \int \frac{y}{c}\sigma_m dA = -\frac{\sigma_m}{c} \int y dA = 0 \Rightarrow \int y dA = 0 \quad (1.17)$$

Esto significa que, en la flexión pura, con esfuerzos que permanecen en el rango elástico, el eje neutro pasa por el centroide de la sección [43].

Por otra parte, recordando que el momento se define como la fuerza por la distancia podemos escribir

$$\int (-y\sigma_x dA) = M \quad (1.18)$$

Sustituyendo de la ecuación 1.15

$$\begin{aligned} \int \left(-y \left(-\frac{y}{c}\sigma_m \right) dA \right) &= M \\ \frac{\sigma_m}{c} \int y^2 dA &= M \\ \frac{\sigma_m I}{c} &= M \end{aligned} \quad (1.19)$$

Sustituyendo los valores de M_{max} e I mencionados en las ecuaciones 1.8 y 1.6 respectivamente, y considerando que en el centroide $c = \frac{d}{2}$

$$\begin{aligned}
 \frac{\sigma_m \frac{bd^3}{12}}{\frac{d}{2}} &= \frac{pl}{4} \\
 \frac{\sigma_m 2bd^3}{12d} &= \frac{pl}{4} \\
 \frac{\sigma_m bd^2}{6} &= \frac{pl}{4} \\
 \sigma_m &= \frac{6pl}{4bd^2} \\
 \sigma_m &= \frac{3pl}{2bd^2}
 \end{aligned} \tag{1.20}$$

Así tenemos que el esfuerzo máximo que resiste un prisma rectangular sometido a flexión pura uniaxial es

$$\sigma_m = \frac{3pl}{2bd^2} \tag{1.21}$$

Ahora si analizamos la deformación vertical máxima que sufre la viga en el centro (deflexión δ) en el régimen elástico esta está relacionada con el módulo de Young. Partiendo de la ecuación de la curva elástica [43]

$$M(x) = \frac{d}{dx} \left(EI_f \frac{dy}{dx} \right) \tag{1.22}$$

Recordando el momento definido en 1.5

$$\begin{aligned}
 \int M(x) dx &= \left(EI \frac{dy}{dx} \right) \\
 \int \frac{px}{2} dx &= EI \frac{dy}{dx} \\
 \frac{px^2}{4EI} + C_1 &= \frac{dy}{dx} \\
 \int \left(\frac{px^2}{4EI} + C_1 \right) dx &= \int dy \\
 \frac{px^3}{12EI} + C_1 x + C_2 &= y
 \end{aligned}$$

Con las condiciones de que en $x = 0$ $y = 0$ y en $x = \frac{L}{2}$ $\frac{dy}{dx} = 0$

$$y(0) = \frac{p(0)^3}{12EI} + C_1(0) + C_2 = C_2 \Rightarrow C_2 = 0$$

$$\frac{dy}{dx} \Big|_{x=\frac{L}{2}} = \frac{p(\frac{L}{2})^2}{4EI} + C_1 = 0 \Rightarrow C_1 = -\frac{PL^2}{16EI}$$

De manera que la deflexión en y , con $x = \frac{L}{2}$ es

$$\begin{aligned} y &= \frac{P(\frac{L}{2})^3}{12EI} - \frac{PL^2}{16EI} \frac{L}{2} \\ y &= \frac{PL^3}{96EI} - \frac{PL^3}{32EI} \\ y &= \frac{PL^3}{48EI} \end{aligned}$$

Sustituyendo la inercia de la ecuación 1.8

$$y = \frac{PL^3}{48E \frac{bd^3}{12}}$$

La deflexión máxima δ de un prisma rectangular sometido a una carga uniaxial es

$$y = \frac{PL^3}{4Ebd^3} \quad (1.23)$$

Esta fórmula es de interés ya que con ella se obtiene el módulo de Young de un prisma rectangular, si conocemos sus dimensiones y la deflexión máxima que soporta.

1.7. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopía FTIR es una técnica analítica fundamental para la caracterización de materiales, ya que permite obtener información de grupos funcionales mediante la absorción de radiación infrarroja.

Todas las moléculas están conformadas por átomos unidos a través de enlaces químicos. Los movimientos de los átomos y de los enlaces químicos, pueden ser modelados por un sistema compuesto de resortes y masas en constante movimiento como lo podemos observar en la Fig. 1.18. Los resortes simulan los enlaces químicos y las masas a los átomos. Los principales tipos de vibraciones que aparecen en estos sistemas son: tensión y flexión. A su vez, hay dos tipos de vibración de tensión: simétrica y asimétrica, y la vibración de flexión tiene 4 tipos: tijereteo, balanceo, aleteo y torsión, como se muestra en la Fig. 1.19. La frecuencia de las vibraciones no solo

depende de la naturaleza de los enlaces por si mismos, también influyen las vibraciones la molécula entera y el entorno que la rodea [44]. La vibración de este sistema se considera un movimiento armónico simple. Partimos de considerar la fuerza del resorte, que sigue la ley de Hooke, expresada en 1.9

$$F = -ky \quad (1.24)$$

donde F es la fuerza restauradora del resorte, ya que tiene signo negativo, lo que significa que la fuerza va en dirección opuesta al desplazamiento, k es la constante del resorte y y es la distancia que se desplaza el resorte de su posición original. Ahora considerando la segunda ley de Newton

$$F = ma \quad (1.25)$$

Sustituyendo la aceleración como la segunda derivada de la posición respecto al tiempo $a = \frac{d^2y}{dt^2}$ y a su vez la fuerza en la ley de Hooke expresada en la ecuación 1.24 tenemos

$$m \frac{d^2y}{dt^2} = -ky \quad (1.26)$$

Entonces la ecuación diferencial a resolver es

$$\frac{d^2y}{dt^2} + \frac{ky}{m} = 0$$

Haciendo un cambio de variable $\omega^2 = \frac{k}{m}$ reescribimos la ecuación diferencial, obteniendo

$$\frac{d^2y}{dt^2} + \omega^2 y = 0$$

Que es una ecuación diferencial ordinaria de segundo orden lineal homogénea. Proponemos la solución en forma de senos y cosenos, correspondiente a este tipo de ecuación $y = A\cos(\omega t) + B\sin(\omega t)$. Si además consideramos las condiciones iniciales, es decir, en el tiempo $t = 0$ la posición inicial es la posición de equilibrio del resorte $y(0) = y_0$, además la velocidad es $y'(0) = 0$ tenemos

$$y(0) = A\cos(0) + B\sin(0) = A$$

$$\Rightarrow A = y_0$$

$$y(0) = -A\sin(0) + B\cos(0) = B$$

$$\Rightarrow B = 0$$

Teniendo la solución $y = A\cos(\omega t)$, donde A es la amplitud máxima de movimiento, en el oscilador armónico ω es la velocidad angular, pero en este contexto solo nos interesa la vibración del sistema, para esto consideramos la frecuencia natural del sistema ν_m como

$$\nu_m = \frac{\omega}{2\pi} \Rightarrow \omega = 2\pi\nu_m$$

De manera que la solución final es $y = A\cos(2\pi\nu_m t)$. Obteniendo la segunda derivada y sustituyendo en la ecuación 1.26 obtenemos

$$m(-4\pi^2\nu_m^2 A\cos(2\pi\nu_m t)) = -kA\cos(2\pi\nu_m t)$$

Despejando la frecuencia natural, tenemos que

$$\nu_m = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (1.27)$$

Si consideramos que la masa en este sistema es la compuesta por las dos masas que unen al resorte, consideramos la masa reducida $m = \mu$, donde

$$\mu = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2}$$

De manera que la frecuencia natural del sistema se obtiene con la fórmula de la ecuación 1.28

$$\nu_m = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k \cdot m_1 m_2}{m_1 + m_2}} \quad (1.28)$$

donde k es la constante de la fuerza de enlace químico, que es una medida de su rigidez. Para dobles enlaces como el mostrado en la Fig. 1.18 esta constante tiene un valor de $k = 1 \times 10^3 N/m$. Esta forma de analizar el sistema es completamente clásica. Si ahora consideramos las ecuaciones de onda de la mecánica cuántica, son similares, pero están cuantizadas, podemos expresar E como

$$E = \left(\nu + \frac{1}{2}\right) \frac{h}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \quad (1.29)$$

El término $\frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}} = \nu_m$ lo podemos sustituir en esta energía, obteniendo

$$E = \left(\nu + \frac{1}{2}\right) h\nu_m \quad (1.30)$$

Para que se pueda producir una transición entre los niveles de energía vibracionales, es necesario que haya una absorción de energía de radiación que cause una variación del dipolo y ésta coincida con la diferencia de niveles de energía ΔE . Los niveles permitidos son aquellos donde ν tome valores enteros. Si probamos en el estado fundamental, es decir, $\nu = 0$, la promoción al primer estado excitado es $\nu = 1$, de manera que

$$\Delta E = \frac{3h\nu_m}{2} - \frac{h\nu_m}{2} = h\nu_m. \quad (1.31)$$

Así tenemos que la frecuencia de radiación que producirá el cambio al siguiente nivel permitido es la frecuencia de vibración clásica del enlace ν_m . Considerando que el número de onda es directamente proporcional a la frecuencia e inversamente proporcional a la velocidad del haz, en este caso al ser luz, se utiliza el valor de la velocidad de la luz c

$$\bar{\nu} = \frac{\nu_m}{c}$$

Finalmente la frecuencia de la onda necesaria para producir cambios en los enlaces presentes en una molécula, queda definida como

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi \cdot c} \sqrt{\frac{k \cdot m_1 m_2}{m_1 + m_2}} \quad (1.32)$$

Este modelo es útil ya que las moléculas tienen un momento dipolar, que depende directamente de la magnitud de la diferencia de carga y la distancia entre los dos centros de carga, al tensarse o flexionarse, esas distancias se modifican, lo que produce una variación en el momento dipolar. Ese cambio en su momento dipolar fluctúa, produciendo un campo que interactúa con el campo eléctrico de la radiación. Si la frecuencia de vibración natural de la molécula es exactamente la frecuencia de radiación, se absorbe radiación, lo cual incrementa la amplitud de la vibración molecular y a su vez la interacción con el campo eléctrico asociado a la radiación.

La radiación infrarroja tiene un rango de longitudes de onda de 0.78 a 1000 μm o un número de onda que varía entre 10 y 12800 cm^{-1} . El espectro infrarrojo se divide en tres regiones: cercana, con número de onda 12800 a 4000 cm^{-1} ; media, 4000 a 200 cm^{-1} y lejana, de 200 a 10 cm^{-1} [45]. El número de onda es el recíproco de la longitud de onda, la expresamos en cm^{-1}

$$\bar{\nu} = \frac{1}{\lambda} \quad (1.33)$$

La técnica FTIR emplea un interferómetro para analizar simultáneamente todas las longitudes de onda emitidas por una fuente policromática. Esto permite obte-

ner un espectro completo en un tiempo significativamente menor, generalmente en cuestión de segundos.

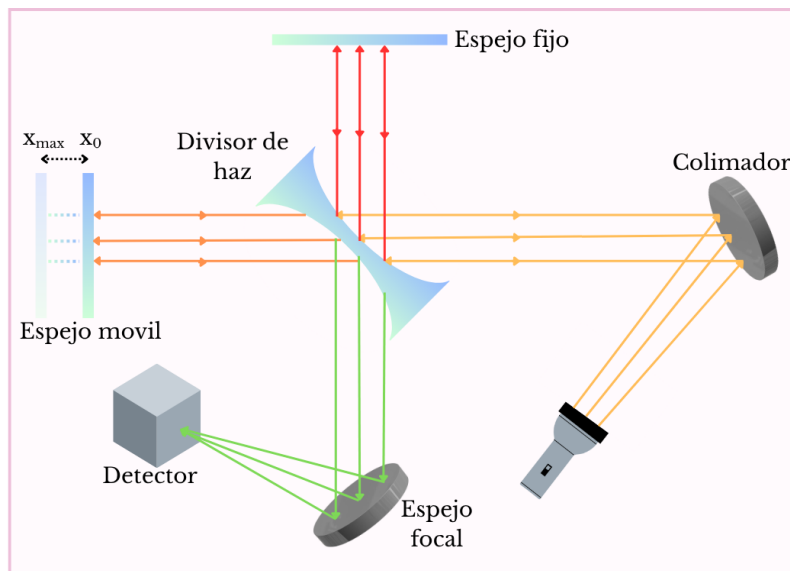


Figura 1.20: Diagrama del funcionamiento de la espectroscopía FTIR.

El funcionamiento básico del FTIR puede comprenderse analizando primero un haz monocromático. Este se divide en dos brazos ópticos mediante un divisor de haz, uno dirigido hacia un espejo fijo y otro hacia un espejo móvil. Ambos haces son reflejados de regreso y se recombinan en el detector como se puede observar en la Fig. 1.20. La interferencia resultante dependerá de la diferencia de caminos ópticos, generando patrones constructivos o destructivos detectados como un interferograma. Si los brazos son equidistantes, los haces interfieren constructivamente; en cambio, si el espejo móvil se desplaza $\frac{1}{4}\lambda$, el haz reflejado por este estará desfasado en $\frac{1}{2}\lambda$, generando interferencia destructiva.

Cuando el espejo móvil oscila de manera periódica dentro de una distancia $\Delta x_{\max}$, la intensidad detectada varía periódicamente entre máximos y mínimos de interferencia. La señal resultante es una función cosenoidal de la posición del espejo, la cual se procesa matemáticamente mediante una transformada de Fourier para obtener la intensidad en función del número de onda (k) o frecuencia (ν).

En el caso de una fuente policromática, cada frecuencia emite su propia función cosenoidal de interferencia. Así, el interferograma total es la superposición de todas

estas funciones. La transformada de Fourier computarizada descompone el interferograma en cada frecuencia particular, generando el espectro de absorción característico o “huella digital” de cada sustancia como se puede ver en la Fig. 1.21. Este análisis se fundamenta en la relación

$$I(x) = \int_0^{\infty} B(k)[1 + \cos(kx)] dk$$

donde $B(k)$ es la función espectral de la fuente, y su transformada inversa permite obtener la distribución de intensidades como función de k

$$B(k) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} F(x)e^{ikx} dx$$

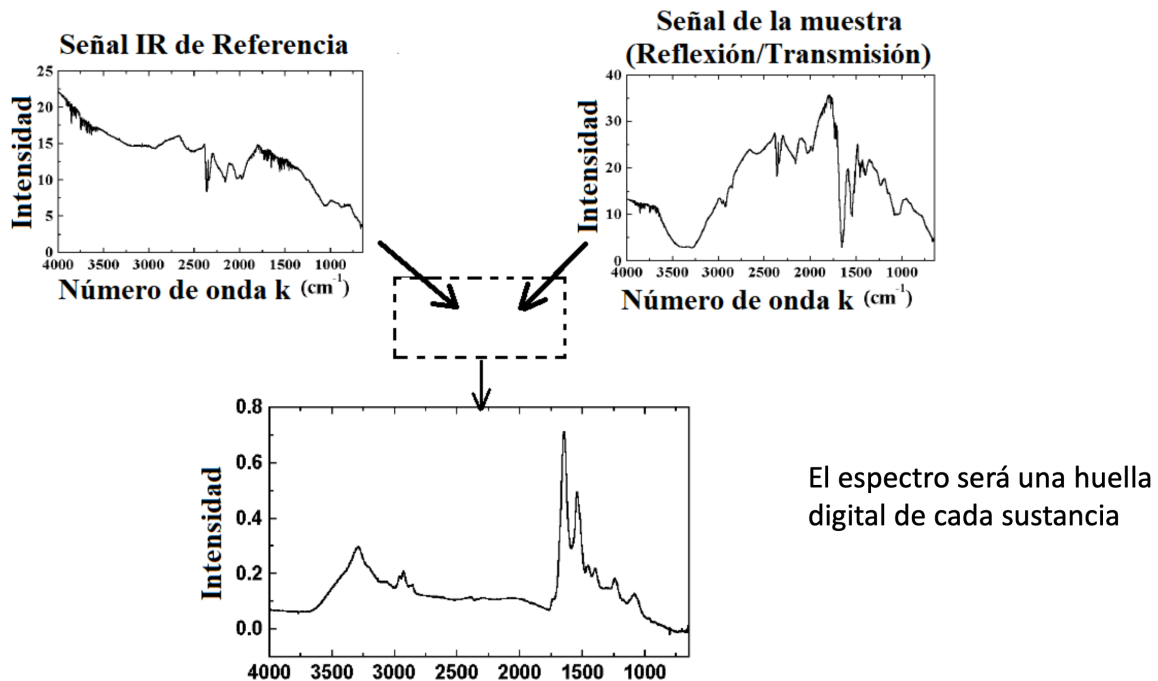


Figura 1.21: Procedimiento de tratamiento de datos en la espectroscopía. Tomada de [46].

