

**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA**



**FACULTAD DE ESTOMATOLOGÍA**

**LICENCIATURA EN ESTOMATOLOGÍA**

**TESIS:**

**MODIFICACIÓN DE RESINA DENTAL  
CON ÓXIDO DE GRAFENO**

**PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
LICENCIATURA EN ESTOMATOLOGÍA**

**PRESENTA:**

**BEATRIZ MÁRQUEZ VILLEGAS  
201602437**

**DIRECTORA DE TESIS**

**D.C. JULIA FLORES TOCHIHUITL  
ID 100228022**

**DIRECTORA DISCIPLINARIA**

**D.C. CAROLINA SÁMANO VALENCIA  
ID 100526470**

**ASESORA METODOLÓGICA**

**DRA. AMÉRICA PAULINA RIVERA URBALEJO  
ID 100528858**

**LECTOR**

**GUILLERMO FRANCO ROMERO  
ID:100294988**

**JUNIO 2023**





**BUAP**

Oficio No. FESIEP/CIFE/076/2023

C. Beatriz Márquez Villegas  
Alumna de la Licenciatura  
Matrícula No.: 21450004  
Facultad de Estomatología  
Benemérita Universidad Autónoma de Puebla  
PRESENTE

Sirva este medio para enviarle un cordial saludo, asimismo, el que suscribe MO. Farid Alfonso Dipp Velázquez Secretario de Investigación y Estudios de Posgrado de la Facultad de Estomatología de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla; por este medio me permito informar a Usted, que, está Secretaría de Posgrado aprueba la impresión de la Tesis titulada:

"Modificación de resina dental con óxido de arafeno".

misma que presentará para realizar su examen profesional y obtener el grado de Licenciatura en Estomatología; para su conocimiento y atención correspondiente.

Sin otro particular, reitero a Usted mi más atenta y distinguida consideración.

Atentamente  
"Pensar bien, para vivir mejor"  
H. Puebla de Z., 14 de junio de 2023

MO. Farid Alfonso Dipp Velázquez  
Secretario de Investigación y Estudios de Posgrado  
Facultad de Estomatología



**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE PUEBLA  
DE ESTOMATOLOGÍA  
SOLICITUD DE AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS RECEPCIONAL**

Para obtener el Grado de: Licenciatura en Estomatología

**Registro CIFE:** 2023201

**Fecha:** miércoles 14 de junio de 2023.

**Título de la Tesis:** "Modificación de Resina Dental con Óxido de Grafeno".

**Nombre del alumno:** Beatriz Márquez Villegas

**Matrícula:** 201602437

**Domicilio:** Av. Niños héroes #611 Col. Chachapa

**Tel:** 68\*63 57 29 01

**Fecha de ingreso a la Facultad:** agosto 2016

**Firma:** \_\_\_\_\_

**Director de Tesis:** DC. Julia Flores Tochiuitl

**Grado académico:** Doctora en Ciencias Químico Biológicas

**Adscripción:** Facultad de Estomatología

**ID:** 100228022

**Tel:** 22\*25 46 67 11

**Firma:** \_\_\_\_\_

**Director Disciplinario:** DC. Carolina Sámano Valencia

**Grado académico:** Doctora en ingeniería y ciencia de materiales

**Adscripción:** Facultad de Estomatología

**ID:** 100526470

**Tel:** 44\*48 19 18 22

**Firma:** \_\_\_\_\_

**Director Metodológico:** DC. América Paulina Rivera Urbalejo

**Grado académico:** Doctorado en Ciencias Biomédicas

**Adscripción:** Facultad de Estomatología

**ID:** 100528858

**Tel:** 22\*26 62 19 30

**Firma:** \_\_\_\_\_

**Lector:** MEI. Guillermo Franco Romero

**Grado académico:** Maestría en Estomatología

**Adscripción:** Facultad de Estomatología

**ID:** 100294988

**Tel:** 22\*22 12 06 57

**Firma:** \_\_\_\_\_

**Nombre y firma de aprobación del Responsable del Presidente de la Academia de Ciencias Básicas.**

DC. Miguel Ángel Casillas Santana

**Firma:** \_\_\_\_\_

**La Secretaría de Investigación y Estudios de Posgrado de la Facultad de Estomatología,**  
**autoriza la impresión de la Tesis.**

MC. Farid Alfonso Dipp Velázquez



**Fecha:** miércoles 14 de junio de 2023

**Sello** \_\_\_\_\_

## **OFICIO DE ACEPTACIÓN DE CIFE**

# REPORTE DE SIMILITUD ANTI-PLAGIO

---

Tesis BMV

---

INFORME DE ORIGINALIDAD

---

**25%**

INDICE DE SIMILITUD

**22%**

FUENTES DE INTERNET

**18%**

PUBLICACIONES

**13%**

TRABAJOS DEL  
ESTUDIANTE

# EVIDENCIA DE PRODUCTOS ACADÉMICOS DERIVADOS DEL PROYECTO

**Gobierno de Puebla**  
*Hacer historia. Hacer futuro.*



Secretaría  
de Educación

**CONCYTEP**

Consejo de Ciencia  
y Tecnología del Estado  
de Puebla



El Consejo de Ciencia y Tecnología del Estado de Puebla,  
otorga el presente

## **RECONOCIMIENTO A:**

**Márquez Villegas Beatriz, Sámano Valencia Carolina,  
Flores Tochiuitl Julia**

Por haber participado con el proyecto **"RESINA DENTAL FILTEK Z250 MODIFICADA CON ÓXIDO DE GRAFENO"** en el área de **Medicina y Ciencias de la Salud** en el Tercer Encuentro Estatal de Jóvenes Investigadores 2022: Modalidad Virtual, el cual se llevó a cabo el 7 y 8 de noviembre del 2022.

Atentamente

H. Puebla de Zaragoza, a 08 de noviembre de 2022

Dr. Victoriano Gabriel Covarrubias Salvatori

Director General del Consejo de Ciencia y Tecnología del Estado de Puebla

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradecimiento especial a mi directora de tesis, la Dra. Julia Flores Tochiuitl le estoy muy agradecida por enseñarme todo este mundo de la investigación y por creer en mí para participar en diversos proyectos, por ser una gran amiga y mentora. A todos los miembros del laboratorio multidisciplinario por generar un buen ambiente de confianza donde apoyamos y valoramos el trabajo de investigación de los demás siempre buscando nuevas maneras de realizar investigación.

Agradezco a Dra. Carolina Sámano Valencia por su invaluable colaboración en la realización de pruebas mecánicas análisis de datos, búsqueda de información, así como su asesoría en todo lo referente a biomateriales. También agradezco la colaboración del Laboratorio de Biomateriales de Estomatología BUAP y a su responsable, la Dra. Abigail Flores Ledezma.

Quiero agradecer también a la universidad que me ha exigido tanto, pero al mismo tiempo me ha dado las herramientas para aprender a ser un profesionalista de excelencia.

Agradezco a la Dirección de innovación y Transferencia del Conocimiento (DITCO) con sede en Ciudad Universitaria y en especial al Mtro. Eric Reyes Cervantes por la disposición de su tiempo y su amabilidad para realizar las pruebas necesarias a los materiales estudiados.

Agradezco a la casa comercial 3M por la donación de material para la elaboración de las muestras y a Víctor Portilla por ser parte importante de dicha colaboración.

## **AGRADECIMIENTOS PERSONALES**

A mis familiares

Agradezco tener una familia tan grande y unida con quienes siempre puedo contar como un respaldo ante cada paso que doy, especialmente agradezco a mis padres y hermanas que han sabido guiarnos y darnos las mejores herramientas para el estudio no solo de manera económica, también con palabras de aliento y risas. A Gabriel por apoyarme en todo momento y ser un buen compañero de vida.

# INDICE

1.	INTRODUCCIÓN	15
2.	PALABRAS CLAVE	17
3.	ANTECEDENTES	18
3.1	ANTECEDENTES GENERALES	18
3.1.1	TIPOS DE COMPUESTOS DENTALES	18
3.1.2	CARACTERÍSTICAS DE LAS RESINAS COMPUESTAS <sup>15</sup>	19
3.1.3	ÓXIDO DE GRAFENO (GO)	22
3.1.3.1	MATERIALES A BASE DE GRAFENO (GBM) EN ODONTOLOGÍA.	23
3.1.4	ANTECEDENTES ESPECÍFICOS	26
4.	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	26
5.	JUSTIFICACIÓN	26
6.	HIPÓTESIS	27
7.	OBJETIVOS	28
7.1.	OBJETIVO GENERAL	28
7.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	29
8.	MATERIALES Y MÉTODOS	29
8.1	DISEÑO DEL ESTUDIO	29
8.2	POBLACIÓN Y MUESTRA	29
8.2.1	POBLACIÓN	29
8.2.2	MUESTRA	29
8.3	CRITERIOS DE SELECCIÓN	29
8.3.1	Criterios de inclusión	29
8.3.2	Criterios de exclusión	30
8.3.3	Criterios de eliminación	31
8.4	VARIABLES	31
8.5	CONCORDANCIA Y FIABILIDAD	31
8.6	UBICACIÓN ESPACIO TEMPORAL	32
		32

<b>8.7</b>	<b>PROCEDIMIENTOS, TÉCNICAS Y FUENTES DE RECOLECCIÓN</b>	
<b>8.7.1</b>	<b>MORFOLOGÍA SUPERFICIAL</b>	<b>34</b>
<b>8.7.2</b>	<b>COMPOSICIÓN ELEMENTAL</b>	<b>35</b>
<b>8.7.3</b>	<b>ESTUDIO ANTIMICROBIANO (PRUEBA DE DIFUSIÓN EN AGAR).</b>	<b>36</b>
<b>8.7.4</b>	<b>PRUEBA DE RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (“STRENGTH”)</b>	<b>36</b>
<b>8.7.5</b>	<b>PRUEBA DE RESISTENCIA AL DESGASTE</b>	<b>37</b>
<b>8.8</b>	<b>ANÁLISIS ESTADÍSTICO</b>	<b>37</b>
<b>9</b>	<b>BIOÉTICA</b>	<b>38</b>
<b>10</b>	<b>RESULTADOS</b>	<b>39</b>
<b>11</b>	<b>DISCUSIÓN</b>	<b>43</b>
<b>12</b>	<b>CONCLUSIÓN</b>	<b>44</b>
<b>13</b>	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>47</b>
<b>14</b>	<b>ANEXOS</b>	<b>50</b>

## LISTA DE ABREVIATURAS

Oxido de grafeno	(GO)
El óxido de grafeno reducido	(RGO)
Nanomateriales basados en el grafeno	(GBN)
Dimetacrilato de bisfenol a	(BIS-MA)
Metilmetacrilato	(MMA)
Caldo de infusión cerebro-corazón	(BHI)
Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier	(FT-IR)
Streptococcus mutans	(S. mutans)

# 1. RESUMEN

**INTRODUCCIÓN.** Las resinas dentales son el material más usado en estomatología, se utiliza para restaurar una cavidad provocada por caries, la resistencia a la flexión y al desgaste son dos características importantes que poseen las resinas y provocan la aparición de grietas y la infiltración bacteriana.

**OBJETIVO.** Nuestro objetivo fue comparar propiedades tanto fisicoquímicas, como mecánicas y microbiológicas de la resina compuesta z250 XT y las propiedades de esta misma resina adicionada con GO.

