



**UNIVERSIDAD  
DE ANTIOQUIA**

**ESCALADO PILOTO DE UNA FORMULACIÓN DE ACRÍLICO DE  
ALTO IMPACTO UTILIZADO EN LA FABRICACIÓN DE BASES  
DE DENTADURA**

Autor(es)

**DANIELA MUÑOZ SALAS**

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería, Departamento De Ingeniería  
Química

Medellín, Colombia

2020





ESCALADO PILOTO DE UNA FORMULACIÓN DE ACRÍLICO DE ALTO IMPACTO  
UTILIZADO EN LA FABRICACIÓN DE BASES DE DENTADURAS



**ESCALADO PILOTO DE UNA FORMULACIÓN DE ACRÍLICO DE ALTO  
IMPACTO UTILIZADO EN LA FABRICACIÓN DE BASES DE DENTADURA**

**DANIELA MUÑOZ SALAS**

**INFORME DE PRÁCTICA COMO REQUISITO PARA OPTAR AL TÍTULO DE:  
INGENIERO QUÍMICO**

**ASESORES**

**FELIPE BUSTAMANTE LONDOÑO – INGENIERO QUÍMICO**

**HENRY ALBERTO RODRIGUEZ – INGENIERO QUÍMICO**

**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**MEDELLÍN, COLOMBIA**

**2020**



## Tabla de contenido

<b>1. RESUMEN</b> .....	4
<b>2. LISTA DE SIMBOLOS Y ABREVIATURAS</b> .....	4
<b>3. INTRODUCCION</b> .....	5
<b>4. OBJETIVOS</b> .....	6
4.1. OBJETIVO GENERAL .....	6
4.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS.....	6
<b>5. MARCO TEORICO</b> .....	6
5.1. POLIMERIZACION .....	7
5.1.1. Etapas de reacción de polimerización.....	8
<b>6. METODOLOGÍA</b> .....	9
<b>7. ENSAYOS DE CARACTERIZACION</b> .....	11
<b>8. RESULTADOS Y ANALISIS</b> .....	12
<b>9. CONCLUSIONES</b> .....	17
<b>10. BIBLIOGRAFIA</b> .....	17



## 1. RESUMEN

New Stetic es una empresa que ofrece soluciones integrales odontológicas y médico-quirúrgicas para el cuidado de la salud. Dentro de sus líneas de producción y comercialización se encuentran los dientes acrílicos, resinas acrílicas, anestésicos, aleaciones, algodones, entre otros productos. Una de sus líneas más fuertes se encuentra concentrada en la producción, la investigación y el desarrollo de nuevas resinas acrílicas que permitan ser competitivas y ofrezcan beneficios innovadores para los consumidores. Dentro de estas resinas acrílicas se encuentra el acrílico de alto impacto, el cual es una de los productos con mayor importancia en la empresa gracias al beneficio económico que genera su venta y distribución (*New Stetic*, n.d.).

Mediante la formulación del acrílico de alto impacto se pretende mejorar sus propiedades mecánicas como lo es la tenacidad de fractura, utilizando modificadores conformados principalmente por caucho que conlleven a la obtención de un producto de alta calidad y que traiga beneficios económicos para la empresa.

Previo a este trabajo se hicieron reacciones a escala laboratorio en donde se determinó que el uso de modificadores como M-211 y DLM mejoran las propiedades mecánicas del acrílico de alto impacto, con lo que se procedió a un escalado piloto en donde se observó que el modificador que favorece en gran medida dichas propiedades es el M-211. Además de eso, se logró comprobar que utilizar PVA en las proporciones adecuadas durante la solvatación y el medio de suspensión ayuda a mejorar el tamaño de partícula, así como la estabilidad de la reacción.

**Palabras clave:** acrílicos, tenacidad de fractura, modificador de impacto, reacción, solvatación, medio de suspensión.

## 2. LISTA DE SIMBOLOS Y ABREVIATURAS

Abreviatura	Término
CMC	Carboximetil celulosa
PVA	Polivinil alcohol
MMA	Metil metacrilato
BPO	Peróxido de benzoilo



### 3. INTRODUCCION

El desarrollo de las resinas compuestas tuvo sus inicios durante la primera mitad del siglo XX. En ese entonces, los únicos materiales que tenían color del diente y que podían ser empleados como material de restauración estética eran los silicatos. Estos materiales tenían grandes desventajas, siendo la principal el desgaste que sufrían al poco tiempo de ser colocados. A finales de los años 40, las resinas acrílicas de polimetilmetacrilato (PMMA) reemplazaron a los silicatos. Estas resinas tenían un color parecido al de los dientes, eran insolubles a los fluidos orales, fáciles de manipular y tenían bajo costo (*Evolución y tendencias actuales en resinas compuestas*, n.d.)

