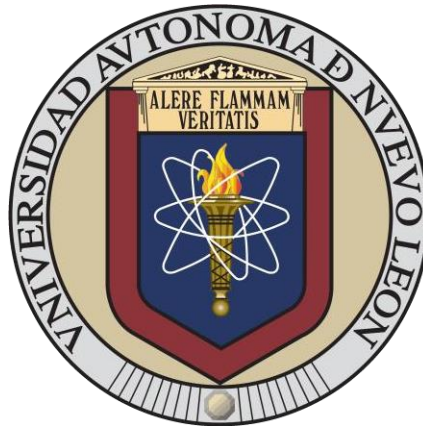


UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE ODONTOLOGIA

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO



Resistencia al cizallamiento de los brackets utilizando adhesivo dental modificado con
óxido de grafeno (estudio in vitro)

POR

JAIME BRANDON SERRANO RODRIGUEZ

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRIA EN ORTODONCIA

MONTERREY, N. L

NOVIEMBRE 2025

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del jurado aprobamos la investigación y aprobamos el documento que avala la misma, como opción para obtener el grado de Maestría en Ortodoncia que presenta el

M.C.D Jaime Brandon Serrano Rodríguez

Con la tesis titulada:

Resistencia al cizallamiento de los brackets utilizando adhesivo dental modificado con óxido de grafeno (estudio in vitro)

Presidente

Secretario

Vocal

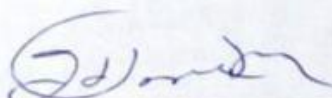
Resistencia al cizallamiento de los brackets utilizando adhesivo dental modificado con
óxido de grafeno (estudio in vitro)

Comité de tesis



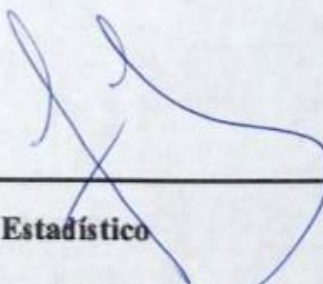
Director de tesis

CD MS PhD Roberto José Carillo González



Co-Director

CD MS PhD Hilda HH Torre Martínez



Asesor Estadístico

MSP PhD Gustavo Israel Martínez González

Coordinador del Posgrado de Ortodoncia

Subdirectora de Estudios de Posgrado

Contenido

AGRADECIMIENTOS.....	pag. 1
RESUMEN.....	pag. 3
INTRODUCCIÓN.....	pag. 5
HIPÓTESIS.....	pag. 7
OBJETIVOS.....	pag. 9
OBJETIVO GENERAL.....	pag.10
OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	pag.10
ANTECEDENTES.....	pag.11
MRCO TEORICO.....	pag. 16
MATERIALES Y MÉTODOS.....	pag.19
UNIVERSO DE ESTUDIO.....	pag.20
TAMAÑO DE MUESTRA.....	pag.20
CARACTERÍSTICAS DEL GRUPO CONTROL	pag.21
Y GRUPO EXPERIMENTAL	
CRITERIOS DE SELECCIÓN.....	pag.21
DESCRIPCIÓN DE PROCEDIMIENTOS.....	pag.22
RESULTADOS.....	pag.24
DISCUSIÓN.....	pag.29
CONCLUSIONES.....	pag.31
BIBLIOGRAFÍA.....	pag.33
ANEXOS.....	pag.37

AGRADECIMIENTOS

Agradecido primeramente con Dios, por darme la bendición de poder concluir esta etapa tan importante de mi formación profesional y regalarme una maravillosa familia.

A mis padres, por su amor y apoyo incondicional, por enseñarme con su ejemplo el valor del trabajo y la perseverancia. A mi abuelita QEPD, por siempre motivarme y cuyos consejos siguen acompañándome en cada logro. A mis tías la Dra. Idalia y la Dra. Elida, por su apoyo y por insiprarme a seguir creciendo profesionalmente.

A mi generación 41 por las risas y los momentos compartidos que hicieron de este posgrado una experiencia que nunca olvidare. En especial a Adrián y Effy, con quienes compartí largas jornadas de estudio, retos y que su amistad hizo este camino mucho más llevadero.

A mis maestros del posgrado de Ortodoncia, quienes nos compartieron toda su experiencia y pasión por la profesión y que siempre nos motivaron a ser mejores profesionales y personas

De manera especial agradezco al Dr. Roberto Carrillo González director de esta tesis, por abrirme las puertas de su posgrado, por cada tip y enseñanza que nos dejó, por implicar a siempre a tener esa hambre por adquirir más conocimiento y tener ese balance entre lo familiar y lo profesional.

Gracias a CONACYT por motivarnos a ser investigadores y aportar los recursos para poder lograr este estudio.

Asimismo, quiero agradecer a la facultad de Químicas y FIME por permitirme realizar este estudio en sus instalaciones, así como a la Dra. Pilar y el Dr. Diabb por instruirme en el uso de equipos y darme consejos.

Finalmente agradezco a todas las personas que de alguna manera ayudaron a realizar este trabajo y mi formación durante esta etapa.

RESUMEN

Resistencia al cizallamiento de los brackets utilizando adhesivo dental modificado con óxido de grafeno (estudio in vitro)

Introducción:

El descementado en brackets es una complicación frecuente en ortodoncia. El óxido de grafeno (GO) ha surgido como un material prometedor para mejorar las propiedades de los adhesivos dentales. Existen pocos estudios que evalúen su incorporación a adhesivos ortodónticos.

Objetivo:

Determinar la resistencia al cizallamiento de los brackets cementados con adhesivo modificado con GO al 0.25% en comparación con un adhesivo tradicional, así como evaluar el modo de falla mediante Índice de Adhesivo Remanente (ARI).

Materiales y Métodos:

Se realizó estudio in vitro con 40 premolares humanos, divididos en dos grupos: grupo control (adhesivo convencional) y grupo experimental (adhesivo modificado con GO al 0.25%). Se midió la resistencia al cizallamiento utilizando una máquina de ensayos universales. El modo de falla se evaluó con el ARI. Se aplicó una prueba t de student con un nivel de significancia de $p < 0.05$

Resultados:

El grupo experimental mostró un aumento estadísticamente significativo ($p < 0.05$) en la resistencia al cizallamiento, con un 20.6% más fuerza y tensión, así como una reducción del 28% en el desplazamiento y la deformación. El análisis de ARI no mostró diferencias significativas ($p = 0.859$) en el modo de falla entre los grupos.

Discusión:

Los resultados nos confirman que añadir GO al 0.25% mejora las propiedades mecánicas del adhesivo, coincide con estudios previos que reportan al GO como refuerzo en matrices poliméricas. La concentración se encuentra en rango óptimo evitando su aglomeración. El modo de falla no se vio alterado lo que sugiere que la resistencia no compromete la seguridad del esmalte. Las limitaciones a un estudio in vitro señalan futuras investigaciones in vivo que evalúen el desempeño del material en condiciones clínicas.