En la práctica, el procedimiento experimental requiere una calibración inicial con un haz monocromático visible (por ejemplo, láser He-Ne) para alinear los espejos

y definir la posición de equidistancia, debido a que la radiación IR no es visible. Posteriormente, el espejo móvil se desplaza de manera controlada para generar el interferograma, siendo crucial evitar vibraciones ambientales, pues los desplazamientos involucrados son del orden de micrómetros. Asimismo, se debe purgar el entorno experimental porque el aire absorbe intensamente en regiones como 3800 cm^{-1} , lo cual podría interferir con la medición de la muestra.

La resolución de un espectro FTIR está limitada por dos factores principales: el desplazamiento máximo Δx del espejo móvil y la digitalización de los datos. Matemáticamente, la diferencia mínima resoluble entre dos frecuencias ν_1 y ν_2 está dada por

$$|\nu_2 - \nu_1| \approx \frac{1}{\Delta x}$$

El estudio de FTIR aplicado a resinas dentales cuantifica el porcentaje de conversión de dobles enlaces a enlaces sencillos, a partir de una comparación entre los dobles enlaces $C = C$ presentes antes y después de polimerizar [5].

El campo de estudio de polímeros, específicamente de resinas dentales tiene muchas formas de incidir o abordar los problemas evidentes, por ejemplo disminuir la contracción volumétrica durante la reacción de polimerización, aumentar las propiedades mecánicas y mejorar las propiedades ópticas, etc. Muchas investigaciones se centran en la síntesis de nuevos monómeros [47], la utilización de diferentes tipos de fotoiniciadores [48], el uso de distintos tipos de luz [4] o distintos rellenos [49], la forma de obtener las resinas dentales o la biocompatibilidad, entre otras cuestiones. Sin embargo, otra área de oportunidad es analizar productos comerciales bajo algunos cambios en la forma que se lleva a cabo la reacción de polimerización.

Capítulo 2

Metodología Experimental

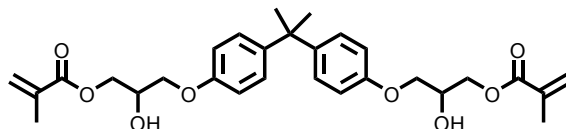
En este capítulo se presenta de manera detallada la metodología que se siguió para formular y medir las propiedades de las resinas dentales estudiadas en este trabajo. El propósito principal es describir paso a paso cada procedimiento empleado, de forma que se garantice la reproducibilidad de los experimentos realizados y se comprenda claramente el enfoque adoptado para cumplir con los objetivos de esta investigación. En la primera sección se expone la composición química de las resinas dentales, especificando los porcentajes en masa de cada componente, así como la naturaleza de los monómeros, relleno y sistema fotoiniciador empleado en las formulaciones. Se explica además la metodología de mezclado y la preparación de las muestras, desde el pesaje preciso de los reactivos hasta la homogenización de la mezcla y su fotopolimerización, considerando los parámetros necesarios para la obtención de especímenes adecuados para los distintos ensayos. De este modo, se proporciona un panorama completo sobre la preparación de las resinas, enfatizando su estructura y composición desde el punto de vista químico, con el fin de entender mejor los resultados. Por otro lado, en la segunda sección se describe de manera exhaustiva el proceso de diseño y construcción de la máquina de ensayos mecánicos utilizada en el presente estudio. Dado que no se contaba con un equipo comercial disponible para la realización de pruebas en probetas de resina con las dimensiones requeridas y los rangos de carga necesarios, se optó por la construcción de un sistema propio. Esta sección aborda aspectos relacionados con la selección de los componentes electrónicos, el diseño de la estructura mecánica, el proceso de calibración de los sensores y la programación del sistema de adquisición de datos y la interfaz de usuario para el registro y análisis de los resultados experimentales. Se profundiza particularmente en la validación de los sensores de carga y desplazamiento, asegurando la precisión y confiabilidad de las mediciones. Finalmente, se describe la implementación de la

programación que permitió la operación automatizada del equipo y el procesamiento de los datos recolectados durante los ensayos.

2.1. Formulación de las Resinas Dentales Compuestas

2.1.1. Monómeros

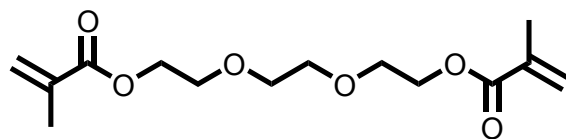
La matriz orgánica de las resinas dentales esta constituida por dos monómeros base, el bisfenol-A-glicidil dimetacrilato (BisGMA) y el trietilenglicol dimetacrilato (TEGDMA). El BisGMA tiene en su estructura dos anillos aromáticos, lo que le confiere una alta viscosidad. Esta estructura proporciona estabilidad y resistencia a la resina, como se ilustra en la figura 2.1. Además, el BisGMA posee dos dobles enlaces $C = C$ terminales, a través de los cuales se lleva a cabo la reacción de polimerización en cadena mediante radicales libres. Para la formación de una red entrecruzada, es imprescindible la presencia de al menos dos dobles enlaces terminales.



BisGMA

Figura 2.1: Estructura química del BisGMA.

La estructura del TEGDMA, como se muestra en la Fig. 2.2, carece de anillos aromáticos, lo que le confiere una alta fluidez y menor viscosidad que el BisGMA. Además, este monómero posee dos dobles enlaces $C = C$ terminales, permitiéndole copolimerizar con el BisGMA. La combinación de ambos monómeros da lugar a propiedades mejoradas en comparación con las características individuales de cada uno.



TEGDMA

Figura 2.2: Estructura química del TEGDMA.

2.1.2. Sistema fotoiniciador

El sistema fotoiniciador de las resinas dentales está compuesto por la canforquinona como iniciador y el dimetilamino benzoato de etilo EDAB como co-iniciador. El sistema iniciador genera radicales libres con energía producida por luz azul (450 nm). Siguiendo el mecanismo esquematizado en la Fig 2.3. El proceso empieza cuando el fotón de energía $h\nu$ rompe homolíticamente el doble enlace en la canforquinona, generando el primer radical libre, un electrón es abstraído del nitrógeno N del EDAB, dejando el oxígeno de la canforquinona con una carga formal negativa. Posteriormente se lleva a cabo una segunda ruptura homolítica entre el hidrógeno H y el carbono C, generando un radical en el carbono alfa al nitrógeno que es más estable que el radical de la canforquinona, lo que proporciona mayor tiempo de vida para iniciar la reacción de polimerización.

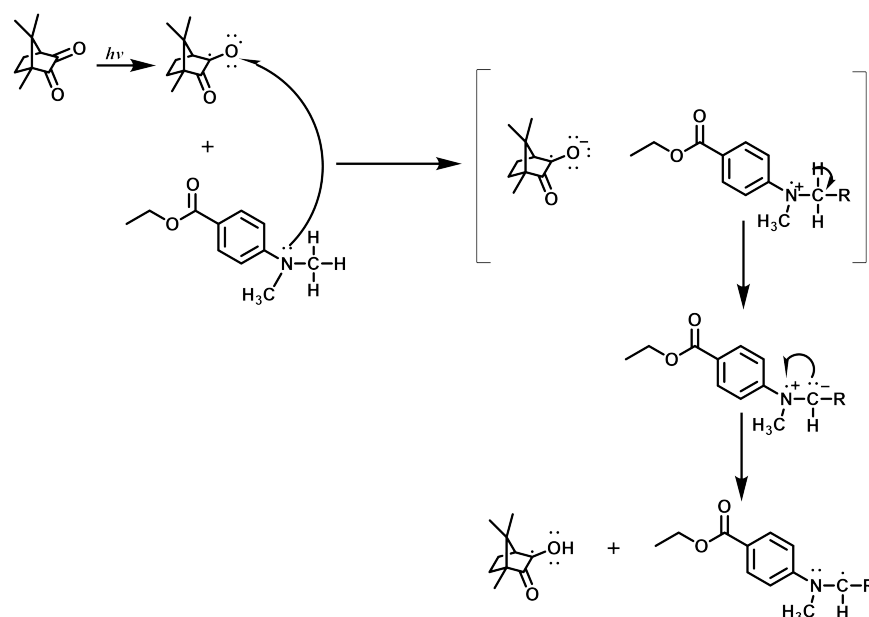


Figura 2.3: Generación de radicales libres con luz azul.

Los radicales libres son especies químicas altamente reactivas por tener un electrón libre y su tiempo de vida media es relativamente corto. Los radicales libres reaccionan con el doble enlace terminal $C=C$ de los monómeros, y se forma la red tridimensional por los dobles enlaces de sus extremos. El mecanismo se puede ver en la Fig. 2.4. El Primer radical formado en la Fig. 2.3 rompe homolíticamente el doble

enlace $C = C$, que se convierte en un alcano, dejando el radical libre en el carbono contiguo. Esta nueva especie química se llama macroradical, el macroradical llevará a cabo el mismo proceso con otro monómero, ya sea BisGMA o TEGDMA ya que ambos contienen dobles enlaces $C = C$ terminales, este mecanismo se repite n-veces, que es la etapa de propagación. Para finalizar la reacción se necesita la unión de dos radicales libres al mismo tiempo así terminar con los radicales libres presentes en la reacción.

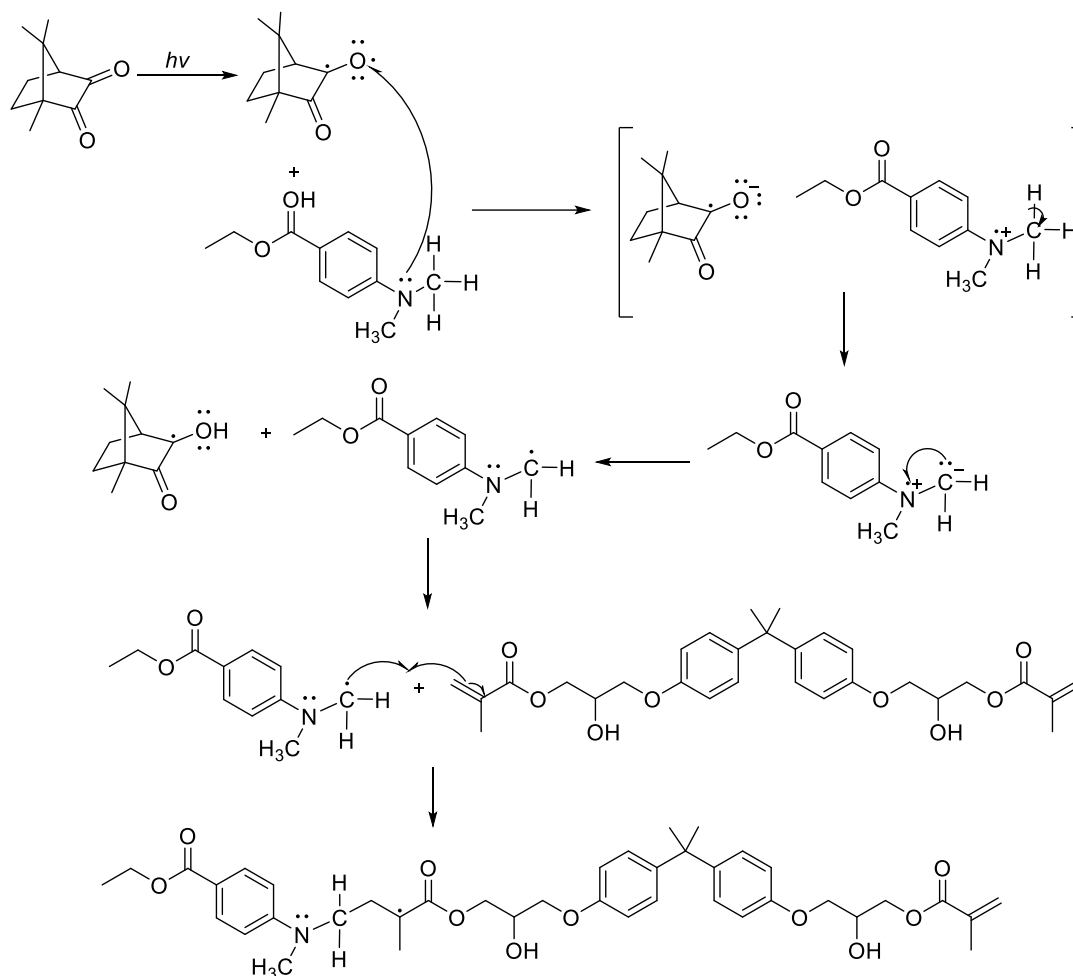


Figura 2.4: Mecanismo de polimerización vía radicales libres.

Para que la resina dental compuesta se ajuste a la norma [1], las proporciones se

utilizan como sigue:

- Matriz orgánica 35 % en peso
 - Bisfenol-A-glicerolato dimetacrilato (BisGMA) 70 % en peso
 - Trietilenglicol dimetacrilato (TEGDMA) 30 % en peso
 - Dimetilamino benzoato de etilo (EDAB) 1 % en peso
 - Canforquinona 0.5 % en peso
- Relleno inorgánico 65 % en peso
 - Óxido de Silicio SiO_2 (de tamaño micrométrico) 100 % en peso

Esta formulación se utilizó para las probetas cuyo proceso de polimerización se inició a diferentes intensidades de luz azul.

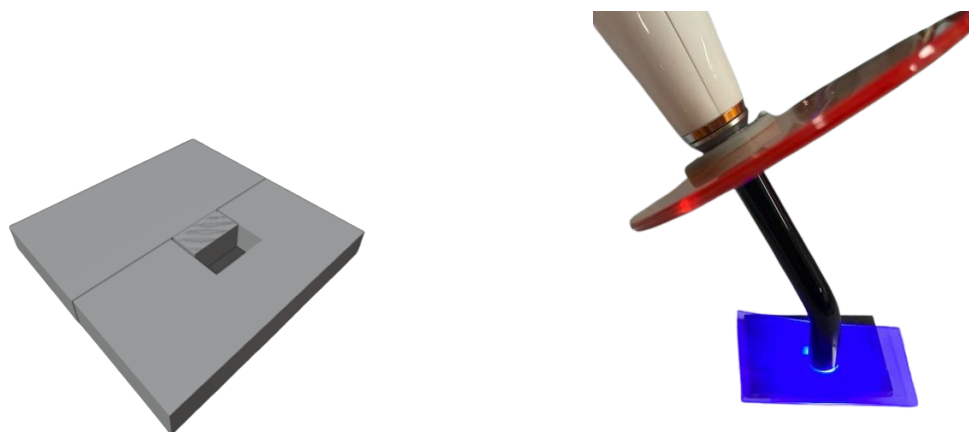
La siguiente formulación se realizó para probetas donde agregamos un porcentaje de relleno de tamaño nanométrico, la adición de relleno nanométrico entre cada probeta fue de 1 % como se muestra en la lista.

- Matriz orgánica 35 % en peso
 - Bisfenol-A-glicerolato dimetacrilato (BisGMA) 70 % en peso
 - Trietilenglicol dimetacrilato (TEGDMA) 30 % en peso
 - Dimetilamino benzoato de etilo (EDAB) 1 % en peso
 - Canforquinona 0.5 % en peso
- Matriz inorgánica 65 % en peso
 - Óxido de Silicio SiO_2 (de tamaño micrométrico) 99 % a 91 % en peso
 - Óxido de Silicio SiO_2 (de tamaño nanométrico) 1 % a 9 % en peso

En el proceso de formulación de las resinas dentales compuestas, los reactivos son mezclados utilizando un vidrio de reloj como recipiente. Inicialmente, se incorporan los fotoiniciadores junto con la matriz orgánica, asegurando que ambos componentes se integren completamente hasta alcanzar una homogeneidad total en la solución. Este paso es crucial para garantizar una distribución uniforme de los monómeros y los iniciadores.

Una vez obtenida la mezcla homogénea, se procede a la incorporación gradual de la matriz inorgánica. Este procedimiento debe realizarse de manera controlada y en pequeñas cantidades, permitiendo una adecuada dispersión del relleno inorgánico dentro de la solución sin comprometer la estabilidad de la formulación.

