



Influencia del ciclo de polimerización en la concentración de monómero residual de tres resinas comerciales para base de dentadura

Rogelio Danovan Venegas Lancón,* Fernando Solórzano Lemus,*
 Víctor Moreno Maldonado,§ Salvador López Morales^{||}

RESUMEN

Antecedentes: Los materiales utilizados para la elaboración de prótesis total presentan instrucciones de uso, las cuales generalmente por descuido o ahorro de tiempo no se siguen, creando así alteración en la técnica de manipulación sin saber en realidad cuál es el efecto de dicha alteración en la concentración de monómero residual. **Objetivo:** El principal objetivo, es demostrar la importante relación que existe entre el tiempo y la temperatura de polimerización (ciclo de polimerización), con la concentración de monómero residual existente en las resinas acrílicas termopolimerizables utilizadas para la fabricación de bases de dentadura. **Métodos:** Para la cuantificación y análisis del monómero residual como primer paso, se elaboraron 3 discos de cada resina comercial, siguiendo las indicaciones de polimerización de sus respectivos fabricantes (9 discos) para ser analizados por medio de cromatografía de gases (CG) para el análisis y cuantificación de la concentración de monómero residual. Además, se procesaron 3 discos de cada resina aplicando 3 diferentes ciclos de polimerización: *técnica convencional M1, periodo corto de cocido terminal M2 y periodo largo de cocido terminal M3* (27 discos). Para posteriormente hacer un comparativo de los resultados obtenidos. **Resultados:** En el análisis y caracterización de las resinas acrílicas al ser procesadas con la metodología del fabricante, se puede observar que: la resina Acriethil® obtuvo 0.3780% de MMR, mientras que en la resina Nictone® se tiene el menor porcentaje, alcanzando un valor de 0.0482% de MMR y la resina High Impact-45 Denture Acrylic® presenta el mayor porcentaje de monómero residual, obteniéndose un valor de 0.5770%. Asimismo, al analizar los resultados obtenidos de los tres diferentes ciclos de polimerización aplicados se observó que existe un cambio significativo en la concentración de monómero residual en dos de las resinas analizadas. **Conclusiones:** Las tres resinas acrílicas para base de dentadura analizadas en el presente estudio, cumplen satisfactoriamente la

ABSTRACT

Materials used in the elaboration of complete dentures have instructions for their correct use; however they are not followed properly, producing alterations in the residual monomer concentration. **Objective:** The main objective was to demonstrate the importance of the relation between time and polymerization temperature (Polymerization Cycle) on the residual monomer concentration of the heat polymerized acrylic resins used in the elaboration of denture bases. **Methods:** For quantification and analysis of residual monomer 3 discs of every commercial acrylic resin were made, according to manufacturers' instructions (9 discs). Those were analyzed by Gas Chromatography (GC) for the quantification of the residual monomer concentration. Also, 3 discs of every acrylic resin applying three different polymerization cycles were made: conventional method M1, short-term terminal boiled M2 and long-term terminal boiled M3 (27 discs), to be analyzed by Gas Chromatography for the quantification of the residual monomer concentration. **Results:** The analysis showed that the resin Acriethil® MMR was 0.3780%, while the resin Nictone® has the lowest percentage, reaching a value of 0.0482% of MMR and resin-45 High Impact Denture Acrylic® has the highest percentage of residual monomer produces a value of 0.5770%. While analyzing the results from the three different polymerization cycles applied, a significant change from the residual monomer concentration on both acrylic resins analyzed was observed. **Conclusions:** The three acrylic denture base resins analyzed in this research fulfill the residual monomer concentration established by ISO 1567:1999 with success to be handled under the manufacturer conditions. But if the polymerization cycle is changed, alterations of the residual monomer concentration will be obtained.

www.medigraphic.com

ABREVIATURAS

CG (Cromatografía de Gases),
 DMF (Dimetilformamida),
 ES (Estándar interno),
 MMA (Metacrilato de metilo),
 MMR (Metacrilato de metilo residual),
 THF (Tetrahidrofurano)

* Laboratorio Interdisciplinario #4 «Honorato Villa» de la Facultad de Odontología de la UNAM, Ciudad Universitaria.

§ Coordinador de Prostodoncia Total y Clínica de Prostodoncia Total; Laboratorio Interdisciplinario #4 «Honorato Villa» de la Facultad de Odontología de la UNAM, Ciudad Universitaria.

^{||} Técnico Académico del Laboratorio de Cromatografía del Departamento de Polímeros del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM, Ciudad Universitaria.

concentración de monómero residual determinado por la Norma ISO 1567:1999 (2.2% en fracción masa); al ser manipuladas bajo las condiciones de procesamiento, establecidas por su respectivo fabricante. Pero si se manipula el ciclo de polimerización se obtiene como consecuencia la alteración de la concentración de monómero residual.

Palabras clave: Columna cromatográfica, cromatografía de gases, cromatograma, elución, metacrilato de metilo, metacrilato de metilo residual (MMR), monómero, poli (metil-metacrilato), resinas acrílicas.

Key words: Chromatographic column, gas chromatography, chromatogram, elution, methylmethacrylate, monomer, residual methylmethacrylate, poly (methyl methacrylate), acrylic resins.

INTRODUCCIÓN

La prótesis total tiene como finalidad reemplazar las estructuras perdidas de la dentadura natural, así como las asociadas al maxilar y a la mandíbula, sus objetivos principales son la recuperación de la función, estética y conservación de la salud emocional del paciente.