Conclusión:

La incorporación de óxido de grafeno en concentración de 0.25% aumenta significativamente la resistencia al cizallamiento de la unión bracket-esmalte, sin alterar el modo de falla, lo que lo convierte en una alternativa viable y segura para el desempeño de los adhesivos ortodónticos.

Palabras clave:

Óxido de grafeno, adhesivo dental, ortodoncia, resistencia al cizallamiento, índice de adhesivo remanente, estudio in vitro.

Director de tesis

Autonomous University of Nuevo León – UANL
Faculty of Dentistry
Sub-Directorate of Postgraduate Studies
Postgraduate Program in Orthodontics
M.C.D. Jaime Brandon Serrano Rodríguez

Shear Strength of Brackets Using Graphene Oxide-Modified Dental Adhesive (In Vitro Study)

Introduction:

Bracket debonding is a frequent complication in orthodontics. Graphene oxide (GO) has emerged as a promising material for improving the properties of dental adhesives. Few studies have evaluated its incorporation into orthodontic adhesives.

Objective:

To determine the shear strength of brackets bonded with 0.25% GO-modified adhesive compared to a traditional adhesive, and to evaluate the failure mode using the Adhesive Remaining Index (ARI).

Materials and Methods:

An in vitro study was conducted using 40 human premolars, divided into two groups: a control group (conventional adhesive) and an experimental group (adhesive modified with 0.25% GO). Shear strength was measured using a universal testing machine. Failure mode was assessed using the ARI. A Student's t-test was applied with a significance level of $p < 0.05$.

Results:

The experimental group showed a statistically significant increase ($p < 0.05$) in shear strength, with 20.6% greater strength and tensile strength, as well as a 28% reduction in displacement and deformation. The ARI analysis showed no significant differences ($p = 0.859$) in the failure mode between the groups.

Discussion:

The results confirm that adding 0.25% GO improves the mechanical properties of the adhesive, consistent with previous studies that report GO as a reinforcement in polymer matrices. The concentration is within the optimal range, preventing agglomeration. The failure mode was not altered, suggesting that the increased strength does not compromise enamel safety. The limitations of this in vitro study indicate the need for future in vivo research to evaluate the material's performance under clinical conditions.

Conclusion:

The incorporation of graphene oxide at a concentration of 0.25% significantly increases the shear strength of the bracket-enamel bond without altering the failure mode, making it a viable and safe alternative for orthodontic adhesives.

Keywords:

Graphene oxide, dental adhesive, orthodontics, shear strength, adhesive residue index, in vitro study.

Thesis Advisor

Dr. Roberto José Carrillo González, PhD, Orthodontist

INTRODUCCIÓN

Introducción

La ortodoncia con aparatología fija es uno de los tratamientos más solicitados en odontología para la corrección de maloclusiones, con ella obtenemos una mejora en la función masticatoria asimismo optimiza la estética facial y dental. El éxito del tratamiento ortodóntico depende de varios factores clínicos, como por ejemplo una adecuada adhesión entre el bracket y la superficie del diente. Esto se logra mediante sistemas adhesivos diseñados para soportar la carga masticatoria.

Desde que se introdujo el uso de adhesión directa en ortodoncia, el uso de resinas y adhesivos ha permitido mejorar la eficiencia clínica en comparación con técnicas antiguas como la cementación de bandas. A pesar de los avances en los materiales adhesivos, el descementado de brackets sigue siendo una de las complicaciones más frecuentes durante el tratamiento de ortodoncia. Esto puede deberse a varios factores como fatiga en el material adhesivo, fuerzas oclusales, calidad del esmalte errores en el cementado de los brackets, o limitación en el adhesivo.

Cuando se desprende un bracket es necesario volver a hacer todo el proceso de cementado, lo que prolonga la duración de la cita y del tratamiento, además se aumentan costos clínicos y genera más incomodidad en el paciente. Por esta razón uno de los objetivos en el desarrollo de nuevos materiales dentales ha sido mejorar las propiedades de los adhesivos ortodónticos, principalmente la resistencia a las fuerzas de cizallamiento, este es el principal tipo de carga que recibe el bracket.

Últimamente se ha despertado un gran interés por el uso de nanomateriales ya que estos tienen capacidad de modificar y mejorar las propiedades físicas, químicas y mecánicas de los materiales. Dentro de estos nanomateriales, uno muy prometedor es el óxido de grafeno ya que su estructura bidimensional, su alta área superficial, su resistencia mecánica y su capacidad de interactuar con otros polímeros que le permite actuar como un agente de refuerzo cuando se incorpora.

Investigaciones han demostrado que la incorporación de grafeno en matrices poliméricas puede mejorar propiedades como la resistencia mecánica, la rigidez estructural y la distribución de tensiones dentro del material. Estos hallazgos han generado interés en evaluarlos en diferentes biomateriales dentales como lo son resinas, cementos y adhesivos. Sin embargo, la evidencia científica en adhesivos ortodónticos aun es limitada.

Por este motivo es relevante investigar si la incorporación de grafeno en bajas concentraciones mejora la resistencia mecánica de los adhesivos ortodónticos, sin alterar la propiedad del material y dañar el esmalte dental.

En el presente estudio se evaluó la resistencia al cizallamiento de brackets cementados en premolares utilizando adhesivo para ortodoncia modificado con óxido de grafeno en una concentración de 0.25%, comparándolo con un adhesivo convencional.

Por lo tanto, el objetivo general de este estudio fue determinar si la incorporación de óxido de grafeno al 0.25% aumenta la resistencia al cizallamiento de los brackets en premolares humanos en comparación con un adhesivo convencional.

HIPÓTESIS

HIPÓTESIS

La incorporación de óxido de grafeno al adhesivo dental en una concentración del 0.25% aumenta la resistencia a las fuerzas de cizallamiento en la unión bracket-esmalte en premolares humanos en comparación con un adhesivo convencional para ortodoncia sin modificar.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

-Determinar si existe una mayor resistencia a la fuerza de cizallamiento en la adhesión de brackets en premolares “in vitro” incorporando óxido de grafeno al adhesivo dental.

