



**ABRIR CAPÍTULO 7**

## **8-RESULTADOS**

## **RESULTADOS DESCRIPTIVOS DE LA MUESTRA**

Los datos obtenidos para las nueve series de probetas han sido distribuidos en tres tipos de tablas según las variables dependientes que se hayan estudiado.

## **RESULTADOS DEL ENSAYO DE DUREZA**

En la primera serie de tablas, se reflejan los resultados del estudio de dureza para cada uno de los materiales sujetos a examen. Como se explicó en el apartado de método, se establecieron tres puntos aleatorios de cada probeta para realizar el ensayo. De esta forma, se plasman los valores en estos tres puntos, calculándose la media de los tres para cada una de las probetas. Con los resultados de las seis probetas, se calcula una media de los dieciocho ensayos, representativa de la serie a analizar. Los resultados se dan en unidades de dureza Rocwell-B (HRB).

**TERMOPOLIMERIZABLES CON INYECCION CONTINUA  
Y CICLO CORTO.**

<b>PROBETA</b>	<b>DUREZA-1</b>	<b>DUREZA-2</b>	<b>DUREZA-3</b>	<b>DUREZA MEDIA</b>
1.1	25,4	20	19,4	21,6
1.2	20,7	22,5	19,5	20,9
1.3	20,8	22,1	22,3	21,7
1.4	23,8	22,3	21,1	22,4
1.5	18,1	23,4	15,1	18,9
1.6	18,3	23,4	17,3	19,6
<b>MEDIA</b>				<b>20,9</b>

**INYECCION  
SIMPLE,  
C. CORTO.**

<b>PROBETA</b>	<b>DUREZA-1</b>	<b>DUREZA-2</b>	<b>DUREZA-3</b>	<b>DUREZA MEDIA</b>
2.1	15,1	22,6	21,6	19,8
2.2	18,2	21,6	20,7	20,2
2.3	19,5	17,5	19,7	18,9
2.4	15,7	20	20	18,6
2.5	19,3	23,2	22,9	21,8
2.6	20,8	22,3	23,9	22,3
<b>MEDIA</b>				<b>20,3</b>

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES, CON INYECCION CONTINUA Y MICROONDAS.**

<b>PROBETA</b>	<b>DUREZA-1</b>	<b>DUREZA-2</b>	<b>DUREZA-3</b>	<b>DUREZA MEDIA</b>
3.1	36,1	37,3	37,3	36,9
3.2	34,7	34,9	35,5	35
3.3	34	34,8	35,4	34,7
3.4	36,5	34,7	37	36
3.5	35,6	34,5	35	35
3.6	34,6	34,7	34,7	34,7
<b>MEDIA</b>				<b>35,4</b>

**TERMOPOLIMERIZABLES CON EMPAQUETAMIENTO POR COMPRESION Y CICLO CORTO.**

<b>PROBETA</b>	<b>DUREZA-1</b>	<b>DUREZA-2</b>	<b>DUREZA-3</b>	<b>DUREZA MEDIA</b>
4.1	18,8	17,6	18,2	18,2
4.2	18	19,5	19	18,8
4.3	19,8	18,7	18,1	18,9
4.4	23,3	17,9	22	21
4.5	21,5	20,9	19,3	20,6
4.6	18,4	19,8	19,8	19,3
<b>MEDIA</b>				<b>19,5</b>

**POLIMERO****AUTOPOL.**

<b>PROBETA</b>	<b>DUREZA-1</b>	<b>DUREZA-2</b>	<b>DUREZA-3</b>	<b>DUREZA MEDIA</b>
5.1	11,9	14,3	9,5	11,9
5.2	10,5	14,1	14,9	13,2
5.3	11,2	4	7,7	7,6
5.4	11,9	10,9	5,5	9,4
5.5	12,7	9,4	13,7	12
5.6	10,1	10	3,1	7,7
<b>MEDIA</b>				<b>10,3</b>

**POLIMEROS****TERMOPOLIEMRIZABLES,  
EMPAQUETADOS POR COMPRESION Y CICLO LARGO.**

<b>PROBETA</b>	<b>DUREZA-1</b>	<b>DUREZA-2</b>	<b>DUREZA-3</b>	<b>DUREZA MEDIA</b>
6.1	13,3	17,3	17,4	16
6.2	16,6	17,8	17,8	17,4
6.3	18,1	17,1	16,6	17,3
6.4	17,4	18,5	12	16
6.5	15,2	17	15,8	16
6.6	16,9	16,9	15,5	16,4
<b>MEDIA</b>				<b>16,5</b>

## **POLIMEROS FOTOPOLIMERIZABLES.**

<b>PROBETA</b>	<b>DUREZA-1</b>	<b>DUREZA-2</b>	<b>DUREZA-3</b>	<b>DUREZA MEDIA</b>
7.1	32,8	30	28,1	30,3
7.2	28,9	30	28,7	29,2
7.3	26,8	27,7	27,5	27,3
7.4	30,3	29,8	30	30
7.5	29,4	32,3	27,5	29,7
7.6	29,7	29,1	29,9	29,6
<b>MEDIA</b>				<b>29,35</b>

## **POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES, CON INYECCION CONTINUA Y CICLO LARGO.**

<b>PROBETA</b>	<b>DUREZA-1</b>	<b>DUREZA-2</b>	<b>DUREZA-3</b>	<b>DUREZA MEDIA</b>
8.1	20,2	18	20,8	19,7
8.2	19,5	18,2	20,1	19,3
8.3	18,6	19,8	18	18,8
8.4	18,5	20,1	22	20,2
8.5	21	20,5	20,2	20,6
8.6	18,7	18,6	19,8	19
<b>MEDIA</b>				<b>19,6</b>

**POLIMEROS      TERMOPOLIMERIZABLES      CON**  
**INYECCION SIMPLE Y CICLO LARGO.**

**PROBETA DUREZA-1 DUREZA-2 DUREZA-3 DUREZA MEDIA**

9.1	20,1	21,1	20,7	20,6
9.2	19,1	21	19,1	19,7
9.3	20,8	18,7	20,6	20
9.4	19	19	18,6	18,9
9.5	19,9	20,2	20,2	20,1
9.6	18,4	17,8	18,8	18,3

**19,6**

**MEDIA**



## **RESULTADOS DEL ENSAYO DE DEFLEXION TRANSVERSAL: DEFLEXIONES PROMEDIO, FUERZA DE RUPTURA Y TENSION FLEXURAL.**

A continuación se exponen las tablas de los resultados del ensayo de flexión. Para cada probeta se expresa la deflexión en milímetros a 15, 35 y 50 newtons, tal y como exige la metodología de la segunda norma I.S.O. Asimismo, se reflejan los valores de fuerza en newtons a los cuales las probetas se fracturaron. Existieron dos casos en los cuales la probeta no se fracturó, lo cual se constata y se coloca en su lugar la fuerza máxima que aceptaron.

También se refleja en las tablas la media de deflexión para cada carga de las seis probetas, calculándose la deflexión promedio entre 15 y 35 newtons y entre 15 y 50 newtons.

Se diferenció la fuerza máxima promedio de la fuerza de ruptura promedio para aquellos casos en que la probeta no se hubiera partido ó hubiera presentado un valor diferente de fractura que de carga máxima.

Por último, se expresa el valor de la tensión flexural en megapascales, calculado según la fórmula aportada por la tercera revisión de la norma.

Se exponen los resultados para las nueve series correspondientes al estudio, añadiéndose además las dos series extras; la primera correspondiente a los ensayos realizados sobre probetas obtenidas sin la caja molde; y

la segunda representativa de las probetas del primer material Microbase estudiado.

**POLIMEROS CON INYECCION CONTINUA Y CICLO CORTO.**

<b>PRO-BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
1.1	0,8	1,9	2,7	NO ROTURA. F.MAX: 93
1.2	0,8	1,9	2,8	ROTURA:90. F.MAX: 95
1.3	0,8	1,85	2,6	96
1.4	0,8	1,95	2,85	93
1.5	0,9	2,1	3,1	83
1.6	0,8	1,8	2,7	98
<b>ME-DIA</b>	0,82	1,92	2,8	

**DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N (mm)** 1,1

**DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N (mm)** 1,98

**FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)** 93

**FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)** 92

**TENSION FLEXURAL (MPa)** 111,6

**POLIMEROS CON INYECCION SIMPLE Y CICLO CORTO.**

<b>PRO-BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
2.1	1	2,4	3,5	77
2.2	0,9	2	3	90
2.3	0,8	1,9	2,9	96
2.4	0,9	2,1	3	93
2.5	0,9	2,2	3,3	81
2.6	0,8	1,9	2,8	99
<b>ME-DIA</b>	0,88	2,1	3,1	
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N (mm)</b>				1,2
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N (mm)</b>				2,2
<b>FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)</b>				89,5
<b>FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)</b>				89,5
<b>TENSION FLEXURAL (MPa)</b>				107,4

**POLIMEROS                    TERMOPOLIMERIZABLES                    CON  
 INYECCION CONTINUA Y MICROONDAS.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
3.1	0,8	2,2	3,3	67
3.2	0,9	2,3	3,5	70
3.3	0,8	2,2	3,5	66
3.4	0,8	2	3,1	54
3.5	1	2,4	3,7	63
3.6	0,8	2,1	3,4	56
<b>ME- DIA</b>	0,85	2,2	3,4	
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N (mm)</b>				1,35
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N (mm)</b>				2,55
<b>FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)</b>				62,7
<b>FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)</b>				62,7
<b>TENSION FLEXURAL (MPa)</b>				75,2

**POLIMEROS                    TERMOPOLIMERIZABLES                    CON  
EMPAQUETAMIENTO POR COMPRESION Y CICLO  
CORTO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (I</b>
4.1	1,3	3,1	4,6	65
4.2	1,2	3,1	4,5	68
4.3	1,15	2,7	4	72
4.4	1,05	2,5	3,7	76
4.5	1,2	2,95	4,45	69
4.6	1,1	2,7	4	75
<b>ME- DIA</b>	1,2	2,8	4,2	
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N (mm)</b>				1,6
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N (mm)</b>				3
<b>FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)</b>				71
<b>FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)</b>				71
<b>TENSION FLEXURAL (MPa)</b>				85,2

## **POLIMEROS AUTOPOLIMERIZABLES.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
5.1	1,1	2,5		43,5
5.2	0,95	2,2	3,15	64
5.3	1,1	2,5	3,7	52
5.4	1,05	2,4	3,4	62
5.5	0,8	2	2,9	60
5.6	1,1	2,7	4,1	55
<b>ME- DIA</b>	1,02	2,4	3,45	
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N (mm)</b>				1,38
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N (mm)</b>				2,43
<b>FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)</b>				56,08
<b>FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)</b>				56,08
<b>TENSION FLEXURAL (MPa)</b>				67,3

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES CON  
EMPAQUETAMIENTO POR COMPRESION Y CICLO  
LARGO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
6.1	1	2,4	3,55	86
6.2	0,9	2	2,8	94
6.3	0,9	2,1	3	89
6.4	1	2,3	3,3	83
6.5	1	2,3	3,4	78
6.6	1	2,4	3,45	80,5

<b>ME- DIA</b>	0,97	2,25	3,25	
--------------------	------	------	------	--

**DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N** 1,28  
**(mm)**

**DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N** 2,28  
**(mm)**

**FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)** 85,1

**FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)** 85,1

**TENSION FLEXURAL (MPa)** 102,1



## **POLIMEROS FOTOPOLIMERIZABLES.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
7.1	0,7	1,6	2,2	95,5
7.2	0,7	1,7	2,45	98,5
7.3	0,7	1,6	2,35	91
7.4	0,65	1,55	2,25	97
7.5	0,7	1,65	2,35	65
7.6	0,7	1,7	2,5	94

<b>ME- DIA</b>	0,69	1,6	2,35	
--------------------	------	-----	------	--

**DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N  
(mm)** 0,9

**DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N  
(mm)** 1,66

**FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)** 90,2

**FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)** 90,2

**TENSION FLEXURAL (MPa)** 108,2

**POLIMEROS            TERMOPOLIMERIZABLES            CON  
 INYECCION CONTINUA Y CICLO LARGO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
8.1	1,1	2,7	4	F.MAX: 75
8.2	0,95	2,3	3,35	87
8.3	0,95	2,3	3,4	83,5
8.4	1	2,4	3,6	78
8.5	1,1	2,5	3,7	80
8.6	1	2,4	3,6	78,5
<b>ME- DIA</b>	1,02	2,4	3,6	
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N (mm)</b>				1,38
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N (mm)</b>				2,58
<b>FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)</b>				80,3
<b>FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)</b>				81,4
<b>TENSION FLEXURAL (MPa)</b>				97,7

**POLIMEROS                    TERMOPOLIMERIZABLES                    CON  
 INYECCION SIMPLE Y CICLO LARGO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (I F.MAX:76. 72. 83 78,5 80 F.MAX:88, 87. 90</b>
9.1	1	2,4	3,65	
9.2	0,9	2,2	3,3	
9.3	1	2,4	3,6	
9.4	0,9	2,3	3,4	
9.5	0,9	2,15	3,2	
9.6	0,9	2,15	3,2	
<b>ME- DIA</b>	0,9	2,3	3,4	
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N (mm)</b>				1,4
<b>DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N (mm)</b>				2,5
<b>FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)</b>				82,7
<b>FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)</b>				81,75
<b>TENSION FLEXURAL (MPa)</b>				99,2

**MICROBASE 2 SIN  
CAJA.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
3.1	0,6	2,3	3,6	71
3.2	0,9	2,2	3,4	74
3.3	0,8	2,1	3,1	74
3.4	0,9	2,3	3,6	72
3.5	0,8	2,1	3,3	79
3.6	0,8	2,2	3,4	68
<b>ME- DIA</b>	0,8	2,2	3,4	

**DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N  
(mm)** 1,4

**DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N  
(mm)** 2,6

**FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)** 73

**FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)** 73

**TENSION FLEXURAL (MPa)** 87,6

**MICROBASE 1.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>DEF. a 15 N (mm)</b>	<b>DEF. a 35 N (mm)</b>	<b>DEF. a 50 N (mm)</b>	<b>FUERZA RUPTURA (N)</b>
3.1	0,6	1,4	2	74,5
3.2	0,55	1,3	1,9	77
3.3	0,6	1,4	2	79
3.4	0,6	1,3	2	86
3.5	0,6	1,45	2,15	78
3.6	0,6	1,4	2,1	69
<b>ME- DIA</b>	0,6	1,4	2,05	

**DEFLEXION PROMEDIO 15-35 N  
(mm)** 0,8

**DEFLEXION PROMEDIO 15-50 N  
(mm)** 1,45

**FUERZA MAXIMA PROMEDIO (N)** 77,5

**FUERZA RUPTURA PROMEDIO (N)** 77,5

**TENSION FLEXURAL (MPa)** 93

## **RESULTADOS DEL ENSAYO DE DEFLEXION TRANSVERSAL: MODULO DE ELASTICIDAD.**

Las tablas que a continuación se exponen reflejan, para las seis probetas de cada una de las nueve series, el punto de la gráfica de tensión-deformación que se estableció como perteneciente al tramo recto de la curva medido en newtons; la deflexión que presentaba la probeta en dicho punto; y el módulo de elasticidad correspondiente a aplicar la fórmula establecida en la tercera revisión de la norma I.S.O. Por último, se expresa la media correspondiente a las seis probetas.

Al igual que en las tablas anteriores, se han añadido los resultados obtenidos del sistema Microbase, pertenecientes a las probetas obtenidas sin molde y al material primeramente recibido.

**POLIMEROS                    TERMOPOLIMERIZABLES                    CON  
 INYECCION CONTINUA CICLO CORTO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
1.1	40	2,15	3720,9
1.2	35	1,9	3684,2
1.3	35	1,85	3783,8
1.4	35	1,95	3589,7
1.5	35	2,1	3333,3
1.6	35	1,8	3888,9
MEDIA (MPa)			3666,8

**POLIMEROS                    TERMOPOLIMERIZABLES                    CON  
 INYECCION SIMPLE,CICLO CORTO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
2.1	35	2,4	2916,7
2.2	35	2	3500
2.3	35	1,9	3684,2
2.4	35	2,1	3333,3
2.5	35	2,2	3181,8
2.6	35	1,9	3684,2
MEDIA (MPa)			3383,4

**POL. TERMOPOL.  
 INYEC. CONTINUA Y  
 MICROONDAS.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
3.1	30	1,8	3333,3
3.2	30	2	3000
3.3	25	1,5	3333,3
3.4	25	1,4	3571,4
3.5	25	1,6	3125
3.6	25	1,4	3571,4
MEDIA (MPa)			3322,4

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES, EMPAQUETADOS  
 POR COMPRESION, CICLO CORTO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
4.1	35	3,1	2258
4.2	35	3,1	2258
4.3	35	2,7	2592,6
4.4	35	2,5	2800
4.5	35	2,95	2372,9
4.6	35	2,7	2592,6
MEDIA (MPa)			2479



### **POLIMEROS AUTOPOLIMERIZABLES.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
5.1	30	2,1	2857,1
5.2	35	2,2	3181,8
5.3	35	2,5	2800
5.4	35	2,4	2916,7
5.5	35	2	3500
5.6	25	1,9	2631,6
MEDIA (MPa)			2981,2

### **POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES, EMPAQUETADOS POR COMPRESION,CICLO LARGO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
6.1	30	2,05	2926,8
6.2	35	2	3500
6.3	35	2,1	3333,3
6.4	30	2	3000
6.5	30	2	3000
6.6	30	2	3000
MEDIA (MPa)			3126,7

## **POLIMEROS FOTOPOLIMERIZABLES.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
7.1	35	1,6	4375
7.2	35	1,7	4117,6
7.3	35	1,6	4375
7.4	35	1,55	4516,1
7.5	35	1,65	4242,4
7.6	35	1,7	4117,6
MEDIA (MPa)			4290,6

## **POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES, CON INYECCION CONTINUA Y CICLO LARGO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
8.1	30	2,3	2608,7
8.2	30	1,95	3076,9
8.3	30	1,95	3076,9
8.4	30	2,05	2926,8
8.5	30	2,1	2857,1
8.6	30	2,1	2857,1
MEDIA (MPa)			2900,6

**POLIMEROS      TERMOPOLIMERIZABLES      CON  
 INYECCION SIMPLE Y CICLO LARGO.**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
9.1	30	2,1	2857,1
9.2	30	1,9	3157,9
9.3	30	2,1	2857,1
9.4	30	1,9	3157,9
9.5	30	1,8	3333,3
9.6	30	1,85	3243,2
MEDIA (MPa)			3101

**MICROBASE 2 SIN  
 CAJA**

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
3.1	25	1,6	3125
3.2	25	1,5	3333,3
3.3	25	1,4	3571,4
3.4	25	1,5	3333,3
3.5	25	1,4	3571,4
3.6	25	1,5	3333,3
MEDIA (MPa)			3378

## MICROBASE 1.

<b>PRO- BETA</b>	<b>FUERZA-1 (N)</b>	<b>DEFLEX-1 (mm)</b>	<b>MOD.DE ELASTICIDAD (MPa)</b>
3.1	35	1,4	5000
3.2	35	1,3	5384,6
3.3	35	1,4	5000
3.4	35	1,3	5384,6
3.5	35	1,45	4827,6
3.6	35	1,4	5000
MEDIA (MPa)			5099,5

**RESULTADOS COMPARATIVOS ENTRE MICROBASE  
(probetas 2,5 mm) Y MICROBASE (probetas 3,3 mm).**

**N= 6**

MATERIAL	TENSION FLEXURAL (MPa)	MOD. ELASTICIDAD (MPa)
2,5 mm	72,2+-4,3	2623+-154,1
3,3 mm	71,9+-2,1	2818,3+-22,9

## **9-ANALISIS Y TRATAMIENTO ESTADISTICO**

El estudio estadístico se ha hecho sobre una muestra de 54 probetas, correspondientes a 9 series de materiales ó métodos de manipulación diferentes.

Se han estudiado cuatro variables dependientes diferentes, a saber:

1. Dureza.
2. Módulo de elasticidad.
3. Fuerza de ruptura.
4. Tensión flexural.

Con el fin de poder analizar los resultados y hacer el análisis estadístico, lo más rigurosamente posible, hemos hecho cuatro apartados:

### **1.- Estadística descriptiva de las nueve series:**

En ella, hemos analizado cada una de las series desde el punto de vista descriptivo para cada una de las variables, entresacando los datos que nos parecían de mayor interés. Destacamos en este apartado los siguientes factores:

1. Media: Media aritmética de la muestra.
2. Desviación estándar.
3. Mediana: Valor que tiene un 50% de los datos por encima y un 50% por debajo.
4. Moda: Valor más repetido
5. Rango: Variación total ó diferencia entre máximo y mínimo.

6. Rango intercuartílico:  $Q3-Q1$  ó diferencia entre los valores del tercer cuartil y primer cuartil.

7. Test de Kolmogorov-Smirnov: Determina si la muestra presenta una distribución normal ó Gaussiana ó no.

## **2. Análisis de la varianza y test de Duncan de las nueve series:**

Para la muestra de 54 probetas, se analiza en conjunto la varianza para cada una de las cuatro variables, estableciendo como hipótesis nula el que no hay diferencia entre cada una de las series. Dado que en todos los casos, la varianza nos sales menor a 0.05, se rechaza la hipótesis nula, empleándose entonces el test de Duncan de rangos múltiples para, en cada una de las variables, establecer qué series son diferentes entre sí y cuales de ellas son iguales.

El test de Duncan se empleó con un nivel de significación del 0,05.

En el mismo, se señalan como iguales, aquellas series que tienen la misma letra, identificándose por tanto como diferentes, las que la tienen distinta. Existen algunos casos en las que las letras se solapan, significando con esto el que hay unas cuantas series que no poseen diferencias significativas entre sí, pero si siendo significativa la diferencia entre las primeras de este grupo y la serie siguiente.



### **3. Analisis descriptivo por grupos:**

Por último, se realizó un análisis descriptivo por grupos, en los que se compararon diez grupos establecidos por semejanza de material ó de proceso de manipulación. La composición de los diez grupos es la siguiente:

1. Polímeros termopolimerizables.
2. Polímeros autopolimerizables.
3. Polímeros fotopolimerizables
4. Polímeros empaquetados por inyección simple.
5. Polímeros empaquetados por inyección continua.
6. Polímeros empaquetados por compresión.
7. Polímeros curados con ciclo corto.
8. Polímeros curados con ciclo largo.
9. Polímeros curados con calor húmedo.
10. Polímeros curados con calor por microondas.

Dentro de estos diez grupos, se analizaron los mismos factores que en el primer apartado.

### **4. Comparaciones de los diferentes grupos mediante el test de Wilcoxon.**

Con los diez grupos establecidos, se enfrentaron entre sí, estableciéndose siete comparaciones, consideradas como

las más relevantes para este trabajo. Dichas comparaciones fueron las siguientes:

1. Termopolimerizables frente a autopolimerizables.
2. Termopolimerizables frente a fotopolimerizables.
3. Autopolimerizables frente a fotopolimerizables.
4. Empaquetado por inyección frente a empaquetado por compresión.
5. Ciclo de polimerización corto frente a ciclo largo.
6. Curado por microondas frente a curado por calor húmedo.
7. Inyección simple frente a inyección continua.

Al estudiar los valores que se presentaban en cada uno de los grupos y para cada una de las cuatro variables, y dadas las características de los datos obtenidos, se decidió emplear un test no paramétrico, eligiéndose como más apropiado para este caso el test de Wilcoxon.

**ESTADISTICA DESCRIPTIVA.**

**ESTADISTICA DESCRIPTIVA DE LAS 54 PROBETAS:**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	21,26
DESVIACION ESTANDAR:	6,97
MEDIANA:	19,75
MODA:	16
RANGO:	29,3
RANGO INTERCUARTILICO:	4
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0001

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3250,19
DESVIACION ESTANDAR:	532,19
MEDIANA:	3169,85
MODA:	3333,3
RANGO:	2258,1
RANGO INTERCUARTILICO:	714,3
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,1346

### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	78,50
DESVIACION ESTANDAR:	13,99
MEDIANA:	80
MODA:	83
RANGO:	55,5
RANGO INTERCUARTILICO:	22,5
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0512

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	94,68
DESVIACION ESTANDAR:	16,75
MEDIANA:	96
MODA:	99,6
RANGO:	66,6
RANGO INTERCUARTILICO:	27,6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0276

**ESTADISTICA DESCRIPTIVA DE CADA SERIE:**

**POLIMEROS AUTOPOLIMERIZABLES.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	10,3
DESVIACION ESTANDAR:	2,39
MEDIANA:	10,65
MODA:	7,6
RANGO:	5,6
RANGO INTERCUARTILICO:	4,3
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,2649

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	2981,2
DESVIACION ESTANDAR:	311,12
MEDIANA:	2886,9
MODA:	2631,6
RANGO:	868,4
RANGO INTERCUARTILICO:	381,8
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,5852

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	56,08
DESVIACION ESTANDAR:	7,60
MEDIANA:	57,5
MODA:	43,5
RANGO:	20,5
RANGO INTERCUARTILICO:	10
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,6159

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	67,3
DESVIACION ESTANDAR:	9,12
MEDIANA:	69
MODA:	52,2
RANGO:	24,6
RANGO INTERCUARTILICO:	12
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,6159

## **POLIMEROS FOTOPOLIMERIZABLES.**

### **1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	29,35
DESVIACION ESTANDAR:	1,070
MEDIANA:	29,65
MODA:	27,3
RANGO:	3
RANGO INTERCUARTILICO:	0,8
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0740

### **2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	4290,61
DESVIACION ESTANDAR:	159,54
MEDIANA:	4308,7
MODA:	4117,6
RANGO:	398,5
RANGO INTERCUARTILICO:	257,4
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4115

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	90,16
DESVIACION ESTANDAR:	12,59
MEDIANA:	94,75
MODA:	65
RANGO:	33,5
RANGO INTERCUARTILICO:	6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0036

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	108,2
DESVIACION ESTANDAR:	15,11
MEDIANA:	113,7
MODA:	78
RANGO:	40,2
RANGO INTERCUARTILICO:	7,2
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0036



**POLIMEROS DE INYECCION CONTINUA,CICLO CORTO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	20,85
DESVIACION ESTANDAR:	1,35
MEDIANA:	21,25
MODA:	18,86
RANGO:	3,54
RANGO INTERCUARTILICO:	2,07
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,6272

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3666,8
DESVIACION ESTANDAR:	191,52
MEDIANA:	3702,55
MODA:	3333,3
RANGO:	555,6
RANGO INTERCUARTILICO:	194,1
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,6684

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	92
DESVIACION ESTANDAR:	5,8736
MEDIANA:	93
MODA:	83
RANGO:	15
RANGO INTERCUARTILICO:	6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,7059

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	111,6
DESVIACION ESTANDAR:	6,304
MEDIANA:	112,8
MODA:	111,6
RANGO:	18
RANGO INTERCUARTILICO:	3,6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0878

**POLIMEROS DE INYECCION CONTINUA,CICLO LARGO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	19,6
DESVIACION ESTANDAR:	0,701
MEDIANA:	19,5
MODA:	18,8
RANGO:	1,8
RANGO INTERCUARTILICO:	1,2
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,7636

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	2900,58
DESVIACION ESTANDAR:	174,26
MEDIANA:	2891,95
MODA:	2857,1
RANGO:	468,2
RANGO INTERCUARTILICO:	219,8
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3439

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	81,4
DESVIACION ESTANDAR:	3,7980
MEDIANA:	80
MODA:	78
RANGO:	9
RANGO INTERCUARTILICO:	5
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3826

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	96,4
DESVIACION ESTANDAR:	5,1427
MEDIANA:	95,1
MODA:	90
RANGO:	14,4
RANGO INTERCUARTILICO:	6,6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,8307