El tipo de curado de las resinas puede clasificarlas en resinas de termocurado, autocurado y fotocurado, las primeras pueden tener usos tales como la confección de bases de prótesis, rebasado y reparación de prótesis, bases y placas de ortodoncia, dientes artificiales y mantenedores de espacio (Alisson, 2013). El acrílico de alto impacto es una resina de termocurado, el cual presenta mejora en cuanto a las propiedades mecánicas, especialmente en la resistencia al impacto, que es la energía requerida para fracturar un material bajo la fuerza del impacto. Estos acrílicos deben tener la capacidad de ser moldeados en formas complejas bajo la acción de calor y presión, por lo que deben ser fáciles de manipular, además deben mostrar la suficiente translucidez para que confiera la apariencia natural de los tejidos bucales, y proporcionar las capacidades y características esenciales y necesarias para ser usados en la cavidad bucal (*Resinas acrílicas termopolimerizables de alto impacto veracril/opticryl*, 2010).

Aunque los implantes dentales se utilizan cada vez más en el tratamiento de pacientes edéntulos, en muchos casos una dentadura completa convencional sigue siendo el tratamiento de elección por razones médicas y financieras. El material ideal para la prótesis debe tener propiedades mecánicas y físicas adecuadas, además de la biocompatibilidad y la estética (Phunthikaphadr et al., 2009). El PMMA se usa con frecuencia para fabricar bases para prótesis debido a ventajas como el bajo costo, biocompatibilidad, facilidad de procesamiento, estabilidad en el entorno oral y estética aceptable (Vinny R. Sastri, 2010). En este sentido, el acrílico de alto impacto presenta mejoras en sus propiedades mecánicas, gracias a diferentes agentes de entrecruzamiento y aditivos a base de caucho como el estireno-butadieno, que elevan el nivel de resistencia al impacto.

En busca de mejorar estas propiedades mecánicas, la empresa New Stetic enfrenta como reto la reformulación del acrílico de alto impacto. Para esto, en este trabajo se partió de formulaciones elaboradas a escala laboratorio para



llevarlas a una escala piloto (reactor de 50 litros). Después de la obtención del acrílico se procedió a la realización de probetas para evaluar sus propiedades y validar que el producto cumpliera con las especificaciones de la Norma ISO 20795-1:2013, así como otros parámetros no normativos establecidos por la Empresa.

#### 4. OBJETIVOS

4.1. OBJETIVO GENERAL Llevar a escala piloto una formulación de acrílico de alto impacto empleada para la fabricación de bases de dentaduras, de modo que se cumplan los parámetros fijados en la Norma ISO 20795-1:2013, así como los parámetros no normativos establecidos por la Empresa.

##### 4.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Determinar las condiciones de proceso adecuadas para la obtención del producto acrílico de alto impacto para base de dentadura, a escala piloto.
- Caracterizar el producto obtenido con base a la norma ISO 20795-1:2013 y a las pruebas no normativas establecidas por la Empresa, con el fin de verificar que las resinas sean aptas para el uso en aplicación dental.
- Establecer la viabilidad de coloración del producto obtenido a escala piloto.

#### 5. MARCO TEORICO

Los polímeros de metacrilato han tenido gran popularidad en la odontología porque se procesan con facilidad utilizando técnicas relativamente sencillas, y tienen la capacidad de proporcionar las propiedades esenciales y las características necesarias para usarlos en restauración oral. Una de las principales aplicaciones es para prótesis totales y removibles.

El acrílico de alto impacto es un producto que presenta un mejoramiento en las propiedades mecánicas de las bases de dentaduras, en particular la resistencia al impacto. La mejor resistencia es debida a los desarrollos en la formulación que incorpora varios monómeros y/o polímeros para producir un copolímero (*New Stetic*, n.d.). En este sentido, con el fin de obtener un material para base de dentadura con unas propiedades mecánicas mejoradas pero a la vez manteniendo las características y parámetros requeridos por la norma ISO, se incorpora a las resinas acrílicas un modificador de impacto. Este modificador está compuesto generalmente de butadieno-estireno (comúnmente conocido como caucho), que se puede adicionar en una composición de hasta un 20%, y



cuya función principal es absorber la energía generada por el impacto y disiparla de manera no destructiva. Este modificador es mezclado con metil metacrilato (MMA).

