

Evaluación termo-mecánica de composites dentales fotopolimerizables

Thermo-mechanical evaluation of light-cured dental composites

Oridayma Tarano-Artigas¹ <https://orcid.org/0000-0001-8879-7664>

Juan Valerio Cauich-Rodriguez² <https://orcid.org/0000-0003-0809-7794>

José Manuel Cervantes-Uc² <https://orcid.org/0000-0001-5979-0017>

Lucien Veleva-Muleshkova³ <https://orcid.org/0000-0003-1433-2885>

Yaymarilis Veranes-Pantoja^{1*} <https://orcid.org/0000-0003-2468-9319>

¹Centro de Biomateriales, Universidad de La Habana, La Habana, Cuba

²Centro de Investigación Científica de Yucatán (CICY), Mérida, México

³Centro de Investigación y Estudios Avanzados (CINVESTAV), Física Aplicada, Mérida, México

* Autor para la correspondencia: yayma@biomat.uh.cu, yaymarilis@gmail.com

RESUMEN

El objetivo del estudio fue evaluar las propiedades termo-mecánicas de seis composites dentales fotopolimerizables, preparados utilizando aerosil OX50 como relleno inorgánico y dos matrices: Bis-GMA/dimetacrilato de tetraetilenglicol/ γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano y Bis-GMA/dimetacrilato de trietilenglicol/ γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano. El sistema iniciador fue el par canforquinona/metacrilato de N,N-dimetilaminoetilo. El relleno se caracterizó por Espectroscopia Infrarroja a transformada de Fourier, Difracción de rayos-X y Microscopía Electrónica de Barrido. Los composites se evaluaron mediante Análisis Termogravimétrico y Análisis Mecánico Dinámico. Se corroboró que el aerosil OX50 es un dióxido de silicio amorfo, formado por partículas esféricas de tamaño nanométrico. Los composites experimentales son térmicamente estables hasta los 300 °C, lo que resulta apropiado para su aplicación. Tres de ellos presentan módulos y temperaturas de transición

vítrea adecuadas, ambos parámetros son ligeramente superiores a los del composite comercial Tetric Ceram®. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos, es posible utilizar los dimetacrilatos de tetraetilenglicol y trietilenglicol en la preparación de los composites dentales experimentales.

Palabras clave: composites dentales fotopolimerizables; aerosil OX50; nanorelleno; temperatura de transición vítrea.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the thermo-mechanical properties of six light-cured dental composites, prepared using aerosil OX50 as inorganic filler and two matrices: Bis-GMA/tetraethyleneglycol dimethacrylate/ γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane and Bis-GMA/triethyleneglycol dimethacrylate/ γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane. The initiator system was based on the camphorquinone /N, N-dimethylaminoethyl methacrylate pair. The filler was characterized by Infrared Spectroscopy to Fourier Transform, X-ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy. Dental composites were evaluated by Thermogravimetric Analysis and Dynamic Mechanical Analysis. It was confirmed that aerosil OX50 is an amorphous silicon dioxide, formed by spherical particles of nanometric size. Composites are thermally stable up to 300 °C, which is suitable for their application. Three of the experimental composites have adequate modulus of elasticity and glass transition temperatures, both parameters being slightly higher than those of the Tetric Ceram® commercial composite used as reference. Considering the results obtained, it is possible to use tetraethyleneglycol and triethyleneglycol dimethacrylates in the preparation of experimental dental composites.

Keywords: light-cured dental composites; aerosil OX50; nanofiller; glass transition temperature.

Recibido: 14/1/2022

Aprobado: 20/2/2022

Introducción

Existe una amplia gama de materiales en odontología que se emplean con el propósito de restablecer las funciones masticatorias del diente, y lograr restauraciones más estéticas y efectivas. El más antiguo es la amalgama de plata, que tiene gran resistencia y durabilidad, pero debido a su aspecto antiestético y posible toxicidad por mercurio presente en su composición, se ha disminuido su uso. Algunos países que se han acogido al Convenio de Minamata ⁽¹⁾ han prohibido su uso. Este tratado global tiene como objetivo proteger la salud humana y el medio ambiente de las emisiones de mercurio y sus compuestos.

Otros materiales dentales que han ganado espacio, por ofrecer restauraciones estéticas y con menos sacrificio del tejido dental sano, son las resinas dentales o composites dentales, como también son conocidos ^(2, 3), aunque estos presentan menor resistencia mecánica que las amalgamas.

Diversos son los estudios realizados con el objetivo de mejorar las propiedades de los composites. Uno de estos avances que marcó un hito en su desarrollo fue en 1962 la síntesis del monómero 2,2 [p-(2-hidroxi-3-metacriloxipropoxi)fenil] propano, mejor conocido como Bis-GMA o monómero de Bowen en honor a su creador, con el que se mejoran las propiedades físicas de las resinas compuestas.^(4, 5) Desde entonces, la mayoría de las formulaciones de sellantes o composites dentales emplean en su composición Bis-GMA o modificaciones de este.^(6, 7)

Los composites dentales, generalmente están formados por una mezcla de monómeros metacrílicos (matriz orgánica) unidos a partículas de relleno inorgánico por un agente de acoplamiento.⁽⁸⁾ Los dobles enlaces carbono-carbono que posee el Bis-GMA (figura 1) en cada uno de los extremos de la molécula polimerizan mediante radicales libres. Además, la separación que existe entre los grupos metacrílicos provoca que el monómero al polimerizar experimente poca contracción, y los dos grupos aromáticos en su centro le confieren cierta rigidez y gran resistencia.

