

# Estudio de envejecimiento de poliamida de alto impacto marca Deflex® en saliva artificial comercial.

[Deflex® brand high impact polyamide aging study in commercial artificial saliva.]

## Autores:

Dr. Peruzzo, Pablo J. [1] 

Orcid ID: 0000-0001-8620-321X

Dr. Amalvy, Javier I. [2] 

Orcid ID: 0000-0003-1698-035X

## Fecha de recepción:

17/12/2018

## Fecha de modificación:

23/09/2019

## Fecha de aprobación:

05/10/2019

[1] Instituto de Investigaciones Físicoquímicas Teóricas y Aplicadas (INIFTA), (CCT La Plata CONICET - Universidad Nacional de La Plata), Diag. 113 y 64, B1904DPI, La Plata, Argentina.

Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), Argentina.

[2] Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires (CICPBA), Argentina.

Centro de Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Materiales (CITEMA), (Universidad Tecnológica Nacional - CICPBA), Av. 60 y 124, 1923, Berisso, Argentina.

## Dirección de Contacto:

**Javier I. Amalvy**

CITEMA, Av. 60 y 124, 1923, Berisso, Argentina.

E-mail: [jamalvy@frlp.utn.edu.ar](mailto:jamalvy@frlp.utn.edu.ar)

E-mail: [jamalvy@gmail.com](mailto:jamalvy@gmail.com)

## ARK-CAICYT

<http://id.caicyt.gov.ar/ark:/s2591314X11pjr8acd>

Peruzzo, Pablo J; Amalvy, Javier I. Estudio de envejecimiento de poliamida de alto impacto marca Deflex® en saliva artificial comercial. Rev. Soc. Odontol. La Plata, 2021; XXXI(61):7-12

## RESUMEN

Este trabajo presenta los resultados de un estudio de envejecimiento natural y acelerado en saliva artificial, de un material para uso odontológico de la marca Deflex® a base de poliamida de alto impacto, según lo establece la norma UNE EN ISO 10993-13 (2009).

## PALABRAS CLAVE

Poliamida; Envejecimiento; Saliva; Nylons.

## SUMMARY

This work presents the results of the study of natural and accelerated aging in artificial saliva, of a material for dental use of the brand Deflex® based on high impact polyamide, as established by the standard UNE EN ISO 10993-13 (2009).

## KEY WORDS

Polyamide; Aging; Saliva; Nylons.

## 1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVO

Un material polimérico pigmentado empleado para prótesis dentales, en presencia de un medio líquido como la saliva puede liberar al medio componentes de bajo peso molecular, monómeros, pigmentos, aditivos, etc.

El presente trabajo es el resultado de un estudio de envejecimiento con la finalidad de establecer si el material para uso odontológico a base de poliamida de alto impacto (resina termo inyectable) marca Deflex®, sufre algún proceso de modificación que conduzca a la liberación de alguno de sus componentes, durante el envejecimiento natural a 37,5°C y acelerado a 60°C, empleando una saliva artificial comercial. Los ensayos fueron realizados según la norma UNE EN ISO 10993-13 (2009).

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Materiales.

Los principales materiales (provistos por la empresa) empleados en el desarrollo de este trabajo fueron los siguientes:

- Probetas de poliamida de alto impacto Deflex® (en lo sucesivo poliamida Deflex®): para la realización de los ensayos de envejecimiento se emplearon probetas de 42x5x2 mm.
- Saliva artificial: se empleó una formulación comercial denominada "Solución Oral NAF" (Laboratorio NAF). La composición por cada 100 mL es la siguiente: hidroxipropilmetilcelulosa 1 g, solución de xilitol al 70 %, cloruro de potasio 0,1 g, cloruro de sodio 0,1 g, fluoruro de sodio 0,2 mg, cloruro de magnesio 5 mg, cloruro de calcio 15 mg, sulfato de potasio 40 mg, metilparabeno 0,1 g. pH 6,49 (medido en el laboratorio).
- Pigmento rojo de cadmio.