**METODOLOGÍA.** De acuerdo con la NOM ISO-4049 para materiales a base de polímeros, se crearon barras y discos y se realizó un análisis SEM de la morfología de la superficie. Con estos materiales realizamos pruebas de resistencia al desgaste por cepillado y resistencia a la flexión, así como ensayos de caracterización FTIR e inhibición microbiológica de resina compuesta z250 XT suplementada con GO al 0,01% y 0,02% sobre *S. mutans* frente a resina compuesta no modificada.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

**Análisis de morfología superficial:** En las probetas de resina modificada con 0,01% de OG (G1) y 0,02% de OG (G2) y de las resinas no modificadas (control), se observaron superficies homogéneas; no se observaron aglomeraciones.

**Caracterización FT-IR:** El análisis realizado con FT-IR no nos arrojó espectros en los que pudiéramos diferenciar una muestra de otra a la hora de confirmar la presencia de grafeno en las muestras, ya que algunos de los espectros resultantes de la prueba son comúnmente identificado en resinas compuestas y derivados del G, como el GO.

**Resistencia a la flexión:** Al comparar las muestras, no fue posible encontrar diferencias

estadísticamente significativas; cabe destacar que no se observó ningún debilitamiento de las resinas a las que se añadió GO. **Resistencia al desgaste:** Comparando con el control, los grupos G1 y G2 mostraron la menor pérdida de masa (ANOVA de 1 vía,  $p < 0,0001$ ) y ( $p < 0,0001$ ). Es significativo destacar que, cuando se compararon G2 y G1, G2 perdió la menor masa (ANOVA de 1 vía,  $p < 0,0001$ ).

**CONCLUSIONES.** Cuando se utilizó GO como material de relleno y se añadió a muestras de la resina, se obtuvo una combinación homogénea, lisa y aparentemente sin grumos, como se observó mediante el microscopio electrónico de barrido a varias ampliaciones. la resistencia no se vio afectada por la adición de GO a las resinas compuestas. en comparación con la resina no modificada, la adición de GO a las resinas compuestas al 0,01% y al 0,02% mejoró drásticamente la resistencia al desgaste. los ajustes utilizados para examinar esta característica no hicieron que las resinas modificadas tuvieran un efecto antibacteriano sobre *s. mutans*.

## **PALABRAS CLAVE**

Resina compuesta, óxido de grafeno, resistencia al desgaste, resistencia a la flexión, acción antimicrobiana.

## **2.- INTRODUCCIÓN**

La contracción por polimerización es una de las características cruciales que se tienen en cuenta al elegir algunos materiales a utilizar en tratamientos que rehabilitan a un diente de manera estética a base de resinas. La acumulación de tensiones de contracción que tiene lugar durante la polimerización afecta gravemente a la conservación de la interfaz entre los tejidos duros dentales y las resinas compuestas, lo que puede provocar la desunión y el fracaso clínico de las restauraciones.

Los problemas clínicos más frecuentes provocados por la contracción de la polimerización son la fractura del órgano dentinario, el dolor dental postoperatorio y la apertura de los márgenes de las restauraciones, que puede dar lugar a microfiltraciones de fluidos, decoloración de los recesos de los márgenes y caries recurrentes. Por lo tanto, se cree que la tracción que provoca la contracción durante la polimerización creada por las resinas compuestas al ser activadas con luz en la cavidad desempeña un papel significativo en la durabilidad, filtración y posterior fracaso de las restauraciones.

Para reducir el número de tratamientos dentales que fracasan debido a infecciones microbianas, se han creado muchos materiales dentales antimicrobianos. Dado que estos efectos se ven potenciados por los agentes antibacterianos (como la clorhexidina y los compuestos de amonio cuaternario), la principal estrategia consiste en incrustar o recubrir los materiales dentales con ellos. Por desgracia, las propiedades antibacterianas y mecánicas de estos compuestos no suelen coincidir. Por ejemplo, el uso de agentes antimicrobianos reduce el rendimiento mecánico de los materiales dentales. Además de que algunos biomateriales tienen una actividad antimicrobiana superior que no afecta al rendimiento mecánico de los materiales dentales y algunos tienen propiedades mecánicas significativamente mejoradas, varios grupos de investigación también han estudiado los biomateriales o les han hecho modificaciones para mejorar el rendimiento mecánico de los materiales dentales con los que se combinan.

Uno de los biomateriales más prometedores que se han encontrado desde 2004 es el óxido de grafeno (GO). Se trata de una sustancia carbonosa bidimensional que actúa como el bloque de construcción fundamental del grafeno. El GO está formado por varias capas de átomos de carbono sp<sup>2</sup> con el grosor de un átomo y con forma de panel hexagonal.

Además, el GO es excepcional por sus extraordinarias cualidades mecánicas, eléctricas y térmicas y su superficie superior. Debido a estas cualidades, numerosas organizaciones están estudiando sus posibles usos. Sin embargo, la agregación del GO, la dificultad de mezclarlo con otros materiales y su feo aspecto negro pueden limitar su aplicación.

La capacidad del GO para integrarse con otros biomateriales, como polímeros, cerámicas y metales, puede utilizarse para desarrollar combinaciones de materiales con las cualidades deseadas. Los derivados del grafeno, como el GO, se han utilizado para modificar materiales dentales mediante dispersión coloidal, producción directa, sinterización y conjugación. Para asegurarse de que el grafeno o sus derivados se distribuyen y funcionalizan uniformemente en la matriz elegida, es vital conocer el estado actual de la matriz de los materiales dentales antes de iniciar el proceso de modificación.

El GO tiene una dispersión y estabilidad superiores en soluciones acuosas porque tiene grupos funcionales que contienen oxígeno, como el epoxi (C-O-C) hidroxilo (-OH) en sus planos basales y ácido carboxílico (-COOH) en sus bordes. Estos grupos funcionales desempeñan específicamente un papel importante en la acción antibacteriana. En comparación con el grafeno, el óxido de grafito y el rGO, el GO tiene una mejor acción antibacteriana contra la *Escherichia coli*. Estas características hacen que el GO sea prometedor para mejorar los equipos médicos y los materiales de restauración.

Hay varios microorganismos presentes en la cavidad oral, las dentaduras y otros aparatos dentales extraíbles. Los microorganismos que se han encontrado frecuentemente en la cavidad oral son *Streptococcus mutans* (*s. mutans*), *Streptococcus sanguinis* (*s. sanguis*), y en menor cantidad *Staphylococcus aureus*, todos estos son ejemplos de bacterias Gram-positivas. *S. mutans* es la bacteria anaerobia facultativa y el principal factor etiológico en el inicio y desarrollo de biopelículas cariogénicas, mientras

que *E. faecalis* suele encontrarse en dientes re infectados y dientes tratados en el conducto radicular. Por otro lado, *P. gingivalis* y *F. nucleatum* son bacterias anaerobias Gram-negativas asociadas a la periodontitis y la infección del conducto radicular.

En los últimos años, varios estudios han examinado los efectos antimicrobianos de los nanomateriales que se forman a partir de combinaciones con grafeno sobre los patógenos dentales. Por ejemplo, se ha informado de que el GO mostró potente actividad antimicrobiana y antiadherente sobre bacterias y hongos, además, se descubrió que el GO inhibe el crecimiento de *S. mutans*, *S. aureus*, *E. coli* y *C. albicans*, con una citotoxicidad mínima. El mecanismo antimicrobiano del GO y los nanomateriales basados en grafeno implica acciones físicas y químicas. Los patógenos mueren principalmente por la acción de los bordes afilados de los GBNs, las nanohojas envuelven y atrapan a las membranas bacterianas, además de la muerte de los microorganismos por la producción en mayor cantidad de especies reactivas de oxígeno (ROS). La comprensión de los mecanismos antimicrobianos subyacentes de los nanomateriales basados en grafeno puede contribuir a desarrollar la próxima generación de materiales dentales resistentes a las infecciones microbianas.

Por lo que la este proyecto de tesis tiene como propósito adicionar GO en dos concentraciones distintas a las muestras de resina compuesta para aumentar sus propiedades mecánicas y físicas (resistencia a la flexión y resistencia al desgaste) y posiblemente añadir actividad antimicrobiana.

### 3.- ANTECEDENTES

#### 3.1 ANTECEDENTES GENERALES

Debido a su potencial como agentes antibacterianos y materiales liberadores de fármacos, el GO y las láminas de grafeno se han estudiado recientemente para posibles usos biológicos. Debido a su enorme superficie, su capacidad para cargar de forma no covalente medicamentos que contienen anillos aromáticos y sus características ópticas inherentes, las láminas de grafeno y el GO se consideran posibilidades viables para el desarrollo de fármacos y la regeneración ósea (1).

El GO ha sido integrado a otros materiales con diversos fines, como dar lugar a mayor solubilidad, mayor resistencia mecánica, mejora de las propiedades térmicas, mejora de la conductividad eléctrica, mejor capacidad de administración de fármacos y además permite la construcción de biosensores para una variedad de analitos (2).

Los biomateriales basados en grafeno son ejemplos típicos de materiales novedosos que se han introducido recientemente en el campo biomédico. Poseen grandes propiedades/características que los hacen muy útiles. Debido a los diferentes métodos para preparar y sintetizar estos materiales, hay una variación en sus características, especialmente sus propiedades fisicoquímicas. Gran parte de los estudios que se han realizado sobre el uso de los biomateriales basados en grafeno son sobre el GO y el óxido de grafeno reducido (rGO); por lo tanto, es necesario aumentar el alcance de los estudios (3).

Las cavidades bucales, las dentaduras postizas y otros aparatos dentales extraíbles contienen diversos gérmenes como *Streptococcus mutans* (*s.muttans*), *Streptococcus sanguis* (*s, sanguis*) y *Staphylococcus aureus* (*s, aureus*), estos son tres ejemplos de las bacterias presentes en mayor cantidad en la cavidad bucal, estas bacterias son Gram positivas, mientras que *E. faecalis* suele detectarse en dientes re infectados y en dientes que han sido sometidos a endodoncia, *S. mutans* es una bacteria anaerobia facultativa que constituye el principal componente etiológico en el inicio y desarrollo de biopelículas

cariogénicas. Por otro lado, *P. gingivalis* y *F. nucleatum* son bacterias anaerobias Gram negativas relacionadas con la periodontitis y las infecciones del conducto radicular.

### **3.1.1 TIPOS DE COMPUESTOS DENTALES**

Tanto los materiales naturales como los manufacturados que se degradan de forma natural pueden emplearse en medicina. Los dos requisitos más cruciales para su utilización son que el material sea inocuo tanto para el tejido huésped como para los productos de descomposición. Las últimas investigaciones han estado enfocadas en el desarrollo de sistemas biodegradables con gran capacidad de recuperación y tolerancia biológica, ya que pocos biomateriales de origen natural cumplen estos criterios (4). Los materiales compuestos son el tipo de material de restauración dental más utilizado. Se conocen como composites porque están formados por dos partes: la primera es un relleno inorgánico en forma de micropartículas y la segunda es una matriz orgánica que es continua (polímero), que les proporciona sus características beneficiosas. Los procedimientos y restauraciones dentales suelen implicar la polimerización in situ (5).