Para la fabricación de la prótesis a lo largo de la historia, se han utilizado un sinnúmero de materiales, predominando la resina acrílica a base de polimetilmetacrilato por sus características físicas, mecánicas y biológicas.¹

En odontología, al proceso de solidificación de una resina dental se le conoce como polimerización. La polimerización ocurre a través de una serie de reacciones químicas, en las cuales el polímero es formado por un gran número de moléculas conocidas como monómeros.²

Es importante saber que por diversos factores, la polimerización nunca se completa al 100%, esto es, que todo el monómero se convierta en polímero y que las moléculas de monómero residual que aún faltan de polimerizar, pueden ser guiadas desde los materiales ya polimerizados hacia el exterior. El monómero residual o metacrilato de metilo residual es un compuesto de baja masa molecular y algunas veces causa reacciones de irritación a la mucosa del paciente.³ Sin embargo, existen otras sustancias en la composición de las bases de prótesis que también pueden actuar como irritantes, como son: formaldehído, producto que se libera durante el inicio de la polimerización de las resinas y el peróxido de benzoílo que tiene la misión de iniciar la polimerización del monómero.

Para superar el problema del monómero residual, se han incluido los materiales para bases de dentadura libres de metacrilato de metilo, los cuales están hechos a base de dimetacrilato de diuretano, poliuretano, polietilentereftalato y polibutilentereftalato.⁴ La gran ventaja de estas resinas hipoalergénicas es que cumplen muy bien con la concentración de monómero resi-

dual que marca la Norma ISO 1567:1999; pero no cumplen con los requerimientos para la sorción de agua ($< 32 \mu\text{g}/\text{mm}^3$) y solubilidad ($< 1.6 \mu\text{g}/\text{mm}^3$) dictados por la misma norma.

Aunado a esto, al trabajar con estos materiales no se está libre de riesgo, en un estudio se demostró que se puede presentar irritación similar a la que provoca el metacrilato de metilo; al utilizar dimetacrilato de diuretano, señalándolo también como causa primaria de la irritación a la mucosa.⁵

A lo largo del tiempo se ha buscado la forma de disminuir la concentración de monómero residual. De las investigaciones más importantes, destaca la demostrada por Bayraktar G, en la cual el contenido de metacrilato de metilo residual puede ser disminuido de 0.233 ± 0.053 a $0.101 \pm 0.014\%$ en peso si la dentadura después de ser procesada se almacena en agua destilada a 37°C por más de un día; además en esta investigación demostraron que la disminución del metacrilato de metilo residual está relacionada con la condición superficial de la resina para base de dentadura, ya que en las resinas acrílicas que son pulidas al alto brillo se disminuye la concentración de metacrilato de metilo residual en comparación con resinas acrílicas sin pulir.⁶

Sin embargo, dos de las propiedades más importantes de las resinas acrílicas son la sorción de agua y solubilidad que están en estrecha relación con la concentración de metacrilato de metilo residual, ya que si existe una alta concentración de MMR habrá una mayor sorción y solubilidad, lo que provocará la inestabilidad dimensional, de tal modo si el material está sujeto a esfuerzos internos, se da lugar a la formación de grietas y la eventual fractura de la dentadura; por lo tanto los rangos de sorción y solubilidad de estos materiales deben ser tan bajos como sea posible.⁷ Otras investigaciones destacan como mejor método para disminuir la concentración de metacrilato de metilo residual, el manipular el tiempo y la temperatura de polimerización, demostrando que el metacrilato de metilo residual decrece constantemente de 0.25 a

menos de 0.07% con el incremento del tiempo y la temperatura de polimerización.⁸

Como se describió anteriormente, se han realizado numerosos estudios enfocados en la relación existente entre el monómero residual de metacrilato de metilo y las propiedades físicas y mecánicas de las resinas para base de dentadura;⁹⁻¹² así como la importancia de encontrar el tiempo y temperatura de procesado ideal para la disminución de éste.¹³⁻¹⁷

Sabiendo todos los referentes antes mencionados, los materiales Nic tone[®], High Impact-45 Denture Acrylic[®], y Acriethyl[®]; son resinas acrílicas termopolimerizables, de uso cotidiano, para la elaboración de prótesis total en Laboratorios Dentales comerciales de la ciudad de México; éstas presentan indicaciones de uso especificadas por el fabricante, las cuales generalmente por descuido o ahorro de tiempo no se siguen, creando así alteración en la técnica de manipulación, sin tomar en consideración cuál es el efecto de dicha alteración en las propiedades de los materiales ya polimerizados. Por lo que se realizó un estudio comparativo, en el cual se cuantificó el monómero residual por medio de cromatografía de gases^{18,19} en especímenes de resinas acrílicas termopolimerizables, elaboradas con los materiales analizados, siguiendo las indicaciones del fabricante (*Cuadro I*) y en especímenes elaborados con alteración en su tiempo y temperatura de polimerización, seleccionando así tres diferentes ciclos de polimerización como variables (*Cuadro II*), esto en

base a que cada ciclo de polimerización difería con las condiciones de los ciclos de polimerización determinados por cada fabricante; y de esta manera demostrar claramente lo que pasa cuando no se aplica el ciclo de polimerización adecuado para cada material, es decir, demostrar la relación existente entre el ciclo de polimerización y la concentración de metacrilato de metilo residual de las resinas acrílicas termopolimerizables, procesadas por la técnica convencional. Basados en la hipótesis de que se alteraría la concentración de metacrilato de metilo residual al manipular el ciclo de polimerización.

MATERIAL Y MÉTODOS

En el *cuadro III* se reportan los fabricantes y marcas de los materiales analizados en este estudio. Por cada resina comercial se realizaron 3 discos de tres mezclas distintas, siguiendo los ciclos de polimerización estipulados por sus respectivos fabricantes²⁰⁻²² (*Cuadro I*), dando un total de 9 discos; y por cada resina comercial se realizaron 3 discos de tres mezclas distintas, siguiendo los tres diferentes ciclos de polimerización seleccionados como variantes para el presente estudio⁶ (*Cuadro II*) dando un total de 27 discos.

Los discos fueron preparados de acuerdo a los requerimientos de la Norma ISO 1567:1999 para polímeros para base de dentadura en su apartado para la prueba de monómero residual de metil-metacrilato.²³

Cuadro I. Ciclos de polimerización establecidos por los respectivos fabricantes.