### 2.2. Métodos.

Para el presente estudio se empleó una balanza CAS modelo ME-410 (Repetibilidad: 0,001 g y linealidad: ± 0,001 g).

**2.2.1. Ensayo de envejecimiento:** En 20 frascos de vidrio con tapa de 20 ml de capacidad se colocaron 15 ml de solución de saliva artificial. En cada uno de ellos se colocaron tres probetas previamente pesadas. Los frascos, cerrados y cubiertos con papel aluminio, se colocaron a la temperatura de ensayo (10 frascos se colocaron a 37,5°C y los restantes se colocaron a 60°C). Los mismos fueron retirados a diferentes tiem-

pos de envejecimiento: 12, 24, 48, 96, 128, 336, 720, 1200, 1680 y 2160 horas.

**2.2.2. Hinchamiento ("Swelling"):** Las probetas fueron retiradas de la saliva artificial, secadas superficialmente con papel y posteriormente pesadas. La cantidad de saliva absorbida fue determinada según la siguiente ecuación:

$$\text{Absorción de saliva (\%)} = \frac{P2 - P1}{P1} \times 100$$

donde  $P1$  y  $P2$  son los pesos de las probetas antes y después de la exposición a la saliva artificial, respectivamente.

**2.2.3. Peso seco:** Luego de la determinación de la cantidad de saliva absorbida, las probetas fueron lavadas con agua destilada, secadas con papel y se dejaron secar a temperatura ambiente hasta peso constante ( $P3$ ). El cambio porcentual de masa de las probetas luego de la exposición a la saliva artificial fue evaluado según la ecuación:

$$\text{Peso seco (\%)} = \frac{P3 - P1}{P1} \times 100$$

**2.2.4. Espectroscopía UV-Visible:** Las muestras de saliva artificial en contacto con las probetas de poliamida Deflex® a diferentes tiempos y temperaturas, fueron analizadas mediante espectroscopía UV-Visible. Los espectros fueron obtenidos utilizando un espectrofotómetro FLUORAT-02 Panorama (LUMEX Ltd.), en el rango de longitud de onda de 200 a 700 nm. Las muestras fueron comparadas con los espectros obtenidos para saliva artificial sin envejecer y saliva artificial envejecida durante 15 días a 60 °C.

**2.2.5. Espectroscopía ATR-FTIR:** Las muestras de saliva artificial en contacto con las muestras de Deflex® a diferentes tiempos y temperaturas también fueron estudiadas mediante Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) empleando la técnica de Reflectancia Total Atenuada (ATR-FTIR). Los espectros fueron colectados con un espectrofotómetro Nicolet 380 (Thermo Scientific), entre 4000 y 650  $\text{cm}^{-1}$  con una resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$  y 64 barridos por espectro. Para la realización de los mismos, se colocaron 10 mL de saliva artificial sobre una superficie de Teflón® dentro de una caja de Petri. La misma se dejó a temperatura ambiente hasta sequedad. Una vez que se eliminó todo el solvente, se determinó el espectro FTIR.

Las muestras fueron comparadas con los espectros obtenidos de muestras de saliva artificial sin envejecer y saliva artificial envejecida durante 15 días a 60 °C.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1. Espectros FTIR de Deflex® y colorante.

Las Figuras 1 y 2 muestran los espectros FTIR de la poliamida y del pigmento rojo de cadmio.

### 3.2. Hinchamiento (swelling).

La Figura 3 muestra los valores de hinchamiento (*swelling*) a las dos temperaturas. Puede observarse que en ambos casos la absorción alcanza aproximadamente 2%. Sin embargo, la velocidad de absorción a 60°C es mayor como era de esperar.

### 3.3. Peso seco.

Los resultados de peso seco, luego del proceso de envejecimiento, se observan en la Figura 4. Se observa un incremento a tiempos largos entre 1.1 y 1.3% y la velocidad se corresponde con la absorción de agua. Este incremento de masa se debe a la incorporación de sales y/o sustancias solubles de la saliva artificial, probablemente HPMC ya que es el componente que se encuentra en mayor proporción.

