



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO



FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

**INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA EN LA PÉRDIDA DE
ESMALTE DENTAL AL DESPRENDIMIENTO DE BRACKETS**

**Tesis para obtener el grado de
Doctor en Ciencias**

PRESENTA

M. en C. Jacqueline Adelina Rodríguez Chávez

TUTOR

Dr. en C. Jesús Ángel Arenas Alatorre IF-UNAM

COMITÉ TUTORAL

Dra. en C. Margarita Rivera Hernández

Dr. en C. Raúl Herrera Becerra

México D.F. Febrero de 2017



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



AGRADECIMIENTOS

A mi familia: A mi hijo Iker quien es mi motor de vida. Guillermo Rodríguez y Martha Chávez Vargas por creer en mí y ayudarme a cumplir mis sueños. A mi esposo Hugo Marcelo Flores Ruiz. A mi hermana Martha Jeanette a quien amo tanto y me ha apoyado estos años. A mis hermosos sobrinos Santiago y Alondra Rochely.

A la Dra. Aida Borges; a quien siempre estaré infinitamente agradecida por motivarme a dejar mi Ciudad y estudiar en la UNAM, por creer en mí y ayudarme siempre.

Fabiola Berdon; nuevamente me diste un gran regalo de entrada al doctorado no lo hubiera logrado sin ti.

A mis maestros de especialidad, maestría y doctorado quienes me motivaron a hacerme cuestionamientos y buscar explicaciones. A mis amigos de especialidad, maestría y doctorado; quienes en una etapa u otra de mi vida han sido parte fundamental, por su apoyo los quiero mucho en especial Abigail Flores Ledesma y Lourdes Bazán.

IF-UNAM: Cristina Zorrilla por ser mi amiga, apoyarme, motivarme y creer en mí, Jaqueline Cañetas y Mario Monroy. Al Dr. Raúl Herrera por siempre apoyarme, ayudarme y formarme, a la Dra. Margarita Rivera por formar parte de mi comité, ayudarme y apoyarme como mujer y madre. DEPEI Al Dr. Jorge Guerrero y la Dra. Tere Baeza por su asesoría en este trabajo. A las secretarias: Anita, Aleíta, Ana Brull por toda su ayuda y complicidad.

A la UNAM por ser mi casa de estudios. Al programa de Maestría y Doctorado en Ciencias Médicas, Odontológicas y de la Salud, a la Dra. Elba Leyva por su apoyo en los buenos y malos momentos, por defenderme, por sus enseñanzas, por creer en mí y apoyarme a lo largo de mi maestría y doctorado. A CONACYT por la beca otorgada. Al IFUNAM.

A la UAG por ser mi nueva casa, dándome la oportunidad de fungir como Directora de Especialidades Odontológicas y Coordinadora de la Especialidad de Ortodoncia. Gracias José de Jesús Castro Montoya y Roberto Ruiz por creer en mí. Mario Gómez del Río y Alberto Arriola Valdés por depositar su confianza. Antonia Torres Machaen, Marco Romero, Rosa María García Cerda y Lorena Jiménez por su apoyo y amistad. A mi querido grupo de profesores que dirijo, en especial al Dr. Roberto Pesqueira por su apoyo, a Rocío Cárdenas y Santiago Sandoval por depositar su confianza en el comienzo de nuestro laboratorio de investigación y su apoyo, a mis alumnos en quien me reflejo, por su comprensión y apoyo.

Al Dr. Federico Barceló por sus enseñanzas, por creer en mí, motivarme a seguir preparándome, por apoyarme, por su paciencia y por estar siempre conmigo, por apoyarme en formar un laboratorio para continuar formando recursos humanos.

A la Dra. Irma Araceli Belio Reyes por tratarme como una hija desde el momento en que me conoció hace 14 años, por ser parte fundamental en mi preparación y un ejemplo a seguir.

A mi comité tutorial Dra. Margarita Rivera Hernández y Raúl Herrera Becerra por todo el apoyo a lo largo de estos 4 años y su aportación a este trabajo.

Al Dr. Jesús Ángel Arenas Alatorre, por ser mi amigo, mi confidente, mi padre académico, por defenderme, por estar en los momentos más difíciles y tratándome siempre como a una hija, por todo el apoyo a lo largo de estos 15 años; te quiero mucho papa académico y abuelo de Iker.

Si quieres ser sabio, aprende a interrogar razonablemente, a escuchar con atención, a responder serenamente y a callar cuando no tengas nada que decir.

Johann Kaspar Lavater (1741-1801)



Índice

Resumen	7
Abstract	8
Introducción	9
Marco Teórico	11
Esmalte Dental	11
Adhesión	23
Grabado ácido.....	23
Evolución de los adhesivos en Ortodoncia	25
Brackets	28
Resistencia al desprendimiento	31
Pérdida de esmalte	33
Interfase	34
Técnicas de Microscopía	36
Planteamiento del problema	37
Justificación	38
Hipótesis	38
Objetivo general	39
Objetivos específicos	39
Material y Métodos	40
Población de estudio.	40
Selección y tamaño de la muestra.	40
Diseño del estudio.	40
Criterios de selección:	40
Inclusión.	40
Exclusión.	41
Definición y operacionalización de las variables	41
Preparación de las muestras.....	43
Conservación de premolares.	43
Fotografías iniciales en SEM.	43
Análisis EDS.	43
Análisis μ -Raman.	43
Observaciones en Microscopía de Fuerza Atómica.....	43
Limpieza previa a la colocación de brackets y corte longitudinal.....	43
Colocación de los Brackets.....	44



Brackets utilizados.	47
Colocación y fotopolimerización.	47
Montaje de muestras para ensayo de resistencia al desprendimiento.	47
Ensayo de resistencia al desprendimiento.	47
Índice de Adhesivo Remanente de Årtun y Bergland.	48
Observaciones en SEM.	49
Observaciones de interfases.	49
Pérdida de esmalte y resina.	49
Recolección de datos.	50
Análisis estadístico.	50
Recursos humanos, materiales y financieros.	50
Material empleado.	50
Resultados	52
SEM de los brackets.	52
SEM de las resinas utilizadas.	53
Observación inicial de la superficie vestibular mediante SEM	54
Análisis por EDS la relación Ca/P y Espectroscopia micro-Raman (μ -Raman).	55
Ensayo de resistencia al desprendimiento.	60
Índice de adhesivo remanente de Årtun y Bergland (ARI).	66
Mediciones de área mediante imágenes en SEM	68
Interfase	69
Observaciones en AFM de la topografía del esmalte dental.	76
Discusión	78
Conclusiones	84
Propuesta a futuro	85
Anexo	86
Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	87
Espectroscopia por Dispersión de Energía de Rayos X (EDS)	89
Microscopia de Fuerza Atómica (AFM)	89
Espectroscopia μ -Raman	90
Referencias bibliográficas	93



Índice de abreviaturas

SEM	Microscopio Electrónico de Barrido
Transbond Plus SEP	Transbond Plus Self Etching Primer (Adhesivo de autograbado)
Transbond MIP	Transbond Moisture Insensitive Primer (Adhesivo compatible con la humedad)
AFM	Microscopio de Fuerza Atómica
EDS	Espectroscopia por Dispersión de Energía de Rayos X
μ -Raman	Espectroscopia Micro Raman
ARI	Índice de Adhesivo Remanente
MPa	Megapascal
MC	Método convencional de adhesión de 2 pasos (grabado, adhesivo, resina)
UAD	Unión Amelodentinaria
POC	Fosfato Octacálcico
UV	Luz Ultravioleta
EMCs	Microgrietas del Esmalte
HA	Hidroxiapatita
ANOVA	Análisis de la Varianza
Composición química	Relación Ca/P



**INFLUENCIA DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA EN LA PÉRDIDA DE
ESMALTE DENTAL AL DESPRENDIMIENTO DE BRACKETS**



Resumen

Objetivo: Determinar si existe correlación entre la estructura química de la hidroxiapatita y los daños observados en el esmalte después del retiro de brackets. **Metodología:** Se utilizaron 30 premolares en 4 grupos de 7c/u, 5 para ensayo de resistencia al desprendimiento, 2 para interfase y 2 para su análisis por Microscopía de Fuerza Atómica (AFM). Se utilizaron las resinas Transbond Plus SEP (G1), Transbond MIP (G2), Enlight (G3) y Stylus (G4). Se trabajó bajo la NOM ISO/TS 11405:2003. Se realizó profilaxis. Se realizaron análisis iniciales por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), EDS y μ -Raman. Se colocaron los brackets Gemini 3M de 0.83 mm² de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Cada diente fue montado en resina acrílica y almacenado en agua a 37 °C. El ensayo de resistencia al desprendimiento se realizó a 24 h en máquina universal de pruebas mecánicas Instron a 1mm/min. Se midió Índice de Adhesivo Remanente (ARI). Se tomaron fotografías en SEM de todos los brackets y de las interfases (se mide espesor de adhesivo de base y varilla). Se mide con AutoCAD áreas de resina y metal. Se observó la topografía de esmalte dental por AFM. **Resultados:** Por μ -Raman se identificaron bandas características en 430, 580 y 960 de hidroxiapatita. Por EDS se determinó la relación Ca/P fue de G1=1.6 \pm 0.05, G2=1.64 \pm 0.03, G3=1.61 \pm 0.08, G4=1.59 \pm 0.07, se realizó prueba de Kruskal-Wallis $p=.686$ $p<0.05$. En el ensayo de resistencia al desprendimiento los valores fueron G1=9.38 \pm 1.46 MPa, G2=6.28 \pm 0.69 MPa, G3=7.04 \pm 2.64 MPa y G4=9.08 \pm 2.45 MPa. Prueba de Kruskal-Wallis $p=0.031$, $p<0.05$. Del total de las muestras se presentó 35% valor de 2 y 3. En la interfase para G1 los valores fueron; base 233.53 \pm 5.97 μ m y varilla 137.61 \pm 16.34 μ m, G2 base 287.17 \pm 10.31 μ m y varilla 192.15 \pm 4.93 μ m, G3 base 227.85 \pm 31.58 μ m y varilla 153.5 \pm 26.3 μ m y G4 base 312.71 \pm 10.59 μ m y varilla 210.78 \pm 20.31 μ m. Se realizó ANOVA encontrándose diferencia estadísticamente significativa, se aplicó prueba Tukey encontrándose diferencias estadísticamente significativas en la base entre G1 vs G2, G1 vs G3, G1 vs G3 y G3 vs G4, y en varilla entre G1 vs G3, G1 vs G4, G1 vs G3 y G3 vs G4. Solo en 2 muestras de G2 se presentó pérdida de esmalte dental que se midió con AutoCAD de 0.34 a 0.8 mm². Por AFM se observó orientación de prismas y cristales de hidroxiapatita. **Conclusiones:** Al evaluar mediante SEM la superficie del esmalte, en un inicio está intacto, luego del retiro de brackets (en aquellas muestras donde hubo pérdida de esmalte) se presentan fracturas, escalones, pérdida horizontal y vertical, en donde no se presentó pérdida, sin embargo en algunos casos, se observan pequeñas líneas de rayado. Se observó que en la pérdida de esmalte dental hay planos cristalinos preferenciales donde ocurre la fractura de los cristales de HAp.