Hay resinas acrílicas que se pueden calentar y moldear, como el polímero termoplástico polimetacrilato de metilo (PMMA). Con él se fabrican con frecuencia las bases de dentaduras postizas y dientes en odontología. Sin embargo, este termoplástico no se utiliza como material base para este tipo de restauraciones dentales, la manera en que se usa es cuando se combina con un monómero que se vende junto con el polvo para hacer una pasta maleable que tiene la capacidad de polimerizar a través de una reacción exotérmica para producir la pieza final en forma sólida (5).

### **3.1.2 CARACTERÍSTICAS DE LAS RESINAS COMPUESTAS**

La estructura de cada material afecta directamente a su comportamiento físico, mecánico, estético y clínico. A la matriz orgánica de las resinas también se le llama material de relleno, existe una fase de dispersión donde se mezclan los componentes, este puede ser silano orgánico o algún otro agente acoplador entre la matriz orgánica y el material de relleno, cuyas moléculas deben tener un grupo silano en un extremo (para la

unión iónica con el SiO<sub>2</sub>) y en el extremo opuesto debe tener grupos metacrilato (para la unión covalente con la resina), estos son los tres componentes químicos principales de las resinas compuestas (6).

La matriz orgánica de las resinas compuestas involucra un sistema monómero, dímero o monómero trifuncional y algún sistema que ayude a iniciar la foto polimerización, este sistema provoca que la resina sea polimerizada por radicales libres con una base de alfa-dicetona (canforoquinona); también es necesario un agente reductor a base de aminas alifáticas terciarias (alcohol 4-n, n-dimetilaminoetil); y se requiere de un sistema acelerador que actúa sobre el iniciador y promueve la polimerización dentro de un ciclo clínico (8). En general, se admite que la proporción de contracción volumétrica aumenta con la disminución del peso molecular medio del monómero o de su combinación. Se diluye con otros monómeros de baja viscosidad (bajo peso molecular), conocidos como controladores de la viscosidad, como el dimetacrilato de bisfenol A (Bis-MA), el dimetacrilato de etilenglicol (EGDMA), el dimetacrilato de trietilenglicol (TEGDMA), el metacrilato de metilo (MMA) o el dimetacrilato de uretano (UDMA), con el fin de simplificar el proceso de fabricación y la manipulación clínica (6).

Sin embargo, la sustancia de relleno inorgánica que forma la fase dispersa de la resina es el material que le da las principales propiedades como lo son las físicas y mecánicas que caracterizan a todas las resinas compuestas. El tipo de relleno utilizado, cómo se ha obtenido y qué cantidad se ha incluido desempeñan un papel importante en las cualidades mecánicas del material de restauración. El mayor porcentaje de relleno es siempre cambiante y se han realizado muchas mezclas porque las partículas de relleno se unen a la fase orgánica para mejorar las características físico-mecánicas de la matriz orgánica. Se ha comprobado que modificar el relleno reduce el coeficiente de expansión térmica, aumenta la radiopacidad, disminuye la contracción final de polimerización, facilita la manipulación y mejora la estética (8).

Existen diversas clasificaciones de resinas compuestas: a) de acuerdo con sus componentes b) forma de polimerización y c) el tamaño de partículas que conforman el relleno inorgánico. Entre estas tenemos las realizadas por Lutz et al. (9) en 1992, Willems

et al. (10) basado en las medidas de las partículas de relleno en 2000 y Bayne (12) en 2005 las clasifica de la siguiente forma:

<i>Megarelleno</i>	<i>Macrorelleno</i>	<i>Mediorelleno</i>	<i>Minirelleno</i>	<i>Microrrelleno</i>	<i>Nanorelleno</i>
0.5-2mm	10-100 $\mu\text{m}$	1-10 $\mu\text{m}$	0.1-1 $\mu\text{m}$	0.01-0.1 $\mu\text{m}$	0.001-0.01 $\mu\text{m}$

---

El uso de los llamados nano rellenos es el tema del estudio más reciente. Estas minúsculas partículas, esencialmente indetectables, son siempre más pequeñas que los microrrellenos. No dispersan ni absorben la luz visible, ya que su tamaño de partícula está por debajo del espectro de luz visible. Estos rellenos permiten integrar radioactivos sin alterar las cualidades estéticas de las resinas (13). Según Ferracane et al. (14) A las resinas compuestas se les añaden grandes cantidades de partículas de relleno de distintos tamaños para obtener unas características mecánicas óptimas.

### **3.1.2.1 Resinas dentales**

#### **Resinas compuestas híbridas**

Estos materiales deben su nombre a que están formados por grupos poliméricos que involucran una fase orgánica y reforzados por una fase vítrea inorgánica de composición y tamaño variados que constituye al menos el 60% del contenido total. El tamaño de las partículas oscila entre 0,6 y 1  $\mu\text{m}$ , y en estos materiales también está presente la sílice coloidal (0,04  $\mu\text{m}$ ). Son compatibles con la gran mayoría de los materiales que son utilizados actualmente en odontología para restaurar las cavidades de los órganos dentarios. Estos materiales están disponibles en una gran variedad de colores que están presentes en los dientes y pueden imitar la estructura dental. También tienen menor efecto de contracción durante la polimerización, mínima absorción de agua, excelentes características de pulido y texturizado, desgaste y abrasión muy similares a los que experimentan las estructuras presentes en boca, existen materiales de uso universal, cuya aplicación puede ser en el sector anterior como en el posterior y estos

materiales están disponibles en una amplia gama de niveles de opacidad y translucidez con múltiples tonalidades y fluorescencia (8).

### **Resinas fluidas**

Son más fluidas porque tienen una viscosidad menor que las resinas compuestas ordinarias. El objetivo principal de estos componentes es mejorar la manipulación, por lo que se han eliminado de su formulación algunos productos químicos o modificadores reológicos y se ha reducido la cantidad de relleno inorgánico. Alta flexibilidad, que reduce la probabilidad de desprendimiento en zonas de tensión concentrada, radios opacos y accesibilidad en una amplia gama de colores son algunas de sus ventajas. Otra es la alta humectabilidad de la superficie dental, que puede formar espesores de capa mínimos, mejorando o eliminando el atrapamiento de aire o las inclusiones. Las propiedades mecánicas deficientes y la fuerte contracción por polimerización pueden atribuirse al bajo contenido de relleno (15).

Algunos indicadores que podrían destacar el uso de este tipo de resinas incluyen su uso para restauraciones de Clase V que son causadas por abfracciones o caries en la zona cervical, también se usan para procedimientos reconstructivos, restauraciones oclusales limitadas o como materiales de base en cavidades de Clase I o II en lugares con el esmalte socavado (6).

### **Resinas condensables**

Las resinas compuestas condensables incluyen mucho relleno. Pueden duplicar con mayor precisión el diseño oclusal, pueden triturarse (como la amalgama de plata) y es más fácil conseguir un buen punto de contacto con ellas. Actúan mejor que las resinas compuestas híbridas y tienen un comportamiento físico-mecánico comparable al de la amalgama de plata (7, 8); sin embargo, investigaciones adicionales han descubierto que su comportamiento clínico también es comparable (13). Los principales inconvenientes incluyen la incómoda alineación de los dientes anteriores, la difícil transición de una capa a otra y la laboriosa manipulación. Su uso principal es fijar cavidades de Clase II para que

el proceso de condensación pueda producir un mejor punto de contacto (16).

### **3.1.3 ÓXIDO DE GRAFENO (GO)**

El GO es un material monocapa que contiene un alto contenido de oxígeno. Es la forma altamente oxidada de grafeno, se obtiene mediante la oxidación y exfoliación del grafito, acompañada de una extensa modificación del plano basal a través de la oxidación (17). La exfoliación química del grafito da lugar a la suspensión de láminas de GO que posteriormente se filtran y aíslan para obtener copos de GO (18). Es un compuesto anfílico que permite la funcionalización de la superficie y puede extenderse fácilmente en soluciones acuosas, fisiológicas y otros disolventes orgánicos (17).

Los términos "hoja", "escama", y "plaqueta" para designar distintos tipos de materiales de grafeno, se usan refiriéndose a materiales de una sola capa, de pocas capas y multicapas gruesas de grafeno, respectivamente (20).

Las principales propiedades del GO se muestran en la tabla 1. El GO es menos hidrofóbico que el grafeno, con un ángulo de contacto con el agua de sólo 30,7°. Debido a la polaridad del plano base y a los grupos de carboxilato cargados negativamente en sus bordes, se pueden crear enlaces de hidrógeno y complejos con iones metálicos en condiciones adecuadas (19).

#### **3.1.3.1 MATERIALES A BASE DE GRAFENO (GBM) EN ODONTOLOGÍA.**

El mundo de la odontología se está acercando a los GBM como sustitutos de ingeniería de tejidos. Además de su excepcional resistencia mecánica, su conductividad eléctrica y su estabilidad térmica, el grafeno y sus derivados pueden ser funcionalizados con varias moléculas bioactivas. Pueden también incorporarse a diferentes andamios utilizados en odontología regenerativa y también se generan nanocompuestos con características mejoradas (21).

El grafeno y sus derivados presentan muchas aplicaciones potenciales en el campo

dental. Gracias a su potencialidad, en particular para impulsar la diferenciación osteogénica de las células madre y su capacidad antibacteriana, se está estudiando la aplicación de nanomateriales basados en el grafeno como el GO a tecnologías dentales ya existentes que se ha combinado con otros materiales como los implantes y prótesis dentales, membranas para la regeneración ósea o liberación de fármacos, cementos, resinas y adhesivos, así como estrategias para el aclaramiento de dientes (22).

<b>Tabla 1. Propiedades del GO. Modificado de Farjadian, 2020 (19).</b>	
Propiedades físicas	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Compuesto por electrones libres</li> <li>• Hidrofobicidad (ángulo de contacto con el agua 95°C-100°C)</li> <li>• El GO es menos hidrofóbico que el grafeno (contacto con agua forma un ángulo de 30,7°)</li> <li>• Plano base polar</li> <li>• Grupo carboxilato cargado negativamente en sus sitios de borde que da lugar a la formación de enlaces de hidrógeno y complejos con iones metálicos</li> </ul>
Propiedades biológicas	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de cargarse con moléculas de fármacos con anillos aromáticos</li> <li>• Capacidad de interactuar con el ARN y el ADN</li> <li>• Láminas de GO no mostraron una citotoxicidad significativa</li> <li>• Características antimicrobianas</li> </ul>
Propiedades mecánicas	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dureza</li> <li>• Gran valor de E y <math>\sigma_{int}</math></li> <li>• Resistencia a la fractura de 80 MPa</li> <li>• Módulo medio de 32 GPa</li> </ul>

### 3.1.4 ANTECEDENTES ESPECÍFICOS

Biris et al. (23) en 2013 prepararon con éxito láminas de grafeno incrustadas con diversas cantidades de nanopartículas de oro (Gr-Au-x) utilizaron la técnica de deposición química catalítica de vapor por radiofrecuencia sobre un catalizador Au- x/MgO, analizaron el efecto de estas láminas utilizadas como nanorelleno para algunos nano compuestos dentales basados en BisGMA/trietilenglicol dimetacrilato. Finalmente concluyeron que las nanopartículas de grafeno-oro podrían ser un relleno muy prometedor para los nanocompuestos dentales porque el refuerzo con un alto porcentaje de nanopartículas mejora las propiedades fisicoquímicas.

