

## II. MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN

### 1. Difracción de Rayos-X

Los rayos X, son radiaciones cuya longitud de onda oscila entre  $0.02 \text{ \AA}$  a  $100 \text{ \AA}$  y al igual que la luz ordinaria, se manifiesta en forma de energía radiante, siendo emitidos por los átomos debido a profundas perturbaciones en sus estructuras electrónicas. El fenómeno es de carácter electromagnético y de la misma naturaleza de la luz visible.

Cuando un haz de rayos X alcanza la superficie del compuesto a cualquier ángulo, una porción es dispersada por la capa de átomos de la superficie. La porción no dispersada penetra a la segunda capa de átomos, donde otra vez una fracción es dispersada y la que queda pasa a la tercera capa. El efecto acumulativo de esta dispersión desde los centros regularmente espaciados del cristal es la dispersión del haz. Los requisitos para la difracción del rayos X son: que el espaciado entre las capas de átomos sea aproximadamente el mismo que la longitud de onda de la radiación, y que los centros de dispersión estén distribuidos en el espacio de una manera muy regular.

W.L. Bragg determinó la ecuación que permite establecer la relación existente entre la longitud de onda de los rayos X y los espacios interplanares de los cristales.

La ecuación establecida por Bragg, es la siguiente:

$$n\lambda=2d\sin\theta$$

Donde:

$n$ = es un número entero que representa el orden de reflexión

$\lambda$ = es la longitud de onda de los rayos X (Constante del tubo de rayos X utilizado)

$d$ = es la distancia interplanar del cristal.

$\theta$ = ángulo de Bragg o ángulo de incidencia. (Variado continuamente durante el análisis)

Toda sustancia cristalina dispersa rayos X en su propio patrón de difracción, produciendo una “huella” de su estructura atómica y molecular. La difracción de rayos X presenta una característica única con la cual los componentes se identifican como compuestos específicos a partir de sus diagramas de difracción.

El equipo de difracción de rayos X básicamente se compone por un generador que alimenta el tubo de rayos X con voltaje y corrientes preseleccionados, un tubo de rayos X compuesto por la fuente de electrones acelerados (cátodo) y fuente de rayos X (anticátodo de Cu), un goniómetro de tipo vertical controlado automáticamente sobre un rango angular, un monocromador, un detector, un procesador, un sistema de enfriamiento de tubo de rayos X y una computadora.

El cátodo del tubo de rayos X produce electrones los cuales son fuertemente acelerados hacia el ánodo del tubo. El choque ocasionado produce la emisión de rayos X. Los rayos X producidos, pasan a través de una ranura o rejilla que orienta el haz, haciéndolo incidir sobre la muestra. Se produce la reflexión del haz de rayos X al incidir en un plano de la red cristalina del material irradiado. Los rayos X son difractados y filtrados por un cristal analizador (monocromador), el cual absorbe todas las radiaciones que van en una dirección distinta dada experimentalmente por un goniómetro o aquellas que tienen distinta longitud de onda. Estas radiaciones filtradas son detectadas por el detector cuya función es ampliar las radiaciones que sobre él inciden. Las radiaciones amplificadas son registradas en un graficador, obteniendo un difractograma. Éste consiste de una gráfica donde se encuentran una serie de picos representado cada uno de ellos la distancia interplanar de un cristal, la altura del pico depende de la intensidad de las reflexiones que lo causaron en un determinado ángulo. Las proporciones relativas de las diferentes sustancias cristalinas en la muestra, pueden calcularse por la intensidad de sus picos.