**POLIMEROS DE INYECCION SIMPLE, CICLO CORTO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	20,26
DESVIACION ESTANDAR:	1,506
MEDIANA:	20
MODA:	18,6
RANGO:	3,7
RANGO INTERCUARTILICO:	2,9
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4795

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3383,36
DESVIACION ESTANDAR:	301,83
MEDIANA:	3416,65
MODA:	3684,2
RANGO:	767,5
RANGO INTERCUARTILICO:	502,4
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,5423

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	89,33
DESVIACION ESTANDAR:	8,640
MEDIANA:	91,5
MODA:	77
RANGO:	22
RANGO INTERCUARTILICO:	15
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,5752

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	107,2
DESVIACION ESTANDAR:	10,3691
MEDIANA:	109,8
MODA:	92,4
RANGO:	26,4
RANGO INTERCUARTILICO:	18
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,5752

**POLIMEROS DE INYECCION SIMPLE,CICLO LARGO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	19,6
DESVIACION ESTANDAR:	0,8485
MEDIANA:	19,85
MODA:	18,3
RANGO:	2,3
RANGO INTERCUARTILICO:	1,2
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,6998

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3101,083
DESVIACION ESTANDAR:	199,81
MEDIANA:	3157,9
MODA:	2857,1
RANGO:	476,2
RANGO INTERCUARTILICO:	386,1
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,1856

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	81,75
DESVIACION ESTANDAR:	6,4167
MEDIANA:	81,5
MODA:	72
RANGO:	18
RANGO INTERCUARTILICO:	8,5
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,9563

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	99,2
DESVIACION ESTANDAR:	6,720
MEDIANA:	97,8
MODA:	91,2
RANGO:	16,8
RANGO INTERCUARTILICO:	12
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,5805



**POLIMEROS EMPAQUETADOS POR  
COMPRESION,CICLO CORTO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	19,46
DESVIACION ESTANDAR:	1,098
MEDIANA:	19,1
MODA:	18,2
RANGO:	2,8
RANGO INTERCUARTILICO:	1,8
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4073

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	2479,017
DESVIACION ESTANDAR:	218,07
MEDIANA:	2482,75
MODA:	2258
RANGO:	542
RANGO INTERCUARTILICO:	334,6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3449

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	70,83
DESVIACION ESTANDAR:	4,262
MEDIANA:	70,5
MODA:	65
RANGO:	11
RANGO INTERCUARTILICO:	7
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,7755

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	85
DESVIACION ESTANDAR:	5,114
MEDIANA:	84,6
MODA:	78
RANGO:	13,2
RANGO INTERCUARTILICO:	8,4
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,7755

**POLIMEROS EMPAQUETADOS POR COMPRESION,  
CICLO LARGO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	16,51
DESVIACION ESTANDAR:	0,6645
MEDIANA:	16,2
MODA:	16
RANGO:	1,4
RANGO INTERCUARTILICO:	1,3
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0279

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3126,683
DESVIACION ESTANDAR:	232,44
MEDIANA:	3000
MODA:	3000
RANGO:	573,2
RANGO INTERCUARTILICO:	333,3
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0456

### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	85,08
DESVIACION ESTANDAR:	5,8516
MEDIANA:	84,5
MODA:	78
RANGO:	16
RANGO INTERCUARTILICO:	8,5
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,9303

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	102,1
DESVIACION ESTANDAR:	7,021
MEDIANA:	101,4
MODA:	93,6
RANGO:	19,2
RANGO INTERCUARTILICO:	10,2
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,9303

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES POR  
MICROONDAS.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	35,38
DESVIACION ESTANDAR:	0,884
MEDIANA:	35
MODA:	34,7
RANGO:	2,2
RANGO INTERCUARTILICO:	1,3
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0669

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3322,4
DESVIACION ESTANDAR:	231,14
MEDIANA:	3333,3
MODA:	3333,3
RANGO:	571,4
RANGO INTERCUARTILICO:	446,4
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4114

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	62,66
DESVIACION ESTANDAR:	6,377
MEDIANA:	64,5
MODA:	54
RANGO:	16
RANGO INTERCUARTILICO:	11
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4546

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

MEDIA:	75,2
DESVIACION ESTANDAR:	7,65
MEDIANA:	77,4
MODA:	64,8
RANGO:	19,2
RANGO INTERCUARTILICO:	13,2
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4546

## ANALISIS DE LA VARIANZA

**Hipótesis nula: No hay diferencias significativas entre las nueve series.**

### **1. VARIABLE DUREZA.**

PR > F      0,0001

### **2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

PR > F      0,0001

### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

PR > F      0,0001

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

PR > F      0,0001

**TEST DE RANGOS MULTIPLES DE DUNCAN.**

**Nivel de significación: 0,05.**

**Los grupos con la misma letra, no son significativamente diferentes.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

<b>GRUPO DE DUNCAN</b>	<b>MEDIA</b>	<b>SERIE</b>
A	35,38	MICROONDAS
B	29,35	FOTOPOLIMERIZABLE
C	20,85	INYECCION CONTINUA,CORTO
C	20,26	INYECCION SIMPLE, CORTO
C	19,60	INYECCION CONTINUA, LARGO
C	19,60	INYECCION SIMPLE, LARGO
C	19,46	COMPRESION, CORTO
D	16,51	COMPRESION, LARGO
E	10,30	AUTOPOLIMERIZABLE



**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

<b>GRUPO DE DUNCAN</b>	<b>MEDIA</b>	<b>SERIE</b>
A	4290,6	FOTOPOLIMERIZABLE
B	3666,8	INYECCION CONTINUA,CORTO
C	3383,4	INYECCION SIMPLE,CORTO
C	3322,4	MICROONDAS
D C	3126,7	COMPRESION,LARGO
D C	3101,1	INYECCION SIMPLE, LARGO
D	2981,2	AUTOPOLIMERIZABLE
D	2900,6	INYECCION CONTINUA, LARGO
E	2479	COMPRESION, CORTO

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

<b>GRUPO DE DUNCAN</b>	<b>MEDIA</b>	<b>SERIE</b>
A	92	INYECCION CONTINUA, CORTO
B A	90,167	FOTOPOLIMERIZABLE
B A	89,33	INYECCION SIMPLE, CORTO
B A	85,08	COMPRESION, LARGO
B	81,75	INYECCION SIMPLE, LARGO
B	81,40	INYECCION CONTINUA, LARGO
C	70,83	COMPRESION, CORTO
D C	62,66	MICROONDAS
D	56,08	AUTOPOLIMERIZABLE

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

<b>GRUPO DE DUNCAN</b>	<b>MEDIA</b>	<b>SERIE</b>
A	111,6	INYECCION CONTINUA, CORTO
B A	108,2	FOTOPOLIMERIZABLE
B A C	107,2	INYECCION SIMPLE, CORTO
B A C	102,1	COMPRESION, LARGO
B C	99,2	INYECCION SIMPLE, LARGO
C	96,4	INYECCION CONTINUA, LARGO
D	85	COMPRESION, CORTO
E D	75,2	MICROONDAS
E	67,3	AUTOPOLIMERIZABLE

**ESTADISTICA DESCRIPTIVA POR GRUPOS.**

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	21,67
DESVIACION ESTANDAR:	5,89
MEDIANA:	19,75
MODA:	16
RANGO:	20,9
RANGO INTERCUARTILICO:	2,8
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0001

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3139,99
DESVIACION ESTANDAR:	412,04
MEDIANA:	3141,45
MODA:	3333,3
RANGO:	1630,9
RANGO INTERCUARTILICO:	642,9
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3149

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	80,125
DESVIACION ESTANDAR:	11,29
MEDIANA:	80,25
MODA:	83
RANGO:	45
RANGO INTERCUARTILICO:	17,5
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4466

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	96,67
DESVIACION ESTANDAR:	13,58
MEDIANA:	96,3
MODA:	99,6
RANGO:	54
RANGO INTERCUARTILICO:	18
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,2931

## **POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES DE INYECCION.**

### **1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	23,14
DESVIACION ESTANDAR:	6,32
MEDIANA:	20,2
MODA:	18,9
RANGO:	18,6
RANGO INTERCUARTILICO:	3
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0001

### **2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3274,84
DESVIACION ESTANDAR:	336,57
MEDIANA:	3288,25
MODA:	3333,3
RANGO:	1280,2
RANGO INTERCUARTILICO:	571,4
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3459

### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	81,05
DESVIACION ESTANDAR:	12,20
MEDIANA:	82
MODA:	90
RANGO:	45
RANGO INTERCUARTILICO:	15,5
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,2353

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	97,92
DESVIACION ESTANDAR:	14,55
MEDIANA:	98,4
MODA:	111,6
RANGO:	54
RANGO INTERCUARTILICO:	20,4
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,1451

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES  
EMPAQUETADOS POR COMPRESION.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	17,99
DESVIACION ESTANDAR:	1,76
MEDIANA:	17,8
MODA:	16
RANGO:	5
RANGO INTERCUARTILICO:	2,9
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,2520

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	2802,85
DESVIACION ESTANDAR:	400,72
MEDIANA:	2863,4
MODA:	3000
RANGO:	1242
RANGO INTERCUARTILICO:	517,25
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,5353



### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	77,95
DESVIACION ESTANDAR:	8,89
MEDIANA:	77
MODA:	65
RANGO:	29
RANGO INTERCUARTILICO:	14
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,9460

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	93,55
DESVIACION ESTANDAR:	10,67
MEDIANA:	92,4
MODA:	78
RANGO:	34,8
RANGO INTERCUARTILICO:	16,8
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,9460

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES CURADOS CON CICLO CORTO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	23,99
DESVIACION ESTANDAR:	6,83
MEDIANA:	20,95
MODA:	18,9
RANGO:	18,7
RANGO INTERCUARTILICO:	9,45
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0001

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3212,89
DESVIACION ESTANDAR:	504,66
MEDIANA:	3333,3
MODA:	3333,3
RANGO:	1630,9
RANGO INTERCUARTILICO:	778,6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0321

### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	78,13
DESVIACION ESTANDAR:	13,93
MEDIANA:	76
MODA:	90
RANGO:	45
RANGO INTERCUARTILICO:	26
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,1611

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	94,75
DESVIACION ESTANDAR:	17,01
MEDIANA:	91,8
MODA:	111,6
RANGO:	54
RANGO INTERCUARTILICO:	30,6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0676

## **POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES CURADOS CON CICLO LARGO.**

### **1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	18,57
DESVIACION ESTANDAR:	1,65
MEDIANA:	18,95
MODA:	16
RANGO:	4,6
RANGO INTERCUARTILICO:	2,7
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,0359

### **2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3042,78
DESVIACION ESTANDAR:	217,68
MEDIANA:	3000
MODA:	2857,1
RANGO:	891,3
RANGO INTERCUARTILICO:	300,8
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,7060

### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	82,82
DESVIACION ESTANDAR:	5,49
MEDIANA:	83
MODA:	78
RANGO:	22
RANGO INTERCUARTILICO:	8,5
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,8178

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	99,23
DESVIACION ESTANDAR:	6,42
MEDIANA:	98,1
MODA:	93,6
RANGO:	22,8
RANGO INTERCUARTILICO:	10,2
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4042

## **POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES MEDIANTE CALOR HUMEDO.**

### **1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	19,38
DESVIACION ESTANDAR:	1,71
MEDIANA:	19,48
MODA:	16
RANGO:	6,4
RANGO INTERCUARTILICO:	1,9
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,1788

### **2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3109.58
DESVIACION ESTANDAR:	429,65
MEDIANA:	3076,9
MODA:	2857,1
RANGO:	1630,9
RANGO INTERCUARTILICO:	559,55
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3817

### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	83,20
DESVIACION ESTANDAR:	8,90
MEDIANA:	83
MODA:	83
RANGO:	34
RANGO INTERCUARTILICO:	12
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,6252

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	100,25
DESVIACION ESTANDAR:	10,75
MEDIANA:	99,6
MODA:	99,6
RANGO:	40,8
RANGO INTERCUARTILICO:	16,8
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3515

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES  
EMPAQUETADOS POR INYECCION SIMPLE.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	19,93
DESVIACION ESTANDAR:	1,21
MEDIANA:	19,9
MODA:	18,9
RANGO:	4
RANGO INTERCUARTILICO:	1,5
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4176

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3242,22
DESVIACION ESTANDAR:	285,11
MEDIANA:	3212,5
MODA:	2857,1
RANGO:	827,1
RANGO INTERCUARTILICO:	379,35
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3643



### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	85,54
DESVIACION ESTANDAR:	8,26
MEDIANA:	85
MODA:	90
RANGO:	27
RANGO INTERCUARTILICO:	12,25
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,9156

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	103,2
DESVIACION ESTANDAR:	9,31
MEDIANA:	102,9
MODA:	108
RANGO:	27,6
RANGO INTERCUARTILICO:	14,7
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4415

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES  
EMPAQUETADOS POR INYECCION CONTINUA.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

MEDIA:	20,22
DESVIACION ESTANDAR:	1,21
MEDIANA:	19,95
MODA:	18,8
RANGO:	3,6
RANGO INTERCUARTILICO:	2,1
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,3685

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

MEDIA:	3283,69
DESVIACION ESTANDAR:	436,56
MEDIANA:	3205,1
MODA:	2857,1
RANGO:	1280,2
RANGO INTERCUARTILICO:	810,6
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,2853

### **3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

MEDIA:	86,7
DESVIACION ESTANDAR:	7,27
MEDIANA:	85,25
MODA:	78
RANGO:	20
RANGO INTERCUARTILICO:	13
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,4462

### **4. VARIABLE TENSION FLEXURAL**

MEDIA:	104
DESVIACION ESTANDAR:	9,64
MEDIANA:	102,3
MODA:	111,6
RANGO:	27,6
RANGO INTERCUARTILICO:	17,7
TEST KOLMOGOROV-SMIRNOV:	0,2857

**COMPARACIONES DE LOS DIFERENTES GRUPOS**  
**MEDIANTE EL TEST DE WILCOXON.**

**Hipótesis nula: No existen diferencias significativas entre los diferentes grupos.**

**Nivel de significación: 0,05.**

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES FRENTE A**  
**POLIMEROS AUTOPOLIMERIZABLES.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

$$\text{PROB} > |Z| = 0,0001.$$

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

$$\text{PROB} > |Z| = 0,0001.$$

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

$$\text{PROB} > |Z| = 0,0001.$$

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

$$\text{PROB} > |Z| = 0,0001.$$

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES FRENTE A  
POLIMEROS FOTOPOLIMERIZABLES.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

PROB > |Z| = 0,0052.

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

PROB > |Z| = 0,0001.

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

PROB > |Z| = 0,0353.

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

PROB > |Z| = 0,0411.

**POLIMEROS AUTOPOLIMERIZABLES FRENTE A  
POLIMEROS FOTOPOLIMERIZABLES.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

PROB  $> |Z| = 0,0051.$

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

PROB  $> |Z| = 0,0049.$

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

PROB  $> |Z| = 0,0051.$

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

PROB  $> |Z| = 0,0051.$

**POLIMEROS EMPAQUETADOS POR INYECCION FRENTE A POLIMEROS EMPAQUETADOS POR COMPRESION.**

**TERMOPOLIMERIZABLES TERMOPOLIMERIZABLES**

**1. VARIABLE DUREZA.**

PROB > |Z| = 0,0003.

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

PROB > |Z| = 0,0019.

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

PROB > |Z| = 0,2681.

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

PROB > |Z| = 0,2203.

**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES CURADOS CON  
CICLO CORTO FRENTE A POLIMEROS  
TERMOPOLIMERIZABLES CURADOS CON CICLO  
LARGO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

$$\text{PROB} > |Z| = 0,0009.$$

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

$$\text{PROB} > |Z| = 0,0854.$$

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

$$\text{PROB} > |Z| = 0,2337.$$

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

$$\text{PROB} > |Z| = 0,3734$$



**POLIMEROS TERMOPOLIMERIZABLES CURADOS  
MEDIANTE MICROONDAS FRENTE A POLIMEROS  
TERMOPOLIMERIZABLES CURADOS POR CALOR  
HUMEDO.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

PROB > |Z| = 0,0001.

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

PROB > |Z| = 0,2204.

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

PROB > |Z| = 0,0003.

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

PROB > |Z| = 0,0002.

**POLIMEROS**

**TERMOPOLIMERIZABLES**

**EMPAQUETADOS POR INYECCION SIMPLE FRENTE A**

**POLIMEROS**

**TERMOPOLIMERIZABLES**

**EMPAQUETADOS POR INYECCION CONTINUA.**

**1. VARIABLE DUREZA.**

PROB > |Z| = 0,6439.

**2. VARIABLE MODULO DE ELASTICIDAD.**

PROB > |Z| = 0,8392.

**3. VARIABLE FUERZA DE RUPTURA.**

PROB > |Z| = 0,7660.

**4. VARIABLE TENSION FLEXURAL.**

PROB > |Z| = 0,8395.

## **10.- DISCUSSION.**

## **ANALISIS DE LA NORMATIVA I.S.O. 1567.**

### **1. ANALISIS DE LA 2ª EDICION DE LA NORMA. Modificaciones previstas en la 3ª edición.**

La segunda revisión de la norma 1567 (20) data de 1988 (ver apéndice 1). Su normativa se relaciona con otras cuatro disposiciones ISO (100,101,102,103). Asimismo, existen normativas relacionadas dentro de la A.D.A (104,105).

La intención de la norma es su aplicación sobre todos los materiales disponibles en el momento para la confección de bases protéticas. De esta forma, se señalan todos los conocidos hasta el momento de los que se tenga noticia que se utilizan para estos fines. Sin duda, están la inmensa mayoría de los que existen en el mercado, dándose, además, la posibilidad en el apartado h de los copolímeros formados por la unión de cualquiera de las composiciones químicas nombradas. De cualquier forma, y aunque su uso es realmente infrecuente, se añaden en la tercera revisión, los polímeros poliacetálicos y los ésteres de los ácidos dimetacrílicos.

En cuanto a la clasificación de los polímeros en tipos y clases, introduce tres tipos diferenciando:

1. Polímeros termopolimerizables.
2. Polímeros autopolimerizables.

### 3. Polímeros termoplásticos.

Con esta clasificación, se incluyen dentro del primer tipo a los polímeros curados mediante microondas (aspecto discutible en cuanto a que son polímeros con composición química y características físicas diferentes, como ya vimos con anterioridad), y quedan sin clasificar los polímeros fotopolimerizables.

Estas deficiencias se corrigen en la tercera edición de la norma (21), estableciendo para estos dos grupos dos nuevas categorías denominadas tipo 4 y tipo 5.

La norma (20) establece ensayos de control de calidad respecto a las variables siguientes:

1. Plasticidad del empaquetado.
2. Absorción de agua y solubilidad.
3. Translucidez.
4. Ausencia de porosidad.
5. Flexibilidad.
6. Estabilidad del color.

Cabe destacar, que en el ensayo de ausencia de porosidad, las probetas solamente se someten a una inspección visual, requiriéndose únicamente que no presenten oquedades visibles a simple vista.

Por otra parte, la norma, también estipula las condiciones de etiquetado y embalaje de los productos correspondientes.

En la tercera edición (21), está previsto introducir un séptimo y octavo ensayos, correspondientes a :

7. Contenido residual de monómero metil metacrilato.
8. Unión a dientes sintéticos de polímero (este ensayo se introduce de manera novedosa, aunque en la introducción de la tercera edición solamente se nombra como novedoso al anterior).

Por otra parte, se modifica la nomenclatura del ensayo de tensión transversal, de tal forma que se identifica ahora como tensión flexural y módulo de elasticidad. Estos dos conceptos, sustituyen a las medidas de flexión mínima y máxima entre 15 y 35 y 15 y 50 newtons, enriqueciendo la información al requerir cálculos de fuerza por unidad de área.

### **Ensayo de deflexión transversal:**

#### **1. Preparación de las probetas.**

En primer lugar, la norma exige el empleo de una mufla lo suficientemente grande como para poder alojar el modelo de tal forma que sus bordes se encuentren a 5 milímetros de las paredes de esta. La razón de ello, radica en que la eliminación del calor generado en la polimerización debe ser eliminado de manera más ó menos homogénea, dado que de otra forma, la existencia de diferentes gradientes de temperatura nos provocaría alteraciones de las propiedades físicas debido a la aparición de un mayor ó menor grado de porosidad (en el trabajo de Vallittu (106), se midieron los picos de temperatura en la polimerización de los acrílicos, llegándose a la conclusión de que estos eran tanto

mayores cuanto mayor era el grosor de la muestra y más alejado de la superficie de la mufla estaban, lo que desencadena el que el monómero pueda hervir y producir porosidad); y debido a un diferente nivel de monómero residual (ver apartado correspondiente).

La distancia exigida, es ajustada, de tal forma que solamente con las muflas más grandes (por ejemplo la Ivocap de Vivadent y la Microbase, empleadas en este estudio) se pueden conseguir.

El apartado 7.4.1.1.2 de la edición española de la norma UNE EN ISO 1567 (20) **introduce un error de traducción** respecto a su homóloga editada en inglés. El error consiste en que traduce la palabra modelo (model) por la palabra molde (mould). Las implicaciones de esto son extensas, dado que si se quiere cumplir lo explicado en la edición española, se debe realizar un molde ó caja donde, una vez rellena de cera, enmuflarla, eliminar la cera y así poder cargar el polímero en la cavidad dejada.

Sin embargo, si se realiza según la edición inglesa, se trata de introducir un modelo de la placa-probeta y rodearla de escayola, tal y como se haría con un patrón de cera que después fuese a transformarse en una prótesis definitiva.

No cabe duda de que se trata de un error de traducción, puesto que consultada la edición francesa y la tercera edición en inglés, se comprobó la congruencia de todas ellas. Por otra parte, pensamos que es más

congruente utilizar el método del modelo, en el que la resina se va a empaquetar rodeada de yeso, tal y como se hace normalmente que no empaquetarla en un molde, opción que no se corresponde con la práctica habitual.

El error, no se descubrió hasta que ya se habían realizado todos los ensayos, por lo que se decidió, volver a realizar una serie, en concreto la Microbase, sin molde y en dos laboratorios diferentes, el del C.E.N.I.M en donde se habían realizado todos los anteriores y el de la casa Dentsply en Alemania. Como se puede ver en los resultados, las diferencias entre hacerlo con y sin caja no fueron significativas, por lo que se estimó válidos todos los resultados obtenidos.

El error detectado se puso en conocimiento de la secretaria del FENIN para que lo corrigiese. En cuanto a este trabajo, supuso un esfuerzo extraordinario el realizar una caja metálica con los bordes en ángulo recto y de una sola pieza, cuando se podía haber utilizado un molde, mucho más sencillo de confeccionar.

Las tolerancias exigidas para la confección del modelo son de 1 mm, lo cual parece razonable y no exige una maquinaria de gran precisión.

La norma no especifica el material de revestimiento a utilizar, especificando solamente que puede ser yeso ó hidrocoloide. En este trabajo, pensamos que lo importante es no introducir variables externas, es decir, realizar todas las probetas con el mismo revestimiento, ya que, como hemos visto, los diferentes revestimientos



implican diferentes expansiones y por tanto diferentes contracciones y tensiones en el procesado, lo que altera las propiedades físicas en general.

En concreto en este trabajo, al utilizar la caja metálica, pensamos que se han eliminado en gran parte las distorsiones que se pudieran introducir debido a la contracción y dilatación del yeso, influyendo éste solamente en la cara superior de la placa-probeta, única superficie en contacto con el revestimiento. A pesar de no corresponder esto con la práctica habitual de enmuflado, creemos que supone una ventaja, al eliminar en parte una variable externa y favorecer un espécimen de mayor exactitud.

**La preparación de las tiras probeta tiene algunas incongruencias en la segunda edición:**

1. Se determinan los niveles de exactitud en las medidas, solamente para la anchura y el espesor, no así para la longitud. Por otra parte, la exactitud exigida es de 0,03 mm, cosa que, por una parte parece exagerada por cuanto requeriría una maquinaria de enorme precisión no al alcance de la mayoría de los laboratorios de investigación y, por otra parte, no es congruente con el margen solicitado para el modelo que era de 1 mm.
2. Por otra parte, se exige disminuir el espesor de 5 a 2,5 mm, método para el que no se encuentra explicación en este trabajo, dado que si lo que se quiere es eliminar la superficie que ha estado en contacto con el revestimiento,

se puede hacer mecanizando las dos caras de la probeta sin tener que disminuir un espesor tan excesivo, que lo único que provoca es una mayor producción de calor y una mayor génesis de tensiones internas.

Las dos cuestiones expuestas anteriormente se corrigen en la tercera edición de la norma, de tal forma que para el primer punto la precisión requerida cambia a 0,2 mm, especificando que realizando tres mediciones a lo largo del eje axial, las desviaciones no deben de ser mayores a los 0,02 mm. Parece obvio que en nuestro caso esto no interfiere en los resultados dado que se solicita una mayor precisión en la norma vigente que en la revisión.

Respecto al segundo punto, los grosores requeridos cambian a 3,3 mm, por lo que el mecanizado para disminuir el espesor (el más complicado de realizar) disminuye. El grosor de 3,3 mm parece ser que ya se utilizaba en las probetas para ensayos en Alemania con anterioridad.

Creemos que esto no es importante de cara al cálculo de los valores del módulo de elasticidad y de la tensión flexural dado que tanto esta última como el módulo de elasticidad se hallan mediante ecuaciones donde son proporcionales la fuerza y el espesor, de tal forma que a menor espesor, la fuerza disminuye proporcionalmente manteniendo igual el cociente.

De cualquier forma, se decidió hacer la prueba con un material utilizando los dos grosores: 2,5 mm y 3,3 mm.

El ensayo se realizó con el material Microbase y los datos obtenidos se reflejaron en las tablas comparativas de resultados. Como se puede ver, no hubo diferencia significativa entre los dos grupos.

El número de especímenes necesarios para efectuar los ensayos también varía dado que en la segunda edición se requieren las seis probetas, mientras que en la tercera deja libertad para hacer los ensayos con cinco ó con seis.

Una vez confeccionadas las probetas, se exige un periodo de 50 horas sumergidas en agua a una temperatura de 37 ° C. La razón de esto ya lo vimos en el apartado de estado actual del problema en el que se reflejaba que el nivel de absorción acuosa de los polímeros es muy bajo, así como que varía según la temperatura. Por ello, parece razonable el hacerlo a 37 ° C que es la temperatura a la que va a estar el polímero de la prótesis.

Sin embargo, en cuanto al tiempo de almacenamiento, surgen mayores dudas, dado que según estudios, los acrílicos no adquieren la saturación total cuando se introducen en un medio acuoso hasta los 17 días. Durante este periodo de tiempo, se producen cambios dimensionales de dilatación y se modifican las propiedades físicas. Las normas ISO, deberían recomendar tener las probetas sumergidas este periodo de tiempo (107).

Además, el tiempo necesario para la saturación varía dependiendo del grosor de la muestra. Por tanto, quizás fuese mejor calcular el tiempo necesario para la saturación de la probeta y almacenar éstas dicho periodo en agua a 37 ° C, con el fin de simular lo máximo posible las condiciones en las que trabajará la prótesis en boca. Cuando entre en vigor la tercera edición de la norma, este tiempo tendría que ser mayor, dado que la probeta es de mayor espesor. Sin embargo, el tiempo de almacenamiento en agua se conserva con idénticos valores.

Se ha constatado que si el ensayo de tensión transversal se realiza en condiciones secas, los valores que obtendremos serán significativamente mayores para el módulo de elasticidad.

