

FORMULACIÓN DE UN PROTOTIPO DE RESINA CALCINABLE PARA LA ELABORACIÓN DE PIEZAS DENTALES EN IMPRESORAS 3D SLA-DLP DE 405 nm

Autor

Julian David Moreno Cubaque

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería
Departamento de Ingeniería Química.
Medellín, Colombia
2021



FORMULACIÓN DE UN PROTOTIPO DE RESINA CALCINABLE PARA LA ELABORACIÓN DE PIEZAS DENTALES EN IMPRESORAS 3D SLA-DLP DE 405 nm

Julian David Moreno Cubaque

Informe correspondiente a la modalidad de práctica empresarial como requisito parcial para optar al título de:

Ingeniero Químico

Asesor externo

I.Q. Henry Alberto Rodríguez Quíros

Asesor interno

I.Q. Adriana Marcela Osorio Correa

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería
Departamento de Ingeniería Química.
Medellín, Colombia
2021

TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	6
2. OBJETIVOS	7
3. MARCO TEÓRICO	8
3.1 Impresión 3D a partir de tecnologías aditivas	8
3.2 Impresión 3D por estereolitografía	8
3.3 Impresión 3D por procesamiento digital de luz	9
3.4 Resinas calcinables dentales	
3.5 Análisis termogravimétrico	10
3.6 Espectroscopía UV/Vis	10
3.7 Colado de piezas dentales	11
4. METODOLOGÍA	12
4.1 Revisión bibliográfica	12
4.2 Caracterización de resinas comerciales	12
4.3 Formulación preliminar de resinas calcinables	12
4.4 Elaboración y evaluación de piezas de impresión del DOE (Diseño de Expe	
4.5 Caracterización de resinas formuladas	15
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS	
5.1 Caracterización de resinas comerciales	15
5.2 Formulación preliminar de resinas calcinables	21
5.3 Diseño de experimentos (DOE)	24
5.4 Caracterización de formulaciones del DOE	
5.5 Análisis del DOE con STATGRAPHICS Centurión XIX	31
5.6 Coronas coladas de las formulaciones seleccionadas	32
6. CONCLUSIONES	34
7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	36

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Formulaciones preliminares elaboradas.	22
Tabla 2. Diseño experimental para el mejoramiento de las características de una formula	ación
base de resina calcinable para aplicaciones dentales en impresoras 3D SLA-DLP de 40:	5 nm
	25
Tabla 3. Profundidad de penetración de la luz de las formulaciones del DOE	30

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Flujo de trabajo digital para la elaboración de piezas dentales11
Figura 2. Diagrama de flujo del proceso de impresión de piezas dentales
Figura 3. Resinas calcinables comerciales caracterizadas
Figura 4. Piezas impresas con la resina Whip Mix
Figura 5. Piezas impresas con la resina DETAX16
Figura 6. Piezas impresas con la resina Keystone
Figura 7. Análisis TGA de resinas calcinables
Figura 8. Espectros UV/Vis de resinas calcinables comerciales entre un rango de longitud de onda de 330 – 420 nm
Figura 9. Espectros UV/Vis de las resinas Keystone y Guías quirúrgicas NS entre un rango de longitud de onda de 330 – 420 nm
Figura 10. Coronas dentales obtenidas por proceso de colado por los laboratorios de Innovación dental y dental VID
Figura 11. Ajuste de Corona en el modelo dental, obtenida a partir de resina base de modelos dentales de New Stetic por proceso de colado
Figura 13. Probetas de caracterización y piezas dentales elaboradas por impresión 3D SLA-DLP a partir de formulaciones preliminares
Figura 14. Probetas de caracterización correspondientes a la formulación 18 que presentaba resultados satisfactorios
Figura 15.1. Probeta de calibración correspondiente a la formulación 4 del DOE26
Figura 15.2. Probeta de calibración correspondiente a la formulación 6 del DOE 26
Figura 15.3. Comparación de probetas de calibración de las formulaciones 4 (izquierda) y 6 (derecha) del DOE
Figura 16. Espectros UV/Vis de formulaciones del DOE entre un rango de longitud de onda de 330 – 420 nm
Figura 17. Espectros UV/Vis de formulaciones del DOE entre un rango de longitud de onda de $400 - 410$ nm
Figura 18. Regresión lineal correspondiente a la formulación 4
Figura 19. Regresión lineal con datos ajustados correspondiente a la formulación 4 30
Figura 20. Coronas dentales obtenidas por proceso de colado por el laboratorio Zahen de las formulaciones 4 y 6

RESUMEN

La impresión 3D SLA-DLP es una tecnología de fabricación aditiva que ha desplazado progresivamente las técnicas convencionales de manufactura de piezas dentales en el sector odontológico, ofreciendo ventajas significativas en términos de productividad, costos, personalización y tiempos de fabricación. New Stetic S.A se plantea como objetivo aumentar su competitividad en el mercado nacional e internacional ampliando el catálogo de productos, las resinas calcinables enfocadas en aplicaciones dentales pertenecen a la línea de resinas para impresión 3D SLA-DLP de 385-405 nm que se comercializarán en la empresa. El desarrollo de un prototipo de resina calcinable para impresoras 3D de 405 nm, se realizó partiendo de la caracterización de resinas comerciales por medio de análisis fisicoquímicos (análisis termogravimétricos y espectroscopia UV/Vis) los cuales permitieron conocer acerca de las propiedades y compuestos involucrados en su composición. La obtención de piezas dentales por proceso de colado metálico es la aplicación principal de las resinas calcinables, a través de laboratorios especializados en el sector odontológico que manejaban distintos flujos de trabajo, se elaboraron piezas dentales por el proceso mencionado con las resinas calcinables comerciales, permitiendo obtener una retroalimentación de los defectos presentados y características deseadas en este tipo de resinas. Con la información obtenida se elaboraron formulaciones preliminares a partir de monómeros y/u oligómeros con la intención de producir una formulación base de resina calcinable con características aceptables. Basados en los resultados, se ejecutó un diseño de experimentos (DOE) empleando un software estadístico con el propósito de adicionar sustancias a la formulación base seleccionada para obtener un prototipo de resina calcinable con características comparables a las presentadas por las resinas comerciales evaluadas. La caracterización de las formulaciones del DOE se realizó con los mismos análisis efectuados a las resinas comerciales, elaborando un comparativo de las formulaciones evaluadas se obtuvo un prototipo de formulación de resina calcinable para la manufactura de piezas dentales en impresoras SLA-DLP de 405 nm que cumplía con las características buscadas.

Palabras clave: impresión 3D SLA-DLP, fabricación aditiva, resinas calcinables, diseño de experimentos (DOE).

1. INTRODUCCIÓN

La creciente implementación y utilización de técnicas de prototipado rápido, como por ejemplo CAD/CAM (Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing) e impresión 3D para la fabricación de piezas dentales, ha significado una evolución notable en cuanto a la calidad de piezas e implantes producidos (Catania, 2017). A partir de este tipo de técnicas pueden obtenerse piezas de una precisión tal que consigan ajustarse perfectamente a las cavidades dentales o necesidades del paciente. Por tal motivo, el interés de la empresa New Stetic S.A. por desarrollar productos apropiados para el procesamiento de piezas dentales por este tipo de tecnologías ha aumentado. La empresa apunta ahora al desarrollo de materiales para ser procesados mediante impresión 3D, más exactamente estereolitografía (SLA). La estereolitografía permite la fabricación con una gran precisión de diversas estructuras a partir de resinas que curan o polimerizan con la incidencia controlada de una fuente de luz. Las resinas calcinables fotopolimerizables son sustancias que han presentado gran interés en los sectores de la joyería y odontología por la precisión, detalle y acabados con superficies lisas en las piezas producidas que posteriormente se calcinan para la obtención de moldes mediante la técnica de cera perdida; una ventaja importante de la elaboración de piezas a partir de resinas calcinables por impresión 3D, es la disminución en los tiempos de trabajo, en comparación a las técnicas convencionales que son mayormente manuales.

Es por lo anterior, que en este proyecto se estudiaron diferentes formulaciones de resinas basadas en acrilatos y/o metacrilatos de aplicación dental, pigmentos y sustancias absorbentes de radiación ultravioleta. Se evaluó el desempeño de estas en una impresora comercial de estereolitografía de 405 nm; caracterizando las formulaciones obtenidas para realizar un comparativo con las resinas comerciales que se encuentran actualmente en el mercado y se analizó la viabilidad de estas en aplicaciones odontológicas. Este proyecto fue formulado en respuesta a la necesidad de la empresa New Stetic S.A. de aumentar su competitividad en el mercado nacional e internacional, al ampliar su catálogo de productos.

2. OBJETIVOS

Objetivo general

Formular un prototipo de resina calcinable que permita la fabricación de modelos y piezas dentales en impresoras 3D SLA-DLP de 405 nm.

Objetivos Específicos

- Caracterizar resinas calcinables comerciales mediante ensayos fisicoquímicos, de impresión y aplicación para obtener información acerca de sus propiedades, composición y desempeño.
- Diseñar y elaborar formulaciones de resinas calcinables a partir de información recopilada de fuentes bibliográficas y resultados de las caracterizaciones realizadas a las resinas comerciales.
- Caracterizar fisicoquímicamente las resinas diseñadas y evaluar su desempeño en la impresora de 405 nm.
- Seleccionar las formulaciones con mejores características y propiedades y evaluar su desempeño en un proceso de colado metálico en laboratorio dental.

3. MARCO TEÓRICO

3.1 Impresión 3D a partir de tecnologías aditivas

La estereolitografía (SLA) y el procesamiento digital de luz (DLP) son los procesos más comunes para la impresión 3D de resina. Las impresoras 3D de resina son una opción popular debido a que producen prototipos y piezas de alta precisión, isotrópicos y herméticos con un catálogo de materiales para diversas aplicaciones que permiten obtener detalles precisos y un acabado de superficie liso.

Ambos procesos se basan en la exposición selectiva de resina líquida a una fuente de luz (un láser en el caso de la SLA y un proyector en el del DLP) para formar capas sólidas y muy finas de resina polimerizada que se apilan para crear un objeto sólido. Aunque en principio son muy similares, estas dos tecnologías pueden producir resultados muy distintos.

3.2 Impresión 3D por estereolitografía

La impresión 3D agrupa diversas tecnologías de manufactura aditiva, donde un objeto tridimensional es creado mediante la superposición de capas sucesivas de material (Leal, 2015).