### 3.4. Espectroscopía UV-Visible.

Las Figuras 5 y 6 muestran los espectros UV-visible de las muestras de salivas normal y envejecidas, conteniendo muestras de poliamida a diferentes tiempos y temperaturas. La saliva normal presenta absorción por debajo de 320 nm. Los espectros de las salivas envejecidas a 37,5°C muestran cambios en la absorbancia en la región de bajas longitudes de ondas (< 320 nm). Aquellas envejecidas a 60°C, muestran también un incremento pero más notable.

La Figura 7 muestra los espectros comparativos de las salivas en estado normal, la envejecida a 60°C durante 15 días y la saliva en contacto con la poliamida. Puede verse que los cambios corresponden a modificaciones de la saliva, en ambos casos, y no se observa contribución de algún componente de la resina.

### 3.5. Espectroscopía FTIR.

Las Figuras 8 y 9 muestran los espectros FTIR de las salivas sujetas al envejecimiento a 37,5 y 60°C respectivamente. Se observa un cambio gradual en la región de 1650  $\text{cm}^{-1}$ .

La Figura 10 muestra los espectros FTIR de las salivas normal, envejecida a 60°C 15 días y la correspondiente a la muestra 60°C-336 horas que estuvo en contacto con la resina Deflex®.

Los cambios observados en la muestra 60°C-336 h son similares a los de la saliva envejecida por lo que no hay evidencia de migración de algún componente de la resina.

#### 4. CONCLUSIONES

Los resultados de este trabajo indican que la poliamida marca Deflex® absorbe aproximadamente 2% de agua en el lapso de 3 meses a la temperatura corporal. El ensayo a 60°C durante 3 meses, puede considerarse equivalente a varios meses de envejecimiento normal e indica un valor similar, con lo que podría concluirse que ese valor sería el máximo alcanzable en un tiempo prolongado.

Los estudios espectroscópicos UV-visible y FTIR indican que los cambios observados en las salivas en contacto con la resina, son similares a los de la saliva pura envejecida por lo que no hay evidencia mediante estas técnicas, de migración de algún componente de la resina. Esto está de acuerdo con lo reportado por Kurtulmus y colaboradores, 2010.

Si bien se concluye que la poliamida Deflex® no presenta migración alguna a una saliva artificial comercial, debido a la presencia de xilitol en su formulación, se sugiere emplear una SA preparada en el laboratorio en futuros ensayos.

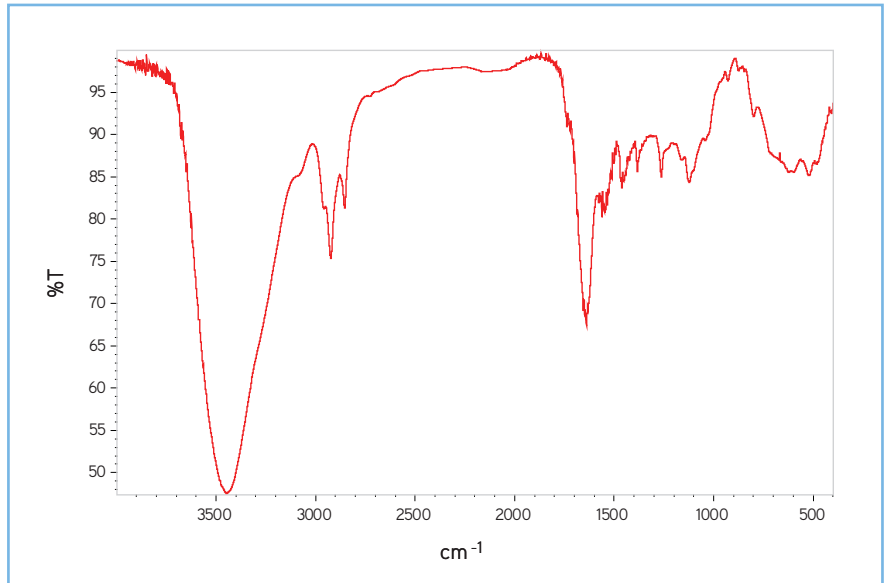


Figura 1. Espectro FTIR de la poliamida Deflex®.