Posteriormente, cuando todos los componentes han sido integrados de manera óptima y se ha alcanzado una consistencia uniforme en la mezcla, se vierten en conformadores de acero inoxidable como el de la Fig. 2.5 (a) diseñados específicamente para dar forma y estabilidad a las muestras durante el proceso de curado. A continuación, las muestras son sometidas a irradiación con luz azul, aplicada de manera directa sobre su superficie como lo vemos en la Fig. 2.5 (b). Este proceso de exposición a la luz se lleva a cabo durante un período de 20 segundos por cada lado de la muestra, asegurando que la fotopolimerización se desarrolle de manera eficiente y uniforme en toda su estructura, los conformadores pueden tener las dimensiones que se requieran para las distintas pruebas que se les realicen.



(a) Conformador para resinas.

(b) Forma de polimerización de las resinas.

Figura 2.5: Polimerización de resinas y conformador.

2.2. Máquina de Ensayos Mecánicos

Una máquina de ensayos mecánicos nos ayuda a medir el Modulo de Young y el esfuerzo mecánico que resiste una muestra antes de romperse. La idea principal de realizar una máquina surge de la necesidad de medir estas propiedades con exactitud y en un equipo que se pueda utilizar en el laboratorio de Física Avanzada.

2.2.1. Selección de materiales

Los materiales utilizados para la máquina fueron:

- Actuador de etapa larga.
- Motor paso a paso
- Controlador digital de motores de paso DM542T
- Sensor de posición KTC-100-L
- Sensor de fuerza (5 kg) Inskape (DXF)
- Tarjeta de adquisición de datos (DAQ) National Instruments
- Controlador de voltaje
- Mordazas para prueba de 3 puntos
- Programa LabView

2.2.2. Fuente de alimentación

Los sensores y el actuador requieren alimentación mediante corriente directa (DC), dado que la instalación eléctrica proporciona corriente alterna (AC) a 120 V. Por ello, fue necesario diseñar un circuito que suministrara el voltaje adecuado para los sensores. Para este propósito, se utilizó un transformador de 30 V y 3 A con el fin de reducir el voltaje de la instalación. Posteriormente, la señal fue rectificada mediante un puente de diodos para obtener corriente directa, ya que la salida del transformador también es de corriente alterna. Con el apoyo de un capacitor de 50 V y 220 μF , se logró estabilizar la señal continua a 20 V.

El actuador de etapa larga se alimenta con 15 V; para ajustar el voltaje, se empleó un módulo regulador de alimentación LM2596, este módulo se puede regular a través de un potenciómetro interno, de esta forma podemos tener distintos voltajes de salida. Asimismo, el sensor de fuerza, que opera a 15 V, se conectó en paralelo con otro módulo LM2596. Finalmente, el sensor de posición fue alimentado con 10.2 V mediante un tercer módulo LM2596, igualmente conectado en paralelo. El diagrama se puede observar en la figura 2.6.

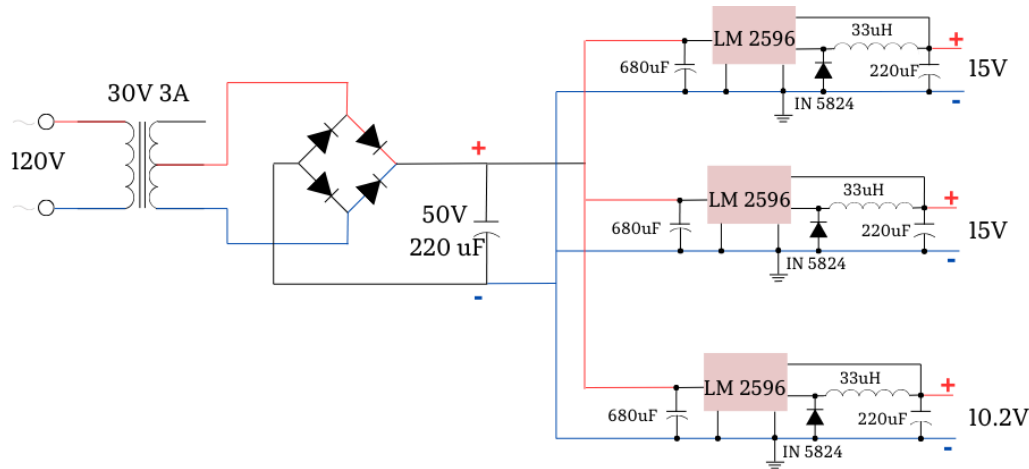


Figura 2.6: Diagrama del circuito de alimentación.

2.2.3. Calibración de sensores

2.2.3.1. Sensor de Fuerza

La medición precisa de la fuerza constituye un aspecto fundamental en el análisis de materiales dentales. Para garantizar una cuantificación exacta, se empleó un sensor de fuerza de 5 kg, específicamente el modelo Inskape (DXF), el cual ofrece una precisión del 0.5 %*F.S* (Full Scale, por sus siglas en inglés, significa que el porcentaje de error es con respecto al valor máximo de su rango de medición), contemplando factores como linealidad, histéresis y repetibilidad.

En cuanto a la sensibilidad del dispositivo, esta se especifica en $2.0 \pm 10\%$ mV/V, lo que asegura una respuesta adecuada frente a las variaciones de carga aplicadas. El sensor fue alimentado con una fuente de 15 V DC, proporcionando la energía necesaria para su correcto funcionamiento y estabilidad operativa. Para llevar a cabo

el proceso de calibración, se empleó un sensor de fuerza de alta resolución de la marca PASCO, modelo PS-2189, el cual sirvió como referencia para la verificación y ajuste de las mediciones que se muestran en la Fig. 2.7. Este procedimiento de calibración permitió establecer una correlación precisa entre la fuerza aplicada y la señal eléctrica generada por el sensor, asegurando la confiabilidad de los datos para futuras evaluaciones y análisis en el contexto de las propiedades mecánicas de las resinas dentales.

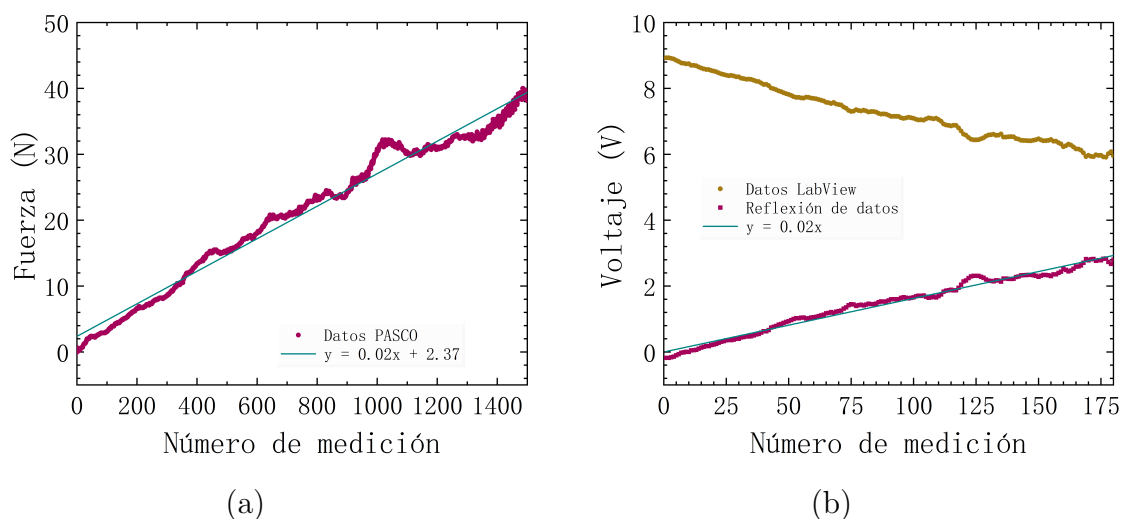


Figura 2.7: Gráficas para calibrar el sensor de fuerza comparando la medición obtenida un intervalo de mediciones (a) obtenidas con PASCO y (b) obtenidas con LabView y haciendo una reflexión de estos últimos, para mostrar la tendencia en perspectiva con (a).

La cantidad de datos que tenemos de PASCO es de 1536 datos mientras que de LabView tenemos 181. Por lo que ocuparemos como constante de calibración el factor $(\frac{1536}{181})$. Además para que tengan una tendencia similar los datos de LabView a la de los datos de Pasco es necesario hacer una reflexión de los mismos. Es decir

$$y'_L = (8.75 - y_L) \left(\frac{1536}{181} \right) \quad (2.1)$$

Así tenemos

$$y_P = (0.02 \pm 8.67 \times 10^{-5})x + (2.37 \pm 0.07) \quad (2.2)$$

$$y'_L = (0.01 \pm 1.68 \times 10^{-4})x \quad (2.3)$$

Como necesitamos una función para y_P en la que dependa unicamente de y_L , despejamos x de la ec. 2.3 y la reescribimos con su valor dado en la ec. 2.1

$$\begin{aligned} x &= \frac{y'_L}{0.01 \pm 1.68 \times 10^{-4}} \\ &= \frac{8.75 - y_L}{0.01 \pm 1.68 \times 10^{-4}} \left(\frac{1536}{181} \right) \\ &= (4564.57 \pm 47.40) - (521.58 \pm 5.41)y_L \end{aligned} \quad (2.4)$$

Sustituyendo en la ec. 2.2. y simplificando

$$\begin{aligned} y_P &= 0.02 \pm 8.67 \times 10^{-5} ((4564.57 \pm 47.40) - (521.58 \pm 5.41)y_L) + 2.37 \pm 0.07 \\ y_P &= (112.65 \pm 1.57) - (12.87 \pm 0.17)y_L + (2.37 \pm 0.07) \\ y_P &= -(12.87 \pm 0.17)y_L + (115.02 \pm 1.64) \end{aligned} \quad (2.5)$$

Con este ajuste para los datos de Labview podemos alcanzar una buena precisión, que intentando graficar los datos bajo la misma escala obtenemos la grafica de la Fig. 2.8.

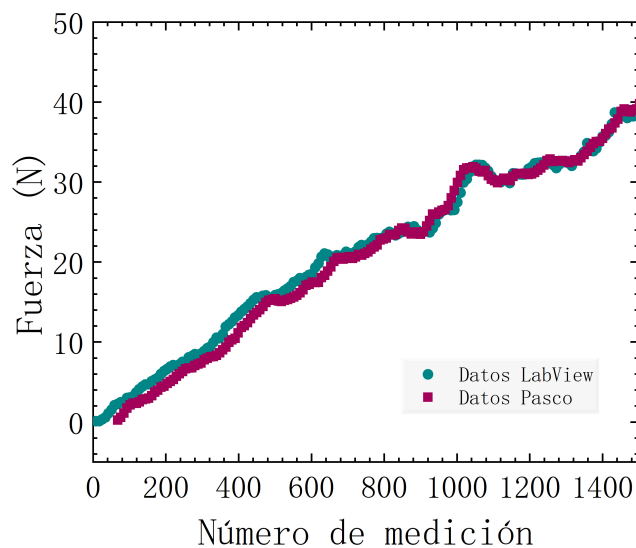


Figura 2.8: Datos obtenidos de LabView con la calibración dada en la ec. 2.5 comparados con los datos de PASCO.

2.2.3.2. Sensor de posición

El sensor de posición modelo KTC-100-L fue alimentado mediante una fuente de corriente continua (DC) con un voltaje de 15V, asegurando una operación estable y precisa del dispositivo. Para llevar a cabo el proceso de calibración, se empleó un vernier como herramienta de medición, permitiendo determinar con exactitud la posición del sensor.

El registro de los valores de voltaje generados por el sensor fue efectuado utilizando una tarjeta de adquisición de datos DAQ NI USB-6001, la cual facilitó la captura de las señales eléctricas producidas en respuesta a los cambios de posición. Posteriormente, los datos obtenidos fueron procesados y analizados, permitiendo visualizar y evaluar el comportamiento del sensor en distintas condiciones de operación. Como resultado de este procedimiento de calibración, se obtuvo la curva característica mostrada en la Fig. 2.9, la cual describe la relación entre la posición del sensor y el voltaje medido.

$$y = (-22.91 \pm 0.14)x + (232.64 \pm 1.32) \quad (2.6)$$

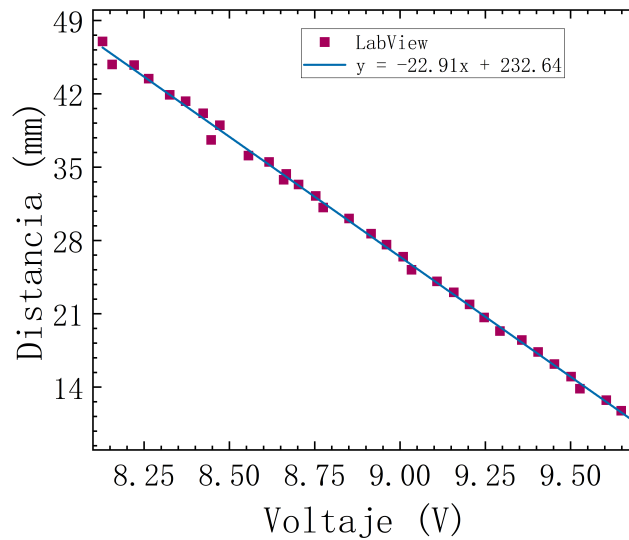


Figura 2.9: Datos obtenidos de LabView y su respectiva curva de calibración con $R^2 = 0.99854$.

2.2.4. Diseño de las mordazas

En el ensayo de tres puntos, las mordazas fueron diseñadas y fabricadas utilizando aluminio. El proceso de ensamblaje se llevó a cabo mediante el uso de tornillos, asegurando una fijación robusta al actuador, lo que garantiza estabilidad durante la ejecución de las pruebas. Adicionalmente, se estableció que las mordazas inferiores debían ser móviles, permitiendo la adaptación a distintos largos de probetas. Esta característica asegura una mayor versatilidad en los ensayos, posibilitando la evaluación de muestras con dimensiones variadas. El diseño detallado de las mordazas se encuentra esquematizado en la Fig. 2.10, proporcionando una visión clara de su estructura y funcionalidad.

Con el sensor de posición se mide la deflexión máxima de la probeta, este valor nos interesa para calcular el módulo de Young, pero en los gráficos de esfuerzo-deformación necesitamos conocer la deformación ε . Para ello se calcula la deformación partiendo de la deformación normal de una distancia y del eje.

$$\varepsilon = \frac{y}{\rho} \quad (2.7)$$

Esta es máxima cuando $y = c = \frac{d}{2}$, además renombrando $\frac{1}{\rho} = \kappa$ como la curvatura, tenemos

$$\varepsilon_{max} = \frac{c}{\rho} = c\kappa \quad (2.8)$$

De la ecuación 1.22, que podemos reescribir como

$$\frac{M}{EI} = \kappa \quad (2.9)$$

Sustituyendo M por M_{max} de la ecuación 1.6 y k por k_{max}

$$\begin{aligned} \kappa_{max} &= \frac{M_{max}}{EI} \\ \kappa_{max} &= \frac{PL}{4EI} \end{aligned} \quad (2.10)$$

Por otra parte, tenemos que la deformación δ es la ecuación 1.14, despejando $\frac{P}{EI}$.

$$\begin{aligned}\kappa_{max} &= \frac{PL}{4EI} \\ \kappa_{max} &= \frac{L}{4} \frac{48\delta}{L^3} \\ \kappa_{max} &= \frac{12\delta}{L^2} \\ \frac{\varepsilon_{max}}{c} &= \frac{12\delta}{L^2}\end{aligned}\tag{2.11}$$

$$\begin{aligned}\frac{2\varepsilon_{max}}{d} &= \frac{12\delta}{L^2} \\ \varepsilon_{max} &= \frac{12d\delta}{2L^2} \\ \varepsilon_{max} &= \frac{6d\delta}{L^2}\end{aligned}\tag{2.12}$$

Esta deformación es la que grafica la máquina de ensayos mecánicos junto con el esfuerzo obtenido de la ecuación 1.21.