La estereolitografía es una de estas técnicas de manufactura y se conoce comúnmente como impresión 3D de resina. Inicialmente el prototipo de fabricación se dispone en planos virtuales, obtenidos a partir de tecnologías de escaneo digital o realizados por diseño asistido en ordenador (CAD) o por software de modelado y animación, que la impresora utiliza posteriormente como guía para la impresión. El proceso de manufactura por adición consiste en exponer las resinas fotopolimerizables que se encuentran en una cubeta a determinadas longitudes de onda, produciendo que se unan cadenas moleculares cortas y generando que los monómeros y oligómeros polimericen en geometrías rígidas o flexibles solidificadas. Los objetos tridimensionales se obtienen mediante la adición sucesiva de finas capas, impresas una encima de otra. En la impresión 3D SLA, la resina se cura empleando un haz láser de entre 150 y 300 µm de diámetro. El láser barre la superficie de cada capa mediante un sistema de espejos móviles. La principal ventaja de esta tecnología es la alta precisión que puede lograr, como consecuencia se consiguen acabados superficiales superiores a los obtenidos por otras tecnologías. Como último paso al finalizar la impresión, las piezas requieren una limpieza con alcohol para posteriormente someterlas a un proceso de post-curado el cual sirve para que alcancen su máximo grado de resistencia y estabilidad (Formlabs, 2018).

3.3 Impresión 3D por procesamiento digital de luz

La tecnología de impresión 3D DLP se desarrolló con el objetivo de reducir los tiempos de impresión 3D con resina. En lugar de barrer la superficie de la pieza mediante un láser como lo realiza la tecnología SLA; se proyecta la capa entera de manera simultánea mediante el uso de una fuente de luz, un dispositivo formado por una matriz de microespejos móviles conocido como DMD (Digital Micromirror Device) y un juego de lentes responsable de proyectar la imagen sobre la resina, con lo que todos los puntos se curan al mismo tiempo. La diferencia entre estas tecnologías es que la SLA ofrece mayor precisión y detalle, mientras que DLP reduce los tiempos de impresión de las piezas de manera significativa. (Formlabs, 2018).

3.4 Resinas calcinables dentales

Las resinas calcinables son materiales que han sido implementados en los últimos años como una alternativa novedosa y económica en el sector dental, están diseñadas para capturar detalles precisos y superficies lisas. Se evapora de forma limpia y sin residuos, lo que permite pasar directamente del diseño digital a una impresión 3D adecuada para la fundición directa (Park et al., 2020).

Existen múltiples ventajas de utilizar resinas en impresión 3D por estereolitografía para la fabricación piezas dentales, una de ellas es la precisión y fiabilidad que se obtiene debido al entorno de impresión cerrado el cual proporciona condiciones casi idénticas para cada impresión y dado que esta técnica usa luz en lugar de calor, el proceso de impresión tiene lugar a una temperatura cercana al ambiente, por lo tanto las piezas impresas no sufren efectos considerables de expansión y contracción térmicas, sin embargo, producto de la reacción de polimerización de la resina se presenta una contracción volumétrica de las piezas, la cual es mitigada con compensaciones dimensionales en el archivo digital de cada resina. Las impresoras 3D por estereolitografía son el máximo exponente de la producción de piezas con un acabado superficial liso, comparable al aspecto de las piezas desarrolladas por métodos de fabricación tradicionales como el mecanizado, el moldeo por inyección y la extrusión (Formlabs, 2019).

Los tiempos de fabricación de piezas dentales por técnicas convencionales pueden llegar a ser de varias semanas, requieren impresiones dentales en moldes de yeso o silicona, lo cual genera una reproducción de los tejidos dentales y es la base para la elaboración de la pieza, sin embargo, si existe algún fallo o imperfecto se devuelven al laboratorio para su corrección. En contraste, la impresión 3D por estereolitografía inicia con el diseño tomado a partir del escaneo 3D de la boca del paciente, que es procesado posteriormente en un software de diseño asistido por ordenador (CAD). Esto proporciona el modelo digital, que es dividido en capas transversales para su fabricación, obteniéndose como resultado final la pieza. En el

caso de ser impresa con resina calcinable, la pieza será llevada a evaporar en un molde patrón, donde genera una cavidad con un molde negativo de la pieza, posteriormente se vierte en la cavidad el material con el cual será construida la pieza dental final. Este proceso se obtiene en un periodo de tiempo considerablemente más corto que las técnicas convencionales, garantizando precisión en los detalles y excelente acabado (Leiva et al., 2017).

3.5 Análisis termogravimétrico

El análisis termogravimétrico (TGA) es utilizado para caracterizar las propiedades físicas y químicas de los materiales, en función de la temperatura en una atmósfera controlada de forma precisa. Un TGA analiza los patrones de descomposición característicos de un material. Es una técnica especialmente útil para el estudio de materiales poliméricos, incluyendo termoplásticos, termoestables, elastómeros, películas plásticas, fibras, recubrimientos, pinturas y combustibles. Un analizador termogravimétrico consiste en una balanza de precisión con una bandeja de muestra ubicada al interior de un horno con una temperatura de control programable. La temperatura generalmente aumenta a una velocidad constante para incurrir en una reacción térmica. El ensayo sobre las resinas calcinables se realizará como método interno, en una atmósfera de aire con una rampa de calentamiento de 10°C hasta 1000°C (Universidad Nacional Autónoma de México, 2018; Universidad Nacional Autónoma de Madrid, 2019).

3.6 Espectroscopía UV/Vis

La espectroscopía UV-Vis se basa en el proceso de absorción de la radiación ultravioletavisible (radiación con longitud de onda comprendida entre los 160 y 780 nm) por una molécula. La absorción de esta radiación causa la generación de un estado de excitación en un electrón. Los electrones que se excitan al absorber radiación de esta frecuencia son los electrones de enlace de las moléculas, por lo que los picos de absorción se pueden correlacionar con los distintos tipos de enlace presentes en el compuesto. Debido a ello, la espectroscopía UV-Vis se utiliza para la identificación de los grupos funcionales presentes en una molécula. Las bandas que aparecen en un espectro UV-Vis son anchas debido a la superposición de transiciones vibracionales y electrónicas. El rango de longitud de onda de interés para la obtención de los espectros de las resinas calcinables es de 300 a 440 nm (Universidad de Alicante, n.d.).

3.7 Colado de piezas dentales

El colado de piezas dentales con técnicas convencionales, inicia a partir de un modelo el cual se obtiene a través de una reproducción dental de la boca del paciente con un material biocompatible que regularmente es yeso odontológico; una vez obtenido el molde este pasa a manos de un laboratorista dental el cual realiza el proceso de adecuación para la elaboración de las piezas dentales en un material calcinable, terminado el proceso y verificado que las piezas ajusten correctamente en el modelo, se elabora un anillo o árbol de calcinación donde se adhieren las piezas dentales. El siguiente paso es verter el material de revestimiento (regularmente yeso) alrededor del árbol o anillo de calcinación y esperar a que este realice el proceso de fraguado. Terminado el fraguado, la pieza de yeso que contiene en el interior el árbol o anillo de calcinación es llevada a un horno donde el material se calcina generando un molde inverso en el cual se vierte el material de fundición (generalmente una aleación), enfriado el metal se procede a desmoldar y se realiza un post-procesado en el cual se separa las piezas dentales las cuales son sometidas a un decapado, pulido y brillado para finalmente probar el ajuste con el modelo dental obtenido del paciente.

El colado de piezas dentales con técnicas digitales comienza con un escaneo digital de la boca del paciente para obtener un diseño el cual es editado en un software CAD para su posterior elaboración con una resina calcinable en una impresora 3D; obtenida la pieza impresa, se realiza el mismo proceso de preparación para la calcinación, fundición y obtención de las piezas dentales empleado en las técnicas convencionales. En la Figura 1 se detallan las etapas del proceso digital (Gris Corcoles, 2009).



Figura 1. Flujo de trabajo digital para la elaboración de piezas dentales.

4. METODOLOGÍA

4.1 Revisión bibliográfica

Durante la ejecución del proyecto se efectuó una búsqueda y revisión bibliográfica con el objetivo de conocer el estado del arte de las resinas calcinables dentales fotopolimerizables usadas en estereolitografía y sus aplicaciones en el mercado.

4.2 Caracterización de resinas comerciales

La caracterización de las resinas se realizó con diferentes tipos de análisis cualitativos y cuantitativos para identificar propiedades, composición, naturaleza, precisión en los detalles y el comportamiento de calcinación; los análisis desarrollados fueron los siguientes: análisis termogravimétrico (TGA), espectroscopia UV/Vis, impresión 3D de probetas y colado de piezas dentales. Adicionalmente se elaboraron las curvas de trabajo para cada resina con el propósito de determinar la profundidad de penetración de la luz, parámetro que determina indirectamente la precisión de las resinas.

El proceso de colado de piezas dentales se realizó con tres laboratorios especialistas en el sector odontológico: el laboratorio Innovación Dental, que posee un flujo de trabajo digital, donde se elaboran las piezas dentales utilizando impresión 3D que son llevadas posteriormente al proceso de colado; el laboratorio dental VID, que realiza el proceso con un flujo de trabajo convencional, que consiste en la elaboración, por parte de un laboratorista, de las piezas dentales de manualmente para llevarlas posteriormente al proceso de colado; y el laboratorio Zahen, que combina ambos flujos de trabajo para la manufactura de piezas dentales. La elaboración de piezas dentales con distintos laboratorios permitió realizar una comparación entre distintas técnicas, de modo que se obtuvo una retroalimentación de las resinas evaluadas por parte de cada laboratorio.

4.3 Formulación preliminar de resinas calcinables

En la etapa inicial se realizó pruebas de ensayo y error a partir de monómeros disponibles en la empresa para la elaboración de formulaciones preliminares de resinas calcinables, para la obtención de piezas dentales impresas se siguió el proceso descrito en la Figura 2.

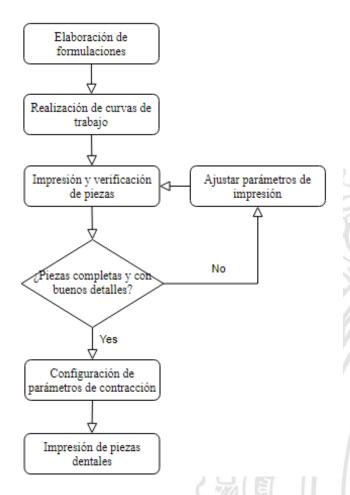


Figura 2. Diagrama de flujo del proceso de impresión de piezas dentales.

La realización de las curvas de trabajo mencionadas en la segunda etapa del diagrama de flujo consiste en la parametrización de la resina de interés con la finalidad de crear el archivo digital necesario para realizar impresiones. El proceso inicia con la configuración de la fuente de luz de la impresora a una energía específica, posteriormente se adiciona una muestra de la resina en un portaobjetos y se expone a la fuente de luz en un tiempo determinado, el exceso de resina sin polimerizar es retirado para medir el espesor generado, el proceso se repite en un rango de tiempo de 2 a 45 segundos. La información obtenida es tabulada con el propósito de hallar la energía necesaria para la polimerización de la resina a diferentes espesores, se elabora un gráfico de espesores vs energía para detallar el comportamiento de la resina; aplicando el método de regresión lineal es posible obtener variables adicionales importantes en el proceso de polimerización.