Abstract

Objective: To determine if there is a correlation between the chemical structure of the hydroxyapatite and the observed damages in the enamel after the removal of braces. **Methodology:** 30 bicuspids were used, divided in 4 groups of 7, 5 bicuspids of each group were used for shear bond strength, 2 for interface and 2 for anatomic force microscopy analysis (AFM). The resins used were Transbond Plus SEP (G1), Transbond MIP (G2), Enlight (G3) and Stylus (G4). The work was under the ISO / TS 11405 NOM: 2003. Prophylaxis was made. Initial analysis were made by Scanning Electron Microscopy (SEM), EDS and μ -Raman. 0.83 mm^2 Gemini 3M braces were bonded according to the manufacturer's instructions. Each tooth was mounted in acrylic resin and stored in water at 37°C . Shear bond strength test was performed at 24 h using the universal Instron mechanical testing machine 1 mm / min. Adhesive Remnant Index (ARI) was measured. SEM photographs of all brackets and interfaces (adhesive thickness base and rod is measured) were taken. Resin and metal areas were measured with AutoCAD. Tooth enamel topography was observed by AFM. **Results:** Characteristic strips were identified by μ -Raman in 430, 580 and 960 of hydroxyapatite. The relation Ca/P was determined by EDS, it was for $G1=1.6 \pm 0.05$, $G2=1.64 \pm 0.03$, $G3=1.61 \pm 0.08$, $G4=1.59 \pm 0.07$, Kruskal-Wallis Test was made $p=.686$ $p<0.05$. The shear bond strength test values were $G1 = 9.38 \pm 1.46 \text{ MPa}$, $G2 = 6.28 \pm 0.69 \text{ MPa}$, $G3 = 7.04 \pm 2.64 \text{ MPa}$ and $G4 = 9.08 \pm 2.45 \text{ MPa}$. Kruskal-Wallis $p=0.031$, $p<0.05$. From the total sample 35% value of 2 and 3 were presented. The values for G1 interface were: base $233.53 \pm 5.97 \mu\text{m}$ and dipstick $137.61 \pm 16.34 \mu\text{m}$, G2 base $287.17 \pm 10.31 \mu\text{m}$ and dipstick $192.15 \pm 4.93 \mu\text{m}$, G3 base $227.85 \pm 31.58 \mu\text{m}$ and dipstick $153.5 \pm 26.3 \mu\text{m}$ y G4 base $312.71 \pm 10.59 \mu\text{m}$ and dipstick $210.78 \pm 20.31 \mu\text{m}$. ANOVA was performed with statistically significant difference, Tukey test applied with statistically significant differences at the base between G1 vs G2, G1 vs G3, G1 vs G3 and G3 vs G4, and rod between G1 vs G3, G1 vs. G4, G1 vs G3 vs G3 and G4. Loss of dental enamel was presented in only 2 samples of G2, it was 0.34 a 0.8 mm^2 measured with Auto CAD. Hydroxyapatite crystals and prisms orientation was observed by AFM. **Conclusion:** When evaluating the enamel surface by SEM, it is intact initially, after the brackets remove (samples with loss of enamel), fractures, steps, horizontal and vertical loss was presented, in some cases where there was no loss, small hatch lines was observed. It was noted preferential crystal planes where fracturing HAp crystals occurs in tooth enamel loss.



Introducción

La unión de brackets al esmalte es una técnica clínica aceptada desde 1970. Un procedimiento de adhesión implica la alteración de la superficie del esmalte dental por el grabado ácido, seguido de la aplicación del adhesivo y la resina.

Aunque siempre se ha deseado usar un adhesivo que sea lo suficientemente fuerte para evitar el desprendimiento del bracket antes de tiempo, se ha reportado que al momento de retirarlos se incrementa el daño que este puede producir al esmalte, siendo un problema clínico desde que los brackets se adhieren directamente al diente.

El tratamiento de ortodoncia puede dar lugar a efectos adversos en la superficie del esmalte, manifestándose como pérdida de él causando alteraciones en el grabado de la superficie del esmalte, lo anterior conduce a la descalcificación, microfisuras y rallado provocado por el desprendimiento de brackets así como procesos de limpieza.

El desprendimiento de los brackets todavía sigue siendo uno de los problemas más frecuentes en la ortodoncia. Existen factores que pueden afectar la resistencia al desprendimiento incluyendo; el tipo de adhesivo y su composición, tiempo de grabado, concentración del ácido grabador, el material de la base del bracket y el diseño, modo de colocación y ambiente bucal.

La adhesión entre las resinas utilizadas en ortodoncia, es la única en odontología que es temporal. Sin embargo, debe durar lo suficiente para soportar las fuerzas producidas durante el tratamiento ortodóntico y el adhesivo remanente de resina debe ser removido causando el mínimo trauma posible al esmalte dental, para evitar la acumulación prolongada de placa dentobacteriana lo cual, puede causar en el futuro descalcificación o problemas periodontales.

Al remover el adhesivo remanente sobre el esmalte, se causan cambios físicos que van desde la superficie rugosa a las fracturas microscópicas. Por lo tanto será casi inevitable que ocurra cierta pérdida del esmalte. Se han sugerido fuerzas de adhesión entre 2.80 y 10.00 MPa como adecuados para situaciones clínicas para la fijación de brackets, los valores de resistencia al desprendimiento muy elevados, son indeseables por la excesiva fuerza que se necesita para desprender el bracket, resultando esto en un posible daño al esmalte.

Los sistemas adhesivos están continuamente evolucionando para simplificar los pasos en los procesos de adhesión de brackets. Los diferentes sistemas adhesivos son clínicamente aplicados en dos métodos; de dos pasos o autograbado (SEP) o tres pasos método convencional (MC).

Los adhesivos de autograbado SEP eliminan la necesidad de separar el proceso de grabado, enjuague y secado que son necesarios en el método convencional, el ahorro



de tiempo, la reducción de errores de procedimiento minimizar los pasos clínicos proporcionar una unión adecuada al esmalte, comodidad al paciente, y un patrón de grabado más conservador.

La remoción incorrecta del bracket o adhesivo puede conducir a un daño permanente del esmalte y un tiempo prolongado de desunión. El procedimiento final de regresar la superficie del esmalte a la condición original de pre-tratamiento implica la remoción de todos los remanentes adjuntos de resina de la superficie de los dientes.

El propósito de este estudio, es identificar si existe influencia de la composición química elemental de la hidroxiapatita (material inorgánico Ca/P) y/o ordenamiento de los prismas del esmalte sobre la pérdida de éste al desprendimiento de brackets y en el tipo de daño presente en el esmalte.

Marco Teórico

Esmalte Dental

El esmalte es el tejido más duro del organismo, estructuralmente está constituido por millones de prismas altamente mineralizados que lo recorren en todo su espesor, desde la conexión amelodentinaria a la superficie externa o libre en contacto con el medio bucal como se muestra en la figura 1 donde se observa la orientación de los prismas desde la dentina hacia la superficie vestibular.¹ Posee un 95% de material inorgánico, 4% de agua y 1-2% de material orgánico.²⁻⁷ Su morfológica es única, la estructura básica de este tejido son los prismas del esmalte, compuestos por cristales de hidroxiapatita altamente organizados en forma hexagonal $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ^{8,9}

Estos cristales son aproximadamente paralelos y forman unidades de arquitectura organizados conocidos como prismas del esmalte. La forma única y organización de los cristales determinan sus excelentes propiedades mecánicas, dureza, resistencia a la fractura y erosión ácida.⁷ Los prismas del esmalte son paralelos a lo largo del eje del diente y son perpendiculares a la superficie en el borde de las cúspides y ocasionalmente en la zona cervical.¹⁰

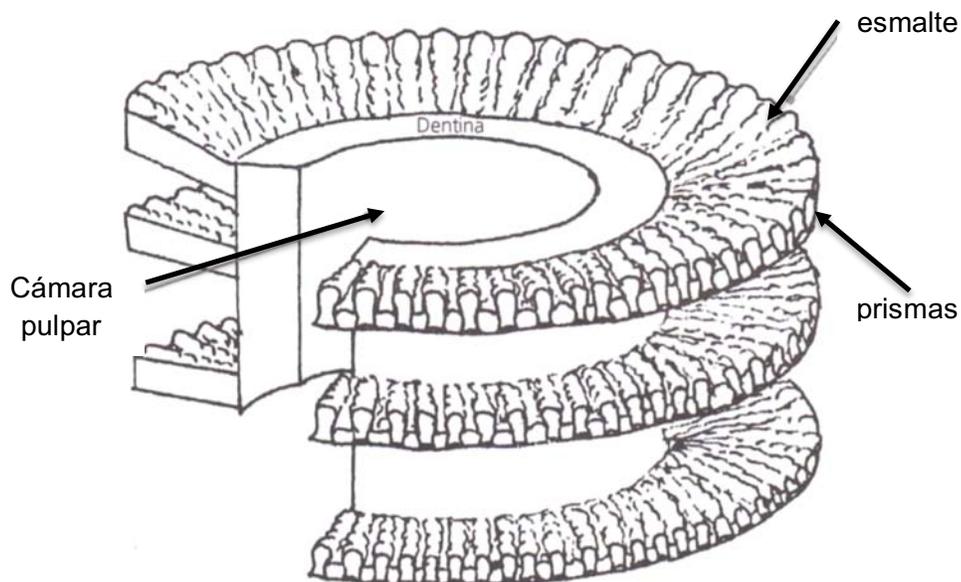


Figura 1. Diagrama de disposición de los prismas en los planos circunferenciales sobre la superficie de la dentina. (Ferraris G.)¹

Etapas de formación del esmalte: La amelogenesis, ocurre en dos etapas en un compartimento extracelular bien delineado. La formación de la dentina y el esmalte tienen lugar simultáneamente y ambos procesos empiezan a lo largo de una línea que se convertirá en la unión esmalte-dentina. De lado del esmalte de la unión esmalte-dentina,



los núcleos de los cristales se alargan en listones delgados largos. Estos listones están espaciados uniformemente, orientados paralelamente entre sí y se extienden desde la unión esmalte-dentina hasta el frente de mineralización exactamente fuera de la membrana de los ameloblastos. conforme los ameloblastos secretan proteínas del esmalte, los cristales siguen aumentando de longitud, pero crecen muy poco en ancho y espesor. La longitud final de los cristales, está determinada por cuánto tiempo los ameloblastos siguen agregando proteínas del esmalte, lo cual también determina el espesor final de esmalte, decidido genéticamente, los ameloblastos experimentan una transición que reduce su secreción de proteínas del esmalte, secretando proteinasas, la matriz orgánica se degrada y desaparece repentinamente del compartimiento extracelular. Estos cambios terminan el crecimiento de los cristales del esmalte en cuanto a longitud, y aceleran mucho su crecimiento en cuanto a ancho y espesor. El alargamiento de los cristales se detiene al reprimir la secreción de constituyentes de la matriz del esmalte tales como amelogenina, ameloblastina y enamelina. El depósito de mineral sobre los lados de los cristales se acelera debido a la degradación y eliminación de los productos del desdoblamiento de proteínas del esmalte inhibidores del crecimiento. La etapa de maduración durante la cual los cristales crecen en ancho y espesor, toma aproximadamente de 3 a 4 años, este proceso es necesario para endurecer la capa del esmalte y está dirigido por ameloblastos en la etapa de maduración.¹¹

Espacio extracelular: Durante el desarrollo embrionario, las células que cubren la cresta neural invaden el tejido conectivo subyacente y migran a las prominencias maxilar y mandibular. Estas células migratorias comparten características de los tejidos epitelial y conectivo (ectomesenquima). A lo largo de los procesos maxilar y mandibular, se da la iniciación de los 20 dientes deciduos, en cada sitio en epitelio oral se engruesa mientras el ectomesenquima subyacente derivado de la cresta neural se concentra o se condensa debajo de él. Las interacciones entre estos dos tipos de tejido conducen finalmente a la formación de dos capas opuestas de células cilíndricas, ameloblastos y odontoblastos. El espacio extracelular entre los ameloblastos y los odontoblastos es en donde se desarrolla cada diente. La dentina se forma del lado de los odontoblastos, y el esmalte se forma del lado de los ameloblastos. Las células en estas capas están conectadas por las uniones intercelulares y constituyen una barrera que impide el paso de moléculas entre las células. Histológicamente la formación de los dientes se divide en las fases de germen, brote, casquete, campana y folículo dentario como se muestra en la figura 2.¹¹ En la imagen 2A podemos observar la iniciación del diente, en la figura 2B la etapa de germen, en la figura 2C la etapa de capuchón, en la figura 2D-2F la etapa de campana y en la 2G la formación de las raíces.