La modificación del impacto en un material es algo complejo, debido a que puede modificar otras propiedades como fluidez, brillo, módulo de elasticidad. Además, las propiedades no cambian linealmente con la cantidad de modificador y, en algunos casos, no son proporcionales a la cantidad de modificador incorporado en el polímero.

### 5.1. POLIMERIZACION

Las reacciones de polimerización son un proceso mediante el cual unos compuestos de bajo peso molecular (monómeros), forman enlaces entre sí para dar lugar a cadenas de peso molecular mayor (Polimerización | Tecnología de los Plásticos, n.d.).

Existen varios tipos de sistemas de polimerización como se muestra a continuación.

- Sistemas homogéneos
  - Polimerización en bloque
  - Polimerización en solución
- Sistemas heterogéneos
  - Polimerización en suspensión
  - Polimerización en emulsión
  - Polimerización en precipitación

Las reacciones realizadas en el Proyecto fueron de polimerización en suspensión, donde la polimerización tiene lugar dentro de las partículas que se encuentran en suspensión. Una vez ocurre la reacción, las partículas esféricas de polímero se separan, puesto que son poco solubles en el medio de dispersión, esto gracias también a un agente tensoactivo que debe ser adicionado para que se evite esta precipitación.

Para las reacciones se tenían como medio de suspensión agua y CMC. En este tipo de polimerización, el monómero y el iniciador se dispersan en el medio de reacción, el cual se mencionó anteriormente.

La coalescencia de las gotas se puede evitar usando polímeros hidrosolubles, los cuales son agentes de estabilización o suspensión que no forman micelas, como el alcohol polivinílico o la metilcelulosa, entre otros.

Estos procesos se caracterizan por tener un buen control de temperatura y por la facilidad para extraer el polímero una vez ha terminado la reacción. Sin embargo, el tamaño de partícula es un factor difícil de controlar y resulta ser



muy sensible al sistema de agitación (SISTEMAS Y TÉCNICAS DE POLIMERIZACIÓN, 2017).

Este proceso de polimerización en suspensión se encuentra resumido brevemente en la siguiente figura.

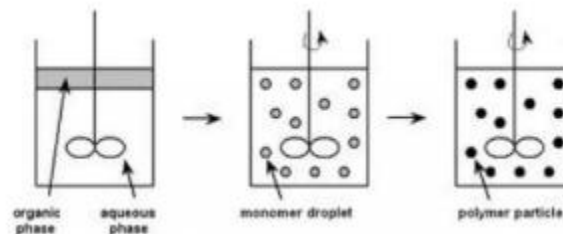


Figura 1. Polimerización en suspensión

Las reacciones de polimerización se caracterizan por transcurrir a través de tres etapas: iniciación, propagación y terminación.

#### 5.1.1. Etapas de reacción de polimerización

Las propiedades físicas y químicas también pueden verse alteradas dependiendo de las curvas de reacción pues, para una reacción de polimerización por radicales libres, se presentan diferentes etapas como son iniciación, propagación y terminación. En la primera etapa se usa como agente iniciador el peróxido de benzoilo (BPO), para formar los monómeros activados. En la etapa de propagación se forma la cadena activada. Por último, en la etapa de terminación se da la pérdida de actividad y producción del polímero.

Los iniciadores deben ser compuestos relativamente inestables que fácilmente puedan dar lugar a radicales libres. La iniciación consiste entonces en la ruptura homolítica del iniciador por efecto térmico.

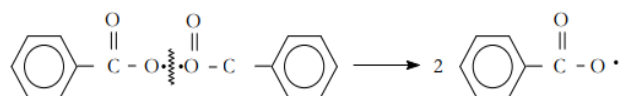


Figura 2. Iniciación de polimerización

La acción del radical libre sobre el monómero da lugar a la formación de un monómero activado,  $RM^\bullet$



Figura 3. Formación monómero activado





En la etapa de propagación, al radical o monómero activado,  $M^*$ , que se ha formado en la etapa de iniciación se le van adicionando los monómeros:



*Figura 4. Adición de monómeros*

Al final de la etapa se obtiene la cadena activada  $M_n^*$ .