### **Ensayo de flexibilidad.**

Respecto a la máquina de ensayo exigida, la velocidad de avance del pistón que se exige es de 5 mm/min  $\pm$  1 mm/min, lo cual es un grado de precisión perfectamente asumible. La velocidad escogida permite valorar perfectamente la deformación de la probeta, ya que velocidades más rápidas harían que se tuviera que acelerar mucho la velocidad del registro en papel, dando una menor calidad del trazado.

Respecto a la precisión requerida en la medida de la deformación del centro de la probeta, se solicita una exactitud de 0,025 mm, lo cual creemos que es difícil de

conseguir con aparatos de precisión habituales. Para ello, aceleramos la velocidad de registro en el papel a 10 cm/min y utilizamos un papel milimetrado con cuadrículas de 0,2 milímetros.

El ensayo se basa en la realización de una carga sobre tres puntos. Sabemos que existe el ensayo por flexión en cuatro puntos: A esta segunda técnica se le atribuye mayor exactitud, a pesar de ser más compleja, por ser un sector de la probeta y no solamente la porción situada debajo del punto de carga, la que tiene que soportar la fuerza, dando mayor reflejo del comportamiento de la probeta entera (38).

A este respecto, los resultados que se obtienen en los ensayos de flexión en cuatro puntos no son significativamente diferentes a los obtenidos con los ensayos de tres puntos (63), aunque los valores de estos últimos son un poco mayores.

El caballete de pruebas que se exige especifica dos soportes con superficies cilíndricas pulidas de 3,2 mm de diámetro. La razón de que las superficies hayan de ser cilíndricas radica en la necesidad de que la probeta apoye sobre una superficie puntual y no sobre una superficie plana, dado que de esta forma se favorece el apoyo de la probeta en cualquier situación de flexión. Por otra parte, se exige una anchura como mínimo de 10,5 mm, justificado en el hecho de que toda la anchura de la probeta esté apoyada. La longitud entre los brazos se

especifica en 50 mm, distancia suficiente como para que la probeta pueda flexar sin que se salga de sus apoyos.

Respecto a la altura que deben de tener los brazos de soporte no se especifica nada, entendiéndose que deben de tener una longitud lo suficientemente elevada como para permitir flexar todas las probetas sin que lleguen a la base del soporte.

El baño María exigido, ya comentamos que se justificaba en el hecho de que las condiciones de la probeta de humedad y saturación de agua influían en los resultados, así como la temperatura, razón por la que se debe dejar alcanzar el equilibrio térmico al sumergir el soporte y la probeta en el mismo.

Una vez que está todo listo para el ensayo, se anotan las deflexiones al 0,05 mm más cercano, cosa compatible si se nos ha exigido antes una precisión del 0,025. Por otra parte, se anota la fuerza de ruptura al 0,5 N más cercano.

La segunda edición de la norma establece unos mínimos que deben de cumplir los polímeros procesados. Tales valores son exactamente unos mínimos, no significando que los materiales que los cumplan sean de una altísima calidad, dado que los valores que se dan corresponden a valores medios de los materiales

actuales, ampliamente superados por los mejores. Los valores especificados son los siguientes:

<b>Aumento de la fuerza transversal</b>	<b>Deflexión</b>	
<b>N</b>	<b>mm</b>	
<b>máx.</b>	<b>mín.</b>	
Entre 15 y 35	1	2,5
Entre 15 y 50	2	5

La fuerza de ruptura transversal no será inferior a 55 N para los polímeros del tipo I y tipo III y no será inferior a 50 N para los polímeros del tipo II.

## **ANALISIS DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS.**

### **1.- ANALISIS DE LA DUREZA.**

La media obtenida dentro de las nueve series fue de 21,26 Kg/mm<sup>2</sup>, con amplias variaciones entre las series, como lo demuestra una desviación estándar de 6,97, y una distribución no normal de los resultados como lo demuestra la cifra de 0,0001 en el test de Kolmogorov-Smirnov.

Los valores más altos corresponden a los polímeros curados mediante microondas (35,38 Kg/mm<sup>2</sup>), mientras que los valores más bajos corresponden a los polímeros autopolimerizables (10,30 Kg/mm<sup>2</sup>).

Los polímeros fotopolimerizables presentan un valor alto (29,35 Kg/mm<sup>2</sup>).

Los polímeros termopolimerizables empaquetados por compresión y con ciclo de polimerización largo presentan los segundos valores más bajos (16,51 Kg/mm<sup>2</sup>).

En un grupo intermedio, y sin diferencias significativas entre ellos, se encuentran todos los polímeros termopolimerizables empaquetados por inyección, ya sea simple ó continua, y los polímeros empaquetados por compresión y ciclo de polimerización corto.

Dentro del análisis por grupos, nos encontramos con:

1. Unos resultados superiores para los polímeros termopolimerizables frente a los autopolimerizables.



2. Superiores los empaquetados por inyección frente a los empaquetados por compresión.
3. Superiores los curados con ciclo corto respecto a los curados con ciclo largo.
4. Superiores los curados por microondas respecto a los curados por calor húmedo.
5. Superiores los fotopolimerizables respecto a los termopolimerizables.
6. No hay diferencias significativas entre los empaquetados por inyección simple y los empaquetados por inyección continua.

Cabría esperar que la dureza guardase relación con el límite de elasticidad; sin embargo, esta propiedad es compleja y en general no existe relación directa entre ambos parámetros. La única excepción está en la comparación de materiales del mismo tipo (33).

En cuanto a los resultados obtenidos por otros autores, no tenemos gran cantidad de trabajos publicados al respecto, tal vez por la menor importancia que se da a este aspecto frente a la tensión flexural y el módulo de elasticidad, que se consideran aspectos de mucha mayor relevancia.

Como sabemos el ensayo de dureza no está incluido dentro de la norma ISO 1567. Por tanto, la metodología seguida es personal, por lo que resulta difícil la comparación de los resultados.

Tenemos un trabajo de Khan (32) en el que la microdureza se realizó con una máquina de microdureza Micromet semiautomática, utilizando 20 gramos de carga. Los datos que obtuvo fueron los siguientes:

	Triad VLC	PMMA
Dureza (Kg/mm <sup>2</sup> )	18,93	16,86

Los resultados que obtienen los autores son no comparables en cuanto a la dureza puesto que se utiliza un diferente sistema al realizado en este trabajo.

En el trabajo realizado por Szabo (36), en el que se comparan la dureza del Lucitone 199 sin tratar con la del mismo material recubierto de un polímero fotopolimerizable, la dureza no refleja cambios entre los dos grupos. La indentación en 15 segundos con una carga de 300 gramos (durómetro de Wallace) fue de 250 y 247 mm x 10<sup>-4</sup> respectivamente. La razón de la no variación pensamos que se debe a la gran carga que se emplea, por lo que, al penetrar mucho, no influye el tratamiento de superficie. De otra forma, la dureza debería de elevarse, dado que los polímeros fotopolimerizables presentan unos valores mayores que los termopolimerizables.

La razón de que los polímeros curados por microondas den los mejores resultados quizás radique en lo explicado

por Koda (108), que explica que el monómero residual aparece en orden creciente según se trate de:

1. Curado por microondas.
2. Curado por calor húmedo.
3. Polímeros autopolimerizables.

Por tanto, según estos autores, este debería ser el orden de mejores a peores propiedades físicas mecánicas, dado que el monómero residual está íntimamente ligado al empeoramiento de estas propiedades.

Sin embargo, según Phillips (11), con los estudios realizados hasta la actualidad las propiedades físicas de los polímeros curados por microondas se consideran similares y el ajuste igual ó superior.

En el trabajo de Khan (117), los resultados que obtuvieron para la resina Triad fueron de  $16,9 \pm 0,91$  Kg/mm<sup>2</sup> utilizando una carga de 20 gramos. Al igual que en los anteriores experimentos, dado que el método ha sido diferente, los resultados no se pueden comparar.

Respecto a las diferencias existentes entre los polímeros curados por ciclo corto y los curados por ciclo largo, se pueden realizar ciclos ultracortos sin que por ello empeore la dureza. Así, en el trabajo de Ming (109), se explica que se puede hacer un ciclo de polimerización corto a altas temperaturas sin que sufra la microdureza superficial ni aumente la porosidad. Esto se consigue con

un ciclo de 10 minutos a 120 ° C y 6 atmósferas y los resultados que se obtienen son satisfactorios debido a que el punto de ebullición del monómero a esta temperatura es de 168,9 ° C.

## **2. ANALISIS DE LA TENSION FLEXURAL Y EL MÓDULO DE ELASTICIDAD.**

### **2.1. TENSION FLEXURAL.**

La media obtenida para las nueve series fue de 94,68 MPa con amplias variaciones entre los grupos, como lo demuestra una desviación estándar de 16,75 y un rango de 66,6.

Los valores más altos obtenidos corresponden a los polímeros empaquetados por inyección continua, ciclo corto (111,6 Mpa), sin diferencias significativas con los polímeros fotopolimerizables (108,2 MPa); los de inyección simple, ciclo corto (107,2 MPa); y los empaquetados por compresión, ciclo largo (102,1 MPa).

Los valores inferiores encontrados, correspondieron a los polímeros autopolimerizables, con una media de 67,3 MPa, sin diferencias significativas con los curados por microondas (75,2 MPa).

Respecto al análisis por grupos, nos encontramos con los siguientes resultados:

1. Los polímeros termopolimerizables presentaban valores mayores que los autopolimerizables.
2. Presentaron valores mayores los polímeros fotopolimerizables respecto a los termopolimerizables.

3. No existieron diferencias significativas entre los empaquetados por compresión frente a los empaquetados por inyección.
4. Tampoco existieron diferencias significativas entre los curados por ciclo corto frente a los curados por ciclo largo.
5. Salieron resultados superiores entre los curados por calor húmedo respecto a los curados por microondas.
6. No se encontraron diferencias entre la inyección simple y la inyección continua.

Todas las conclusiones obtenidas son válidas para la fuerza de ruptura, como es lógico dado que es la variable independiente de la fórmula empleada para el cálculo de la tensión flexural. Se ha querido expresar los resultados obtenidos para esta variable por el posible interés de cara a su consulta y discusión.

En la vida real, el plástico termina partiendo por la formación de multitud de microfisuras por la acción de un efecto mecánico crónico: En el polimetilmetacrilato aparecen sólo cuando hay tensión por tracción. El concepto moderno es que conforman una separación mecánica real de las cadenas de polímeros o grupos de ellas sometidas a tensión por tracción (11).

La resistencia al impacto de los materiales base de prótesis ha recibido también considerable atención,

aunque mucho menor que la tensión flexural, dado que ya se sabe que la causa más habitual de fractura es la sobrecarga y no el impacto.

## **2.2 MODULO DE ELASTICIDAD.**

Los valores medios obtenidos para las 54 probetas fueron de 3250,19 con una desviación estándar de 532,19. Esta desviación estándar, junto al rango de 2258,1, significan una gran variación entre los valores de las diferentes series.

El valor superior correspondió a los polímeros fotopolimerizables, con una media de 4290,6 MPa y una diferencia significativa, según el test de Duncan, respecto al segundo grupo que correspondería con los polímeros de inyección continua, ciclo corto (3666,8 MPa).

El valor inferior correspondió a los polímeros empaquetados por compresión y ciclo corto (2479 MPa), con diferencia significativa según el test de Duncan respecto al penúltimo grupo, integrado por las series de inyección continua, ciclo largo (2900,6 MPa); polímeros autopolimerizables (2981,2 MPa); inyección simple, ciclo largo (3101,1 MPa); y empaquetado por compresión, ciclo largo (3126,7 MPa).

Respecto al análisis por grupos, obtenemos las siguientes deducciones:

1. Valores superiores para los polímeros termopolimerizables respecto a los autopolimerizables.
2. Valores superiores de los fotopolimerizables respecto a los termopolimerizables.
3. Si existen diferencias significativas entre los empaquetados por compresión frente a los empaquetados por inyección, siendo superiores los valores de estos últimos.
4. No hay diferencias significativas entre los curados con ciclo corto y los curados con ciclo largo.
5. No hay diferencias significativas entre los curados por microondas y los curados por calor húmedo.
6. No hay diferencia significativa entre los empaquetados por inyección simple y los empaquetados por inyección continua.

Por los resultados obtenidos, podemos apreciar que los plásticos utilizados en odontología tienen un módulo de elasticidad relativamente bajo. Es por esto, que los autores advierten las implicaciones clínicas que conlleva en el diseño de las prótesis: Dado que las prótesis no deben distorsionarse de forma significativa bajo la acción



de las cargas masticatorias, la base de la prótesis no debe construirse con un grosor inferior a 1 mm (14).

La resistencia y rigidez máxima de los plásticos autopolimerizables es siempre menor que el de los termocurados, debido al bajo grado de polimerización que se consigue y al mayor nivel de monómero residual. Sin embargo, la diferencia de módulo elástico que nos sale entre ellos no concuerda con lo referido por algunos autores. Así, según Phillips (11), los valores coinciden en parte entre los dos grupos. El módulo de elasticidad a 37 °C para un plástico convencional termocurado hidrosaturado es de 2500 MPa, mientras que para los plásticos autopolimerizables esté cerca de los 2200 MPa, con variación considerable si existe un agente de cadenas cruzadas. La explicación para esto puede radicar en la antigüedad de los análisis realizados por este autor, pudiendo haber mejorado los resultados durante este tiempo de manera notable los termopolimerizables, hecho que concuerda con que a nosotros no den unos valores más altos este grupo.

Respecto al análisis de otros estudios, en primer lugar, este trabajo quiere constatar la ausencia de artículos encontrados en la bibliografía que cumplan con los requisitos de material y método de la norma ISO 1567.

Un trabajo realizado con probetas según las normas ISO fue el realizado por Asad y colaboradores (110). En

este trabajo, las dimensiones finales de las probetas fueron efectivamente las estipuladas, aunque se cometió un error en cuanto al método, como fue el partir de una placa original de 2,80 mm de espesor. Probablemente, la razón de no respetar el grosor indicado por la norma fuera porque los autores pensasen, al igual que se opina en este trabajo, que no tenía sentido dificultar en extremo el rebajado de espesor de las probetas sin encontrarse una razón de peso para ello.

En este estudio, los resultados para el ensayo de flexión transversal, hecho con dos polímeros tipo termopolimerizables, uno con cadenas cruzadas y otro sin ellas (un homopolímero), fueron los siguientes:

	TREVALON	HOMOPOLIMERO
TENSION TRANSVERSAL (MPa)	92,36	68,78
MODULO DE ELASTICIDAD (MPa)	2237	2220

En el trabajo, se sacaba la conclusión que los desinfectantes a base de alcohol, disminuían las propiedades físicas mecánicas de los homopolímeros de manera significativa.

Los valores son inferiores a los obtenidos por nosotros para la misma categoría de polímero, aunque no se puede

establecer una comparación firme dado que se trata de una marca de polímero que no se ha ensayado en este trabajo.

Existen otros trabajos en los que se cumple en parte la metodología de la norma ISO 1567 para el ensayo de deflexión transversal. Tal es el caso del trabajo de Jerolimov y colaboradores (111), en el que se respeta escrupulosamente las medidas de las probetas así como el material del ensayo, cometiendo, sin embargo, un error en cuanto al método al obtener cuatro probetas de cada placa original, en lugar de tres que son las que estipula la norma. Por otra parte, realiza series de 9 ensayos para cada tipo, superando lo recomendado por la norma que son 6. La razón de lo primero es que, quizás, los autores piensen que no sufren modificaciones significativas las propiedades físicas de las probetas al mecanizarse los bordes laterales sin desechar el material intermedio entre cada una de ellas. Lo cierto es que en este trabajo, al hacer este mecanizado mediante láser, las distorsiones térmicas producidas pensamos que hubieran sido pequeñas, no así si este mecanizado se hace mediante segueta, en cuyo caso, se somete al material durante mucho más tiempo a estrés mecánico y térmico. En cuanto a lo segundo, pensamos que al aumentar el número de muestra, se mejorarán las significaciones estadísticas.

Los resultados que obtiene con un polímero termopolimerizable estándar, empaquetado por compresión y curado por calor húmedo de 7 horas a 70° C y 7 horas a 70° C más 3 horas a 100° C fueron los siguientes:

	Curado 7 h+3 h.	Curado 7 h
Tensión flexural(MPa)	73,76	68,96
Módulo de elasticidad (MPa)	2523,8	2349

Como consecuencia de estos resultados, los autores proponen utilizar el ciclo de curado de 10 horas dado que elimina más monómero residual y mejora las propiedades físicas mecánicas.

Los resultados están en la línea de los obtenidos por nosotros, no encajando, sin embargo, la diferencia significativa encontrada por ellos entre los dos tipos de ciclo largo. En este trabajo no se ha ensayado el ciclo más largo realizado por ellos, pero nuestros datos no aportan diferencias significativas entre el ciclo corto y el largo. Sería interesante el ampliar estas pruebas, pues el razonamiento teórico dado por los autores nos parece correcto.

Por otra parte, los resultados obtenidos por nosotros tampoco concuerdan con los generalmente aceptados.

Así, ya se comentó que cuánto más bajo es el grado de curado de un polímero sólido, menor es su resistencia. A este respecto, el ciclo de polimerización que se emplea con la resina termocurable debería ser más importante. Las curvas de tensión-deformación transversal hechas por Harman y citadas por Phillips en su libro (11) indican el debilitamiento progresivo y la disminución de la rigidez cuando se reduce el tiempo de curado a una temperatura constante de 71 °C. La explicación para esto creemos que radica en hacer un ciclo corto correcto en cuanto a temperatura y duración. Si este ciclo corto consigue polimerizar la mayoría del material y deja una baja cantidad de monómero residual, los resultados serán satisfactorios.

En otro trabajo en el que se estudia simultáneamente la microdureza, tensión flexural y características de tinción de los polímeros fotopolimerizables realizado por Khan (32), se emplearon para los tres ensayos probetas con las dimensiones siguientes: 75x25x3 mm. Por lo tanto, no se respetan las dimensiones de la norma. En cuanto a los resultados obtenidos para el ensayo de flexión transversal con el polímero Trevalon y el polímero fotopolimerizable Triad fueron los siguientes:

	Triad VLC	PMMA
Tensión flexural(MPa)	127,7	99,63

En cuanto a los resultados de tensión flexural, son más elevados que los obtenidos en este estudio para el polímero fotopolimerizable, mientras que concuerdan para el grupo representativo de los PMMA. La explicación de esto puede radicar en la diferente metodología seguida, así como en los diferentes tamaños de las probetas utilizadas. Cabe destacar el que a los autores les salga una diferencia significativa a favor del polímero fotopolimerizable, cuanto que a nosotros nos sale también mayor.

En nuestro trabajo se encuentran diferencias significativas en el módulo de elasticidad entre los polímeros termopolimerizables empaquetados por compresión y los empaquetados por inyección, a favor de estos segundos. Sin embargo, antes se creía que esto no influía. Así, estudios realizados en los años 50 por Grunewald y Peyton, parecían demostrar que no existían diferencias en cuanto a exactitud y propiedades físicas entre el empaquetado por compresión y el efectuado por inyección (25)(58).

En un trabajo de Rodford (34), se añadían materiales de bajo peso molecular basados en el polibutadieno al monómero, mejorando las propiedades físicas. Desarrolla un test de impacto de Hounsfield y halla el módulo de flexibilidad y la tensión flexural mediante ensayos de tres probetas de 55 mm de longitud y 10 mm de anchura, sin

especificar el grosor ni el método. Los resultados que consigue para el Lucitone 199 modificado de esta manera son los siguientes:

	RESISTENCIA AL IMPACTO (J)	MOD. DE ELASTICIDAD (MPa)
LUCITONE 199 CON BUTADIENO ESTIRENO	0,081	2280

Los resultados son paradójicos en cuanto a que los presenta como una mejora de los valores del módulo de elasticidad, siendo estos menores que los del Lucitone 199 sin modificar en nuestro trabajo y menores a la media de las nueve series empleadas. La razón suponemos que está en el empleo de un material y método deficiente.

El mismo problema nos encontramos en un trabajo de Szabo y cols. (112), en el que se utilizan probetas de 6,36 x 6,35 x 4,5 mm. Se analizan las propiedades físico-mecánicas de polímeros tratados con un recubrimiento de material fotopolimerizable. Los resultados que obtiene sugieren un incremento en el módulo de elasticidad y un descenso en la tensión flexural, así como incrementando los valores del ensayo de abrasión:

	TENSION TRANSVERSAL SIN RECUBRIMIEN	MOD. DE ELASTICIDAD SIN RECUBRIMIEN	TENSION TRANSVERSAL CON RECUBRIMIEN	MODULO DE ELASTICIDAD CON RECUBRIMIEN

	TO (MPa)	TO (MPa)	TO (MPa)	TO (MPa)
LUCITO NE 199	65,3	2077	54,9	2202

Suponemos que la discrepancia de resultados se debe a la misma razón.

Otro ejemplo de trabajos realizados sin una metodología acorde con la norma internacional es el trabajo realizado por Barsby (113), en el que se utilizan probetas de 50 x 5 x 0,5 aproximadamente (según palabras del autor) y se realizan ensayos en seco (ya sabemos que elevan los valores del módulo de elasticidad). Utilizando un ciclo de termocurado con calor seco de 70° C 7 horas más 3 horas a 100° C analiza las propiedades físicas del polibutímetacrilato, sacando las conclusiones de que es un material de baja absorción de agua pero que no sirve de base protética debido a que posee propiedades físicas mecánicas pobres. Realiza las pruebas con cinco especímenes.

En un trabajo de Devlin (37), se utilizan probetas con las dimensiones correctas pero partiendo de una placa-probeta de 3 mm de espesor y con el resto de las dimensiones sin especificar. No especifica el número de probetas que utiliza. Los materiales que utiliza son polímeros fotopolimerizables para cubetas y planchas por lo que los resultados no se anotan al no ser bases protéticas.



En el trabajo de Shen (114), que estudia la resistencia de las reparaciones efectuadas con tratamientos de superficies, utilizó especímenes rectangulares de 60 x 10 x 2,5 mm, empleando para el resto del método el indicado por la norma salvo el almacenamiento que lo hacía 48 horas en agua destilada a temperatura ambiental.

En el trabajo de Ogle (115), se dan unos valores para el ensayo de deflexión transversal que dice conseguir siguiendo la normativa nº 12 de la ADA, pero sin especificar ninguno de sus pasos ni mostrar las probetas ó partes del método en fotografía alguna. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

	Tensión flexural (psi)	Deflex. Transv. a 35 N	Deflex. Transv. a 50 N	Mod. Elasticidad (psi)
Triad VLC	4850	1,44	2,80	480.000
Hy-pro Lucitone	6960	1,64	3,36	387000
Biocryl (auto)	5530	2,22	-	338000

En el trabajo de Williamson (116), investigaron el efecto sobre la tensión transversal y el módulo de elasticidad de

la adición de fibras de polietileno a polímeros curados por microondas, entre ellos, Lucitone 199. Emplearon probetas de 65 x 10 x 3 mm fabricadas directamente en este tamaño, sin previa placa-probeta ni mecanizado alguno. Posteriormente se almacenaron 10 días a 37 ° C antes de someterlas al ensayo de flexión en tres puntos.

Los resultados que obtuvieron fueron:

MATERIAL	TENSION TRANSVERSAL (MPa)	MOD.ELASTICIDAD (MPa)
LUCITONE 199	73,3	2050
IDEM +0,5% RELLENO	82,2	2010

Los resultados son igualmente inferiores a los nuestros, aunque en este caso, aparte de la metodología desconocida y las diferentes dimensiones de las probetas, puede tener influencia el mayor tiempo de almacenamiento en agua, que como sabemos disminuye los valores concernientes al módulo de elasticidad y de tensión flexural.

En el trabajo de Khan (117), se emplearon probetas de 75 x 25 x 3 mm, se almacenaron 48 horas en agua a 37 ° C y posteriormente se sometieron a la Instron para calcular su tensión transversal. Los resultados que obtuvieron para la resina Triad fueron los siguientes:

Tensión transversal (MPa)	Microdureza (Kg/mm <sup>2</sup> ) (20 grs de carga)
79,5 +- 2,20	16,9 +- 0,91

Los valores obtenidos son inferiores a los nuestros, tanto para la tensión transversal como para la dureza. Pensamos que los resultados no son comparables, al igual que en los casos anteriores, por la diferente sistemática llevada a cabo para el cálculo de los datos.

Otro trabajo hecho sin adecuarse a la normativa y sobre el mismo tema fue el estudio realizado por Vallittu (118) en el que se analizó el efecto de los refuerzos metálicos así como de determinadas fibras silanizadas sobre la resistencia a la fractura de los polimetilmetacrilatos. Se utilizaron probetas no normalizadas de 50 x 4,5 x 3 mm. Los resultados, que no se exponen aquí por no ser motivo de análisis este tipo de plásticos, fueron que tanto las fibras como los metales, incrementaban notablemente la resistencia a la fractura.

Existen algunos trabajos realizados sobre plásticos con intención de medir su tensión flexural y su módulo de elasticidad, que no emplean la metodología de la norma ISO 1567. Citamos a continuación algunos ejemplos:

En el trabajo de Andreopoulos (119), se utilizan probetas de 65 x 65 x 2,5 mm para hallar la tensión flexural de plásticos en los que se había utilizado un material fotopolimerizable como medio de unión para reparaciones.

En el trabajo de Beyli (120), se emplean probetas de unas dimensiones de 40 x 7 x 2,5 mm almacenándose en agua a 37 ° c durante 2 días para luego aplicar la normativa ADA en aquel entonces en vigor. Analiza las líneas de terminación en los polímeros acrílicos que van a ser reparados y cual de ellas ofrece mayor resistencia a la fractura.

En el trabajo de Wiebelt (121), se emplean probetas cilíndricas de 12,7 mm de diámetro y 19 mm de longitud, almacenándolas 90 días a 37 ° C antes de someterlas al ensayo de flexión transversal de tres puntos en la Instron. Llegan a la conclusión de que las reparaciones con polimetilmetacrilato son más resistentes que con cianoacrilato.

Sin embargo, sí que se han encontrado algunos trabajos que emplean otras normativas para el estudio de otras propiedades de los plásticos. Así, podemos citar:

En el estudio de Caswell (122), se emplean probetas cilíndricas acordes con la especificación número 15 de la

ADA para ensayos con dientes sintéticos. Las dimensiones de las probetas son de 75 mm de longitud y 8 mm de diámetro, con una parte central más estrecha de 6 mm de diámetro y 27 mm de longitud. Es en esta parte central donde se coloca el material correspondiente al diente artificial y se ensaya su capacidad de unión a la resina de la base protética.

En el trabajo de Clancy (123), se emplean las probetas según la norma número 15 de la ADA, así como su metodología para el estudio de la unión de los dientes sintéticos a las bases protéticas, resultando el de mayor fuerza de unión el acrílico termocurado y el menor para las bases fotopolimerizables.

En el artículo de Cucci (124), se describe el estudio de la estabilidad dimensional lineal de varios polímeros acrílicos. Se utiliza el modelo circular descrito en la norma 1567 para los ensayos de absorción y solubilidad (no hay ningún ensayo normalizado para el estudio de los cambios dimensionales).

Se han podido encontrar incluso otros trabajos en los que se propone metodología para realizar una nueva norma sobre un determinado aspecto, tal es el caso del artículo de Mutlu (125), en el que estudia el ensayo de plasticidad.

Como se ha podido apreciar, existen pocos trabajos publicados acerca de las propiedades físicas de los polímeros para bases protéticas, y ninguno de los encontrados se adapta con exactitud a la metodología exigida por la norma ISO 1567. Es por esto, que la comparación de los resultados se hace difícil y poco ilustrativa.

## **11- CONCLUSIONES.**

**Primera.-** La diferente composición química de los polímeros para bases protéticas modifica las propiedades físico-mecánicas de estos.

**Segunda.-** Las propiedades físicas mecánicas de los polímeros utilizados como bases protéticas están influidas por la técnica de procesado que se emplee.