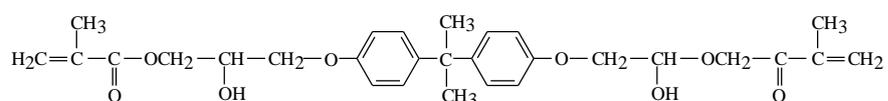


Fig. 1- Estructura de 2,2 [p-(2-hidroxi-3-metacriloxipropoxi)fenil] propano (Bis-GMA)

El Bis-GMA es altamente viscoso, por lo que es necesario utilizar monómeros diluyentes, como los dimetacrilatos de tetraetilenglicol o trietilenglicol, por citar algunos. La adición de partículas inorgánicas a la matriz reduce la contracción de polimerización, la absorción acuosa y el coeficiente de expansión térmica, y proporciona un aumento en la resistencia a la tracción, la compresión y la abrasión de los composites. Entre los materiales de relleno más empleados se encuentran las partículas de cuarzo, vidrios y óxido de silicio.⁽⁹⁻¹⁴⁾ Las modificaciones en los rellenos van dirigidas, especialmente en el tipo, la variación del tamaño de partícula y la combinación de diferentes tamaños, para mejorar las propiedades de los composites.

Otro componente importante en las resinas compuestas son los agentes de acoplamiento, que están destinados a lograr una unión óptima entre el relleno inorgánico y la matriz polimérica, que es uno de los factores determinantes en la resistencia y durabilidad. Para mejorar esta adhesión, la superficie del relleno se trata con silanos, el más utilizado es el γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS).⁽¹⁵⁾ En los últimos tiempos, algunos autores recomiendan incorporarlo directamente a la matriz como diluyente o en sustitución parcial del diluyente.^(16, 17)

En la actualidad, existe una tendencia a utilizar resinas compuestas fotopolimerizables, debido al mayor tiempo de trabajo que tiene el estomatólogo en la aplicación clínica. Además, se obtienen restauraciones con gran similitud a la coloración dental, lo que las convierte en un material estéticamente apropiado⁽¹⁸⁾, con un mejor acabado superficial, y son mucho más conservadoras porque solo requieren la eliminación de la lesión cariosa. El sistema de iniciación por excelencia continúa siendo la canforquinona (iniciador fotoquímico), aunque se han estudiado otros con menor intensidad del color.⁽¹⁹⁾

Durante la polimerización, las resinas compuestas se transforman de líquida a una fase gomosa-vítrea. Inicialmente, el material permanece en su etapa líquida, y es capaz de fluir antes de que alcance su etapa gomosa, y adaptarse a los márgenes de la restauración. Para estudiar los cambios en el módulo y las propiedades viscoelásticas de los composites dentales, se ha utilizado durante muchos años el análisis dinámico termo-mecánico (DMTA). Por esta técnica se pueden identificar las transiciones poliméricas a medidas que cambian las condiciones de ensayo y la temperatura.⁽¹⁰⁾

Para adaptarse a las necesidades de cada paciente, han surgido numerosos tipos de composites dentales con diferentes características y modos de uso de una amplia gama de marcas como Dentsply, Coltene, Ivoclar Vivadent, 3M Espe, Larident, GC, Kerr, Voco. Market, Heraeus, SDI, Kuraray, Medicaline, entre otros.⁽²⁰⁾ Aún persisten limitaciones en las propiedades de los composites dentales, que traen consigo en muchos casos el fracaso en su aplicación clínica, aunque no siempre está condicionado por la composición del material, ya que existen otros factores que inciden en el éxito de los mismos, que van desde la afección del paciente, sus hábitos, hasta las técnicas empleadas en la colocación del material. Por eso, es necesario prestarles atención teniendo en cuenta que la caries dental es una enfermedad ante la cual el organismo no tiene mecanismos de defensa.

En el Centro de Biomateriales de la Universidad de La Habana se llevan a cabo investigaciones para el desarrollo de nuevas formulaciones de composites dentales, con vistas a obtener obturantes para uso clínico en el sistema de salud nacional, que garanticen la funcionalidad, durabilidad, estética y sustituyan importaciones. El objetivo de este estudio fue evaluar las propiedades termo-mecánicas de seis nuevos composites dentales fotopolimerizables, preparados empleando aerosil OX50 como relleno inorgánico nanométrico y dos sistemas monoméricos, donde se sustituye, parcialmente, el monómero diluyente por el MPS para mejorar el acoplamiento matriz- relleno. Además, se analiza la influencia de los dimetacrilatos (tetraetilenglicol y trietilenglicol) utilizados como diluyentes en las propiedades de los composites experimentales estudiados.

Materiales y métodos

Preparación de los composites dentales

Se prepararon seis composites dentales fotopolimerizables experimentales, cuya composición se muestra en la tabla 1. Todos los composites contienen en su matriz Bis-GMA y MPS, ambos de la marca Sigma Aldrich, EE.UU., con un 98 % de pureza. Su diferencia radica en el dimetacrilato utilizado como diluyente.