Resina para base de dentadura	Procedimiento de acuerdo a su fabricante
Acriethyl [®]	Polimerización en agua a temperatura de ebullición durante 15 a 20 minutos sin superar los 100 °C
Nic tone [®]	Polimerización en agua 15 min a 60 °C + 15 min a 75 °C + 60 min a 95 °C. Dejando enfriar 30 minutos a temperatura ambiente y luego 15 minutos en agua fría
High Impact-45 Denture Acrylic [®]	Polimerización en banco por 30 min. Polimerización 60 min a 74 °C + 30 min a 100 °C. Dejando enfriar a temperatura ambiente durante 30 minutos

Cuadro II. Ciclos de polimerización seleccionados como variables.

Ciclos de polimerización	Descripción
Técnica convencional (M1)	Bajo presión hidráulica (6 bar) por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70 °C
Periodo corto de cocido terminal (M2)	Bajo presión hidráulica (6 bar) por 15 min, después: polimerización en agua por 20 min a 70 °C + 22 min a 92 °C
Periodo largo de cocido terminal (M3)	Bajo presión hidráulica (6 bar) por 15 min, después: polimerización en agua por 9 h a 70 °C + 3 h a 92 °C

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS DE RESINA ACRÍLICA

Se enmulló con yeso dental tipo III un disco de cera calibrado y cortado al tamaño indicado; cuando el yeso fraguó se colocó la mufla en una cacerola con agua hirviendo (*Figura 1*). Después se separó la mufla y se quitó la cera con un chorro de una solución a base de detergente y agua hirviendo. Finalmente, se enjuagó de toda la solución detergente excedente con agua hirviendo. Para poder continuar la mufla quedó libre de toda la cera, grasa y detergente. Se aplicaron tres capas de separador yeso-acrílico al registro que se obtuvo en la mufla, dejando un tiempo de secado entre cada capa de separador (*Figura 2*).

Se agitó el frasco de polvo, y se midió en probeta de vidrio separadamente la relación monómero:polímero de acuerdo a cada fabricante. En un frasco seco y limpio de vidrio y boca ancha, se vertió primero el líquido, y luego el polvo. Se mezcló con una espátula de acero inoxidable en forma suave y continua durante 1 minuto. Se tapó el frasco, evitando así las evaporaciones y se dejó reposar de acuerdo al tiempo y temperatura de reacción indicado por cada fabricante.

Antes de haber retirado el acrílico, se quitaron los residuos que no se integraron a la masa y que aparecieron en las paredes del frasco. Se sacó el preparado con la espátula y se amasó el producto con guantes de polietileno (evitando el contacto directo para no contaminarlo). Se tomó un fragmento de la masa y se empacó por uno de los extremos de la muestra, presionando con el pulgar y se agregaron fragmentos hasta completar el empacado manual. Se prensó la

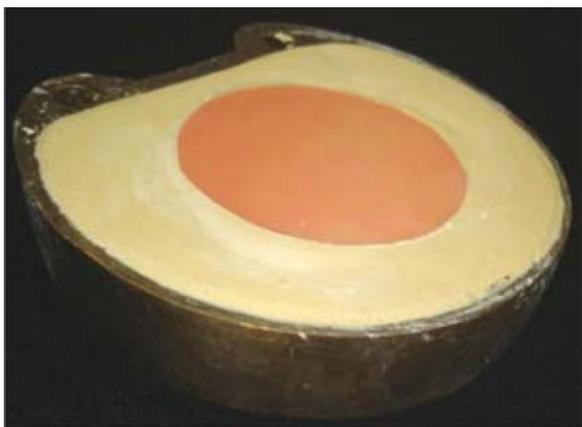


Figura 1. Enmullado del disco de cera, calibrado a las dimensiones requeridas (50 ± 1 mm de diámetro y 0.5 ± 0.1 mm de grosor).

mufla habiendo dejado previo intermedio entre modelo y acrílico una hoja de polietileno calibre 0.05 mm o preferentemente celofán húmedo. Se inició el prensado gradualmente, permitiendo la expulsión libre de los excedentes, se retiró la mufla de la prensa, se abrió, se recortaron los excedentes y se quitó el papel intermedio para después prensarla nuevamente con el máximo de presión manual posible como cerrado definitivo de la mufla. Se metió la prensa-mufla al agua, a la temperatura y el tiempo indicado por cada fabricante; posterior al tiempo de polimerización indicado se sacó la mufla de la unidad de curado y se dejó enfriar a temperatura y tiempo indicados por el fabricante (*Figura 3*). Una vez fría la mufla se abre y se obtiene el disco de acrílico (*Figura 4*). Para realizar los especí-

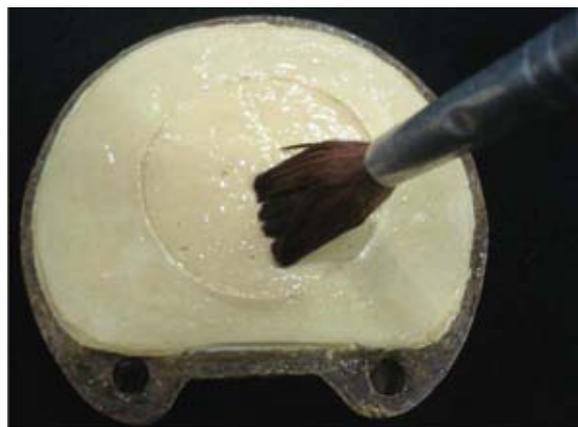


Figura 2. Una vez eliminada la cera se seca bien la mufla para aplicar el separador.



Figura 3. Una vez cerrada la mufla se introduce con todo y prensa a la unidad de curado. En los métodos de procesamiento M1, M2 y M3 después de los 15 minutos en la prensa hidráulica se cambiaron a la prensa manual marcada.



Figura 4. Disco de acrílico listo para la prueba de cromatografía de gases.



Figura 5. Cromatógrafo de gases GC-2010 Shimadzu® proporcionado por el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM.

menes bajo los ciclos de polimerización seleccionados como variables, se siguió el mismo procedimiento para la obtención del disco, así como la relación monómero:polímero establecida por cada fabricante.