En 2015, Ghosh et al. (24) añadieron en su estudio óxido de grafeno a Polimetilmetacrilato (PMMA) y evaluaron la conductividad eléctrica y térmica; añadieron concentraciones de 0,0624, 0,125 y 0,250% en peso. Utilizaron un proceso rotatorio con ayuda de vibraciones ultrasónicas (mezcla ultrasónica dual) durante 30 minutos, y emplearon espectroscopia FTIR y Raman para confirmar la presencia de grafeno. La resistencia a la flexión aumentó significativamente ( $p \leq 0,005$ ) en las muestras que contenían grafeno, y se identificó una mezcla más homogénea en aquellas en las que el grafeno y la matriz de PMMA se mezclaron mediante mezcla dual ultrasónica. Esta técnica mejoró la estabilidad térmica y la conductividad eléctrica ( $p \leq 0,05$ ).

En el estudio de Bregnocchi *et al.* (25) en 2017 se encontró que añadieron nanoplacas de grafeno (GNP) como nanorellenos a un adhesivo dental comercial. El nanocompuesto de grafeno generado inhibió significativamente (se utilizó la prueba t de Student para evaluar la significación estadística \* $p < 0,05$  con respecto al adhesivo de control) el crecimiento de *S. mutans*, sin alterar las propiedades de adhesión estándar del adhesivo dental.

El grupo de Sun *et al.* (26) en 2018 realizaron la funcionalización de los cementos de ionómero de vidrio con grafeno fluorado, demostraron que no sólo es útil para inhibir el crecimiento bacteriano ( $p < 0,05$ ), sino también para mejorar las propiedades mecánicas de los cementos, aumentó la microdureza y la resistencia a la compresión y de fricción ( $p < 0,05$ ) todos ellos parámetros importantes para los cementos.

Lee *et al.* (27) en 2018 realizaron la incorporación de nGO al 2% en PMMA, lo cual hizo más áspera su superficie y aumentó su hidrofilia sin comprometer la resistencia a la flexión o la dureza de la superficie, tras 1h de exposición demostraron la efectividad contra especies microbianas en saliva artificial, la cual se aceleró con el aumento de los niveles de nGO sin citotoxicidad significativa para los queratinocitos orales. El plasma de PMMA nativo demostró que los efectos antimicrobianos adhesivos de la incorporación de nGO se debían, al menos en parte, a un aumento de la hidrofilia y no a cambios en la rugosidad de la superficie. Se observó propiedad antimicrobiana adhesiva sostenida por el ensayo de Prestoblue con 3-9h de incubación en medio microbiano ( $n = 5$ ,  $p < 0,05$ ) contra *Candida albicans* en el 2% de nGO durante 28 días después de la prueba.

## 4.- PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En la actualidad, la Organización Mundial de la Salud, en 2021 (28) identifica a la caries como la enfermedad bucodental más común es la caries dental, que afecta a más del 90% de la población mexicana. Las resinas compuestas son los materiales más utilizados para la restauración dental). El 70% de estas lesiones se pueden curar eliminando los microorganismos causantes de la caries y restaurando el órgano dental. Sin embargo, su porosidad y adhesividad las convierten en receptáculos de bacterias en la cavidad bucal ya que facilitan la adhesión de bacterias y la formación de biofilm, que son la principal causa de fracaso de las restauraciones dentales.

Un factor importante que contribuye al deterioro de las restauraciones resina de compuesta es su capacidad de resistencia a la flexión y su resistencia al desgaste que se ponen a prueba durante su estancia en boca. Una fractura de la resina compuesta o el desgaste de esta compromete la integridad de la interfase entre el material de resina y la estructura del diente, lo cual, puede permitir la formación de grietas y el paso de microorganismos que llevan la restauración al fracaso. Es necesario contar con un material capaz de resistir la fuerza de masticación y con capacidad antimicrobiana para impedir la proliferación de microorganismos, en este sentido el GO ha demostrado al combinarse con otros materiales como polímeros a base de PMMA, cementos, adhesivos, etc. donde ha demostrado ser capaz de aumentar su capacidad de resistencia a la flexión y le da a los materiales mayor resistencia al desgaste como el que se produce con el cepillado dental y ha demostrado tener actividad antimicrobiana contra *S. mutans*.

Lo anterior nos lleva a la siguiente pregunta de investigación:

**¿La adición de GO al Restaurador Universal Nanohíbrido 3M™ Filtek™ Z250 XT mejora sus propiedades mecánicas y antimicrobianas?**

## 5.- JUSTIFICACIÓN

La hipótesis de diversos autores que afirman que la cantidad y el tamaño de las partículas que forman el relleno de la resina compuesta modifica las características del estrés por contracción nos llevan a suponer que al combinar GO con resina compuesta tendremos como resultado una resina mejorada con propiedades antimicrobianas, con mejor resistencia a la flexión y al desgaste como lo ha hecho el GO al combinarse con otros materiales. Con base en los lineamientos de la norma —ISO 4049:2009 Dentistry Polymer-based restorative materialsII por lo que el propósito de esta investigación es realizar la comparación entre una muestra de resina comercial modificada con GO y una muestra de resina comercial sin modificar, para posteriormente evaluar sus propiedades antimicrobianas y mecánicas.

El presente protocolo de investigación es parte de la línea de investigación general que sigue nuestro laboratorio para innovar en la propuesta de nuevas resinas compuestas o el mejoramiento de las ya existentes para contribuir con productos mejores y más accesibles para la restauración de los órganos dentinarios de los pacientes que así lo requieran.

## 6.- HIPÓTESIS

Hipótesis de investigación:

Las resinas modificadas con GO al 0.01% y al 0.02% muestran propiedades mecánicas y microbiológicas distintas a las resinas sin modificar.

Hipótesis nula:

Las resinas modificadas con GO al 0.01% y al 0.02% no muestran propiedades mecánicas y microbiológicas distintas a las resinas sin modificar.

## 7.- OBJETIVOS

### 7.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar las propiedades fisicoquímicas, mecánicas y microbiológicas de la resina compuesta z250 XT adicionada con GO.

### 7.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Observar la morfología superficial de la resina compuesta z250 XT con y sin GO al 0.01% y al 0.02%.
- Realizar el análisis estructural de la resina compuesta z250 XT con y sin GO.
- Comparar las propiedades mecánicas de la resina compuesta z250 XT adicionada con GO al 0.01% y al 0.02% contra la resina compuesta sin modificar.
- Comparar la posible inhibición microbiana de la resina compuesta z250 XT adicionada con GO al 0.01% y al 0.02% sobre *Streptococcus mutans* contra la resina compuesta sin modificar.

## **8 MATERIALES Y MÉTODOS**

### **8.1 DISEÑO DEL ESTUDIO**

- a) De acuerdo con la intervención del investigador: Experimental
- b) De acuerdo con la evolución del fenómeno en el tiempo: Prospectivo
- c) De acuerdo con el número de mediciones: Transversal
- d) De acuerdo con el número de variables: Analítico

### **8.2 POBLACIÓN Y MUESTRA**

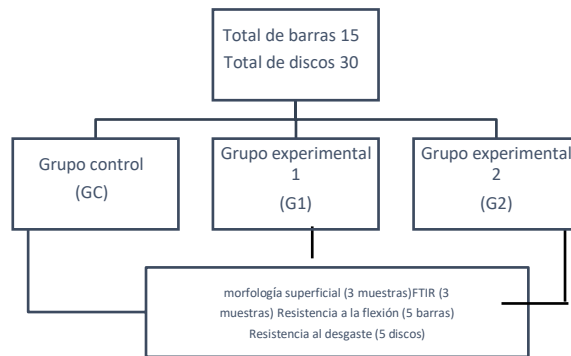
#### **8.2.1 Población**

Se trata de una población de resinas, es un muestreo no probabilístico por conveniencia, en donde se eligió, porque así conviene al estudio la marca de resina 3M, es la marca más utilizada para investigaciones científicas, por lo que se cuenta con estudios previos para realizar las comparaciones.

#### **8.2.2 Muestra**

La población se dividirá en (figura 1):

- CONTROL: Restaurador Universal Nanohíbrido3M™ Filtek™ Z250 XT.
- GRUPO EXPERIMENTAL 1: Restaurador Universal Nanohíbrido3M™ Filtek™ Z250 XT modificado con GO al 0.01% en peso en relación con el relleno.
- GRUPO EXPERIMENTAL 2: Restaurador Universal Nanohíbrido3M™ Filtek™ Z250 XT modificado con GO al 0.02% en peso en relación con el relleno.



**Figura 1.** Distribución de las muestras

## 8.3 CRITERIOS DE SELECCIÓN

### 8.3.1 Criterios de inclusión

Restaurador Universal Nanohíbrido3M™ Filtek™ Z250 XT

### 8.3.2 Criterios de exclusión

Restaurador Universal Nanohíbrido3M™ Filtek™ Z250 XT caducado

Restaurador Universal Nanohíbrido3M™ Filtek™ Z250 XT tono distinto a

A2 Barras modificadas que se compruebe la inexistencia de GO en su

composición. Barras que no cumplan con las dimensiones

### 8.3.3 Criterios de eliminación

Jeringa de Restaurador Universal Nanohíbrido3M™ Filtek™ Z250 XT abierta.

Barras que presenten fracturas fisuras o cambios superficiales antes de la prueba.

## 8.4 VARIABLES

Tabla 2. Variables			
VARIABLE	DEFINICIÓN CONCEPTUAL	DEFINICIÓN OPERACIONAL	ESCALA Y CATEGORÍA
<b>Resina dental modificada con GO (variable independiente)</b>	Restaurador universal nano híbrido filtek z250 modificado con OG	Barras y discos de resina Filtek z250 modificado al 0.1% y 0.2%	cualitativa
<b>Resistencia a la Flexión (Variable dependiente)</b>	Capacidad del material de soportar la deformación bajo la acción de una fuerza en una sección transversal definida antes de romperse.	Módulo de flexión y rotura por fuerza aplicada sobre 3 puntos	cuantitativa de razón (MPa)
<b>Morfología superficial(variable dependiente)</b>	Características de la superficie de la resina compuesta modificada con GO y sin modificar.	Aspecto de la microarquitectura y la homogeneidad de la muestra	cualitativa
<b>Resistencia al desgaste (variable dependiente)</b>	Pérdida de masa de la muestra restando el peso antes y después de someterlo a cepillado.	Peso de las muestras antes y después del cepillado.	Cuantitativo (mg)
<b>Capacidad antimicrobiana (variable independiente)</b>	Poder de inhibición del crecimiento de microorganismos	Halo de inhibición generada por la resina modificada y sin modificar.	Cuantitativo (mm)
<b>Análisis estructural mediante FT-IR</b>	Espectros de grupos funcionales presentes en la muestra	Espectros de grupos funcionales identificados en la muestra con y sin OG	Cualitativo dicotómica

## 8.5 CONCORDANCIA Y FIABILIDAD

Los reactivos deben ser de calidad analítica y las mediciones deben realizarse con equipos de laboratorio precisos y calibrados. El equipo necesario debe estar en buen estado de funcionamiento y calibrado. Las mediciones realizadas por el experto, que posee la mayor experiencia, destreza y habilidad, servirán de referencia para la máquina universal de pruebas (INSTRON), por lo que las pruebas se administrarán una vez que se hayan replicado y exista un nivel aceptable de concordancia entre las mediciones del estudiante y las del experto. Las pruebas SEM/ y ATR FTIR serán realizadas por el investigador encargado del aparato.