En la etapa de terminación o cierre se obtiene el polímero por pérdida de actividad de las cadenas activadas que se han formado en la etapa de propagación. La terminación se puede producir en cualquier momento. Esta etapa generalmente tiene lugar cuando aumenta la viscosidad, ya que entonces hay un exceso de resto polimérico frente a monómero (Liera, 2017).

## 6. METODOLOGÍA

Partiendo de la búsqueda bibliográfica y la formulación obtenida a escala laboratorio, se realizaron ensayos en el área de polimerización en un reactor piloto. Los ensayos se realizaron utilizando dos tipos de modificadores y, según lo obtenido, se decidió con cuál trabajar más a fondo para obtener la formulación a escala piloto. Por cada reacción realizada en el reactor piloto, se hicieron lotes de probetas para determinar el trabajo de fractura, y de esta manera determinar si el acrílico obtenido cumplía con la norma ISO y las pruebas no normativas establecidas por la Empresa. Inicialmente se realizaron seis reacciones; debido a resultados poco favorables, se hicieron pruebas de tensión superficial en el laboratorio para el PVA que se estaba utilizando en las reacciones con el fin de analizar su comportamiento como agente tensoactivo.

A partir de los resultados de tensión superficial del PVA, se decidió realizar otras reacciones a escala piloto modificando el porcentaje de PVA en la solvatación y en el medio de suspensión.

### 6.1. REACTOR PILOTO

En la Figura 5 se muestra un diagrama proceso desde que se monta la solvatación hasta la obtención del producto de interés, es decir el polímero.

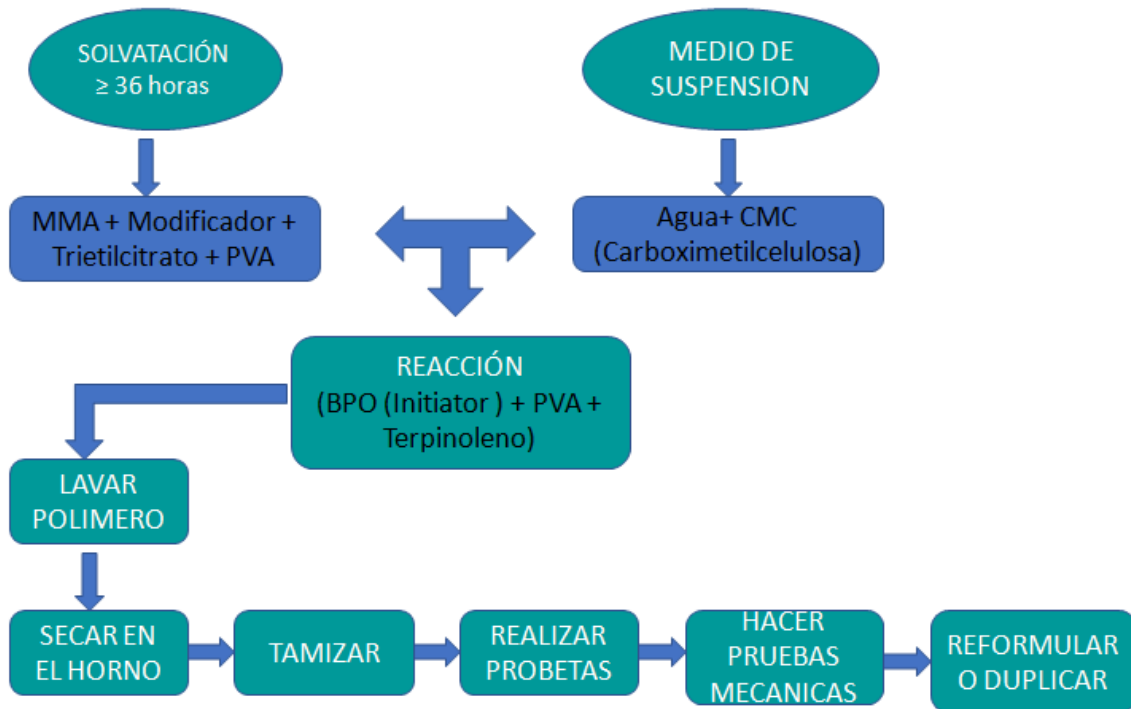


Figura 5. Metodología de trabajo

Como lo indica la el diagrama, las reacciones de polimerización son hechas en medio de suspensión, utilizando como medio agua y CMC. El reactor piloto de la empresa New Stetic S.A (ver Figura 6) cuenta con una capacidad de 50 L y está construido en acero inoxidable. Tiene un control de presión y temperatura en donde dichos parámetro pueden ser leídos en un panel que se encuentra junto al reactor. El reactor posee una chaqueta para calentar y enfriar utilizando normalmente como fluido etilenglicol. También tiene un sistema de agitación tipo aspas que trabaja a 1800 rpm, y un condensador.