Tabla 1- Composición de las resinas dentales experimentales y comercial

Composites	Matriz orgánica		Relleno inorgánico		Fabricante
	% peso	Composición	% peso	Composición	
C125	75	Bis-GMA	25	SiO ₂ coloidal (Aerosil OX50)	Experimental- BIOMAT Lote: 150316
C135	65	TEGDMA	35		
C145	55	MPS (MM1)	45		
C225	75	Bis-GMA	25		
C235	65	TEGDMA	35		
C245	55	MPS (MM2)	45		
Tetric Ceram®(TT)	18	Bis-GMA TEGDMA	82	Aluminosilicatos de bario, Fluoruro de iterbio, sílice coloidal, mezclas de óxidos y copolímeros	IVOCLAR VIVADENT Lote: M47239

Los composites C125, C135 y C145 están formados por la matriz MM1 que contiene dimetacrilato de tetraetilenglicol (TEEDGMA) y 25, 35 y 45 % de aerosil OX 50, respectivamente; y los composites C225, C235 y C245 por la matriz MM2, donde se utiliza el dimetacrilato de trietilenglicol (TEDGMA) y los mismos porcentajes de relleno. Ambos dimetacrilatos de la marca Fluka, Suiza con un 98 % de pureza. Como composite dental de referencia se utilizó la resina comercial Tetric Ceram®, color A3 de la casa comercial 3M. Se empleó el par Canforquinona (CQ, Aldrich, EE.UU., 98 %)/Metacrilato de N,N-dimetilaminoetilo (DMAEMA, Riedel-de Haen, Alemania 98 %) como sistema iniciador. El curado de los composites dentales se realizó con una lámpara LED que cuenta con las siguientes características: emisión máxima de 465 nm (coincide con el máximo de absorción de la Canforquinona) y una potencia de 1 200 mW/cm².

Caracterización del relleno inorgánico aerosil OX50

La caracterización del aerosil OX50 por Espectroscopia Infrarroja a Transformada de Fourier (FTIR) se realizó con el espectrómetro Thermo Nicolet Nexus 670, con resolución de 4 cm⁻¹, a 64 barridos y en el intervalo espectral de 400–4 000 cm⁻¹. Las muestras de aerosil OX50 se dispersaron en KBr de calidad espectroscópica.

Los patrones de Difracción de Rayos X (DRX) se obtuvieron a temperatura ambiente con el difractómetro Bruker D-8 Advance, usando 40 kV y 30 mA, con radiación K_α del Cu (1,54 056 Å), con un tiempo y un tamaño de paso de 0,5 s y 0,02 grados, respectivamente, en el intervalo angular de 0-50° en 2θ.

El estudio por Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) del aerosil OX50, se realizó con el microscopio JEOL, JSM 840. Las muestras en polvo se dispersaron sobre un soporte de

grafito, y se procedió a la metalización con oro. El microscopio tiene integrado una sonda de Energía Dispersiva de Rayos X (SEM-EDX) que permitió el microanálisis semicuantitativo del relleno.

Caracterización de los composites dentales

El análisis Termogravimétrico (TG) fue realizado con el equipo SETARAM SETYSYS EVOLUTION16-18, usando probetas de 3 mm de diámetros x 1 mm de espesor de cada composite polimerizado durante 40 s. Los datos se registraron en el intervalo de temperatura de 30 a 700 °C, con velocidad de calentamiento de 5 °C /min y flujo de nitrógeno de 50 mL/min.

Las propiedades viscoelásticas de los composites fueron determinadas mediante el análisis mecánico dinámico (DMA) con el equipo Rheometric Scientific DMA Mk III, usando cuatro probetas de cada composite de 2 x 2 x 40 mm, en moldes de teflón, polimerizados durante 40 s en toda su extensión. Los registros se realizaron en el intervalo de temperaturas de -50 °C a 200 °C, con velocidad de calentamiento de 10 °C/min, flujo de nitrógeno de 50 mL/min y una frecuencia de 1 Hz. El procesamiento de los datos se realizó con el empleo del programa de cómputo Origin8.

Discusión de resultados

Caracterización del relleno inorgánico aerosil OX50

En el espectro de FTIR del aerosil OX50 (figura 2a) se observan las tres bandas características del acoplamiento Si-O-Si.⁽²¹⁾ La primera banda, muy intensa, en 1124 cm^{-1} corresponde a la vibración de estiramiento del acoplamiento ($\nu_{\text{Si-O-Si}}$). La segunda banda, de poca intensidad, que aparece en los 810 cm^{-1} es típica del doblaje en el plano ($\delta_{\text{Si-O-Si}}$), y la última banda, de intensidad media en 478 cm^{-1} se atribuye al doblaje fuera del plano de dicho acoplamiento ($\gamma_{\text{Si-O-Si}}$).

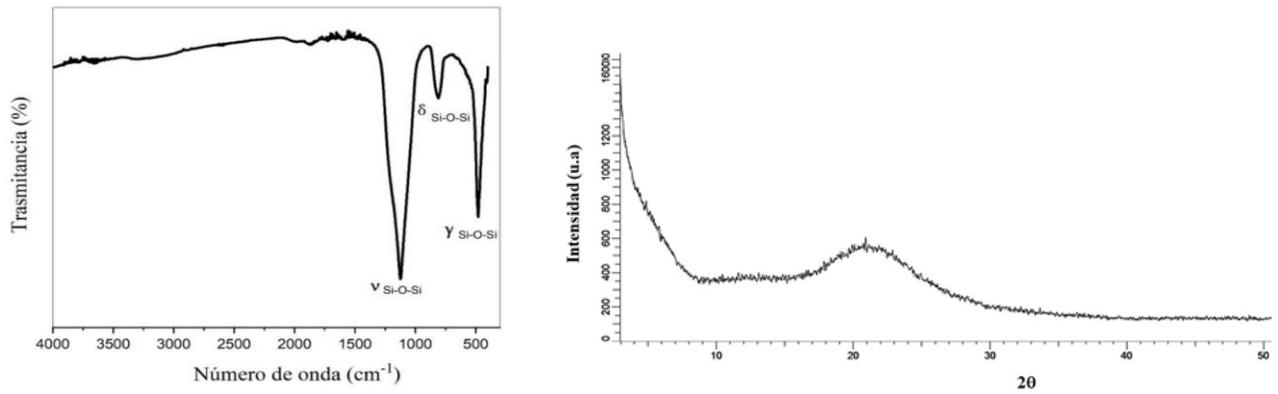


Fig. 2- (a) Espectro FTIR y (b) Patrón de DRX del aerosil OX50

En la figura 2b se presenta el patrón de difracción de rayos X de polvo del aerosil OX50, el cual corrobora que el dióxido de silicio es amorfo, presentando una señal difusa alrededor de 20° en 2θ .