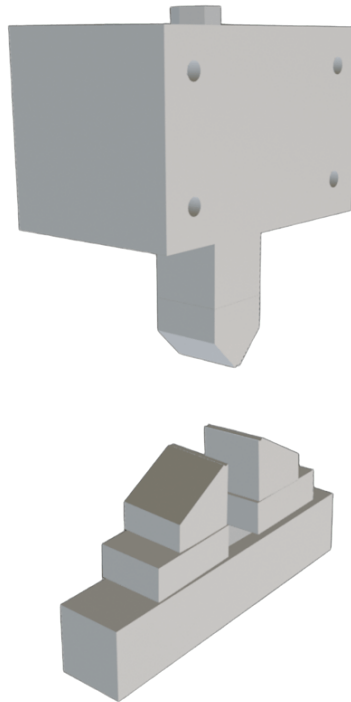


Figura 2.10: Modelo de mordazas en 3D.

2.2.5. Diseño de la máquina final

El diseño de la caja contenedora del circuito de la máquina fue desarrollado con un enfoque en la funcionalidad, durabilidad y seguridad del sistema. Para su fabricación, se seleccionó acrílico de 5 mm de espesor, un material que proporciona una estructura resistente y ligera, además de ofrecer propiedades de aislamiento eléctrico favorables para la protección de los componentes internos.

Con el objetivo de facilitar el acceso y garantizar la operatividad del sistema, se dispusieron espacios estratégicamente diseñados dentro de la estructura. En primer lugar, se dejó una apertura específica para la correcta colocación y accesibilidad del botón de encendido, permitiendo una activación sencilla y segura del mecanismo. Asimismo, se consideró la necesidad de ventilación para el transformador, con el propósito de disipar el calor generado durante el funcionamiento y evitar posibles sobrecalentamientos que pudieran comprometer la integridad de los elementos electrónicos. Además, se contempló el correcto desempeño de las mordazas, asegurando que la caja contenedora no interfiriera con su operatividad. Se diseñaron espacios libres y adecuados para posibilitar la movilidad de las mordazas, lo que permite que cumplan eficazmente su función dentro del sistema de prueba. Esto garantiza que las probetas puedan ser sujetadas y manipuladas con precisión durante los ensayos mecánicos.

El diseño final de la caja contenedora se presenta en la Fig. 2.11, en la cual se pueden visualizar las características estructurales y la disposición de los elementos mencionados.

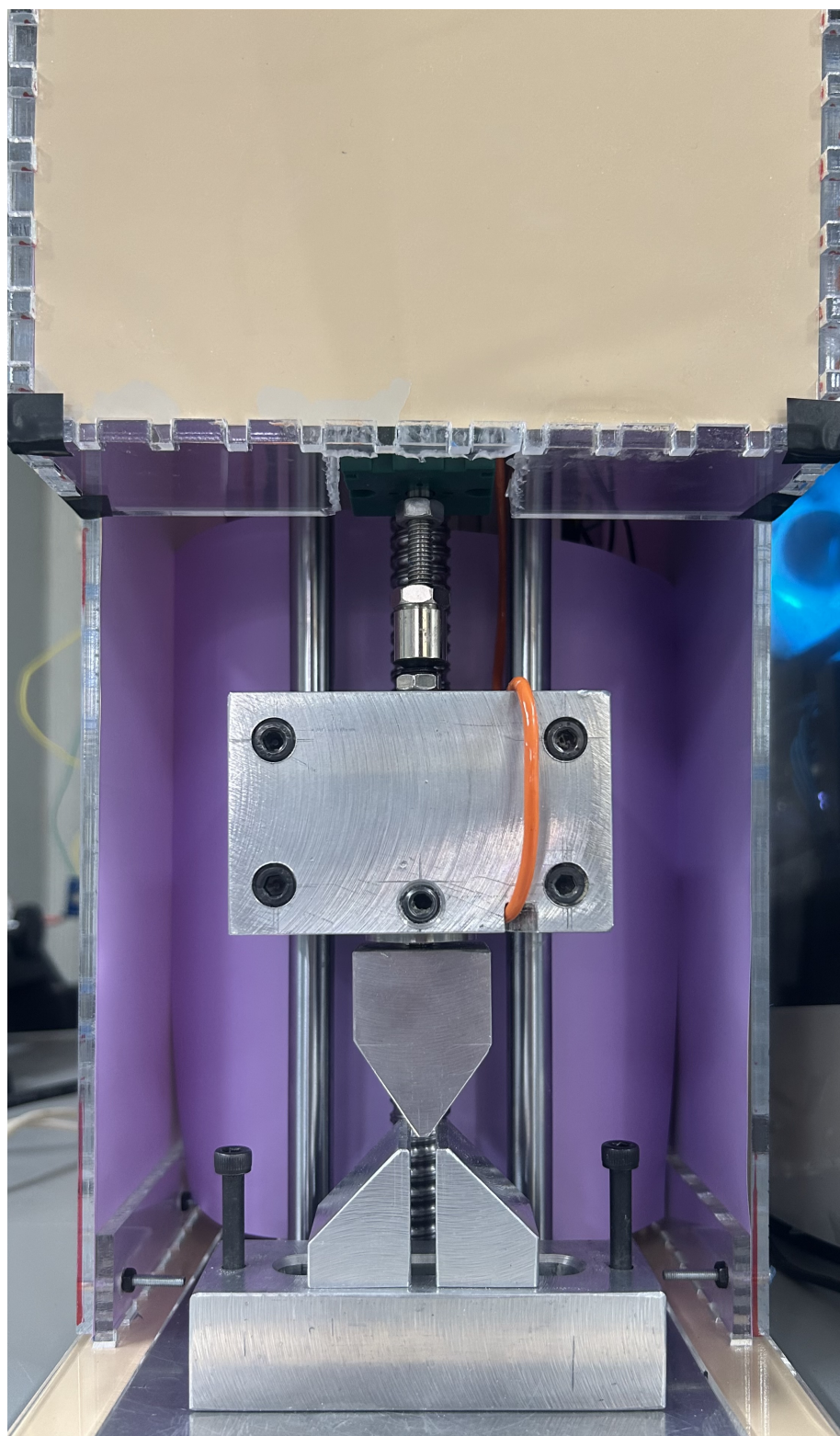


Figura 2.11: Máquina de ensayos mecánicos.

2.2.6. Interfaz de LabView

El diseño y construcción de la interfaz de LabVIEW se llevó a cabo con el propósito de optimizar la gestión de datos en los ensayos experimentales. Uno de los elementos fundamentales considerados en el diseño fueron las dimensiones de las probetas empleadas en cada corrida experimental. Dado que las muestras utilizadas pueden variar en tamaño dependiendo de los requerimientos de la prueba, la interfaz fue programada para aceptar estos datos como entrada. Otro aspecto clave incorporado en la interfaz es la posibilidad de asignar nombres específicos a los archivos de salida. Esta funcionalidad garantiza una adecuada organización y almacenamiento de los datos obtenidos, facilitando su posterior consulta, análisis y comparación.

Asimismo, se integró en la interfaz la opción de establecer la frecuencia de la señal aplicada al actuador, dado que este parámetro influye directamente en el comportamiento de la prueba y en la respuesta del sistema mecánico. El diseño de esta interfaz, mostrada en la Fig. 2.12 responde a la necesidad de contar con una herramienta intuitiva, flexible y eficiente para la gestión de parámetros en los ensayos experimentales, asegurando la recopilación precisa de datos y el adecuado funcionamiento del sistema.

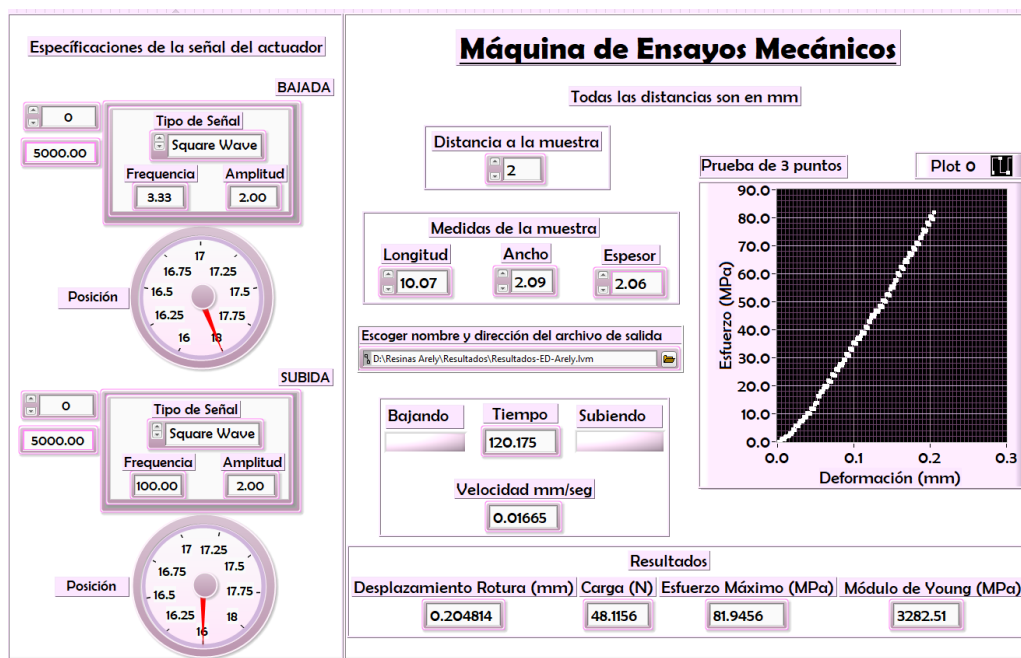


Figura 2.12: Interfaz de LabView.

2.3. Transmisión de luz

Para medir la transmisión de luz de las resinas dentales como propiedad óptica se utilizó un láser de Helio-Neón y un sensor de PASCO PS2106. Se colocó como se esquematiza en la Fig. 2.13. Se midió primero cuál era la intensidad de la luz del láser y se marcó como el control; posteriormente se midió de la misma forma, pero interponiendo una placa delgada de resina de aproximadamente 0.15 mm.

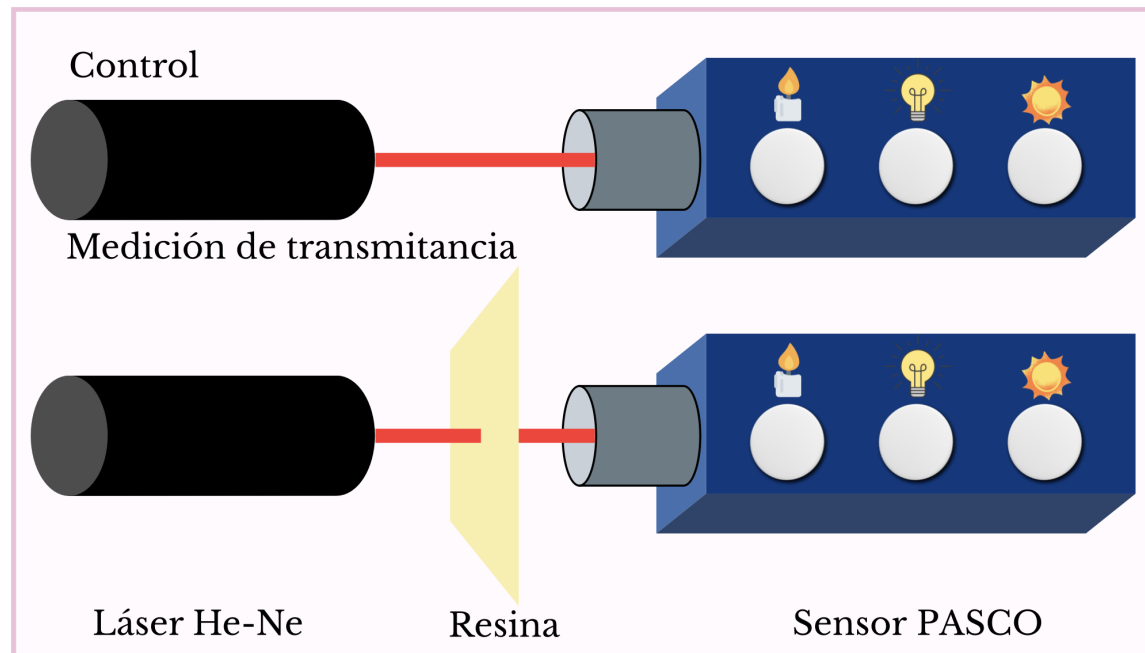


Figura 2.13: Diagrama de la medición de transmitancia de luz de las resinas.

Capítulo 3

Resultados

En este capítulo se presentan de manera detallada los resultados de las resinas dentales preparadas siguiendo la metodología explicada en el capítulo anterior. Se muestran primero los resultados correspondientes a la caracterización de la luz utilizada en el proceso de fotopolimerización, donde se determinaron las intensidades de luz, con las cuales fueron irradiadas las muestras, información fundamental para correlacionar los parámetros de curado con las propiedades finales de las resinas. En cuanto a los resultados de las pruebas mecánicas, se prepararon probetas con geometría de prisma rectangular, elaboradas de acuerdo con las especificaciones mencionadas en la sección de prueba de 3 puntos. Dichas probetas fueron irradiadas variando la intensidad de luz, con el objetivo de analizar su cambio en el comportamiento mecánico. Otra variación fue el porcentaje de relleno nanométrico, permitiendo así establecer relaciones entre la energía suministrada, el porcentaje de relleno nanométrico y la resistencia final de las muestras. Por otro lado, para la determinación del porcentaje de conversión de dobles enlaces mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), se fabricaron placas circulares delgadas, estas muestras fueron analizadas antes y después del proceso de fotopolimerización para evaluar el porcentaje de conversión de dobles enlaces $C = C$ alcanzado con cada intensidad de luz, proporcionando información clave sobre la eficiencia de la conversión de dobles enlaces y la intensidad de la luz. Finalmente, se realizaron mediciones de transmitancia de luz en placas cuadradas delgadas, las cuales fueron irradiadas igualmente con diferentes intensidades de luz para determinar su comportamiento óptico. Este análisis permitió relacionar la influencia de la intensidad de la luz de fotocurado en la capacidad de transmisión de luz a través del material, para resinas dentales formuladas en el laboratorio y resinas comerciales marca Filtek Z250XT.

En general, los resultados presentados en este capítulo evidencian cambios significativos en las propiedades físicas, químicas y ópticas de las resinas dentales estudiadas, dependiendo de la intensidad de luz durante el proceso de fotopolimerización y el relleno utilizado.

3.1. Caracterización de la luz

Para cuantificar la intensidad de luz que se utilizó en la polimerización de las resinas dentales compuestas se utilizaron cribas modelo L3P, con valores de apertura entre 5 y 60 micras. Con ayuda de un sensor de luz de alta sensibilidad medimos la intensidad de la luz. La intensidad de luz producida por la lámpara modelo WOOD-PECKER cambia significativamente dependiendo del tamaño de las cribas. La forma en que se realizó es como podemos ver en la Fig. 3.1, obteniéndose los resultados mostrados en la gráfica Fig. 3.2.

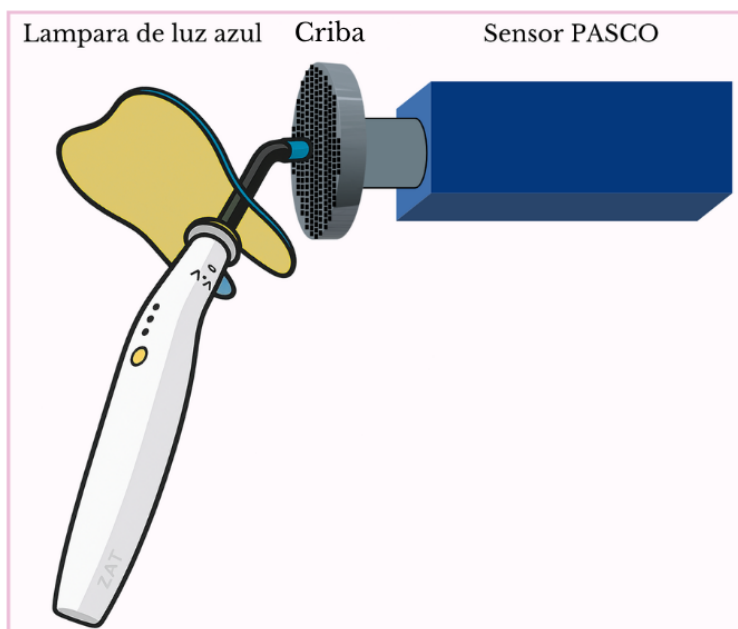


Figura 3.1: Diagrama de como se realizaron las medidas de caracterización de la luz.