Analizar el efecto de la incorporación de óxido de grafeno en baja concentración (0.25% p/p) sobre la resistencia a la compresión de la unión adhesiva en brackets cementados en premolares humanos *in vitro*

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

-Medir la resistencia a la fuerza de cizallamiento en la adhesión de brackets de piezas posteriores, utilizando adhesivo convencional

-Medir la resistencia a la fuerza de cizallamiento en la adhesión de brackets de piezas posteriores, utilizando adhesivo modificado con óxido de grafeno

-Verificar si el modo de fallo es el mismo que el de un adhesivo convencional

-Comparar los resultados obtenidos

ANTECEDENTES

ANTECEDENTES

Angle introdujo por primera vez en los Estados Unidos en 1887 una aleación de cobre, níquel y zinc que no contenía plata. Durante este período se utilizaba oro, platino, plata, acero, caucho, vulcanita y, a veces, madera, marfil, zinc y cobre, así como latón para bucles, ganchos, aspersores y sujetadores. El oro de 14 a 18 quilates se usaba comúnmente para alambres, cintas, ganchos, y aspersores, así como bandas y lazos de iridio-platino y oro platinado para brackets. (Peck S.,2009).

Desde los inicios del tratamiento de ortodoncia, los brackets tradicionalmente se han soldado a bandas de oro o acero inoxidable. La banda abarcaba el perímetro del diente y requería la creación de un espacio interdental para acomodar el ancho del material de la banda.(Gange P., 2015)

Otros estudios realizados en 1972 desarrollaron un nuevo cemento dental translúcido, el cemento de ionómero de vidrio. Era un híbrido de cemento de silicato y policarboxilato y podía adherirse fisicoquímicamente tanto al esmalte como a la dentina.(Al Shamsi et al., 2006)

Bounocore introdujo la técnica de grabado ácido en 1955 uniendo resina acrílica a una superficie de esmalte que había sido pretratada con ácido fosfórico al 85% durante 60 segundos. Desde este informe inicial, varios investigadores han evaluado la técnica para determinar los factores que pueden afectar la resistencia mecánica de la unión, incluido el tipo de acondicionador del esmalte.(Ajlouni R et al., 2004)

El Dr. George Newman, ortodoncista de Orange, Nueva Jersey, y el profesor Fujio Miura, jefe del Departamento de Ortodoncia de la Universidad Médica y Dental de Tokio en Japón, fueron pioneros en la unión de brackets de ortodoncia al esmalte. En las décadas siguientes se lograron muchos avances, incluidos muchos adhesivos nuevos, subestructuras mejoradas, nuevos materiales de soporte, métodos de curado más rápidos o eficaces, agentes de liberación de fluoruro y selladores.(Gange P., 2015)

En este estudio de 1975 se estableció que el rango de resistencia al desalojo debe ser clínicamente de 5.9 a 7.8Mpa como un rango optimo (Achío TS et al., 2015)

El sistema ARI es utilizado para evaluar el acumulo de resina restante en el diente después de remover el diente. -

-Código 0: no se observa resina sobre el esmalte

-Código 1: menos del 50% de la resina en el esmalte

-Código 2: más del 50% de la resina en esmalte

-Código 3: 100% de la resina en el esmalte(Artun et al.,1984)

El método convencional para unir brackets a la superficie del esmalte necesita de tres diferentes agentes: acondicionador de esmalte, adhesivo y resina. El ácido fosfórico es el más utilizado como acondicionador del esmalte. Se reportó que el ácido ortofosfórico en concentraciones de 30 a 40% resulta en los patrones del grabado del esmalte más retentivos (Chávez J. A. R et al.,2013)

En este estudio se investigó la eficacia del autograbado en el esmalte y utilizó un grupo control (método convencional) reconocen que los adhesivos autograbantes ofrecen la principal ventaja de reducir el tiempo necesario para completar el procedimiento (Fernández S. L. et al., 2004)

Adhesivos

El lanzamiento de adhesivos universales o multimodo marco un hito hace mas de una década esto simplificó el flujo de trabajo en el consultorio sin poner en riesgo la eficacia clínica de las restauraciones que depende de la formación de HL que asegure una unión duradera entre el material y la estructura dental. (Breschi et al., 2025)

La mayoría de los adhesivos dentales son fotocurables, esto significa que requieren de luz para su polimerización. Contienen fotoiniciadores sensibles a la luz azul en un espectro de 400 a 515 nm. A pesar de que no todos los fabricantes especifican su composición, el sistema de fotoiniciadores más extendido es una combinación de canforquinona (CQ) y una amina terciaria, tal como se emplea en adhesivos como Scotchbond Universal(SBU). (Tang C et al., 2023)

El adhesivo DSP ejerce un efecto de protección mediante la liberación de cetilpiridino(OCT). Actúa como un inhibidor enzimático secundario, suprimiendo la actividad de la metaloproteinasas (MMPs) que degradan la unión. Este efecto bioactivo esta confinado a la brecha de la interfaz de la restauración. (Stewart CA et al., 2020)

Añadir monómeros más resistentes a la degradación hidrolítica y monómeros funcionales que aumentan la retención micromecánica ha mejorado el rendimiento de los materiales adhesivos. Lo actual es añadir moléculas bioactivas en materiales adhesivos para mejorar la propiedad mecánica y prevenir la degradación del sustrato dental. (Cadenaro M. et al., 2023)

Estudios previos demostraron la eficacia de las nanopartículas de plata (AgNP) como agente antibacteriano en resinas. Se reporto una distribución uniforme de AgNP con un tamaño promedio

entre 4.71 y 4.81 nm dentro de la matriz de la resina. Todos los grupos con AgNP mostraron diferencias antibacterianas significativas en comparación con el grupo control. (Wang Y et al., 2023)

El primer adhesivo antibacteriano y con iones de calcio (Ca) y Fosforo (P) demostró una fuerte actividad antibacteriana contra patógenos orales comunes, incorporó la actividad de recargarse y liberar iones de Ca y P. Esta liberación promueve un proceso de remineralización a largo plazo. (Al-Qarni F et al., 2022)

La incorporación de Arg@MSN en concentración de 0.5%, 1% y 2% en peso en un adhesivo universal, mostró capacidad para liberar L-arginina de manera regulada, desarrollando una actividad antibacteriana de larga duración efectiva contra bacterias como *S.mutans* y *L.casei*. (Lopez-Ruiz M et al., 2022)

La incorporación de nanomateriales funcionalizados en adhesivos representa una estrategia prometedora para su desempeño. Se ha reportado que los adhesivos de resina con nanocristales de quitina muestran propiedades físicas y mecánicas superiores en comparación con los adhesivos sin modificar. (D'Acerno F et al., 2022)

Las fallas cohesivas en el adhesivo indican que la fuerza de unión supera la resistencia de estos materiales, lo que se traduce en valores de resistencia más altos (20MPa). La durabilidad está sujeta al entorno oral. Un indicador crítico es la transición de una falla cohesiva a una adhesiva después de procesos de envejecimiento. Esto se traduce en un debilitamiento significativo del adhesivo, atribuido a la sorción de agua y las tensiones internas generadas por la expansión térmica. (Jäggi M et al., 2024)