Efectuado el proceso descrito en la Figura 2 para cada formulación preliminar, se obtuvo probetas y piezas dentales impresas con las cuales fue posible la evaluación de ciertas características deseadas como lo son: la estabilidad dimensional, la precisión de los detalles, el sobrecurado, acabado superficial, entre otras.

- Estabilidad dimensional: es la comparación de las dimensiones de la pieza impresa con respecto a las dimensiones de la pieza digital modelada en el software CAD.
- Precisión en los detalles: para caracterizar las resinas se imprimen piezas estandarizadas que poseen un alto de grado de detalles en su estructura como letras y números en alto y bajo relieve, rendijas con diferente espesor, figuras geométricas complejas, orificios de diferentes tamaños; con el propósito de evaluar la precisión de la resina.
- Sobrecurado: en las resinas fotopolimerizables el tiempo de exposición a la fuente de luz es un factor de gran importancia, si el tiempo no es suficiente la resina no polimerizará de forma adecuada generando piezas incompletas o la no formación de estas; por otro lado, si se somete a tiempos demasiado prolongados se generarán imperfecciones en los acabados de las piezas causados por la polimerización excesiva de material, a esto se le denomina sobrecurado.
- Acabado superficial: los laboratoristas dentales detallan que para la preparación de las piezas para el colado se requiere que las superficies de estas sean lo más lisas posibles

Después de analizar los resultados obtenidos y evaluadas las alternativas de formulaciones, se seleccionó una formulación base que presentó resultados satisfactorios en el proceso de impresión, calcinación y colado para la obtención de piezas dentales. Con la formulación seleccionada se implementó un diseño de experimentos (DOE), con el objetivo de mejorar la precisión en los detalles de las piezas, el acabado superficial y las temperaturas de calcinación de la resina.

4.4 Elaboración y evaluación de piezas de impresión del DOE

Para llevar a cabo la impresión de probetas de caracterización y piezas dentales, se siguió el proceso descrito en el diagrama de flujo de la Figura 1 con cada formulación del DOE, con el propósito de observar las mismas características evaluadas en las pruebas de ensayo y error, las cuales corresponden a la estabilidad dimensional, la precisión de los detalles, el sobrecurado, acabado superficial y el comportamiento de la resina en el proceso de impresión.

4.5 Caracterización de resinas formuladas

La caracterización de las formulaciones del DOE se llevó a cabo con los mismos análisis efectuados a las resinas comerciales; basados en los resultados obtenidos, se evaluó el comportamiento de las distintas formulaciones con el presentado por las resinas comerciales, seleccionando las que evidenciaban mejores resultados.

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1 Caracterización de resinas comerciales

La caracterización de resinas calcinables comerciales se realizó con tres resinas de diferentes casas comerciales, adquiridas previamente: la resina VeriCast de la empresa Whip Mix, la FreePrint Cast 2.0 de la empresa DETAX y la resina KeyCast de la empresa Keystone. En la Figura 3 se visualiza la presentación comercial de los tres productos.



Figura 3. Resinas calcinables comerciales caracterizadas (Resina calcinable VeriCast, n.d; Freeprint Cast, n.d; KeyCast n.d.).

Inicialmente se evaluó cualitativamente la viscosidad de las resinas comerciales, comparando su consistencia y fluidez con las de las resinas desarrollas por New Stetic para otras aplicaciones dentales. A partir de esto se evidenció que las resinas calcinables fluían con mayor facilidad, por consiguiente, poseen una menor viscosidad, que podría ser causada por una elevada concentración de monómeros y/u oligómeros de bajo peso molecular en su

composición. Se imprimió con cada resina piezas de prueba para verificar los tiempos de impresión, la precisión en los detalles, el acabado superficial de las piezas y el sobrecurado; las imágenes correspondientes a las piezas obtenidas por el proceso de impresión de cada resina comercial se muestran en la Figura 4,5 y 6. El Anexo Figura A.1 a la A.3 se encuentran imágenes complementarias de piezas impresas con las resinas comerciales mencionadas.



Figura 4. Piezas impresas con la resina Whip Mix (Fuente propia).



Figura 5. Piezas impresas con la resina DETAX (Fuente propia).

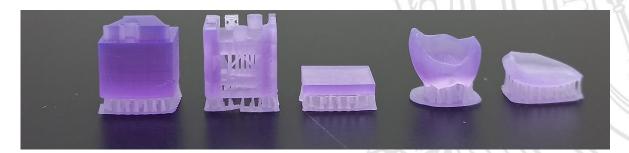


Figura 6. Piezas impresas con la resina Keystone (Fuente propia).

Los resultados obtenidos respecto a los factores evaluados en las tres resinas comerciales fueron satisfactorios, entre las características encontradas se pueden resaltar las siguientes observaciones: poseen tiempos de impresión cercanos y una buena capacidad de imprimir detalles con precisión (exceptuando detalles muy pequeños), un grado aceptable de sobrecurado. Sin embargo, las piezas obtenidas con las resinas DETAX y Whip Mix posterior al proceso de post-curado, presentaron delaminación en las superficies planas. Las piezas

obtenidas con la resina Keystone al estar sometida a tiempos de post-curado mayores a 10 minutos presentaban la fracturación de las capas internas.

Las temperaturas de calcinación de las resinas y el porcentaje de ceniza remanente del proceso son factores clave, por consiguiente, era necesario la ejecución de análisis termogravimétricos (TGA) para lograr extraer esta información. En la Figura 4 se aprecian las curvas obtenidas de las resinas comerciales y se incluye adicionalmente dos curvas, una de ellas correspondiente a la resina base de modelos dentales de New Stetic (resina de modelos dentales de New Stetic sin pigmentar) y la resina comercial Shining 3D usada en el flujo de trabajo del laboratorio de Innovación Dental.

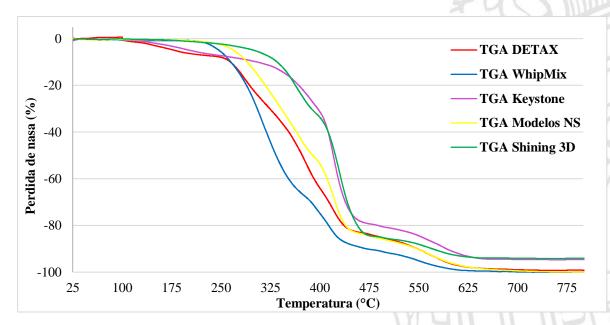


Figura 7. Análisis TGA de resinas calcinables.

Como se muestra en la Figura 7, las temperaturas de calcinación entre las resinas estaban comprendidas entre un rango cercano, en la curva correspondiente a la resina DETAX y Keystone se evidenció un comienzo de pérdida de masa mayor en comparación a las demás resinas a una temperatura cercana a los 100°C, este comportamiento podría asociarse a la presencia de un aditivo con menor punto de fusión que los monómeros presentes en su composición, lo que favorecería el inicio de la calcinación de la resina y a su vez se obtendrían temperaturas de calcinación menores.

En las resinas Keystone y Shining 3D se observó que el porcentaje de pérdida de masa fue menor al 95%, lo cual indicó la presencia de un remanente de ceniza correspondiente al restante de la masa sin evaporar, para las demás resinas el porcentaje de pérdida de masa fue aproximadamente del 100%.

Entre las sustancias presentes en las resinas de impresión 3D SLA-DLP se encuentran fotoiniciadores y aditivos UV, los cuales son considerablemente más sensibles a la energía

radiante que los monómeros y oligómeros. Los fotoiniciadores son los encargados de absorber la luz UV emitida por las impresoras, formando radicales altamente reactivos, que se encargan de comenzar la reacción de polimerización entre los monómeros y/u oligómeros. Por otra parte, los aditivos UV se incluyen para mejorar características específicas: en las resinas calcinables su función principal es incrementar la cantidad de luz UV absorbida, lo que ocasiona una mejor precisión en los detalles de las piezas. A través de análisis de espectroscopia UV/Vis es posible generar espectros correspondientes a las especies absorbentes de radiación electromagnética en un rango de longitud de onda. En la Figura 8 se presentan los espectros obtenidos de las resinas comerciales.

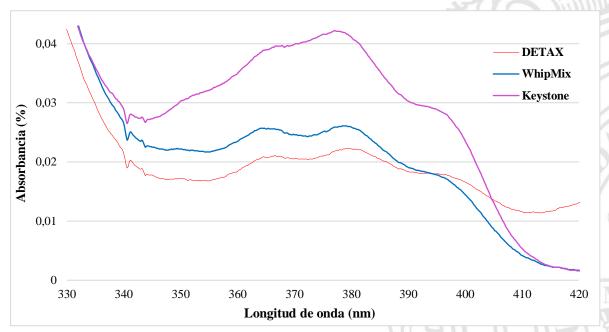


Figura 8. Espectros UV/Vis de resinas calcinables comerciales entre un rango de longitud de onda de 330 – 420 nm.

Analizando las curvas de los espectros obtenidas se evidenció que poseían el mismo fotoiniciador por la similitud entre las curvas, las variaciones observadas pueden ser causadas por la diferencia de concentraciones de aditivos UV y/o iniciadores en la composición de las resinas. El fotoiniciador se denominó como Fotoniciador 385 debido a que las resinas comerciales son aptas para el uso en impresoras SLA – DLP de 385 nm.

Al comparar el espectro obtenido de la resina Keystone con el que se obtuvo para la resina de guías quirúrgicas de New Stetic, se identificó que ambas resinas tienen las mismas sustancias absorbentes de luz (Fotoiniciador 385 y/o Aditivo UV), pero en diferentes concentraciones. La Figura 9 presenta la comparación de los espectros de absorción UV/Vis de ambas resinas.

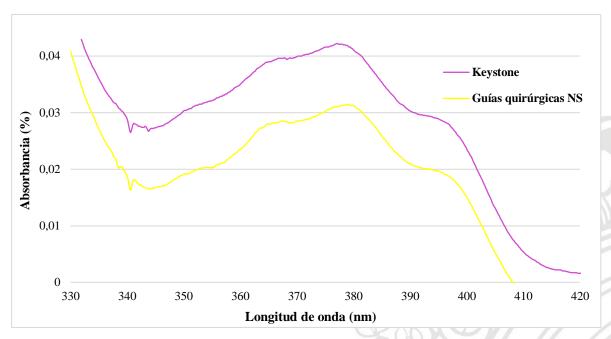


Figura 9. Espectros UV/Vis de las resinas Keystone y Guías quirúrgicas NS entre un rango de longitud de onda de 330 – 420 nm.

El proceso de obtención de coronas dentales se realizó inicialmente con dos laboratorios dentales, el Laboratorio de Innovación Dental con un flujo de trabajo digital y el laboratorio dental VID con un flujo de trabajo convencional. En la Figura 10 se observan las coronas metálicas obtenidas por cada laboratorio.