**Tercera.-** Los polímeros termopolimerizables se mostraron superiores en todas las variables analizadas (dureza, módulo de elasticidad, fuerza de ruptura y tensión flexural) a los autopolimerizables.

**Cuarta.-** El ciclo de curado (corto frente a largo) no influye en los valores del módulo de elasticidad y de tensión flexural, mientras que sí lo hace en los valores de dureza.

**Quinta.-** Los polímeros termopolimerizables empaquetados por inyección se mostraron superiores en cuanto a dureza y módulo de elasticidad respecto a los empaquetados por compresión.

**Sexta.-** El tipo de inyección que se emplee (simple ó continua) no modifica las propiedades físicas mecánicas.

**Septima.-** Los polímeros fotopolimerizables se mostraron por encima de la media en todas las variables



analizadas seguidos de los polímeros termopolimerizables empaquetados por inyección y ciclo corto.

**Octava.-** El polímero curado por microondas destaca por su alta dureza respecto al resto de polímeros analizados.

## **12- BIBLIOGRAFIA.**

- 1.- **Kracijek, DD:** The future of complete prosthodontics. J Proshe Dent 1977; 37 : 126-131.
- 2.- **Winberger, BW:** An introduction to the history of dentistry. St. Louis: C.V. Mosby co, 1948.
- 3.- **Fouchard, P:** La Chirurgien-dentiste of traite des dents. Paris: 2<sup>a</sup> edi, Pierre Jean Mariette, 1746.
- 4.- **Haupt K, Meyer W and schuchardt K:** Tratado general de odontoestomatología. Madrid: 2<sup>a</sup> edi, Alhambra, S.A, 1965.
- 5.- **Taylor, JA:** History of dentistry. Philadelphia: Lea and Febiger, 1922.
- 6.- **Vernon HM:** The newer denture bases with particular reference to copolymer resins. J Prosthe Dent 1952; 2: 794-800.
- 7.- **Kydd W L and Wykhuis W A A:** A modified epoxy resin as a denture base material. Dent Proce 1966; 17: 217-222.
- 8.- **Stafford G D and Smith D C:** Polycarbonates: A preliminary report an the use of polycarbonates as a denture base material: Dent Proce 1966; 17: 217-222.
- 9.- **Ander P and Sonnessa J :** Principios de química. Introducción a los conceptos teóricos. Mexico: 1<sup>a</sup> edi, Limusa, 1979.
- 10.- **Bovey FA:** The effects of ionizing radiation of natural synthetic high polymers. New York: Interscience Div, 1959.
- 11.- **Phillips RW:** La ciencia de los materiales dentales de Skinner. Mexico D.F: 9<sup>o</sup> edi. Interamericana, 1993.

- 12.- **Rosen SL:** Fundamentals and principles of polymeric materials. New York: John Wiley and Sons, 1982.
- 13.- **Chang R:** Química. Madrid: 4ª edi. Mc Graw Hill, 1997.
- 14.- **Smith BGN, Wright P and Brown D:** Utilización clínica de los materiales dentales. Barcelona: 1ª edi, Masson,S.A. 1996.
- 15.- **Staudinger H:** The formation of high polymers of unsaturated sustancias. Transcripción Faraday Soc 1936; 32:97-112.
- 16.- **Dostal H:** A basics for the reaction kinetics of mixed polymerization. Monatsh 1936; 69: 424-426.
- 17.- **Pepper DC:** Ionic polymerization. Chem Soc Quart Revs 1954; 8:88-121.
- 18.- **Merz E, Alfrey T and Goldfinger G:** Intramolecular reactions in vinyl polymers as a means of investigation of the propagation stop. J Polymer Scie 1946; 1:75-82.
- 19.- **Lowry GG:** The effect of depropagation on copolymer composition. I. General theory for one depropagating monomer. J Polymer Scie 1960; 42: 463-477.
- 20.- **AENOR. UNE-EN-ISO 1567:** Odontología-Polímeros para base de dentaduras. (ISO 1567:1988). AENOR. Madrid. Julio 1995.
- 21.- **INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, SPECIFICATION: DRAFT INTERNATIONAL STANDARD ISO/DIS 1567: Dentistry-**

Denture base polymers.(Revision of second edition ISO 1567:1988). The Organization, 1997.

22.- **Council on dental materials and devices:** American Dental Association specification number 12 for denture base polymers. J Ame Dent Asso 1975; 90: 451-460.

23.- **Planck, H et al:** Polyurethanes in biomedical engineering II. Amsterdam: Elsevier Science Publishers B.V. 1987.

24.- **Stafford GD, Bates JF and Hugget R:** A review of the properties on some ortodhontic bases polymers. J Dent 1983; 11: 294-299.

25.- **Grunewald AH, Paffenbarger GC and Dichson G:** The effect of molding processes on some properties of denture base resins. J Amer Dent Asso 1952; 44: 269-282.

26.- **Anthony DH and Peyton FA:** Dimensional accuracy of base materials. J Prosthe Dent 1962; 12: 67-81.

27.- **McGraw-Hill-Boixareu:** Diccionario de términos científicos y técnicos. Barcelona: Marcombo Boixareu, 1981.

28.- **Williams DF and Cunningham J:** Materiales en la odontología clínica. Buenos Aires: 1ª Edi. Mundi S.A.I.C. y F. 1982.

29.- **Rodriguez Gonzalez MA:** Estudio de las variaciones dimensionales (subsidiarias a la polimerización) acontecidas en los acrílicos utilizados

como bases protéticas. Tesis doctoral. Oviedo, Diciembre 1987.

30.- **Del Río J**: Estudio experimental de las propiedades de los compuestos sintéticos orgánicos macromoleculares en prótesis estomatológica y sus modificaciones. Tesis doctoral. Madrid. Universidad Complutense de Madrid. Facultad de Medicina. Escuela de Estomatología, 1985.

31.- **May KB, Razzoog ME, Koran A and Robinson E**: Denture base resins: Comparison study of color stability. J Prosthet Dent 1992; 68: 78-82.

32.- **Khan Z, von Fraunhofer JA and Razavi R**: The staining characteristics, transverse strength and microhardness of a visible light-cured base material. J Prosth Dent 1987; 57 (3): 384-386.

33.- **Craig RG, O'Brien WJ and Powers JM**: Materiales dentales. Propiedades y manipulación. Madrid: 1ª edi. Mosby, 1996.

34.- **Rodford R**: The development of high impact strength denture-base materials. J Dent 1986;14: 214-217.

35.- **Rodford RA**: Further development and evaluation of high impact strength denture base materials. J Dent 1990; 18(3): 151-157.

36.- **Szabo Gy, Stafford GD and Huggett R**: Effect of an ultraviolet light-activated coating on the indentation resistance of some denture base polymers. Quintessence Of Dental Technology Sep 1986; 10 (8):523-527.

- 37.- **Devlin H, Cash AJ and Watts DC:** Mechanical behaviour and structure of light-cured special tray materials. *J Dent* 1995; 23: 255-259.
- 38.- **Vega del Barrio JM:** Materiales en odontología: Fundamentos. biológicos, clínicos, biofísicos y fisico-químicos. Madrid: 1ª Edi. Avances Medico-Dentales, S.L. 1996.
- 39.- **Lindeman MK:** Vinyl ester polymers. En *Encyclopedia of polymers Science and Technology*, vol. 13. Mark HF, Gaylor NG and Bikales NM (eds). New York. Interscience Div. John Willey and Sons, 1970.
- 40.- **Fehling W and Hesby H:** Stress in denture base. *Act Odontol Scand* 1986; 35: 147-153.
- 41.- **Nomura GT, Reisbick MH and Preston JD:** An investigation of epoxy resin dies. *J Prosthe Dent* 1980; 44:45-57.
- 42.- **Schwartz BB, Leopold RJ and Thompson VP:** Linear dimensional accuracy of epoxy resin and stone dies. *J Prosthe Dent* 1981; 45:621-632.
- 43.- **Yaman JM and Brandau WE:** An inelastic deformation criterious for delayed failure. *Brit Polym J* 1986; 10: 60-67.
- 44.- **Campbell SD, Riley EJ and Sozio RB:** Evaluation of a new epoxy resin die material. *J Prothe Dent* 1985; 54: 136-140.
- 45.- **Taylor PB:** *Acrylics Resins: Their manipulation.* J Amer Dent Assoc 1941; 28: 373-387.

- 46.- **Lyon HM and Mitchell RJ**: Abrasion resistance of coated gypsum dies. J Oper Dent 1983; 8: 1-9.
- 47.- **Sykora O and Sutow EJ**: Improved fit of maxillary complete dentures processed on high expansion stone casts. J Prosthet Dent 1997; 77(2): 205-208.
- 48.- **Henderson D and Frazier Q**: Communicating with dental laboratory technicians. Dent Clin N Amer 1970; 14: 603-613.
- 49.- **Gibson CS and Johnson RN**: J Soc Chem Ind 1932; 51: 25 T.
- 50.- **Palmer BL and Marcoffey KW**: Investing and packing removable partial denture bases to minimize vertical processing error. J Prosthe Dent 1986; 56: 123-125.
- 51.- **Henderson D and Steffel VL**: McCracken partial denture construction. St. Louis: C.V. Mosby Company, 1969.
- 52.- **Rudd KD**: Processing complete denture whithouth tooth movement. Dent Clin N Amer 1964; 4:675-691.
- 53.- **Keller JC, Lautenschlager EP, Stupp SJ and Marshall GW**: Morphological identification of porosity in set acrylic cements. J Dent Res 1978; 57:128-133.
- 54.- **DENTSPLY DETREY GMBH**: Eisenbahnstrabe 180. D-63303 Dreieich.
- 55.- **Haas AC**: The SR-Ivocap denture system. Trends and Technique 1984; 1 (1): 26-31.



- 56.- **Sykora O and Sutow EJ**: Practical assessment of a continuous-injection denture processing technique (SR-Ivocap). QDT Yearbook 1988: 147-153.
- 57.- **Dentsply / Trubyte Division**: 570 W. College Ave. York, PA 17405-0872.
- 58.- **Peyton FA, Shiere HB and Delgado VP**: Some comparison of shelf curing and heat curing denture resins. J Prosthe Dent 1953; 3: 332-338.
- 59.- **Tuckfield WJ, Worner HK and Guerin BD**: Acrylic resins in dentistry: II. Their use for denture construction. Australian J Dent 1943; 47: 1-5.
- 60.- **Price CA**: The effect of cross-linking agents on the impact resistance of a linear poly(methyl methacrylate) denture-base polymer. J Dent Res 1986; 65(7): 987-992.
- 61.- **Campagni WV**: Los polímeros (plásticos) en prostodoncia. En Materiales dentales en odontología clínica. Reisbick MH (eds). México DF. El Manual Moderno SA de CV, 1985.
- 62.- **Woelfel JB**: Newer Materials and Techniques in Prosthetic Resin Materials. Dent Clin North Am. 1971;15(1): 67-78.
- 63.- **Chitchumnong P, Brooks SC and Stafford GD**: Comparasion of three- and four-point flexural strength testing of denture-base polymers. Dent Mater 1989; 5(1): 2-5.
- 64.- **Katsikas NG, Huggett R, Harrison A et al**: The effect of esthetic fibers on the flow properties of an acrylic resin denture base material. Dent Mater 1994; 10: 2-5.

- 65.- **Phoenix RD**: Denture base materials. Dent Clin North Am 1996; 40(1): 113-120.
- 66.- **Szabo G, Valderhaug J and Ruyter IE**: Some properties of a denture acrylic coating. Acta Odontol Scand 1985; 43(4): 249-256.
- 67.- **El Ghazali S, Glantz PO and Randow K**: On the clinical deformation of maxillary complete dentures. Influence of the processing techniques of acrylate-based polymers. Acta Odontol Scand 1988; 46(5): 287-295.
- 68.- **Arima T, Murata H and Hamada T**: Properties of highly cross-linked autopolymerizing relined acrylic resins. J Prosthet Dent 1995; 73(1): 55-59.
- 69.- **Sadiku ER and Biotidara FO**: The creep behavior of acrylic denture base resins. J Biomater Appl 1996; 10(3): 250-261.
- 70.- **Kurata S and Yamazaki N**: Mechanical properties of poly(alkyl alpha-fluoroacrylate)s as denture-base materials. J Dent Res 1989; 68(3): 481-483.
- 71.- **Mutlu G, Huggett R, Harrison A, Goodwin JW and Hughes RW**: Rheology of acrylic denture-base polymers. Dent Mater 1990; 6(4): 288-293.
- 72.- **Moffattt WG, Pearsal GW and Wulff J**: The structure and properties of materials. New York: John Wiley and Sons inc, 1964. Vol 1.
- 73.- **López Alvarez JL**: Técnicas de laboratorio en prótesis fija. Madrid: Gráficas Martacolor, 1987.
- 74.- **Tsuchiya H, Hoshino Y, Tajima K et al**: Leaching and cytotoxicity of formaldehyde and methyl

methacrylate from acrylic resin denture base materials. *J Prosthet Dent* 1994; 71: 618-624.

75.- **Huggett R, Zissis A, Harrison A et al:** Dimensional accuracy and stability of acrylic resin denture bases. *J Prosthet Dent* 1992; 68(4): 634-640.

76.- **Vallittu PK, Lassila VP and Lappalainen R:** Acrylic resin-fiber composite—Part I: The effect of fiber concentration on fracture resistance. *J Prosthet Dent* 1994; 71(6): 607-612.

77.- **Vallittu PK, Miettinen V and Alakuijala P:** Residual monomer content and its release into water from denture base materials. *Dent Mater* 1995; 11: 338-342.

78.- **Salim S, Sadamori S and Hamada T:** The dimensional accuracy of rectangular acrylic resin specimens cured by three denture base processing methods. *J Prosthet Dent* 1992; 67(6): 879-881.

79.- **Huggett R, Brooks SC, Jones N et al:** The measurement of the setting characteristics of rigid autopolymerizing resins for direct use in the oral cavity. *J Oral Rehabil* 1988; 15(6): 599-604.

80.- **Kalipcilar B, Karaagaclioglu L and Hasanreisoglu U:** Evaluation of the level of residual monomer in acrylic denture base materials having different polymerization properties. *J Oral Rehabil* 1991; 18(5): 399-401.

81.- **Klappert HF, Schuren M and Fritsch F:** Prueba de la resistencia a largo plazo de la unión entre metal y

resina bajo la influencia de cambios de temperatura. Quintessence (ed. Esp) 1996; 5 (vol. VII): 255-269.

82.- **Sadamori S, Kotani H and Hamada T**: The usage period dentures and their residual monomer contents. J Prosthet Dent 1992; 68(2): 374-376.

83.- **Tsuchiya H, Hoshino Y, Kato H et al**: Flow injection analysis of formaldehyde leached from denture-base acrylic resins. J Dent 1993; 21(4): 240-243.

84.- **Jepson NJ, McCabe JF and Storer R**: Evaluation of the viscoelastic properties of denture soft lining materials. J Dent 1993; 21(3): 163-170.

85.- **Szabo G, Stafford GD, Huggett R and Brooks SC**: The loss of residual monomer from denture base polymers coated with an ultraviolet light-activated polymer. Dent Mater 1987; 3(2): 64-66.

86.- **Lefebvre CA, Knoernschild KL and Schuster GS**: Cytotoxicity of eluates from light-polymerized denture base resins, J Prosthet Dent 1994; 72(6): 644-650.

87.- **Weaver RG and Ryge G**: Advancements in processing techniques. J Alabama Dent Asso 1969; 53: 22-26.

88.- **Harrison A and Huggett R**: Effect of the curing cycle on residual monomer levels of acrylic resin denture base polymers. J Dent 1992; 20: 370-374.

89.- **Dogan A, Bek B, Cevik NN et al**: The effect of preparation conditions of acrylidenture base materials on the level of residual monomer, mechanical properties and water absorption. J Dent 1995; 23(5): 313-318.

- 90.- **Yeung KC, Chow TW and Clark RK:** Temperature and dimensional changes in the two-stage processing technique for complete dentures. *J Dent* 1995; 23(4): 245-253.
- 91.- **Monsenego P, Baszkin A, Costa ML and Lejoyeux J:** Complete denture retention. Part II: Wettability studies on various acrylic resin denture base materials. *J Prosthet Dent* 1989; 62(3): 308-312.
- 92.- **Bahannan SA, Connelly ME and Mueninghoff LA:** Application of silica coating technique for removable prosthodontics. A clinical report. *J Prosthet Dent* 1991; 65 (1): 1-3.
- 93.- **Arima T, Nikawa H, Hamada T et al:** Composition and effect of denture base resin surface primers for relined acrylic resins. *J Prosthet Dent* 1996; 75(4): 457-462.
- 94.- **Nimmo A:** Correction of the posterior palatal seal by using a visible light-cured resin: A clinical report. *J Prosthet Dent* 1988; 59 (5): 529-531.
- 95.- **Huband ML:** Spacer made from a visible light-cured resin for processing denture soft liners. *J Prosthet Dent* 1992; 68(3): 542-544.
- 96.- **Kutay O:** A silicone rubber spacer used to determine the optimum thickness for hard and resilient materials in complete dentures. *J Prosthet Dent* 1993; 69(3): 329-332.
- 97.- **Andreopoulos AG, Polyzois GL:** Repair of denture base resins using visible light-cured materials. *J Prosthet Dent* 1994; 72(5): 462-468.

- 98.- **Tan HH, Brudvik JS, Nicholls JI, Smith DE:**  
Adaptation of a visible light-cured denture base material.  
J Prosthet Dent 1989; 61(3): 326-331.
- 99.- **Takamata T, Setcos JC, Phillips RW and Boone ME:** Adaptation of acrylic resin dentures as influenced by the activation mode of polymerization. J Am Dent Assoc 1989; 119(2): 271-276.
- 100.- **INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, SPECIFICATION 3336:** Dentistry-Synthetic polymer teeth. The Organization, 1977.
- 101.- **INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, SPECIFICATION 7491:** Dental materials-Determination of colour stability of dental polymeric materials. International Organization for Standardization, 1985.
- 102.- **INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, SPECIFICATION 8601:** Data elements and interchange formats-information interchange-Representation of dates and times. International Organization for Standardization, 1988.
- 103.- **INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, SPECIFICATION ISO/TR 7405:** Biological evaluation of dental materials. International Organization for Standardization, 1984.
- 104.- **American Dental association:** Guide to dental materials and devices. Chicago: 7 edi, Am Dent Assoc, 1974-75.

- 105.- **American Dental Association:** Revision of ANSI/ADA specification 15 for synthetic resin teeth, Chicago. Am Dent Assoc 1981: 6-10.
- 106.- **Vallittu PK:** Peak temperatures of some prosthetic acrylates on polymerization. J Oral Rehabil 1996; 23(11): 776-781.
- 107.- **Ristic B and Carr L:** Water absorption by denture acrylic resin and consequent changes in vertical dimension. J prosthet Dent 1987;58: 689-93.
- 108.- **Koda T, Tsuchiya, H Yamauchi M et al:** High-Performance liquid chromatographic stimulation of eluates from denture base polymers. J Dent 1989;17(2): 84-89.
- 109.- **Ming XC, Changxi S and Weizhou H:** Rapid-processing procedure for heat polymerization of polymethyl methacrylate in a pressure cooker with automatic controls. J Prosthet Dent 1996; 76: 445-447.
- 110.- **Asad T, Watkinson AC and Hugget R:** The effect of disinfection procedures on flexural properties of denture base acrylic resins. J Prosthet Dent 1992; 68(1): 191-195.
- 111.- **Jerolimov V, Huggett R, Brooks SC and Bates JF:** The effect of variations in the polymer/monomer mixing ratios on residual monomer levels and flexural properties of denture base materials. Quintessence Dent Technol 1985; 9(7): 431-434.
- 112.- **Szabo Gy, Stafford G.D and Huggett R:** Some mechanical properties of denture-base polymers treated

with an ultraviolet light-activated coating material. J Dent 1987; 15: 261-265.

113.- **Barsby MJ**: A denture base resin with low water absorption. J Dent 1992; 20: 240-244.

114.- **Shen C, Colaizzi FA and Birns B**: Strength of denture repairs as influenced by surface treatment. J Prosth Dent 1984; 52 (6):844-848.

115.- **Ogle RE, Sorensen SE and Lewis EA**: A new visible light cured resin system applied to removable prosthodontics. J Prosthet Dent 1986; 56: 497-506.

116.- **Williamson DL, Boyer DB, Aquilino SA and Leary JM**: Effect of polyethylene fiber reinforcement on the strength of denture base resins polymerized by microwave energy. J Prosthet Dent 1994; 72(6): 635-638.

117.- **Khan Z, Razavi R and von Franunhofer JA**: The physical properties of a visible light-cured temporary fixed partial denture material. J Prosthet Dent 1988; 60 (5): 543-545.

118.- **Vallittu PK and Lassila VP**: Reinforcement of acrylic resin denture base material with metal or fibre strengtheners. J Oral Rehabil 1992; 19(3): 225-230.

119.- **Andreopoulos AG, Polyzois GL, Demetriou PP**: Repairs with visible light-curing denture base materials. Quintessence Int 1991; 22: 703-706.

120.- **Beyli MS and Von Fraunhofer JA**: Repair of fractured acrylic resin. J Prosth Dent 1980; 44 (5): 497-503.



- 121.- **Wiebelt FJ, Duncanson MG and Stratton RJ:** Comparison of bond strengths of polymethylmethacrylate and alpha cyanoacrylate. *J Prosthe Dent* 1982; 47 (6): 603-605.
- 122.- **Caswell CW and Norling BK:** Comparative study of the bond strengths of three abrasion-resistant plastic denture teeth bonded to a cross-linked and a grafted, cross-linked denture base material. *J Prosthet Dent* 1986;55(6):701-708.
- 123.- **Clancy JMS and Boyer DB:** Comparative bond strengths of light-cured, heat-cured, and autopolymerizing denture resins to denture teeth. *J Prosth Dent* 1989; 61 (4): 457-462.
- 124.- **Cucci AL, Giampaolo ET, Leonardi P et al:** Unrestricted linear dimensional changes of two hard chairside reline resins and one heat-curing acrylic resin. *J Prosthet Dent* 1996; 76(4): 414-417.
- 125.- **Mutlu G, Huggett R and Harrison A:** Determination of doughing and manipulation times of acrylic resin denture base material and a proposal for a specification for a packing plasticity test. *J Dent* 1992; 20(5): 311-317.

## **13- APENDICE: NORMAS I.S.O.**

ICS 11.060.10

Julio 1995

## TÍTULO

**Odontología**

**Polímeros para base de dentaduras**

(ISO 1567:1988)

*Dentistry. Denture base polymers. (ISO 1567:1988).*

*Art dentaire. Polymères pour base de prothèses dentaires. (ISO 1567:1988).*

## CORRESPONDENCIA

Esta norma UNE es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN ISO 1567 de fecha enero de 1995, que a su vez adopta íntegramente la Norma Internacional ISO 1567:1988.

## OBSERVACIONES

## ANTECEDENTES

Esta Norma Española ha sido elaborada por el comité técnico AEN/CTN 106 *Odontología* cuya Secretaría desempeña FENIN.

ICS 11.060.10

Julio 1995

## TÍTULO

Odontología

Polímeros para base de dentaduras

(ISO 1567:1988)

*Dentistry. Denture base polymers. (ISO 1567:1988).*

*Art dentaire. Polymères pour base de prothèses dentaires. (ISO 1567:1988).*

## CORRESPONDENCIA

Esta norma UNE es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN ISO 1567 de fecha enero de 1995, que a su vez adopta íntegramente la Norma Internacional ISO 1567:1988.

## OBSERVACIONES

## ANTECEDENTES

Esta Norma Española ha sido elaborada por el comité técnico AEN/CTN 106 *Odontología* cuya Secretaría desempeña FENIN.

ICS 11.060.10

**Descriptor:** Odontología, prótesis dental, material dental, plástico, especificación, ensayo, embalaje, marcado.

Versión en español

**Odontología**  
**Polímeros para base de dentaduras**  
**(ISO 1567:1988)**

Dentistry. Denture base polymers.  
(ISO 1567:1988).

Art dentaire. Polymères pour base de  
prothèses dentaires. (ISO 1567:1988).

Zahnheilkunde.  
Prothesenkunststoffe.  
(ISO 1567:1988).

Esta Norma Europea ha sido aprobada por CEN el 1995-01-04. Los miembros de CEN están sometidos al Reglamento Interior de CEN/CENELEC que define las condiciones dentro de las cuales debe adoptarse, sin modificación, la Norma Europea como norma nacional.

Las correspondientes listas actualizadas y las referencias bibliográficas relativas a estas normas nacionales, pueden obtenerse en la Secretaría Central de CEN, o a través de sus miembros.

Esta Norma Europea existe en tres versiones oficiales (alemán, francés e inglés). Una versión en otra lengua realizada bajo la responsabilidad de un miembro de CEN en su idioma nacional, y notificada a la Secretaría Central, tiene el mismo rango que aquéllas.

Los miembros de CEN son los organismos nacionales de normalización de los países siguientes: Alemania, Austria, Bélgica, Dinamarca, España, Finlandia, Francia, Grecia, Irlanda, Islandia, Italia, Luxemburgo, Noruega, Países Bajos, Portugal, Reino Unido, Suecia y Suiza.

**CEN**  
**COMITÉ EUROPEO DE NORMALIZACIÓN**  
European Committee for Standardization  
Comité Européen de Normalisation  
Europäisches Komitee für Normung  
**SECRETARÍA CENTRAL: Rue de Stassart, 36 B-1050 Bruxelles**

### ANTECEDENTES

Esta Norma Europea fue asumida por el Comité Técnico CEN/TC 55 *Odontología* de los trabajos de ISO/TC 106 *Odontología* de la Organización Internacional de Normalización (ISO).

El texto fue sometido al Procedimiento de Aceptación Único (UAP) y aprobado como Norma Europea.

Esta Norma Europea deberá recibir el estatus de norma nacional ya sea por la publicación de un texto idéntico a la misma o mediante ratificación, antes de julio de 1995, y todas las normas nacionales que se le opongan deberán anularse antes de julio de 1995.

De acuerdo con el Reglamento Interior de CEN/CENELEC, los siguientes países están obligados a adoptar esta Norma Europea: Alemania, Austria, Bélgica, Dinamarca, España, Finlandia, Francia, Grecia, Irlanda, Islandia, Italia, Luxemburgo, Noruega, Países Bajos, Portugal, Reino Unido, Suecia y Suiza.

### DECLARACIÓN

El texto de la Norma Internacional ISO 1567:1988 ha sido aprobado por CEN como Norma Europea sin ninguna modificación.

NOTA - Las referencias a publicaciones internacionales se relacionan en el anexo ZA (Normativo).

## 0 INTRODUCCIÓN

Esta edición revisada de la Norma ISO 1567 se elaboró a la luz de la experiencia que se obtuvo con el uso de la primera edición (Norma ISO 1567:1978). Las modificaciones principales se pueden encontrar en los procedimientos de ensayo, el cálculo de la absorción de agua, la solubilidad y en los procedimientos de ensayo sobre la estabilidad del color. También se ha incluido un requisito para la compatibilidad (unión) con los dientes a base de polímeros sintéticos. En consecuencia, la mayoría de los materiales autopolimerizados (polímeros del tipo II) y termoplásticos (tipo III) llevan en la etiqueta la declaración siguiente: "NO SE UNIRÁ A LOS DIENTES A BASE DE POLÍMERO SINTÉTICO".

Esta Norma Internacional no incluye requisitos específicos cualitativos y cuantitativos relativos a la ausencia de riesgos biológicos pero se recomienda que cuando se evalúen los posibles riesgos biológicos o toxicológicos se haga referencia al documento ISO/TR 7405.