La figura 3 muestra las micrografías SEM del aerosil OX50 que indican que está compuesto por nanopartículas esféricas de tamaño aproximado entre 30 nm y 40 nm, las que tienden a formar aglomerados de hasta 111 nm. El relleno es el principal determinante de las propiedades mecánicas y de desgaste de los composites dentales. Este también influye significativamente en la contracción de polimerización, las propiedades térmicas, las propiedades ópticas y la absorción de agua.

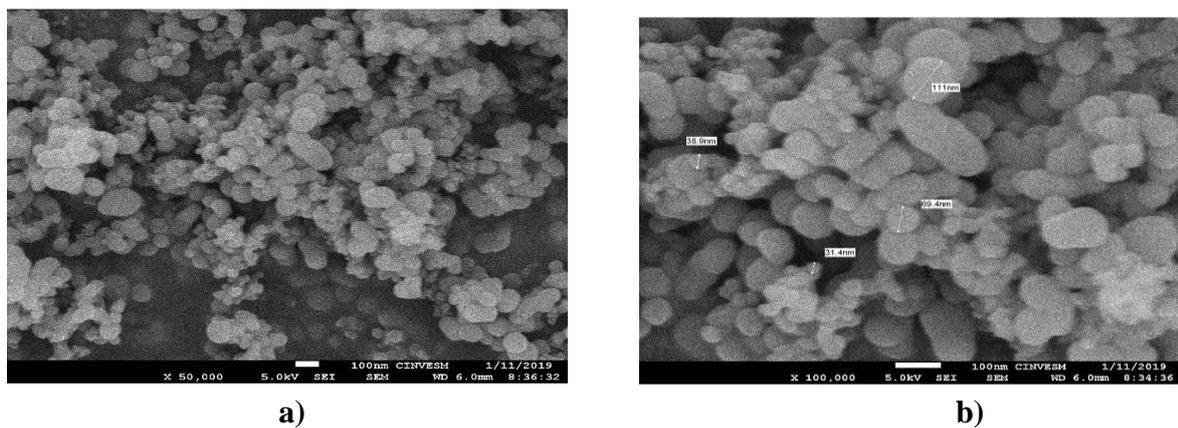


Fig. 3- Micrografías SEM del aerosil OX50 usado como relleno inorgánico en la preparación de los composites dentales: (a) X50,000 y (b) X100,000

La forma esférica de las partículas de relleno propicia que estas se incorporen más fácilmente a las resinas compuestas y puedan ocupar más espacio que partículas con morfología

irregular, es decir, mejora el empaquetamiento y aumenta su fracción volumétrica en el composite, aumentando sus propiedades mecánicas. Por otra parte, la forma lisa y redondeada hace que estos sean más resistentes a la fractura.⁽²²⁾

Algunos autores han estudiado el efecto del tamaño de partícula del relleno sobre la resistencia al desgaste, y concluyen que con la incorporación de relleno de tamaños nanométricos se logra menos espacio entre las partículas, mayor protección de la matriz y con ello menos desprendimiento del relleno, lo que se traduce en una mayor durabilidad del composite dental.⁽²³⁾ Karabela y colaboradores⁽²⁴⁾ evaluaron la influencia del tamaño de partícula en las propiedades físico-mecánicas de composites dentales experimentales como el grado de conversión, la resistencia a la flexión y el módulo de elasticidad, y concluyen que la disminución en el tamaño de partícula del relleno proporciona mejoras en algunas de estas propiedades, teniendo en cuenta que tamaños más pequeños permiten aumentar el contenido de relleno en el composite, aumentando la resistencia del material.

El resultado del microanálisis de la composición elemental semicuantitativa realizado por SEM-EDX (figura 4) evidencia la pureza del relleno, resultado que concuerda con el obtenido por FTIR. En el espectro de EDX solo aparecen los elementos silicio (Si aprox. 28 %), oxígeno (O aprox. 56 %) y carbono (C aprox. 16 %); el carbono detectado se debe a la lámina de grafito que fue utilizada como soporte de la muestra analizada.