Los valores “d” se obtienen de la ley de Bragg y se puede recurrir a tablas elaboradas en función a las variaciones de  $\theta$  (normalmente  $2\theta$ ) y finalmente, con dichos datos y de acuerdo a la intensidad relativa de los picos o reflexiones, se consultan índices de un archivo de tarjetas estándar hasta

encontrar a los minerales con que mejor coincidan para identificación del material en caso de que exista.<sup>[9]</sup>

## 2.Termogravimetría

El análisis termogravimétrico (TGA) es una técnica en donde se analiza la variación de peso de una muestra en función del tiempo o la temperatura. Para realizar el análisis, la muestra es colocada en una balanza y calentada en un pequeño horno. Ya que todos los materiales orgánicos se descomponen al calentarse, y la temperatura de descomposición es una característica propia de cada material, el TGA es una excelente técnica para la caracterización de los materiales.<sup>[22]</sup>

Entre la información que se puede obtener de un análisis termogravimétrico está la temperatura de descomposición, la estabilidad térmica, la composición química, y la eficiencia de los retardantes de flama. El TGA es comúnmente utilizada para determinar el porcentaje de contenido de relleno de muchos termoplásticos.

El equipo de termogravimetría o la termobalanza contiene tres partes principales: La electrobalanza y su controlador, el horno y los sensores de temperatura y la computadora.<sup>[12]</sup>

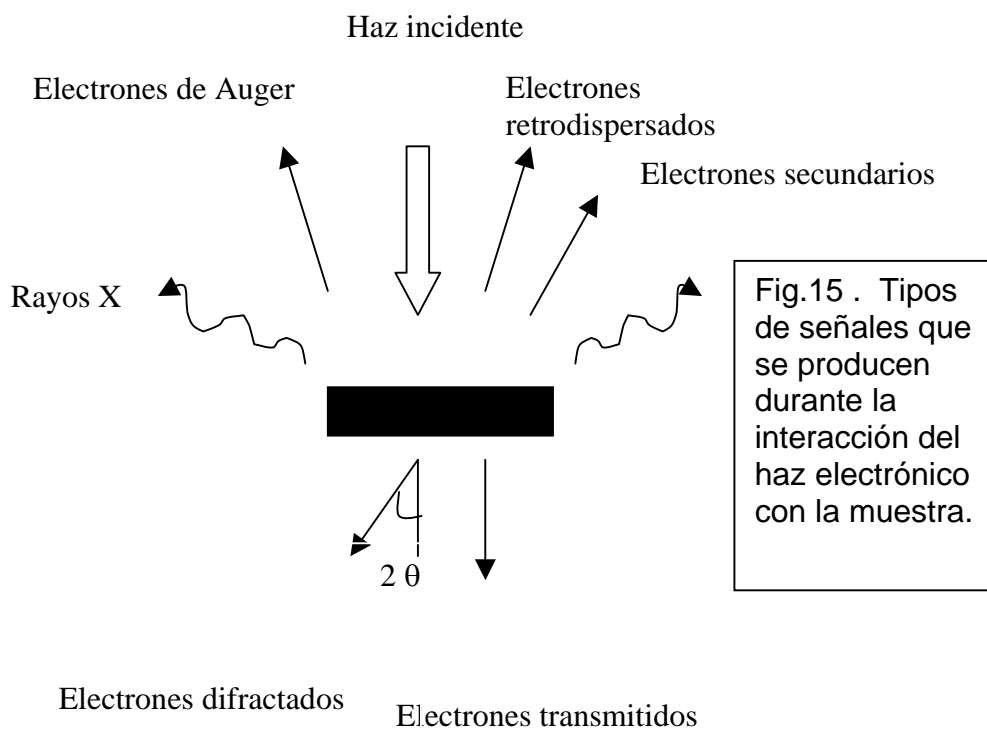
### 3. Microscopía electrónica

El microscopio electrónico de transmisión (TEM) utiliza como fuente de iluminación un cañón de electrones. Este cañón tiene una única lente electrostática; las demás lentes (condensadoras, objetiva, intermedias y proyectora) son electromagnéticas.

La analogía que existe entre el proceso de formación de imágenes de los microscopios ópticos y los electrónicos es muy fuerte. Al llevar a cabo la amplificación, la lente objetiva produce una imagen que sirve como objeto para la lente intermedia, la cual produce a su vez una segunda imagen que también será amplificada por la lente proyectora para producir la imagen final en la pantalla o en una placa fotográfica.