Grafeno

El carbono es un elemento fascinante, tiene propiedades únicas que le permiten formar diferentes tipos de enlaces y con él diversos compuestos consigo mismo y con otros elementos. Además, el carbono puede existir en diferentes formas o estructuras llamadas alótropos. Los alótropos más comunes son el grafito y el diamante. (Rodríguez-González, C. et al., 2023)

El óxido de grafeno es un alótropo del carbono, que resulta ser un material con propiedades únicas como alta ligereza, flexibilidad y capacidad de adsorción. Estas propiedades hacen de este compuesto un material muy versátil que puede funcionalizarse o utilizarse como tal en muchas aplicaciones biomédicas. (García Guirado C., 2020)

Se han desarrollado recubrimientos ortodónticos a base de óxido de grafeno se han asociado con mejoras en reducción a la fricción, resistencia a la corrosión, efecto antibacteriano y una alta biocompatibilidad. Esto se traduce en un aumento en la eficacia del tratamiento ortodóntico, mayor comodidad para el paciente, una disminución en las complicaciones. (Garrocho et al., 2023)

Una revisión sistemática y meta-análisis reciente concluyó que al incorporar nanopartículas en composites dentales mejora significativamente las propiedades mecánicas. los autores mencionan que esto se debe a la capacidad de las nanopartículas de crear una interfaz más robusta con la matriz de resina, esto hace que las fuerzas de tensión se distribuyan de mejor forma y aumenten la resistencia del material. (Ahuja et al., 2024)

Un estudio experimental demostró que al añadir óxido de grafeno a la resina de polimetilmetacrilato (PMMA), puede mejorar propiedades mecánicas clave como la resistencia a la compresión. (Teimoorian et al., 2023)

Investigaciones recientes exploran el uso de óxido de grafeno para mejorar instrumentos dentales. Se evaluó su aplicación en limas de endodoncia para mejorar su resistencia torsional. (Panja, 2024)

La infusión de láminas de óxido de grafeno en los primers mejora la resistencia al cizallamiento en modo mixto (EM-SBS) del composite de la resina ZrO_2 . Estos primers modificados demuestran mayor resistencia al cizallamiento (SBS) significativamente mayor a largo plazo en comparación de los primers sin óxido de grafeno añadido. (Khan et al., 2019)

La adición de grafeno en una concentración de 0.027% en peso al polímero PMMA demostró una mejora en la resistencia flexural de este subgrupo ($p=0.033$). La mejora fue disminuyendo en concentraciones más altas (0.1-0.5% en peso), donde surgió un efecto negativo. (Hussein et al., 2025)

MARCO TEORICO

MARCO TEORICO

1.- El sistema de la adhesión en ortodoncia.

La unión de brackets esta mediada por la integridad del sistema adhesivo. Este sistema funciona como un intermediario, transmitiendo las fuerzas desde el bracket al diente. Su falla es una de las complicaciones más frecuentes en la clínica ortodóntica, lo que justifica la búsqueda por materiales que proporcionen una mayor resistencia mecánica.

2.- Resistencia al cizallamiento.

La resistencia al cizallamiento es en lo principal que se enfoca este estudio.

Es la fuerza máxima requerida para desprender un bracket de la superficie del diente cuando se aplica una carga paralela a dicha superficie. Esta prueba simula la fuerza con la que ocurren los descementados de los brackets durante el tratamiento ortodóntico. La fuerza se mide en Newtons(N) o megapascals (Mpa).

3.- Índice de Adhesivo Remanente (ARI).

Es un sistema que clasifica del modo de falla de la unión después del descementado. Su escala es:

-Código 0: no se observa resina sobre el esmalte

-Código 1: menos del 50% de la resina en el esmalte

-Código 2: más del 50% de la resina en esmalte

-Código 3: 100% de la resina en el esmalte

Un valor ARI bajo (0-1) indica una falla adhesiva en la interfaz bracket-adhesivo, Mientras que valores como (2-3) indican una falla dentro del adhesivo o en la interfaz adhesivo-esmalte que significa que es más fuerte.

4.- El óxido de grafeno (GO) como material de refuerzo.

El GO es un material derivado del grafito, caracterizado por una estructura de láminas. Estas características le dan dos propiedades clave para su uso en materiales dentales:

.Alta resistencia mecánica

.Gran área superficial.

El GO actúa como un reforzante, su mecanismo principal es impedir la propagación de grietas y dispersar la energía, lo que se traduce a un aumento en la resistencia al cizallamiento.

5.- Concentración optima en Nanomateriales.

La concentración optima se refiere a la proporción ideal de nanomaterial que maximiza la mejora de sus propiedades, sin causar efectos negativos. En bajas concentraciones las nanopartículas se dispersan

de una forma más homogénea, reforzando la matriz. En concentraciones más altas tienden a aglomerarse, creando puntos de concentración de tensión estos crean grietas y debilitan el material. Por este motivo este estudio evaluó la concentración baja de (0.25%) de GO.

MATERIALES Y MÉTODOS

MATERIALES Y MÉTODOS

UNIVERSO DE ESTUDIO

Las pruebas se realizaron en premolares extraídos por razones ortodónticas superiores e inferiores, derechos e izquierdos.

TAMAÑO DE LA MUESTRA

Consistió en 40 premolares humanos extraídos.

Para el presente proyecto se determinaron los siguientes valores obtenidos del artículo “Adhesivo dental modificado con óxido de grafeno para pegar brackets ortodónticos” y que han sido definidos para determinar el tamaño de la muestra:

$z = 1.96$ para 95% confiabilidad

$\sigma = 2.55$

$e = 0.79$

Para obtener el tamaño de la muestra se sustituyeron los valores y se obtuvo que:

$$n = 40$$

De aquí se obtiene que el número total de dientes fue de 40, distribuidos dos grupos: Adhesivo dental convencional ($n=20$) y adhesivo dental modificado con óxido de grafeno. ($n=20$), los dientes fueron seleccionados de manera aleatoria y elegidas mediante los criterios de inclusión y exclusión definidos para el presente estudio.

CARACTERÍSTICAS DEL GRUPO CONTROL Y GRUPO EXPERIMENTAL

GRUPO CONTROL

Este grupo estuvo compuesto por 20 premolares seleccionados de forma aleatoria. Se cementaron siguiendo el protocolo tradicional, utilizando adhesivo convencional. El propósito de este grupo fue establecer la fuerza de cizallamiento base y servir como referencia para la comparación estadística.

GRUPO EXPERIMENTAL

Este grupo estuvo compuesto por 20 premolares seleccionados aleatoriamente. Los brackets se cementaron con nuestro adhesivo dental modificado con óxido de grafeno (GO). El objetivo de este grupo fue evaluar la hipótesis de una mayor resistencia al cizallamiento utilizando adhesivo modificado.