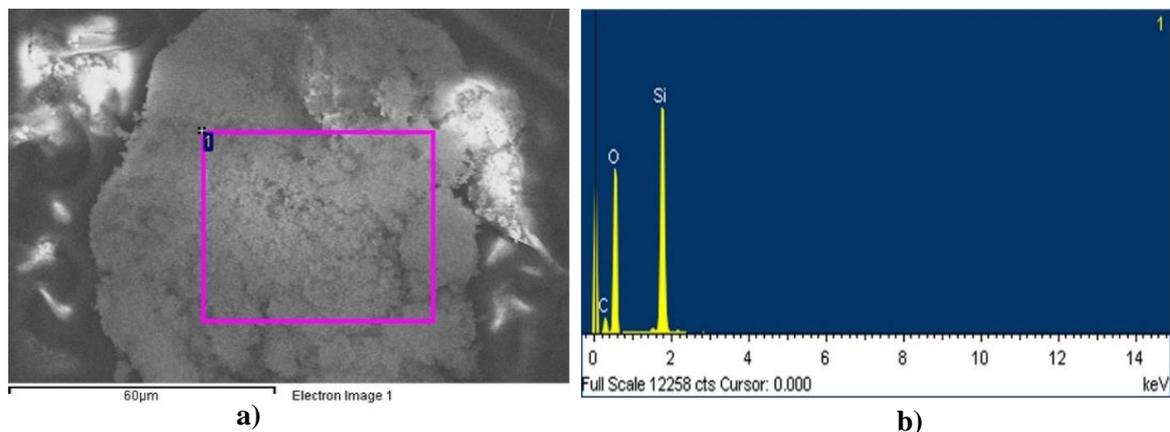


Fig. 4- (a) Micrografía SEM y (b) análisis elemental EDS de un aglomerado de aerosil OX50 empleado como relleno inorgánico en la preparación de los composites

De manera general, los resultados de la caracterización del aerosil OX50 evidencian que es un dióxido de silicio amorfo y no contiene otros elementos como impurezas, además, no hay

presencia de moléculas de agua (figura 2a) que pudieran afectar las propiedades finales del composite dental.⁽²⁴⁾ La morfología que presenta este nanorelleno permite su mejor distribución en la matriz polimérica, aunque es necesario en la preparación de los composites garantizar el total embebimiento de las partículas de relleno en la matriz, teniendo en cuenta que se encuentran formando aglomerados.

Evaluación de las propiedades de los composites dentales

Análisis Termogravimétrico (TG)

Los porcentajes de pérdida de masa en los composites dentales determinados mediante el análisis TG (figura 5a) están en correspondencia con su composición nominal (tabla 1). Los composites experimentales, cuyo código comienza con “1”, contienen dimetacrilato de tetraetilenglicol como monómero diluyente, y los que inician con “2” contienen dimetacrilato de trietilenglicol, y el número siguiente corresponde al porcentaje de relleno (25, 35 y 45 %). El análisis TG indicó que los composites que contienen mayor porcentaje de relleno presentaron una menor pérdida al ser sometidos al tratamiento térmico: C225 ~ C125 > C135 ~ C235 > C245 ~ C145 > Tetric Ceram[®], resultados coherentes, ya que la pérdida de masa de estos materiales se debe, fundamentalmente, al contenido de la matriz orgánica.

El análisis de DTG (figura 5b) indica que los composites experimentales se degradan a partir de los 300 °C y hasta los 600 °C, con una pérdida de masa correspondiente a la cantidad de matriz orgánica que contienen en su composición; este comportamiento es similar al obtenido por Hakan Kamalak y colaboradores⁽¹⁰⁾ para los composites comerciales Grandio Flow (GF), Charisma Flow (CF), Tetric N Flow (TNF), Clearfil Masejty Flow (CMF), 3M Filtek Ultimate Flow (3MFU) y Voco Amaris Flow (VFA). Durante este evento térmico, la matriz se descompone con la evolución de productos como el ácido metacrílico, el metacrilato de 2-hidroxietilo y compuestos fenólicos.⁽²⁵⁾

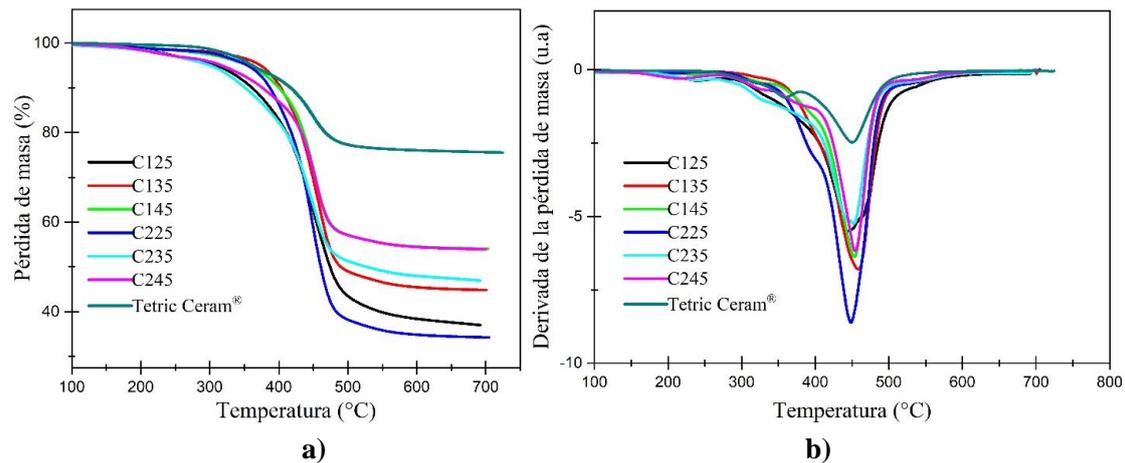


Fig. 5- (a) Curvas TG y (b) DTG de los composites experimentales y del comercial Tetric Ceram®

Por su parte, el composite comercial Tetric Ceram® (figura 5b) experimenta dos efectos. El primero ocurre alrededor de 359 °C con una pérdida de masa de 6,6 % lo que se asocia a la descomposición de los copolímeros presentes como parte del relleno utilizado en su preparación (tabla 1). El segundo a los 450 °C indica una pérdida mayor (17,8 %), cuando se completa la degradación de la matriz.