*Figura 6. Reactor piloto*

Una vez completada la curva de reacción, el reactor era descargado y el polímero era pasado por un proceso de centrifugación en donde era lavado para quitar restos de otros compuestos. El acrílico luego era llevado a un horno de secado a  $74^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  durante 10 horas y se pasaba por un tamiz con malla de 209 micras, en donde el retenido era desechado y el cernido era el polímero finalmente sintetizado.

Finalmente, era necesario garantizar la repetitividad de los resultados, realizando varias reacciones con la misma formulación y cumpliendo con pruebas antes mencionadas. Una vez establecido que el producto cumpliera con los parámetros establecidos y que fuera reproducible, se realizaban pruebas de coloración con al menos dos lotes diferentes para verificar la viabilidad de colorear el producto en la tonalidad exigida para el mismo. En este caso, solo se hizo la coloración para el acrílico P25 ya que fue el único que cumplió con la norma.

## **7. ENSAYOS DE CARACTERIZACION**

Una vez obtenido el polímero, se procedió a realizar los ensayos de caracterización con base a la norma ISO 20795-1:2013. Estos ensayos se realizaron en probetas hechas con el acrílico obtenido, en donde se determinó el tiempo de trabajo, el trabajo total de fractura y el factor máximo ( $K_{max}$ ). Luego de obtener estos valores, se comparaban con los parámetros de



aceptación establecidos para verificar si cumplían con la norma o se debía hacer algún cambio en la formulación de la reacción.

Tabla 1 Parámetros de aceptación para acrílico de alto impacto

Parámetros	Acrílico termopolimerizable
Tiempo de trabajo [min]	3' – 7'
$K_{max}$ [MPa.m <sup>1/2</sup> ]	>1.9
Trabajo total de fractura [J/m <sup>2</sup> ]	>900

## 8. RESULTADOS Y ANALISIS

De acuerdo con los resultados obtenidos a escala laboratorio, se muestran mejores resultados haciendo uso del modificador M-211. Debido a esto, las reacciones llevadas a escala piloto se enfocaron en la formulación en donde se utiliza dicho modificador.

Inicialmente se llevaron a cabo 7 reacciones en donde la idea era replicar la formulación de la reacción P25 ya que esta cumplió significativamente con los criterios establecidos. Estas reacciones se realizaron con la formulación obtenida a escala de laboratorio (ver tabla 2).

Tabla 2. Reactivos utilizados en la formulación

Modificador
MMA (Metil metacrilato)
PVA (Polivinil alcohol)
Trietil Citrato
CMC (Carboximetil Celulosa)
BPO (Peroxido de benzoilo)
Terpinolene

Es importante destacar que dentro de esta formulación el trietil citrato cumple la función de plastificante para que el polímero salga más compacto. El BPO funciona como iniciador atacando una molécula de monómero para iniciar la cadena de polímero, mientras que el PVA funciona como tensoactivo para lograr una mejor dispersión del monómero en el medio de suspensión. El terpinolene es utilizado como inhibidor para que la reacción ocurra a una velocidad más lenta.