CRITERIOS DE SELECCIÓN

CRITERIOS DE INCLUSIÓN

-Premolares superiores e inferiores, derechos e izquierdos, con integridad coronaria, que se indicaron extraer por motivos ortodónticos en pacientes de la Facultad de Odontología, Posgrado de Ortodoncia de la UANL y en consultorios privados.

CRITERIOS DE EXCLUSIÓN

- Premolares que ya se habían colocado brackets anteriormente
- Premolares con restauraciones colocadas por vestibular
- Premolares con defectos en el esmalte o cambio de coloración.

CRITERIOS DE ELIMINACIÓN

- Premolares donde el bracket se había desprendido antes de la medición
- Premolares que se habían fracturado durante la medición

DESCRIPCIÓN DE PROCEDIMIENTOS

- 1.- Se obtuvieron 40 premolares que se indicaron para extracciones por motivos ortodónticos y que cumplían con los criterios de inclusión para el estudio.
- 2.- Se dividieron en 2 grupos y se enumeraron del 1 al 20.
- 3.- Se colocaron los dientes sobre resina poliéster para poder sostener el diente en un cubo, como se muestran las siguientes figuras.
- 4.- Para la preparación del óxido de grafeno (GO) y modificación del Adhesivo

Metodología de adhesivo dental modificado con óxido de grafeno para la adhesión de brackets de ortodoncia.

- Síntesis y salinización de óxido de grafeno

Se mezclaron 3 g de nitrato de sodio con 3 g de polvo de grafito, agregando 0.15L de ácido sulfúrico y 9 g de permanganato de potasio, se mantuvo a 40°C durante dos días.

En un recipiente adicional se mezclaron 0.3L de peróxido de hidrógeno al 30% con 0.15L de agua destilada agregándolo a la solución del grafito.

El contenido se filtró al vacío, y se dejó reposar por dos días, se pesaron 0.1 g del contenido filtrado, se agregó 2 mL APTES y 38 mL de acetona para obtener la nanopartícula. Se ultrasónico por 20 minutos y después se dejó incubando con agitación por 24 hrs.

Pasando las 24hrs el contenido se puso en la estufa de secado 15 min para evaporar el solvente y que quedará únicamente la nanopartícula.

Se pesaron 15mg y 30mg de la nanopartícula SGO y se agregaron a dos goteros de 6 mL con adhesivo de ortodoncia, para posteriormente ultrasonificarlo por 10 minutos.

- Prueba de resistencia al cizallamiento

La resistencia al cizallamiento se evaluó mediante una máquina de ensayos universales (Shimadzu , Japón). Cada muestra fue montada en resina poliéster, asegurando que la superficie vestibular de cada diente quedara perpendicular a la base de la maquina y que la fuerza fuera paralela al bracket.



Fig. 1

Se utilizó una punta metálica tipo cincel posicionada en contacto directo con el bracket aplicando una carga ocluso gingival simulando la masticación hasta provocar el desprendimiento del bracket.

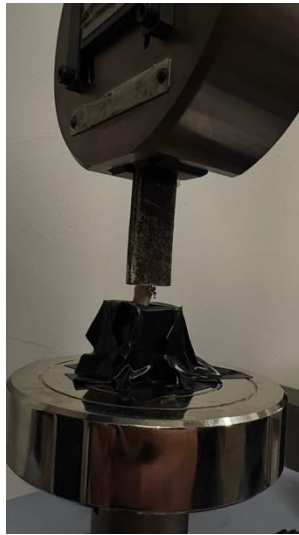


Fig. 2

La prueba se realizó a una velocidad constante de 1mm/min, registrando la fuerza máxima necesaria para generar la falla adhesiva.

Análisis Estadístico

Los datos se obtuvieron mediante estadística descriptiva (media y desviación estándar).

Para comparar diferencias entre el grupo control y experimental se usó la prueba T de student, con un nivel de significancia estadística de $p < 0.05$.

Resultados

Resultados

En esta sección se presentan los resultados obtenidos de las pruebas de resistencia al cizallamiento de los brackets cementados con y sin óxido de grafeno. Los valores se expresan como media y desviación estándar. Los datos fueron analizados mediante una prueba t de student, considerando un nivel de significancia estadística de $p < 0.05$.

Prueba t de diferencia de medias para comparación de las variables según los grupos de estudio

Variable	Grupo	Media	DE	Prueba t	Valor p
Tiempo (Seg)	Con grafeno	43.21	28.99	-8.27	0.0001
	Sin	59.53	49.74		
Fuerza (N)	Con grafeno	66.02	114.09	2.32	0.0213
	Sin	54.74	88.82		
Desplazamiento (mm)	Con grafeno	0.36	0.24	-8.24	0.0001
	Sin	0.50	0.41		
Tensión (N/mm)	Con grafeno	84.07	145.27	2.35	0.0194
	Sin	69.70	113.09		
Deformación (%)	Con grafeno	0.36	0.24	-8.63	0.0001
	Sin	0.50	0.41		