Figura 10. Coronas dentales obtenidas por proceso de colado por los laboratorios de Innovación dental y dental VID (Fuente propia).

Nota: No se envió muestra de la resina de base de modelos dentales de New Stetic al laboratorio dental VID.

La evaluación suministrada por parte de los laboratoristas dentales del laboratorio de Innovación Dental respecto a las coronas obtenidas por el proceso de colado a través de su flujo de trabajo es la ausencia de diferencias significativas entre las resinas, cualquiera de las evaluadas funcionaría satisfactoriamente para el tipo de trabajo que realizan; sin embargo, se apreció que la cara oclusal en algunas coronas carece de detalles precisos (Keystone y Shining 3D), en la corona correspondiente a la resina Shining 3D presentó un orificio en la cara oclusal. El laboratorio dental VID sometió las coronas coladas a un proceso de pulido electrolítico, este permite evidenciar la presencia de ceniza remanente en las piezas como imperfecciones en forma de puntos negros, no obstante en ninguna de las piezas dentales se evidenció; la evaluación suministrada por los laboratoristas dentales del laboratorio dental VID, afirmaba sobre el correcto comportamiento de las resinas a lo largo del proceso y los resultados satisfactorios obtenidos en las piezas dentales; sin embargo, en una escala cualitativa de calificación suministrada, la resina Whip Mix presentaba los mejores resultados con una correcta precisión en los detalles de la cara oclusal y una textura del metal liso y pulido, por el contrario, la resina Keystone era la menos precisa de las evaluadas con una textura del metal porosa.

Para los odontólogos es importante que la pieza dental posea un ajuste adecuado en la boca del paciente, por consiguiente, se determinó la fiabilidad del ajuste de las coronas obtenidas en el modelo dental correspondiente. Las coronas elaboradas a partir de las diferentes resinas presentaron leves variaciones, pero el ajuste se encontraba entre los límites de tolerancia. En la Figura 11 se muestra la corona obtenida a partir de resina base de modelos dentales de New Stetic en el modelo dental.



Figura 11. Ajuste de Corona en el modelo dental, obtenida a partir de resina base de modelos dentales de New Stetic por proceso de colado (Fuente propia).

Entre las coronas impresas en resina enviadas al laboratorio de Innovación Dental para la obtención de coronas metálicas por proceso de colado, se encontraba una corona elaborada con la resina base de modelos dentales de New Stetic. El propósito era observar el comportamiento de las piezas impresas con esta resina en el proceso de calcinación y colado

metálico. En la Figura 11 se evidenció el correcto ajuste de la corona metálica obtenida a partir de la resina base de modelos dentales, sin presentar remanentes de ceniza en la pieza final indicando una adecuada evaporación; por lo tanto, el resultado es acorde a las características deseadas en las resinas calcinables. En las distintas caras de las coronas metálicas obtenidas por el laboratorio de Innovación Dental, no se evidenció presencia de imperfecciones importantes; con base en los resultados, la formulación de la resina base de modelos dentales de New Stetic se presentó como una alternativa viable para ser seleccionada como punto de partida para la elaboración de la formulación prototipo de resina calcinable.

Terminada la etapa de caracterización de las resinas comerciales, se evaluaron los resultados obtenidos en los distintos ensayos a los cuales fueron sometidas. Las resinas DETAX, Whip Mix y base de modelos dentales de New Stetic presentaron características similares. Entre los factores más relevantes que compartieron se encontraban: el rango de las temperaturas de calcinación, el porcentaje de ceniza residual, el sobrecurado y la precisión en los detalles, el comportamiento general de las resinas en los factores descritos fue satisfactorio. La resina Keystone presentó un rango de temperaturas de calcinación y un porcentaje de ceniza mayor; con respecto al sobrecurado y la precisión en los detalles el comportamiento es similar al presentado por las demás resinas.

La aplicación principal de las resinas calcinables es la manufactura de piezas dentales por proceso de colado metálico; por consiguiente, era importante la retroalimentación obtenida de los laboratoristas dentales de los distintos laboratorios que procesaron las coronas dentales impresas para la obtención de coronas metálicas, con base en los resultados de los análisis efectuados y comentarios recopilados, se dedujo que la resina Whip Mix es la que presentó mejores características y comportamiento, seguida de cerca por la resina DETAX y base de modelos dentales de New Stetic, por el contrario la resina Keystone es la que evidenció mayor cantidad de problemas, el comportamiento en algunos aspectos distaba del presentado por las resinas evaluadas.

5.2 Formulación preliminar de resinas calcinables

Con base en los resultados obtenidos y con la información recopilada de fuentes bibliográficas, se planteó realizar formulaciones preliminares con monómeros y/u oligómeros disponibles en la empresa utilizando el método de ensayo y error para posteriormente ser sometidas a impresión, con el propósito de identificar un comportamiento cercano al presentado por las resinas calcinables comerciales. El fotoiniciador adicionado para las formulaciones planteadas se denominó como Fotoiniciador 405, que posee un comportamiento adecuado a longitudes de onda de 385 y 405 nm, a diferencia del Fotoiniciador 385 el cual funciona de forma adecuada únicamente a la longitud de onda de 385 nm. Por lo anterior, se podría esperar que el prototipo de resina desarrollada funcione sin inconvenientes en impresoras SLA -DLP de 385 y 405 nm.

Se elaboró un total de dieciocho formulaciones preliminares, con las que se realizó el proceso descrito en la Figura 2, con el objetivo de obtener probetas de caracterización y piezas dentales para evaluar el comportamiento en el proceso y las características deseadas en una resina calcinable de impresión 3D. En la Tabla 1 se detallan las formulaciones preliminares planteadas.

Tabla 1. Formulaciones preliminares elaboradas.

Formulación	Oligómero 1	Oligómero 2	Monómero 1	Monómero 2	Monómero 3	Monómero 4
F1	X		X	X	X	
F2	X		X	X	X	X
F3	X		X	X		X
F4		X	X	X		
F5		X	X	X		
F6		X	X	X	X	
F7	X		X	X		
F8	X			X	X	X
F9	X		X	X		X
F10		X	X		X	X
F11	X	X	X	X	X	X
F12	X	X	X		X	X
F13	X	X	X	X		X
F14	X	X	X		X	X
F15	X		X	X	X	
F16	X		X	X	X	X
F17	X		X	X		X
F18	X	X	X	X	X	X

Las probetas de caracterización y piezas dentales utilizadas para la evaluación de las formulaciones preliminares planteadas se muestran en la Figura 12, en el Anexo Figura A.4.1 a A.4.4 se encuentran las vistas complementaras de las piezas digitales. En la Figura 13 se evidencian inconvenientes presentados en la elaboración de piezas impresas con las formulaciones preliminares, en el Anexo Figura A.5.1 a la A.5.3 se encuentran imágenes correspondientes a las formulaciones preliminares.

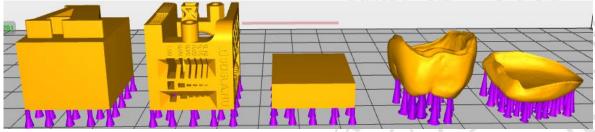


Figura 12. Probetas de caracterización y piezas dentales digitales (Fuente propia).

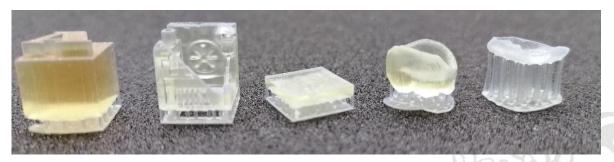


Figura 13. Probetas de caracterización y piezas dentales elaboradas por impresión 3D SLA-DLP a partir de formulaciones preliminares (Fuente propia).

Los principales problemas presentados en las formulaciones preliminares de resinas calcinables para impresión 3D SLA-DLP se debieron a la formación incompleta de probetas y/o piezas dentales o a la no formación de estas, excesivo sobrecurado, presencia de burbujas al interior de las probetas y fragilidad en su estructura. Las posibles causas de los fenómenos presentados radican en la ausencia de monómeros y/u oligómeros polifuncionales que permitieran el entrecruzamiento adecuado de las cadenas poliméricas en la reacción de polimerización. Sin embargo, un exceso de estos podría incrementar sustancialmente las temperaturas de calcinación las cuales son un factor crítico en las resinas calcinables, por consiguiente, se requiere llevar un balance adecuado de los monómeros y/u oligómeros monofuncionales y polifuncionales que hacen parte de la composición de las formulaciones. De las dieciocho formulaciones preliminares propuestas se encontró una que cumplía con las características deseadas en una resina calcinable para elaboración de piezas dentales en impresoras 3D SLA-DLP.



Figura 14. Probetas de caracterización correspondientes a la formulación 18 que presentaba resultados satisfactorios (Fuente propia).

En la Figura 14 se observa que las probetas y piezas dentales se imprimieron completamente, con un grado de sobrecurado y precisión en los detalles aceptable, estas características pueden mejorarse agregando ciertos aditivos a la formulación inicial; por consiguiente, era una alternativa para ser seleccionada como punto de partida para la elaboración de la

formulación prototipo de resina calcinable. En el Anexo Figura A.6.1 a la A.6.2 se encuentran imágenes adicionales correspondientes a la formulación 18 con resultados satisfactorios.

Analizando las formulaciones con las cuales se contaban para la ejecución del diseño de experimentos se tenían dos alternativas, la resina base de modelos dentales de New Stetic y la formulación 18 encontrada a través del método de ensayo y error, ambas presentaron resultados satisfactorios en los ensayos realizados para su caracterización. No obstante, se decidió realizar el diseño de experimentos con la resina base de modelos dentales de New Stetic, la elección es justificada debido a que se posee un conocimiento más profundo del comportamiento de la resina por los análisis efectuados para su aplicación comercial en modelos dentales. Otro punto relevante es que, en caso de pasar a una etapa de escalamiento para producción industrial, el proceso se facilita por tener la misma base de monómeros utilizados para su elaboración. A partir de la formulación seleccionada se planteó un diseño de experimentos con el objetivo de adicionar compuestos que mejoren las características de precisión, sobrecurado, acabado superficial y las temperaturas de calcinación de la resina.

5.3 Diseño de experimentos (DOE)

Para obtener un comportamiento y características similares a las obtenidas por las resinas calcinables comerciales, fue necesario plantear un diseño de experimentos, en el que se evaluó la incidencia de diferentes compuestos que mejoren las propiedades de la resina base de modelos dentales de New Stetic, más específicamente, un Plastificante y un Aditivo UV. La adición de un Plastificante permitiría que éste se introduzca entre las cadenas poliméricas durante la reacción de polimerización, debilitando las fuerzas intermoleculares, pudiendo ocasionar así una disminución de las temperaturas de evaporación de las piezas impresas. Por otra parte, agregar un Aditivo UV mejoraría la concentración de especies absorbentes de radiación electromagnética. Esto resultaría en la disminución de los espesores de capa en el proceso de impresión, lo cual garantiza una mayor precisión en los detalles de las piezas.