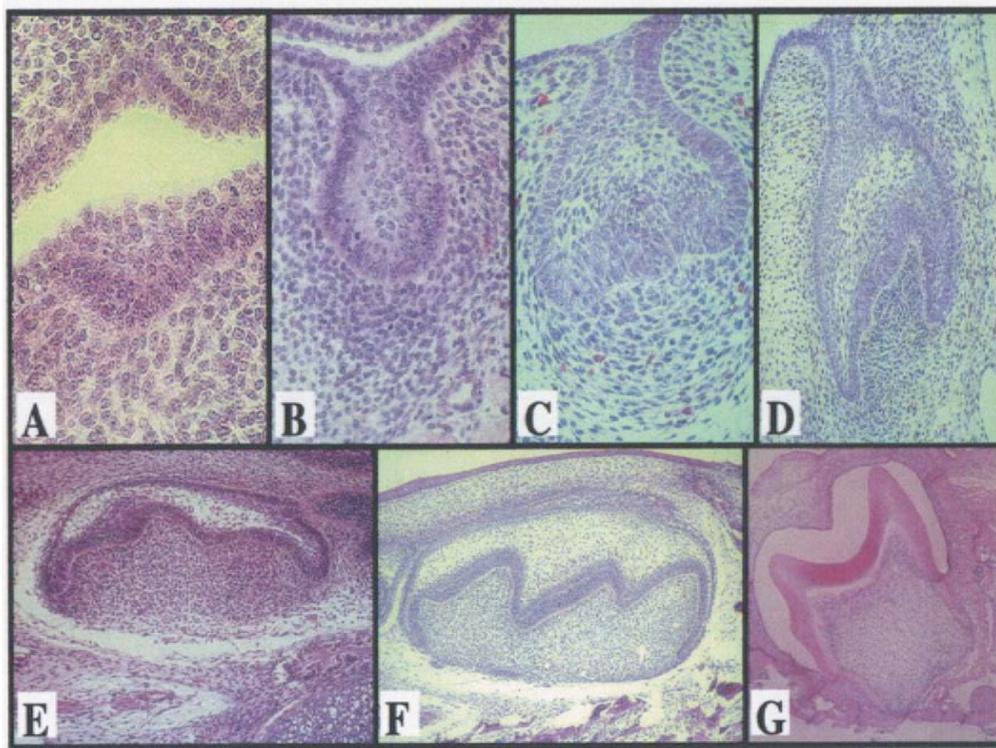


Figura 2. Cambios histológicos durante la formación temprana de los dientes. Se muestra molares de ratón en procesos de desarrollo A) iniciación del diente B) etapa de germen, C) etapa de capuchón, D-F) etapa de campana, G) formación de las raíces. La corona del molar se presenta antes del comienzo de la mineralización. (Simmer J.P)¹¹

Formación del esmalte durante la etapa secretoria: alargamiento de los cristales.

Los ameloblastos secretores, son células cilíndricas altas con un núcleo polarizado próximamente y uniones célula-célula proximal y distal. Después de depositar la capa de esmalte aprismático, los ameloblastos secretores desarrollan el proceso de Tomes especializado en forma de cono en sus extremos secretores. El depósito de mineral, ocurre principalmente en un frente de mineralización muy cerca de la membrana celular de los ameloblastos. Los cristales del esmalte se extienden en sitios de crecimiento extracelulares a una corta distancia de las caras secretoras de la membrana celular ameloblastica, en lo que parece ser una matriz constituida por ensambles de proteína de la matriz del esmalte. Durante la etapa secretora, los cristales de esmalte no crecen continuamente, se extienden en incrementos, cada uno representa la cantidad de alargamiento del cristal que ocurre en un solo día, y se manifiesta estructuralmente como estrías transversales del prisma, las más sobresalientes ocurren en un periodo de 9 días y se conocen como estrías de Retzius o líneas de incremento, estas terminan en la superficie del esmalte en el borde de pequeños escalones conocidos como periquimatías como se muestra en la figura 3.¹¹ En la figura 3A y 3B se muestran líneas de incremento

en secciones de molares primarios humanos. La flecha en color blanco indica una línea neonatal. La imagen 3C y 3D muestran periquematías sobre la superficie del diente. Las periquematías ocurren cuando las líneas incrementales alcanzan la superficie del esmalte

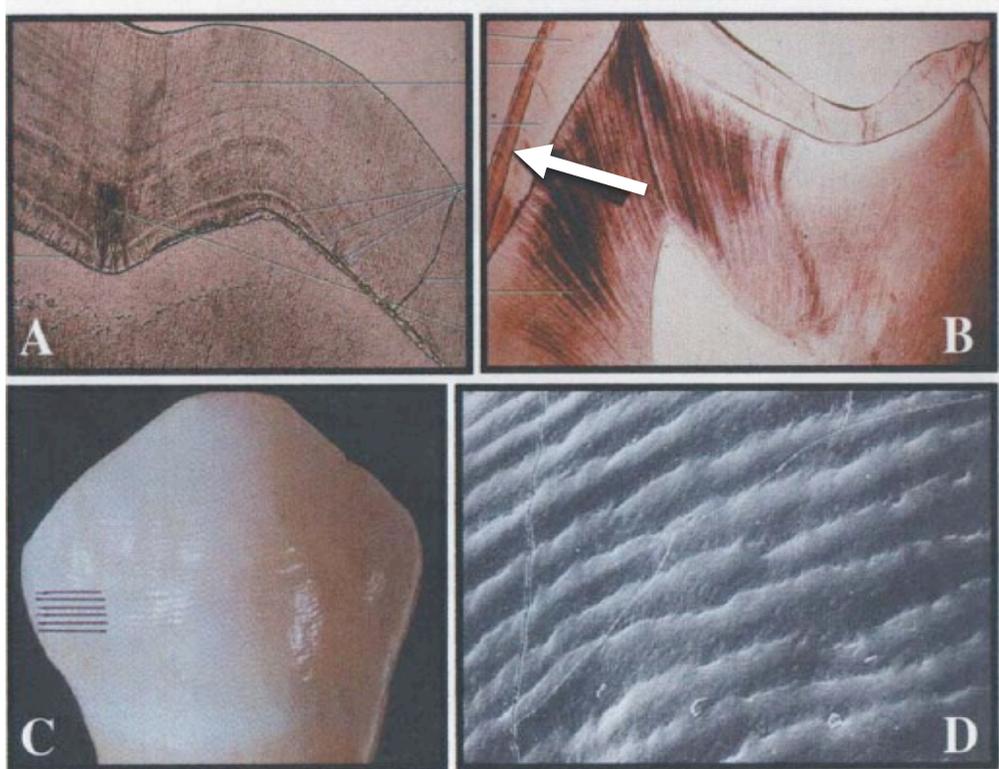


Figura 3. En la imagen A y B se muestran líneas de incremento en secciones de molares primarios humanos. La flecha indica una línea neonatal. La imagen C y D. muestran periquematías sobre la superficie del diente. (Simmer J.P)¹¹

Formación del esmalte durante la etapa de maduración: engrosamiento de los cristales. La mayor parte del mineral en la capa del esmalte se deposita durante la etapa de maduración. Los ameloblastos mueven a los iones de calcio, fósforo y bicarbonato dentro de la matriz y eliminan agua. El bicarbonato es generado por la anhidrasa carbónica II, la cual es expresada fuertemente por los ameloblastos, empezando en la etapa de transición. Una característica significativa de la etapa de maduración es que el pH del fluido que rodea a los cristales del esmalte oscila entre 6 a 7.2, estas fluctuaciones son similares a las que el diente experimenta naturalmente, después de su erupción en la cavidad oral. Los cristales del esmalte en proceso de desarrollo no son estructuralmente homogéneos como se muestra en la figura 4A en la etapa secretora, 4B en la etapa de maduración temprana y 4C después de la erupción del diente.¹¹

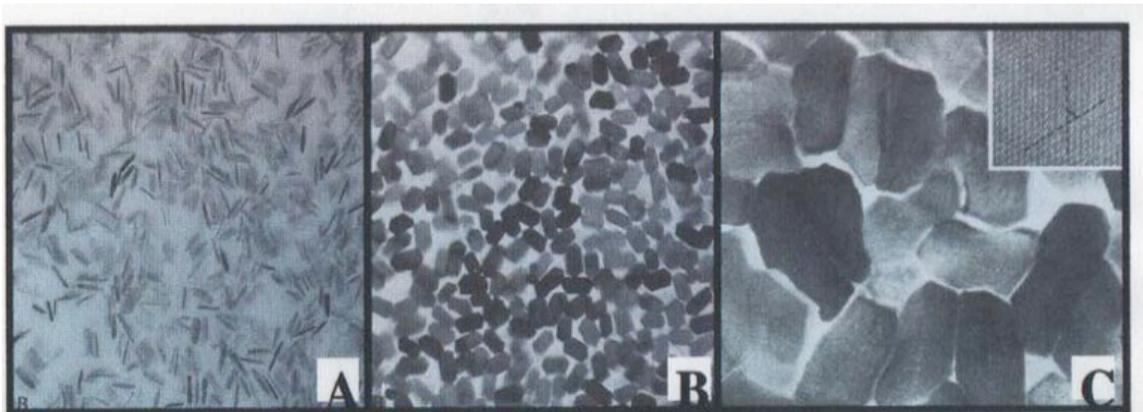


Figura 4. Secciones transversales de cristales del esmalte. A) *Etapa secretora (160, 000x)*, B) *etapa de maduración temprana (160,000x)* y C) *después de la erupción del diente (780,000x)*.¹¹

Los cristales que no son susceptibles a la disolución por ácido son eliminados selectivamente durante el ciclo del pH, por lo tanto durante la etapa de maduración, ocurre un proceso evolutivo en el cual el mineral relativamente lábil ante el ácido es remplazado por apatita más resistente al ácido. Este proceso también ocurre en la cavidad oral después de la erupción.¹¹

Prismas: El esmalte está formado por bastones o prismas, vainas del esmalte, y sustancia interprismática de unión. A partir de la unión amelodentinaria los prismas siguen una dirección hacia la superficie del diente. El diámetro de los prismas mide de 4-8 μm ¹², aumenta a partir de la unión amelodentinaria hacia la superficie, siendo menor en su origen y mayor a medida que se acerca a la superficie libre. El número de prismas varía en relación con el tamaño de la corona entre 5 y 12 millones.¹³

La parte inorgánica consta de hidroxapatita carbonatada en forma de barras de escala nanométrica (~25 nm de espesor y ~100 nm de ancho). Alrededor de esos prismas encontraremos capas de matriz orgánica no colágena.¹²

Orban menciona que los prismas del esmalte fueron descritos por primera vez por Retzius en 1837. Normalmente tienen aspecto cristalino claro, lo que permite a la luz pasar a través de ellos. En corte transversal aparecen ocasionalmente hexagonales y algunas veces se ven redondos u ovals. Muchos prismas de esmalte humano parecen escama de pescado en cortes transversales como se observa en la figura 5A que muestra un corte longitudinal y transversal.¹⁴ Vistos a través de SEM en cortes longitudinales, se observan como bastones irregularmente paralelos y en cortes transversales como ojo de cerradura de llave antigua como se observa en la figura 5B. Lo que permite distinguir dos regiones: cabeza o cuerpo y cola. La cabeza corresponde a la región más ancha y se halla limitada por superficies cóncavas, con un diámetro de 5 μm , la región de la cola es más delgada encontrándose situada debajo de la cabeza. La distancia entre la parte

media del borde convexo de la cabeza hasta la cola es de 9 μm , de longitud como se muestra en la figura 5B. Las cabezas de los prismas se encuentran siempre ubicadas entre las colas de los prismas subyacentes, es decir, un sistema de engranaje el cual le proporciona una mayor resistencia ya que la cabeza soporta los choques de las fuerzas masticatorias y las colas las distribuyen y las disipan.¹