Podemos notar que, a medida que incrementa el tamaño de apertura de la rendija, la intensidad de luz incrementa, como es de esperarse. Esto debido a que a mayor apertura, si consideramos la luz como partículas, mayor número de fotones

de energía $h\nu$ pueden viajar libremente hasta llegar a la muestra. Cada fotón incide en el iniciador propiciando el comienzo de la reacción de polimerización. Esta caracterización de la luz, nos permite cuantificar la intensidad que se utilizará para polimerizar las resinas de manera controlada. El punto de control está marcado en el eje de la intensidad Fig. 3.2, y se refiere a la intensidad de la luz de la lámpara sin rendija. La gráfica presentada no incluye barras de error, dado que estos errores son de bajo orden en comparación con las magnitudes medidas, su contribución a la incertidumbre total se considera despreciable en la representación gráfica.

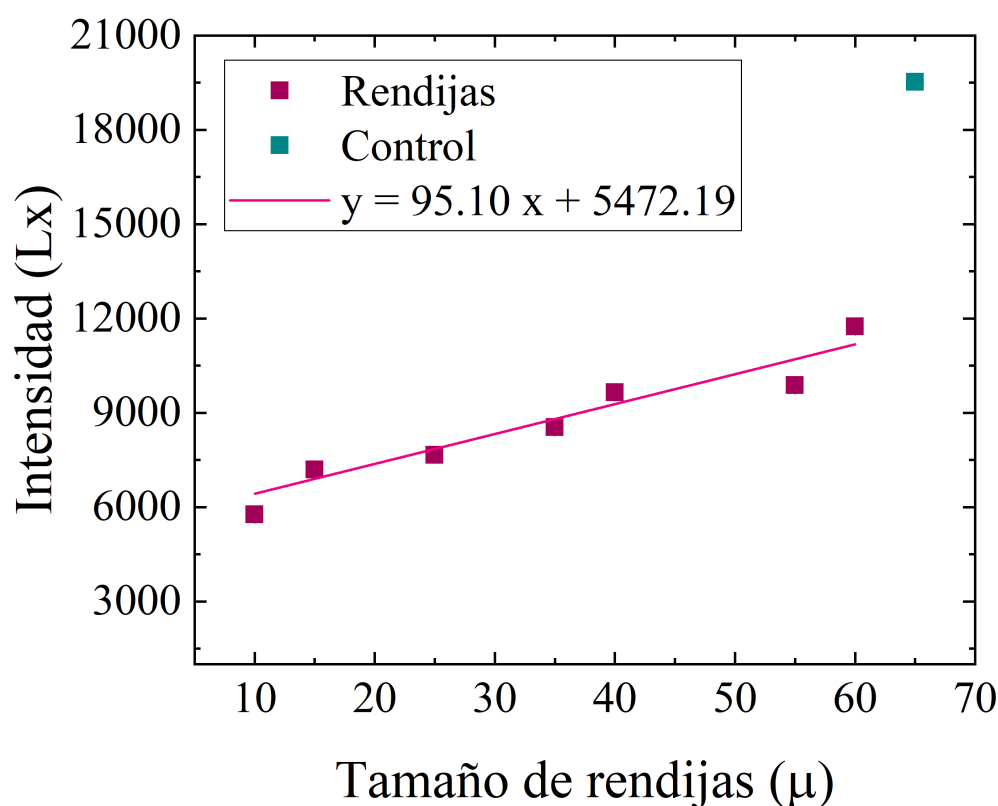


Figura 3.2: Intensidad de luz (Lx) con respecto al tamaño de rendija (μ).

3.2. Espectroscopia FTIR

Se analizaron las muestras con espectroscopia FTIR, se obtuvieron los espectros antes y después de polimerizar cada muestra con el fin de calcular el porcentaje de conversión de dobles enlaces $C = C$. Para identificar en que número de onda se encuentran las bandas de absorción utilizamos la fórmula de la ecuación 1.32, con ello podemos especificar en el equipo la región del espectro a analizar. Si analizamos todo el espectro de números de onda que nos proporciona el equipo, dará información sobre todos los grupos funcionales presentes en la muestra, por ello, con el número de onda de la absorción de los enlaces $C = C$, se programa el equipo para que solo muestre esta región de absorbancia. Considerando que es un doble enlace $C = C$, primero se obtuvo la masa de 1 átomo de carbono.

$$m_1 = \frac{12 \times 10^{-3} \text{kg/mol}}{6.0 \times 10^{23} \text{átomos/mol}} \times 1 \text{ átomo} = 2.0 \times 10^{-26} \text{kg/mol} \quad (3.1)$$

Calculando la masa reducida.

$$\mu = \frac{(2.0 \times 10^{-26} \text{kg}) \times (2.0 \times 10^{-26} \text{kg})}{(2.0 \times 10^{-26} \text{kg}) + (2.0 \times 10^{-26} \text{kg})} = 1 \times 10^{-26} \text{kg} \quad (3.2)$$

Para un doble enlace típico $k = 1 \times 10^{-3} \text{N/m}$. Con estos datos, tenemos que el número de onda correspondiente a la frecuencia de vibración de un doble enlace típico es:

$$\begin{aligned} \bar{\nu} &= \frac{1}{2\pi \cdot c} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \\ &= 5.3 \times 10^{-12} \text{s/cm} \sqrt{\frac{1 \times 10^{-3} \text{ N/cm}}{1 \times 10^{-26} \text{ kg}}} \\ &= 5.3 \times 10^{-12} \text{ s/cm} (3.1622 \times 10^{19} \text{ s}^{-1}) \\ &= 1677.6404 \text{ cm}^{-1} \end{aligned} \quad (3.3)$$

Con esto podemos enfocarnos en la región de 1600 cm^{-1} y 1700 cm^{-1} , ya que esto considera solo la frecuencia natural de vibración del doble enlace, pero, como anteriormente se mencionó, la naturaleza de la molécula completa influye a la frecuencia de vibración. Experimentalmente comprobamos que estos dobles enlaces se encuentran en las frecuencias correspondientes a 1607 cm^{-1} para el $C = C$ del anillo aromático y 1637 cm^{-1} para el $C = C$ del alqueno terminal.

Al polimerizar, como se ve en la Fig. 2.4 del mecanismo de reacción en el capítulo 2, los dobles enlaces pertenecientes a los enlaces $C = C$ alqueno terminal se convierten en enlaces $C - C$ alcano. Por lo tanto, cuando se analiza el espectro del polímero, esta banda de absorción tiene menor absorbancia en comparación con el espectro del monómero, como se puede observar en la Fig. 3.3. Mientras que los enlaces pertenecientes a los $C = C$ del anillo aromático permanecen constantes y se utilizó como referencia para el cálculo de porcentaje de conversión de dobles enlaces.

El cálculo de porcentaje de dobles enlaces $C = C$ que se convierten en enlaces sencillos $C - C$, se realiza con la ec. 3.4. Donde $DC(\%)$ es el porcentaje de conversión de dobles enlaces, $h_{1607\text{polímero}}$ y $h_{1607\text{monómero}}$ es la altura de la banda de absorbancia correspondiente al doble enlace del anillo aromático del polímero y monómero respectivamente, $h_{1637\text{polímero}}$ y $h_{1637\text{monómero}}$ es la altura de la banda de absorbancia correspondiente al doble enlace alqueno del polímero y monómero respectivamente.

$$DC(\%) = \left(1 - \frac{h_{1637\text{polímero}}/h_{1607\text{polímero}}}{h_{1637\text{monómero}}/h_{1607\text{monómero}}} \right) \times 100\% \quad (3.4)$$

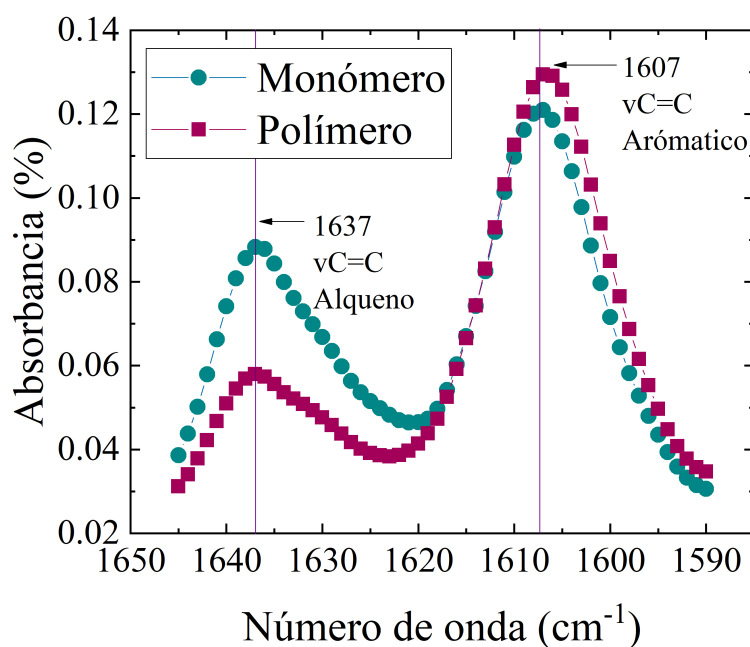


Figura 3.3: Espectro FTIR.

El porcentaje de conversión de dobles enlaces $DC(\%)$ se relaciona con el entrecruzamiento y nos da información de cuán entrecruzadas son las redes poliméricas. Ya que mientras más alto es el porcentaje de conversión, los monómeros están más unidos entre ellos. Por la estructura de los mismos, se espera que al unirse se entrecrucen y así, mayor conversión debería resultar en mayor entrecruzamiento. Para comprobarlo se realizó la caracterización que en adelante se presenta.

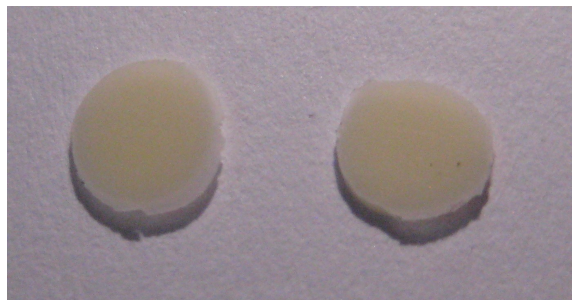


Figura 3.4: Probetas de resinas dentales para pruebas de FTIR.

Se prepararon 3 muestras de resina como se observa en la Fig. 3.4, polimerizadas a cada intensidad de luz, en forma de placa circular de 3 mm de radio y ancho de 0.6 mm, con un peso de 13 mg de resina. Se repitió 3 veces el procedimiento para comprobar la reproducibilidad de los resultados.

En la Fig. 3.5 se observa el efecto de variar la intensidad en la conversión de dobles enlaces, en función de la luz utilizada en el proceso de polimerización. Es notorio que el incremento del $DC(\%)$ está relacionado directamente con la cantidad de luz utilizada. Debido a que mientras más luz se irradie en la muestra más energía tiene el sistema para iniciar la formación de radicales libres, en otras palabras mayor cantidad de fotones inciden en la muestra, lo que en consecuencia, genera más macroradicales que podrán iniciar la reacción de polimerización en cadena y más dobles enlaces sufren ruptura homolítica, convirtiéndose así en enlaces simples, produciendo un alto porcentaje de conversión de dobles enlaces y por lo tanto, mayor entrecruzamiento. Por lo tanto, el entrecruzamiento de las cadenas está relacionado con la intensidad de la luz utilizada, valor que podría relacionarse con las propiedades mecánicas. Está reportado que a mayor conversión de dobles enlaces mayor entrecruzamiento y mejores propiedades mecánicas.

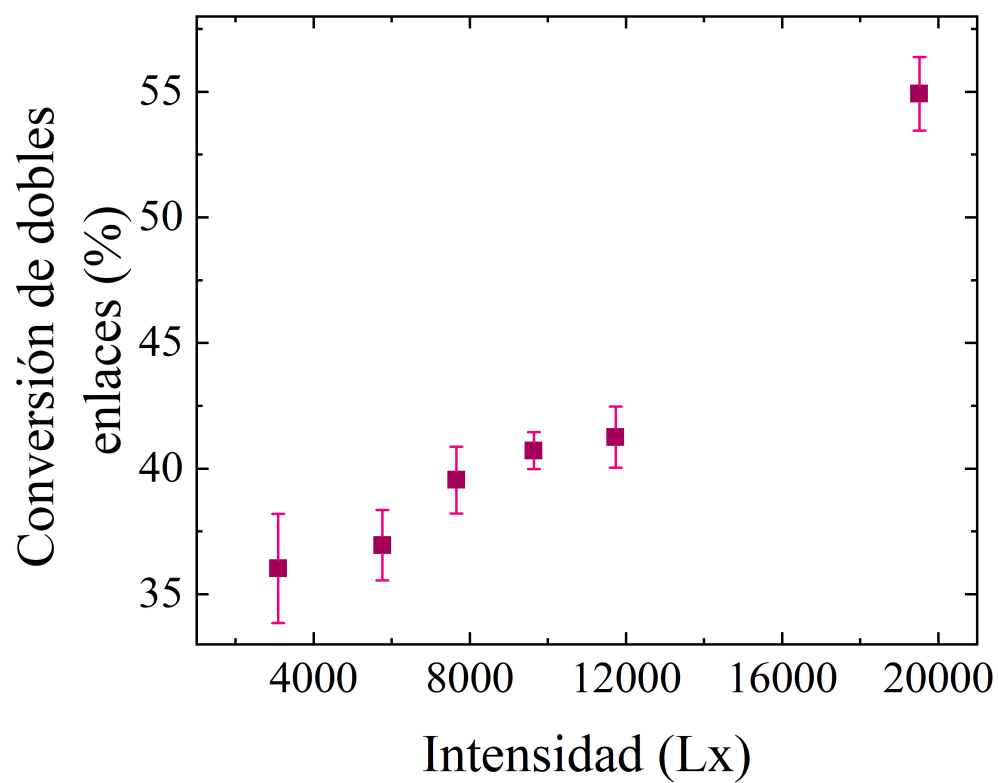


Figura 3.5: Gráfica porcentaje de conversión de dobles enlaces con respecto a la intensidad de luz.

3.3. Pruebas mecánicas

3.3.1. Variando la intensidad de luz de polimerización

Las pruebas mecánicas se realizan para conocer el módulo de Young y la flexión que resisten las resinas. Se sabe que estas propiedades están relacionadas con la estructura del polímero. Los espectros de FTIR muestran que hay un cambio significativo en el porcentaje de conversión de dobles enlaces $C = C$, y en consecuencia, un cambio químico. Por lo tanto, se espera que a mayor conversión de dobles enlaces mejores propiedades mecánicas de las resinas. Con ayuda de la máquina de ensayos mecánicos se realizaron las pruebas de tres puntos a las probetas de $10\text{ mm} \times 2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$.



Figura 3.6: Probetas de resinas dentales para medir propiedades mecánicas.

Se polimerizaron 5 probetas como las mostradas en la Fig. 3.6 fotopolimerizadas con cada intensidad de luz y se realizó el análisis estadístico de las mismas. Durante el proceso experimental, la máquina de ensayos mecánicos registró y generó un gráfico de esfuerzo-deformación, el cual permite visualizar la relación entre la carga aplicada y la correspondiente deformación del material analizado. Un ejemplo de dicho gráfico se presenta en la Fig. 3.7. La gráfica presentada no incluye barras de error, ya que la interfaz del equipo considera los errores de calibración como constantes. Dado que estos errores son de bajo orden en comparación con las magnitudes medidas, su contribución a la incertidumbre total se considera despreciable. Este gráfico es característico de un material frágil, puesto que su comportamiento es lineal hasta llegar a la ruptura del material. Al analizar este gráfico, se obtiene el módulo de Young

como la pendiente de esta recta. El comportamiento del material en esta prueba es similar al de un resorte, ya que, al dejar de aplicar fuerza, el material regresa a su forma original. El esfuerzo obtenido en este gráfico está en MPa, unidades de presión, ya que, como se estudió en el capítulo 1, es la fuerza aplicada sobre la superficie. La deformación aparece en porcentaje debido a que esta es normalizada.