## **8.6 UBICACIÓN ESPACIO TEMPORAL**

Laboratorio multidisciplinario, Facultad de Estomatología, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

Laboratorio de materiales y biomateriales dentales. Facultad de Estomatología, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

Dirección de Innovación y Transferencia de Conocimiento (DITCo), Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

### **8.7.1 PROCEDIMIENTOS, TÉCNICAS Y FUENTES DE RECOLECCIÓN**

#### **ELABORACIÓN DE LAS MUESTRAS.**

Se pesó 1g de la resina compuesta Filtek™ Z250 XT y se colocó en un vaso de precipitado de 20 ml, se midió la cantidad correspondiente de GO al 0.02 % para el grupo 1 y al 0.01% para el grupo 2, el GO se midió e incorporó con ayuda de una micropipeta volumétrica de 100- 1000µl. La elección de las concentraciones del grupo G1 Y G2 se hizo después de haber realizado la revisión bibliográfica de artículos científicos comprendidos entre 2016 y 2022, lo que nos permitió realizar una prueba piloto donde se probaron las concentraciones al 2%, al 1% y al 0.1% las cuales fueron descartadas ya que generaban un cambio drástico de color y disminución de la dureza en la prueba de flexión.

El GO se incorporó con la resina compuesta de acuerdo con la técnica modificada de Abdulaziz (29) en 2020 y se colocó en moldes metálicos de 22 mm x 2 mm x 2 mm para obtener 5 barras por cada grupo para la prueba de resistencia a la flexión y 5 discos de 5mm de diámetro y 2mm de espesor para cada grupo de las pruebas microbiológica y de desgaste.

### **A) Para la elaboración de las barras.**

Para asegurarse de que no hubiera burbujas de aire, se colocaron moldes metálicos sobre una losa de vidrio y se introdujo dentro el material de estudio. Se colocó una tira de matriz de acetato encima del molde y se comprimió con otra losa de vidrio para crear una superficie nivelada y un grosor uniforme. Las muestras se fotopolimerizaron, primero en el centro y posteriormente en los extremos, utilizando una lámpara de luz halógena IVOCLAR acoplada a un sistema Bluephase N MC (100-240 V). Se utilizaron 20 segundos para cada exposición.

### **B) Para la elaboración de los discos.**

En una placa de vidrio se colocaron los moldes y en su interior el material de estudio, asegurándose de que no hubiera burbujas de aire. Para obtener una superficie plana y un grosor uniforme, se presionó otra losa de vidrio mientras se colocaba una banda matriz de acetato encima de los moldes. Las muestras se polimerizaron durante 40 segundos utilizando una lámpara de luz halógena Bluephase N MC (100-240 V) conectada de la marca Ivoclar.

Las probetas se pulieron con discos de carburo de silicio de 500 para eliminar la capa de resina inhibida por el oxígeno después de almacenarlas en agua destilada a 37°C durante 48 horas. Se utilizó un calibre vernier digital para volver a evaluar sus tamaños (29).

## **MORFOLOGÍA SUPERFICIAL**

La morfología superficial de las muestras, la presencia o ausencia de aglomerados, la microestructura y la homogeneidad se evaluaron utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM) JEOL modelo JSM-6610LV. Se tomaron tres muestras, cada una de las cuales medía aproximadamente 3 mm por 3 mm, de diversas ubicaciones de la membrana y, tras adherirlas a un perno con cinta de carbono de doble cara, se pulverizaron las muestras con oro (DENTON VACUUM, DESK V). La tensión del

equipo oscilaba entre 15 kV y 30 kV, y su aumento entre 500 x y 1000 x (30).

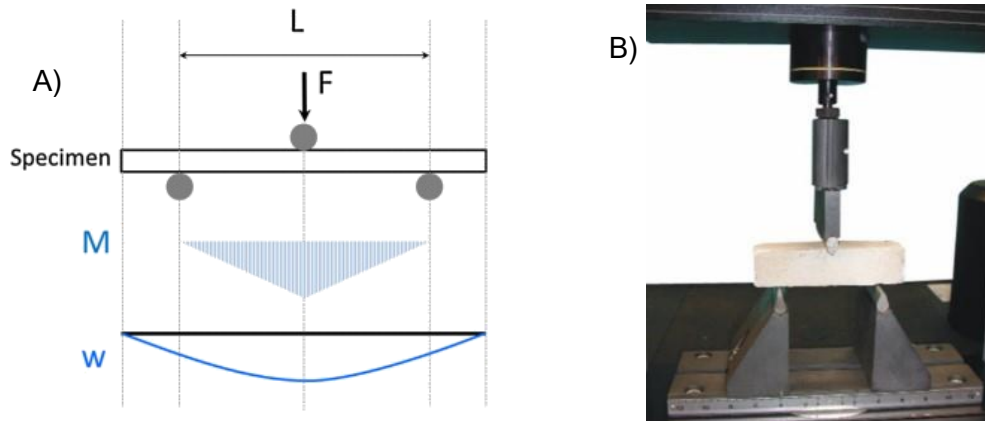
## **COMPOSICIÓN ELEMENTAL**

La composición elemental, los grupos funcionales de superficie y la orientación de las moléculas se examinaron químicamente mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier, BRUKER, modelo VERTEX 70, a fin de identificar las interacciones entre la resina y el OG, así como posibles alteraciones estructurales. Se examinaron tres ejemplares de cada muestra (3 x 3 mm).

A temperatura ambiente (unos 26°C), Se promediaron los cuatro escaneados por ciclo de muestra con una resolución de 4cm<sup>-1</sup> para obtener espectros de absorbancia para cada muestra en el rango de longitudes de onda de 4000/5000 a 400cm<sup>-1</sup>. Utilizando el programa IR Cary 360, se hallaron las regiones de absorción de los grupos funcionales en los espectros (30).

## **PRUEBA DE RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (“STRENGTH”)**

Tras mantenerlas a 37°C en agua destilada durante 48 horas, las muestras fueron pulidas con ayuda de discos de carburo de silicio de 500 m para eliminar la última capa de resina inhibida por el oxígeno. Se volvieron a medir las dimensiones de las probetas con un calibrador vernier digital. Las probetas se almacenaron en agua antes del ensayo de flexión. Las probetas se sometieron a una prueba de flexión donde se aplica fuerza desde tres puntos en una máquina de pruebas destructivas de tracción universal Instron (Modelo 4411, Instron Corp., Canton, MA, EE.UU.) la prueba se llevó a cabo con una velocidad de cruceta de 0,5 cm/min. Durante el ensayo, las varillas se apoyaron en dos puntos (véase la figura 2). La carga se aplicó a la superficie situada frente a los puntos de apoyo en un punto igualmente distante de los dos primeros. Se observaron eventos de compresión en la varilla antes de que se fracturara.



**Figura 2.** A) Esquema de la fuerza aplicada en la prueba de 3 puntos donde L (longitud entre los 2 puntos de soporte de la barra 20mm) F (velocidad y fuerza de cruceta) M (punto de flexión) W (punto de deflexión) obtenido de la guía de materiales dentales de la Academy of Dental Materials y B) Fotografía de Bonnin, 2012 (30).

Para obtener el valor de resistencia a la flexión en megapascales (MPa) mediante la ecuación siguiente, donde F es la fuerza máxima aplicada a la muestra en newtons, l es la distancia entre apoyos en milímetros, b es la anchura de la muestra en milímetros y d es el espesor de la muestra en milímetros justo antes del ensayo (32).

$$S = 3Fl/(2bd^2)$$

## PRUEBA DE RESISTENCIA AL DESGASTE

Las muestras (N=5) se examinaron previamente en SEM para determinar la forma de sus superficies. Los pesos originales de los discos se registraron en una balanza electrónica analítica de precisión después de haber sido lijados, y a continuación se desgastaron utilizando un micromotor Strong 210/108 y contra-ángulo a 2500 rpm durante 30 segundos. Se aplicó al disco una carga constante de 500 mg utilizando microcepillos CPT (utilizados en el procedimiento de profilaxis dental y fabricados con cabezales de cerdas de acero y plástico de nailon), tras lo cual se registró su peso final y se llevaron las muestras a un SEM para examinar su morfología superficial (34).

## **ESTUDIO DE LA ACTIVIDAD ANTIMICROBIANA (PRUEBA DE DIFUSIÓN EN AGAR).**

La cepa de *S. mutans* fue cultivada en un caldo preparado de infusión cerebro-corazón (BHI) a 37°C, posteriormente se realizó un cultivo de infusión cerebro corazón en el cual se colocó una asada del microorganismo previamente crecido (preinóculo), después de 24h se transfirió (10 uL) del preinóculo a un nuevo caldo de (BHI) de 350 uL y posteriormente hacer crecer en una placa con agar BHI (31).

*S. mutans* se incubó en la placa con agar BHI, durante 24 horas y se colocaron las muestras en la misma placa (n=5) Cada muestra se colocó en la placa de agar preparada, a más de 20 mm de distancia de las demás, con la superficie de la muestra tocando el agar. Las placas se incubaron a 37°C durante 24 horas bajo condiciones anaerobias para imitar las condiciones de las restauraciones, ya que la zona más frecuente de caries secundaria es la zona gingival, donde la disponibilidad de oxígeno suele ser escasa (31).

### **8.8 ANÁLISIS ESTADÍSTICO**

Tras introducir los datos en Excel 2016, GraphPad Prism 8 o SPSS versión 22 recibieron la información. Para la estandarización intraobservador e interobservador, las medidas de los grupos se compararon mediante el coeficiente de correlación intraclass, también conocido como  $r^2$  de Pearson, para determinar la precisión, coherencia y concordancia de las mediciones.

En primer lugar, se realizaron estadísticas descriptivas; se utilizaron porcentajes y los gráficos correspondientes para las variables cualitativas; medidas de tendencia central, dispersión y forma para las variables cuantitativas; se prestó especial atención a la asimetría y la curtosis; y se utilizó la prueba de Shapiro-Wilk para confirmar la normalidad de la distribución. Utilizando pruebas t de Student emparejadas, fue posible evaluar si los atributos medidos dependen de la alteración del material en estudio para las variables resistencia a la flexión, resistencia al desgaste y capacidad antibacteriana. Todas con  $p < 0,05$  denotando su significación estadística relativa.