Fig. 3

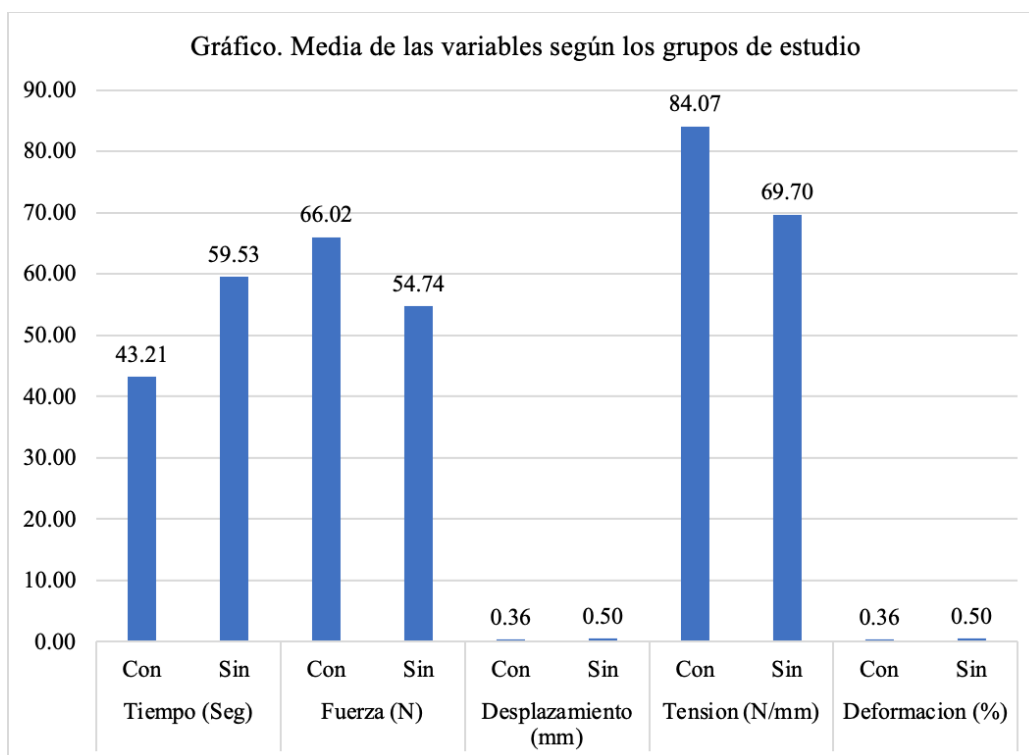


Fig. 4

1. Tiempo (Segundos)

Se observó una diferencia estadísticamente significativa entre los grupos ($p = 0.0001$). El grupo con grafeno presentó un tiempo menor en comparación con el grupo control. Esto nos sugiere que la incorporación de óxido de grafeno reduce el tiempo requerido durante la prueba mecánica.

Representa 27.4% más rápido

2. Fuerza (N)

Se observó una diferencia estadísticamente significativa entre los grupos ($p = 0.0213$). El grupo con grafeno presentó una fuerza mayor en comparación al grupo control. Esto indica que la incorporación de óxido de grafeno aumenta la resistencia mecánica.

Representa 20.6% más fuerza

3. Desplazamiento (mm)

Se encontró una diferencia estadísticamente significativa entre los grupos ($p = 0.0001$). El grupo con grafeno presentó menor desplazamiento en comparación con el grupo sin grafeno. Sugiere una mayor estabilidad mecánica del grupo con grafeno.

Representa 28% menos desplazamiento

4. Tensión (N/mm)

Se observaron variables estadísticamente significativas entre los grupos ($p = 0.0194$). El grupo con grafeno presentó valores mayores de tensión en comparación con el grupo sin grafeno.

Media. - 84.07N/mm en el grupo con grafeno y 69.70N/mm grupo sin grafeno

Representa 20.6% más tensión en el grupo experimental

5. Deformación (%)

Se encontró una diferencia estadísticamente significativa entre los grupos ($p = 0.0001$). El grupo con grafeno menos valores de deformación en comparación con el grupo control. Esto indica una mayor rigidez del adhesivo experimental.

Representa un 28% menos deformación

Hallazgos Clave

Los resultados obtenidos fueron consistentes entre todas las variables evaluadas, todas presentaron diferencia estadísticamente significativas entre grupo control y grupo experimental. Tiempo, desplazamiento y deformación presentaron variables altamente significativas, de igual manera fuerza y tensión también mostraron diferencias significativas.

Los resultados muestran un patrón consistente en que el óxido de grafeno mejora el rendimiento del adhesivo en todas las variables analizadas.

Implicaciones del Estudio

Los resultados sugieren que el incorporar óxido de grafeno en el adhesivo ortodóntico genera un efecto positivo en las propiedades mecánicas evaluadas. Se observó un aumento en la resistencia mecánica acompañada de una disminución en el desplazamiento y deformación.

La consistencia de los resultados obtenidos, en específico en desplazamiento y deformación sugiere que la incorporación de óxido de grafeno contribuye a un comportamiento mecánico más estable del sistema adhesivo.

Se estudiaron los datos obtenidos de 40 premolares humanos, divididos en dos grupos un grupo control (adhesivo convencional) y uno experimental (adhesivo modificado con óxido de grafeno SGO 0.25%), el objetivo principal fue medir la resistencia a las fuerzas de cizallamiento esto con una prueba T de student, así también revisar el modo de falla para verificar que fuera seguro esto con una prueba chi-cuadrada.

Resistencia a la compresión (fuerza y tensión)

Esta se realizó con una prueba T de student para comparar la resistencia del bracket a las fuerzas de cizallamiento. El análisis mostró una diferencia estadísticamente significativa, indicando así un efecto positivo del óxido de grafeno en la resistencia

Resistencia a la fuerza (N) y tensión (n/mm)

El grupo experimental con óxido de grafeno (GO) mostró una media de fuerza de $66.02 \pm 114.09\text{N}$, lo cual fue significativamente mayor a la del grupo control $54.74 \pm 88.62\text{N}$.

Tensión (N/mm)

El grupo experimental mostró una media de tensión de $84.07 \pm 145.27\text{N/mm}$, resultado significativamente mayor que la media del grupo control ($69.70 \pm 113.09\text{N/mm}$).

Modo de Falla (Índice de Adhesivo Remanente, ARI)

El modo de falla se evaluó mediante la prueba de Índice de Adhesivo Remanente (ARI). Esta se midió con una prueba de Chi-cuadrado para ambos grupos.

Prueba de Chi-cuadrado

El resultado de la prueba para ambos grupos que comparo la distribución de los códigos ARI se muestra a continuación:

Prueba	χ^2 (Chi-cuadrado)	Valor p
Modo de falla	0.7597	0.859091

Fig.5

El valor P que se obtuvo (0.859091) fue superior a 0.05, esto nos indica que no hay una diferencia estadísticamente significativa del modo de falla de ambos grupos. Por lo que la incorporación de óxido de grafeno (GO) no altero del modo de falla de la adhesión.

En síntesis, el análisis demostró que el adhesivo modificado con óxido de grafeno mostró una mayor resistencia a las fuerzas de cizallamiento sin alterar el modo de falla lo cual lo convierte en un adhesivo seguro.

Discusión

DISCUSIÓN

El objetivo principal con este estudio fue determinar si la incorporación de óxido de grafeno (GO) en una concentración de 0.25% mejora la resistencia a las fuerzas de cizallamiento, sin que se altere el modo de falla. Nuestros resultados obtenidos muestran que el adhesivo modificado con GO incremento significativamente la resistencia a las fuerzas de cizallamiento en comparación con el adhesivo convencional, lo que confirma nuestra hipótesis de investigación.

El hallazgo de una mayor resistencia a las fuerzas de cizallamiento con adhesivo modificado con GO coincide con lo reportado en la literatura para otros materiales dentales. Estudios previos han demostrado que el GO funciona como refuerzo en matrices poliméricas. Por ejemplo, Temoorian et al.(2023) observaron que la adición de GO al PMMA en una concentración del 1% aumentaba significativamente su resistencia a las fuerzas de compresión. De igual forma, una revisión sistemática reciente (Ahuja et al.,2024) concluyó que la incorporación de nanopartículas entre ellos el GO, en composites dentales genera una, mejora significativa en las propiedades mecánicas. Nuestros resultados complementan estos hallazgos al demostrar que este mismo principio de refuerzo es efectivo en un adhesivo ortodóntico específico.