## 1 CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Esta Norma Internacional ofrece una clasificación de, y especifica los requisitos para, los polímeros que se usan para base de dentaduras; este documento también especifica los métodos de ensayo para determinar el cumplimiento de dichos requisitos.

Esta Norma Internacional se aplica a los polímeros para base de dentaduras siguientes:

- a) poli(ésteres de ácido acrílico);
- b) poli(ésteres de ácido acrílico sustituido);
- c) poli(ésteres de vinilo);
- d) poliestireno;
- e) elastómero modificado de poli(ésteres de ácido metacrílico);
- f) policarbonatos;
- g) polisulfonas;
- h) copolímeros o una mezcla de los polímeros mencionados desde a) hasta g).

1.2 Aunque esta Norma Internacional no exige que los fabricantes declaren detalles sobre la composición, se debe tener presente el hecho de que algunas autoridades nacionales o internacionales exigen ese tipo de información.

## 2 NORMAS PARA CONSULTA

Las normas que a continuación se relacionan contienen disposiciones válidas para esta Norma Internacional. En el momento de la publicación las ediciones indicadas estaban en vigor. Toda norma está sujeta a revisión por lo que las partes que basen sus acuerdos en esta Norma Internacional deben estudiar la posibilidad de aplicar la edición más reciente de las normas indicadas a continuación. Los miembros de CEI y de ISO poseen el registro de las Normas Internacionales en vigor en cada momento.

ISO 3336:1977 – *Odontología. Dientes de resina sintética.*

ISO 7491:1985 – *Materiales dentales. Determinación de la estabilidad del color de los materiales dentales a base de polímeros.*

ISO 8601:1988 – *Elementos de datos y formatos de intercambio. Intercambio de información. Representación de la fecha y de la hora.*

ISO/TR 7405:1984 – *Evaluación biológica de los materiales dentales.*

### 3 CLASIFICACIÓN

Los polímeros para base de dentaduras cubiertos por esta Norma Internacional son de los tipos y clases siguientes:

#### Tipo I: Polímeros termoprosados

- Clase 1: Polvo y líquido
- Clase 2: Pastilla plástica

#### Tipo II: Polímeros autopolimerizados

- Clase 1: Polvo y líquido
- Clase 2: Polvo y resinas líquidas fluidas

#### Tipo III: Polvo termoplástico para conformar la base de la dentadura

## 4 REQUISITOS

### 4.1 Composición

Véase apartado 1.2 sobre la composición.

### 4.2 Componente líquido

**4.2.1 Generalidades.** El líquido será, esencialmente, un material monomérico compatible con el polvo. Cuando se inspeccione, dicho líquido será claro y no tendrá precipitados o sedimentos (véase apartado 7.1).

**4.2.2 Estabilidad térmica.** El líquido no mostrará espesamiento o decoloración cuando se compare con la muestra original (véase 7.1), tras haberse mantenido en un envase cerrado y opaco durante 24 h a  $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

### 4.3 Componentes sólidos

Los componentes sólidos o semisólidos estarán exentos de materias extrañas cuando se inspeccionen (véase 7.1).

### 4.4 Resina no procesada, plasticidad de la compactación

Cuando las resinas del tipo I y de la clase 1 y 2 se someten a ensayo de acuerdo con el apartado 7.2 y a los tiempos de compactación inicial y final recomendados por el fabricante, se podrán introducir en, al menos, dos de los agujeros del troquel (véase la figura 1) hasta una profundidad de al menos 0,5 mm (véase 7.1).

Cuando se preparen de acuerdo con las instrucciones del fabricante, los polímeros del tipo III producirán una lámina probeta (véase la figura 3) de bordes bien definidos.

### 4.5 Material polimerizado



**4.5.1 Calidad.** Cuando se procese de acuerdo con las instrucciones del fabricante, el polímero producirá una base de dentadura que cumpla los requisitos que se establecen en esta Norma Internacional.

**4.5.2 Propiedades de la superficie.** Cuando se preparan según el modo de empleo y con los materiales que el fabricante recomienda, las probetas, preparadas de acuerdo con los apartados 7.3.2 y 7.4.1, presentarán una superficie lisa, dura y brillante. Las probetas de ensayo para estudiar la absorción y la solubilidad mantendrán su forma sin deformación después del procesamiento. Cuando se pulan con los métodos dentales convencionales, el polímero presentará una superficie lisa y con mucho brillo (véase apartado 7.1).

**4.5.3 Biocompatibilidad.** Véase la Introducción

**4.5.4 Color.** Las muestras se prepararán de acuerdo con el apartado 7.4.1 y se inspeccionarán de acuerdo con el apartado 7.1.

Una vez procesado, el polímero coloreado tendrá el color que el fabricante declare y corresponderá con la guía de tonalidades del fabricante, si se suministrara. El polímero será translúcido (véanse los apartados 4.5.5 y 7.4.2) y estará uniformemente pigmentado o moteado.

Los polímeros incoloros serán efectivamente incoloros y transparentes.

Si las instrucciones del fabricante (véase 8.3) permiten el uso de otros medios de separación además del papel de aluminio, el color y la apariencia general de la superficie del polímero procesado en dichos medios y pulido según los métodos dentales convencionales, no serán diferentes de los resultados que se obtienen cuando el polímero se procesa al contacto de papel de aluminio y se pule de forma similar.

**4.5.5 Translucidez.** Cuando se someta a ensayo de acuerdo con el apartado 7.4.2, el disco opaco iluminado será visible desde el lado opuesto de la lámina de la probeta de ensayo (véase 7.1).

**4.5.6 Ausencia de porosidad.** Cuando se prepare de acuerdo con el apartado 7.4.3, las bandas de la probeta de ensayo no mostrarán oquedades (véase 7.1) cuando se observen a simple vista (véase 7.4.4).

**4.5.7 Absorción.** Cuando el polímero procesado se someta a ensayo de acuerdo con el apartado 7.3, el aumento de masa por unidad de volumen (absorción de agua) no excederá de  $32 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  para los materiales del tipo I, tipo II o tipo III.

**4.5.8 Solubilidad.** Cuando el polímero procesado se someta a ensayo de acuerdo con el apartado 7.3, la pérdida de masa por unidad de volumen (materia soluble) no excederá de  $1,6 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  para los materiales del tipo I y tipo III y no excederá de  $8,0 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  para los materiales del tipo II.

**4.5.9 Deflexión transversal.** Cuando se determine de acuerdo con el apartado 7.4.5, la deflexión transversal del polímero procesado cumplirá los requisitos que se especifican en la tabla 1, cuando se ensaya en agua a  $37 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ . La fuerza de ruptura transversal no será inferior a 55 N para los polímeros del tipo I y tipo III y no será inferior a 50 N para los polímeros del tipo II.

**Tabla 1**  
**Deflexión transversal**

Aumento de la fuerza N	Deflexión transversal mm	
	mín.	máx.
Entre 15 y 35	1	2,5
Entre 15 y 50	2	5

**4.5.10 Estabilidad del color.** Cuando se sometan a ensayo de acuerdo con el apartado 7.5, las probetas de ensayo no mostrarán (véase apartado 7.1) más que un ligero cambio en el color, el cual se percibirá con dificultad.

**4.5.11 Unión con los dientes de polímero sintético.** En caso de los polímeros de base para dentaduras destinadas a utilizarse con los dientes de polímero sintético, o bien

- el polímero se podrá unir con los dientes poliméricos que cumplen los requisitos de la Norma ISO 3336, o
- el envase externo y los recipientes llevarán una declaración sobre la imposibilidad de la unión [véanse 8.2.1 l) y el 8.2.2 l)], o
- el envase externo y los recipientes ofrecerán información sobre los tratamientos especiales necesarios para obtener la unión adecuada [véanse 8.2.1 m) o 8.2.2 m)].

## 5 OBTENCIÓN DE MUESTRAS DE ENSAYO

La muestra de ensayo deberá ser uno o varios envases del mercado que contengan la suficiente cantidad de material como para realizar los ensayos especificados, más una cantidad adicional suficiente para cualquier repetición de los ensayos. Si se necesita más de un envase, el material provendrá del mismo lote de producción.

## 6 PREPARACIÓN DE LAS PROBETAS DE ENSAYO

### 6.1 Condiciones ambientales

Las probetas de ensayo se prepararán a  $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  y a una humedad relativa de  $50\% \pm 10\%$ , salvo en los casos en los que el fabricante especifique otros valores.

### 6.2 Procedimiento

Se preparan probetas de ensayo a partir de resinas proporcionadas, mezcladas, envasadas y procesadas de acuerdo con las instrucciones del fabricante (véase 8.3).

## 7 MÉTODOS DE ENSAYO

### 7.1 Requisitos de inspección

Las probetas de ensayo se inspeccionan a simple vista a fin de determinar el cumplimiento de los requisitos que se establecen en los apartados 4.2, 4.3, 4.4, 4.5.2, 4.5.4, 4.5.5, 4.5.6 y 4.5.10 y el capítulo 8. La inspección del color (véase 4.5.4) y la estabilidad del color (véase 4.5.10) se realiza de acuerdo con la Norma ISO 7491.

### 7.2 Plasticidad del empaquetado

#### 7.2.1 Aparatos

**7.2.1.1 Troquel de latón perforado,** con las medidas que se muestran en la figura 1 y cuyas perforaciones medirán  $0,75\text{ mm} \pm 0,05\text{ mm}$  de diámetro.

**7.2.1.2 Placa de vidrio,** con las medidas siguientes:  $60\text{ mm} \pm 5\text{ mm} \times 60\text{ mm} \pm 5\text{ mm} \times 5\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ .

**7.2.1.3 Peso,** capaz de aplicar una fuerza de 50 N.

**7.2.2 Condiciones de ensayo.** El troquel de latón perforado (véase apartado 7.2.1.1) y la placa de vidrio (véase 7.2.1.2) se mantendrán a temperatura ambiente, salvo en los casos en los que el fabricante declare lo contrario.

**7.2.3 Procedimiento.** Se prepara una muestra de la resina con una masa de 8 g a 10 g, de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Inmediatamente antes del tiempo recomendado para el inicio del empaquetado [véase 8.3 c)], se conforma la muestra hasta lograr un grosor de 5 mm aproximadamente, se coloca en la cara superior del troquel de latón perforado y se cubre con una película de celulosa regenerada o de polietileno. Llegado el tiempo de empaquetado recomendado, se coloca con cuidado la placa de vidrio y el peso encima (véase 7.2.1.3). 10 min más tarde se retira el peso. Cuando el material esté consistente, se registra la profundidad de la penetración con una precisión de 0,2 mm midiendo desde la cara inferior del troquel hasta el polímero introducido y restando este valor al grosor del troquel. Se repite el ensayo en el tiempo de trabajo máximo recomendado por el fabricante [véase 8.3 c)].

Se anota el número de agujeros en los que se registró una profundidad de penetración mayor de 0,5 mm.

### 7.3 Absorción de agua y solubilidad

#### 7.3.1 Aparatos y materiales

##### 7.3.1.1 Desecador

7.3.1.2 Bastidor para mantener las probetas paralelas y separadas.

7.3.1.3 Horno o incubadora que se pueda mantener a una temperatura de  $37\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ .

7.3.1.4 Molde de acero inoxidable con tapa, con las medidas que se muestran en la figura 2, montado en yeso en las dos mitades separadas de una mufla.

7.3.1.5 Hoja de poliéster, con un espesor de  $50\text{ }\mu\text{m} \pm 25\text{ }\mu\text{m}$  y 80 mm de diámetro.

7.3.1.6 Gel de silicio, recientemente secado durante 5 h a  $130\text{ °C}$ .

7.3.1.7 Agua, preparada con uno de los métodos siguientes:

- a) por destilación múltiple;
- b) por destilación seguida de desionización;
- c) por destilación seguida de ósmosis inversa.

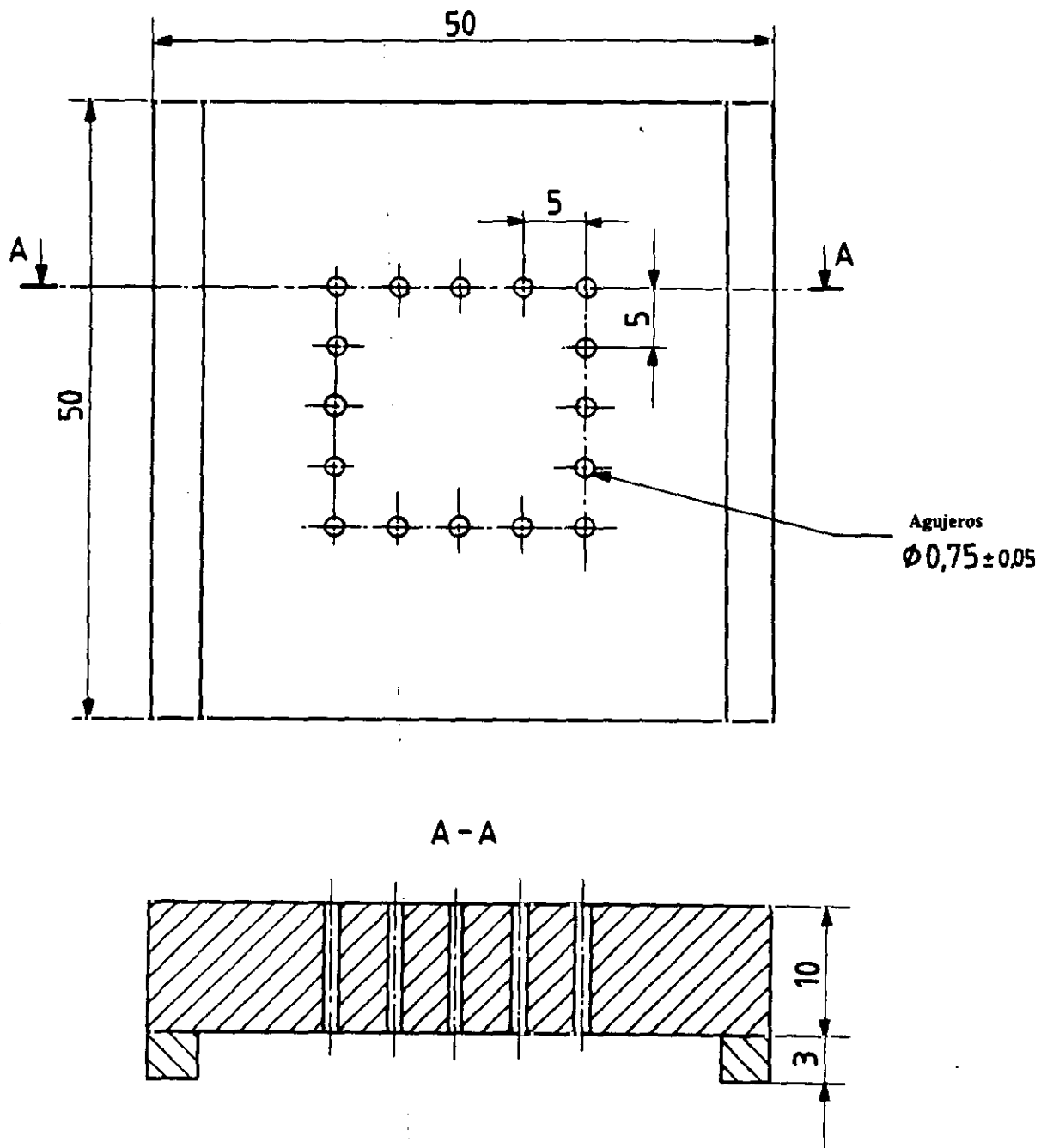
**7.3.2 Preparación de los discos de las probetas de ensayo.** Se prepararán tres probetas de ensayo.

Se mezcla la resina y la mezcla se empaqueta en el molde (véase 7.3.1.4) con la hoja de poliéster (véase 7.3.1.5) contra la tapa de acero del molde. Se procede al mezclado de acuerdo con las instrucciones del fabricante manteniendo la hoja de poliéster durante el ciclo de procesamiento.

Se verifica que cada uno de los discos probeta tiene un diámetro de  $50\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ , un espesor de  $0,5\text{ mm} \pm 0,1\text{ mm}$  y que sus superficies superior e inferior son planas.

NOTA - Si los polímeros del tipo III y las resinas en cápsulas predosificadas precisan un equipo especial, el fabricante deberá proporcionar las probetas de ensayo y/o el equipo necesario.

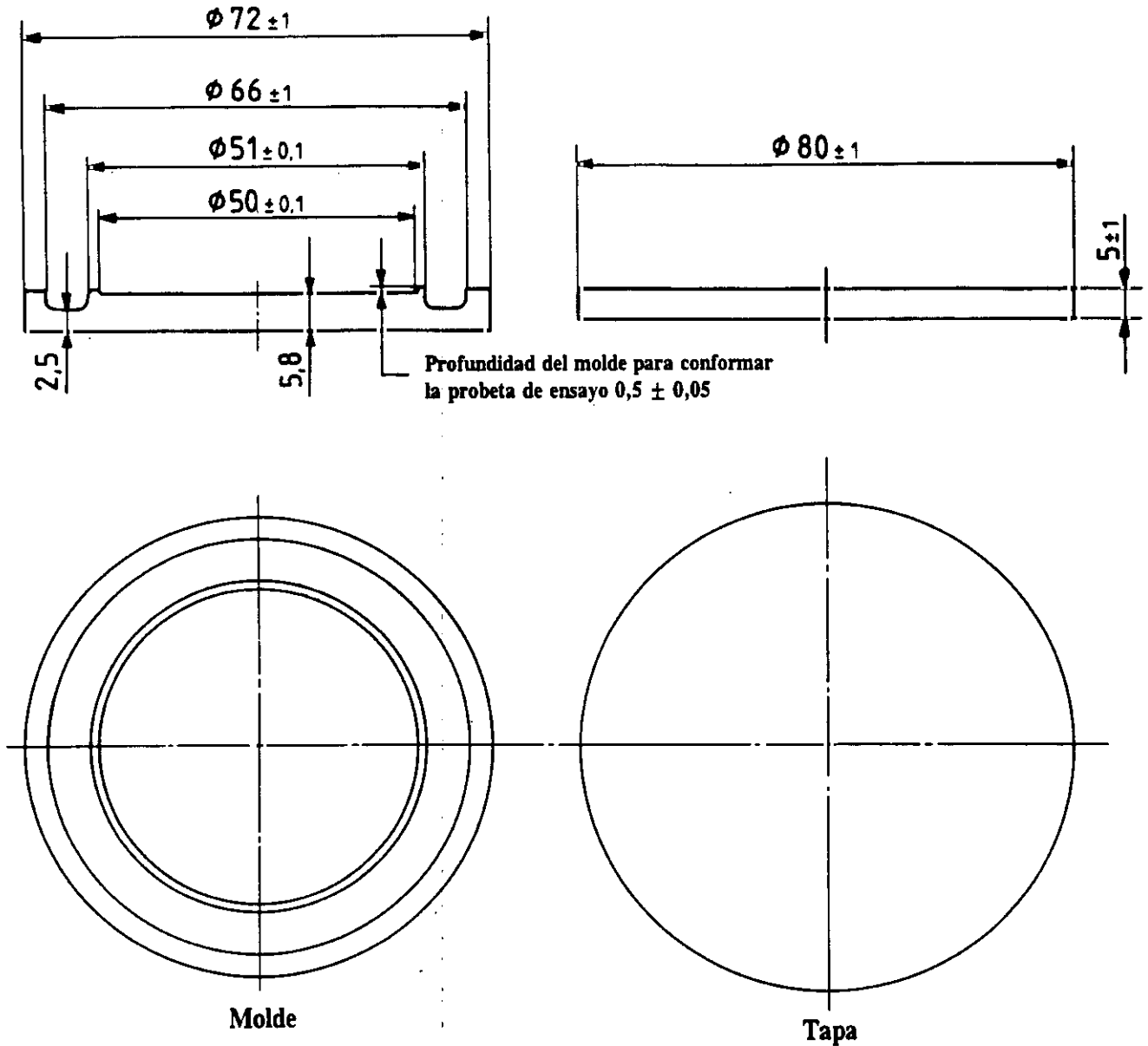
Medidas en milímetros



NOTA - Las tolerancias de las medidas no especificadas serán de  $\pm 1$  mm.

Fig. 1 - Troquel de latón para el ensayo de plasticidad del empaquetado (véase apartado 7.2.1.1)

Medidas en milímetros



NOTA - Las tolerancias de las medidas no especificadas serán de  $\pm 0,2$  mm.

Fig. 2 - Molde y tapa de acero inoxidable para las probetas de ensayo de absorción y solubilidad (véase apartado 7.3.1.4)

### 7.3.3 Procedimiento de ensayo

7.3.3.1 Se colocan las probetas de ensayo en el bastidor (véase apartado 7.3.1.2) dentro del desecador (véase 7.3.1.1). Se coloca el desecador en el horno (véase 7.3.1.3) a  $37\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  durante 23 h, tras lo cual se retira del horno y se deja enfriar a temperatura ambiente por espacio de 1 h. Se pesa cada una de las probetas a  $23\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  con una precisión de 0,0002 g; durante el proceso de pesado, el desecador se abrirá y cerrará lo más rápidamente posible cuando se retiren y repongan las probetas. Después que se hayan pesado todas las probetas, se sustituye el gel de silicio del desecador por otro que se haya secado recientemente (véase 7.3.1.6).

7.3.3.2 Se repite el ciclo descrito en el apartado 7.3.3.1 hasta que se logre una masa constante,  $m_1$ , llamada "masa acondicionada", es decir, hasta que la pérdida de masa de cada disco probeta sea inferior a 0,0002 g entre pesadas sucesivas.

7.3.3.3 Se sumerge el disco en el agua (véase 7.3.1.7) a  $37\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  durante 7 días. Tras este período, se retira el disco del agua con pinzas, se seca con un paño hasta que quede libre de toda humedad, se agita en el aire durante 15 s y se pesa 1 min después de retirado del agua con una precisión de 0,002 g. Esta masa se registra como  $m_2$ .

7.3.3.4 Tras cumplirse el ciclo anterior, se reacondicionan los discos en el desecador hasta lograr una masa constante, según se describe en el apartado 7.3.3.2. Se registra la masa de los discos "reacondicionados" como  $m_3$ .

NOTA - Es esencial que se apliquen las mismas condiciones que en el primer proceso de secado (véase 7.3.3.1), usando la misma cantidad de probetas de ensayo en el desecador y con gel de silicio recién secado.

7.3.3.5 Se calcula el volumen,  $V$ , de la probeta de ensayo a partir del diámetro y el valor medio de cinco mediciones del espesor, una tomada en el centro y las otras cuatro en puntos situados a igual distancia de la circunferencia. La medición del diámetro y el espesor de las probetas de ensayo se realizará antes de sumergir las probetas en el agua.

### 7.3.4 Expresión de los resultados

7.3.4.1 Se calcula el valor de la absorción de agua,  $w_{sp}$ , de cada disco, expresado en microgramos por milímetro cúbico, con la ecuación siguiente:

$$w_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

donde

$m_2$  es la masa del disco, en microgramos, después de la inmersión (véase 7.3.3.3);

$m_3$  es la masa reacondicionada del disco, en microgramos (véase 7.3.3.4);

$V$  es el volumen del disco, en milímetros cúbicos (véase 7.3.3.5).

7.3.4.2 Se calcula la materia soluble por unidad de volumen,  $w_{sl}$ , lixiviada durante la inmersión, expresada en microgramos por milímetro cúbico para cada disco, con la ecuación siguiente:

$$w_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

donde

$m_1$  es la "masa acondicionada" del disco, en microgramos (véase 7.3.3.2);

$m_3$  y  $V$  son iguales que el apartado 7.3.4.1.

7.3.4.3 Con respecto a la absorción de agua, se redondea el promedio de las determinaciones al microgramo por milímetro cúbico más cercano; en el caso de la solubilidad, se redondea a 0,1  $\mu\text{g}$  por milímetro cúbico más cercano.

Se conservan dos de estos discos para el ensayo de la estabilidad del color (véase apartado 7.5).

#### 7.4 Translucidez, ausencia de porosidad y flexibilidad

##### 7.4.1 Preparación de la placa de la probeta de ensayo

###### 7.4.1.1 Aparatos

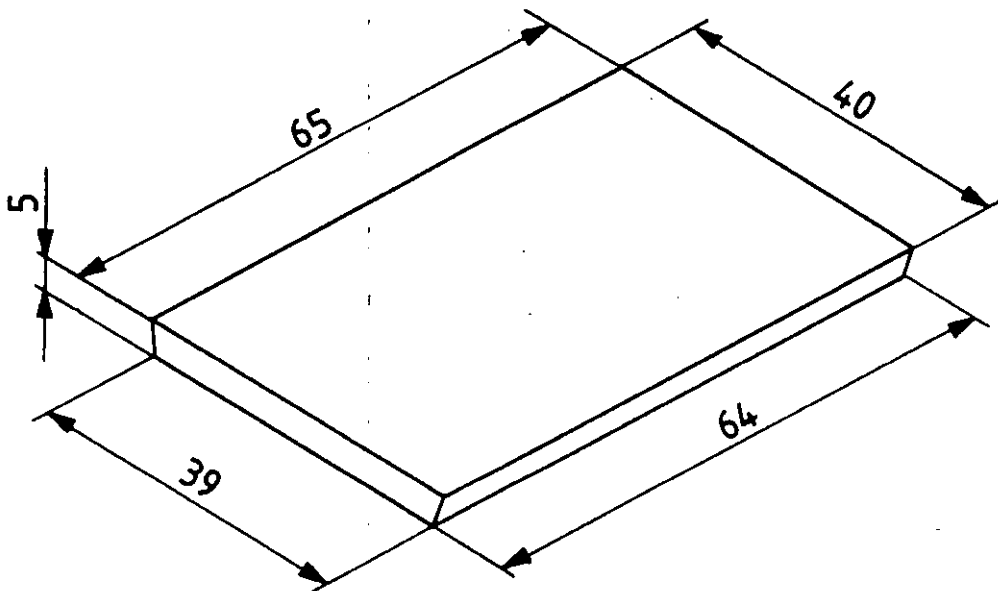
7.4.1.1.1 Mufla, con capacidad para alojar la placa de la probeta de ensayo (véase la figura 3) de manera que las esquinas se encuentren a más de 5 mm de distancia de las paredes de la mufla.

7.4.1.1.2 Molde de la placa probeta, de metal o de polímero.

7.4.1.1.3 Equipo para el procesamiento de la resina, incluyendo yeso o hidrocoloide [véase 8.3 d)].

7.4.1.1.4 Papel abrasivo metalográfico normalizado, de grano de 30  $\mu\text{m}$ <sup>1)</sup> aproximadamente.

Medidas en milímetros



NOTA - Las tolerancias de las medidas serán de  $\pm 1$  mm

Fig. 3 - Modelo de la placa probeta (véase 7.4.1.1.2)

7.4.1.2 Preparación del molde. Se reviste el molde de la placa probeta (véase 7.4.1.1.2) en la mufla (véase 7.4.1.1.1). Se preparan los materiales del tipo II, clase 2 y tipo III presentados en cápsulas, de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

NOTA - Si se requiere un equipo especial, el fabricante deberá proporcionar las placas probeta y/o facilitar el equipo necesario.

1) Se recomienda un papel abrasivo de número normalizado 500 FEPA (Federación Europea para productos Abrasivos); sin embargo, se permite el uso de cualquier otro tipo de papel que cumpla estos requisitos.

**7.4.1.3 Procedimiento.** Se prepara la resina, se empaqueta y se procesa de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Se prepararán dos placas probeta a partir de diferentes mezclas. Se retiran las placas probeta de la mufla y se examinan para ver su conformidad con los apartados 4.5.2, 4.5.4, 4.5.5 y 7.4.2.