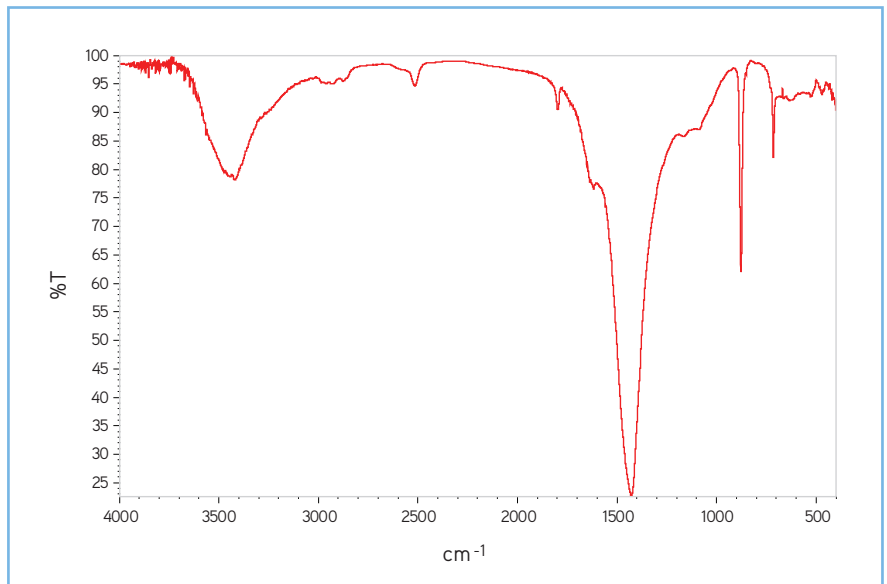


Figura 2. Espectro FTIR del colorante.

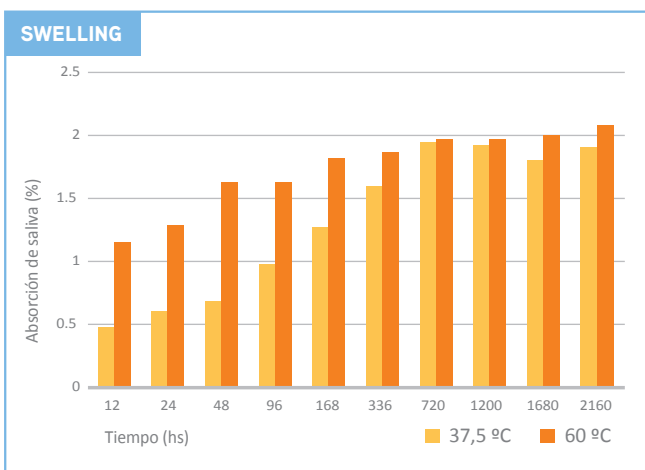


Figura 3. Porcentaje de absorción de saliva en función del tiempo de envejecimiento.

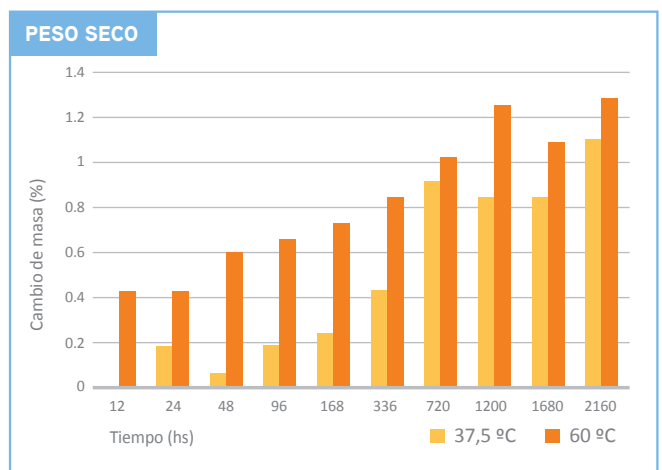


Figura 4. Cambio de peso porcentual en función del tiempo de envejecimiento.