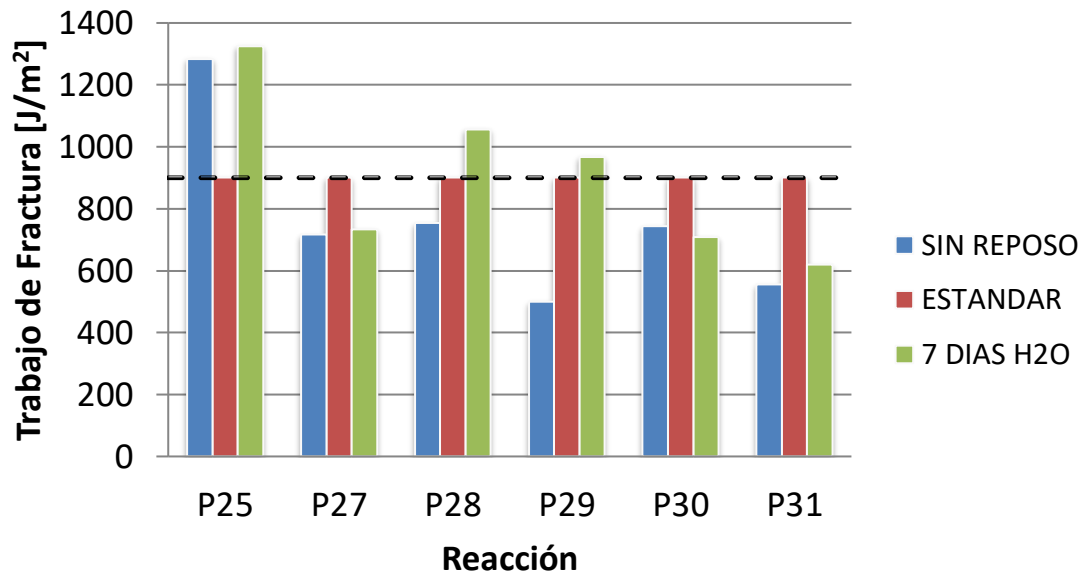


Figura 7. Trabajo total de fractura para reacciones P25-P31

Como se observa en la Figura 7, los resultados obtenidos a escala piloto de la reacción P25 no fueron reproducibles, y la mayoría de las probetas realizadas no cumplieron con el valor estándar. Además, la propiedad de trabajo de fractura disminuyó a los siete días en que las probetas estuvieron en agua.

Debido a que la reacción P25 cumplió con los parámetros, se hizo la coloración del producto y se realizaron los ensayos de caracterización. Puesto que el acrílico de alto impacto es termopolimerizable, se utilizaron dos métodos: baño termostático y microondas.