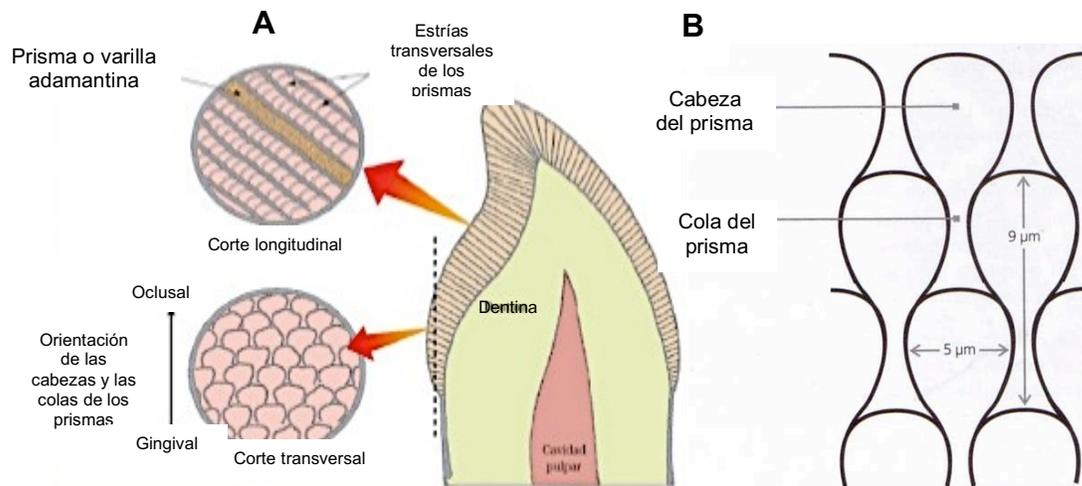


Figura 5. A) Diagrama que representa estructuras determinadas por variaciones en la dirección de los prismas; estructuras sin esmalte y el aspecto de la conexión amelodentinaria. B) Corte transversal de los prismas (Ferraris G.)¹

El esmalte en su superficie externa está en contacto directo con el medio bucal. En los dientes erupcionados están tapizados por una película primaria (último producto de la secreción ameloblástica) que ejerce una función protectora, ésta desaparece al entrar en oclusión, suele persistir a nivel cervical. Después se cubre con una película secundaria exógena de origen salival y encima la placa dental.¹

La mineralización involucra el movimiento neto de iones fuera de la disolución, en donde sus cargas se disipan por interacciones con las moléculas de agua, para entrar a una estructura sólida estabilizada por enlaces covalentes entre iones con cargas opuestas. La estructura mineral que se forma en los dientes está estrechamente relacionada con la hidroxiapatita cálcica $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, pero contiene impurezas como carbono que sustituye al fósforo en la red cristalina.^{15,16}

El esmalte deriva embriológicamente del ectodermo.¹ La mineralización del esmalte se basa fundamentalmente en el crecimiento de los cristales de hidroxiapatita, estos se desarrollan rápida y homogéneamente a partir de su forma inicial no mineralizada por el rápido flujo de iones de Ca^{4+} y PO_4^{\equiv} ocupando el espacio, formado a medida que se pierde



agua y sales minerales a lo largo de las microfibrillas de la dentina, unas zonas polares llamadas sitios activos donde el calcio y los grupos fosfato se concentran sobre los aminoácidos del colágeno e inducen la enucleación del cristal.¹⁷

Es importante conocer las propiedades y la constitución biológica del esmalte. El prisma es un elemento estructural organizado individualmente. Los átomos en su fórmula química $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ quedan dispuestos en una red tridimensional individual. La unidad más pequeña de esta red, la cual es de simetría cristalina hexagonal (grupo espacial $P6_3/m$), es la celda unitaria con sus parámetros de red $a = b = 9,4263\text{Å}$ y $c = 6,8752\text{ Å}$. Un esquema de esta celda se puede ver en la figura 6. Planos cristalinos característicos quedan marcados con los índices de Miller correspondiente $(h\ k\ l)$.⁹

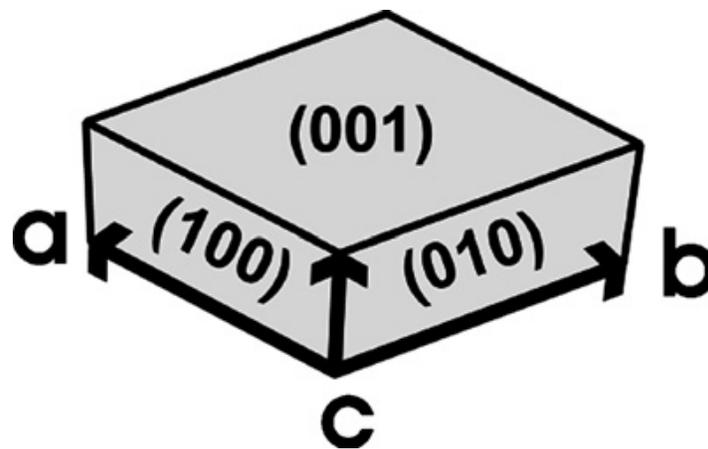


Figura 6. Esquema de la celda unitaria de la hidroxiapatita con el eje a , b y c marcados y los planos básicos del cristal. Planos cristalinos característicos correspondientes a los índices de Miller $h\ k\ l$.⁹

Los minerales del grupo de la apatita son un grupo de fosfatos, arsénicos y vanadatos que tienen estructuras hexagonales o monoclinicas pseudo hexagonales muy similares. Este grupo incluye varios minerales tales como la apatita, mimetita, piromorfita y vanadinita. Apatita es el nombre general para los minerales: clorapatita, fluorapatita e hidroxiapatita. La fórmula general para el grupo apatitas es $A_5(\text{BO}_4)_3(\text{OH};\text{F};\text{CL})$. Los cationes A pueden ser varios iones metálicos tales como calcio, bario, sodio, plomo, estroncio, lantano y cerio. Los cationes B pueden ser fósforo, vanadio o arsénico. Los grupos de anión carbonato, $\text{CO}_3^{=}$ y los grupos del anión silicato, $[\text{SiO}_4]^{4-}$ pueden sustituir en un grado limitado a los grupos BO_4 . En el siguiente modelo se puede observar la red cristalina de la hidroxiapatita en el plano cristalográfico (001) , los átomos son representados por esferas de radio 0.5 Å . También se puede observar el acomodamiento hexagonal de los átomos de calcio alrededor de los de hidroxilo como se observa en la figura 7 donde se aprecia el arreglo hexagonal de los átomos de calcio a rededor de los átomos de hidrogeno.¹⁸

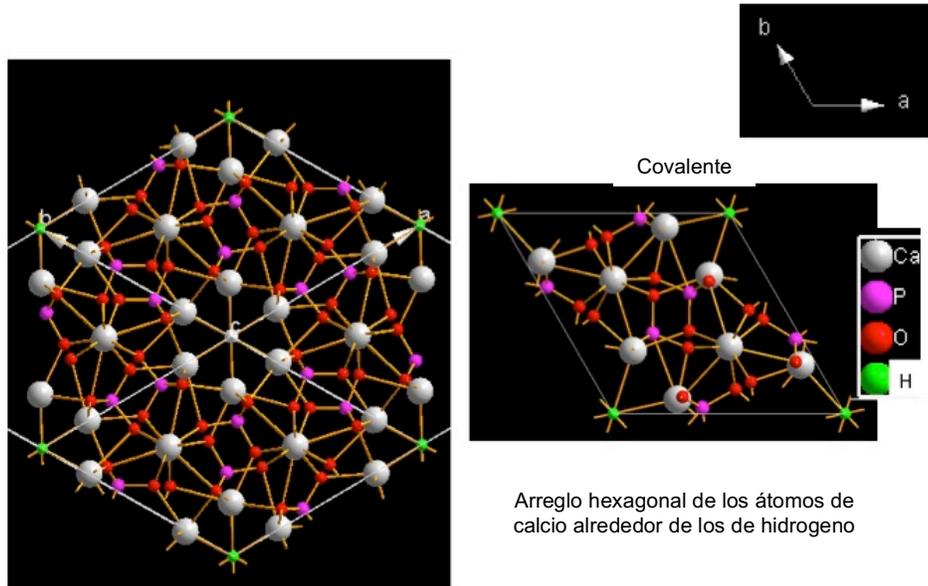


Figura 7. Distribución hexagonal de los enlaces Ca-OH con un radio de 0.5 Å

En la siguiente tabla se puede observar la hidroxiapatita con el modelo de Pauling, mostrándose las propiedades de la estructura cristalina y los radios del enlace covalente.

Tabla 1. Características de la estructura cristalina de la hidroxiapatita según Hughes.¹⁸

Celda	a= 9.36Å	b= 9.36Å	c= 6.86Å
	$\alpha = 90^\circ$	$B = 90^\circ$	$\gamma = 120^\circ$
SRG	P 63/m		
Clase	6/m		
Átomo	Coordenada		
	X	Y	Z
Ca	2/3	1/3	0.0016
Ca	-0.0070	0.2416	1/4
P	0.3694	0.3984	1/4
O	0.4859	0.3273	1/4
O	21/45	0.5882	1/4
O	0.2575	0.3414	0.0707
OH	0	0	1/4

Generación de la estructura cristalina

Elemento	Radio Covalente
Calcio	1.740 Å
Fósforo	1.056 Å
Oxígeno	0.728 Å
Hidróxido	0.680 Å

Radios de enlaces covalentes de los elementos presentes en la HAP

Los triángulos equiláteros formados por los enlaces Ca-OH dan como resultado un ángulo de 120° en los enlaces. Los enlaces Ca-OH le dan libertad de compresión y los Ca-Ca le dan dureza como se muestra en la figura 8.¹⁸

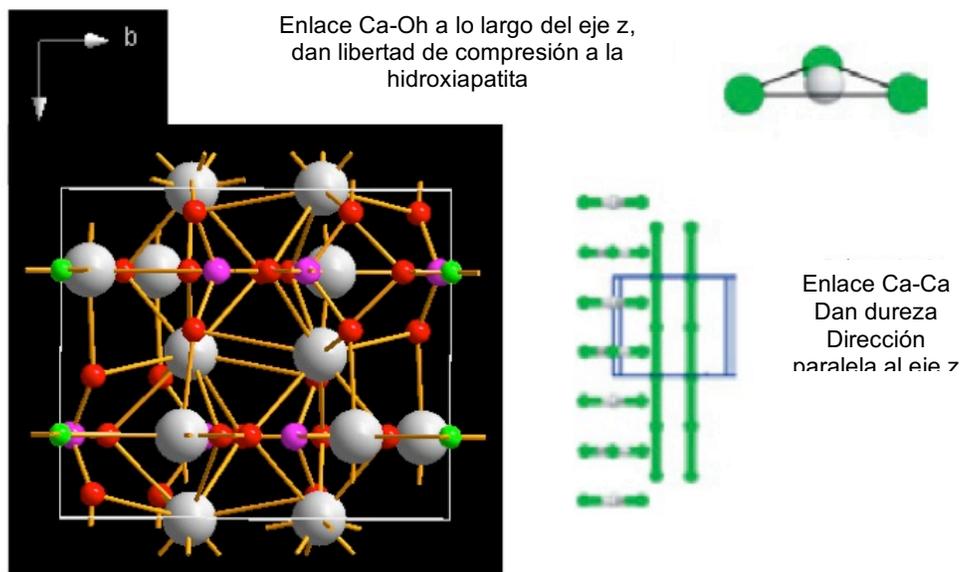


Figura 8. Estructura cristalina de la hidroxiapatita y sus enlaces.