**7.4.2 Procedimiento del ensayo de traslucidez.** Se coloca un disco opaco de 10 mm de diámetro sobre uno de los lados de la lámina de la probeta de ensayo pulida y se ilumina con una bombilla opaca de 40 W a 500 mm del lado opuesto de la lámina de ensayo. El ensayo se realiza para verificar el cumplimiento de lo establecido en el apartado 4.5.5.

**7.4.3 Preparación de las tiras de la probeta.** Se preparan seis tiras de probeta.

Cada placa se sierra longitudinalmente de manera que se logren tres tiras iguales de 64 mm de largo,  $10 \text{ mm} \pm 0,03 \text{ mm}$  de ancho y  $2,5 \text{ mm} \pm 0,03 \text{ mm}$  de espesor. Se repasan los bordes de las tiras a distancias iguales de las superficies moldeadas de manera que las dimensiones sean un poco mayores. Se tendrá cuidado en no sobrecalentar la probeta. Con el papel abrasivo metalográfico apropiado (véase apartado 7.4.1.1.4), se liján en húmedo todas las caras y bordes de las tiras para obtener la anchura y el espesor requerido y las superficies lisas y planas.

**7.4.4 Ausencia de porosidad.** Se examinan las tiras de las probetas de acuerdo con el apartado 7.1 para determinar el cumplimiento de lo establecido en el apartado 4.5.6 y posteriormente se introducen en agua a una temperatura de  $37 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  durante  $50 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$  antes de someterlas al ensayo de flexibilidad.

#### **7.4.5 Flexibilidad**

##### **7.4.5.1 Aparatos**

**7.4.5.1.1 Máquina de ensayo,** calibrada, con una velocidad de avance constante de  $5 \text{ mm/min} \pm 1 \text{ mm/min}$  y dotada de un dispositivo que mida la deformación del centro de la probeta con una precisión de 0,025 mm. Cuando se calibre la máquina se tendrá presente cualquier fuerza ejercida que el dispositivo de medida de la deformación registre.

**7.4.5.1.2 Caballete para pruebas,** compuesto por un brazo de carga central y dos soportes con superficies cilíndricas pulidas, de 3,2 mm de diámetro y, al menos, 10,5 mm de largo. Los soportes serán paralelos con una precisión de 0,1 mm y perpendiculares a la línea central longitudinal. La distancia entre los centros de los soportes será de  $50 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$  y el pistón de carga se encontrará en la mitad de la distancia que media entre los soportes. Se tomarán medidas tendentes a evitar que la probeta pierda su alineación con los apoyos.

**7.4.5.1.3 Baño María,** que pueda mantener la probeta húmeda y a una temperatura de  $37 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  durante el curso del ensayo.

**7.4.5.2 Procedimiento.** Se toma una de las tiras de la probeta que se prepararon de acuerdo con el apartado 7.4.3 y se almacenaron de acuerdo con el apartado 7.4.4 e inmediatamente se coloca su superficie plana simétricamente sobre los soportes del caballete, (véase 7.4.5.1.2) el cual se haya sumergido en baño María (véase 7.4.5.1.3) a una temperatura mantenida a  $37 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ . Se deja que la probeta alcance el equilibrio térmico con el agua del baño María.

Se aumenta la fuerza ejercida por el pistón uniformemente, a partir de cero, a un régimen constante de  $5 \text{ mm/min} \pm 1 \text{ mm/min}$  hasta que la probeta se rompa.

Se registra y anota la desviación al 0,05 mm más cercano, para las fuerzas aplicadas de 15 N, 35 N y 50 N.

Se anota la deflexión promedio, al 0,05 mm más cercano, de las seis probetas para las fuerzas aplicadas entre 15 N y 35 N y entre 15 N y 50 N, como la deflexión transversal a comparar con los requisitos que se especifican en la tabla 1.

Se anota la fuerza de ruptura promedio de las seis probetas ensayadas a 0,5 N, conforme a lo establecido en el apartado 4.5.9.

#### **7.5 Estabilidad del color**



**7.5.1 Preparación de las probetas.** Se usarán dos de los discos que se utilizaron en el ensayo de solubilidad (véase apartado 7.3).

Se guarda una de las probetas en la oscuridad y a temperatura ambiente. La otra probeta se sumerge en agua a  $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 24 h antes de la exposición.

**7.5.2 Procedimiento.** Se tapa la mitad del segundo disco con papel de aluminio u hoja de estaño y se transfiere hacia la cámara de radiación. La probeta se sumergirá en agua a  $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  mientras se exponga a la radiación durante 24 h, de acuerdo con la Norma ISO 7491. Después de finalizado el ciclo de radiación, se retira el papel metálico antes de comparar el color de las probetas, incluyendo la que no se ha expuesto a la radiación. La comparación del color se llevará a cabo de acuerdo con los requisitos establecidos en el apartado 4.5.10 de esta Norma Internacional y de acuerdo con el procedimiento para la comparación de color de la Norma ISO 7491.

## **8 EMBALAJE, MARCADO E INSTRUCCIONES DEL FABRICANTE**

### **8.1 Embalaje**

El material se suministrará en envases<sup>1)</sup> sellados herméticamente hechos de materiales que sus componentes no contaminen ni permitan la contaminación del contenido. Los envases se embalarán de manera que se evite que el producto se dañe o escape durante las operaciones de transporte y almacenamiento. El líquido se envasará en un recipiente de color oscuro u opaco. Se puede utilizar también un embalaje externo para presentar los envases como una sola unidad.

### **8.2 Marcado de los embalajes y de los envases<sup>1)</sup>**

**8.2.1 Embalajes.** Cada embalaje se marcará claramente con la información siguiente:

- a) el nombre o la marca comercial del material;
- b) el nombre y la dirección del fabricante y/o de su representante en el país de venta;
- c) el tipo, la clase y el color del material y su aplicación, expresados claramente;
- d) la fecha "ÚSESE ANTE DE", después de la cual el material puede no presentar sus mejores propiedades. Las palabras "ÚSESE ANTES DE" o la "FECHA DE CADUCIDAD" seguidas de la fecha (año y mes), expresada de acuerdo con la Norma ISO 8601;
- e) las condiciones de almacenamiento recomendadas;
- f) la especificación del contenido, incluyendo el número, la masa y/o el volumen de cada componente;
- g) indicaciones especiales o precauciones relativas a las características tóxicas, peligrosas, irritantes o de inflamabilidad;
- h) en los casos en los que sea aplicable, la temperatura de inflamabilidad del líquido;
- i) cualquier ingrediente farmacológicamente activo;
- j) la referencia del lote del fabricante;
- k) el número de esta Norma Internacional, es decir ISO 1567, para indicar la conformidad;
- l) en los casos en los que sea aplicable (véase 4.5.11), la declaración siguiente: "NO SE UNIRÁ A LOS DIENTES A BASE DE POLÍMEROS SINTÉTICOS";
- m) en los casos en los que sea aplicable, información sobre cualquier tratamiento especial para lograr la unión con los dientes a base de polímeros sintéticos (véase 4.5.11).

---

1) Para el propósito de esta Norma Internacional, se considerará al envase como la envoltura inmediata de los componentes.

**8.2.2 Todos los envases<sup>1)</sup>.** Todos los envases se marcarán claramente con la información siguiente:

- a) el nombre o la marca comercial del material;
- b) el nombre y la dirección del fabricante y/o de su representante en el país de venta;
- c) el tipo, la clase y el color del material y su aplicación, expresados claramente;
- d) la fecha "ÚSESE ANTES DE", después de la cual el material puede no presentar sus mejores propiedades. Las palabras "ÚSESE ANTES DE" o la "FECHA DE CADUCIDAD" seguidas de la fecha (año y mes), expresada de acuerdo con la Norma ISO 8601;
- e) las condiciones de almacenamiento recomendadas;
- f) la especificación del contenido, incluyendo el número, la masa y/o el volumen de cada componente;
- g) indicaciones especiales o precauciones relativas a las características tóxicas, peligrosas, irritantes o de inflamabilidad;
- h) en los casos en los que sea aplicable, la temperatura de inflamabilidad del líquido;
- i) cualquier ingrediente farmacológicamente activo;
- j) la referencia del lote del fabricante;
- k) el número de esta Norma Internacional, es decir ISO 1567, para indicar la conformidad;
- l) en los casos en los que sea aplicable (véase apartado 4.5.11), la declaración siguiente: "NO SE UNIRÁ A LOS DIENTES A BASE DE POLÍMEROS SINTÉTICOS";
- m) en los casos en los que sea aplicable, información sobre cualquier tratamiento especial para lograr la unión con los dientes a base de polímeros sintéticos (véase 4.5.11).

**8.2.3 Envases para polvos solamente.** El color se identificará claramente sobre cada envase de polvo.

### 8.3 Instrucciones del fabricante

Cada embalaje estará acompañado de instrucciones adecuadas y precisas para el almacenamiento, la preparación y el procesamiento de la resina. Dichas instrucciones incluirán, según sea aplicable, los detalles siguientes:

- a) la proporción polvo-líquido (masa por unidad de volumen);
- b) el tiempo, la temperatura y el procedimiento para preparar el material para el empaquetado;
- c) el tiempo de trabajo después del cual se puede proceder el empaquetado;
- d) el material para preparar el molde (por ejemplo, yeso o hidrocólido);
- e) la temperatura de la mufla durante el proceso de empaquetado;
- f) el ciclo detallado tiempo/temperatura para el procesamiento, calentamiento, enfriamiento y retirada del polímero de la mufla;
- g) instrucciones sobre la reparación del material procesado;
- h) una llamada de alerta contra el contacto prolongado de la piel con el material no polimerizado y la inhalación excesiva de los vapores de monómero.

NOTA - Pueden necesitarse instrucciones especiales para el equipo y el procesamiento de los materiales del tipo III y los presentados en cápsulas predosificadas, según se indica en los apartados 7.3.2 y 7.4.1.2.

---

1) Para el propósito de esta Norma Internacional, se considerará al envase como la envoltura inmediata de los componentes.

**ANEXO ZA (Normativo)****Relación de las publicaciones Internacionales con las publicaciones Europeas correspondientes**

Esta Norma Europea incorpora disposiciones de otras publicaciones por su referencia, con o sin fecha. Estas referencias normativas se citan en los lugares apropiados del texto de la norma y se relacionan a continuación. Las revisiones o modificaciones posteriores de cualquiera de las publicaciones referenciadas con fecha, sólo se aplican a esta Norma Europea cuando se incorporan mediante revisión o modificación. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición de esa publicación (incluyendo sus modificaciones).

<b>Norma</b>	<b>Año</b>	<b>Título</b>	<b>EN/HD</b>	<b>Año</b>
ISO 3336	1977	Odontología. Dientes de resina sintética		
ISO 7491	1985	Materiales dentales. Determinación de la estabilidad del color de los productos dentales a base de polímeros	EN 27491	1991
ISO 8601	1988	Elementos de datos y formatos de intercambio. Intercambio de información. Representación de la fecha y de la hora	EN 28601	1992
ISO/TR 7405	1984	Evaluación biológica de los materiales dentales		

**ANEXO NACIONAL**

Las siguientes Normas Internacionales, citadas en esta Norma Europea, están adoptadas como normas UNE con la numeración que se indica:

<b>Norma Internacional</b>	<b>Norma Europea</b>	<b>Norma UNE</b>
ISO 7491:1985	EN 27491:1991	UNE-EN 27491:1992
ISO 8601:1988		UNE 1 143:1991

---

**AENOR** Asociación Española de  
Normalización y Certificación

Dirección Fernández de la Hoz, 52  
28010 Madrid-España

Teléfono (91) 310 48 51

Telefax (91) 310 36 95

Telegrama AENOR



ISO/TC 106/SC 2

Secretariat: ANSI

Voting begins on  
1997-05-01Voting terminates on  
1997-10-01

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Dentistry — Denture base polymers

[Revision of second edition (ISO 1567:1988)]

*Art dentaire — Polymères pour base de prothèses dentaires*

ICS 11.060.10

Descriptors: dentistry, dental prosthesis, dental materials, plastics, specifications, materials specifications, tests, packaging, marking.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

THIS DOCUMENT IS A DRAFT CIRCULATED FOR COMMENT AND APPROVAL. IT IS THEREFORE SUBJECT TO CHANGE AND MAY NOT BE REFERRED TO AS AN INTERNATIONAL STANDARD UNTIL PUBLISHED AS SUCH.

IN ADDITION TO THEIR EVALUATION AS BEING ACCEPTABLE FOR INDUSTRIAL, TECHNOLOGICAL, COMMERCIAL AND USER PURPOSES, DRAFT INTERNATIONAL STANDARDS MAY ON OCCASION HAVE TO BE CONSIDERED IN THE LIGHT OF THEIR POTENTIAL TO BECOME STANDARDS TO WHICH REFERENCE MAY BE MADE IN NATIONAL REGULATIONS.

## **Foreword**

### **General Information**

ISO (the International Organization for Standardization) is a world-wide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organisations, governmental and nongovernmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

### **Specific Information**

Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for approval before their acceptance with ISO procedures requiring at least 75 % approval by the member bodies voting.

International Standard ISO 1567 was prepared by Technical Committee ISO/TC 106, Dentistry. Sub-Committee SC 2, Prosthodontic Materials

This third edition cancels and replaces the second edition (ISO 1567 : 1988).

Significant differences between this third edition and the second edition are:

Two new categories of materials (light activated and microwave cured) have been added as Type 4 and Type 5 to Classification (clause 4)

Requirements and tests previously identified as transverse deflection properties are now identified as "flexural strength" (clauses 5.2.7 and 8.5.3.5) and "flexural modulus" (clauses 5.2.8 and 8.5.3.5) The determination of flexural strength and flexural modulus require force per unit area calculations.

A requirement and tests for residual methyl methacrylate monomer content (clauses 5.2.10 and 8.7) have been added.

## **Introduction:**

Specific qualitative and quantitative requirements for freedom from biological hazard are not included in this International Standard, but it is recommended that, in assessing possible biological or toxicological hazards, reference should be made to ISO 10993-1: 1992, Biological evaluation of medical devices - Part 1: Guidance on selection of tests and ISO/TR 7405: 1984, Biological evaluation of dental materials, or more recent editions.



# Dentistry - Denture base polymers

## 1 Scope

**1.1** This International Standard classifies denture base polymers and copolymers and specifies the requirements. It also specifies the test methods to be used in determining compliance with these requirements. It further specifies requirements with respect to packaging and marking the products and to the instructions to be supplied for use of the materials.

**1.2** Although this International Standard does not require manufacturers to declare details of the composition, attention is drawn to the fact that some national or international authorities require such details to be provided.

**1.3** This International Standard applies to denture base polymers such as those listed below:

- a) Poly (acrylic acid esters);
- b) Poly (substituted acrylic acid esters);
- c) Poly (vinyl esters);
- d) Polystyrene;
- e) Rubber modified poly (methacrylic acid esters);
- f) Polycarbonates;
- g) Polysulfones;
- h) Poly (dimethacrylic acid esters);
- i) Polyacetals (polyoxymethylene);
- j) Copolymers or mixtures of the polymers listed in a) through i).

## 2 Normative references

The following standards contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All standards are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the standards indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

- ISO/ DIS 463 : 1988,      *Metric dial gauges for linear measurement*
- ISO 1942 - 1 : 1989,      *Dental vocabulary - Part 1  
General and clinical terms*
- ISO 1942 - 2 : 1989,      *Dental vocabulary - Part 2  
Dental materials*
- ISO 1942 - 5 : 1989,      *Dental vocabulary - Part 5  
Terms associated with testing*
- ISO 3336 : 1993,          *Dentistry - Synthetic polymer teeth.*
- ISO 3696 : 1987,          *Water for analytical laboratory use - Specification and test  
methods*
- ISO 7491 : 1985,          *Dental materials - Determination of colour stability of  
dental polymeric materials.*
- ISO 8601 : 1988,          *Data elements and interchange formats - Information  
interchange - Representation of dates and times*

### 3 Definitions

For the purposes of this International Standard the following definitions apply:

<b>Autopolymerized polymers:</b>	Products having polymerization initiated by chemical means and not requiring application of verifiable temperatures above 65 °C to complete the process.
<b>Capsulated material:</b>	A material consisting of two or more components supplied in a container which keeps them separated until the time they are mixed together and dispensed for use directly from the container.
<b>Denture:</b>	An artificial substitute for missing natural teeth and adjacent tissues, to include also any additions needed for optimum function.
<b>Denture Base:</b>	The part of a denture which rests on soft tissue foundations and to which teeth are added.
<b>Heat processed polymers:</b>	Products requiring application of verifiable temperatures above 65 °C to complete polymerization.
<b>Immediate container:</b>	The container which is in direct contact with the materials.
<b>Liquid:</b>	The monomeric fluid to be mixed with polymeric particles to form a mouldable dough or fluid resin mixture used for forming denture bases.
<b>Packing (of a denture):</b>	The act of filling a denture base mould with a material (using a compression, pour or injection technique) to form a denture base.
<b>Packing time, initial:</b>	The time after mixing, or other preparation, when a denture base material mixture first reaches packing consistency
<b>Packing time, final:</b>	The last time, after achievement of the initial packing time, at which a denture base material mixture retains packing consistency.
<b>Processing:</b>	The procedure to prepare a solid denture base polymer plate and/or specimen by polymerization or injection moulding.
<b>Outer packaging:</b>	A labelled container or wrapping within which other containers are packed.

**Thermoplastic:**

A characteristic of a hard polymeric material that allows it to be softened by application of heat to make it mouldable, and then return to the hardened state upon cooling.

**Translucency:**

The capacity of a body of material to allow the passage of light, yet diffusing the light so as not to render objects lying beyond the body clearly visible.

## **4 Classification**

Denture base polymers covered by this International Standard are of the following Types and Classes :

**Type 1 : Heat-processed polymers**

Class 1 : Powder and liquid

Class 2 : Plastic cake

**Type 2 : Autopolymerized polymers**

Class 1 : Powder and liquid

Class 2 : Powder and liquid pour-type resins

**Type 3 : Thermoplastic blank or powder**

**Type 4 : Light-activated materials**

**Type 5 : Microwave cured materials**

## **5 Requirements**

### **5.1 Unpolymerized material**

#### **5.1.1 Liquid component**

##### **5.1.1.1 General**

The liquid shall consist essentially of monomeric material compatible with the powder.

##### **5.1.1.2 Homogeneity**

The liquid shall be free of deposit or sediment that can be observed by visual inspection (clause 8.1).

#### **5.1.2 Solid components**

The solid or semi-solid components shall be free of extraneous material that can be observed by visual inspection (clause 8.1).

#### **5.1.3 Packing plasticity**

When Type 1 Class 1, Type 1 Class 2, Type 2 Class 1, Type 2 Class 2, Type 4 and Type 5 materials are tested in accordance with clause 8.2, at the initial packing time recommended by the manufacturer, they shall be capable of being intruded into at least two holes in the die (Figure 1) to a depth of not less than 0,5 mm (clause 8.2.3.1.1). Type 1 Class 1, Type 1 Class 2, Type 4 and Type 5 materials shall also meet the requirements when tested at the final packing time (clause 8.2.3.1.2)

### **5.2 Polymerized material**

#### **5.2.1 Biocompatibility**

See the Introduction for guidance on biocompatibility

#### **5.2.2 Surface characteristics**

When processed in the manner and against materials recommended by the manufacturer, denture base specimens prepared in accordance with clauses 8.4.3, 8.7.2.2 and 8.8.3 shall have a smooth, hard and glossy surface.

The specimens for colour stability, the specimens for residual methyl methacrylate monomer and the specimens for sorption and solubility testing shall retain their form without distortion after processing.

When polished in accordance with clause 8.5.1.3 the specimen plates shall present a smooth surface with a high gloss (clause 8.1).

When prepared in accordance with the manufacturer's instructions all types of denture base polymers shall produce a test specimen plate (clause 8.5.1) with defined edges after deflasking (Figure 3).

### **5.2.3 Colour**

A specimens strip shall show no more than a slight difference when compared with the corresponding shade of the shade guide, when tested in accordance with clause 8.3 and inspected in accordance with clause 8.1.

The manufacturer shall provide a shade guide on request.

Coloured denture base polymers shall be translucent (clauses 5.2.5 and 8.5.2) and evenly pigmented and/or, where applicable, evenly fibred.

Clear denture base polymers shall be clear and colourless.

### **5.2.4 Colour stability**

When tested in accordance with clause 8.4 and inspected in accordance with clause 8.1, test specimens shall not show more than a slight change in colour, perceptible with difficulty.

### **5.2.5 Translucency**

When tested in accordance with clause 8.5.2.3 the shadow of the illuminated opaque disc shall be visible from the opposite side of the test specimen plate.

### **5.2.6 Freedom from porosity**

When prepared in accordance with clause 8.5.3.3, specimens strips shall not show voids (clause 8.1) that can be observed by visual inspection.

### **5.2.7 Flexural strength**

When determined in accordance with clause 8.5.3.5, the flexural strength shall be not less than 65 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and not less than 60 MPa for Type 2 polymers when tested in water at  $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

### **5.2.8 Flexural modulus**

When determined in accordance with clause 8.5.3.5, the flexural modulus of the processed polymer shall be at least 2000 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and at least 1500 MPa for Type 2 polymers when tested in water at  $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$ .

### 5.2.9 Bonding to synthetic polymer teeth

Denture base polymers intended for use with synthetic polymer teeth shall meet one of the following requirements:

- a) The polymer shall, when tested according to clause 8.6, be capable of bonding to polymer teeth complying with the bonding requirements of ISO 3336.
- b) If there are problems of achieving bonding, the outer packages and containers shall contain information about special treatments necessary to achieve bonding and/or indicate that further information is provided in the manufacturer's instructions (clauses 8.6.3, 9.2.1 k), 9.2.2 k), and 9.3 h)).

### 5.2.10 Residual methyl methacrylate monomer

When prepared and tested in accordance with clause 8.7 the following shall apply:  
The upper limit (maximum) for residual methyl methacrylate is 2,2 per cent by mass for denture base polymers of Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5.

The upper limit (maximum) for residual methyl methacrylate is 4,5 per cent by mass for denture base polymers of Type 2.

If lower percentages of residual methyl methacrylate monomer are claimed by the manufacturer, the content shall not be more than 0,2 per cent higher than that stated by the manufacturer.

### 5.2.11 Sorption

When the processed polymer is tested in accordance with clause 8.8, the increase in mass per unit volume (water sorption) shall not exceed  $32 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  for Type 1, Type 2, Type 3, Type 4 or Type 5 polymers.

### 5.2.12 Solubility

When the processed polymer is tested in accordance with clause 8.8, the loss in mass per unit volume (soluble matter) shall not exceed  $1,6 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  for Type 1, Type 3, Type 4 or Type 5 polymers, and shall not exceed  $8,0 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  for Type 2 polymers.

Table 1 A summary of the limits for the requirements described in the clauses 5.2.7, 5.2.8, 5.2.10, 5.2.11 and 5.2.12.

Requirement	Flexural strength	Flexural modulus	Residual methyl methacrylate monomer	Sorption	Solubility
Unit of Measurement	[MPa] min.	[MPa] min.	Percent by mass [wt-%] max.	$[\mu\text{g}/\text{mm}^3]$ max.	$[\mu\text{g}/\text{mm}^3]$ max.
Type 1,3,4,5	65	2000	2,2	32	1,6
Type 2	60	1500	4,5	32	8,0

## **6 Sampling**

The test sample shall consist of a retail package or packages, containing sufficient material to carry out the specified tests, plus an allowance for any necessary repetition of the tests. If more than one package is required, all material shall be of the same batch.

## **7 Preparation of test specimens**

### **7.1 Laboratory environment**

Unless otherwise specified in this standard or the manufacturer's instructions the test specimens shall be prepared and tested at  $(23 \pm 2)$  °C and  $(50 \pm 10)$  % relative humidity.

### **7.2 Procedures**

Unless otherwise specified in this standard the materials used for making the specimens shall be prepared, manipulated and processed using the equipment and procedures recommended in the manufacturer's instructions (clause 9.3)  
A separate mix shall be made for each specimen prepared from a material requiring mixture of two or more ingredients.

### **7.3 Special equipment**

Any special equipment specified by the manufacturer for processing a material shall be made available by the manufacturer (or the manufacturer may prepare injection moulded specimens, and submit them to the test laboratory).

## **8 Test methods**

### **8.1 Inspection for compliance determination**

Observe the test samples by visual inspection to determine compliance with the requirements laid down in 5.1.1.2, 5.1.2, 5.2.2, 5.2.3, 5.2.4, 5.2.5, 5.2.6 and clause 9. (Inspect for colour (clause 5.2.3) and colour stability (clause 5.2.4) in accordance with ISO 7491).



## 8.2 Packing plasticity

### 8.2.1 Apparatus

- a) **Perforated brass die**, having the dimensions shown in Figure 1, with perforations having a diameter of  $(0,75 \pm 0,05)$  mm.
- b) **Glass plate**,  $(60 \pm 5)$  mm x  $(60 \pm 5)$  mm x  $(5 \pm 1)$  mm.
- c) **Weight**, capable of applying a force of  $(50 \pm 1)$  N.
- d) **Polyethylene or polyester film**, 0,035 mm to 0,050 mm thick and approximately 50 mm by 50 mm.
- e) **Dial gauge**, (complying with ISO/DIS 463) or linear gauge accurate to 0,01 mm, equipped with a probe capable of entering holes in the brass die for measuring depth of penetration of the material into the die.

### 8.2.2 Test conditions

The perforated brass die (clause 8.2.1 a)) and glass plate (clause 8.2.1 b)) shall be maintained at conditions specified in clause 7.1, except where otherwise specified by the manufacturer.

### 8.2.3 Procedure

#### 8.2.3.1 For Type 1 Class 1, Type 1 Class 2, Type 4 and Type 5

##### 8.2.3.1.1 Initial packing time

Prepare a sample of the material having a mass of 16 g to 20 g. Immediately prior to the manufacturer's recommended initial packing time (clause 9.3 e)), shape one-half of the sample into a cake approximately 5 mm thick, place it on the upper surface of the brass die (clause 8.2.1 a)) and cover it with a plastic sheet (clause 8.2.1 d)). At the recommended initial packing time place the glass plate (clause 8.2.1 b)) and the weight (clause 8.2.1 c)) on the plastic covered resin cake. After  $10 \text{ min} \pm 30 \text{ s}$ , remove the weight. When the material is firm, introduce the measuring instrument probe into each hole to contact the penetrating material to determine the depth in the hole not penetrated.

Calculate the depth of penetration for each hole according to the following formula:

$$DP = d - d'$$

where

DP = depth of penetration in millimetres

d = thickness of the brass die in millimetres

d' = the depth not penetrated in millimetres

### **8.2.3.1.2 Final packing time**

Immediately before the final packing time (clause 9.3 e)) recommended by the manufacturer, shape the second half of the sample into a cake and test this portion according to clause 8.2.3.1.1.