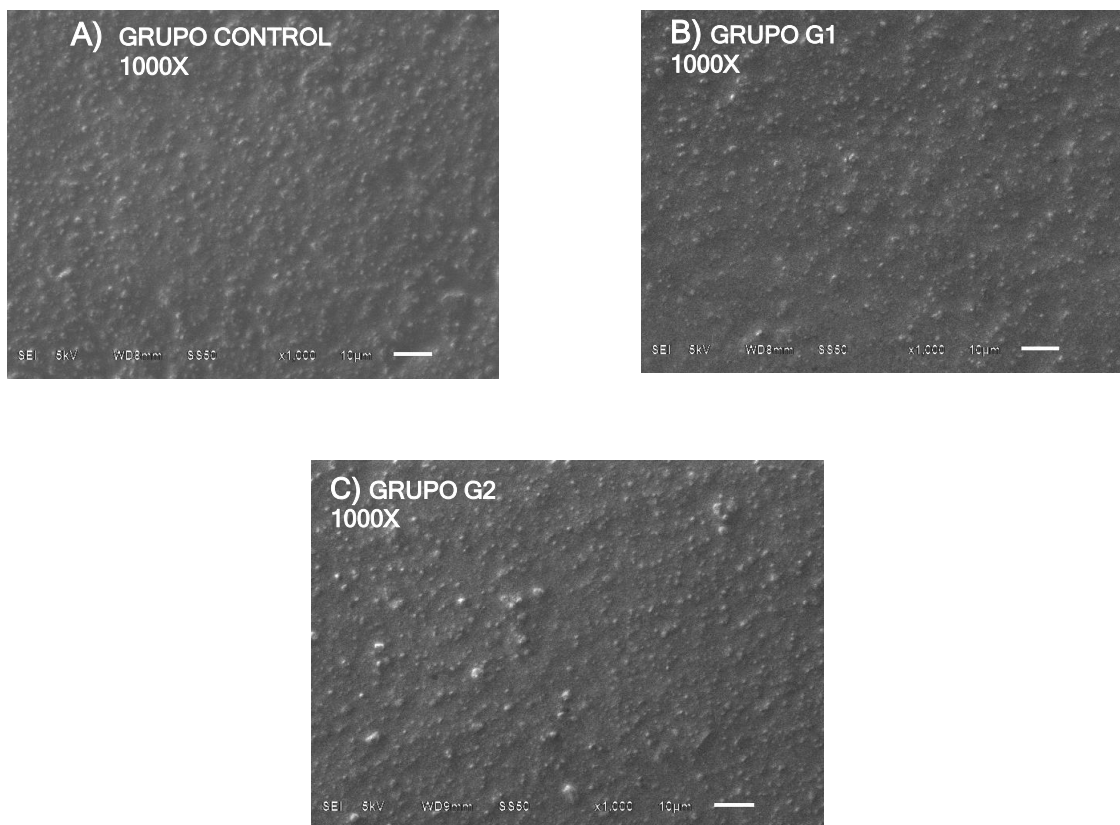
## **9.- BIOÉTICA**

Al tratarse de un estudio *IN VITRO*, no se dañó a personas o animales durante las pruebas, y la sustancia en cuestión no representa ningún riesgo biológico. Nos basamos en la NOM-087-ECOL-SSA1-2002, Protección al ambiente - Salud ambiental - Residuos peligrosos biológico-infecciosos - Normas de clasificación y manejo, norma oficial mexicana para el manejo de residuos peligrosos biológico-infecciosos.

## 10.- RESULTADOS

### Análisis de la morfología superficial

En las muestras de la resina modificada con OG al 0,00005% (G1) y al 0,0001% (G2), así como en las muestras de las resinas no modificadas (control), se observaron superficies homogéneas durante el análisis morfológico mediante SEM. Al examinar la rugosidad de las muestras antes del proceso de abrasión, fue fácil ver que todas ellas compartían las mismas propiedades, y no se observaron aglomeraciones (Figura 3).

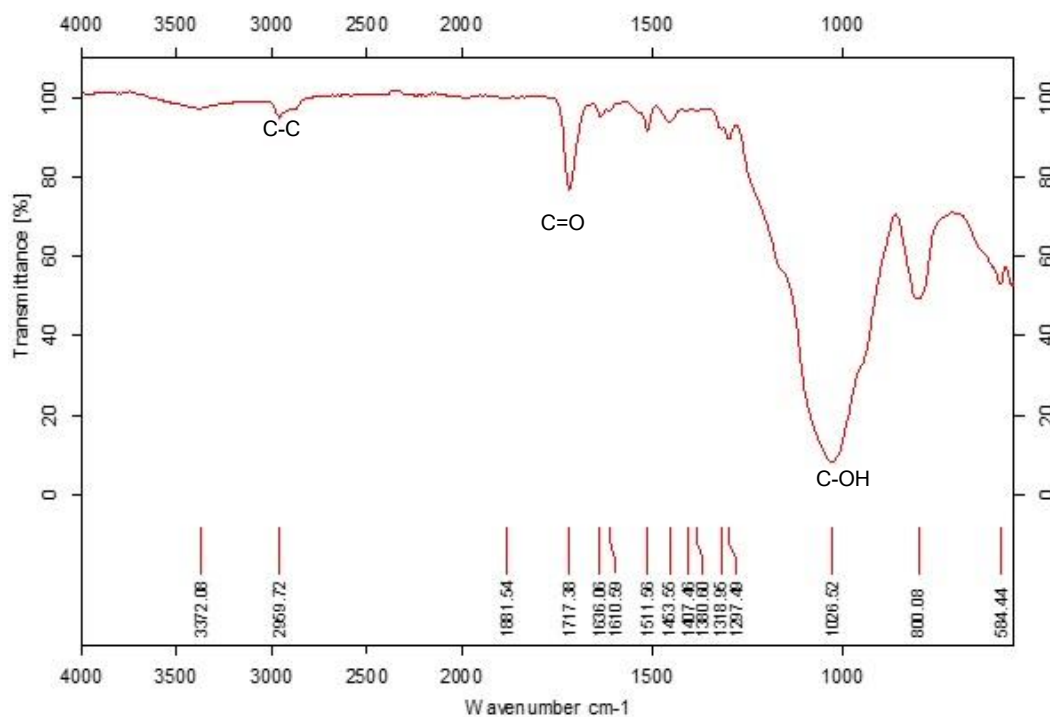


**Figura 3.** Morfología superficial observada mediante SEM a 1000x A) Grupo, B) grupo G1 C) Grupo G2. Fuente propia.

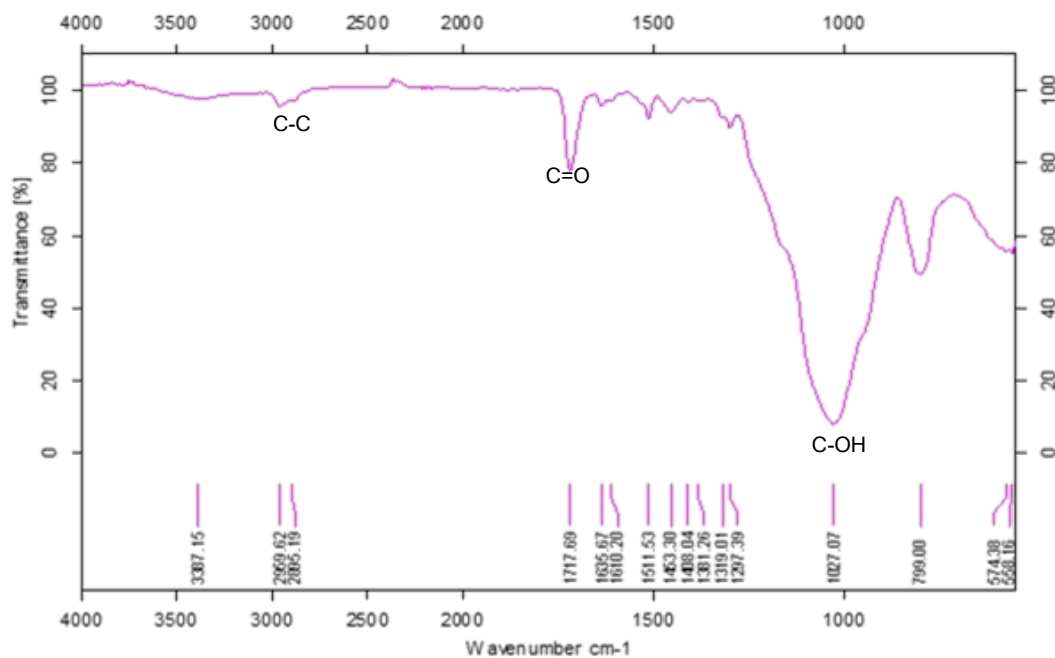
## Caracterización mediante espectroscopia infrarroja por transformada de fourier (FT-IR)

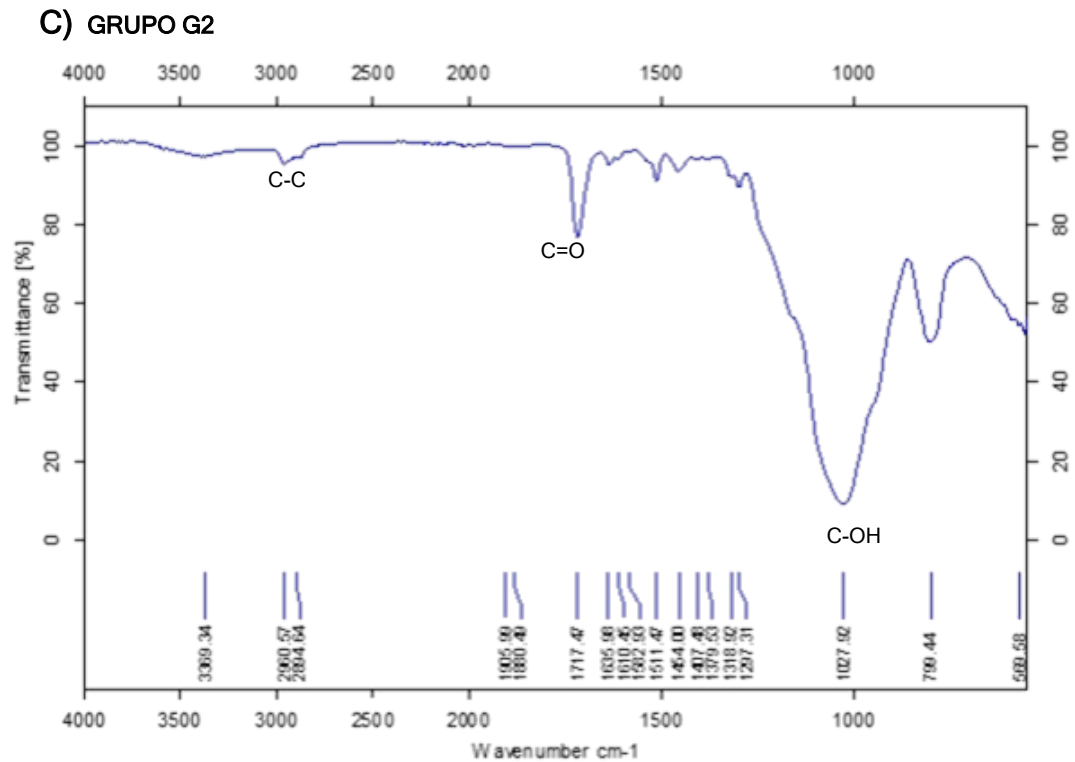
Observamos en todas las muestras picos en 1000 y 1226 cm<sup>-1</sup> que pueden atribuirse a vibraciones C-O y picos a 1026, 1150, 1630 y 1750 cm<sup>-1</sup> que reflejan grupos C-OH, C-C y C=O (Figura 4).