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LAS SOLUCIONES MUESTRA PARA LA PRUEBA DE CROMATOGRFÍA DE GASES

El equipo y los reactivos para la cromatografía de gases fueron proporcionados por el Laboratorio de Cromatografía del Departamento de Polímeros del Instituto de Investigaciones en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México (Figura 5). Los reactivos para la cromatografía de gases y las condiciones de operación del cromatógrafo de gases se reportan en los cuadros IV y V.

Se analizaron tres soluciones muestra de cada espécimen de prueba, dando un total de nueve soluciones muestra.

Se rompió cada disco espécimen en piezas pequeñas y arbitrariamente se seleccionaron las muestras para alcanzar una masa aproximadamente de 650 mg por cada disco; se introdujeron en frascos separados para después ser registradas y etiquetadas.

Se agregó el tetrahidrofurano (THF) al frasco hasta que el volumen fue de 10 mL. Se introdujo a cada matraz un agitador magnético y cada solución muestra se agitó durante 72 ± 2 h a temperatura ambiente (Figura 6).

Después de que se diluyó cada solución se usó una pipeta volumétrica para transferir 2 mL de cada una de las soluciones muestra disueltas a matraces de 10 mL. A estos matraces se les agregó 100 μ L de estándar interno (Decano), después se agregó metanol hasta aforar a 10 mL para provocar la precipitación del polímero (Figura 7). Se dejó reposar la solución durante un día hasta que estuviera totalmente clara (Figura 8).

Después de que pasó un día se comenzó a realizar el análisis cromatográfico de cada solución muestra;

Cuadro III. Marcas y fabricantes de las resinas acrílicas utilizadas en el estudio.

Resinas para base de dentadura	Fabricante	No. de lote
Acriethil® Nic tone®	Arias Comercializadora y Distribuidora Dental S.A. de C.V. Manufacturera Dental Continental, Zapopan, Jal. México	s/n 05117448 26117993
High Impact-45 Denture Acrylic®	Lang Dental Mfg. Co., Inc Wheeling, IL 60090-0969, USA	074207AP/01AR 603807AA/02AD

primero se agitó manualmente el matraz, para después tomar 1.3 μL aproximadamente con ayuda de una microjeringa de 10 μL ; la cantidad obtenida se inyectó al cromatógrafo de gases (*Figura 9*).

Se realizaron un total de 108 inyecciones al cromatógrafo de gases, por cada inyección se obtuvo un registro gráfico denominado cromatograma (*Figura 10*); para interpretar el cromatograma se siguieron las siguientes determinaciones:

Determinación del porcentaje del MMA: Se determina el porcentaje de MMA usando las relaciones correspondientes:

$$\frac{A'_{MMA}}{A'_{E.I.}}$$

Donde:

A'MMA: Es el área del pico de monómero de MMA en la solución muestra.

A' E.I.: Es el área del pico del estándar interno en la solución muestra.

Cuadro IV. Reactivos utilizados para la cromatografía de gases.

Reactivos

Hidroquinona

Acetona (A) con grado de pureza HPLC

Tetrahidrofurano (THF) con grado de pureza HPLC

Metanol (CH_3OH) con grado de pureza HPLC

Decano como estándar interno (IS), con grado de pureza HPLC; el cual no interfirió con ningún componente de la solución muestra

Se usa la curva de calibración para determinar la concentración, en microgramos de MMA (c_{MMA}) por mililitro de solución muestra.

La cantidad total de MMA en la solución muestra (m_{MMA} en μg), es calculada por la ecuación:

$$m_{MMA} = \left[c_{MMA} (\mu\text{g/mL}) \times \frac{10 (\text{mL})^a}{2 (\text{mL})} \times 10 (\text{mL})^b \right] \mu\text{g}$$

Para realizar la precipitación del polímero disuelto, se afora con metanol a 2 mL de la solución muestra y 100 mL de estándar interno, en un matraz aforado de 10 mL. Si la precipitación del polímero no se logra con una dilución 2:10; este factor puede ser alterado.

El volumen de solución muestra original será de 10 mL.



Figura 6. Frasco con la muestra pesada, se agrega THF como disolvente, y se coloca en una parrilla de agitación durante 72 ± 2 horas.

Cuadro V. Componentes del cromatógrafo de gases y sus condiciones de operación.

Condiciones de operación del cromatógrafo de gases

Tipo de columna	Tubo capilar Stabilwax® entrecruzada Carbowax-Polietilenglicol (Fabricada en USA por Restek®)
Longitud y diámetro	30 m de longitud y 0.53 mm de diámetro
Temperatura mínima de la columna	40 °C
Temperatura máxima de la columna	260 °C
Temperatura del inyector	220 °C
Tipo de detector	Detector de ionización de flama
Temperatura del detector	220 °C
Gas portador	Nitrógeno HPLC
Gases combustibles	Hidrógeno y aire
Tiempo de corrida	12 minutos

$$\text{Monómero residual (\% fracción en masa)} = \left[\frac{m_{MMA}}{m_{muestra}} \right] 100$$

Donde $m_{muestra}$ = es la masa de la muestra dada en microgramos.

ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Se aplicó un análisis de varianza de una vía (ANOVA) ($P = 0.01$) y la prueba de Tukey para la comparación múltiple entre medias ($P = 0.05$).²⁴

RESULTADOS

En el *cuadro VI* y la *figura 11* se muestran las medias y las desviaciones estándar del grupo Acriethyl obtenidos de la prueba por cromatografía de gases para la cuantificación de la concentración monómero residual.

En este grupo se puede observar una disminución marcada en la concentración de monómero residual conforme se aumentó el tiempo y la temperatura de polimerización. Cabe resaltar que dentro de cada ciclo de polimerización aplicado como variable, se obtuvo una diferencia estadísticamente significativa ($P > 0.05$) con respecto al método determinado por el fabricante (*Cuadro VII*).