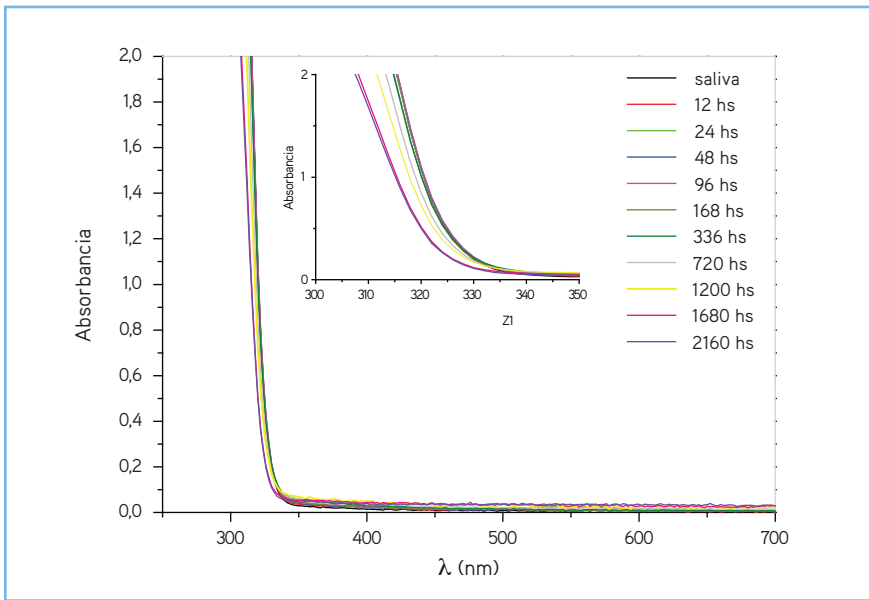


Figura 5. Espectros UV-Visible de saliva y salivas envejecidas a 37,5 °C a diferentes tiempos.

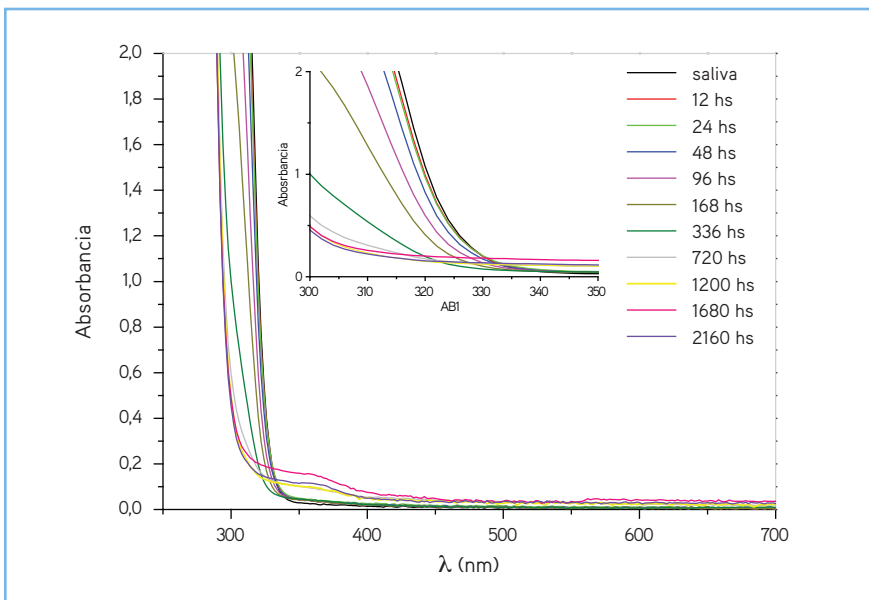


Figura 6. Espectros UV-Visible de saliva y salivas envejecidas a 60°C a diferentes tiempos.