El esmalte en su morfología muestra crestas y valles; sin embargo, los prismas están orientados verticalmente. Se puede caracterizar la textura como originada por la libre rotación de los cristalitos alrededor, inclinado normal del plano cristalino, el cual crea un tipo especial de fibra de textura. Por lo tanto, la orientación del cristal puede ser descrita por la orientación esquemática de las unidades de celda. La forma de los cristales es determinada por el modo de unidad de celda ampliado a lo largo de los ejes, significa que con un tipo de unidad de celda uno puede construir varias formas del cristal y la orientación de la unidad de celda no necesariamente dan información acerca de la forma del cristal, el tamaño del cristal solo depende en cómo están apiladas la unidad de celda en esa dirección como se muestra en la figura 9, donde en la imagen 9a muestra un apilamiento ordenado regular de celdas unitarias y disposición ordenada; la imagen 9b muestra celdas unitarias que giran alrededor del eje c durante el apilamiento; la imagen 9c muestra las celdas unitarias que se apilan en la misma orientación, la disposición no se ordena; la imagen 9d muestra una sola celda unitaria de HA (Hidroxiapatita) dimensiones $a = b = 0,94263\text{nm}$ y $c = 0.68752\text{ nm}$.⁹

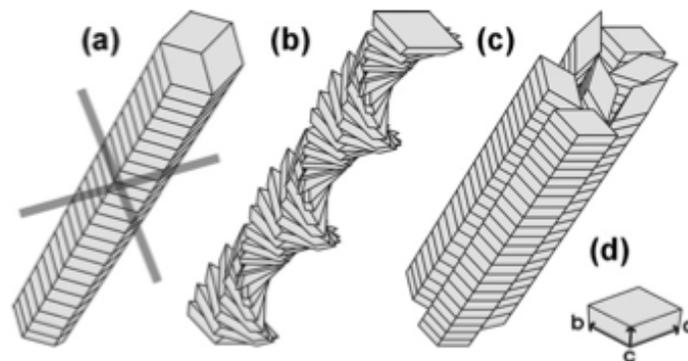


Figura 9. Arreglos del cristal imposible y posible dentro de los prismas del esmalte

Dirección de los prismas: Los prismas están orientados en ángulos rectos respecto a la superficie de la dentina. Cerca del borde incisivo o de las puntas de las cúspides cambian hacia una dirección más oblicua, hasta ser casi verticales en la región del borde o de la punta de las cúspides como se muestra en la figura 10A. La disposición de los prismas en los dientes permanentes es similar en los dos tercios oclusales de la corona. Sin embargo, en la región cervical se desvían de la posición horizontal como se muestra en la figura 10B para tomar una dirección apical. Los prismas siguen un curso ondulado desde la dentina hasta la superficie del esmalte. Sí la parte media de una corona se divide en discos horizontales delgados, los prismas en los discos adyacentes se doblan en direcciones opuestas. En el tercio externo del esmalte cambian frecuentemente hacia una dirección radial casi recta. En el disco adyacente los prismas se dirigen hacia la derecha. En esta desviación alterna de los prismas en sentido de las manecillas del reloj, y en dirección inversa a partir de la dirección radial, se pueden observar en todos los niveles de la corona.¹³

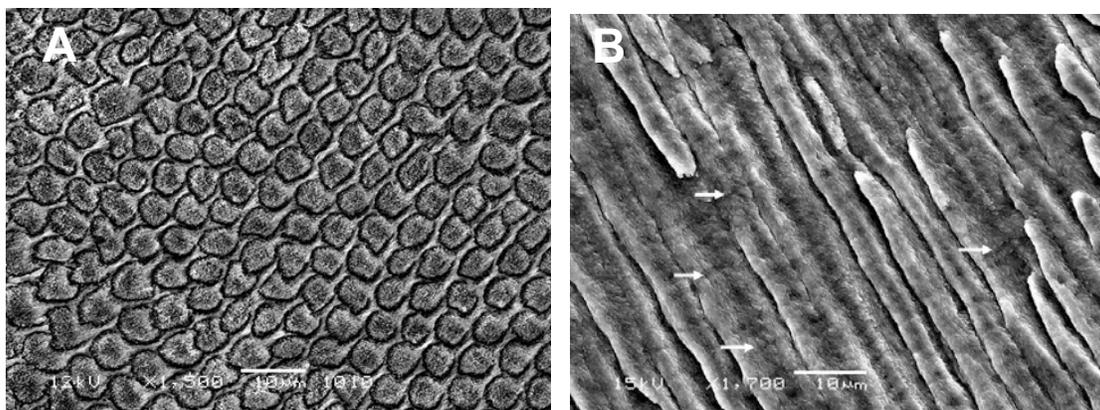


Figura 10. A) Corte transversal del esmalte. Se observan distintas formas de los prismas en sección transversal. (Ovoide, circular, en ojo de cerradura) B) Prismas en sección longitudinal que presenta líneas oscuras transversales (estriaciones)¹



Los cristales que comprenden los prismas experimentan una transición gradual de la orientación de 0° en la cabeza del prisma a 90° en la cola como se muestra en la figura 11A y 11B.¹⁹

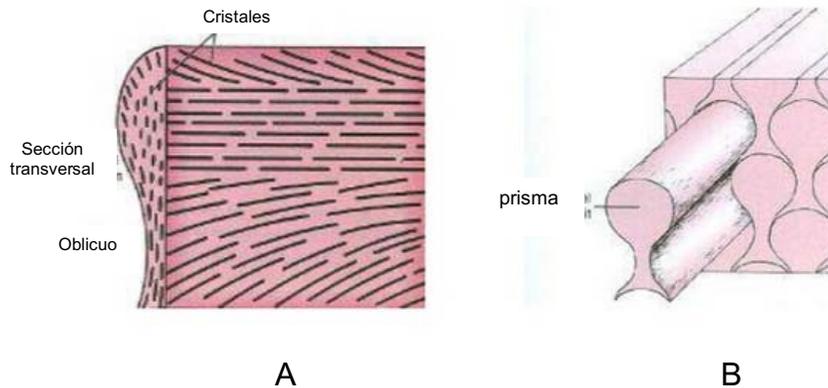


Figura 11. A) La estructura del esmalte y la estructura de las varilla B) Diagrama esquemático de la orientación del prisma en el exterior y el interior del esmalte. Curva Prisma se produce en el esmalte interno que resulta en decusación. La inserción representa secciones perpendiculares al eje del prisma destacando los planos de fractura (Bajaj D).¹⁹

Si los discos se cortan en un plano oblicuo, especialmente cerca de la dentina, en la región de las cúspides, o de los bordes incisivos, su disposición parece ser más complicada, las bandas de prismas parecen entrelazarse más irregularmente. Este aspecto óptico del esmalte se llama esmalte nudoso. Los prismas del esmalte que forman las fisuras y las fositas del desarrollo, como las de la superficie oclusal de molares y premolares convergen hacia fuera.¹¹

Ultraestructura: El esmalte está compuesto por cristales individuales que son más largos y más orientados que otros tejidos mineralizados, formado por una matriz mediada por una biomineralización. Los cristales se precipitan a partir de una disolución saturada dentro de un compartimiento biológico bien delimitado. Los primeros cristales aparecen en la unión amelodentinaria (UAD) y crecen rápidamente en forma de cintas. La forma y el patrón de crecimiento de estos cristales puede ser interpretado como la evidencia de una fase precursora de fosfato octacálcico (POC). Un POC presenta en su plano (100) una superficie que puede actuar como una plantilla para la precipitación de la hidroxiapatita.¹

Ichijo y col.²⁰ examinaron la ultraestructura de los cristales de esmalte, dentina y hueso humanos en una resolución cercana a la atómica y mostraron la configuración de la estructura de la hidroxiapatita a través de cortes transversales y longitudinales de los cristales y fueron capaces de examinar directamente las imágenes de las imperfecciones de la red en los cristales del esmalte y hueso humano, tales como los



defectos puntuales, vacancias, segregación de la estructura, y los defectos lineales, fallas de apilamiento y fronteras de grano.



Adhesión

Grabado ácido

La introducción de la técnica de grabado ácido por Buonocore²¹ para la adhesión de brackets ha resultado ser un método importante en el tratamiento ortodóntico,^{22,23} reduciendo la incidencia de fallas de adhesión en el esmalte durante el tratamiento.²⁴

El grabado ácido permite eliminar la placa dentaria y diluir el esmalte a una profundidad de 10 μm , facilitando la adhesión de los distintos materiales de restauración.¹ Durso G.²⁵ y Koenigswald W.²⁶ menciona que Boyde y Martin denominan patrones a la disposición de los prismas basándose en la clasificación de Boyde de la microestructura del esmalte. La técnica de grabado permite establecer como tres patrones diferentes como se muestra en la figura 12, 13 y 14.

- I. El centro del prisma aparece erosionado permaneciendo insoluble la periferia.¹ Los prismas están completamente rodeados por una vaina del prisma y dispuestos en un patrón hexagonal como se muestra en la figura 12.¹²

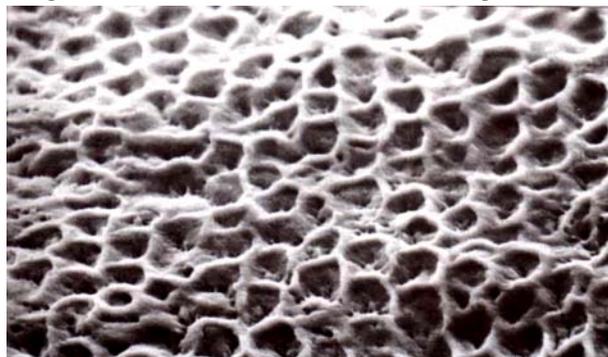


Figura 12- Grabado ácido patrón I. (Ferraris G)¹

- II. La periferia de los prismas aparece erosionada y permanece insoluble la zona central.¹ La vaina del prisma está abierta basalmente y los prismas se ordenan en hileras verticales divididas por laminas entre ellas como se muestra en la figura 13.¹²

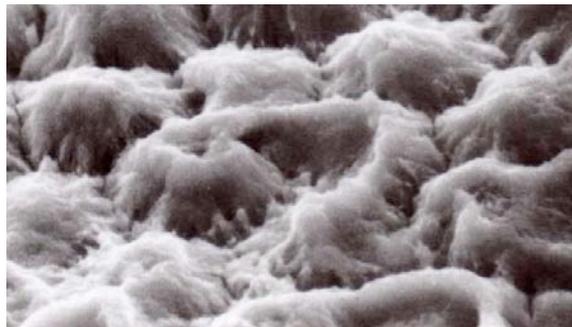


Figura 13- Grabado ácido patrón I y II. (Ferraris G.)¹



- III. Se produce una erosión generalizada y se configuran imágenes que vagamente recuerdan la morfología prismática en escamas de pescado o en ojo de cerradura.¹ La vaina del prisma también está abierta basalmente y organizada en hileras horizontales pero en posición alterada como se muestra en la figura 14.¹²

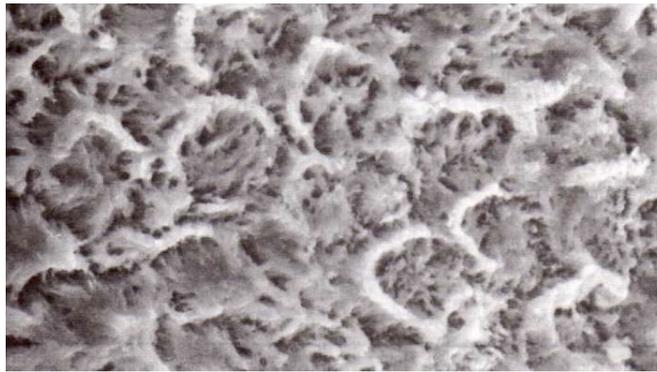


Figura 14. Grabado ácido patrón III. (Ferraris G.)¹

Silverstone²⁷ evaluó los efectos de la concentración de ácido variando entre el 20% al 70% cuando se aplicaban de 1 a 5 min y sus efectos en la estructura superficial. Reportó observaciones de 3 patrones de grabado básicos incluyendo: tipo I, disolución de los núcleos de los prismas; tipo II disolución de la periferia de los prismas y tipo III una mezcla entre el tipo I y II.