Cuadro VI. Resultados de la cromatografía de gases, se muestran las medias y las desviaciones estándar de los diferentes ciclos de polimerización aplicados al grupo Acriethyl.

Grupo	Media (% de MMR)	Desviación estándar
Acriethyl Fab.	0.3780	0.2440
Acriethyl 42 min (M2)	0.0928	0.0143
Acriethyl 9 h (M1)	0.0622	0.0286
Acriethyl 12 h (M3)	0.0362	0.0642

Cuadro VII. Diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el Grupo Acriethyl.

Comparación	Diferencia de medias	q	P < 0.05
A Fab. vs A 42 min	0.28500	20.98400	Sí
A Fab vs A 9 h	0.31500	23.23700	Sí
A Fab. vs A 12 h	0.34100	25.15700	Sí

En el *cuadro VIII* y la *figura 12* se puede observar la media y la desviación estándar del grupo Nic tone. En este grupo se puede observar que la variación de monómero residual entre el ciclo de polimerización determinado por el fabricante y cada ciclo de polimerización aplicado como variable en este estudio no muestra una disminución tan marcada. Comparando el ciclo de polimerización determinado por el fabricante con las variables **M1** y **M3** no se obtiene una diferencia estadísticamente significativa ($P < 0.05$) al aplicar la prueba de Tukey.

Si se compara la concentración de monómero residual del ciclo de polimerización determinado por el fabricante con la variable **M2**, esta última muestra un



Figura 7. Matraz aforado de 10 mL, el cual contiene 2 mL de la solución muestra + 100 µL de Decano.



Figura 8. Solución precipitada con metanol después de 24 horas de reposo.

aumento en la concentración de monómero residual, sin embargo, si se aplica la prueba de Tukey se puede aseverar que no existe una diferencia estadísticamente significativa ($P < 0.05$) (Cuadro IX).

En el cuadro X y la figura 13 se muestra la media y la desviación estándar del grupo High Impact-45 Denture Acrylic. Se puede observar que la variación de monómero residual del ciclo de polimerización determinado por el fabricante con respecto a las variables **M1** y **M2** es menor, dando como resultado una diferencia estadísticamente significativa ($P > 0.05$) si se aplica la prueba de Tukey. Mientras que la variable **M3** indica una disminución en la concentración de monómero residual con respecto al ciclo de polimerización determinado por el fabricante. Dando como resultado una diferencia estadísticamente significativa ($P > 0.05$) aplicando la prueba de Tukey (Cuadro XI).

DISCUSIÓN

Las resinas para base de dentadura analizadas en este trabajo, cumplieron con la Norma ISO 1567:1999 para la concentración de monómero residual (2.2% en fracción masa como máximo para polímeros tipo 1 clasificación 1),¹⁰ ya que todas expresaron valores muy por debajo de lo permitido al ser manipuladas bajo las indicaciones de su respectivo fabricante.

Variar el ciclo de polimerización a cada resina para base de dentadura demostró un cambio significativo



Figura 9. Inyección de la muestra al cromatógrafo de gases.

en la concentración de monómero residual, arrojando como dato importante que la concentración de monómero residual está relacionada con el periodo de inducción del peróxido de benzoílo, utilizado como agente iniciador en este tipo de resinas, ya que se puede obtener como resultado el aumento o la disminución en la concentración de monómero residual.

Vallittu¹³ en 1998 en la Universidad de Turku en Finlandia, realizó un estudio a resinas termopolimerizables para base de dentadura, en el cual aplicó un ciclo de polimerización inicial de 70 °C seguido de un ciclo de polimerización de 100 °C, dando como dato importante que al utilizar un ciclo de curado de 100 °C por 12 horas, se obtiene como resultado 0.07% de monómero residual en fracción masa; concluyendo que a

Cuadro VIII. Resultados de la cromatografía de gases, se muestran las medias y las desviaciones estándar de los diferentes ciclos de polimerización aplicados al grupo Nic tone.

Grupo	Media (% de MMR)	Desviación estándar
Nic tone Fab.	0.0482	0.00534
Nic tone 42 min (M2)	0.0638	0.00907
Nic tone 9 h (M1)	0.0310	0.00708
Nic tone 12 h (M3)	0.0304	0.00396

Cuadro IX. Diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el grupo Nic tone.

Comparación	Diferencia de medias	q	P < 0.05
N Fab. vs N 42 min	0.01560	1.14700	No
N Fab. vs N 9 h	0.01720	1.26600	No
N Fab. vs N 12 h	0.01780	1.31300	No

Cuadro X. Resultados de la cromatografía de gases, se muestran las medias y las desviaciones estándar de los diferentes ciclos de polimerización aplicados al grupo High Impact-45 Denture Acrylic (Lang).

Grupo	Media (% de MMR)	Desviación estándar
Lang Fab.	0.5770	0.09370
Lang 42 min (M2)	0.6940	0.06820
Lang 9 h (M1)	0.7280	0.00708
Lang 12 h (M3)	0.0880	0.02140

tiempo prolongado de temperatura de 100 °C, da como resultado valores mínimos de monómero residual.