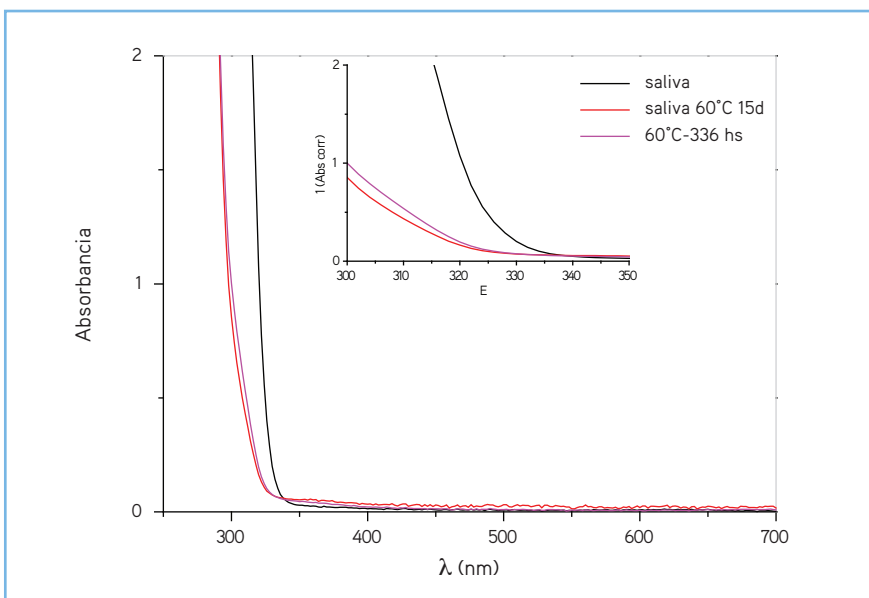


Figura 7. Espectros UV-Vis de saliva y saliva envejecida. En el gráfico se comparan dichas muestras con la muestra 60°C - 336 h (saliva en contacto con poliamida Deflex® en esas condiciones)

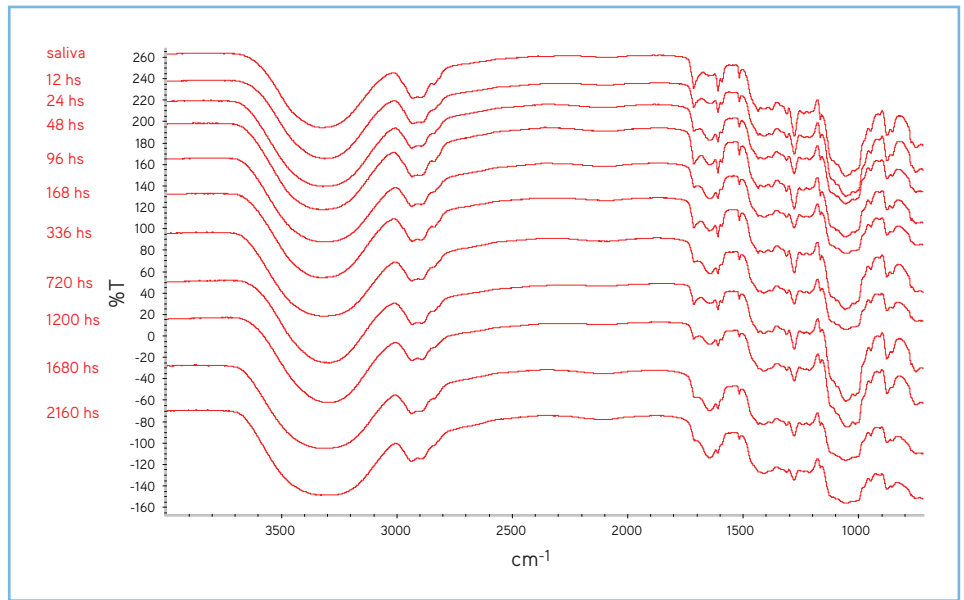


Figura 8.  
Espectros ATR-FTIR de saliva y salivas envejecidas a 37°C a diferentes tiempos.