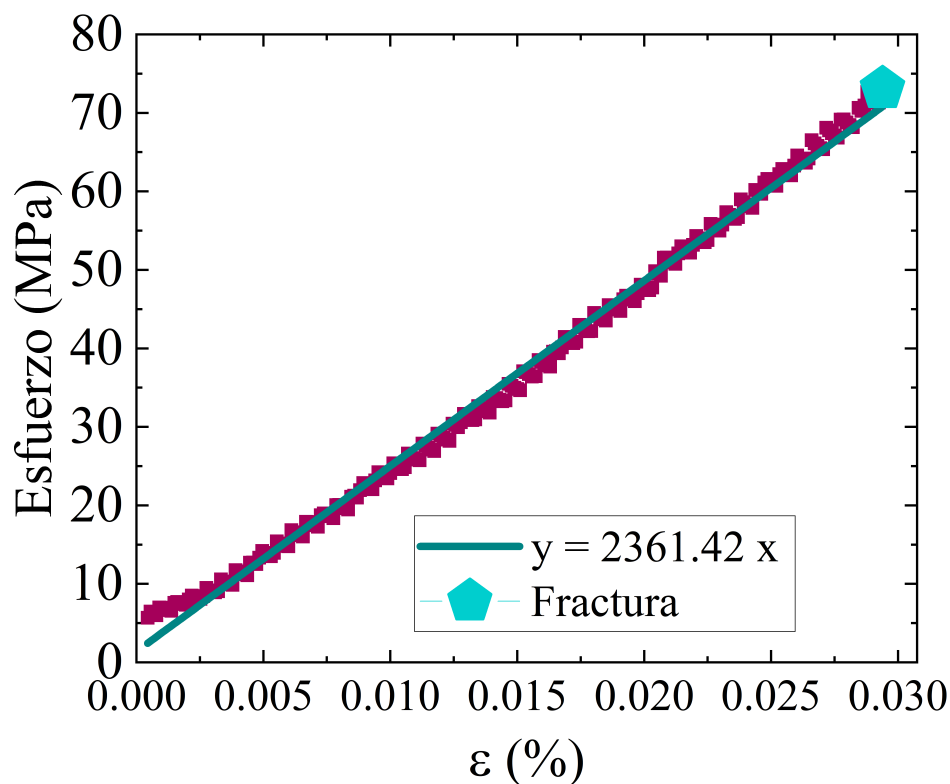


Figura 3.7: Gráfica esfuerzo-deformación.

Para cada resina polimerizada con diferentes intensidades de luz se obtuvieron sus valores de módulo de Young y resistencia a la flexión. Se realizó el análisis estadístico de 4 probetas por intensidad de luz, y se realizaron los experimentos 4 veces para comprobar la reproducibilidad de los mismos. Las propiedades mecánicas están relacionadas con la estructura del material, por otra parte sabemos que a mayor intensidad de luz mayor conversión de dobles enlaces. Para comprobar la hipótesis de

mayor entrecruzamiento esperamos que haya un cambio en el esfuerzo que resisten las resinas, ya que debería haber mas estabilidad en el material debido al entrecruzamiento, es decir, mas fuerzas mecánicas a través de los enlaces presentes en el material, por lo tanto se necesitaría mas fuerza para romperlo.

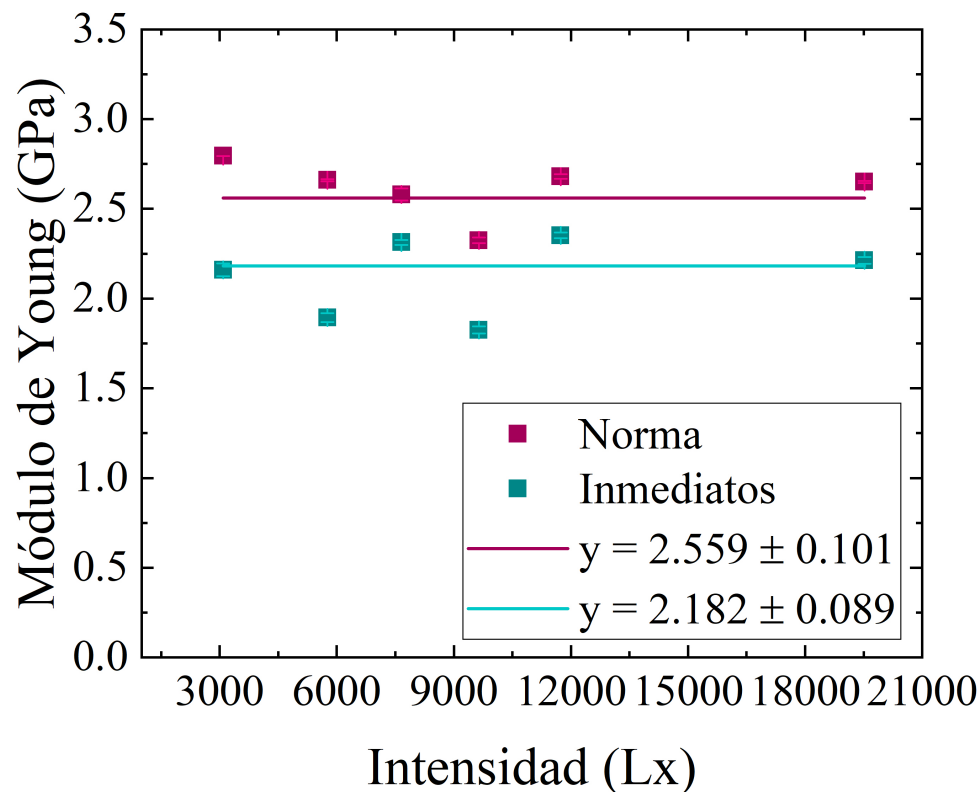


Figura 3.8: Gráfica módulo de Young con respecto a la intensidad de luz.

En la figura 3.8 se observa que el módulo de Young presenta un valor menor cuando la medición se realiza inmediatamente después del proceso de fotocurado de la resina, en comparación con la evaluación llevada a cabo tras un período de reposo de 24 horas en agua destilada a $37^{\circ}C$, conforme a lo establecido por la norma vigente [1]. En los valores se aprecia que la tendencia de los puntos se mantiene relativamente constante en ambas condiciones experimentales. Este resultado es el esperado porque se ha reportado que el módulo depende mayoritariamente del relleno (SiO_2) y como

este no sufre ningún cambio durante la reacción de polimerización, se espera un valor constante.

Por otro lado, el análisis de la resistencia a la flexión de las resinas muestran un notable efecto debido a la intensidad de la luz de fotocurado. En la resistencia a la flexión se identifica un comportamiento creciente en la medida que aumenta la intensidad de la luz utilizada en el proceso de fotocurado como se puede observar en la Fig. 3.9.

Este comportamiento sugiere que la exposición inicial y el tratamiento posterior de las resinas influyen significativamente en sus propiedades mecánicas, reafirmando la importancia de las condiciones y la variación de la intensidad lumínica en la determinación de su desempeño estructural.

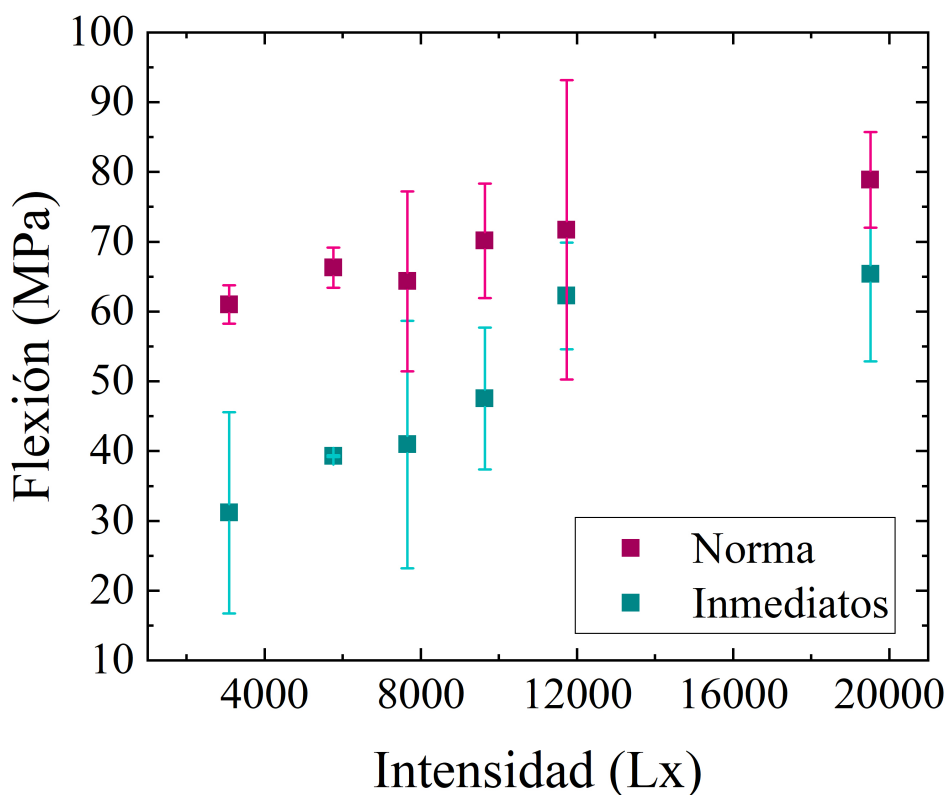


Figura 3.9: Gráfica flexión con respecto a la intensidad de luz.

Los resultados se atribuyen a la interrelación entre las propiedades conferidas por la matriz orgánica. En este sentido, la resistencia a la flexión guarda una relación directa con la matriz orgánica, lo que explica que su valor experimente variaciones significativas ante el proceso de fotocurado, dado que la luz afecta solo la matriz orgánica del polímero. En la gráfica de la Fig. 3.10 se observa como la energía de deformación se mantiene constante, esta energía se obtiene como la integral de la fuerza por la distancia de deflexión en el eje y.

$$U = \int F d\delta \quad (3.5)$$

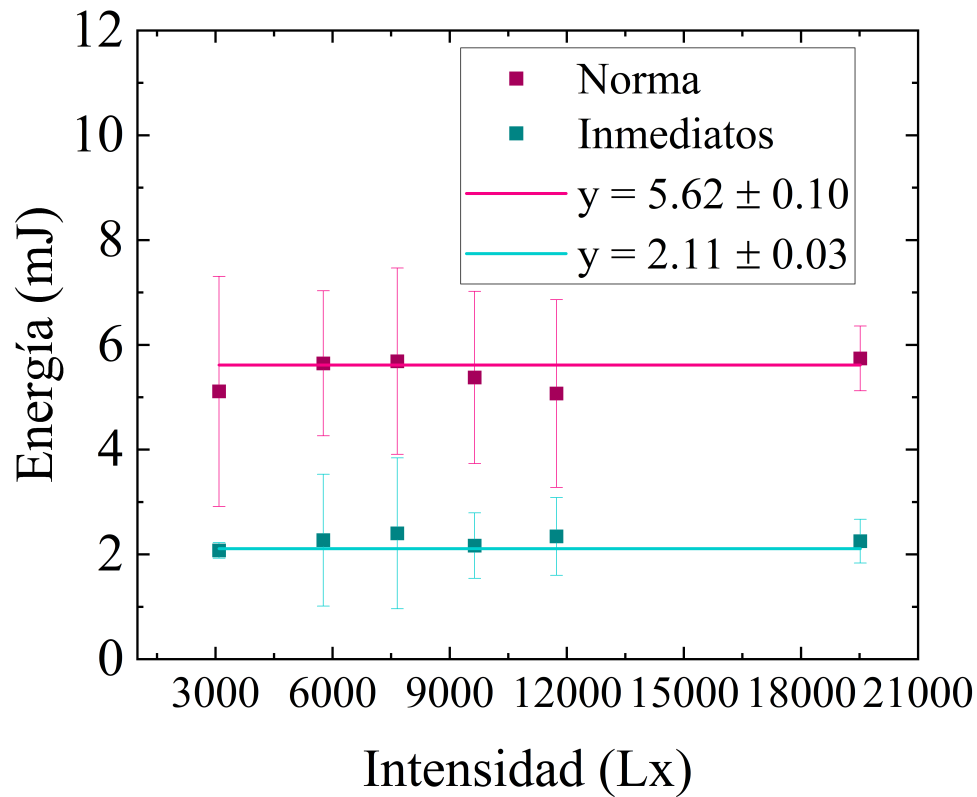


Figura 3.10: Energía de deformación con respecto a la intensidad e luz de fotocurado.

3.3.2. Variando el porcentaje de relleno nanométrico añadido

Se formularon resinas añadiendo entre 1 % y 9 % de relleno nanométrico, para estudiar sus propiedades mecánicas obteniendo los siguientes resultados.

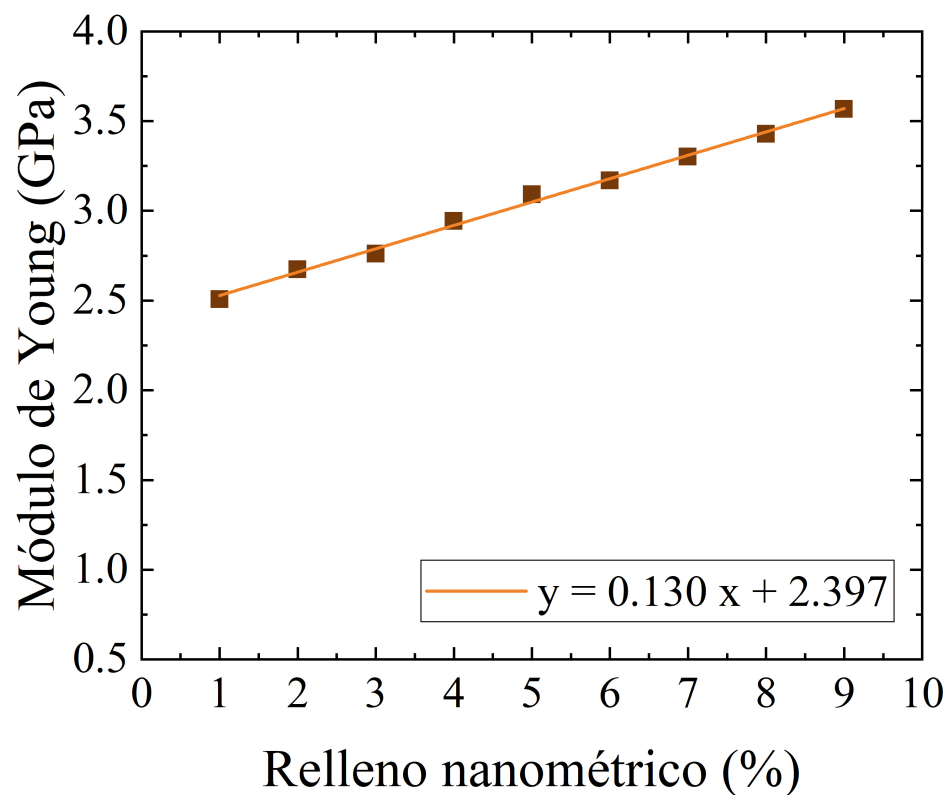


Figura 3.11: Gráfica módulo de Young con respecto al porcentaje de relleno nanométrico añadido.

En este caso, al aumentar el porcentaje de relleno nanométrico en la formulación, el módulo de Young aumenta de forma lineal, como lo podemos ver en la Fig. 3.11, aunque el módulo de Young incrementa, no observamos un cambio considerable en la resistencia a la flexión que tienen las probetas, Fig. 3.12. Estos resultados nos ayudan a comprobar que el relleno modifica de manera directa las propiedades, en este caso con la dureza del material. Como lo predice la teoría del capítulo 1 en la ecuación 1.1.