### A) GRUPO CONTROL



### B) GRUPO G1





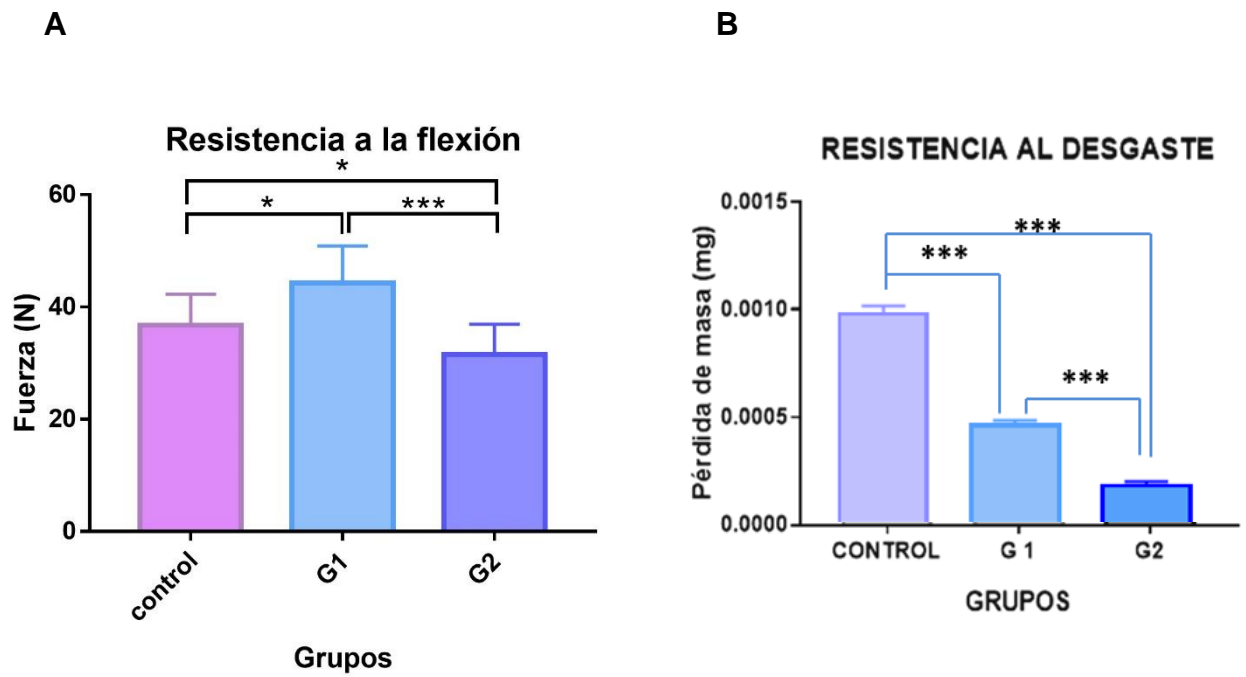
**Figura 4.** Espectro FT-IR A) Grupo control, B) grupo G1, C) Grupo G2.

### Resistencia a la flexión

Se realizó una prueba T-Student obteniendo los siguientes resultados, cuando se compara el grupo G1 contra el control se obtuvo un valor de  $p < 0.05$  marcado con \*, al comparar el grupo G2 contra el control obtuvimos un valor de  $p < 0.05$  \*, interesantemente, obtuvimos mayor diferencia estadísticamente significativa al comparar el grupo G1 contra el G2 ( $p < 0.001$ ). (Figura 3-A).

### Resistencia al desgaste

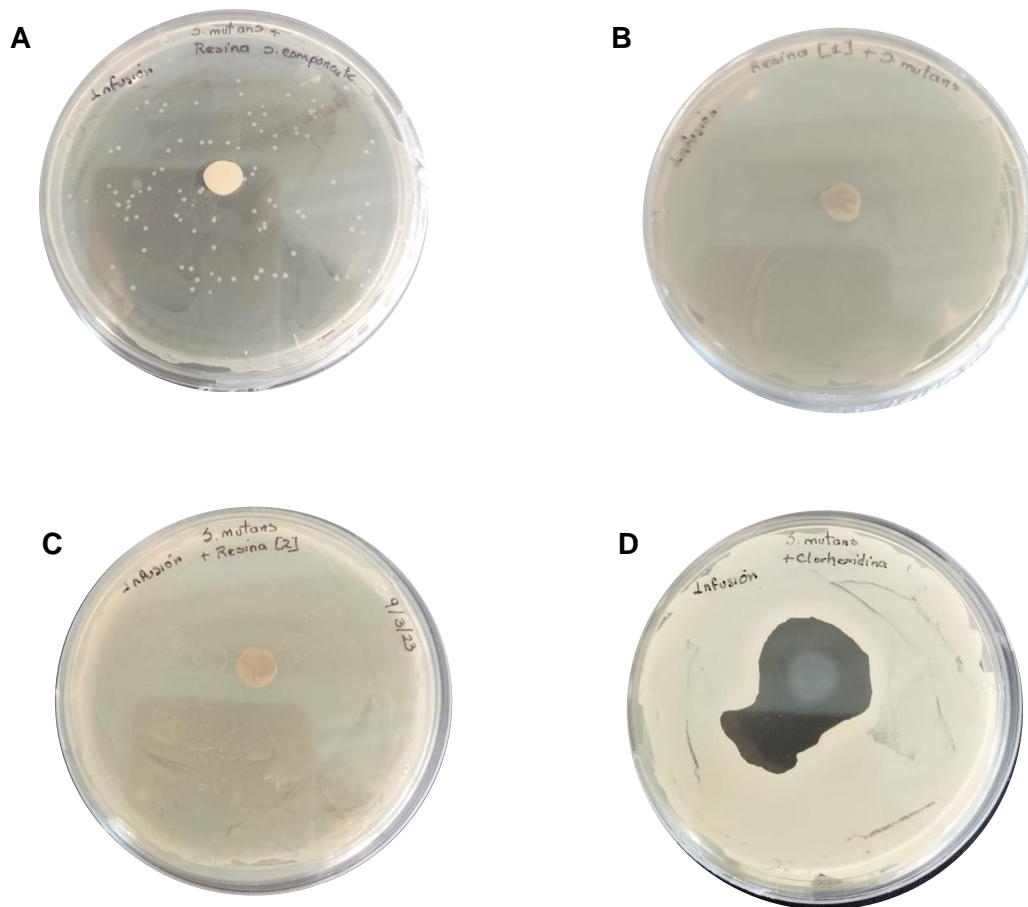
Se observa la menor pérdida de masa tanto en el grupo G1 (ANOVA de 1 vía,  $p < 0.0001$ ) y G2 (ANOVA de 1 vía,  $p < 0.0001$ ) comparado contra el control. Es importante resaltar que al comparar G2 con G1, G2 fue el grupo que perdió la menor cantidad de masa (ANOVA de 1 vía,  $p < 0.0001$ ) (Figura 3-B).



**Figura 3.** A) Prueba de resistencia a la flexión, B) Prueba de resistencia al desgaste, se observan diferencias estadísticamente significativas entre el grupo G1 y G2 en comparación al control (n=5, ANOVA de 1 vía \*\*\* p<0.0001)

### Actividad antimicrobiana

En cada caja petri con infusión BH, cultivada con *S.mutans* se colocó un disco de resina de 5mm de diámetro y 2mm de espesor al centro de esta, cada resina contuvo diferente concentración de GO dependiendo del grupo al que pertenece (figura 4) y se utilizó esta prueba para comparar el halo de inhibición de *S. mutans*. La prueba se realizó por triplicado y en ningún grupo se pudo observar actividad antimicrobiana más que en el control positivo en donde se colocó clorhexidina al 2% (figura 4-d).



**Figura 4.** A) grupo control negativo resina filtek z250 sin GO B) grupo G1 GO 0.01% C) grupo G2 0.02% D) grupo control + clorhexidina. Se presentan fotografías de las placas Petri con un disco de resina al centro de este, no se observa inhibición microbiana tanto en el grupo G1 (B) como en el G2 (C) en comparación con la inhibición causada por clorhexidina (D) cuyo efecto antimicrobiano se toma como control positivo.

## **11. DISCUSIÓN**

En la presente investigación se compararon resinas compuestas Filtek Z250 3M modificadas con 2 concentraciones de GO, el propósito fue indagar sobre los posibles cambios superficiales, cambios en la composición química, en las propiedades como la flexión y desgaste e indagar sobre la adquisición de posibles propiedades antimicrobianas debidas al GO. Los resultados de este estudio aceptan la hipótesis planteada.

### **Morfología superficial**

Al observar y comparar las modificaciones experimentales contra las muestras de la resina compuesta se observa en el microscopio electrónico de barrido que las concentraciones probadas de GO no modifican la superficie en comparación al control (resina sin modificar). Esto es una buena característica del material ya que no compromete la textura de la resina compuesta lo cual es similar a lo reportado por Guazzo en 2018 (21) donde reporta que el GO no modifica la textura de otros materiales. Lo anterior es alentador, hace que la odontología se acerque a los materiales basados en grafeno para ofrecer tanto al profesional, como al paciente nuevos y mejorados materiales añadidos o como sustitutos de los que ya son utilizados ahora.

### **Análisis de la composición química mediante FTIR**

Para identificar o cuantificar una sustancia, los analistas pueden utilizar el análisis FTIR, un dispositivo que utiliza la interferometría para codificar la información sobre el material en el haz infrarrojo y la transformada de Fourier para descodificar la señal y producir espectros, fue necesario para todas las muestras analizadas o modificadas. Se realizaron análisis para identificar algún tipo de modificación química (21). La muestra puede reconocerse gracias a los patrones de los espectros, ya que las estructuras de las distintas moléculas dejan huellas dactilares IR distintas (18). Los resultados obtenidos en el análisis no mostraron grupos funcionales distintos al comparar la resina compuesta con la resina modificada, por lo tanto, podemos decir que esta prueba no fue concluyente, aunque, diversos grupos de investigación reportan que los grupos funcionales C-OH, C-C y C=O están presentes en ambos materiales por separado, tanto en los materiales de la

familia del grafeno como en las resinas compuestas según lo reportado por Agarwallaa en 2019 y Dreyer en 2010 (35, ). Nuestro resultado también coincide con el grupo de investigación de Jung-Hwan et al. (26) quienes en 2015 publicaron que el pico del espectro del GO es muy pequeño y casi imperceptible debido a la estrecha combinación de moléculas de grafeno con el resto del material, por lo que se concluye que donde mayor sea la relación entre materiales, mayor será la confusión de los espectros.

### **Prueba de resistencia a la flexión**

Las pruebas de resistencia a la flexión brindan información acerca de la capacidad de un material de flexionarse antes de romperse y podemos observar de acuerdo con los resultados que el grupo G1 con GO al 0.1 % en comparación con el grupo que carecía de GO, presentó la máxima resistencia a la compresión con resultados estadísticamente significativos ( $p < 0,05$ ). El incremento de la resistencia en presencia de GO coincide con los resultados del grupo de Hwan et al. (36) en 2017, donde la presencia de nGO aumentó la resistencia en comparación de su grupo control en un 0.5% quienes adicionaron nOG a resina acrílica a base de PMMA. Sin embargo, el grupo G2 tuvo significativamente menor resistencia ( $p < 0.001$ ) por lo que podemos suponer que la presencia de mayor cantidad de GO podría debilitar la resina compuesta, lo que podría ocasionar que a mayor cantidad de GO, sea menor su resistencia. Esto sugiere que sería conveniente realizar más pruebas con distintos porcentajes de GO incorporado, probar otras técnicas de incorporación a la resina y probar otros solventes para integrar a la resina.