### **8.2.3.2 For Type 2, Class 1**

Prepare a sample having a mass 8 g to 10 g. Shape this increment and test it according to the procedure described in clause 8.2.3.1.1

### **8.2.3.3 For Type 2, Class 2**

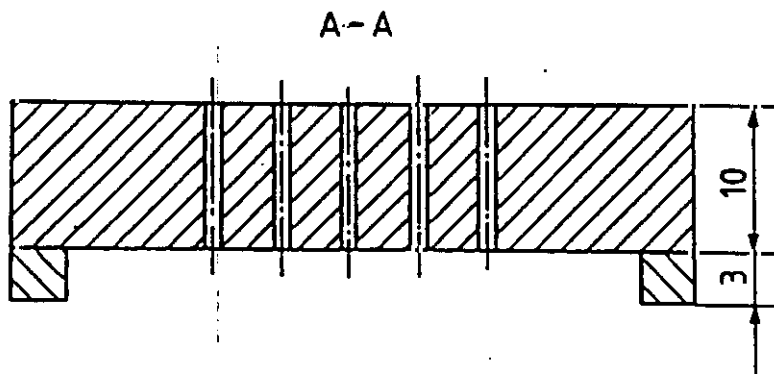
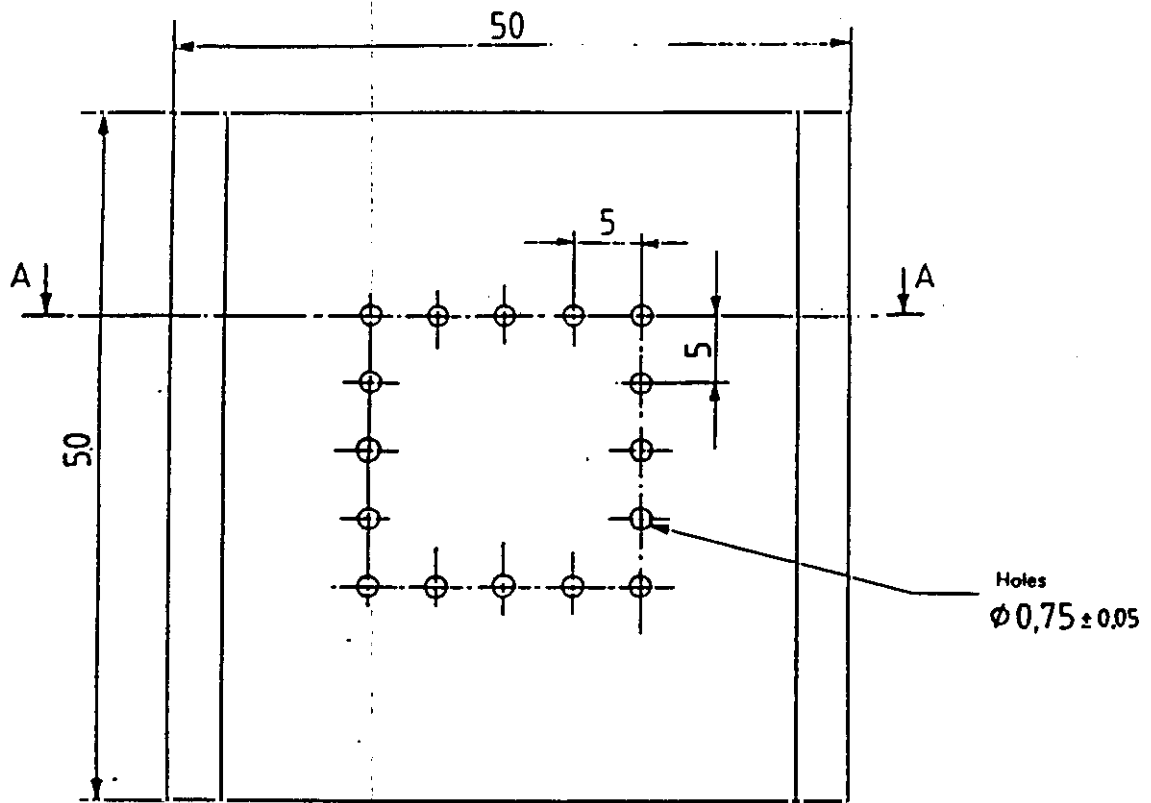
Prepare a sample having a mass 8 g to 10 g. Introduce this increment onto the top surface of the brass die at the time recommended by the manufacturer (clause 9.3 d)) for pouring the fluid mix into the mould. Determine the depth of penetration values according to the procedure in clause 8.2.3.1.1

### **8.2.4 Pass/fail determinations**

If the first specimen fails to comply with the requirement stated in clause 5.1.3 test two additional specimens. If the second and third specimens comply with the requirement the product passes.

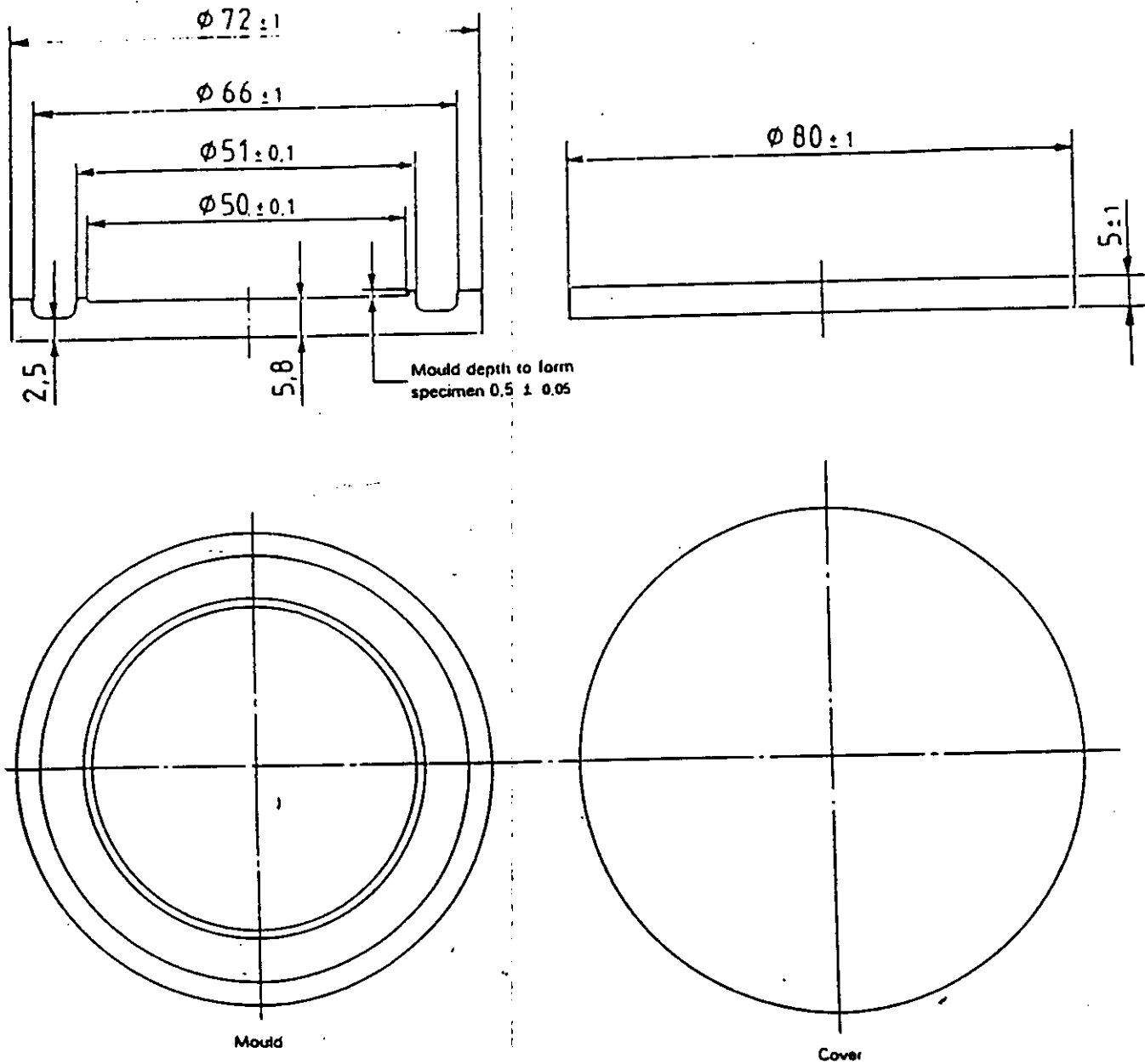
### **8.2.5 Expression of results**

Report the number of holes penetrated to a depth of not less than 0,5 mm by each specimen and whether the material passes or fails.



NOTE - Dimensional tolerances not specified shall be  $\pm 1$  mm

**Figure 1 - Perforated brass die for packing plasticity test (see clause 8.2)**



NOTE - Dimensional tolerances not specified shall be  $\pm 0,2$  mm

**Figure 2 - Stainless steel mould and cover for colour stability, sorption and solubility (see clauses 8.4 and 8.8)**

### **8.3 Colour**

Compare a specimen strip prepared in accordance with clause 8.5.3.3, and inspected in accordance with clause 8.1, with the shade guide for compliance with clause 5.2.3.

### **8.4 Colour stability**

#### **8.4.1 Materials**

- a) Sheet of polyester film, having a thickness of  $(50 \pm 25)$   $\mu\text{m}$  to cover the steel mould (clause 8.4.2 a)).
- b) Aluminium foil

#### **8.4.2 Apparatus**

- a) Stainless steel mould and cover, (Type 1 and Type 2 materials) having the dimensions shown in Figure 2, mounted in gypsum in separate halves of a denture flask.
- b) Moulds and/or equipment (Type 2 Class 2, Type 3, Type 4, Type 5 and capsulated materials) recommended by the manufacturer to produce specimens with the dimensions specified in clause 8.4.3.
- c) Hydraulic or hand press and clamp, where applicable
- d) Water bath, capable of maintaining constant temperatures, where applicable.
- e) Oven capable of being maintained at  $(37 \pm 1)$  °C.
- f) Micrometer or dial calliper, accurate to 0,01 mm and fitted with parallel anvils.
- g) Radiation source and test chamber, clauses 3.1.1 and 3.1.3 of ISO 7491.

#### **8.4.3 Preparation of test specimens**

Type 1 and Type 2 materials:

Make two specimens from separate mixes. Mix the resin and pack the mixture into the mould (clause 8.4.2 a)) with the polyester film (clause 8.4.1 a)) against the steel cover of the mould. Process the mixture in accordance with the manufacturer's instructions, but retain the polyester film during the processing cycle.

Type 2 Class 2, Type 3, Type 4, Type 5 and capsulated materials:  
Prepare the specimens as described by the manufacturer.

Check with a micrometer or dial calliper (clause 8.4.2 f)) to ensure that each specimen has a diameter of  $(50 \pm 1)$  mm and a thickness of  $(0,5 \pm 0,1)$  mm and that the top and bottom surfaces are flat.

#### 8.4.4 Procedure

Store the two specimens in the oven (clause 8.4.2 e)) for  $24 \text{ h} \pm 30 \text{ min}$ . Then store one specimen in the dark in laboratory environment (clause 7.1) until the colour comparison test is made.

Cover half of the second specimen with aluminium foil (clause 8.4.1.b)) and transfer it to the radiation source and test chamber (clause 8.4.2 g)). The specimen shall be immersed in water at  $(37 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$  when exposed to the radiation for  $24 \text{ h} \pm 30 \text{ min}$  in accordance with ISO 7491. After exposure, remove the aluminium foil before colour comparison of the specimens including the unexposed specimen. The colour comparison shall be carried out in accordance with the requirements specified in clause 5.2.4 of this International Standard and in accordance with the procedure for colour comparison laid down in ISO 7491.

For Type 4 materials store the exposed specimen in laboratory environment (clause 7.1) for  $6 \text{ days} \pm 2 \text{ h}$  until the colour comparison test is made.

### 8.5 Polishability, translucency, freedom from porosity, flexural strength and flexural modulus

#### 8.5.1 Polishability

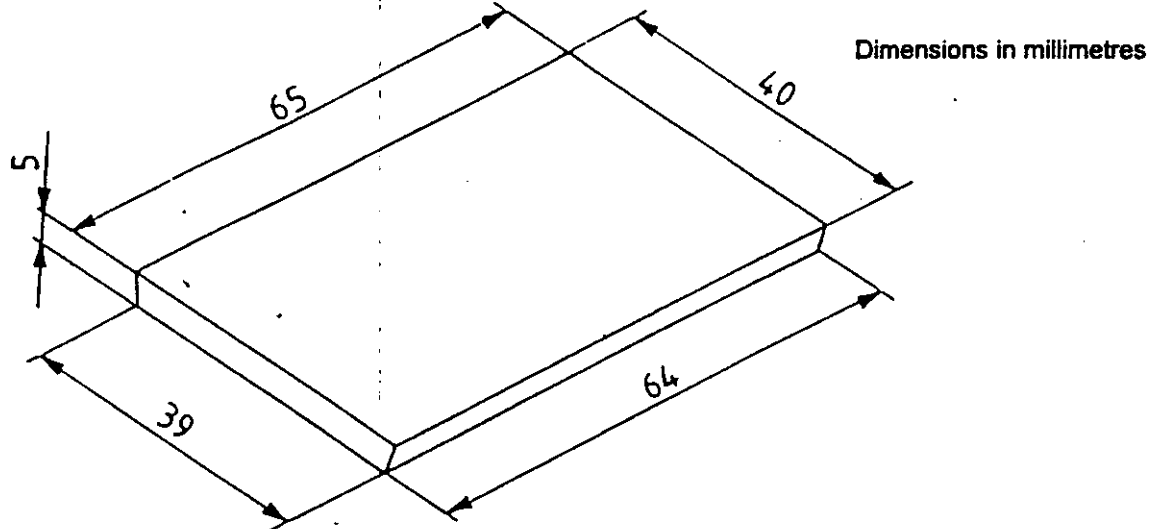
##### 8.5.1.1 Apparatus

- a) Denture flask, capable of accommodating the test specimen plate so that the corners are not less than 5 mm from the walls of the flask.
- b) Model of the specimen plate, in metal or polymer (Figure 3).
- c) Equipment for processing the resin, including gypsum or hydrocolloid (clause 9.3 f)).
- d) Standard metallographic grinding paper, with a grain size of approximately  $30 \text{ }\mu\text{m}$ . See Note 1 clause 8.5.1.1

Note 1 Grinding Paper with a 500 FEPA ( Fédération européenne des produits abrasifs: European Federation for Abrasive Products) standard number is recommended; however any other paper meeting the same requirements is suitable.

- e) Wet pumice, having a grain size of approximately  $10 \text{ }\mu\text{m}$  to  $20 \text{ }\mu\text{m}$
- f) Polishing compound

- g) A muslin wheel, with 16 to 36 ply having a diameter of 70 mm to 95 mm and at least 10 mm between the outer diameter and the stitching or other reinforcement.
- h) A unstitched muslin wheel, with 16 to 36 ply having a diameter of 70 mm to 95 mm.



NOTE - Dimensional tolerances shall be  $\pm 1$  mm

Figure 3 - Model of the specimen plate (see clause 8.5)

#### 8.5.1.2 Preparation of the mould

For Type 1 and Type 2 Class 1 polymers invest the model of the specimen plate (clause 8.5.1.1 b)) in the denture flask (clause 8.5.1.1 a)) in accordance with the manufacturer's instruction. Prepare the mould for Type 2 Class 2 ,Type 3, Type 4, Type 5 and capsulated materials in accordance with the manufacturer's instructions.

#### 8.5.1.3 Procedure

Form and process according to the manufacturer's instruction two specimen plates each from a separate mix using the material and equipment specified in clause 8.5.1.2. Grind and polish surfaces of the specimen plates for not longer than 1 min with pumice (clause 8.5.1.1 e)) and with a wet muslin wheel (clause 8.5.1.1 g)) at a circumferential speed of  $(650 \pm 350)$  m/min. (A wheel with a diameter of 70 mm rotating at  $1500 \text{ min}^{-1}$  will have a circumferential speed of 329 m/min and a 100 mm wheel rotating at  $3500 \text{ min}^{-1}$  will have a circumferential speed of 1010 m/min). Thereafter with an unstitched muslin wheel (clause 8.5.1.1 f)) with a polishing compound (clause 8.5.1.1 f)). After polishing and cleaning examine the polished surfaces for compliance with clause 5.2.2.

#### **8.5.1.4 Pass/Fail determination**

If both specimen plates comply with clause 5.2.2, the material passes. If both specimen plates fail to comply with clause 5.2.2, the material fails. If only one of the specimen plates complies, prepare and evaluate three new plates. The material passes only if all three new plates comply.

#### **8.5.1.5 Expression of results**

Report the number of specimen plates evaluated, the number complying and whether the material passes.

### **8.5.2 Translucency**

#### **8.5.2.1 Materials**

- a) Two specimen plates, prepared and tested according to clause 8.5.1

#### **8.5.2.2 Apparatus**

- a) Opaque disc, diameter ( $10 \pm 1$ ) mm and thickness ( $2 \pm 1$ ) mm
- b) A frosted 40 W electrical light bulb

#### **8.5.2.3 Procedure**

Examine each of the two specimen plates separately. Position the polished specimen plate approximately 500 mm from the light bulb (clause 8.5.2.2 b)) with the opaque disc (clause 8.5.2.2 a)) centred on the surface nearest the light bulb. Darken the room. View the specimen plate from the side opposite the disc location to determine whether the material complies with clause 5.2.5.

#### **8.5.2.4 Pass/fail determination**

If both specimen plates comply with clause 5.2.5, the material passes. If both specimen plates fails, the material fails. If only one of the specimen plates passes, prepare and evaluate three new plates. The material passes only if all three new plates comply.

#### **8.5.2.5 Expression of results**

Report the number of specimen plates evaluated, the number complying and whether the material passes.



## **8.5.3 Freedom from porosity, flexural strength and flexural modulus**

### **8.5.3.1 Materials**

- a) **Two specimen plates**, prepared and tested according to clauses 8.5.1 and 8.5.2.

### **8.5.3.2 Apparatus**

- a) **A sawing machine**, or other cutting device for sectioning the specimen plates
- b) **Milling machine**, or other instrumentation for air or water cooled cutting so as not to generate temperatures above 30 °C during shaping of the specimens. (A machine with a milling head and a sharp carbide edge, is suitable.)
- c) **Standard metallographic grinding papers**, having a grain size of approximately 30 µm (500 FEPA) and 14 µm (1200 FEPA). See Note 1 clause 8.5.1.1.
- d) **Micrometer**, and/or dial calliper accurate to 0,01 mm and fitted with parallel anvils.
- e) **A container of water**, for storing the specimen strips at  $(37 \pm 1)$  °C for pre-test condition
- f) **Testing machine**, calibrated to provide for a constant crosshead speed of  $(5 \pm 1)$  mm/min and equipped with instrumentation for measuring the deflection of the specimen to within 0,025 mm. Any load exerted by the deflection instrument shall be accounted for when calibrating the machine.
- g) **Flexural test rig**, consisting of a central loading plunger and two polished cylindrical supports, 3,2 mm in diameter and at least 10,5 mm long. The supports shall be parallel to within 0,1 mm and perpendicular to the longitudinal centre line. The distance between centres of the supports shall be  $(50 \pm 0,1)$  mm, and the loading plunger shall be midway between the supports to within 0,1 mm. Means to prevent misalignment of the specimen shall be included in the design.
- h) **Water bath**, for maintaining the specimens wet and at a temperature of  $(37 \pm 1)$  °C, during testing.

### **8.5.3.3 Procedure**

Prepare six specimen strips. Cut each plate lengthways into three equal strips, 64 mm long,  $(10,0 \pm 0,2)$  mm wide and  $(3,3 \pm 0,2)$  mm in height. Machine the strips in a milling machine (clause 8.5.3.2 b)) on the edges and equally from both moulded surfaces so that the dimensions remain slightly oversized. Take care to avoid overheating the specimen. Wet-grind all faces and edges smooth and flat with the metallographic grinding papers (clause 8.5.3.2 c)) to the required width and height. Three measurements of the specimen height shall be made along the long axis with an accuracy of  $\pm 0,01$  mm. The deviation between the three measurements along the long axis shall be not more than  $\pm 0,02$  mm. The specimen shall be flat and have an even height.

### **8.5.3.4 Freedom from porosity**

Six test specimen strips shall be prepared in accordance with 8.5.3.3 and examined for compliance with clause 5.2.6.

#### **8.5.3.4.1 Pass/fail determination**

The material passes only if at least five out of six specimen strips comply with the requirement in clause 5.2.6.

#### **8.5.3.4.2 Expression of results**

Report the number of specimen strips complying and whether the material passes.

### **8.5.3.5 Flexural strength and flexural modulus**

Store the five or six specimen strips free from voids, prepared according to clause 8.5.3.3 and complying with clause 5.2.6, in water at a temperature of  $(37 \pm 1)$  °C for  $(50 \pm 2)$  h prior to flexural testing. Take a specimen strip from water storage and immediately lay the flat surface symmetrically on the supports of the flexural test rig (clause 8.5.3.2 g)) immersed in the water bath (clause 8.5.3.2 h)). Allow the specimen to come to equilibrium with the water bath temperature.

Increase the force on the loading plunger from zero, uniformly, at a constant rate of  $(5 \pm 1)$  mm/min until the specimen breaks.

### 8.5.3.5.1 Calculation and expression of results

#### 8.5.3.5.1.1 Flexural strength

Calculate the flexural strength,  $\sigma$ , in megapascals from the following equation:

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2}$$

where

$F$  is the maximum load, in newtons, exerted on the specimen;

$l$  is the distance, in millimetres, between the supports accurate to  $\pm 0,01$  mm

$b$  is the width, in millimetres, of the specimen measured immediately prior to water storage.

$h$  is the height, in millimetres, of the specimen measured immediately prior to water storage.

#### 8.5.3.5.1.2 Flexural modulus

Calculate the flexural modulus  $E$ , in megapascals, from the following equation:

$$E = \frac{F_1 l^3}{4bh^3 d}$$

where

$F_1$  is the load, in newtons, at a convenient point in the straight line portion of the trace;

Note 2 For greater accuracy, the straight line may be extended.

$d$  is the deflection, in millimetres, at load  $F_1$ .

$l$ ,  $b$  and  $h$  are as defined in clause 8.5.3.5.1.1

#### 8.5.3.5.1.3 Pass/fail determination of flexural strength

If at least four of the results are not less than 65 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and not less than 60 MPa for Type 2 polymers, the material is deemed to have complied with the requirements of clause 5.2.7.

If at least three of the result are less than 65 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and less than 60 MPa for Type 2 polymers, the material is deemed to have failed absolutely.

If two of the results are less than 65 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and 60 MPa for Type 2 polymers, repeat the whole test but on this occasion prepare six specimen strips.

If at least five of the results are not less than 65 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and not less than 60 MPa for Type 2 polymers on the second occasion, the material is deemed to have complied with the requirements of clause 5.2.7.

#### **8.5.3.5.1.4 Pass/fail determination of flexural modulus**

If at least four of the results passed the requirements of clause 5.2.7 on the first occasion, calculate the flexural modulus according to clause 8.5.3.5.1.2 for each of the five specimens.

If a second series was tested, calculate the flexural modulus for five of the six specimens from this series only.

If at least four of the results are not less than 2000 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and not less than 1500 MPa for Type 2 polymers the material is deemed to have complied with the requirements of clause 5.2.8.

If at least three of the results are less than 2000 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and less than 1500 MPa for Type 2 polymers, the material is deemed to have failed absolutely.

If two of the results are less than 2000 MPa for Type 1, Type 3, Type 4 and Type 5 polymers and less than 1500 MPa for Type 2 polymers, repeat the whole test, but on this occasion prepare six specimen strips. In this series at least five results for both flexural strength and flexural modulus must comply with the requirements of clauses 5.2.7 and 5.2.8.

#### **8.5.3.5.1.5 Expression of results**

Report the number of specimen strips evaluated, all results for flexural strength and flexural modulus with the number of strips complying with the clauses 5.2.7 and 5.2.8, and whether the material passes.

## **8.6 Bonding to synthetic polymer teeth**

### **8.6.1 Materials**

- a) **Maxillary anterior synthetic polymer teeth** complying with ISO 3336.
- b) **Dental mounting wax**

### **8.6.2 Apparatus**

- a) **Metal form** of the design illustrated in Figure 3 a of ISO 3336, which incorporates a trough 5 mm wide by 1,5 mm deep for use in mounting the teeth.
- b) **Normal dental laboratory apparatus** for denture flasking and processing.
- c) **Tensile testing apparatus** with specially designed grips illustrated in Figure 3 c of ISO 3336.

### **8.6.3 Procedure**

Grind a set of six maxillary anterior teeth (clause 8.6.1 a)) on the ridge lap. Mount these teeth on a metal form (clause 8.6.2 a)) with wax (clause 8.6.1.b)), as illustrated in Figure 3 a of ISO 3336, so that about one-half of the lingual surface of the incisal portion of the tooth projects beyond the metal form.

Using a denture flask (clause 8.6.2 b)), set the mounted teeth in dental gypsum (Figure 3 b of ISO 3336). Remove the metal form and then flush the wax from the teeth with boiling tap-water containing a detergent until all wax has been removed, followed by rinsing several times with boiling tap-water. Prepare and process the denture base polymer to the teeth according to the manufacturer's instructions (clause 9.3) after proper plasticity has been reached. Test the denture base-mounted teeth in the tensile testing apparatus (clause 8.6.2 c)) designed to permit a direct pull on the incisal part of the lingual surface in a labial direction at a consistent height above the acrylic bar (Figure 3 c of ISO 3336). Use equipment which does not permit lateral deflection or change of position.

Load each tooth, as illustrated in Figure 3 c of ISO 3336, at a displacement rate in the range 0,5 mm/min to 10 mm/min until fracture occurs.

### **8.6.4 Pass/fail determination**

The bond passes the test if the fracture path does not occur cleanly along the tooth surface. Thus, tooth remnants shall remain bonded to the denture base polymer and/or denture base polymer shall remain firmly bonded to the detached tooth or the adhesive shall remain firmly bonded to both detached tooth and denture base. If at least five maxillary anterior teeth pass the test, the denture base polymer is deemed to comply with the requirement of clause 5.2.9.

If only three comply, the denture base polymer fails.

If only four comply, prepare an additional denture base polymer with six maxillary anterior teeth from one set. If at least five maxillary anterior teeth pass this second test, the denture base polymer is deemed to comply with the requirement.

Note 3 Only pure adhesive interfacial fracture indicates a failure to meet the requirement. Cohesive fracture in either the tooth, the denture base polymer or an adhesive, is necessary for a satisfactory bond.

### **8.6.5 Expression of results**

Report the number of teeth for which the bond passes the test.

## **8.7 Residual methyl methacrylate monomer**

### **8.7.1 Principle**

Solvent extraction of the methyl methacrylate (MMA) monomer from polymerized denture base materials followed by chromatographic analyses.

A gas chromatographic (GC) method, high performance liquid chromatography (HPLC) method (Annex A) or any other chromatographic method which gives the same results as with the methods of this standard can be used. This must be verified by proficiency testing based on the chromatographic methods described in this standard.

### **8.7.2 Preparation of test specimen discs**

#### **8.7.2.1 Apparatus**

- a) **A circular stainless steel mould, (Type 1 and Type 2) with a diameter of 50 mm and a depth of  $(3,0 \pm 0,1)$  mm with a flat cover. A similar mould (less deep) is shown in Figure 2. The mould shall be mounted in gypsum in separate halves of a denture flask.**
- b) **Moulds and/or equipment (Type 2 Class 2, Type 3, Type 4, Type 5 and capsulated materials) recommended by the manufacturer to produce specimens with the dimensions specified in clause 8.7.2.1 a).**
- c) **Standard metallographic grinding papers, with a grain size of approximately 30  $\mu\text{m}$  (500 FEPA) and 15  $\mu\text{m}$  (1200 FEPA). See Note 1 clause 8.5.1.1**

## 8.7.2.2 Procedure

Prepare three specimens from three separate mixes as described in clause 8.4.3, except that the mould shall have the dimensions given in clause 8.7.2.1 a). Keep the specimens in the dark at laboratory environment (clause 7.1) for at least 24 hours prior to grinding. Use the metallographic grinding papers (clause 8.7.2.1 c)) in turn, to wet grind material equally from both sides of the specimen disc, until a thickness of  $(2,0 \pm 0,1)$  mm is obtained. Grind the periphery of the specimens against the 15  $\mu\text{m}$  grain metallographic grinding paper until the entire periphery is abraded and smooth. Avoid frictional heat which can cause loss of monomer or depolymerization. Examine the specimens visually without magnification. If the specimen demonstrates minimal porosity, then three samples can be obtained from it.