Lindauer²⁸ observó un rango completo de patrones de grabado mediante SEM, en muestras con profilaxis y sin profilaxis incluyendo los patrones de grabado tipo I, II y III descritos por Silverston.²⁷ En los dientes con profilaxis encontraron para el patrón de grabado I con la característica principal de panal de abeja, los prismas ahuecados con la periferia del esmalte intacta. Reportó patrón de grabado tipo II donde preferentemente el grabado se presentó en la periferia. En una menor amplificación a 150x y distribuidos de la misma manera se observaron periquimatias en la superficie del esmalte y ralladuras profundas resultado del pretratamiento de profilaxis, se presentaron en un patrón aleatorio. En las muestras sin profilaxis los patrones de grabado fueron similares al grupo con profilaxis. Los patrones de grabado tipo I y II fueron evidentes. En algunas áreas también fueron observados placa dental y/o restos como contaminantes del grabado de la superficie del esmalte.²⁸

Olsen²⁹ menciona que la apariencia microscópica del esmalte grabado ha sido frecuentemente descrito por tener un patrón de panal.

Horiuchi³⁰ comparó un sistema adhesivo de autograbado, demostró un patrón de grabado más conservador, una menor cantidad de desmineralización, y menor penetración del adhesivo a la superficie del esmalte.



Evolución de los adhesivos en Ortodoncia

En la práctica de ortodoncia, la obtención de un adhesivo confiable entre el bracket y el esmalte dental es esencial para un tratamiento eficiente en ortodoncia.³¹

Desde la invención del tratamiento ortodóntico de uso fijo, los brackets eran soldados tradicionalmente a bandas de oro o acero inoxidable²¹ (la banda envolvía al diente), requiriendo la creación de espacios interproximales para acomodar el ancho del material de la banda. La separación era lograda inicialmente poniendo alambres y después elastómeros, consumía tiempo al ortodoncista y era incómodo para el paciente, al final del tratamiento, estos espacios interproximales tenían que ser cerrados de nuevo. El uso de bandas causaba frecuentemente trauma gingival cuando se probaban y descalcificación bajo la banda. Por eso la solución más obvia era de pegar el bracket directamente al esmalte y por consiguiente eliminar el uso de las bandas.

Newman,³² un ortodoncista en Orange Nueva Yérsey y el profesor Fujio Miura³³ presidente del departamento de ortodoncia en la universidad médica y dental de Tokio Japón, pioneros en la adhesión ortodóntica del bracket al esmalte. Casualmente, los dos iniciaron sus experimentos a mitad de los 60s, y aunque ambos vivían en países diferentes ambos tenían la misma pasión y visión por el desarrollo de un adhesivo que pudiera unir brackets de plástico al esmalte con la suficiente fuerza para resistir fuerzas de oclusión, masticación y arcos de acero mientras permitían el control biomecánico y su remoción sin causar daño significativo al esmalte, tradicionalmente, la unión tenía que ser realizada en un medio húmedo y tenía que durar hasta la fase final del tratamiento.

A principios de los 70s, Miura³³ desarrolló una técnica para unir brackets de plástico de policarbonato al esmalte grabado con ácido fosfórico usando un material restaurativo desarrollado por Masuhara, también en la universidad de Tokio(Orthomite). Consistía en metil metacrilato y polimetil metacrilato con tributibutil como catalizador, encontró que la fuerza de unión disminuía con el tiempo como respuesta a la exposición de fluidos orales, la masticación. Los arcos de metal usados con brackets plásticos resultaban en aletas rotas y ranuras deformadas. Sin embargo este sistema se volvió popular como una alternativa a las bandas y sirvió para la búsqueda para desarrollar adhesivos más fuertes y aditamentos plásticos más durables, con una meta de eventualmente unir brackets metálicos. Otro sistema de metil metacrilato y polimetil metacrilato desarrollado por GAC internacional y TP Orthodontics tuvo el mismo éxito y desventajas.

Newman³² continuó su trabajo con resinas epóxicas, mientras Retief³⁴ de África la investigación guiada por Bowen³⁵ en resinas epóxicas. Las resinas epóxicas no experimentaban significativa contracción a la proliferación cuando se ponían, tenía el mismo coeficiente de expansión térmica que el esmalte, y eran preparadas para minimizar la absorción de agua, estas características producían la fuerza necesaria para



resistir las fuerzas inherentes de la mecánica y de la masticación, el obstáculo final era incrementar la fuerza de los brackets para que pudieran resistir las fuerzas de la mecánica tridimensional.

Al principio de los 70s, 3M "Concise y Adaptic" de Unitek fue un material popular composite de relleno restaurativo, formulado de la investigación realizada anteriormente por Bowen.³⁵ Ambos sistemas usaban una resina de 2 pastas bisfenol metacíclica glicida con cuarzo como relleno y amino peróxido como catalizador. Estos sistemas eran adhesivos que experimentaban contracciones mínimas. Sin embargo ambos sistemas requerían grabado ácido del esmalte con un 40% de concentración de ácido fosfórico. La resina era aplicada al esmalte como agente húmedo y el bracket metálico, era unido al esmalte acondicionado con una pasta de curado químico. En 1974 Dentply introdujo la primera pasta sencilla ultravioleta (UV), fotocurable, Nuva Tach; este sistema usaba una resina adhesiva en el esmalte y una pasta curable en la luz UV. Estas eran polimerizadas con energía emitida por luz en un intervalo de 280 nm. Estos compuestos curados con luz UV, como sus predecesores curados químicamente fueron introducidos originalmente como materiales de restauración con una ligera modificación en la viscosidad de la pasta. A diferencia de los compuestos curados químicamente. Sin embargo, los compuestos curados con UV no tenían restricciones de tiempo de trabajo, esta característica permitía al clínico tiempo ilimitado para la colocación del bracket. Sin embargo, el uso de la luz UV, fue discontinuado cuando se descubrió que era dañina al exponerla a la piel y ojos. Algunas veces resultando en quemaduras de los tejidos blandos.³⁶

En 1975 se tuvo una idea para un sistema de adhesión de curado químico directo que no era de mezclado, requería que el clínico aplicara un activador líquido al esmalte grabado y a la base del bracket, y una pasta sencilla sería aplicada a la base y este sería puesto en el diente, el líquido activador del esmalte y la base del esmalte se mezclarían con la base y se polimerizarían, esto eliminaba los pasos de mezclado, pero dependía de que tan bien el bracket se adosaba al diente para producir una adhesión muy fuerte. La química de este producto fue perfeccionada en los 80s por Byoung Suh y su fórmula sigue vigente en la actualidad.³⁶

La fuerza y tiempo de trabajo de los compuestos de pasta de autocurado permitió a los fabricantes la flexibilidad de desarrollar adhesivos especiales que satisficieran las necesidades de los clínicos. En los 80s McNamara³⁷ y Howe introdujeron una versión del "herbst appliance", el diseño de acrílico de tablilla este fue utilizado para el tratamiento de constricción mandibular y maloclusión clase 3, especialmente para unir largas aplicaciones de acrílico, y ser estas mismas retiradas sin descalcificación.



A principios de los 80s, restauraciones visibles fotocurables fueron introducidas en todas las áreas de la odontología, estos materiales fueron muy populares para la unión de brackets, retenedores y bandas, por su tiempo ilimitado de trabajo y su forma de curado con luz halógena que lo hacía seguro. Un elemento esencial de estos sistemas fue lograr una buena penetración de la luz por debajo de la base del bracket. En los años 80 algunas personas tenían el esmalte duro, por efecto del flúor en el agua, y ningún agente grabador funcionaba. En 1985 Suh produjo Enhance, el cual hizo la unión a las superficies fluoróticas posible, este era aplicado en el esmalte grabado antes de la resina, el monómero Enhance unía químicamente el compuesto y el metal. En 1986 fue introducido un adhesivo que cambiaba de color, esta pasta de adhesión dual, fue hecha por Orec, la pasta era amarilla antes de ser mezclada pero se volvía de color del diente cuando polimerizaba, la característica de color permitía al operador quitar los excedentes más fácilmente.³⁶

En 1995 Silverman desarrollo una técnica para unir brackets metálicos a esmalte húmedo sin grabado ácido, usando Fuji Ortho LC, un cemento de ionómero de vidrio de curado dual, el esmalte se limpia, se seca y se mezcla el polvo y el líquido, se pone en el bracket, se fotocura por 20 s y después de 5 min se puede poner un arco activo, este se autograba y es tolerante a la humedad, pero tiene menos resistencia al desprendimiento (17 MPa). En 1998 se introdujeron más resinas fluidas hidrofílicas que se unían bien en esmalte húmedo o seco.³⁶

En el 2000, los adhesivos de autograbado se volvieron efectivos al acondicionar esmalte y dentina, como el Transbond plus (3M Unitek) y SEP (Reliance Orthodontic Products), con múltiples usos en el plan de tratamiento ortodóntico como acondicionar el esmalte para cementar un plano oclusal, incrementar la adhesión del cemento de bandas de fotocurado, al poner aditamentos de invisalign, o volver apegar un bracket.³⁸ Los adhesivos de autograbado no penetran tanto el esmalte, pero el adhesivo resultante penetra hacia lo más profundo de la zona del grabado. Sin embargo un secado insuficiente puede afectar a la fuerza de unión, que son hidrofílicas y pueden tolerar una ligera superficie húmeda. Lamentablemente si se contaminan la superficie debe de ser reacondicionada o tratada con un adhesivo hidrofílico (Solo, Assure, MIP) para mantener la fuerza. En 2003 Pro Seal (Relance Orthodontic Products) fue introducido en el mercado como sellante liberador de flúor fotocurable que permanecería intacto en el esmalte expuesto de 2 a 3 años. Aun con las condiciones de cepillado de dientes, este sellante era más durable gracias a que la resina estaba completamente curada, esto eliminaba la capa de oxígeno y la porosidad consecuente, ya sin porosidad las bacterias, el ácido y lo fluidos orales no podían penetrar y degradar el sellante. En 2004 muchas pastas de fotocurado que cambiaban de color fueron introducidas en el mercado.³⁶



Hoy en día los agentes adhesivos combinan el ácido grabador y agente adhesivo del esmalte en una solución de adhesivo ácido. El grupo fosfato en éster del ácido fosfórico metacrilato disuelve el calcio de la hidroxiapatita y es incorporado dentro de la red cuando el adhesivo polimeriza.³⁹

Brackets

Los brackets convencionales tienen: 1) una base con configuración en malla, que permite una adecuada adhesión a la superficie dentaria: 2) una ranura, que recibe al alambre, y 3) aletas o ganchos, donde pueden fijarse elásticos, módulos elásticos, ligaduras y resortes, etc.⁴⁰

Los brackets de tipo gemelos constan básicamente de dos barras paralelas orientadas verticalmente, que están separadas por una ranura en cada barra para recibir al arco de alambre principal. Los brackets de tipo simple constan de una barra vertical, con una ranura de tamaño menor que los brackets gemelos, y "aletas" que son activadas para contactar con el arco de alambre principal para control rotacional, según la necesidad mecánica. La principal desventaja de los brackets gemelos es la distancia interbracket estrecha (entre dientes adyacentes), de lo cual resulta un pequeño tramo de alambre entre los brackets, lo que reduce la flexibilidad del arco.