Un aspecto clave de nuestro estudio fue la selección de una concentración baja de GO (0.25%). Esto se sustenta en investigaciones que señalan la existencia de una "concentración óptima ". Se ha reportado que la adición de GO en concentraciones bajas como 0.027% en peso puede mejorar la resistencia flexural del PMMA, mientras que altas concentraciones de GO (0.1-0.5%) pueden tener un efecto negativo debido a la aglomeración de nanopartículas de GO. Por lo tanto, nuestro uso de una concentración del 0.25% parece estar en un rango que maximiza el refuerzo mecánico y minimiza los defectos de la matriz del adhesivo.

En este estudio se utilizaron 20 premolares humanos extraídos por motivos ortodónticos, de los cuales se distribuyeron en dos grupos para comparar el adhesivo convencional y el modificado con oxido de grafeno. Este es un modelo experimental ampliamente utilizado en estudios in vitro, permite estandarizar las condiciones experimentales y obtener una superficie de esmalte ideal para evaluar las propiedades mecánicas de los adhesivos.

Además de la resistencia del adhesivo, se evaluó la seguridad clínica mediante el modo de falla. En nuestro estudio, el análisis de Índice de Adhesivo Remanente (ARI) no demostró diferencias significativas entre el grupo control y experimental. Esto nos indica que no hubo alteración en el patrón de falla, el cual se mantuvo en la interfaz adhesivo-bracket, un modo de falla seguro y clínicamente aceptable. Este resultado es de gran importancia ya que sugiere que la mejora a la resistencia no se logró a expensas de dañar el esmalte.

Si bien los resultados son alentadores, es importante reconocer las limitaciones de este estudio. Lo principal es que este estudio se realizó in vitro, esto no replica completamente las condiciones dinámicas y complejas de la cavidad oral, como los ciclos de masticación y los cambios de pH. Futuras investigaciones deberían dirigirse a estudios in vivo ya que así mediríamos las condiciones reales a las que este material puede ser sometido.

En resumen, esta investigación demuestra que añadir oxido de grafeno al adhesivo ortodóntico en bajas concentraciones es una estrategia viable para mejorar su resistencia a las fuerzas de cizallamiento, manteniendo un modo de falla aceptable como el del adhesivo tradicional. Estos hallazgos representan un avance prometedor hacia el desarrollo de materiales ortodónticos de mayor desempeño y confiabilidad clínica.

Conclusión

Conclusión

Después de analizar los resultados se llegaron a las siguientes conclusiones:

- Se acepta la hipótesis de investigación. - incorporar óxido de grafeno (GO) en una concentración de 0.25% incrementó significativamente la resistencia a las fuerzas de cizallamiento de la unión bracket-esmalte.
- El análisis del modo de falla mediante el Índice de Adhesivo Remanente (ARI) demostró que al incorporar grafeno no se altera el mecanismo de falla, manteniendo un patrón de falla seguro para el esmalte dental.
- Las mejoras observadas en las propiedades mecánicas, y en el modo de falla nos indica que el óxido de grafeno representa una alternativa viable para el reforzamiento de adhesivos ortodónticos.

Referencias

- Achío, T. S. (2015). Estudio comparativo de la resistencia al desalojo en brackets nuevos, arenados y reciclados: Un estudio in vitro. *ODOVTOS-International Journal of Dental Sciences*, 17(3), 61-71.
- Ajlouni, R., Bishara, S. E., Oonsombat, C., & Denehy, G. E. (2004). Evaluation of modifying the bonding protocol of a new acid-etch primer on the shear bond strength of orthodontic brackets. *The Angle Orthodontist*, 74(3), 410-413.
- Alnatheer, M., Algerban, A., & Alhzani, H. (2021). Dental Adhesive modified with graphene oxide for bonding orthodontic brackets. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 110, 102928.
- Alshahrani A, Bin-Shuwaish MS, Al-Hamdan RS, Almohareb T, Maawadh AM, Al Deeb M, Alhenaki AM, Abduljabbar T, Vohra F. Graphene oxide nano-filler based experimental dentine adhesive. A SEM / EDX, Micro-Raman and microtensile bond strength analysis. *J Appl Biomater Funct Mater*. 2020
- Al-Qarni F, Weir M, Melo MA, Al-Dulaijan Y, Almulhim KS, Xu HHK. Novel calcium phosphate ion-rechargeable and antibacterial adhesive to inhibit dental caries. *Clin Oral Investig*. 2022 Jan;26(1):313-323
- Årtun, J., & Bergland, S. (1984). Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment. *American journal of orthodontics*, 85(4), 333-340.
- Al Shamsi, A., Cunningham, J. L., Lamey, P. J., & Lynch, E. (2006). Shear bond strength and residual adhesive after orthodontic bracket debonding. *The Angle Orthodontist*, 76(4), 694-699.
- Breschi L, Maravic T, Mazzitelli C, Josic U, Mancuso E, Cadenaro M, Pfeifer CS, Mazzoni A. The evolution of adhesive dentistry: From etch-and-rinse to universal bonding systems. *Dent Mater*. 2025 Feb;41(2):141-158.
- Cadenaro M, Josic U, Maravić T, Mazzitelli C, Marchesi G, Mancuso E, Breschi L, Mazzoni A. Progress in Dental Adhesive Materials. *J Dent Res*. 2023 Mar;102(3):254-262.
- Chávez, J. A. R., Santana, F. H. B., Yáñez, S. A. B., & Alatorre, J. Á. A. (2013). Comparación de la resistencia al desprendimiento de brackets entre dos sistemas adhesivos (SEP y MIP Transbond) a 60 minutos y 24 horas. *Revista mexicana de ortodoncia*, 1(1), 38-44.
- D'Acerno F, Liu L, Nguyen TD, Michal CA, Palma-Dibb RG, Carvalho RM, MacLachlan MJ. Physical and mechanical properties of a dental resin adhesive containing hydrophobic chitin nanocrystals. *Dent Mater*. 2022 Dec;38(12):1855-1865.
- Eskandari F, Abbaszadegan A, Gholami A, Ghahramani Y. The antimicrobial efficacy of graphene oxide, double antibiotic paste, and their combination against *Enterococcus*

faecalis in the root canal treatment. BMC Oral Health. 2023 Jan 13;23(1):20.

-Jäggi M, Karlin S, Zitzmann NU, Rohr N. Shear bond strength of universal adhesives to human enamel and dentin. J Esthet Restor Dent. 2024 May;36(5):804-812

- Sahm, B. D., Teixeira, A. B. V., & Dos Reis, A. C. (2023). Graphene loaded into dental polymers as reinforcement of mechanical properties: A systematic review. Japanese Dental Science Review, 59, 160-166.