Teniendo en cuenta que la temperatura máxima que soporta la boca humana cuando ingiere alimentos calientes es de 50–60 °C ⁽³⁾, se puede concluir que los composites dentales experimentales son térmicamente estables, ya que todos se descomponen entre los 300-600 °C. Esto evidencia que el cambio en el monómero diluyente (dimetacrilato de tetraetilenglicol por dimetacrilato de trietilenglicol) no incide en la estabilidad térmica de los composites obtenidos.

Estudios de composites dentales comerciales por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y Análisis Termogravimétrico (TG) han revelado valores de temperatura de descomposición ligeramente inferiores a los obtenidos en esta investigación, como son: 293,8 °C para FillMagic; 277,3 °C para Glacier; 275,8 °C para TE-Econm; 344,7 °C para Natural-Look y 282,5 °C para Prisma APH.⁽²⁶⁾

Análisis dinámico mecánico (DMA)

Los resultados del análisis de las propiedades viscoelásticas (DMA) se muestran en la figura 6, donde se presenta el módulo de almacenamiento (E') vs la temperatura (figura 6a) y

la tangente δ vs la temperatura (figura 6b) para los composites experimentales y el composite comercial Tetric Ceram[®]. De forma general se observa una marcada disminución del módulo de almacenamiento con el aumento de la temperatura para todos los composites estudiados (figura 6a). Un material dental no debe tener un módulo demasiado alto, ya que los materiales frágiles son menos capaces de amortiguar las presiones masticatorias.

Lo más adecuado es que el material restaurador tenga módulo cercano al de la estructura para reparar (ejemplo dentina 15,57 GPa), logrando que tengan una rigidez similar y, por tanto, la deformación elástica ante cargas oclusales externas se realice en la misma magnitud en el diente y en el composite. Los resultados de DMA (figura 6a) muestran que los composites experimentales C225, C135 y C145 son los que exhiben a 37 °C los módulos más cercanos al de la dentina de 7 GPa, 6 GPa y 5 GPa, respectivamente, cuyos valores son similares a los reportados ⁽²⁵⁾ para otros composites dentales experimentales. Para el composite comercial Tetric Ceram[®] (figura 6a) los valores obtenidos de los módulos, a partir de los 19 °C, indican una disminución más acentuada con respecto a los composites experimentales.

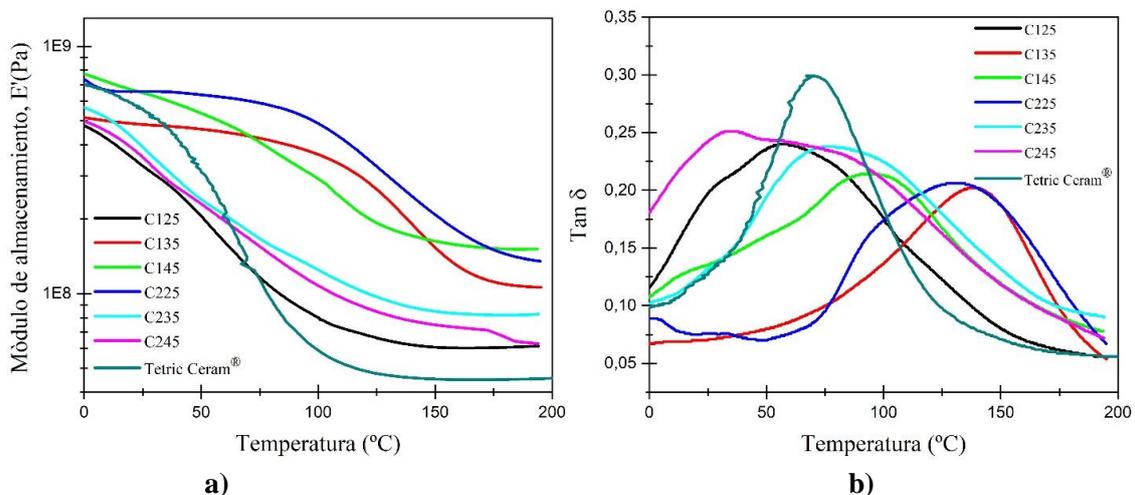


Fig. 6- (a) Módulo de almacenamiento (E') vs temperatura para los composites experimentales y el composite comercial Tetric Ceram[®], y (b) tangente δ vs temperatura para los composites experimentales y el composite comercial Tetric Ceram[®]

Por otro lado, las curvas de la tangente δ vs temperatura (figura 6b) para los composites, revelan valores de temperaturas de transición vítrea (T_g) que se encuentran en el intervalo entre los 34 °C y 137 °C. La diferencia en la T_g de los composites se asigna a diversas razones, entre las que podemos mencionar: diferencia en la composición, cantidad y tipo de relleno, condiciones atmosféricas del análisis (aire, nitrógeno, vacío), velocidad de

calentamiento, masa de la resina y manipulación.⁽²⁷⁾ En el estudio realizado se puede considerar que se debe mayormente a la composición de los materiales y quizás también a la manipulación durante la preparación.

La Tg de un material dental en principio es adecuada cuando se encuentra por encima de la temperatura intraoral promedio (~37 °C), pero debe tenerse en cuenta que en ocasiones se ingieren alimentos calientes y se tienen reportes de temperaturas entre los 60-70 °C en la boca.⁽²⁸⁾ Si los valores de Tg de los composites dentales están por debajo de la temperatura máxima que consigue soportar el medio bucal, esto puede dar como resultado un ablandamiento del material y, consecuentemente, una falla en la restauración.