La caracterización estructural y química de la muestra es dada al interpretar las interacciones del haz de electrones con la muestra. Estas interacciones producen varios tipos de señal que se identifican como electrones retrodispersados, secundarios, absorbidos, Auger, transmitidos y rayos X (Figura 15). Los electrones retrodispersados y secundarios nos dan información sobre la superficie de la muestra, permitiéndonos obtener una imagen topográfica de la misma. Estos electrones son la fuente de información para la microscopía electrónica de barrido (SEM). Los electrones absorbidos nos informan acerca de la resistividad de la muestra. Los electrones Auger y los rayos X característicos dependen de la composición química de la muestra. Los electrones que atraviesan la muestra se pueden clasificar como

transmitidos (aquellos que pasan la muestra sin sufrir desviación alguna) y difractados (aquellos que son desviados de su dirección de incidencia). Los haces transmitidos y difractados son los que usa la lente objetiva para formar la imagen de la muestra en un microscopio electrónico de transmisión por ello se requiere que las muestras sean muy delgadas. Al atravesar la muestra estos electrones llevan información sobre las características estructurales de la misma. Si en lugar de enfocar el plano-imagen de la muestra se enfoca el plano focal se observará un arreglo de los haces difractados y transmitidos (patrón de difracción). El análisis de este patrón permite hacer el estudio de la estructura atómica de la muestra. <sup>[19]</sup>



#### 4. Pruebas mecánicas: Resistencia a la tensión

La resistencia a la tracción o tensión se define como el cociente entre la fuerza máxima que soporta el material, y el área que soporta la fuerza:

$$\text{Resistencia a la tracción (Pa)} = \frac{\text{fuerza máxima que soporta la muestra (N)}}{\text{Área de la sección transversal (m}^2\text{)}}$$

El esfuerzo a la tensión es la capacidad de un material para resistir las fuerzas de estiramiento. Normalmente se mide aplicando una fuerza a una probeta de acuerdo con la norma ASTM-D638-72 o ASTM-D1708-96 [31,32]. Estas probetas de ensayo, deben cumplir condiciones normalizadas de humedad (50%) y temperatura (23° C) antes del ensayo y durante el mismo.

Para medidas típicas de resistencia a la tensión, los dos extremos de la probeta se sujetan en las mordazas del aparato de ensayo. Una de las mordazas está fija, mientras que la otra se desplaza en incrementos determinados. El esfuerzo aplicado se representa en función de la deformación.

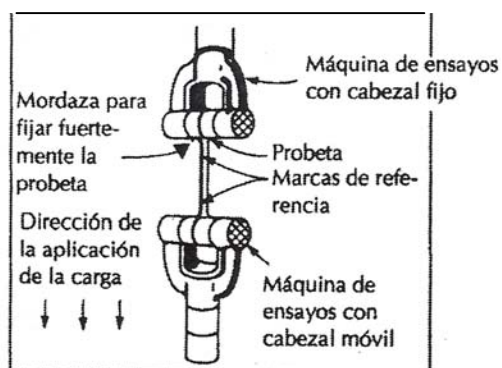


Figura 16. Ensayo de Tracción típico [23]

El módulo elástico, es la relación entre el esfuerzo aplicado y la deformación que se produce en el intervalo en donde la relación entre el esfuerzo y la deformación es lineal. El área total bajo la curva esfuerzo-deformación real da una idea de la tenacidad, mientras que el área de la curva hasta el punto de cedencia indica la resiliencia del material. La deformación por estiramiento es la deformación de una probeta de ensayo causada por la aplicación de cargas; es decir, la deformación es la variación de la longitud de la muestra con la longitud inicial .

Cuando se aplica una fuerza y el material no recupera sus dimensiones original se dice que el material se ha deformado plásticamente, es decir, han existido movimientos moleculares dentro del material que no permiten el retorno de las moléculas a sus sitios originales.