- Fernández, S. L., Calero, J. M. P., Ibarra, J. G., Lozano, M. B., & Pérez, H. E. (2004). Fuerza de retención al esmalte con adhesivos usados en ortodoncia, utilizando dos tipos de base de brackets (estudio comparativo in vitro). Rev Odontol Mex, 8, 122-6.

- García Guirado, C. (2020). Aplicaciones biomédicas del óxido de grafeno.

-Gange P. The evolution of bonding in orthodontics. Am J Orthod Dentofacial Orthop. 2015 Apr;147(4 Suppl):S56-63.

-Liu C, Tan D, Chen X, Liao J, Wu L. Research on Graphene and Its Derivatives in Oral Disease Treatment. Int J Mol Sci. 2022 Apr 25;23(9):4737.

-López-Ruiz M, Navas F, Fernández-García P, Martínez-Erro S, Fuentes MV, Giráldez I, Ceballos L, Ferrer-Luque CM, Ruiz-Linares M, Morales V, Sanz R, García-Muñoz RA. L-arginine-containing mesoporous silica nanoparticles embedded in dental adhesive (Arg@MSN@DAdh) for targeting cariogenic bacteria. J Nanobiotechnology. 2022 Dec 1;20(1):502.

- Peck, S. (2009). A biographical portrait of Edward Hartley Angle, the first specialist in orthodontics, part 1. The Angle Orthodontist, 79(6), 1021-1027.

- Rodríguez-González, C., Ayala-Fonseca, A., & Salas, P. (2023). Interacciones de nanoestructuras sobre óxido de grafeno. Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología, 16(31).

- Stewart CA, Hong JH, Hatton BD, Finer Y. Antimicrobial antidegradative dental adhesive preserves restoration-tooth bond. Dent Mater. 2020 Dec;36(12):1666-1679.

-Tahriri M, Del Monico M, Moghanian A, Tavakkoli Yarak M, Torres R, Yadegari A, Tayebi L. Graphene and its derivatives: Opportunities and challenges in dentistry. Mater Sci Eng C Mater Biol Appl. 2019 Sep;102:171-185.

-Tang C, Mercelis B, Ahmed MH, Yoshihara K, Peumans M, Van Meerbeek B. Adhesive Performance Assessment of Universal Adhesives and Universal Adhesive/Composite Cement Combinations. J Adhes Dent. 2023 Nov 17;25:241-256.

-Velo MMAC, Filho FGN, de Lima Nascimento TR, Obeid AT, Castellano LC, Costa RM, Brondino NCM, Fonseca MG, Silikas N, Mondelli RFL. Enhancing the mechanical properties and providing bioactive potential for graphene oxide/montmorillonite hybrid dental resin composites. *Sci Rep*. 2022 Jun 17;12(1):10259.

- Wang Y, Ding Y, Deng J, Nie R, Meng X. Antibacterial one-step self-etching dental adhesive with silver nanoparticles synthesized in situ. *J Dent*. 2023 Feb;129:104411.

-Williams AG, Moore E, Thomas A, Johnson JA. Graphene-Based Materials in Dental Applications: Antibacterial, Biocompatible, and Bone Regenerative Properties. *Int J Biomater*. 2023 Feb 7;2023:8803283.

ANEXO

Tabla.

Prueba t de diferencia de medias para comparación de las variables según los grupos de estudio

Variable	Grupo	Media	DE	Prueba t	Valor p
Tiempo (Seg)	Con grafeno	43.21	28.99	-8.27	0.0001
	Sin	59.53	49.74		
Fuerza (N)	Con grafeno	66.02	114.09	2.32	0.0213
	Sin	54.74	88.82		
Desplazamiento (mm)	Con grafeno	0.36	0.24	-8.24	0.0001
	Sin	0.50	0.41		
Tension (N/mm)	Con grafeno	84.07	145.27	2.35	0.0194
	Sin	69.70	113.09		
Deformacion (%)	Con grafeno	0.36	0.24	-8.63	0.0001
	Sin	0.50	0.41		

Fig. 1

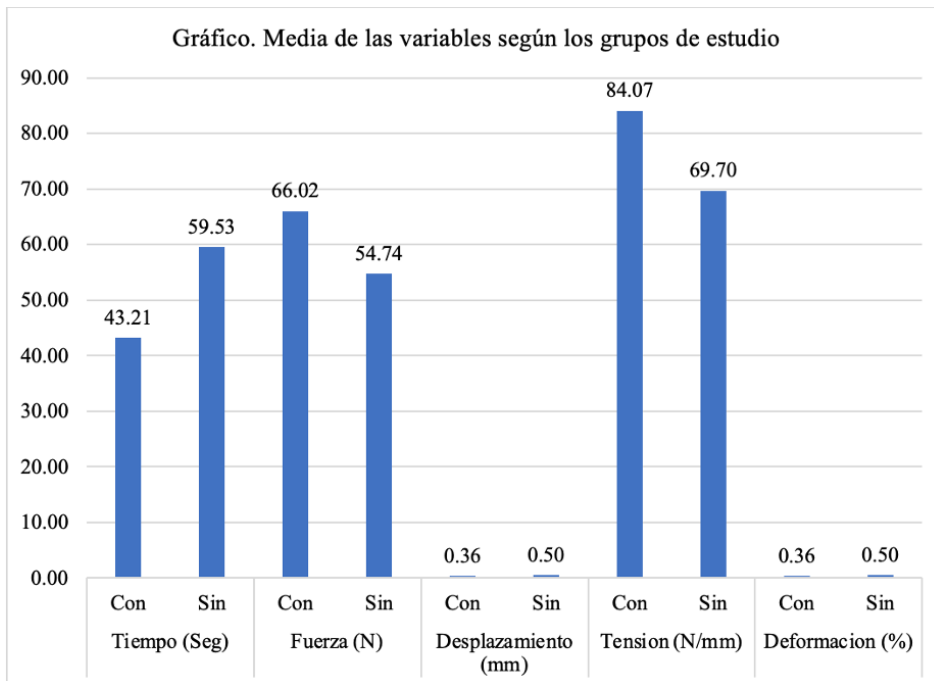


Fig. 2



Fig. 3

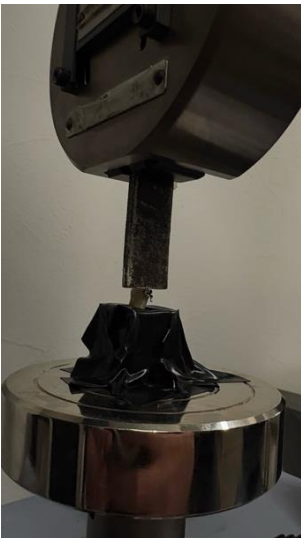


Fig. 4

Prueba	χ^2 (Chi-cuadrado)	Valor p
Modo de falla	0.7597	0.859091

Fig. 5