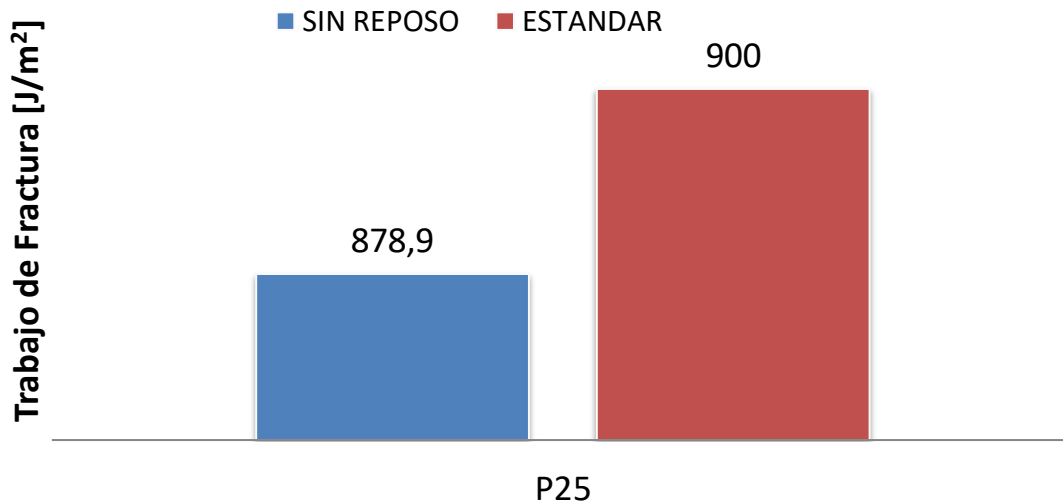


Figura 8. Trabajo de fractura para P25 coloreado y en baño termostatado

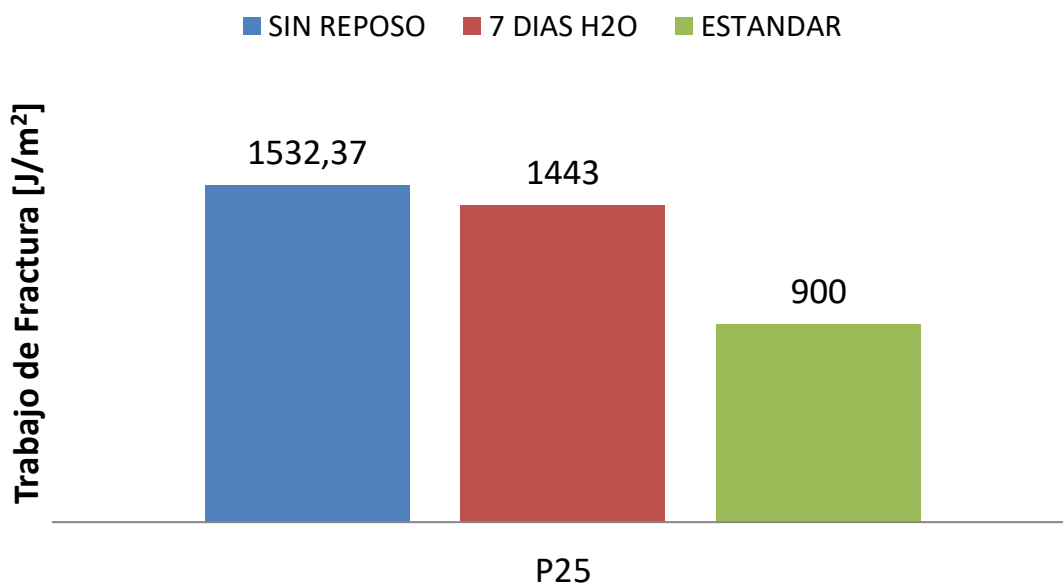


Figura 9. Trabajo total de fractura para P25 coloreado y en microondas

Como se observa en las figuras 8 y 9, por baño termostatado las propiedades del producto disminuyeron considerablemente haciendo que este no cumpliera con la norma. Sin embargo, cuando se realiza por microondas los resultados cumplen con los parámetros y las propiedades del acrílico no disminuyen notablemente. A pesar de esto, al no obtener una réplica de la reacción P25 que cumpliera con los parámetros, los resultados de coloración son descartados.



Figura 10. Excedente en reactor piloto

Durante la realización de las reacciones P27-P31 se presentó algo muy particular en el reactor piloto. Después de que se realizaba cada reacción y se descargaba el reactor, quedaba una capa gruesa de excedente adherida a las paredes (figura 10). Debido a esto, se realizaron pruebas en el laboratorio enfocadas al comportamiento del PVA y su función como tensoactivo en la reacción.

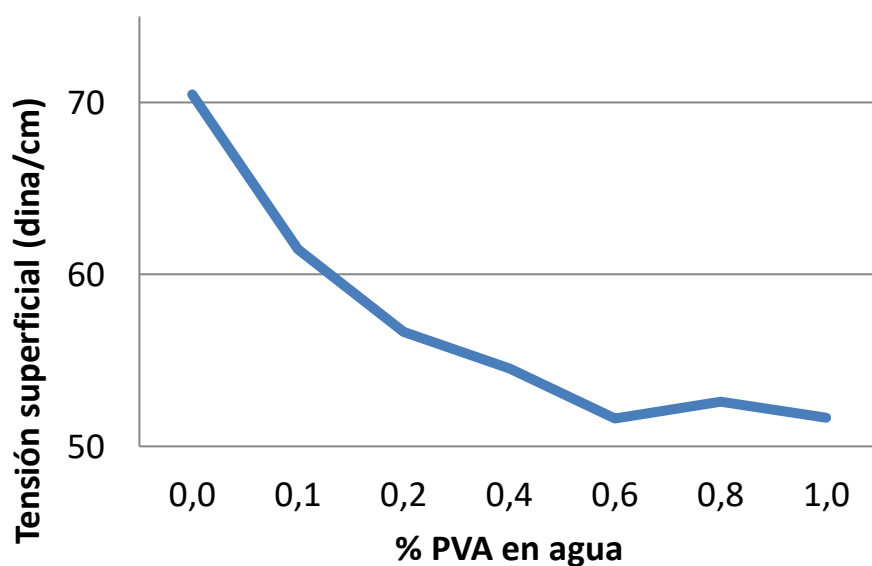


Figura 11. Tensión superficial del PVA en agua



La función del PVA en la reacción es como un estabilizador que previene la aglomeración y evita la unión de partículas en suspensión para luego obtener partículas de polímero más pequeñas.