La figura 17 muestra un diagrama esfuerzo-deformación ingenieril indicando las propiedades que se pueden obtener del mismo. Es importante mencionar que el diagrama es característico del material. <sup>[23]</sup>



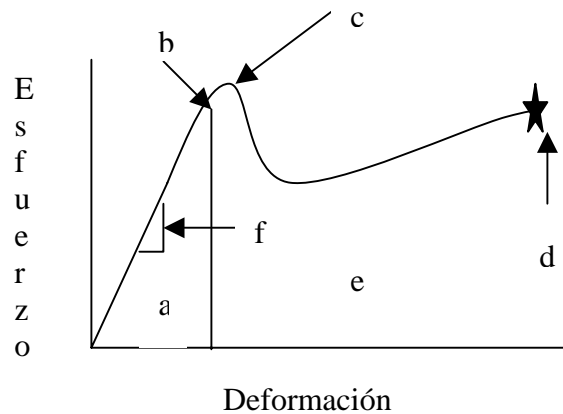


Figura 17. Curva esfuerzo-deformación : a. Zona elástica, b. Punto de fluencia o cedencia, c. Esfuerzo máximo, d. Punto de ruptura, e. Zona plástica, f. Módulo de Young

### 5. Medición de la contracción

Durante la polimerización , los materiales de restauración dental a base de resina sufren una contracción. La rapidez de esta contracción es la magnitud del desplazamiento en un intervalo de tiempo. El porcentaje de encogimiento y la rapidez de contracción se pueden medir a través de un equipo desarrollado por Watts y Cash. Este equipo mide el encogimiento por medio de un transductor de desplazamiento que es un instrumento que elimina los problemas de acceso de la fuente de luz hacia la muestra, y que por medio de la corriente eléctrica mide la contracción para resinas fotopolimerizables.

Casi siempre es posible convertir una magnitud física en una señal eléctrica. Para este estudio se aprovecha este comportamiento para medir la

contracción por polimerización (magnitud física) de cualquier resina al fotopolimerizar a través de la variación del voltaje (señal eléctrica). Al terminar con la medición, los datos son procesados por un software denominado PICO-LOG que genera una curva de contracción vs. tiempo. Al obtener la derivada de la parte lineal de la curva se obtiene la rapidez de contracción.

El instrumento está compuesto por un equipo de computo para el almacenamiento y análisis de datos, un transductor, dos cubreobjetos , un anillo y una lámpara para fotopolimerización . <sup>[7]</sup>

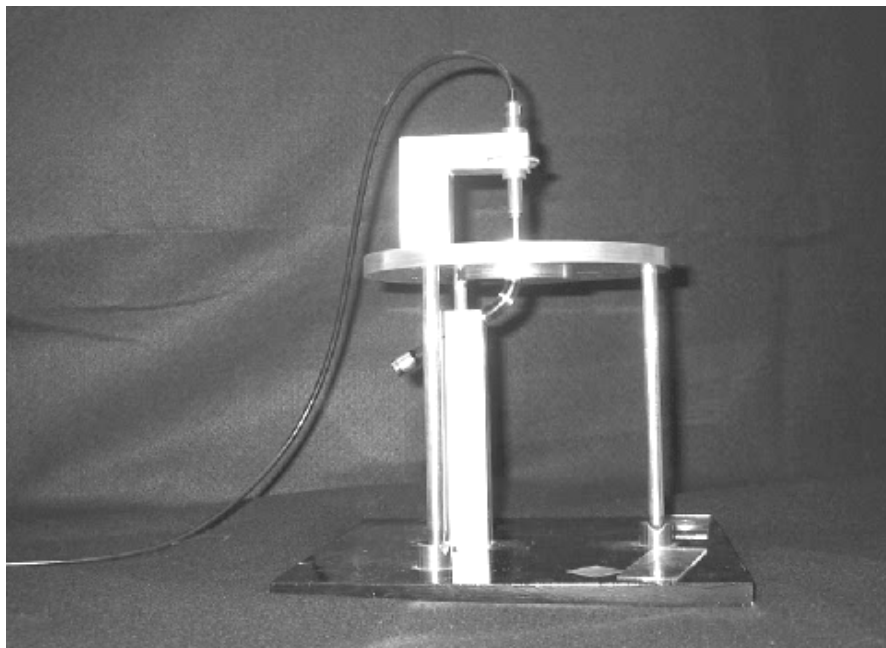


Figura 18. Instrumento de medición de contracción.