El diseño de experimentos implementado en el proyecto se modeló con el software estadístico STATGRAPHICS Centurión XIX, y constó de 14 ejecuciones. Se elaboró un diseño factorial 2^K, donde k eran los dos factores que se analizaron, que correspondieron a la concentración de Plastificante y Aditivo UV. El rango seleccionado para la variación de los factores fue el siguiente: 0-15% para el Plastificante, pues con el rango estipulado se garantiza que la formación de las cadenas poliméricas no se vea afectada por un exceso de Plastificante. Para el Aditivo UV se estableció un rango entre 0-0,15%, que se determinó a partir del conocimiento generado en desarrollos realizados por la empresa previamente. Un exceso de Aditivo UV puede ocasionar un incremento considerable en los tiempos de impresión. En la Tabla 2 se muestran las condiciones de cada ejecución.

Tabla 2. Diseño experimental para el mejoramiento de las características de una formulación base de resina calcinable para aplicaciones dentales en impresoras 3D SLA-DLP de 405 nm.

N°	Concentración Plastificante	Concentración Aditivo UV
	g/g	g/g
1	7,50%	0,075%
2	0,00%	0,000%
3	7,50%	0,100%
4	15,00%	0,150%
5	12,00%	0,075%
6	0,00%	0,150%
7	7,50%	0,050%
8	4,00%	0,075%
9	5,00%	0,050%
10	10,00%	0,120%
11	15,00%	0,000%
12	0,00%	0,075%
13	7,50%	0,000%
14	7,50%	0,075%

A partir de las formulaciones planteadas en el DOE se realizó el proceso descrito en el diagrama de flujo de la Figura 2, el cual permite la creación del archivo digital necesario para realizar la impresión de probetas para la evaluación de las resinas en la impresora SLA-DLP de 405 nm. Una vez obtenidas las probetas de cada formulación se evaluó la estabilidad dimensional, la precisión de los detalles, el sobrecurado, acabado superficial y el comportamiento en el proceso de impresión. Con respecto al parámetro de estabilidad dimensional, se evidenció la ausencia de diferencias significativas entre las formulaciones, el parámetro se cuantifico con la impresión y medición de piezas en forma de escalera a 25 y 50 micras, con el propósito de obtener el porcentaje de contracción ocasionado por la reacción de polimerización de la resina. La compensación de este parámetro en el archivo digital de cada formulación garantiza variaciones mínimas de las dimensiones de las probetas impresas en comparación a las dimensiones de las probetas digitales. Las formulaciones que presentaron una mayor precisión de los detalles correspondieron a las formulaciones 4, 6 y 10, que contienen una cantidad igual o mayor al 0,12% del Aditivo UV. El sobrecurado se evidenciaba en menor medida en las resinas con una cantidad mayor al 0,075% de Aditivo UV. Las formulaciones con mejor acabado superficial (superficie lisa) correspondieron a las de un porcentaje mayor al 0,10% de Plastificante y un porcentaje mayor al 0,10% de Aditivo UV. Ninguna formulación presentó problemas en el proceso de impresión, lo que indica que, a pesar de tener contenidos tan altos, como 15%, de Plastificante, este aditivo no influyó negativamente en la formación completa de las piezas impresas. Analizando los resultados obtenidos, las formulaciones 4 y 6 presentaban las mejores características, en la Figura 15.1, 15.2 y 15.3 se muestran las probetas de calibración de ambas formulaciones.

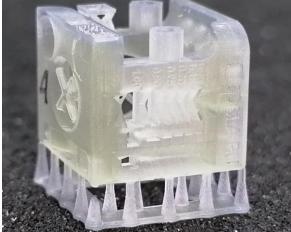


Figura 15.1. Probeta de calibración correspondiente a la formulación 4 del DOE (Fuente propia).

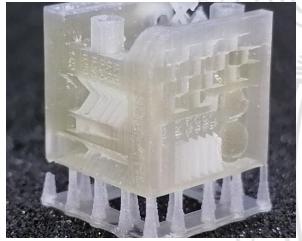


Figura 15.2. Probeta de calibración correspondiente a la formulación 6 del DOE (Fuente propia).

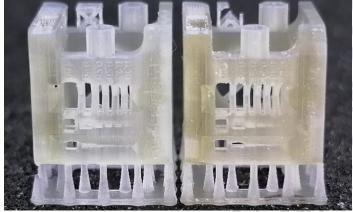


Figura 15.3. Comparación de probetas de calibración de las formulaciones 4 (izquierda) y 6 (derecha) del DOE (Fuente propia).

En el Anexo Figura A.7 a la A.20 se encuentran las imágenes correspondientes a las probetas de calibración de las formulaciones restantes del DOE.

5.4 Caracterización de formulaciones del DOE

El análisis de espectrometría UV/Vis tiene como función principal cuantificar la radiación electromagnética absorbida por las especies, para cada formulación se realizó el respectivo análisis en la longitud de onda de interés la cual corresponde a los 405 nm en la cual funciona la impresora, en la Figura 16 se muestran los espectros obtenidos de cada formulación.

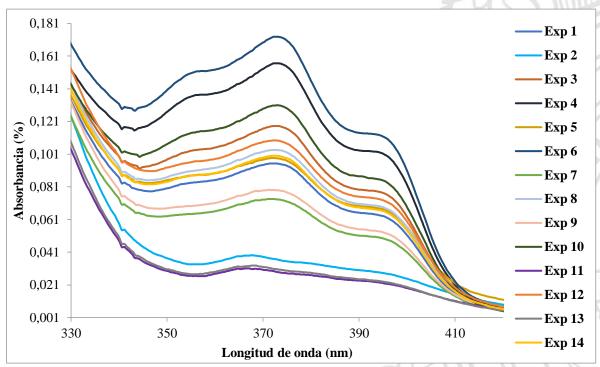


Figura 16. Espectros UV/Vis de formulaciones del DOE entre un rango de longitud de onda de 330 – 420 nm.

Los espectros correspondientes a las formulaciones sin Aditivo UV en su composición son aquellas que se encuentran más cerca al eje x (formulaciones 2,11 y 13). Las formulaciones con Aditivo UV en su composición presentan una morfología distinta es su espectro, con picos a diferentes longitudes de onda, el incremento gradual en la tendencia de los picos corresponde a una concentración cada vez mayor del Aditivo UV. En la Figura 17 se muestran los espectros a una longitud de onda de 405 nm correspondiente al funcionamiento de la impresora.

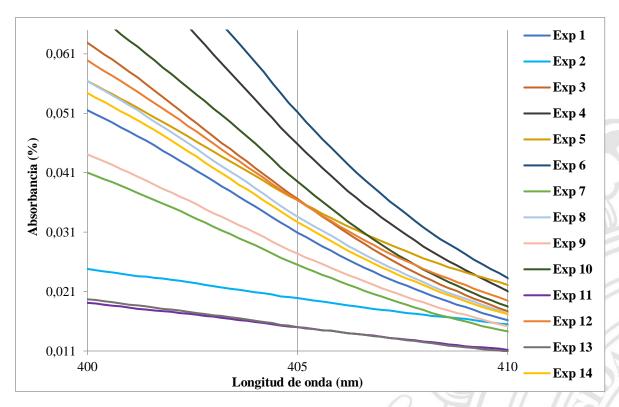


Figura 17. Espectros UV/Vis de formulaciones del DOE entre un rango de longitud de onda de 400 – 410 nm.

Realizando un análisis de los espectros obtenidos, se evidenció que el Plastificante actuaba como un diluyente de las especies absorbentes de radiación electromagnética. La formulación 2 correspondía a la formulación base, en su composición la única especie absorbente de radiación es el Fotoiniciador 405, al realizar una comparación con las formulaciones 11 y 13 se aprecia que poseen un menor porcentaje de absorbancia a una longitud de onda de 405 nm, en ausencia del Aditivo UV, el Plastificante presente en estas formulaciones actuaba como diluyente del Fotoiniciador 405. La formulación 6 poseía el mayor porcentaje de absorbancia, pues en su composición el porcentaje de aditivo UV es el máximo (0,15%) del rango establecido sin presencia de Plastificante; la formulación 4 era la segunda con mayor porcentaje de absorbancia, la cual poseía el mismo porcentaje de Aditivo UV, pero el porcentaje de Plastificante es el máximo (15%) del rango establecido, como consecuencia se presentó el mismo fenómeno de dilución de las especies absorbentes de radiación. Las formulaciones 3 y 5 presentaban una combinación de Plastificante y Aditivo UV en diferentes proporciones, por el contrario, en la formulación 12 en su composición únicamente existía presencia del Aditivo UV, a pesar de que poseían diferentes composiciones, el porcentaje de absorbancia que presentaban era el mismo a una longitud de onda de 405 nm; la dilución presentada de Fotoiniciador 405 en las formulaciones con Plastificante es compensada con Aditivo UV, por consiguiente a 405 nm la concentración de las especies absorbentes de radiación era equiparable en las tres formulaciones.

Para la realización de piezas impresas con resinas que no se encuentren en el catálogo del fabricante de la impresora SLA-DLP, se realizaba la parametrización de la resina a través del diagrama de flujo del proceso de impresiones de piezas dentales detallado en la Figura 2. Una de las etapas detalladas en el diagrama de flujo es la realización de curvas de trabajo, el propósito es la determinación de los espesores de capa obtenidos producto de la polimerización de las resinas en un rango de tiempos a una energía constante. La profundidad de penetración de la luz (Dp) es una variable que cuantifica la cantidad de luz que penetra en la resina en el proceso de impresión, se obtiene a través del análisis de las curvas de trabajo. Las formulaciones con presencia de Aditivo UV en su composición exhiben un comportamiento exponencial, por el contrario, las formulaciones sin presencia de Aditivo UV el comportamiento de los datos es lineal. Para realizar un comparativo valido de los valores de Dp obtenidos para las formulaciones del DOE, se recurrió a seleccionar los datos que garantizaran una tendencia lineal en las formulaciones con presencia de Aditivo UV en el rango más cercano a los espesores que se realiza el proceso de impresión (25, 50 y 100 micras), con un R^2 mayor al 97% en el cual se asegura que la línea de regresión se ajusta con un alto grado de confiabilidad. En la Figura 18 se muestran los datos de la curva de trabajo para la formulación 4, los cuales evidencian una tendencia exponencial, en la Figura 19 se muestra el ajuste de los datos de la misma formulación con una tendencia lineal.