Note 4 If the specimens are stored in the refrigerator the monomer content remains constant for several days. If the specimens are stored in the freezer (below  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) the monomer content remains constant for several months.

Store the ground specimens in the dark at laboratory environment for  $(24 \pm 1)$  h prior to extraction of monomer.

## 8.7.3 Extraction of monomer

### 8.7.3.1 Reagents

- a) Hydroquinone, (HQ)
- b) Acetone, of analytical or HPLC grade
- c) Methanol, ( $\text{CH}_3\text{-OH}$ ) of analytical or HPLC grade
- d) Internal Standard (I.S.), of analytical grade, n-Pentanol or any other suitable I.S. (e.g. 1-butanol) whose peak does not interfere with any other peak in the sample solution.

### 8.7.3.2 Apparatus

Ordinary laboratory apparatus and

- a) Magnetic stirring apparatus, with PTFE coated magnetic stirrer
- b) Analytical balance, with an accuracy of 0,05 mg or better
- c) One-mark volumetric glass flasks, of capacities 5 ml, 10 ml and 1 l
- d) Glass centrifugation tubes.
- e) Volumetric pipettes, of capacities 100  $\mu\text{l}$ , 2 ml, 3 ml and 5 ml.
- f) Centrifuge, capable of centrifuging at  $3000 \times g_n \text{ m/s}^2$

### **8.7.3.3 Preparation of solutions**

#### **8.7.3.3.1 Acetone solution (A)**

Weigh approximately 0,02 g HQ (clause 8.7.3.1 a)) into a 1 l one-mark volumetric glass flask (clause 8.7.3.2 c)). Add acetone (clause 8.7.3.1 b)) until the total volume is 1 l.

#### **8.7.3.3.2 Methanol solution (B)**

Weigh approximately 0,02 g HQ (clause 8.7.3.1 b)) into a 1 l one-mark volumetric glass flask (clause 8.7.3.2 c)). Add methanol (clause 8.7.3.1 d)) until the total volume is 1 l.

#### **8.7.3.3.3 Methanol/Acetone solution (C)**

Mix one volume part of solution A (clause 8.7.3.3.1) and four volume parts of solution B (clause 8.7.3.3.2).

#### **8.7.3.3.4 Internal Standard (I.S.) solution**

In order to achieve an I.S. peak which will represent a concentration located in the middle of the calibration curve, weigh approximately 350 mg I.S. (clause 8.7.3.1 d)) into a 10 ml one-mark volumetric glass flask (clause 8.7.3.2 c)). Add the methanol solution (B) (clause 8.7.3.3.2) until the total volume is 10 ml. The volume of 10 ml is to ensure that there is enough I.S. solution for additional analyses. The concentration of the I.S. in the final solution will be approximately 2 percent by mass of the quantity of the specimen pieces (e.g. 650 mg) treated with the acetone solution (A) (clause 8.7.3.3.1) and the methanol solution (B) (clause 8.7.3.3.2)

#### **8.7.3.3.5 Sample solutions**

Analyse three sample solutions from each test specimen, i.e. a total of nine sample solutions.

Break each specimen disc (clause 8.7.2) into pieces small enough to pass through the neck of the one-mark 10 ml volumetric glass flasks (clause 8.7.3.2.c)). A sample size of approximately 650 mg is introduced into separate one-mark volumetric glass flasks. The mass is weighed out with an analytical balance (clause 8.7.3.2 b)) and recorded for each individual sample solution.

Add the acetone solution (A) (clause 8.7.3.3.1) until the total volume is 10 ml and then introduce a clean PTFE coated magnetic stirrer (clause 8.7.3.2.1) to each one-mark volumetric glass flask. Ensure that the volumetric one-mark glass flasks are properly sealed and agitate the sample solutions by magnetic stirring for  $(72 \pm 2)$  h at room temperature.

To precipitate the dissolved polymer, use a separate volumetric pipette (clause 8.7.3.2 e)) to transfer a 2 ml aliquot of each previously prepared sample solution to each one-mark 10 ml volumetric flask.

Then add 100  $\mu$ l of the I.S. solution (clause 8.7.3.3.4) to each flask. Add methanol solution (B) (clause 8.7.3.3.2) to each of these sample solutions to a total volume of 10 ml.



Use separate volumetric pipettes (clause 8.7.3.2 e)) to transfer 5 ml of the polymer and monomer containing slurry from each of the 10 ml flasks to glass centrifugation tubes (clause 8.7.3.2 d)).

Centrifuge the slurry at  $3000 \times g_n$   $m/s^2$  for 15 min in a centrifuge (clause 8.7.3.2 f)). Use separate volumetric pipettes to transfer a 3 ml aliquot of each centrifuged solution to separate glass tubes. Determine that there is no remaining polymer in the solution by adding additional amounts of methanol to an aliquot of the remaining centrifugate in a test tube. The centrifugate shall appear clear when a beam of light is directed vertically through the test tube containing the solution. This test must be carried out in a dark room. If the solution does not appear clear, repeat the procedure described above using a larger amount of the methanol solution (B). Record the volume of the methanol solution (B) necessary to complete precipitation of polymer. When the solution appears clear, determine the residual monomer content by means of the GC method, HPLC method (Annex A) or another equivalent chromatographic method (clause 8.7.1).

## **8.7.4 Gas chromatography**

### **8.7.4.1 Reagent**

- a) **Methyl methacrylate (MMA), GC-purity > 99 %**

### **8.7.4.2 Apparatus**

- a) **Gas chromatograph with split/splitless injection port for liquid samples (split mode 1 : 10 recommended) flame ionisation detector and recording system.**
- b) **Microsyringe capacity 0,1  $\mu$ l to 5  $\mu$ l.**

### **8.7.4.3 Procedure**

#### **8.7.4.3.1 Preparation of calibration solutions for gas chromatography**

Make at least five standard solutions with concentrations of MMA between approximately 0,1 percent by mass to approximately 6 percent by mass of the quantity of the specimen pieces. Prepare the calibration solutions of MMA by weighing approximately 6 mg, 60 mg, 150 mg, 300 mg and 400 mg of MMA (clause 8.7.4.1 a)) into separate one-mark volumetric glass flasks of capacity 5 ml (clause 8.7.3.2 c)). Add solution C (clause 8.7.3.3.3) until the total volume is 5 ml. 100  $\mu$ l of each calibration solution shall be transferred into separate 10 ml one-mark volumetric glass flasks together with 100  $\mu$ l of the I.S. solution (clause 8.7.3.3.4) and the solution C is added until the total volume is 10 ml.

Record the mass of MMA for each individual calibration solution and calculate the final concentrations ( $\mu$ g/ml).

If the MMA content of the sample solutions does not fit within the extreme MMA concentrations of the calibration graph, make additional calibration points.

#### 8.7.4.4 Gas chromatographic equipment, gases and operating conditions

- |                                    |  |
|------------------------------------|--|
| a) Column;                         | fused silica capillary tube of length 30 m and internal diameter 0,25 mm is recommended. A stationary phase of a polysiloxane derivative (e.g. polysiloxane with methyl and phenyl groups) or polyethylene glycol. |
| b) Column conditioning;            | 6 to 10 hours under gas flow and at elevated temperatures  |
| c) Recommended column temperature; | 75 °C, isothermal  |
| d) Injector temperature;           | 200 °C   |
| e) Detector temperature;           | 200 °C   |
| f) Carrier gas;                    | helium for gas chromatography with a flow rate of approximately 1,3 ml/min.  |
| g) Fuel gases;                     | hydrogen and air for gas chromatography  |

#### 8.7.4.5 Gas chromatograms of sample and calibration solutions

According to the sensitivity of the gas chromatograph used, inject a suitable volume of the sample solution (prepared according to clause 8.7.3.3.5) or the calibration solution (prepared according to clause 8.7.4.3.1). The injected volume is not critical for the calculation of results, but shall be identical for corresponding samples and calibration solutions. Operate the gas chromatograph until all components are completely eluted.

To ensure correct quantification of the MMA content in the sample solutions, good separation of all substances must be secured by using different column oven temperature profiles.

#### 8.7.4.6 Evaluation of peaks of gas chromatogram

The retention times of MMA and I.S. shall be known, at least in relation to each other. The exact values vary according to the age of the column and other gas chromatographic parameters.

The peak height or area of MMA and I.S. shall be determined by electronic registration and integration.

## 8.7.5 Calculation and expression of results

### 8.7.5.1 Calculation of results from a calibration graph

#### 8.7.5.1.1 Drawing of the calibration graph

Draw a calibration graph by plotting the ratios of the peak area (or height)

$$\frac{A_{MMA}}{A_{I.S}}$$

where

$A_{MMA}$  is the peak area (height) of methyl methacrylate monomer in the calibration solution.

$A_{I.S.}$  is the peak area (or height) of internal standard (e.g. n-pentanol) in the calibration solution.

#### 8.7.5.1.1.1 Precision of measurements

The correlation coefficient of the calibration graph established by linear regression shall not be less than 0,990.

#### 8.7.5.1.2 Determination of the percentage of methyl methacrylate

With the corresponding ratios determined from the sample solutions

$$\frac{A_{MMA}}{A_{I.S.}}$$

where

$A_{MMA}$  is the peak area (or height) of methyl methacrylate in the sample solution.

$A_{I.S.}$  is the peak area (or height) of internal standard (e.g. n-pentanol) in the sample solution.

Use the calibration graph to determine the concentration of MMA ( $c_{MMA}$ ) in the analysed sample solution in  $\mu\text{g/ml}$ .

Total quantity of MMA in the sample solution,  $m_{\text{MMA}}$  ( $\mu\text{g}$ ), is calculated according to the equation (See Note 4):

$$m_{\text{MMA}} = [ c_{\text{MMA}} (\mu\text{g/ml}) \times \frac{10 (\text{ml})}{2 (\text{ml})} \times 10 (\text{ml}) ] \mu\text{g}$$

Note 5

\* For precipitation of dissolved polymer methanol solution (B) is added to a 2 ml aliquot of the sample solution and 100  $\mu\text{l}$  I.S. solution in a volumetric closed glass flask until a total volume of 10 ml is achieved. If complete precipitation of polymer is not achieved with a 2 : 10 dilution, this factor must be altered.

\*\* The volume of the original sample solution was 10 ml.

$$\text{Residual monomer ( wt-\% )} = \frac{m_{\text{MMA}} \times 100}{m_{\text{SAMPLE}}}$$

$$m_{\text{SAMPLE}} = \text{Mass of sample } (\mu\text{g})$$

### 8.7.5.2 Pass/fail determinations

If results obtained for at least seven of the sample solutions comply with the requirement stated in clause 5.2.10 the material passes.

If four or fewer of the sample solutions comply with the requirement stated in clause 5.2.10, the material fails.

If only five or six comply make new specimen discs and solutions and repeat the test. If at least eight of the second series of solutions comply with the requirement stated in clause 5.2.10 the material passes.

### 8.7.5.3 Expression of results

Report the number of sample solutions evaluated, all results for residual monomer content and whether the material passes.

## **8.8 Water sorption and solubility**

### **8.8.1 Materials**

- a) Silica gel, freshly dried for  $(300 \pm 10)$  min at  $(130 \pm 5)$  °C.
- b) Water, complying with grade 2 of ISO 3696.

### **8.8.2 Apparatus**

- a) Rack to keep the specimens parallel and separated.
- b) Two desiccators
- c) Oven, maintained at  $(37 \pm 1)$  °C.
- d) Polymer coated tweezers
- e) Clean dry towel
- f) Micrometer, accurate to 0,01 mm
- g) Dial gauge calliper or slide calliper, accurate to 0,01 mm

### **8.8.3 Preparation of test specimens**

Specimens shall be prepared as described in clause 8.4.3, except that five specimens shall be prepared.

### **8.8.4 Procedure**

#### **8.8.4.1 Conditioned specimens**

Place the specimens in the rack (clause 8.8.2 a)) inside one of the desiccators (clause 8.8.2 b)) containing freshly dried silica gel (clause 8.8.1 a)). Store the desiccator in the oven (clause 8.8.2 c)) at  $(37 \pm 1)$  °C for  $(23 \pm 1)$  h and then remove the desiccator from the oven.

Transfer the specimens kept in the rack directly to the second desiccator which has been supplied with freshly dried silica gel. The second desiccator is kept at  $(23 \pm 2)$  °C. After  $(60 \pm 10)$  min in the second desiccator the specimens are ready for weighing.

Use an analytical balance (clause 8.7.3.2 b)) to weigh the specimen to an accuracy of 0,2 mg. Keep the desiccator sealed except for the shortest possible period required for removing and replacing specimens. After all the specimens have been weighed, replace the silica gel in the first desiccator with freshly dried gel and place the desiccator in the oven.

Repeat the cycle described until a constant mass,  $m_1$ , to be called the "conditioned mass", is reached, i.e. until the loss in mass of each specimen is not more than 0,2 mg between successive weighing. At this point calculate the volume  $V$ , of each specimen from the mean of three diameter measurements and the mean of five

thickness measurements. The thickness measurements are taken in the centre and at four equally spaced locations around the circumference.

#### 8.8.4.2 Wet specimens

Immerse the conditioned specimens in water (clause 8.8.1 b)) at  $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$  for 7 days  $\pm$  2 h. After this time, remove the discs from the water with polymer coated tweezers (clause 8.8.2 d)), wipe with a clean dry towel (clause 8.8.2 e)) until free from visible moisture, wave in the air for  $(15 \pm 1)$  s and weigh  $(60 \pm 10)$  s after removal from the water (with an accuracy of 0,2 mg). Record this mass as  $m_2$ .

#### 8.8.4.3 Reconditioned specimens

After this weighing, recondition the specimens to constant mass in the desiccator as described in clause 8.8.4.1. Record the mass of the "reconditioned" specimens as  $m_3$ .

Note 6 It is essential that the same conditions be applied as for the first drying process (clause 8.8.4.1), using the same number of specimens and the freshly dried silica gel in the desiccators.

### 8.8.5 Calculation and expression of results

#### 8.8.5.1 Water sorption

Calculate the value for the water sorption,  $w_{sp}$ , for each specimen, expressed in microgram per cubic millimetre ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ) from the following equation:

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

where  $m_2$  is the mass of the specimen, in micrograms ( $\mu\text{g}$ ), after immersion in water (clause 8.8.4.2).  
 $m_3$  is the reconditioned mass of the specimen, in micrograms ( $\mu\text{g}$ ) (clause 8.8.4.3).  
 $V$  is the volume of the specimen, in cubic millimetres ( $\text{mm}^3$ ) (clause 8.8.4.1).

Round off the calculated values for water sorption to the nearest microgram per cubic millimetre ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ).

### 8.8.5.2 Water solubility

Calculate the soluble matter per unit volume,  $W_{st}$ , leached out during immersion, expressed in microgram per cubic millimetre ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ) for each specimen from the following equation :

$$W_{st} = \frac{m_1 - m_2}{V}$$

where  $m_1$  is the "conditioned" mass of the specimen, in microgram ( $\mu\text{g}$ ) (see clause 8.8.4.1).

$m_2$  and  $V$  are as given in clause 8.8.5.1.

Round off the calculated values for water solubility to the nearest 0,1 microgram per cubic millimetre ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ).

### 8.8.5.3 Pass/fail determination of water sorption

If at least four of the water sorption results comply with the requirement stated in clause 5.2.11, the material passes.

If at least two of the water sorption results do *not* comply with the requirement stated in clause 5.2.11, the material is deemed to have failed absolutely.

If only three of the water sorption results comply with the requirement stated in clause 5.2.11, prepare and test a series of six additional specimens. If at least five of the water sorption results of the second series comply with the requirement stated in clause 5.2.11, the material is deemed to have passed.

### 8.8.5.4 Pass/fail determination of water solubility

If at least four of the water solubility results comply with the requirements stated in clause 5.2.12, the material passes.

If at least two of the water solubility results do not comply with the requirements stated in clause 5.2.12, the materials is deemed to have failed absolutely.

If only three of the water solubility results comply with the requirements stated in clause 5.2.12, prepare and test a series of six additional specimens. If at least five of the water solubility results of the second series comply with the requirements stated in clause 5.2.12, the material is deemed to have passed.

### 8.8.5.5 Expression of results

Report the number of specimens evaluated, all results for water sorption and water solubility with the number of specimens complying with the clauses 5.2.11 and 5.2.12, and whether the material passes.

## **9 Requirements for labelling, marking, packaging and instructions, supplied by manufacturer**

### **9.1 Packaging**

The material shall be supplied in properly sealed containers made of materials which neither contaminate nor allow contamination of the contents. The containers shall be packaged so as to prevent damage or leakage during transit and storage. The liquid shall be contained in a dark-coloured bottle or opaque container. An outer package may be used to present one or more immediate containers for retail marketing.

### **9.2 Marking of outer packages and containers**

#### **9.2.1 Outer packages**

Each outer package shall be clearly marked with the following information;

- a) The material's trade or brand name
- b) Manufacturer's name and address and/or agent in country of sale
- c) The Type, Class and colour of the material and its application given in clear language
- d) The term expiry date followed by a 4 digit number indicating the applicable year and month for example:  
Expiry date 9607, where the first pair of digits represent the year 1996 and the second pair of digits represent the month July (ISO 8601)
- e) Recommended conditions of storage
- f) The specification of the contents, including the number, mass and/or volume of each item
- g) Cautionary statements with regard to flammability and flashpoint of the liquid (when applicable)
- h) Cautionary statements with regard to toxic, hazardous, or irritating characteristics
- i) Identification of any pharmaceutically active ingredients present in the material and referred to in product information and instructions provided by the manufacturer
- j) Manufacturer's batch reference



- k) Where applicable, information of any special treatment to achieve bonding to synthetic polymer teeth ( clause 5.2.9)

### **9.2.2 All immediate containers**

All immediate containers shall be clearly marked with the following information:

- a) The material's trade or brand name
- b) Manufacturer's name and address and/or agent in country of sale
- c) The Type, Class and colour of material and its application given in clear language
- d) The term expiry date followed by a 4 digit number indicating the applicable year and month for example:  
Expiry date 9607, where the first pair of digits represent the year 1996 and the second pair of digits represent the month July (ISO 8601)
- e) Recommended conditions of storage
- f) The specification of the contents, including the number, mass and/or volume
- g) Cautionary statements with regard to flammability and flashpoint of the liquid (when applicable)
- h) Cautionary statements with regard to toxic, hazardous, or irritating characteristics
- i) Identification of any pharmaceutical active ingredients present in the material and referred to in product information and instructions provided by the manufacturer.
- j) Manufacturer's batch reference;
- k) Where applicable, information of any special treatment to achieve bonding to synthetic polymer teeth (clause 5.2.9)

### **9.2.3 Containers of powder, blank and plastic materials**

The colour shall be clearly marked on each container of powder.

### **9.2.4 Containers of liquid**

The flashpoint of the liquid shall be clearly marked on each container of liquid.

### 9.3 Manufacturer's instructions

The instructions needed for safe and effective use of the material shall be included in each individual package. All processing methods described in the manufacturer's instructions must result in a denture base polymer which fulfils the requirements laid down in this standard. As a minimum they shall include (as applicable) the following information:

- a) Recommended storage conditions for unprocessed material
- b) Cautions against prolonged skin contact with the unpolymerized gel or liquid and against inhalation of the monomer
- c) Powder / liquid ratio (mass per unit volume or mass per mass)
- d) The time, temperature and procedures to prepare the material for packing
- e) The time over which packing may be effectively conducted: initial packing time and final packing time
- f) The equipment and the material needed to prepare the mould (e.g. type of flask, gypsum, hydrocolloid)
- g) Recommended separation media
- h) Any special treatment necessary to achieve bonding to synthetic polymer teeth
- i) The temperature of the flask during packing
- j) The detailed procedure for activating and completing polymerization of the material
- k) Post processing treatment of the processed material (cooling and storage after deflasking)
- l) The maximum residual monomer content (per cent by weight) when tested according to clause 8.7
- m) The curing cycle necessary to achieve a monomer content claimed to be less than 1 %.

Note 7

Special instructions may be necessary for the equipment and processing of Type 2 Class 2, Type 3, Type 4 and Type 5 and capsulated material as indicated in clauses 8.4.3 and 8.5.1.2.

## **HPLC-METHOD FOR DETERMINATION OF MMA-CONTENT**

Several items needed for the HPLC method are identical to some of those required for use in the GC method, clause 8.7 of ISO 1567.

**A.1 Preparation of test specimens** see clause 8.7.2

**A.2 Extraction of monomer**

**A.2.1 Reagents**

**A.2.1.1** Use reagents as described in clause 8.7.3.1

**A.2.1.2** Tetrahydrofuran (THF), of analytical or HPLC grade

**A.2.1.3** Water, complying with grade 2 of ISO 3696.

**A.2.2 Apparatus**

Apparatus as described in clause 8.7.3.2

**A.2.3 Preparation of solutions**

See clause 8.7.3.3 and Note 7;

**Note 8** THF can substitute acetone.  
An Internal Standard (I.S.) solution (clause 8.7.3.3.4) is not required. Therefore, the addition of the I.S. to the sample solutions (clause 8.7.3.3.5) and the addition of the I.S. to the calibration solutions (clause 8.7.4.3.1) is not required.

**A.2.4 High performance liquid chromatography (HPLC)**

**A.2.4.1 Reagent**  
see clause 8.7.4.1

**A.2.4.2 Apparatus**

**A.2.4.2.1** High performance liquid chromatography with ultraviolet spectroscopy detector capable of measuring at 205 nm and a recording system.

**A.2.4.2.2** Injection loop; e.g. 20  $\mu$ l

**A.2.4.3 Procedure**

**A.2.4.3.1 Preparation of calibration solutions for HPLC**

see clause 8.7.4.3.1, except that I.S. is not required and that THF can substitute acetone.

#### **A.2.4.4 HPLC chromatographic equipment and operating conditions:**

- a) **Column:** Octadecyl silanized, 5 µm, 250 mm length and 4-5 mm internal diameter.
- b) **Mobile phase:** 66 % CH<sub>3</sub>OH / 34 % H<sub>2</sub>O, isocratic elution.
- c) **Flow:** 0,8 ml/min.
- d) **Detection:** UV - 205 nm
- e) **Temperature:** Constant room temperature

#### **Note 9**

The operating conditions can be altered if satisfactory separation is achieved. Another mobile phase system, e.g. acetonitril/water (CH<sub>3</sub>CN/H<sub>2</sub>O), can be used, if separation is satisfactory.

#### **A.2.4.5 HPLC chromatograms of sample and calibration solutions**

The wavelength of 205 nm is suitable for low concentrations of MMA in the sample solution. The calibration graph must be linear. If the concentration of the sample solution is too high quantitative dilution of sample and calibration solutions is required, or a different choice of wavelength, e.g. 225 nm, can be made.

To ensure that a constant volume of the sample solutions and the calibration solutions are injected, a loop with a fixed volume (e.g. 20 µl ) is used.

To ensure correct quantification of the MMA content in the sample solutions, good separation of all substances must be secured by selecting an appropriate mobile phase composition.

Operate the HPLC until all components are completely eluted.

#### **A.2.4.6 Evaluation of peaks from HPLC chromatograms**

The retention time of MMA shall be known and shall be stable during the analyses of sample solutions and calibration solutions. The retention time is dependent upon the column and mobile phase composition.

The peak height or area of MMA shall be determined by electronic registration and integration.

#### **A.2.5 Calculation and expression of results**

##### **A.2.5.1 Calculation of results from a calibration graph**

##### **A.2.5.1.1 Drawing of the calibration graph**

Draw a calibration graph by plotting the peak area (or height) of methyl methacrylate monomer in the calibration solution against the respective concentrations of MMA expressed in µg/ml.

### A.2.5.1.1.1 Precision of measurements

The correlation coefficient of the calibration graph established by linear regression shall not be less than 0,990.

### A.2.5.1.1.2 Determination of the percentage of methyl methacrylate

Use the calibration graph to determine the concentration of MMA ( $c_{\text{MMA}}$ ) in the analysed sample solutions in  $\mu\text{g/ml}$ .

Total quantity of MMA in the sample solution,  $m_{\text{MMA}}$  ( $\mu\text{g}$ ), is calculated according to the equation (see Note 9):

$$m_{\text{MMA}} = [c_{\text{MMA}} (\mu\text{g/ml}) \times \frac{10 (\text{ml})}{2 (\text{ml})} \times 10 (\text{ml})] \mu\text{g}$$

Note 10

For precipitation of dissolved polymer methanol solution (B) is added to a 2 ml aliquot of the sample solution in a volumetric closed glass flask until a total volume of 10 ml is achieved. If complete precipitation of polymer is not achieved with a 2 : 10 dilution, this factor must be altered.

The volume of the original sample solution was 10 ml.

$$\text{Residual monomer (wt-\%)} = \frac{m_{\text{MMA}} \times 100}{m_{\text{SAMPLE}}}$$

$$m_{\text{SAMPLE}} = \text{Mass of sample } (\mu\text{g})$$

### A.2.5.2 Interpretation of results

see clause 8.6.5.2



EXPLANATORY REPORT ISO/DIS 1567	
RAPPORT EXPLICATIF	
will supersede: ISO 1567: 1988	
remplacera:	
ISO/TC106 /SC 2	Secretariat ANSI (ADA)

This form should be sent to the ISO Central Secretariat, together with the English and French versions of the committee draft, by the secretariat of the technical committee or sub-committee concerned (see 2.4.6 of part 1 of the IEC/ISO Directives)

Ce formulaire doit être envoyé au Secrétariat central de l'ISO en même temps que les versions anglaise et française du projet de comité, par le secrétariat du comité technique ou du sous-comité concerné (voir 2.4.6 de la partie 1 des Directives CEI/ISO)

The accompanying document is submitted for circulation to member body vote as a DIS, following consensus of the P-members of the committee obtained

Le document ci-joint est soumis, pour diffusion comme DIS, au vote comité membre, suite au consensus des membres (P) du comité obtenu

on le 1996-10-11

at the meeting of TC.106 /SC.2...: see resolution No. 8 in document ISO/TC106/SC2 N452  
à la réunion du TC.106 /SC.2...: voir résolution n° 8 dans le document ISO/TC106/SC2 N452

by postal ballot initiated on 1996-01-2.  
par un vote par correspondance démarré le (SC2 N428)

- P-members in favour: (15) Australia, Belgium, Germany, Ireland, Italy, Japan, Norway, Russia Fed., South africa, Spain, Sweden, Switzerland, Turkey, United Kingdom, United States
- Membres (P) approuvant le projet: (15) Australie, Belgique, Allemagne, Irlande, Italie, Japon, Norvège, Fédération de Russie, Afrique du Sud, Espagne, Suède, Suisse, Turquie, Royaume-Uni, États-Unis
- P-members voting against: (1) France
- Membres (P) désapprouvant: (1) France
- P-members abstaining: (0)
- Membres (P) s'abstenant: (0)
- P-members who did not vote: (4) Canada, Czech Rep., Netherlands, Poland
- Membres (P) n'ayant pas voté: (4) Canada, République tchèque, Pays-Bas, Pologne

Remarks/Remarques

The revision of ISO 1567: 1988 was prepared by SC2/WG11. SC2 accepted the proposal for circulation as a CD at the SC2 Plenary in Kyoto on 1995-11-03. The document was circulated as a CD in SC2 on 1996-01-16. Comments were considered by SC2/WG11 at its meeting in Chicago on 1996-10-08. The proposal was accepted by SC2 in Plenary on 1996-10-11 for circulation as ISO/DIS 1567.

I hereby confirm that this draft meets the requirements of part 3 of the IEC/ISO Directives  
Je confirme que ce projet satisfait aux prescriptions de la partie 3 des Directives CEI/ISO

Date December 11, 1996

Name and signature of the secretary  
Nom et signature du secrétaire

*John W. Stanford*  
John W. Stanford