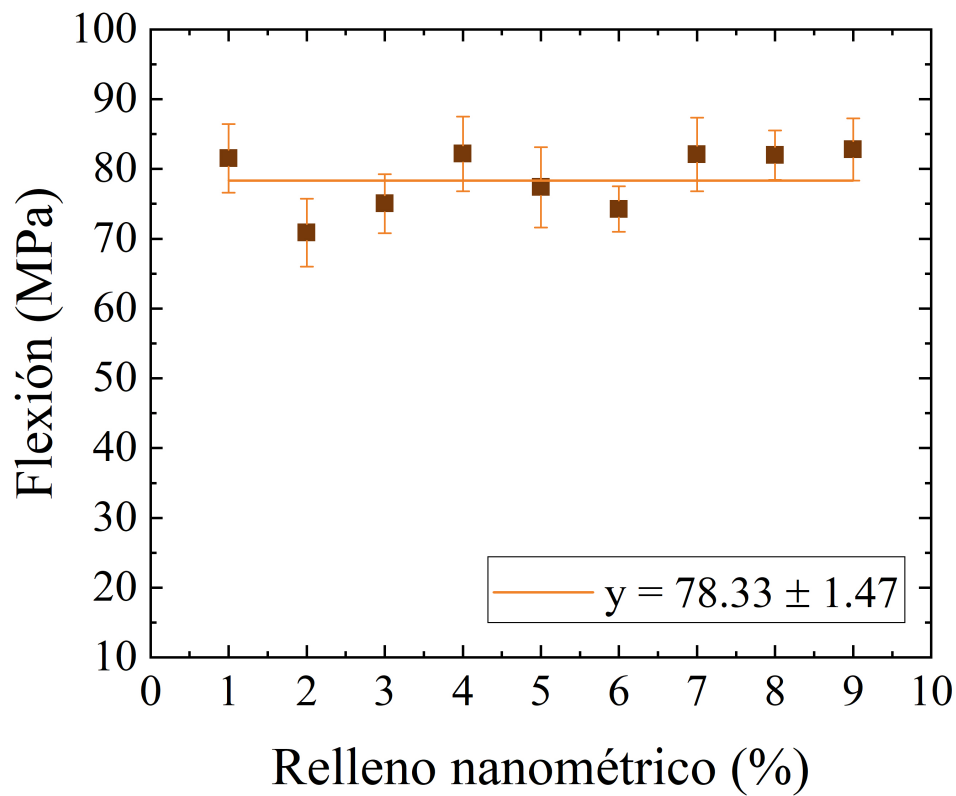


Figura 3.12: Gráfica flexión con respecto al porcentaje de relleno nanométrico añadido.

La flexión no sufre un cambio significativo si agregamos relleno nanométrico, por lo que la fuerza que se utiliza es la misma, pero la deflexión que sufre el material es mas pequeña conforme aumenta el porcentaje de relleno nanométrico añadido. Es decir, aumenta su rigidez. Se puede ver en la Fig. 3.13 como incrementa la energía de deformación, mientras más relleno nanométrico es añadido a la resina dental compuesta, pero observamos que se llega a una saturación por encima del 7% de relleno nanométrico, podríamos inferir que esta saturación se debe a los máximos que pueden obtenerse por el tamaño del material.

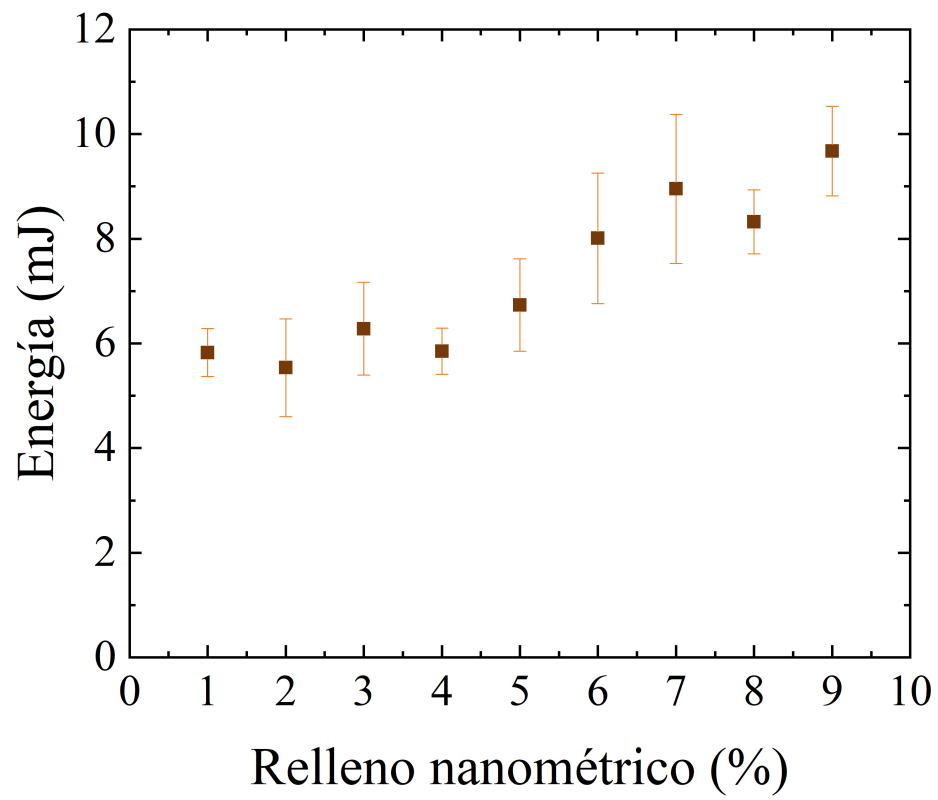


Figura 3.13: Energía de deformación con respecto al porcentaje de relleno añadido.

3.3.3. Pruebas con Filtek Z250X

Finalmente se realizaron pruebas mecánicas sobre una resina comercial de la marca Filtek Z250XT, solo se realizaron los experimentos conforme a la norma ISO 4049.

De la misma manera que en el caso de la resina dental compuesta experimental, las resinas comerciales presentan un comportamiento constante en el módulo de Young con respecto a la intensidad de luz como lo observamos en la Fig. 3.14, pero el esfuerzo de flexión que resisten aumenta con mayor intensidad de luz de fotocurado, este comportamiento encuentra un máximo como en el caso de la resina experimental, Fig 3.15.

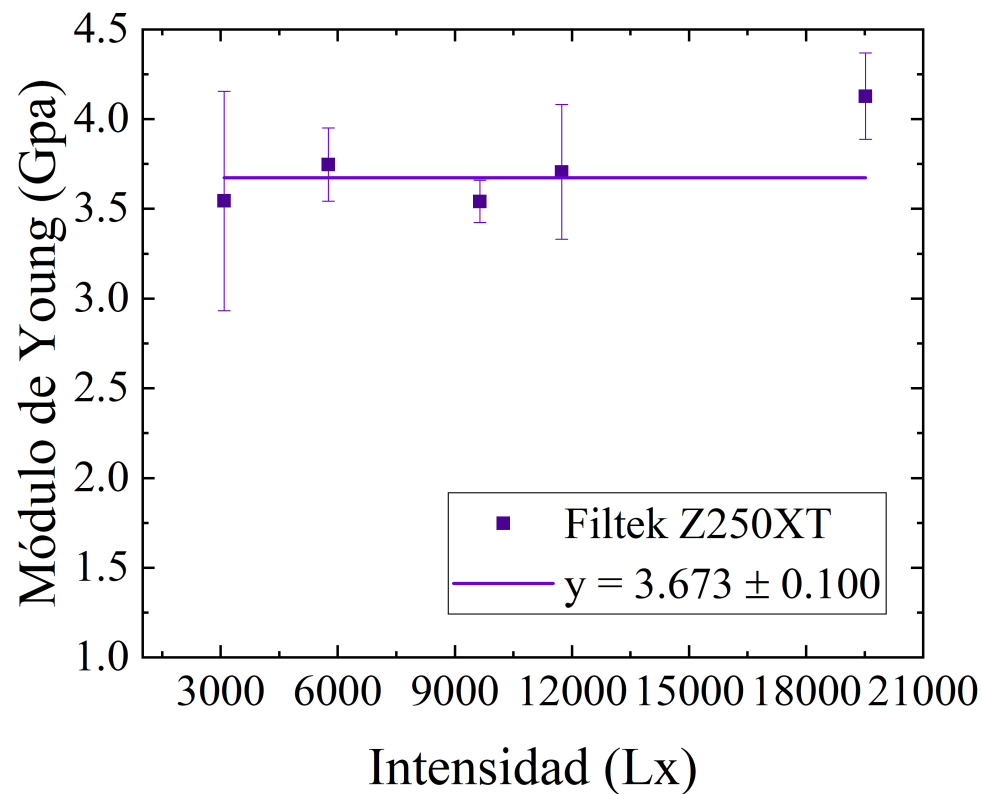


Figura 3.14: Módulo de young de resina comercial Filtek Z250XT con respecto a la intensidad de luz.

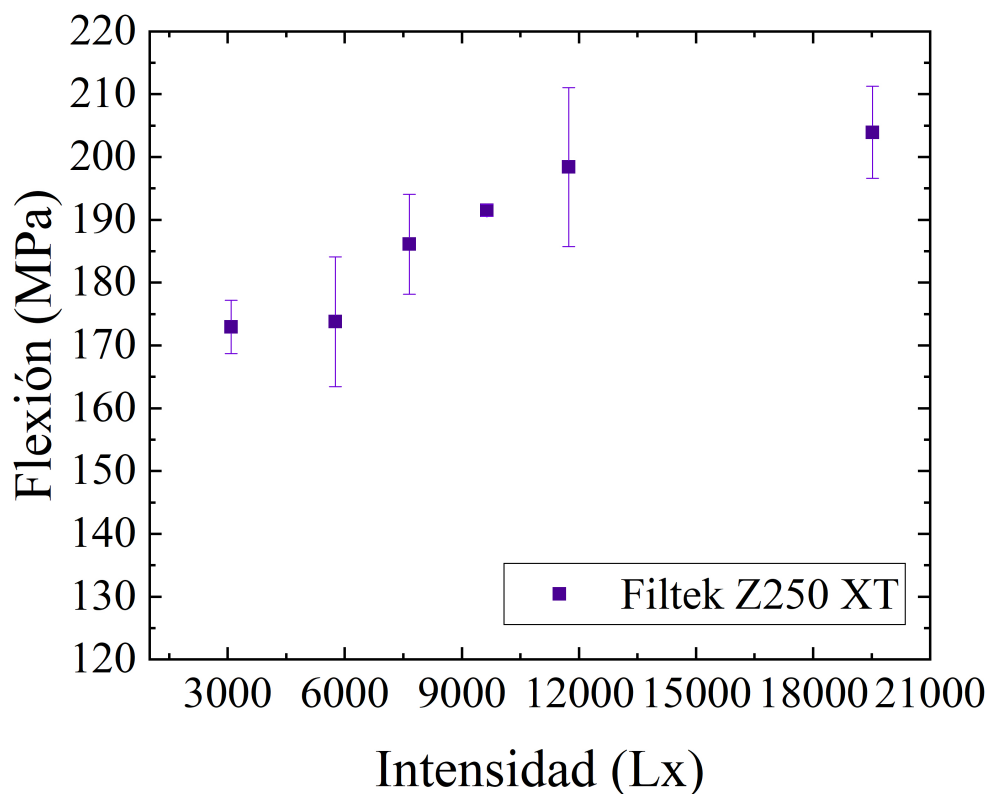


Figura 3.15: Flexión de resina comercial Filtek Z250XT con respecto a la intensidad de luz.

Por último, al analizar la energía de deformación de la resina, se observa en la Fig. 3.16 como mantiene constante a diferentes intensidades de luz azul. Comprobando así los resultados obtenidos con las resinas experimentales. Se observa el mismo comportamiento de saturación por encima de los 10000 Lx como con las resinas formuladas en el laboratorio, por lo que se puede inferir que por encima de esta intensidad de luz, las resinas dentales alcanzan sus propiedades mecánicas óptimas. La energía de deformación que presentan estas resinas, esta muy por encima de las propiedades de las resinas formuladas en el laboratorio, al igual que módulo de Young y flexión. La razón de este incremento es porque incluye otros rellenos, de manera que su formulación es distinta, pero presenta el mismo comportamiento. Se considera entonces que la intensidad luz afecta de la misma forma a la matriz polimérica de las resinas.

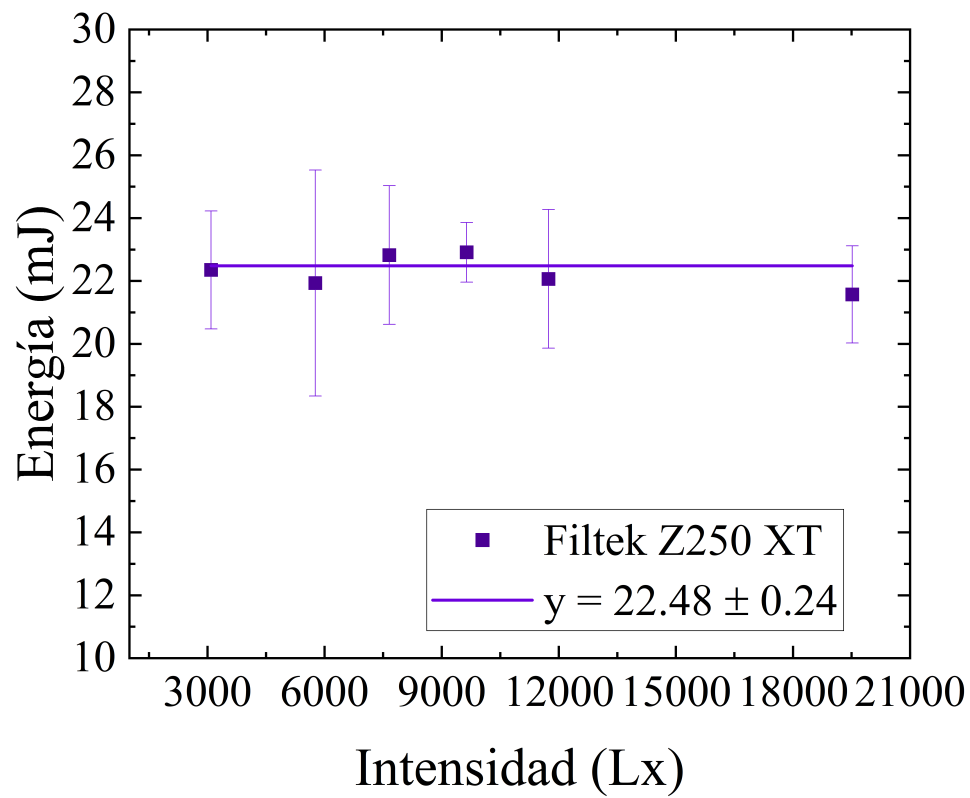


Figura 3.16: Energía de deformación de resina comercial Filtek Z250XT con respecto a la intensidad de luz.

3.4. Pruebas ópticas

Si consideramos el cambio en la estructura interna de las resinas para cada intensidad de luz irradiada, podemos esperar un cambio en las propiedades ópticas de las resinas. Por esto mismo, se realizaron pruebas de transmitancia con ayuda de un láser de Helio-Neón marca Research Electro Optics modelo 3105, se midió la transmitancia con ayuda de un sensor PASCO modelo PS2106.

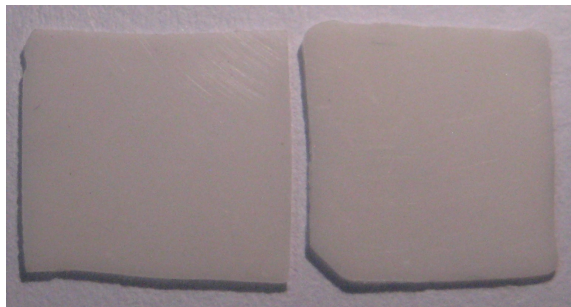


Figura 3.17: Probetas de resinas dentales para medir propiedades ópticas.

Las mediciones se realizaron en placas de resina dental compuesta de 0.3 mm de espesor, 10 mm $\times$ 10 mm de largo y ancho, como las mostradas en la Fig. 3.17.

En la figura 3.18 se observa un incremento de la transmitancia mientras aumenta la intensidad de luz suministrada durante el proceso de polimerización, ya que la reacción de polimerización es más rápida y, por lo tanto, la formación de la red polimérica permite mayor paso de la luz y por lo tanto una mayor transmitancia. También se puede observar que el comportamiento bajo norma tiene la misma tendencia. En este caso no se encuentra una saturación muy evidente, como en el caso de la flexión, pero el incremento no parece lineal, es muy grande el margen entre 5000 Lx y 12000 Lx, las variaciones en estas intensidades afecta mucho a la estructura en cuestión de la transmitancia.