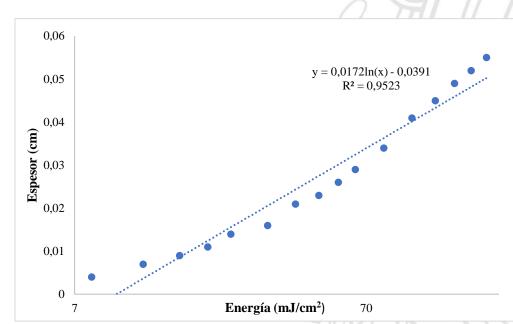


Figura 18. Regresión lineal correspondiente a la formulación 4.

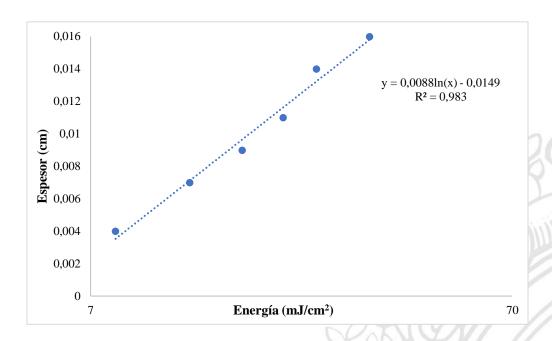


Figura 19. Regresión lineal con datos ajustados correspondiente a la formulación 4.

El valor de Dp corresponde a la pendiente de la ecuación obtenida del ajuste lineal de los datos, en la Tabla 3 se muestran los valores de Dp de las formulaciones del DOE.

Tabla 3. Profundidad de penetración de la luz de las formulaciones del DOE.

Formulación N°	Dp (μm)
1	94
2	190
3	87
4	88
5	123
6	77
7	127
8	95
9	124
10	114
11	248
12	82
13	206
14	96

La profundidad de penetración de la luz es inversamente proporcional al porcentaje de absorbancia, lo cual refleja que las formulaciones con menor magnitud de Dp en la Tabla 3 coinciden con las formulaciones con mayor porcentaje de absorbancia en la Figura 17, lo anterior se traduce que la disminución del valor de Dp produce una reducción del grado de

sobrecurado en el eje z generando una mayor definición en las piezas impresas. Las especies absorbentes de radiación presentes en las formulaciones actuaban como una barrera impidiendo el paso de la luz emitida por el proyector de la impresora; al obstaculizar la penetración de la luz las capas de resina polimerizada en el proceso de impresión no eran sobreexpuestas.

5.5 Análisis del DOE con STATGRAPHICS Centurión XIX

Las variables de respuesta definidas para el análisis de los factores establecidos en el DOE (Plastificante y Aditivo UV) son: Dp, estabilidad dimensional, porcentaje de absorbancia, precisión en los detalles. La precisión en los detalles se catalogó como una variable cualitativa que dependía de una comparación entre las piezas de calibración obtenidas de las diferentes formulaciones del DOE, se estableció una escala en la cual 1 correspondiente a un nivel bajo, 2 a un nivel medio y 3 un nivel alto de detalles. A partir de los resultados de la caracterización, se conocía con antelación las magnitudes de las variables de respuesta, por consiguiente, se ejecutó el DOE en el software estadístico, los resultados se detallan a continuación:

- El análisis de varianza para Dp indicó que la concentración del Aditivo UV y la concentración de Plastificante son factores relevantes para esta variable, el nivel de significancia con el cual se asegura la hipótesis es mayor al 95%. Ambos factores superan el valor critico en el diagrama de Pareto, la concentración del Aditivo UV contribuyó a disminuir la magnitud de los valores de Dp, por el contrario, la concentración de Plastificante contribuyó a incrementar la magnitud de los valores de Dp. La concentración del Aditivo UV generó un efecto considerablemente mayor en la variable que la concentración de Plastificante.
- El análisis de varianza para la estabilidad dimensional indicó que la concentración del Aditivo UV y la concentración de Plastificante no son factores relevantes para esta variable. Ningún factor supera el valor crítico en el diagrama de Pareto, por consiguiente, las dimensiones de las piezas impresas no se ven afectadas por la concentración de Plastificante ni Aditivo UV.
- El análisis de varianza para el porcentaje de absorbancia indicó que la concentración del Aditivo UV y la concentración de Plastificante son factores relevantes para esta variable, el nivel de significancia con el cual se asegura la hipótesis es mayor al 95%. Ambos factores superan el valor critico en el diagrama de Pareto, la concentración del Aditivo UV contribuyó a aumentar el porcentaje de absorbancia, por el contrario, la concentración de Plastificante contribuyó a disminuir el porcentaje absorbancia. La concentración del Aditivo UV generó un efecto considerablemente mayor en la variable que la concentración de Plastificante.

• El análisis de varianza para la precisión en los detalles indica que la concentración del Aditivo UV fue el único factor relevante para esta variable, el nivel de significancia con el cual se asegura la hipótesis es mayor al 95%. El factor supera el valor critico en el diagrama de Pareto, la concentración del Aditivo UV contribuyó a aumentar la precisión en los detalles de las piezas.

El valor optimo encontrado por el software correspondía a la formulación 4, la cual poseía una concentración de 15% de Plastificante y 0,15% del Aditivo UV, los valores mencionados son los máximos del rango definido para los factores evaluados, la concentración de Aditivo UV podría incrementarse hasta 0,25% para impresoras de 405 nm, el valor se determinó a partir del conocimiento generado en desarrollos realizados por la empresa previamente, sin embargo, para impresoras de 385 nm no es recomendable aumentar la concentración del Aditivo UV a valores superiores al 0,15%, debido a un considerable incremento de los tiempos de impresión. El propósito de New Stetic es el desarrollo de una resina calcinable para la elaboración de piezas dentales en impresoras 3D SLA-DLP compatible en longitudes de onda de 385 y 405 nm. Los diagramas estadísticos de las variables de respuesta se muestran en el Anexo Figura A.21 a la A.24.

5.6 Coronas coladas de las formulaciones seleccionadas

El proceso de colado para la obtención de coronas dentales se realizó con el laboratorio Zahen, las coronas de resina que se sometieron al proceso corresponden a las formulaciones 4 y 6 que presentaron un comportamiento satisfactorio en la etapa de caracterización. Se obtuvo un total de 4 coronas metálicas a causa de que el proceso se realizó por duplicado para observar la replicabilidad del resultado.



Formulación 6 Formulación 4

Figura 20. Coronas dentales obtenidas por proceso de colado por el laboratorio Zahen de las formulaciones 4 y 6 (Fuente propia).

Las coronas presentaron una textura del metal pulida, con la cara oclusal bien definida, sin mayores defectos y con un ajuste adecuado al modelo dental. Los laboratoristas encargados del proceso no encontraron diferencias significativas entre las coronas obtenidas de las formulaciones 4 y 6, ambas cumplen satisfactoriamente con las características de una resina

calcinable para aplicaciones dentales; por lo tanto, la formulación seleccionada como prototipo de resina calcinable para impresoras 3D SLA-DLP de 405 nm es la formulación 4, basado en los resultados de los diferentes análisis efectuados y por poseer una composición con un menor costo.



6. CONCLUSIONES

- La caracterización de las resinas calcinables de diferentes casas comerciales mediante los ensayos realizados posibilitó la obtención de un punto de partida con la información recopilada sobre las propiedades, el desempeño y el comportamiento en la aplicación, para el desarrollo de la formulación prototipo de resina calcinables de New Stetic.
- Elaborar un DOE utilizando la formulación base seleccionada a partir de los resultados obtenidos de ensayos realizados, permitió determinar la incidencia de un Plastificante y un Aditivo UV añadidos en la composición de la formulación base, con el propósito de mejorar las propiedades para alcanzar características similares a las presentadas por las resinas calcinables comerciales
- Los diferentes análisis efectuados en el proceso de caracterización y evaluación de las formulaciones del DOE, permitieron seleccionar aquellas que evidenciaban un comportamiento cercano al presentado por las resinas comerciales.
- Los laboratoristas dentales con los cuales se procesaron las muestras para la obtención de coronas metálicas por el método de colado resaltaron las cualidades de los prototipos seleccionados del DOE de formulaciones de resinas calcinables; las piezas dentales presentaban una textura del metal pulido, liso y definido en la cara oclusal, correspondiente a las características buscadas en una resina calcinable para aplicaciones dentales.
- La formulación prototipo de resina calcinable para impresoras 3D SLA-DLP de 405 nm desarrollada cumple con las características deseadas para la elaboración de piezas dentales con un alto grado de detalle.

RECOMENDACIONES Y COMENTARIOS ADICIONALES

Los análisis TGA previstos para la caracterización de las formulaciones del DOE con el propósito de observar la incidencia del Plastificante en las temperaturas de calcinación y el porcentaje de ceniza, están siendo procesados por el laboratorio QUIREMA de la Universidad de Antioquia, el cual debido a dificultades asociadas a la coyuntura actual de la pandemia ha visto afectado su flujo de trabajo perjudicando el procesamiento de las muestras enviadas y retrasando la recepción de los análisis en la fecha estipulada.

El prototipo de resina calcinable para aplicaciones dentales obtenido para impresoras 3D SLA-DLP de 405 nm, estaba enfocado en la compatibilidad en impresoras de 385 y 405 nm. Los ensayos preliminares realizados en impresoras de 385 nm con la resina obtenida presentaron resultados satisfactorios obteniéndose piezas con un alto grado de detalle, la caracterización a profundidad y ajuste de parámetros para el uso en impresoras de 385 nm queda a cargo del personal seleccionado por la empresa para la continuación del proyecto. El proceso posterior al cual debe ser sometida la resina calcinable es la pigmentación y estabilización de color; una vez se obtenga la resina con el pigmento seleccionado se proceden a realizar análisis de campo con laboratorios dentales previo al escalado para producción industrial.

7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Catania, F. (2017). CAD/CAM, la tecnología que está revolucionando la industria dental. Dental Tribune. https://la.dental-tribune.com/news/cadcam-la-tecnologia-que-esta-revolucionando-la-industria-dental-1/

Leal, S. (2015). E-Renovarse o morir: 7 Tendencias tecnológicas para convertirte en un líder digital. LID Editorial Empresarial. https://books.google.es/books?id=bcPnCgAAQBAJ&pg=PT15&dq=impresión+3D+es+fab ricación+por+adición&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwjE5uqOtOnXAhWFnBoKHSvxCSAQ6AEIJjAA#v=onepage&q=impresión 3D es fabricación por adición&f=false

formlabs. (2018). Using Castable Resin. Retrieved December 6, 2020, from https://support.formlabs.com/s/article/Using-Castable-Resin?language=en_US#related-articles

Park, J. M., Jeon, J., Koak, J. Y., Kim, S. K., & Heo, S. J. (2020). Dimensional accuracy and surface characteristics of 3D-printed dental casts. Journal of Prosthetic Dentistry. https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2020.07.008

formlabs. (2019). Guía definitiva sobre impresión 3D por estereolitografía (SLA). https://formlabs.com/es/blog/guia-definitiva-estereolitografia-sla-impresion-3d/

Leiva, Noemí & Carranza, Francisca & Sat, Ignacia. (2017). Estereolitografía en Odontología: Revisión bibliográfica. Odontología Sanmarquina. 20. 29. 10.15381/os.v20i1.13542.