El tamaño de la ranura de cualquier bracket puede ser de 0.018 ó 0.022 pulgadas (0.46 o 0.56 mm).¹⁵

A mediados de los 70s el plástico de Lexano era usado para fabricar brackets de dientes anteriores para pacientes que exigían mejor estética. Este policarbonato mejorado era más duro y menos susceptible al deterioro y fractura de sus aletas; sin embargo, no era tan durable y confiable como el metal. Eventualmente, la demanda continua para la mejora de la estética conllevó al desarrollo de materiales cerámicos para brackets transparentes, los cuales son capaces de resistir fuerzas mecánicas, que no se quebraba o descoloraba y aún hoy en día sigue siendo un material de elección para aplicaciones que son de agrado estético. Para que se llevara a cabo la unión química de adhesión mediante la pasta de resina epóxica, el bracket plástico tenía que ser cubierto por el acondicionador de metilmetacrilato antes de la aplicación de la pasta, muchos sistemas químicos de 2 pastas entraron al mercado pronto después de eso.³⁶

En ese tiempo, los brackets eran soldados a una base perforada, el adhesivo se atrapaba en las perforaciones para proveer adhesión mecánica como se muestra en la figura 15, el único inconveniente con las bases perforadas de los bracket era que el adhesivo que cubría la base a través de las perforaciones era afectado por el medio oral y a menudo presentaba manchas y descoloraciones durante la rutina del tratamiento ortodóntico.³⁶ Para mejorar la retención del adhesivo a la base de metal del bracket de ortodoncia, se



han sugerido varios diseños químicos y mecánicos. La retención mecánica se ha mejorado mediante la colocación de socavaciones en las bases del bracket, mediante soldadura de diferentes diámetros de cables de malla a la base del bracket, así como la incorporación de diferentes diseños en la propia malla. Otros enfoques innovadores para mejorar la retención incluyen el uso de láser para la estructura de la base, utilizando bases de brackets recubiertas con plasma de metal, y fusionando partículas metálicas o de cerámica a la bases.⁴¹



Figura 15. Base perforada de metal.³⁶

En 1979, Ormco desarrollo y patentó una técnica para soldar una malla a una base de metal eliminando la tensión producida en los sitios de soldadura como se muestra en la figura 16. El diseño permitía al adhesivo penetrar entre la malla y la base conteniendo el adhesivo por debajo de la funda donde no sería susceptible a la decoloración, mejorando la estética.

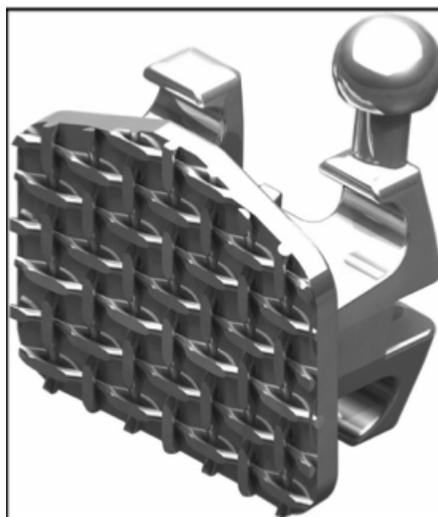


Figura 16. Malla de la base de metal del bracket de Ormco³⁶



En 1996, 3M introdujo un bracket metálico con un adhesivo de fotocurado pre aplicado a la base, solo era necesario grabar aplicar resina fluida al esmalte y poner el bracket.

La retención mecánica era reforzada haciendo socavados en la base de los brackets o soldando diferentes diámetros de arcos de mallas a los brackets, así como incorporar diferentes diseños de malla. Otros enfoques innovadores para improvisar la retención incluían bases con estructuras láser usando bases de estructura de metal recubiertas de plasma y fusionando partículas de cerámica o de metal a las bases. Existe controversia en cuanto al uso de base de malla sencilla o doble y sus efectos de resistencia al desprendimiento ⁴¹

Knox⁴² evaluó diferentes diseños de bases de brackets incluyendo calibres 60, 80 y 100 de grosor (0.93, 0.123, 0.154 pulgadas respectivamente), bases de malla simple; bases de malla doble y bases de metal integradas. Concluyó que el agente adhesivo afecta significativamente la resistencia al desprendimiento y esos diseños particulares de base pueden permitir mejorar la penetración del adhesivo o la penetración de la luz de fotocurado.

Maijer⁴³ evaluó diferentes mallas de brackets usando SEM e identificó un aumento de variables y observaciones que pueden afectar la adhesión del bracket incluyendo: puntos de soldadura (estos reducen el área retentiva), espuelas de soldadura (pueden reducir la adhesión en brackets con malla de aluminio), puntos de soldadura en la superficie de la unión (pueden evitar mejorar el sellado de la malla con la resina), las bases de los brackets (deben ser diseñadas para prevenir el atrapamiento de aire debajo de la base) y la mejor penetración de resina y adhesión (obtenidas con un tejido fino de la malla).

Retief³⁴ se asoció con 3M Unitek para desarrollar una malla soldada en el material de banda de acero inoxidable con un bracket soldado a ella, extrañamente este diseño fue comercializado hasta los finales de los 70s, el primer inconveniente eran los sitios de soldado en la base que impedían al adhesivo fluir entre la malla y la cubierta, resultando en retención mecánica reducida.

Cucu⁴⁴ investigó la resistencia al desprendimiento in vitro de los brackets de ortodoncia con 80 y 100 de calibre (0.123 y 0.154 pulgadas) bases de malla, mini y bases de tamaño estándar. No encontraron diferencias significativas en la resistencia al desprendimiento de cualquiera de los brackets de comparación.

Thanos⁴⁵ comparó la malla base y el metal de base de los brackets y encontraron que la malla de la base de los brackets era más retentiva en tensión y el metal de la base del bracket era más retentiva al desprendimiento.

MacColl⁴⁶ evaluó los efectos del arenado en las superficies de la malla de la base del bracket, reduciendo el área de superficie de la base, y el grabado de esmalte con varios



tipos de ácidos. Encontraron que el arenado y micro grabado de bases de lámina de malla aumenta la resistencia al desprendimiento. Además, no encontraron diferencias significativas en la resistencia al desprendimiento de las superficies de base de entre 6.8 y 12.4 mm² pero disminuyeron cuando la superficie estaba en 2.4 mm²

Resistencia al desprendimiento

La resistencia al desprendimiento de los adhesivos de autograbado puede variar de 2.8 a 11.5 MPa. Bishara⁴⁷ y de 10.4 a 11.8 MPa para un sistema adhesivo convencional. En otro estudio Bishara reportó valores la resistencia al desprendimiento de adhesivo de autograbado (Prompt L-Pop) de 7.1 MPa.⁴⁸ Arnold⁴⁹ reporta resistencia al desprendimiento de 8.0 a 9.8 MPa. En tanto que Velo⁵⁰ reporta para un sistema adhesivo de autograbado, resistencia al desprendimiento a la tracción de 11.5 MPa.

Un adhesivo de ortodoncia ideal debe tener una fuerza de unión adecuada, manteniendo el esmalte impecable. Velo⁵⁰ y Bishara⁴⁸ estudiaron fallas de adhesión de adhesivos de autograbado sin mucho éxito. Fallas adhesivas en la superficie del esmalte puede ser el resultado de la reducida profundidad de desmineralización, disminuyendo así el tiempo necesario para limpiar la superficie del esmalte.

Cabe destacar que hasta ahora no se han observado diferencias entre la resistencia al desprendimiento del bracket y el esmalte, tratados con el adhesivo de auto-grabado y por el método convencional.^{1,2,63,66}

Vilchis R. utilizó 4 adhesivos autograbadores y un grupo grabando con ácido fosfórico al 37%. Los valores de resistencia al desprendimiento de los grupos I Transbond XT (3M Unitek, Monrovia, California) fueron (19.00 ± 6.70 MPa) y II Transbond Plus SEP (3M Unitek); (16.60 ± 7.30 MPa) fueron significativamente superiores a los de los grupos III Clearfil Mega Bond (Kuraray Medical, Tokyo, Japan) (11.0 ± 3.90 MPa), IV BeautyOrtho Bond (Shofu, Kyoto, Japan) (10.10 ± 3,70 MPa), y V Adhesive and Heliosit Orthodontic (Ivoclar Vivadent) (11.8 ± 3.5 MPa). El fluoruro de liberación de adhesivos (Kurasper F y BeautyOrtho Bond) mostraron valores aceptables clínicamente de resistencia al desprendimiento. Se encontraron diferencias significativas en el índice de adhesivo remanente (ARI) y la fractura del esmalte entre los grupos I y II.⁵³

La resistencia al desprendimiento de los brackets, debe ser suficiente para soportar fuerzas funcionales a nivel que permita, el desprendimiento del bracket sin causar daño al esmalte. Valores de resistencia al desprendimiento muy elevados son indeseables por la excesiva fuerza que se necesita para desprender el bracket, resultando esto en un posible daño al esmalte.⁵⁴

Keizer S. menciona que estudios sugieren resistencia al desprendimiento de 6 a 10 MPa como adecuadas en clínica.⁵⁵



Dorminey⁵¹ menciona que la resistencia al desprendimiento observada en un estudio in vitro puede ser más alta que la observada clínicamente. Sin embargo, estos estudios proporcionan una guía para la selección del bracket/adhesivo.

Wade⁵⁶ evaluó la influencia del adhesivo Transbond Plus SEP en diferentes tiempos de aplicación. Utilizó 40 molares en 2 grupos de 20 cada uno, la base del bracket fue de 10.3 mm² de incisivos laterales, en el grupo I colocó el adhesivo por 3 a 5 s como lo recomienda el fabricante, en el grupo II el adhesivo se aplicó por 15 s, obtuvieron valores para el grupo I de 8.0 ± 4.6 MPa y para el grupo II 8.9 ± 3.4 MPa.

Turk⁵⁷ evaluó el efecto de dos sistemas adhesivos Transbond Plus SEP y Transbond MIP a diferentes tiempos de desprendimiento 5, 15, 30, 60 min y 24 h, en 100 premolares divididos en 10 grupos de 10 cada uno, obtuvo valores para Transbond Plus SEP a 60min de 13.10 MPa, a 24 h de 19.10 MPa. Para Transbond MIP a 60 min 12.30 MPa y a 24 h 16.80 MPa. En el índice ARI reportan el valor de 3 para la mayoría de las muestras.

López⁵⁸ evaluó la fuerza de retención después de aplicar Transbond MIP y Transbond Plus SEP, con dos tipos de base de brackets realizando desprendimiento a 48 h, obteniendo valores para SEP Transbond plus 7.6 ± 2.80 MPa y para Transbond MIP con un valor promedio de 6.9 ± 2.0 MPa.

Eminkahyagil⁵⁹ determinó la resistencia al desprendimiento utilizando Transbond Plus SEP y un agente antibacterial en brackets metálicos, utilizó 24 premolares en 2 grupos, realizó desprendimientos a 48 h a una velocidad de carga de 5 min/mm² obteniendo valores de media de 8.53 MPa, mínimo de 4.59 MPa y máximo de 12.63 MPa, utilizó el índice ARI de 0-5 medido en el bracket, obteniendo para la mayoría de las muestras valor de 1 es decir menos de la mitad de adhesivo remante a la izquierda del bracket.

Attilio⁶⁰ evaluó la adhesión de brackets determinó la resistencia al desprendimiento y la falla de adhesión después del desprendimiento, utilizó 80 premolares en 2 grupos, las muestras se conservaron a una temperatura de 37 °C antes de la prueba de resistencia al desprendimiento que se realizó a las 72 h a una velocidad de carga de 1 min/mm², se realizó índice ARI, las muestras representativas de cada grupo fueron examinadas en SEM, obteniendo valores de 23.40 MPa ± 4.80, para el índice ARI reportan un valor de 3, es decir todo el adhesivo remante sobre el diente. En cuanto a las observaciones en SEM sólo fueron observados 2 brackets y a diferentes aumentos 52x y 57x, por lo que concluyen que son necesarios otros estudios.

Yamada⁶¹ determinó la resistencia al desprendimiento en brackets con 4 sistemas adhesivos, observó la superficie de los dientes antes del grabado ácido en un microscopio de FE-SEM (microscopio electrónico de barrido de emisión de campo) utilizó 72 dientes de bovino, 18 para cada grupo, brackets metálicos Edgewise de 9.64 mm²,



obtuvieron el índice ARI, y reportan un valor de resistencia al desprendimiento de $7.90\text{MPa} \pm 2.70\text{MPa}$, para el índice ARI reportan para mayoría de las muestras valor de 1.