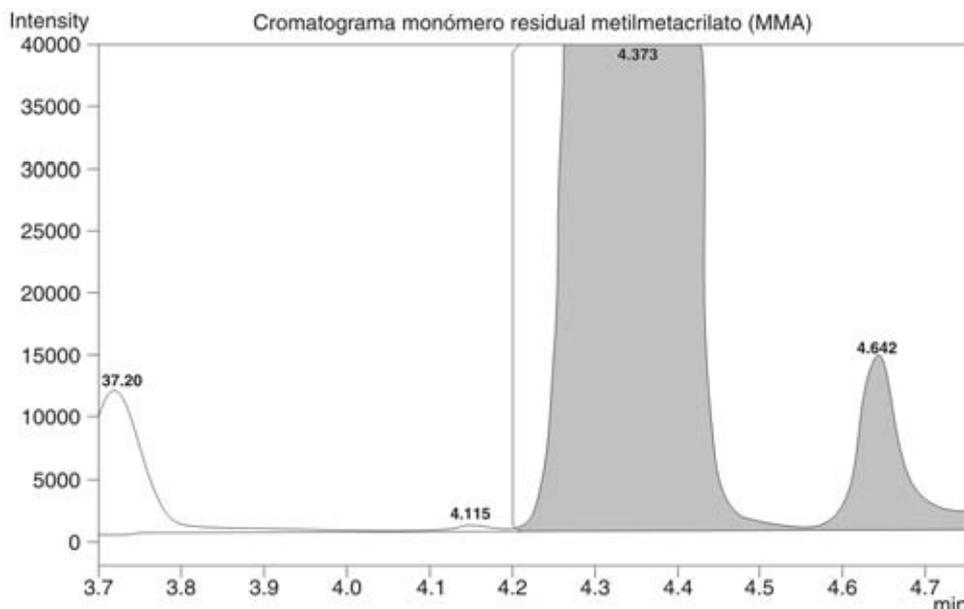
En nuestro estudio las resinas para base de dentadura presentan un porcentaje de monómero residual

de: Acriethyl (0.0362%), Nicitone (0.0304%), y High Impact-45 Denture Acrylic (0.0880%), alcanzando dichas concentraciones al aplicárseles un tiempo de polimerización de banco de 15 minutos bajo presión hidráulica



Información muestra

Fecha y hora de análisis = 4/11/2008 3:43:19 PM
 Analista = Salvador LM
 Nombre de la muestra = Nicitone 9h C 01
 Identificación de la muestra = Convencional
 Tipo de muestra = Control
 Nombre en la base de datos = C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Danovan\Nicitone 9h C 01.gcd
 Nombre del método = C:\GCsolution\Data\Project1\Styrene_Toluene\Odontologia\Monomero Residual PMMA Cu



Picos del analito-channel 1

# Pico	Tiempo ret.	Altura	Área	Conc.
1	1.418	1285	3846	0.000
2	1.532	530	1237	0.000
3	1.894	2087	4276	0.000
4	2.037	672	1891	0.000
5	2.160	7986	21912	0.000
6	2.500	64761012	168171835	0.000
7	3.044	47063748	381861789	0.000
8	3.202	50765	247009	0.000
9	3.413	1443	3991	0.000
10	3.482	2182	8082	0.000
11	3.720	11567	61632	0.000
12	4.155	619	2502	0.000 %
13	4.373	2832205	11172228	20083.320 %
14	4.642	14063	55623	1095.726 %

Figura 10. Cromatograma original seleccionado de acuerdo al promedio del Grupo Nicitone 9h (M1).

de 6 bar, para después aplicarse un ciclo de polimerización de 9 horas a 70 °C + 3 horas a 92 °C, concluyendo que es posible reducir la concentración de monómero residual si se combina una polimerización de banco bajo presión hidráulica controlada con un ciclo de polimerización de 9 horas a 70 °C aumentándolo posteriormente a 92 °C por 3 horas más.

Shim y Watts¹² en 1999 en la Universidad de Manchester estudiaron dos resinas para base de dentadura por compresión, en las cuales aplicaron un ciclo largo de polimerización (L = 73 °C por 9 horas) y un ciclo corto de polimerización (C = 73 °C por 90 minutos + 100 °C por 30 minutos) a cada resina, para después de 24 horas aplicarles un segundo ciclo de polimerización (LM=L+100 °C por 2 horas) y (CM=C+100 °C por 2 horas), obteniendo como resultado una disminución significativa en la concentración de monómero residual, coincidimos en que una forma de poder disminuir la concentración de monómero residual es aplicar un segundo ciclo de curado, sólo que nosotros podemos señalar que no es necesario que pasen 24 horas para aplicarlo.

Los resultados de concentración de monómero residual obtenidos de los tres diferentes ciclos de polimerización (*Técnica convencional, periodo corto de cocido terminal y periodo largo de cocido terminal*) utilizados en este estudio, al ser comparados con los resultados de concentración de monómero residual obtenidos del método de procesado de cada fabricante, demostraron una relación decreciente en la concentración de monómero residual y esto lo podemos comparar con el estu-

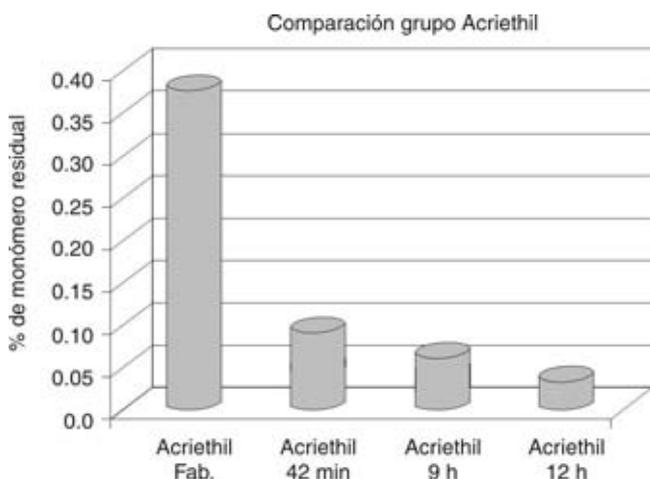


Figura 11. Comparación de los porcentajes promedio en fracción masa de cada variable aplicada al grupo Acriethyl.

Cuadro XI. Diferencias entre medias de la prueba de Tukey en el Grupo Lang.