### **Prueba de desgaste**

La prueba de desgaste se realizó para medir la pérdida de masa de las muestras cuando se someten al cepillado, la presencia de GO en la resina compuesta aumentó su resistencia al desgaste con el cepillado, por lo que podemos inferir que al ser utilizadas como material de restauración podría tener menor desgaste con el cepillado diario de los pacientes, estos resultados coincide con el estudio realizado por Turssi en 2005 (37), quien afirma que las partículas de relleno más grandes, la distancia entre las partículas de relleno y la cantidad de relleno por peso están relacionadas con la mayor resistencia al desgaste de la resina. Además, de que ya ha sido muy bien reportada la capacidad de resistencia

que brinda el GO a otros materiales como las resinas acrílicas, adhesivos, recubrimiento para implante, andamios, etc. Tal como lo reportan los estudios de Dong en 2016; Dubey en 2015 y Bitounis en 2014 (17,18,31) quienes probaron el desgaste en diversos materiales para ingeniería de tejidos y resinas acrílicas modificadas donde concluyeron que el GO aporta a los materiales mayor resistencia a la flexión y al desgaste. El mecanismo de desgaste de un material dental se compone de una serie de intrincados pasos que pueden provocar la pérdida de forma, el aumento de la rugosidad, la pigmentación y la acumulación de placa. Por lo tanto, para comprender sus limitaciones e indicaciones, es necesario examinar los materiales de restauración. En este enfoque, se pueden utilizar pruebas de abrasión por cepillado in vitro para comparar la resistencia a la abrasión de varios tipos de materiales y determinar qué tipo de material sería el mejor para su uso en este tipo de lesiones como tratamiento restaurador.

### **Actividad antimicrobiana**

Fan y Huang (38) informaron por primera vez sobre la actividad antibacteriana del GO y el rGO. También Shi (39) en 2016 reportó que el crecimiento de *Escherichia coli* se puede inhibir eficazmente con estos nanomateriales. Los estudios descritos por Sun en 2015 (26) indican que el grafeno y sus derivados son materiales antibacterianos prometedores ante ciertas bacterias que se han identificado en la cavidad bucal. Sin embargo, también se han dado resultados opuestos (sin actividad antibacteriana) como lo menciona Farrugia en 2017 (32), se establece que el resultado cambia debido a varios factores como lo son la baja cantidad de GO en comparación al material con el que se combina, la técnica de incorporarlo, el ambiente de trabajo, etc. En este estudio no se obtuvieron resultados positivos del efecto antimicrobiano contra *Streptococcus mutans*, ya que no se observó inhibición en ningún grupo experimental, por lo que es necesario realizar más pruebas para probar otros microorganismos bucales, modificar algunos otros factores que pudieron intervenir en el procedimiento, así como probar con diferentes porcentajes de GO a utilizar.

## 12. CONCLUSIONES

El GO como material de relleno, logró adicionarse a las resinas compuestas Filtek z250 (3M), se obtuvo una mezcla homogénea y aparentemente sin grumos según lo observado mediante el SEM.

La presencia del GO adicionado en las resinas compuestas Filtek z250 (3M) no modificó su resistencia a la flexión.

La adición del GO a las resinas compuestas Filtek z250 (3M), en las concentraciones 0.01 % y 0.02 % aumenta significativamente la resistencia al desgaste en comparación de la resina sin modificar.

Las resinas modificadas con GO al 0.01 % y al 0.02 % no inducen efecto antimicrobiano sobre *Streptococcus mutans* en las condiciones bajo las que fue evaluada esta propiedad.

## 13.- BIBLIOGRAFÍA

1. Singh DP, Herrera CE, Singh B, Singh S, Singh Rk, Kumar R. Graphene oxide: an efficient material and recent approach for biotechnological and biomedical applications. *Mater sci eng c*. 2018. 173–97.
2. Zhao X, Liu P. Biocompatible graphene oxide as a folate receptor-targeting drug delivery system for the controlled release of anti-cancer drugs. *Rsc adv*. 2014;4(46):24232–9.
3. Tonelli Fm, Goulart Va, Gomes Kn, Ladeira Ms, Santos Ak, Lorençon E, et al. Graphene-based nanomaterials: biological and medical applications and toxicity. Vol. 10, nanomedicine. *Future medicine Ltd.*; 2015. P. 2423–50.
4. Rodríguez Joana, Orrego Eduardo. Aplicaciones de mezclas de biopolímeros y polímeros sintéticos: revisión bibliográfica applications of biopolymers and synthetic polymers blends: literature review aplicações de misturas de biopolímeros e polímeros sintéticos: revisão da literatura. *Rev científica* 2016;(25):252–64.
5. Pérez Pérez M, Leonisia M, Ferrás P, Tomás Pérez Rodríguez A, Hechevarría Pérez Zm, Pérez Pérez A. Correo científico médico de holguín aplicaciones de biomateriales en la estomatología biomaterials applications in dentistry. 2018;(4).
6. García AH, Angel M, Lozano M, Vila Jc, Escribano Ab, Galve Pf, Et Al. Resinas compuestas . Revisión de los materiales e indicaciones clínicas. *Med oral patol oral cir bucal* 2006. 21520.
7. Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater*. 1999;15(2):128–37.
8. Ashuri M, Moztarzadeh F, Nezafati N, Ansari Hamedani A, Tahriri M. Development of a composite based on hydroxyapatite and magnesium and zinc-containing sol-gel-derived bioactive glass for bone substitute applications. *Mater Sci Eng C*. 2012;32(8):2330–9
9. Lutz F, Phillips Rw. A classification and evaluation of composite resin systems. *J prosthet dent*. 1983. 480–8.
10. Willems, G. Et Al. Clasificación de composites in: state of the art on direct posterior filling materials and dentin bonding. proceedings of the international symposium euro disney, paris. 2000, pp:76-105.
12. Bayne, S. Dental biomaterials: where are we and where are we going? *Journal of dental education*, 2005, 571-585.
13. Rodríguez G D, Pereira S N. Evolución y tendencias actuales en resinas compuestas. *Acta odontol venez*. 2008;46(3):381–92.
14. Ferracane, J. H.. Academy of dental materials guidance—resin composites: part ii—technique sensitivity (handling, polymerization, dimensional changes. *Dent mater*. 2007, 1;33.
15. Korkmaz Y, Ozel E, Attar N. Effect of flowable composite lining on microleakage and internal voids in class ii composite restorations. *J adhes dent* 2007;9(2):189–94.
16. Hervás, A. M. Resinas compuestas: revisión de los materiales e indicaciones clínicas. *Medicina oral, patología oral y cirugía bucal*. 2006.
17. Dubey N, Bentini R, Islam I, Cao T, Castro Neto Ah, Rosa V. Graphene: a versatile carbon- based material for bone tissue engineering. *Stem cells int*. 2015, 18–23.
18. Bitounis D, Ali-Boucetta H, Hong Bh, Min Dh, Kostarelou K. Prospects and challenges of graphene in biomedical applications. *Adv mater*. 2013, 2258–68.

19. Farjadian F, Abbaspour S, Sadatlu Maa, Mirkiani S, Ghasemi A, Hoseini-Ghahfarokhi M, Et Al. Recent developments in graphene and graphene oxide: properties, synthesis, and modifications: a review. Vol. 5, *chemistryselect*. Wiley-blackwell; 2020. P. 10200–19.
20. Wen X, Wu J, Gao D, Lin C. Interfacial engineering with amino-functionalized graphene for efficient perovskite solar cells. *J mater chem a*. 2016, 13482–7.
21. Guazzo R, Gardin C, Bellin G, Sbricoli L, Ferroni L, Ludovichetti Fs, Et Al. Graphene-based nanomaterials for tissue engineering in the dental field. Vol. 8, *nanomaterials*. Mdpi ag; 2018.
22. Nayak Tr, Andersen H, Makam Vs, Khaw C, Bae S, Xu X, Et Al. Graphene for controlled and accelerated osteogenic differentiation of human mesenchymal stem cells. *Acs nano*. 2011;5(6):4670–8.
23. Biris Ar, Pruneanu S, Pogacean F, Lazar Md, Borodi G, Ardelean S, Et Al. Few-layer graphene sheets with embedded gold nanoparticles for electrochemical analysis of adenine. *Int j nanomedicine*. 2013;8:1429–38.
24. Ghosh Pk, Kumar A, Kumar K. Improving thermal and electrical properties of graphene–pmma nanocomposite. *Polym sci - ser a*. 2015;57(6):829–35.
25. Bregnocchi A, Zanni E, Uccelletti D, Marra F, Cavallini D, De Angelis F, Et Al. Graphene-based dental adhesive with anti-biofilm activity. *J nanobiotechnology*. 2017;15(1):1–13.
26. Sun L, Yan Z, Duan Y, Zhang J, Liu B. Improvement of the mechanical, tribological and antibacterial properties of glass ionomer cements by fluorinated graphene. *Dent mater*. 2015, 34.
27. Lee Jh, Jo Jk, Kim Da, Patel Kd, Kim Hw, Lee Hh. Nano-graphene oxide incorporated into pmma resin to prevent microbial adhesion. *Dent mater*. 2018 apr 1;34(4):e63–72.
28. OMS. 74.<sup>a</sup> asamblea mundial de la salud.2021.
29. Abdulaziz, A. S. Synthesis and characterization of graphene oxide, reduced graphene oxide. *Current applied physic*, 2020, 0302.
30. Ferracane, JI, Hilton, Tj, Stansbury, Jw, Watts, Dc, Silikas, N., Ilie, N. Hickel, R. Guía de la academia de materiales dentales: compuestos de resina: parte ii: sensibilidad de la técnica (manejo, polimerización, cambios dimensionales). *Materiales dentales*, 2017. 33(11), 1171– 1191.
31. Dong R, Liu L. Preparación y propiedades del recubrimiento de resina acrílica modificada por óxido de grafeno funcional. *Ciencia de superficies aplicada*. 2016; 368
32. Farrugia C, Haider J, Camilleri L, Camilleri J. Clinical relevance of antimicrobial testing results for dental restorative materials. *J appl biomater funct mater*. 2017;15(2):e153–61.
33. Bonnin, Claudia. Morales, María. Evaluación del módulo de elasticidad de materiales estéticos para la restauración de lesiones cervicales. *Revista cubana de estomatología*. 2012. 49. 128- 135.
34. Pontons, Juan. Antunes, César. Evaluación del desgaste por cepillado, in vitro, de una resina compuesta, fotopolimerizada por lámpara halógena, en dos tiempos diferente. *Acta odontológica Venezuela*. 2010. 48
35. Agarwallaa, Shruti. Malhotraa, Ritika. Translucency, hardness and strength parameters of PMMA resin containing. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*.2019.1034
36. Hwan, J.-H. Jeong-Ki Jo. Dong-Ae Kimb,c. Nano-graphene oxide incorporated into PMMA resin to prevent microbial adhesion. *Dent Mater*.2017
37. Turssi, CP. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. *Biomaterials*. 200538.Fan, Z., Li, Y., Li, X., Fan, L., Zhou, S.,
38. Fang, D., et al. (2014). Surrounding media sensitive photoluminescence of boron-doped graphene

quantum dots for highly fluorescent dyed crystals, chemical sensing and bioimaging. *Carbon* 70, 149–156.

39. Shi, L., Chen, J., Teng, L., Wang, L., Zhu, G., Liu, S., ... Ren, L. (2016). The Antibacterial Applications of Graphene and Its Derivatives. *Small*, 12(31), 4165–4184.  
doi:10.1002/sml.201601841

## 14.- ANEXOS

**Anexo. 1. Tabla para organizar los datos.**

MUESTRA	RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (MPa)	RESISTENCIA ALDESGASTE (mg)	INHIBICIÓN MICROBIAN A (mm)	MORFOLOGÍA SUPERFICIAL (descriptivo)	FTIR
GRUPO CONTROL					
GRUPO G1					
GRUPO G2					