Mediante la curva de tensión superficial versus contenido de PVA en agua se logró observar que a un porcentaje de 0,1% de PVA se encuentra un valor adecuado para la tensión superficial. Se partió entonces de estos resultados para realizar modificaciones en las reacciones, así:

- P32: se agregó 0,1% más de PVA respecto a MMA en la solvatación
- P33: se agregó 0,1% más de PVA respecto al agua al medio de suspensión
- P34: se agregó 0,1% PVA y 0,4% CMC respecto al agua + 0,1% PVA respecto a MMA

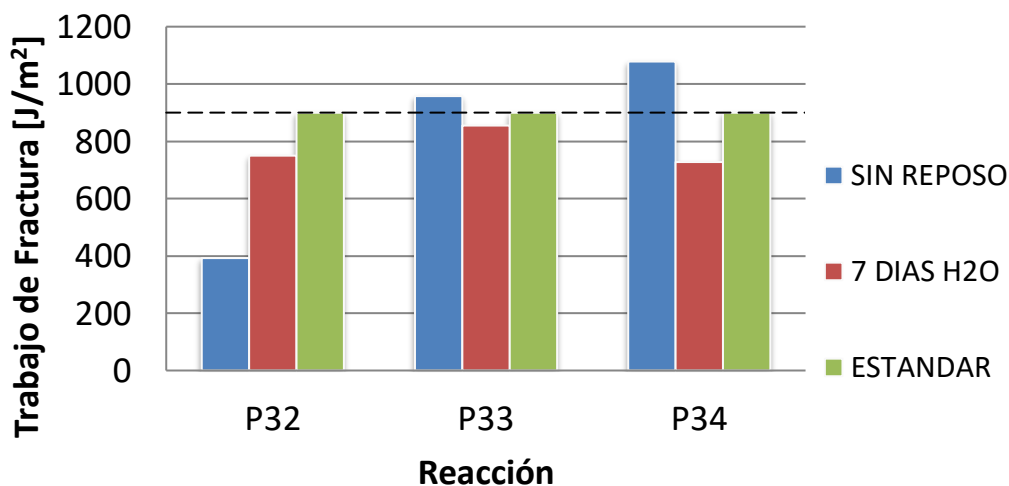


Figura 12. Trabajo total de fractura para reacciones P32-P34

Las modificaciones con respecto al PVA agregado en las reacciones no dieron resultados significativos (ver Figura 12). Esto conlleva a hacer un análisis comparativo de las condiciones de reacción que se encuentran en el laboratorio y las que se encuentran en el área de polimerización. Haciendo una comparación de ambos, se tiene que el factor que más difiere es la agitación. En el laboratorio las reacciones realizadas tuvieron como agitación un magneto impulsado por medio de una plancha en donde se alcanza una agitación de hasta 200 rpm, mientras que en el reactor piloto el sistema de agitación tiende a ser muy agresivo con una velocidad de 1800 rpm. Como se observa en la Figura 10, la agitación hace que la mayoría del modificador se desplace hacia las paredes evitando que este logre incorporarse a las esferas del monómero.





## 9. CONCLUSIONES

- De acuerdo con los resultados obtenidos mediante las reacciones realizadas, se concluye que mediante la formulación obtenida a escala laboratorio no se asegura que el producto cumpla con los parámetros de aceptación cuando se lleva a escala piloto.
- La agitación durante la reacción cumple un papel importante en el tamaño de partícula y en la incorporación del modificador en el monómero.
- Según la prueba de tensión superficial realizada, se observa que el PVA sí cumple con su papel como tensoactivo durante la reacción.
- Es válido realizar nuevamente las reacciones, en especial la reacción P25, haciendo una disminución significativa que permita simular las condiciones a nivel laboratorio con el fin de obtener mejores resultados.

## 10. BIBLIOGRAFIA

- Alisson. (2013). *Estomatología Especializada: RESINAS ACRÍLICAS. Evolución y tendencias actuales en resinas compuestas*. (n.d.). Retrieved January 10, 2020, from <https://www.actaodontologica.com/ediciones/2008/3/art-26/>
- Liera, F. J. (2017). *Reacciones de Polimerización por Adición – Seminario de Actualización Profesional en Ciencia y Tecnología para la Industria de los Polímeros*.
- New Stetic*. (n.d.). Retrieved January 10, 2020, from <https://www.newstetic.com/>
- Phunthikaphadr, T., Takahashi, H., & Arksornnukit, M. (2009). Pressure transmission and distribution under impact load using artificial denture teeth made of different materials. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 102(5), 319–327. [https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(09\)60183-9](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(09)60183-9)
- Polimerización | Tecnología de los Plásticos*. (n.d.). Retrieved January 11, 2020, from <https://tecnologiadelosplasticos.blogspot.com/2013/07/polimerizacion.html>
- Resinas acrílicas termopolimerizables de alto impacto veracril/opticryl*. (2010).
- SISTEMAS Y TÉCNICAS DE POLIMERIZACIÓN*. (2017).
- Vinny R. Sastri. (2010). *acrylic resin - an overview | ScienceDirect Topics*.