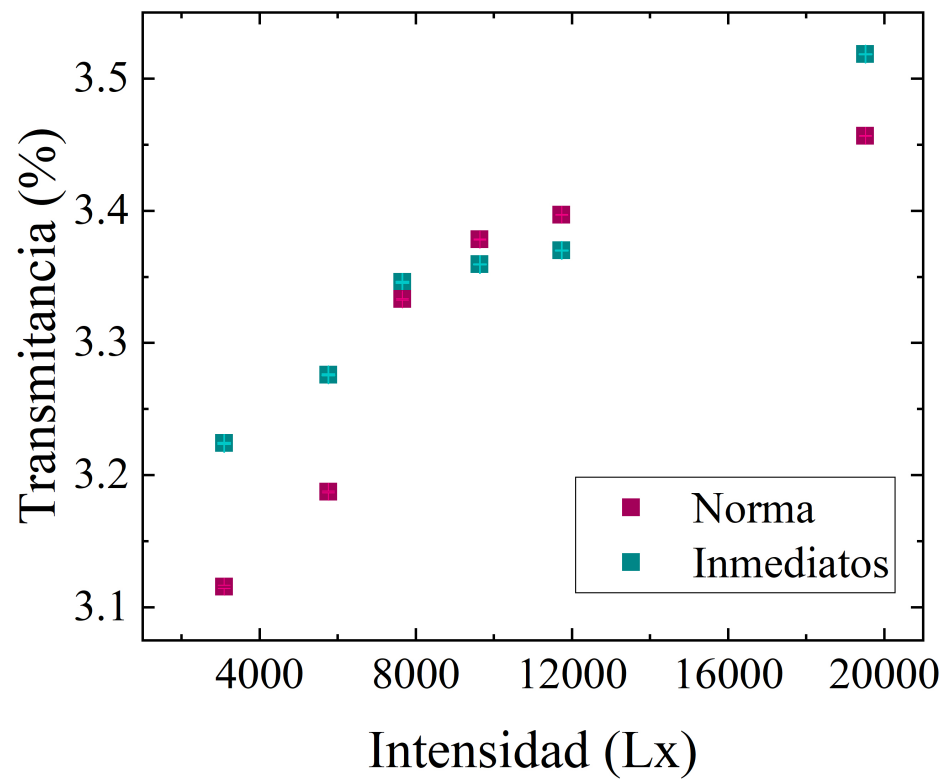


Figura 3.18: Gráfica transmitancia con respecto a la intensidad de luz.

Conclusiones y trabajos futuros

3.5. Conclusiones

Las resinas dentales compuestas están conformadas por su matriz polimérica y el relleno SiO_2 . Con los experimentos realizados, comprobamos que el esfuerzo a la flexión que soportan las resinas dentales está relacionado de manera directa con la matriz polimérica, puesto que esta se modifica cuando se irradia con diferentes intensidades de luz azul. Como prueba de esto, tenemos la espectroscopía FTIR, con ayuda de esta espectroscopía se calculó el porcentaje de conversión de dobles enlaces $C = C$ que, a través de una ruptura homolítica se convierten en enlaces $C - C$. Las bandas de absorbanza de los $C = C$ se encontraron entre los 1600 cm^{-1} y 1700 cm^{-1} , ya que, la frecuencia natural de los dobles enlaces se encuentra en esta zona, como lo comprobamos con la formula del número de onda demostrada en el capítulo anterior. Así, se analizó la reducción de la absorbanza en las bandas, con esto se calculo el porcentaje de conversión de dobles enlaces como se observa en la Fig. 3.3. En este caso, con las distintas intensidades de luz azul, se comprueba que a mayor intensidad de luz irradiada para iniciar el proceso de polimerización, mayor porcentaje de conversión de dobles enlaces, Fig. 3.5. Esta caracterización nos indica un mayor entrecruzamiento entre las redes poliméricas.

Las pruebas mecánicas nos indican que, a mayor intensidad de luz irradiada, mayor flexión soportan las resinas dentales antes de fracturarse. Con esta caracterización comprobamos que a mayor entrecruzamiento de las resinas dentales compuestas, mayor flexión soportan las mismas, aunque debido al entrecruzamiento llegan a un máximo por arriba de los 10000 Lx, ya que después de irradiar con esta intensidad la propiedad se mantiene hasta los 19000 Lx donde se encuentra la intensidad del control. Una propiedad a resaltar de las resinas dentales compuestas, es el módulo de Young, se calcula como la pendiente de la recta, en la zona lineal de los gráficos de esfuerzo-deformación. Puesto que las resinas presentan un comportamiento frágil

como lo notamos en las gráficas de esfuerzo-deformación obtenidas en cada prueba como en la Fig. 3.7. El módulo de young no cambia con respecto a la matriz polimérica como lo vemos en la gráfica Fig. 3.8, el entrecruzamiento no es un factor que afecte sus valores. Pero, el relleno si es un factor indispensable en su cálculo. Se comprueba esto con los resultados obtenidos en la gráfica Fig. 3.11. Al agregar relleno de tamaño nanométrico a la resina, el módulo de Young incrementa, esto corresponde a lo esperado en la teoría de compuestos como lo vemos en la ecuación 1.1. Observamos que nuestros resultados de resinas experimentales, concuerdan con los de las resinas comerciales, en nuestro caso probamos con la marca Filtek resina Z250XT. El comportamiento es similar pero presenta mayor magnitud en las propiedades, debido a que su formulación involucra otros monómeros y rellenos. El dato a remarcar es el comportamiento sobre las resinas polimerizadas con más de 10000 Lx, puesto que se mantiene similar al control.

Estudiando las propiedades ópticas de las resinas dentales se tiene que, a mayor entrecruzamiento, comprobado a través de la conversión de dobles enlaces y propiedades mecánicas, mayor porcentaje de transmitancia de la luz, debido a que, mientras mas entrecruzada es la red, mayor es la cantidad de espacios donde la luz puede reflejarse y viajar hasta llegar a nuestros ojos. Esta propiedad es importante ya que, de manera estética, se esperan resinas que sean traslúcidas, de forma similar al esmalte dental.

3.6. Trabajo a futuro

En adelante se planea estudiar numéricamente el efecto del relleno sobre las propiedades de las resinas dentales, ya que en este trabajo el análisis es solamente experimental. Por otra parte, realizar una simulación en el laboratorio con materia granular para estudiar los ordenamientos con diferentes intensidades de luz al polimerizar, además del efecto de agregar partículas de relleno de diferentes tamaños. En las pruebas mecánicas se planteó la posibilidad de modificar las mordazas de la maquina de ensayos mecánicos, para realizar otro tipo de ensayo mecánico aparte de la prueba de tres puntos, como pruebas de flexión, torsión, entre otras y realizarlo para otro tipo de materiales, no solo para resinas dentales.

Referencias

- [1] American Dental Association. *ANSI/ADA Specification No. 27: Polymer-based Restorative Materials*. <https://www.ada.org>. American National Standards Institute, Chicago, USA. 2022.
- [2] R. N. Raja Othman et al. “The Synergistic Effects of Hybrid Micro and Nano Silica in Influencing the Mechanical Properties of Epoxy Composites-A New Model”. En: *Polymers* 14 (2022), pág. 3969. DOI: 10.3390/polym14193969.
- [3] N. Emami y K. J. Söderholm. “Young’s Modulus and Degree of Conversion of Different Combination of Light-Cure Dental Resins”. En: *The Open Dentistry Journal* 3 (2009), págs. 202-207. DOI: 10.2174/1874210600903010202.
- [4] T.-H. Yoon et al. “Degree of polymerization of resin composites by different light sources”. En: *Journal of Oral Rehabilitation* 29.12 (2002), págs. 1165-1173. DOI: 10.1046/j.1365-2842.2002.00970.x.
- [5] A. M. Herrera-González et al. “Analysis of Double Bond Conversion of Photopolymerizable Monomers by FTIR-ATR Spectroscopy”. En: *Journal of Chemical Education* 96.8 (2019), págs. 1786-1789. DOI: 10.1021/acs.jchemed.8b00659. URL: <https://doi.org/10.1021/acs.jchemed.8b00659>.
- [6] R. O. Ebewele. *Polymer Science and technology*. 1st. Edition. Florida: CRC Press, 2000.
- [7] A. D. Covington y W. R. Wise. *The Science of Leather*. 2nd. Edition. United Kingdom: Royal Society of Chemistry, 2020.
- [8] D. Hosler, S. L. Burkett y M. J. Tarkanian. “Prehistoric Polymers: Rubber processing in Ancient Mesoamerica”. En: *Science* 284.5422 (1999), págs. 1988-1991. DOI: 10.1126/science.284.5422.1988. URL: <https://doi.org/10.1126/science.284.5422.1988>.

- [9] J. Connan. "Use and trade of bitumen in antiquity and prehistory: molecular archaeology reveals secrets of past civilizations". En: *Philosophical transactions of the Royal Society B: Biological Science* 354.1379 (1999), págs. 33-50. DOI: 10.1098/rstb.1999.0358. URL: <https://doi.org/10.1098/rstb.1999.0358>.
- [10] H. Hughes-Brock. "Amber and the mycenaeans". En: *Journal of Baltic Studies* 16.3 (1985), págs. 257-267. DOI: 10.1080/01629778500000161. URL: <https://doi.org/10.1080/01629778500000161>.
- [11] F. W. Billmeyer. *Textbook of Polymer Science*. 2nd. Edition. Barcelona, Spain: REVERTÉ, 1975.
- [12] M. Uribe-Velazco y P. Y. Mehrenberger. *Los Polímeros - Síntesis, Caracterización, Ogradación y Reología* -. 1st. Edition. México: INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL, 1996.
- [13] C. G. Williams. "On isoprene and caoutchine". En: *Royal Society of London* 150.0 (1860), págs. 241-255. DOI: 10.1098/rstl.1860.0016. URL: <https://doi.org/10.1098/rstl.1860.0016>.
- [14] F. M. Raoult. "Loi de congélation des solutions benzéniques des substances neutres". En: *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* 95 (1882), págs. 1030-1033.
- [15] J. H. van't Hoff. "Lois de l'équilibre chimique dans l'état dilué, gazeux ou dissous". En: *Kongliga Svenska Vetenskaps-Akademiens Handlingar* 21.17 (1885), págs. 1-42.
- [16] H. Staudinger. "Über Polymerisation." En: *Berichte Der Deutschen Chemischen Gesellschaft* 53.6 (1920), págs. 1073-1085. DOI: 10.1002/cber.19200530627.
- [17] W. H. Carothers. "Polimerization". En: *Chemical Reviews* 8.3 (1931), págs. 353-426. DOI: <https://doi.org/10.1021/cr60031a001>.
- [18] International Union of Pure and Applied Chemistry. *Compendium of Chemical Terminology Gold Book*. 2.3.2. 2012.
- [19] W. H. Carothers. "Studies on polymerization and ring formation. I. An introduction to the general theory of condensation polymers". En: *Journal of the American Chemical Society* 51 (1929), págs. 2548-2559. DOI: <https://doi.org/10.1021/ja01383a041>.
- [20] P. J. Flory. *Principles of Polymer Chemistry*. Ithaca, NY: Cornell University Press, 1953.

- [21] C. E. Carraher Jr. *Polymer Chemistry*. Seventh. Boca Raton, Florida, U.S.A: CRC Press, 2006.
- [22] W. D. Callister Jr. y D. G. Rethwisch. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 10.^a ed. Hoboken, NJ: Wiley, 2018. ISBN: 9781119405436.
- [23] Y. Asma, J. J. Luo e I. M. Daniel. "Processing of expanded graphite reinforced polymer nanocomposites". En: *Composites Science and Technology* 66 (2006), págs. 1182-1189. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.10.014>.
- [24] N. Sheng et al. "Multiscale micromechanical modeling of polymer/clay nanocomposites and the effective clay particle". En: *Polymer* 45.2 (2004), págs. 487-506. DOI: [10.1016/j.polymer.2003.10.100](https://doi.org/10.1016/j.polymer.2003.10.100).
- [25] Yongchun Chena et al. "Preparation and characterization of nanocomposite polyurethane". En: *Journal of Colloid and Interface Science* 279.2 (2004), págs. 370-378. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2004.06.074>.
- [26] W. Wright. "Application of acrylic resins in prosthetic dentistry". En: *Journal of the American Dental Association* 24 (1937), págs. 1684-1690.
- [27] R. L. Bowen. "Dental filling material comprising vinyl-silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl acrylate". US3066112A. Filed June 19, 1961. Issued December 4, 1962. 1962. URL: <https://patents.google.com/patent/US3066112A/en>.
- [28] R. L. Bowen. "Visible light curing dental composition". US4071424A. Issued January 31, 1978. 1978. URL: <https://patents.google.com/patent/US4071424A/en>.
- [29] Y. R. Rival y S. F. Rahman. "Dental composite resin: A review". En: *AIP Conference Proceedings* 2193 (2019), pág. 020011.
- [30] *Dentistry — Polymer-based restorative materials*. 2019. URL: <https://www.iso.org/standard/67532.html>.
- [31] N. B. Cramer, J. W. Stansbury y C. N. Bowman. "Recent Advances and Developments in Composite Dental Restorative Materials". En: *Journal of Dental Research* 90 (2010), págs. 402-416.
- [32] F. A. Rueggeberg, W. F. Caughman y J. W. Curtis Jr. "Effect of Light Intensity and Exposure Duration on Cure of Resin Composite". En: *Operative Dentistry* 19 (1994), págs. 26-32.

- [33] A. Mehl, R. Hickel y K.-H. Kunzelmann. "Physical properties and gap formation of light-cured composites with and without softstart-polymerization". En: *Journal of Dentistry* 25 (jun. de 1997), págs. 321-330.
- [34] G. L. Unterbrink y R. Muessner. "Influence of light intensity on two restorative systems". En: *Journal of Dentistry* 23 (1995), págs. 183-189.
- [35] A. Yap, M. Soh y K. Siow. "Effectiveness of composite cure with pulse activation and soft-start polymerization". En: *Operative Dentistry* 27 (ene. de 2002), págs. 44-49.
- [36] A. A. Pérez-Mondragón et al. "Preparation and evaluation of a BisGMA-free dental composite resin based on a novel trimethacrylate monomer". En: *Dental Materials* 36.4 (2020), págs. 542-550. ISSN: 0109-5641. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.02.005>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564120300397>.
- [37] A. M. Herrera-González, A. A. Pérez-Mondragón y C. E. Cuevas-Suárez. "Evaluation of bio-based monomers from isosorbide used in the formulation of dental composite resins". En: *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 100 (2019), pág. 103371. ISSN: 1751-6161. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103371>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616119307908>.
- [38] J. A. González-López et al. "Evaluation of dental composites resins formulated with non-toxic monomers derived from catechol". En: *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 104 (2020), pág. 103613. ISSN: 1751-6161. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103613>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616119316820>.
- [39] A. M. Herrera-González et al. "Formulation and evaluation of dental composite resins with allylcarbonate monomer as eluent for Bis-GMA". En: *Polymer Composites Special Issue: Composites for Biological Applications* 39 (2018), E342-E350. ISSN: 1751-6161. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103613>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616119316820>.
- [40] C. E. Cuevas-Suárez et al. "Synthesis of an allyl carbonate monomer as alternative to TEGDMA in the formulation of dental composite resins". En: *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 87 (2018), págs. 148-154. ISSN: 1751-6161. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.07>.

016. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616118308488>.
- [41] M. Bakke. "Bite Force and Occlusion". En: *Seminars in Orthodontics* 12.2 (2006), págs. 120-126. DOI: 10.1053/j.sodo.2006.01.005.
- [42] R. C. Hibbeler. *Mecánica de Materiales*. 9.^a ed. Pearson, 2017.
- [43] F. P. Beer et al. *Mecánica de Materiales*. 5.^a ed. McGraw-Hill, 2010.
- [44] K. Nakanishi y P. H. Solomon. *Infrared Absorption Spectroscopy*. 2.^a ed. Emerson-Adams Press.
- [45] A. Douglas et al. *Principios de Análisis Instrumental*. 7.^a ed. Boston: Cengage Learning, 2014.
- [46] A. Conde-Gallardo. *Espectroscopias FTIR y UV-VIS*. Modulo IV del curso "Técnicas Avanzadas de Caracterización". Departamento de Física, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados, CINVESTAV-IPN, 2024.
- [47] M. Ghavami-Lahiji y T. Hooshmand. En: *Dental Research Journal* 14.4 (2017), págs. 225-240.
- [48] A. Santini, I. Torres Gallegos y C. M. Felix. "Photoinitiators in Dentistry: A Review". En: *Primary Dental Journal* 2.4 (2013). PMID: 24466621, págs. 30-33. DOI: 10.1308/205016814809859563.
- [49] L. Jiani et al. "The Development of Filler Morphology in Dental Resin Composites: A Review". En: *Materials* 14.19 (2021), pág. 5612. DOI: 10.3390/ma14195612. URL: <https://www.mdpi.com/1996-1944/14/19/5612>.