Comparación	Diferencia de medias	q	P < 0.05
L Fab vs L 42min	0.11700	8.58800	Sí
L Fab. vs L9h	0.15100	11.10200	Sí
L Fab vs L 12h	0.48900	36.05500	Sí

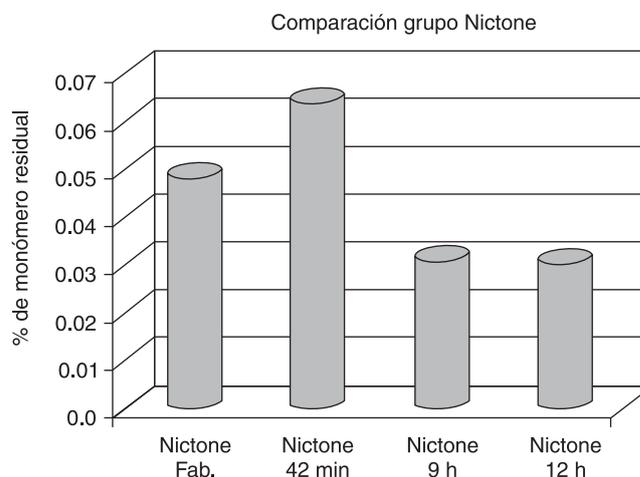


Figura 12. Comparación de los porcentajes promedio en fracción masa de cada variable aplicada al grupo Nictone.

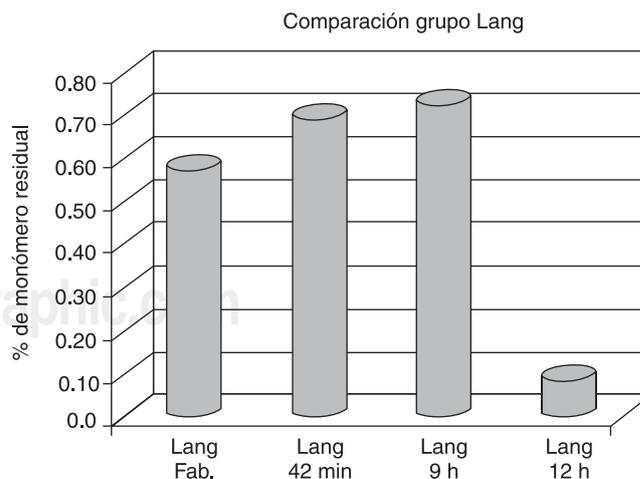


Figura 13. Comparación de los porcentajes promedio en fracción masa de cada variable aplicada al grupo High Impact-45 Denture Acrylic (Lang).

dio realizado por G. Bayraktar⁶ en 2004 en la Universidad de Estambul, en el cual al utilizar los mismos métodos de procesado aplicados a resinas para base de dentadura de poli (metilmetacrilato) diferentes a las analizadas en este estudio, obtuvo datos similares en cuanto a la disminución de monómero residual.

En todos los estudios realizados sobre monómero residual en resinas de poli (metilmetacrilato) para base de dentadura se ha tratado de encontrar un equilibrio, es decir, tratar de llegar al cero absoluto en cuanto a la concentración de monómero residual aplicando técnicas simples sin la necesidad de equipo complejo para el control de la temperatura; aunque se ha observado que al aumentar el tiempo y la temperatura de polimerización se obtienen concentraciones de monómero residual de 0.25% al valor más bajo 0.07% a una temperatura de 100 °C como lo demostró Lung y Darvell⁹ en 2005 en el Hospital Dental de Hong Kong; ninguno se ha aproximado al equilibrio, sin embargo se han obtenido diversos ciclos de polimerización óptimos para diversos casos en los cuales no se puede obtener una ebullición del agua a 100 °C como es el caso de la ciudad de México que por razones de altitud el agua bulle a 92 °C. También se ha demostrado que una manipulación meticulosa es necesaria para obtener resultados favorables, y que debido a esto, la concentración de monómero residual está condicionada por múltiples factores como son la relación monómero:polímero, en la cual al no tener una relación proporcional no solamente podemos repercutir en la concentración final de monómero residual, sino que también se pueden afectar las propiedades físicas y mecánicas del material ya polimerizado.

En el presente estudio, el tiempo y la intensidad de espatulado en la mezcla fue importante, puesto que fueron variables que no se pudieron controlar por completo, ocasionando que al no tener una mezcla uniforme, la reacción puede obtener una concentración de monómero residual menor o mayor. Otro punto importante es la higiene en la manipulación, ya que si existe algún agente extraño durante la manipulación, éste puede interferir con la reacción química, dando como resultado la inhibición o retardo de la polimerización y por consiguiente la alteración de la concentración de monómero residual, además de que cualquier tipo de impureza también puede interferir en el análisis cromatográfico, emitiendo resultados erróneos.

En cuanto al análisis cromatográfico, Sadamori¹⁰ en 1990, en la Universidad de Hiroshima realizó un estudio en el cual concluyó que la metil-etilcetona es el disolvente más eficaz para la extracción de monómero residual de metilmetacrilato con la posterior precipi-

tación de la muestra con metanol. En 1999 la Organización Internacional de Estandarización determinó en su Norma número 1567 que el disolvente más eficaz es la acetona con la precipitación posterior con metanol. Lung y Darvell⁹ en 2004 en el Hospital Dental Prince Phillip de Hong Kong realizaron un estudio en el cual concluyeron que el mejor disolvente es el diclorometano, por medio de una inyección directa. Nosotros en un principio utilizamos acetona como disolvente guiándonos por la Norma ISO 1567:1999 sin embargo, al dejar el tiempo de disolución indicado por la Norma y todavía una semana más, observamos que no se disolvía la muestra, por lo que realizamos pruebas de disolución con varios solventes como fueron acetona, dimetilformamida (DMF), tolueno y tetrahidrofurano (THF), de los cuales las resinas para base de dentadura a base de poli (metil-metacrilato) demostraron una mayor solubilidad en tetrahidrofurano. Por lo que concluimos que la cromatografía de gases para polímeros a base de poli metilmetacrilato puede ser reforzada si se utiliza como disolvente tetrahidrofurano.

CONCLUSIONES

La resina para base de dentadura Acriethyl demostró una disminución notable en la concentración de monómero residual conforme se aumentó el tiempo y la temperatura de polimerización, de acuerdo a cada variable o método de procesado, pero siempre respetando el valor establecido por la Norma ISO 1567:1999 (2.2% en fracción masa como máximo para polímeros Tipo 1 Clasificación 1).