Universidad Nacional Autónoma de México. (2018). Análisis Térmico. https://quimica.unam.mx/investigacion/servicios-para-la-investigacion/usaii/analisis-termico/

Universidad Nacional Autónoma de Madrid. (2019). Unidad de Análisis Térmico. https://www.uam.es/ss/Satellite/es/1242668322022/1242666562032/UAM_Laboratorio_F A/laboratorio_de_Analisis_Termico.htm

Barraza, G., de la Rosa, L. A., Martínez, A., Castillo, H., Cotte, M., & Alvarez, E. (2013). La microespectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIRM) en el estudio de sistemas biológicos. Revista Latinoamericana de Química. http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0370-59432013000300001

Universidad de Alicante. (n.d.). ESPECTROSCOPÍA ULTRAVIOLETA VISIBLE. Retrieved December 6, 2020, from https://sstti.ua.es/es/instrumentacion-cientifica/unidad-de-rayos-x-de-monocristal-y-espectroscopias-vibracional-y-optica/espectroscopia-ultravioleta-visible.html

Gris Corcoles, A. (2009). Metal-Cerámica. Gaceta Dental: Industria Y Profesiones, (204), 174-188. Retrieved from https://gacetadental.com/wp-content/uploads/OLD/pdf/204_LABORATORIO_Metal_Ceramica.pdf

Instituto de Cerámica y Vidrio. (n.d.). Microscopia de Calefacción. Retrieved December 6, 2020, from https://www.icv.csic.es/node/36

[Fotografía]. (s. f.). VeriCast. Recuperado de https://www.dentalcompare.com/25838-3D-Printing-Materials/12147163-VERICAST-Generative-Resin/

[Fotografía]. (n. d.). Freeprint Cast 2.0. Recuperado de https://www.pearsondental.com/catalog/product.asp?majcatid=955&catid=9385&subcatid=32801&pid=87239

[Fotografía]. (n. d.). KeyCast. Recuperado de https://www.ortodigital.com.mx/product/keycast/



ÍNDICE DE TABLAS

Figura A.1. Piezas impresas con la resina Whip Mix	1
Figura A.2. Piezas impresas con la resina DETAX	1
Figura A.3. Piezas impresas con la resina Keystone	1
Figura A.4.1. Vista superior de probetas de caracterización y piezas dentales digitales en esoftware CAD.	
Figura A.4.2. Vista frontal de probetas de caracterización y piezas dentales digitales en confermentos de caracterización y piezas dentales de caracterización de	
Figura A.4.3. Vista auxiliar 1 de probetas de caracterización y piezas dentales digitales e el software CAD	
Figura A.4.4. Vista auxiliar 2 de probetas de caracterización y piezas dentales digitales e el software CAD	n 12
Figura A.5.1. Probetas de caracterización de las formulaciones preliminares	3
Figura A.5.2. Probetas de caracterización de las formulaciones preliminares	3
Figura A.5.3. Probetas de caracterización y piezas dentales elaboradas por impresión 31 SLA-DLP a partir de formulaciones preliminares	D 3
Figura A.6.1. Probetas de caracterización de formulación preliminar 184	4
Figura A.6.2. Probetas de caracterización de formulación preliminar 184	4
Figura A.7 Probetas de calibración correspondiente a la formulación 1 del DOE4	4
Figura A.8. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 2 del DOE 4	5
Figura A.9. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 3 del DOE 4	5
Figura A.10. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 4 del DOE 4	6
Figura A.11. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 5 del DOE 4	6
Figura A.12. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 6 del DOE 4	7
Figura A.12. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 6 del DOE 4	7
Figura A.13. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 7 del DOE 4	8
Figura A.14. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 8 del DOE 4	8
Figura A.15. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 9 del DOE 4	9
Figura A.16. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 10 del DOE 4	9
Figura A.17. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 11 del DOE 5	0
Figura A.18. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 12 del DOE 5	0

Figura A.19. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 13 del DOE 51
Figura A.20. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 14 del DOE 51
Figura A.21. Diagramas de resultados estadísticos de la variable de respuesta Dp 52
Figura A.22. Diagramas de resultados estadísticos de la variable de respuesta "Estabilidad dimensional"
Figura A.23. Diagramas de resultados estadísticos de la variable de respuesta "Porcentaje de absorbancia"
Figura A.24. Diagramas de resultados estadísticos de la variable de respuesta "Precisión de detalles".



Figura A.1. Piezas impresas con la resina Whip Mix.



Figura A.2. *Piezas impresas con la resina DETAX.*

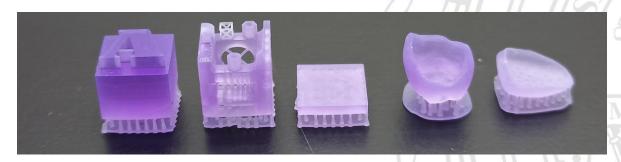


Figura A.3. Piezas impresas con la resina Keystone.

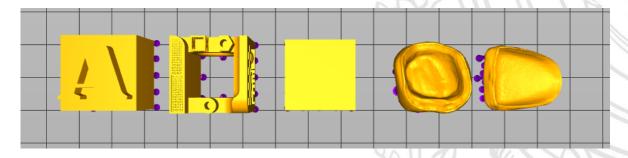


Figura A.4.1. Vista superior de probetas de caracterización y piezas dentales digitales en el software CAD.

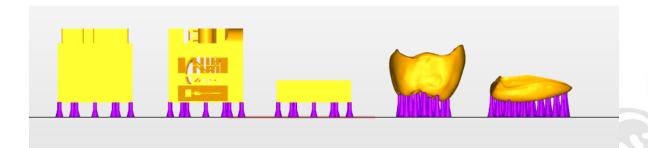


Figura A.4.2. Vista frontal de probetas de caracterización y piezas dentales digitales en el software CAD.

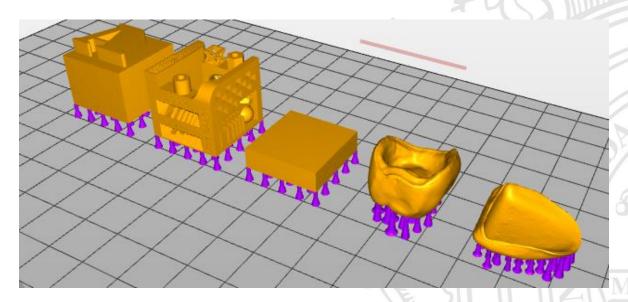


Figura A.4.3. Vista auxiliar 1 de probetas de caracterización y piezas dentales digitales en el software CAD.

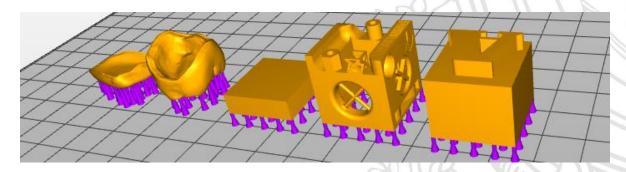


Figura A.4.4. Vista auxiliar 2 de probetas de caracterización y piezas dentales digitales en el software CAD.

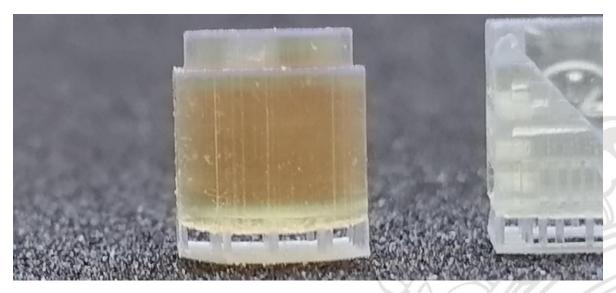


Figura A.5.1. Probetas de caracterización de las formulaciones preliminares

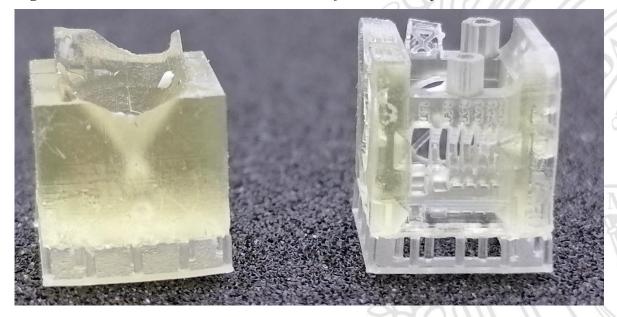


Figura A.5.2. Probetas de caracterización de las formulaciones preliminares



Figura A.5.3. Probetas de caracterización y piezas dentales elaboradas por impresión 3D SLA-DLP a partir de formulaciones preliminares.

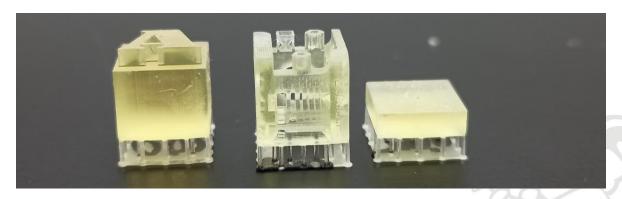


Figura A.6.1. Probetas de caracterización de formulación preliminar 18.

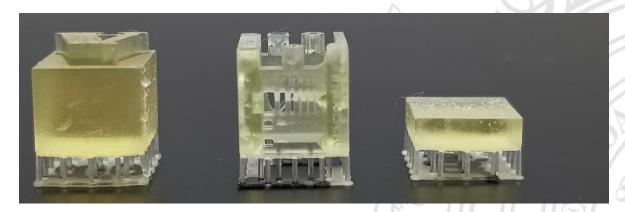


Figura A.6.2. Probetas de caracterización de formulación preliminar 18.





Figura A.7 Probetas de calibración correspondiente a la formulación 1 del DOE.

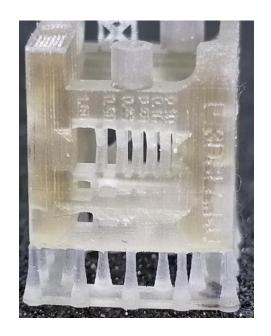




Figura A.8. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 2 del DOE.