Los menores valores de temperatura de transición vítrea (Tg) de los composites dentales experimentales estudiados corresponden a los composites C245 (34 °C) y C125 (57 °C), ambos por debajo de la temperatura máxima que soporta el medio bucal. El resto de los composites presentaron valores de temperatura de transición vítrea superiores a los 70 °C: 137 °C (C135); 130 °C (C225); 97 °C (C145) y 77 °C (C235). En todos los casos estos valores de Tg son superiores al obtenido para el composite comercial Tetric Ceram® (70 °C) y comparables con los de otros composites experimentales reportados en la literatura ⁽²⁵⁾, así mismo con composites comerciales que también contienen rellenos nanométricos, cuya Tg está sobre los 120 °C.⁽²⁷⁾

Este estudio, apoyado en el análisis termogravimétrico, demuestra que los dimetacrilatos como monómero diluyente se pueden emplear, ya que no ocurre una disminución marcada de la Tg al cambiar el dimetacrilato de trietilenglicol por el de tetraetilenglicol.

Conclusiones

Los resultados obtenidos corroboran que el aerosil OX50 es un dióxido de silicio amorfo, formado por nanopartículas esféricas de tamaño entre 30 nm y 40 nm, efectivo como relleno en la preparación de composites dentales. Los composites evaluados son térmicamente estables hasta los 300 °C, lo que resulta apropiado para la aplicación que se propone. Las formulaciones preparadas con Bis-GMA/dimetacrilato de tetraetilenglicol/ γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano-35 y 45 % de aerosil OX50 y Bis-GMA/dimetacrilato de trietilenglicol/ γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano-25 % de aerosil OX50 (C135, C145 y C225)

mostraron valores de módulos de elasticidad y temperaturas de transición vítrea adecuadas, que los convierte en candidatos potenciales en la reparación del tejido dental, ambos parámetros fueron ligeramente superiores a los obtenidos para Tetric Ceram[®]. Teniendo en cuenta los resultados del estudio en el análisis térmico y dinámico mecánico, es posible sugerir el uso de los dimetacrilatos de tetraetilenglicol y trietilenglicol en la preparación de los composites dentales.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Centro de Investigación Científica de Yucatán, AC, Unidad de Materiales y en especial al Dr. C. Wilberth Antonio Herrera Kao por el apoyo en la caracterización de los composites. Agradecen también al Laboratorio Nacional de Nano y Biomateriales, Cinvestav-IPN, financiado por los proyectos FOMIX-Yucatán 2008-108160, CONACYT LAB-2009-01-123913, 292692, 294643, 188345 y 204822 por las caracterizaciones realizadas al aerosil OX50, particularmente al M.C. Daniel Aguilar Treviño por la obtención de los difractogramas y al Dr. Antonio Azamar por el registro del espectro IR.

Referencias bibliográficas

1. Convenio de Minamata sobre el Mercurio - texto y anexos. Programa de Naciones Unidas para el Medio Ambiente. 2019, 3-15. Disponible en: <https://www.mercuryconvention.org/es/resources>. Consulta: 9/2/2022.
2. SUSILA, A. V. and BALASUBRAMANIAN, V. "Correlation of elution and sensitivity of cell lines to dental composites", *Dental Materials*. 2016, **32**(3), e63-e72. DOI: 10.1016/j.dental.2015.11.011.
3. AL AYYAN, W. *et al.* "A systematic review and meta-analysis of primary teeth caries studies in Gulf Cooperation Council States", *The Saudi Dental Journal*. 2018, **30**(3), 175-182. DOI: 10.1016/j.sdentj.2018.05.002.
4. KIM, J. W.; KIM, L. U.; and KIM, C. K. "Size Control of Silica Nanoparticles and

Their Surface Treatment for Fabrication of Dental Nanocomposites”, *Biomacromolecules*. 2007, **8**, 215–222. DOI: 10.1021/bm060560b.

5. ALTHAQAFI, K. A.; SATTERTHWAITTE, J. and SILIKAS, N. “A review and current state of autonomic self-healing microcapsules-based dental resin composites”, *Dental Materials*. 2020, **36**(3), 329-342. DOI: 10.1016/j.dental.2019.12.005.

6. URCAN, E. *et al.* “Real-time x CELLigence impedance analysis of the cytotoxicity of dental composite components on human gingival fibroblasts”, *Dental Materials*. 2010, **26**(1), 51-58. DOI: 10.1016/j.dental.2009.08.007.

7. HABIB, E.; WANG, R. and ZHU, X. X. “Correlation of resin viscosity and monomer conversion to filler particle size in dental composites”, *Dental Materials*. 2018, **34**(10). DOI: 10.1016/j.dental.2018.06.008.

8. PÉREZ-MONDRAGÓN, A. A. *et al.* “Preparation and evaluation of a BisGMA-free dental composite resin based on a novel trimethacrylate monomer”, *Dental Materials*. 2020, **36**(4), 542-550. DOI: 10.1016/j.dental.2020.02.005.

9. TEKIN, T. H. *et al.* “Full in-vitro analyses of new-generation bulk fill dental composites cured by halogen light”, *Materials Science and Engineering: C*. 2017, **77**, 436-445. DOI: 10.1016/j.msec.2017.03.251.

10. KAMALAK, H. *et al.* “Physico-mechanical and thermal characteristics of commercially available and newly developed dental flowable composites”, *Journal of Molecular Structure*. 2018, **1156**, 314-319. DOI: 10.1016/j.molstruc.2017.11.072.

11. BAROT, T.; RAWTANI, D. and KULKARNI, P. “Physicochemical and biological assessment of silver nanoparticles immobilized Halloysite nanotubes-based resin composite for dental applications”, *Heliyon*. 2020, **6**(3), e03601. DOI: 10.1016/j.heliyon.2020.e03601.