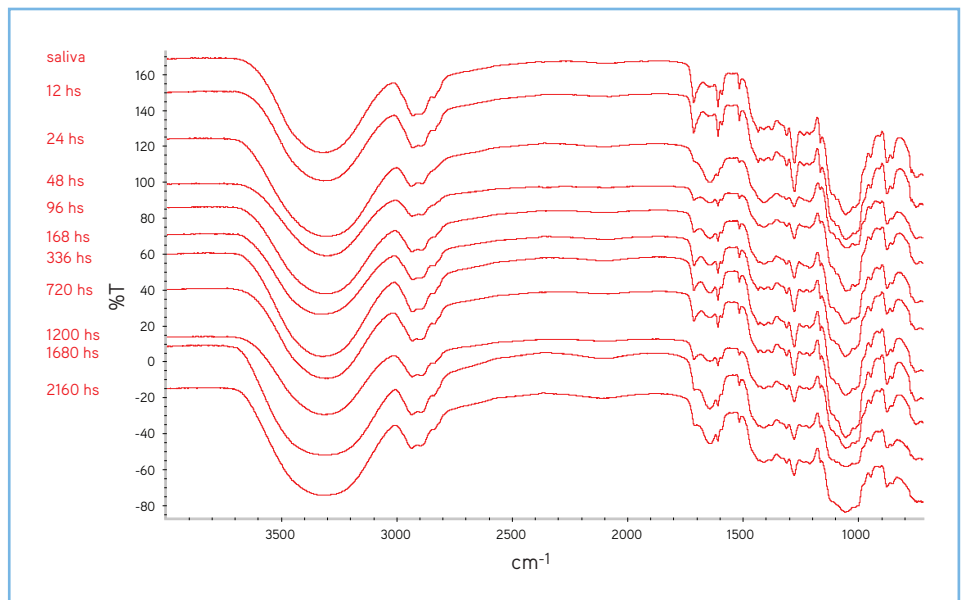


Figura 9.  
Espectros ATR-FTIR de saliva y salivas envejecidas a 60°C a diferentes tiempos.

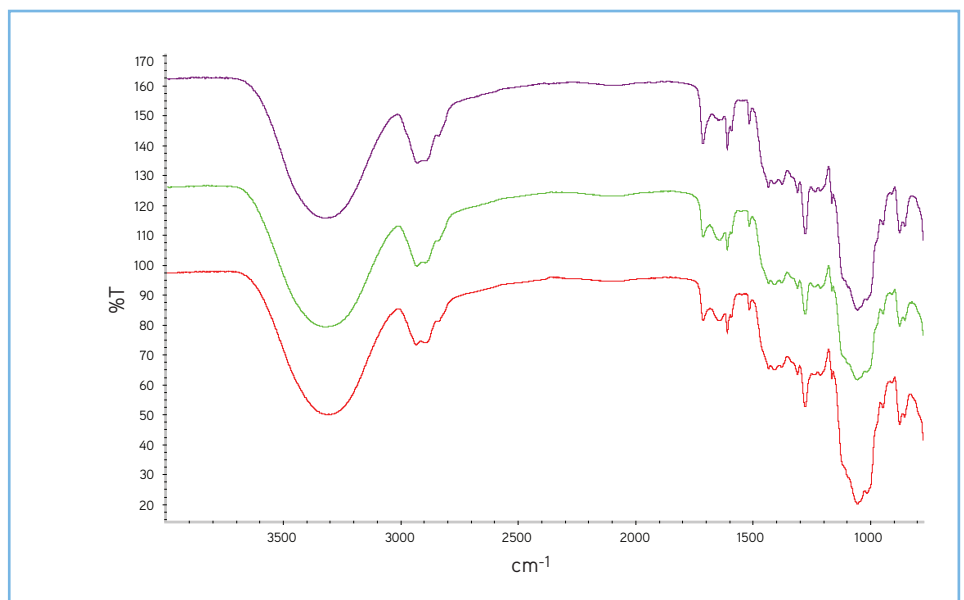


Figura 10.  
Espectros ATR-FTIR de saliva (violeta) y saliva envejecida (verde). En el gráfico se comparan dichas muestras con la muestra 60°C-336 h (saliva en contacto con Deflex® en esas condiciones, rojo).