La resina para base de dentadura Nictone no demostró una disminución marcada en la concentración de monómero residual entre el procesado determinado por el fabricante y cada variable utilizada en el estudio; los valores estuvieron dentro del rango establecido por la Norma ISO 1567:1999.

La resina para base de dentadura High Impact-45 Denture Acrylic demostró que la concentración de monómero residual en el procesado determinado por el fabricante es menor con respecto a las variables M1 y M2. La variable M3 demuestra una disminución en la concentración de monómero residual con respecto al ciclo de polimerización determinado por el fabricante. Pero los resultados siempre están dentro del rango establecido.

Podemos concluir que el ciclo de polimerización influye de manera directa a la concentración de metilmetacrilato residual, esto debido a que las condiciones de tiempo y temperatura de polimerización de las variables M1, M2 y M3 pudieron o no ser óptimas para el periodo de inducción de cada polímero anali-

zado en este estudio, dando como resultado que la concentración de metilmetacrilato residual aumentara o disminuirá.

Es importante seguir un protocolo estricto de trabajo en el laboratorio dental, ya que tanto el alumno de licenciatura como el de postgrado tendrá el pleno conocimiento de cómo se debe trabajar correctamente y una vez egresado establecerá una comunicación con el técnico protesista dental para que en conjunción logren incrementar el éxito del tratamiento dental.

REFERENCIAS

1. Takahashi Y, Chai J, Kawaguchi M. Effect of water sorption on the resistance to plastic deformation of a denture base material relined with four different denture reline materials. *Int J Prosthodont* 1998; 80: 49-54.
2. Anusavice, Gutiérrez R, Sánchez y Castillo. *La ciencia de los materiales dentales*. México Interamericana Mc Graw-Hill 2004: 219-244.
3. Jorge JH, Giampaolo ET, Machado AL, Vergani CE. Cytotoxicity of denture base acrylic resins: a literature review. *J Prosthet Dent* 2003; 90(2): 190-3.
4. Pfeiffer P, Rosenbauer EU. Residual methyl methacrylate monomer, water sorption, and water solubility of hypoallergenic denture base materials. *J Prosthet Dent* 2004; 92(1): 72-8.
5. Pfeiffer P, Rosenbauer EU. Flexural strength and moduli of hypoallergenic denture base materials. *J Prosthet Dent* 2005; 93(4): 372-7.
6. Bayraktar G, Guvener B, Bural C, Uresin Y. Influence of polymerization method curing process, and length of time of storage in water on the residual methyl methacrylate content in dental acrylic resins. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2006; 76B: 340-345.
7. Jagger RG. Effect of the curing cycle properties of a polymethylmethacrylate denture base material. *J Oral Rehabil* 1978; 5: 151-7.
8. Lung CYK, Darvell BW. Minimization of the inevitable residual monomer in denture base acrylic. *Dent Mater* 2005; 21(12): 1119-28.
9. Lung CYK, Darvell BW. Methyl methacrylate in poly (methyl methacrylate) Validation of direct injection gas chromatography. *J Chromatogr A* 2004; 1061: 93-98.
10. Sadamori et al. A method of determining residual monomer in acrylic resin using methyl ethyl ketone. *Aust Dent J* 1990; 35(6): 509-13.
11. Urbana V et al. Residual monomer of reline acrylic resins. Effect of water-bath and microwave post-polymerization treatments. *Dent Mater* 2007; 23(3): 363-8.
12. Shim JS, Watts DC. Residual monomer concentrations in denture-base acrylic resin after an additional, soft-liner, heat-cure cycle. *Dent Mater* 1999; 15(4): 296-300.
13. Vallittu PK, Ruyter IE, Buykilmaz S. Effect of polymerization temperature and time on the residual monomer content of denture base polymers. *Eur J Oral Sci* 1998; 106(1): 588-93.
14. Vallittu PK, Miettinen V, Alakuijala P. Residual monomer content and its release into water from denture base materials. *Dent Mater* 1995; 11(6): 338-42.
15. Dogan A, Bek B, Cevik NN, Usanmaz A. The effect of preparation conditions of acrylic denture base materials on the level of residual monomer, mechanical properties and water absorption. *J Dent* 1995; 23(5): 313-8.
16. Sadamori S et al. Influence of thickness and location on the residual monomer content of denture base cured by three processing methods. *J Prosthet Dent* 1994; 72(1): 19-22.
17. Lassila LV, Vallittu PK. Denture base polymer Allident Sinomer: mechanical properties, water sorption and release of residual compounds. *J Oral Rehabil* 2001; 28(7): 607-13.
18. Willard HH. *Instrumental methods of analysis*. Wadsworth, Inc., USA, 1988.
19. *Handbooks of Amersham Pharmacia Biotech*. Ion Exchange Chromatography, Affinity Chromatography, Hydrophobic Interaction Chromatography, Reversed Phase Chromatography, Sweden. 2002.
20. *Manual de uso del acrílico Nic tone®*, MCD Dental, Zapopan, Jalisco México.
21. *Manual de uso del acrílico Acriethyl®*. Arias Comercializadora y Distribuidora Dental S.A. de C.V.
22. *Manual de uso del acrílico High Impact-45 Denture Acrylic®*. Lang Dental Mfg. Co. Inc. Wheeling, IL 60090-0969, USA.
23. *International Standard*. ISO 1567 Dentistry-denture base polymers. Third Edition. 1999-02-15.
24. Wayne WD. *Bioestadística, base para el análisis de las ciencias de la salud*. Editorial Limusa México 1983.

Dirección para correspondencia:

C.D. Rogelio Danovan Venegas Lancón

San Antonio Tomatlán Núm. 98 int. B302

Col. Penitenciaría 15280,

Del. Venustiano Carranza México, D.F.

Fax: 56-16-12-01

E-mail: danovl@hotmail.com, slm@iim.unam.mx