12. HUANG, Q. *et al.* “The antibacterial, cytotoxic, and flexural properties of a composite resin containing a quaternary ammonium monomer”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2018, **120**, 609–616. DOI: 10.1016/j.prosdent.2017.12.017.

13. WANG, R.; HABIB, E. and ZHU, X. X. “Application of close-packed structures in dental resin composites”, *Dental Materials*. 2017, **33**(3), 288-293. DOI: 10.1016/j.dental.2016.12.006.

14. JERG, A. *et al.* “Modulation of gingival cell response towards dental composites”, *Dental Materials*. 2018, **34**(3), 412-426. DOI: 10.1016/j.dental.2017.11.025.

15. PÉREZ-MONDRAGÓN, A. A. *et al.* “Evaluation of biocompatible monomers as

substitutes for TEGDMA in resin-based dental composites”, *Materials Science and Engineering: C*. 2018, **93**, 80-87. DOI: 10.1016/j.msec.2018.07.059.

16. SIDERIDOU, I. *et al.* “Water sorption characteristics of light-cured dental resins and composites based on Bis-EMA/PCDMA”, *Biomaterials*. 2004, **25**(2), 367-76. DOI: 10.1016/s0142-9612(03)00529-5.

17. PANTOJA, Y. V. *Desarrollo de nuevas formulaciones de composites dentales*. Tesis en opción al grado científico de Doctor en Ciencias Químicas, Centro de Biomateriales, Universidad de La Habana, Universidad de Oriente, La Habana, Cuba, 2007.

18. FRENZEL, N. *et al.* “Template assisted surface microstructuring of flowable dental composites and its effect on microbial adhesion properties”, *Dental Materials*. 2016, **32**(3), 476-487. DOI: 10.1016/j.dental.2015.12.016.

19. MENG, J. *et al.* “Correlating cytotoxicity to elution behaviors of composite resins in term of curing kinetic”, *Materials Science and Engineering: C*. 2017, **78**, 413-419. DOI: 10.1016/j.msec.2017.04.008.

20. VAN LANDUYT, K. L. *et al.* “Nanoparticle release from dental composites”, *Acta Biomaterialia*. 2014, **10**(1), 365-374. DOI: 10.1016/j.actbio.2013.09.044.

21. SAEN, P. *et al.* “Physical characterization of unfilled and nanofilled dental resins: Static versus dynamic mechanical properties”, *Dentals Materials*. 2016, **32**(8), e185-97. DOI: 10.1016/j.dental.2016.06.001.

22. FERRACANE, J. L. and PALIN, W. M. “10 - Effects of particulate filler systems on the properties and performance of dental polymer composites”, *Non-Metallic Biomaterials for Tooth Repair and Replacement*. 2013, 294-335. DOI: 10.1533/9780857096432.3.294.

23. CAO, W. *et al.* “Mechanical property and antibacterial activity of silver-loaded polycation functionalized nanodiamonds for use in resin-based dental material formulations”, *Materials Letters*. 2018, **220**, 104-107. DOI: 10.1016/j.matlet.2018.03.027.

24. KARABELA, M. M. and SIDERIDOU, I. D. “Synthesis and study of properties of dental resin composites with different nanosilica particles size”, *Dental Materials*. 2011, **27**(8), 825-835. DOI: 10.1016/j.dental.2011.04.008.

25. ALAYOLA, J. J. E. *Efecto de la incorporación de nanoarcillas sobre las propiedades de materiales compuestos dentales*. Maester en Ciencias Materiales Poliméricos, Centro de Investigaciones Científicas de Yucatán, A.C. Posgrado en materiales poliméricos, Mérida, Yucatán, 2017.

26. SANTANA, I. L. “Thermal behavior of direct resin composites: glass transition

temperature and initial degradation analyses”, *Revista Odonto Ciência [online]*. 2011, **26**(1), 50-55. DOI: 10.1590/S1980-65232011000100012.

27. SIDERIDOU, I. D.; VOUVOUDI, E. C. and ADAMIDOU, E. A. “Dynamic mechanical thermal properties of the dental light-cured nanohybrid composite Kalore, GC: Effect of various food/oral simulating liquids”, *Dental Materials*. 2015, **31**(2), 154-161. DOI: 10.1016/j.dental.2014.11.008.

28. SIDDIQUI, U. *et al.* “Analyses on mechanical and physical performances of nano-apatite grafted glass fibers based dental composites”, *Materials Chemistry and Physics*. 2021, **263**, 124188. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2020.124188.

Conflicto de interés

Los autores declaran no tener conflictos de intereses.

Contribución de los autores

Oridayma Tarano Artigas: preparación de las mezclas monoméricas y los composites dentales experimentales. Realización de las probetas para el análisis de las propiedades termo-mecánicas de los composites. Interpretación y discusión de los resultados. Escritura del manuscrito.

Juan Valerio Cauich y José Manuel Cervantes: contribución en la ejecución de los experimentos para la evaluación de las propiedades termo-mecánicas de los composites estudiados. Revisión y aprobación de la versión final del manuscrito.

Lucien Veleva Muleshkova: coordinación de los experimentos para la caracterización del aerosil OX50 mediante las técnicas SEM. DRX y FTIR. Revisión y aprobación de la versión final del manuscrito.

Yaymarilis Veranes Pantoja: dirección de la investigación, concepción, análisis, interpretación de los datos. Realización de las probetas para el análisis termo-mecánico de los composites. Revisión y aprobación de la versión final del manuscrito.