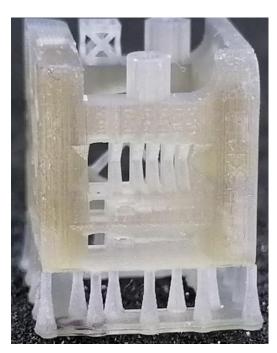
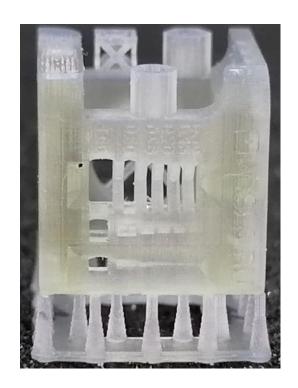




Figura A.9. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 3 del DOE.



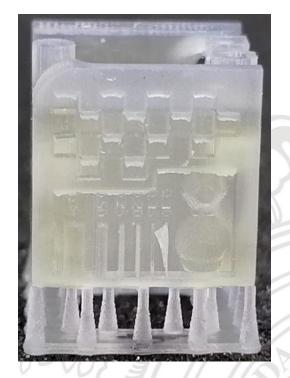
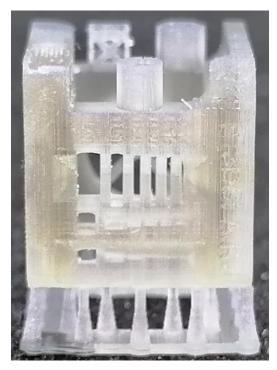


Figura A.10. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 4 del DOE.



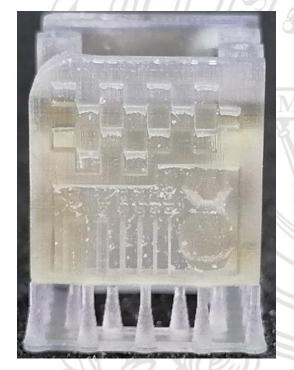
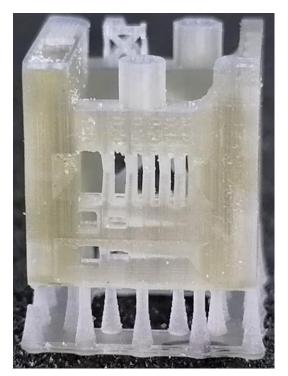


Figura A.11. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 5 del DOE.



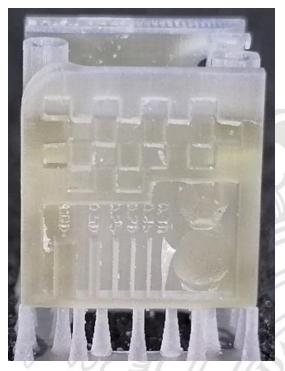


Figura A.12. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 6 del DOE.

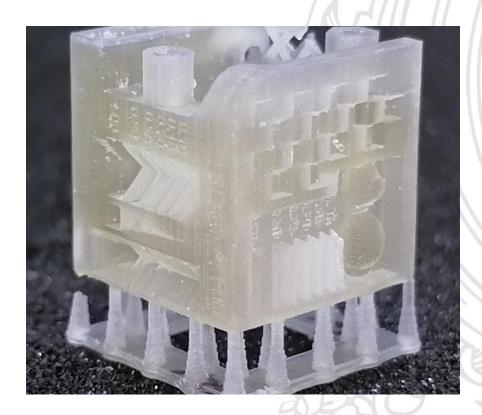
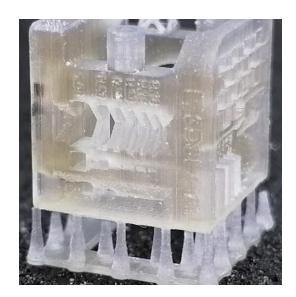


Figura A.12. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 6 del DOE.



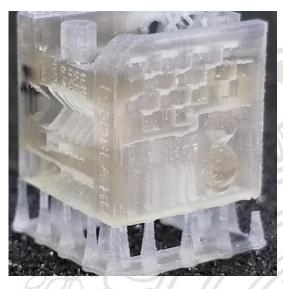


Figura A.13. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 7 del DOE.



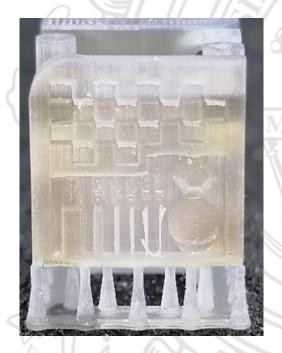


Figura A.14. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 8 del DOE.

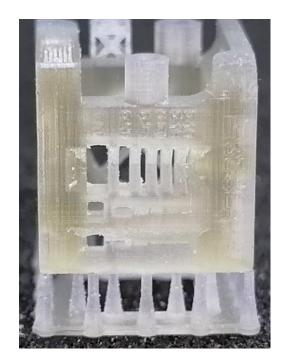
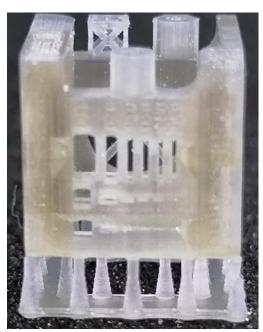




Figura A.15. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 9 del DOE.



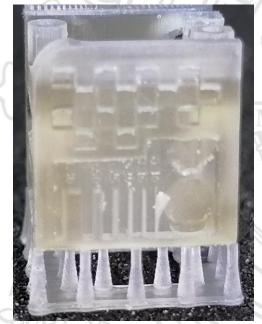


Figura A.16. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 10 del DOE.



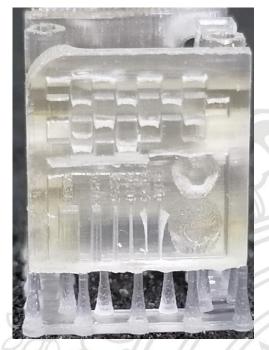


Figura A.17. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 11 del DOE.

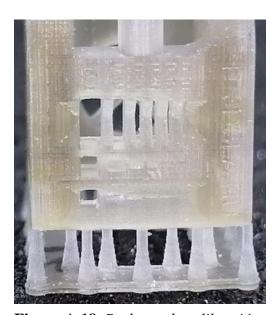




Figura A.18. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 12 del DOE.

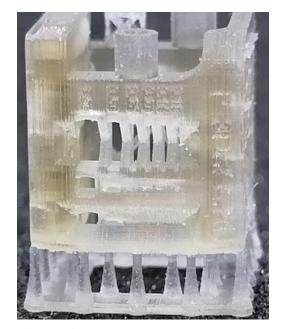




Figura A.19. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 13 del DOE.

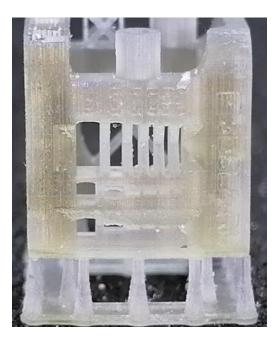




Figura A.20. Probetas de calibración correspondiente a la formulación 14 del DOE.

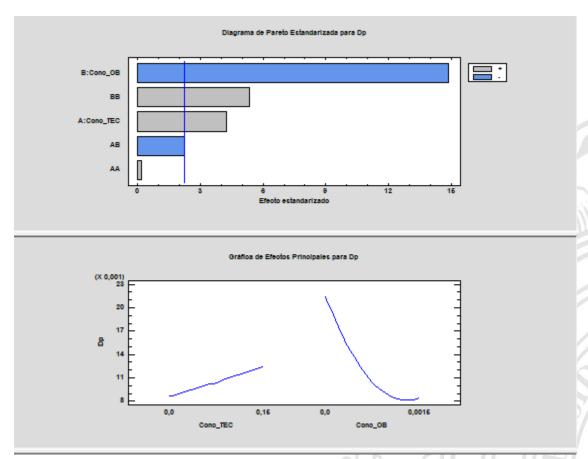


Figura A.21. Diagramas de resultados estadísticos de la variable de respuesta Dp.

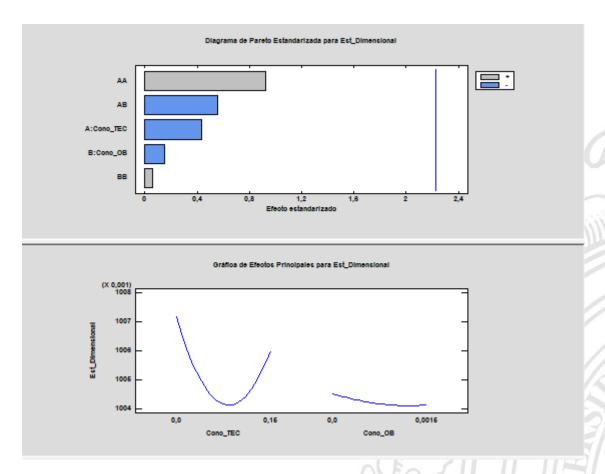


Figura A.22. Diagramas de resultados estadísticos de la variable de respuesta "Estabilidad dimensional".

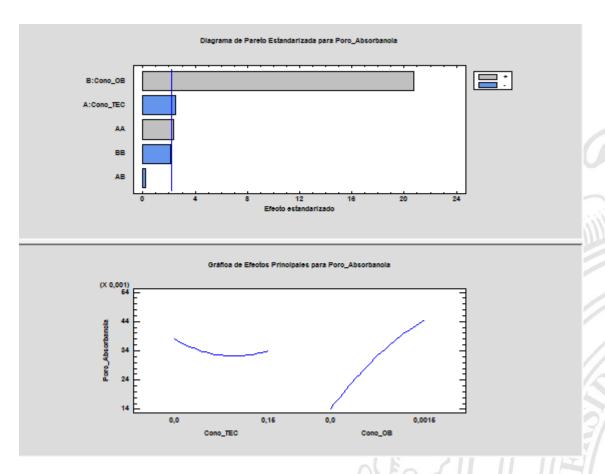


Figura A.23. Diagramas de resultados estadísticos de la variable de respuesta "Porcentaje de absorbancia".

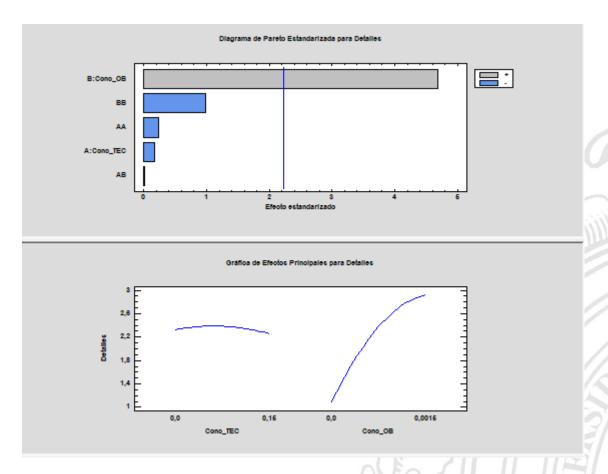


Figura A.24. Diagramas de resultados estadísticos de la variable de respuesta "Precisión de detalles".