## Agradecimientos

Los autores agradecen a la empresa Densell S.A. por el suministro de los materiales para los ensayos de envejecimiento. A la Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires (CICPBA) y a la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica (ANPCyT) por el apoyo económico. JIA es miembro de CICPBA y PJP de CONICET.

## Declaración de conflictos de interés

Los autores de este trabajo declaran no tener conflicto de intereses con la firma Densell S.A.

## Bibliografía

- [1] *Evaluación biológica de productos sanitarios. Parte 13. Identificación y cuantificación de los productos de degradación de productos sanitarios poliméricos.* Norma Española UNE EN ISO 10993-13:1998, Septiembre de 2009.
- [2] Stuart, B. H. (2004). *Infrared spectroscopy: fundamentals and applications.* John Wiley & Sons.
- [3] Rao, C. N. R. (1961). *UV and Visible Spectroscopy, Chemical Applications.*
- [4] Liu, S. Q., Joshi, S. C., Lam, Y. C., & Tam, K. C. (2008). *Thermoreversible gelation of hydroxypropylmethylcellulose in simulated body fluids.* *Carbohydrate Polymers*; 72(1): 133-143.
- [5] Leung, V. H., & Darvell, B. W. (1997). Artificial salivas for in vitro studies of dental materials. *Journal of dentistry*; 25(6): 475-484.
- [6] Gal, J. Y., Fovet, Y., & Adib-Yadzi, M. (2001). About a synthetic saliva for in vitro studies. *Talanta*; 53(6): 1103-1115.
- [7] Humphrey, S. P., & Williamson, R. T. (2001). A review of saliva: normal composition, flow, and function. *J Prosthet Dent*; 85(2): 162-169.
- [8] Schipper, R. G., Silletti, E., & Vingerhoeds, M. H. (2007). Saliva as research material: biochemical, physicochemical and practical aspects. *Archives of oral biology*; 52(12): 1114-1135.
- [9] Negrutiu, M. (2005). Thermoplastic resins for flexible framework removable partial dentures. *Timisoara Med J*; 55: 295-299.
- [10] Rossow, B., & Koppang, R. (1973). Elution of cadmium from dentures. *European Journal of Oral Sciences*; 81(4): 292-293.
- [11] Elshereksi, N. W. (2006). *Mechanical and environmental properties of denture base poly (methyl methacrylate) filled by barium titanate.* Tesis de School of Material and Mineral Resource Engineering, Universidad Sains Malaysia, Malasia.
- [12] Lithner, D. (2011). *Environmental and health hazards of chemicals in plastic polymers and products.* Tesis Department of Plant and Environmental Sciences. University of Gothenburg.
- [13] Stobaugh, K., Nematollahi, J., Guess, W. L., & Autian, J. (1968). Sorption of A Group of Dicarboxylic Acids by An Insoluble Polyamide. *Journal of dental research*; 47(2): 198-206.
- [14] Kurtulmus, H., Kumbuloglu, O., Aktas, R. T., Kurtulmus, A., Byacioglu, H., Oral, O., & User, A. (2010). Effects of saliva and nasal secretion on some physical properties of four different resin materials. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*; 15(6): 969-75.



**ESCUELA  
PARA GRADUADOS**

**POR LA EDUCACIÓN CONTINUA Y PERMANENTE**

**DIPLOMATURAS - CURSOS REGULARES  
CURSOS INTENSIVOS - CURSOS VIRTUALES  
JORNADAS NO ARANCELADAS**

**INFORMES E INSCRIPCIÓN:**

✉ [escuela@solp.org.ar](mailto:escuela@solp.org.ar)

☎ 221-6833128



**SOCIEDAD  
ODONTOLÓGICA**