Pont⁷¹ menciona que la resistencia al desprendimiento puede ser influenciada por muchos factores: el tipo de agente acondicionador del esmalte (ácido fosfórico, adhesivo de autograbado, ácido poliacrílico), resina adhesiva, cemento, métodos de polimerización, tipo de bracket o tipo de malla de la base del bracket. Un incremento en la resistencia al desprendimiento causa un mayor riesgo al daño del esmalte. Por las variaciones del espesor del esmalte o la orientación de los prismas del esmalte se pueden esperar diferentes tipos de fractura dependiendo del tipo de diente. También menciona que cuando hay más remanentes de resina en la base del bracket el tanto por ciento de Ca fue más alto, el daño de iatrogenia a la superficie del esmalte después del retiro del bracket es inevitable, si la pérdida elemental del esmalte tiene diferencias clínicas tiene que realizarse un seguimiento clínico de largo plazo.

Pérdida de esmalte

La adhesión entre las resinas de ortodoncia y esmalte debe ser temporal, pero a su vez debe durar lo suficiente para soportar las fuerzas ortopédicas. Completando el tratamiento de ortodoncia, los brackets y el adhesivo remanente de resina deberán de ser removidos causando lo mínimo de trauma posible en los dientes e idealmente sin algún remanente de resina. La eliminación completa del adhesivo del esmalte para evitar la acumulación prolongada de placa bacteriana, la cual, puede causar en el futuro descalcificación y problemas periodontales. Al remover los residuos van a causar cambios físicos en el esmalte variando desde hacer más dura la superficie a fracturas microscópicas.⁶²

El tratamiento de ortodoncia puede dar lugar a efectos adversos en la superficie del esmalte, manifestándose como pérdida de esmalte causado por alteraciones en el grabado de la superficie del esmalte que conlleva a la descalcificación, microfisuras y rallado provocado por el desprendimiento de brackets, así como procesos de limpieza.⁶³

Existen factores que pueden afectar la resistencia al desprendimiento incluyendo; el tipo de adhesivo y su composición, tiempo de grabado, concentración del ácido grabador, el material de la base del bracket y el diseño, modo de colocación y ambiente bucal.⁶⁴

El desprendimiento de brackets ya sea accidental o de manera deliberada por el ortodontista, es un evento bastante frecuente en los procedimientos ortodónticos.⁶⁵

Un examen cuidadoso de los dientes con una fuente de luz intensa a menudo puede revelar microfisuras en el esmalte. Estas microgrietas del esmalte (EMCs) en general se han atribuido a las anomalías en el proceso de maduración, las fuerzas oclusales,



variaciones de temperatura, y procesos restaurativos. Reportes en la literatura mencionan que EMCs se pueden observar después del desprendimiento de brackets de un tratamiento de ortodoncia. Mientras que las pequeñas microgrietas del esmalte pueden no resultar en una fractura en el diente durante periodos prolongados su crecimiento puede ser perjudicial, ya que pueden servir como sitios para la desmineralización y una mayor susceptibilidad a las lesiones de caries. Hoy en día, los pacientes tienen altas exigencias estéticas y prestan más atención a los posibles daños del esmalte que toman la forma de microgrietas del esmalte después del retiro de brackets. El uso de brackets cerámicos causa más preocupación, porque las propiedades físicas de la cerámica como la dureza, alta fuerza de adhesión y baja resistencia a la fractura o fragilidad han llevado a muchos informes de daños en la superficie del esmalte irreversible durante el procedimiento retiro de brackets. Así, como la conciencia del paciente es cada vez mayor y la documentación de microgrietas del esmalte es difícil, es importante desarrollar una comprensión de los efectos de retiro de brackets de metal y cerámicos ya que sólo se pueden visualizar bajo SEM.⁶⁶

Aunque siempre se ha deseado usar un adhesivo lo suficientemente fuerte para evitar el desprendimiento de bracket antes de tiempo; se ha reportado que al momento de retirarlos, se incrementa el daño que se puede producir al esmalte del diente y ha sido un problema clínico agudo desde la introducción de la adhesión de brackets directamente al esmalte.⁶⁷

Las microfracturas del esmalte son frecuentemente difíciles de detectar, generalmente no son visibles en las revisiones de rutina o en las fotografías intraorales. La prevalencia de microfracturas en el esmalte después de despegar brackets se reporta un 50% siendo las microfracturas verticales las más comunes. Algunas veces están orientadas en dirección oblicua. Hay una correlación entre las microfracturas del esmalte y la resistencia al desprendimiento.

Interfase

La base del bracket tiene un diseño de malla en la superficie adhesiva, las aberturas de la base del bracket están determinadas por el diámetro del alambre y el espaciamiento de la malla. El aire tiene que ser capaz de escapar por medio del volumen libre entre la malla y la base del bracket, el diseño, el número de malla y el diámetro del alambre son los más importantes. La ampliación de la superficie retentiva mejora la adhesión y aumenta el riesgo de fractura en la interfase, la resistencia al desprendimiento es independiente del tamaño de la base si el bracket es mayor a 7 mm². Las patentes proporcionan muy poca información respecto a las dimensiones de las bases. Las fuerzas de ortodoncia normales producen tensiones entre 3 y 7.8 MPa. Los valores de 6



a 8 MPa se sugieren para las evaluaciones in-vivo. Las variables asociadas con la resistencia al cizallamiento son el tamaño, diseño y superficie adhesiva de contacto.⁶⁸



Técnicas de Microscopía

La pérdida de esmalte ha sido investigada utilizando métodos tales como gravimetría, perfilometría, SEM y dispositivos de escaneo entre otros. Sin embargo ninguna técnica puede proporcionar una evaluación definitiva del diente y cada técnica tiene sus limitaciones y condiciones específicas para el análisis, técnicas tridimensionales para examinar la superficie, como microscopía de fuerza atómica (AFM) requiere una superficie plana y rígida de modo que la sonda de barrido no causa deformaciones en la superficie permitiendo obtener imágenes de resolución atómica precisa. El análisis de topografía del esmalte dental es por lo tanto complicado, ya que es difícil de obtener superficies planas.⁶⁹

Una superficie rugosa después del desprendimiento de brackets puede ser medida de varias maneras, incluyendo medición lineal de contacto y análisis visual mediante microscopio electrónico.⁷⁰

Uno de los descubrimientos más importantes y de gran impacto en la historia de observaciones biológicas y de ciencia de materiales es sin lugar a duda el microscopio, el cual, nos permite observar objetos más allá de la resolución del ojo humano (aproximadamente 0.1 mm). De ellos, existen actualmente en el mercado una gran variedad de tipos de microscopios con diferentes características, entre ellos podemos destacar la microscopía óptica convencional, la confocal, la estereoscópica, la de fluorescencia, la de fuerza atómica, de efecto túnel y las microscopias electrónicas en sus diferentes modalidades, barrido y transmisión. Estas últimas han sido una fuente inagotable de conocimientos y se ha convertido en los últimos 50 años en una herramienta fundamental de la Física Moderna, la Ciencia de los Materiales, la Medicina y la Biología, más aún por sus capacidades analíticas a través de técnicas como Espectroscopia por Dispersión de Energía de Rayos X, (EDS). En particular en el estudio del esmalte, mediante EDS la pérdida de calcio no debe tener consecuencias clínicas drásticas en la formación de lesiones o erosión, ya que es claro que la remoción de brackets, la pérdida de elementos y la disminución en calidad del esmalte son casi inevitables.⁷¹

Para una mayor profundidad en las técnicas de microscopía electrónica y de las otras técnicas utilizadas en este estudio, AFM y Espectroscopia Micro Raman, se refiere al lector al Anexo 1.



Planteamiento del problema

Clínicamente, el desprendimiento de los brackets sigue siendo uno de los problemas más frecuentes en la ortodoncia. Existen factores que pueden afectar la resistencia al desprendimiento incluyendo; el tipo de adhesivo y su composición, tiempo de grabado, concentración del ácido grabador, el material de la base del bracket y el diseño, modo de colocación y ambiente bucal. Se ha reportado que al momento de retirarlos se incrementa el daño que este puede producir al esmalte siendo un problema clínico desde que los brackets se adhieren directamente al esmalte.

Un procedimiento de adhesión implica la alteración de la superficie del esmalte dental por el grabado ácido, seguido de la aplicación del adhesivo y la resina. El daño al esmalte puede atribuirse a la limpieza con abrasivos antes del grabado, el grabado ácido, fracturas del esmalte causadas por la remoción de los brackets, o la remoción mecánica de la resina compuesta remanente con instrumentos rotatorios. Al remover el adhesivo remanente sobre el esmalte se causan cambios físicos que van desde la superficie rugosa a las fracturas microscópicas.

Por lo tanto será casi inevitable que ocurra cierta pérdida del esmalte. Se han sugerido fuerzas de adhesión entre 2.8 y 10.00 MPa como adecuados para situaciones clínicas para la fijación de brackets, valores de resistencia al desprendimiento muy elevados son indeseables por la excesiva fuerza que se necesita para desprender el bracket, resultando esto en un posible daño al esmalte, tal como fracturas. Sin embargo en la tesis de maestría,⁷² observamos que no existe asociación entre la resistencia al desprendimiento y la pérdida de esmalte.

Pregunta de investigación:

¿Existe una mayor pérdida del esmalte dental debido a la influencia de la composición química del Ca/P y/o ordenamiento de los prismas del esmalte al desprendimiento de brackets?.



Justificación

La evaluación mediante la toma de imágenes por SEM, análisis químico de la hidroxiapatita por EDS, evaluación de la superficie del esmalte por AFM y la composición química de compuestos orgánicos e inorgánicos mediante identificación de grupos funcionales por espectroscopia μ -Raman proveerá de información de la posible relación entre la pérdida de esmalte dental al momento de remover los brackets. Se han hecho muchos intentos para evaluar los daños de esmalte después de remover los brackets adoptado una visión más profunda de evaluar varias características de las microfracturas del esmalte, sin embargo no hay informes sobre un examen consistente del efecto del desprendimiento de brackets en el esmalte dental.

La literatura reporta que valores de resistencia al desprendimiento muy elevados son indeseables por la fuerza excesiva que se necesita para desprender el bracket, resultando esto en un posible daño al esmalte, sin embargo en el estudio: Análisis del esmalte dental por microscopia electrónica de barrido analítica después del retiro de brackets. Estudio comparativo con las fuerzas de desprendimiento, se concluye que no existe una asociación entre la pérdida y la resistencia al desprendimiento.⁷²

A partir de las variaciones del espesor del esmalte o la orientación de los prismas del esmalte, se pueden esperar diferentes tipos de fractura dependiendo del tipo de diente. Cuando hay más remanentes de resina en la base del bracket el % de Ca es más alto, el daño de iatrogenia a la superficie del esmalte después del retiro del bracket es inevitable. Cabe destacar que reportes en la literatura sobre propiedades de materiales cristalinos (en este caso esmalte dental) indican que la presencia de impurezas en pequeñas concentraciones modifican las propiedades mecánicas de los materiales.⁷³

Son muy pocas las investigaciones basadas en estudios in-vitro sobre la fuerza de adhesión entre los brackets y el esmalte de los dientes en la literatura actual, esto puede ser debido a la necesidad de análisis interdisciplinario o al aumento de elementos variables que implica un aumento en el número de brackets que deben ser analizados con el fin de encontrar hallazgos que se consideren significativos.

Los análisis deben realizarse utilizando muy pequeñas áreas de superficie, lo que reduce la representatividad de las mediciones y evita el mapeo preciso de grandes áreas de la superficie. Además los ciclos de medición son prolongados, lo que aumenta el tiempo y el costo de las investigaciones.

Hipótesis

Ha1.- Existe asociación entre la composición química de la hidroxiapatita y la pérdida de estructura del esmalte dental al desprendimiento de brackets.



H01.- No existe asociación entre la composición química de la hidroxiapatita y la pérdida de estructura del esmalte dental al desprendimiento de brackets.

Objetivo general

Determinar si existe correlación entre la composición química de la hidroxiapatita y los daños observados en el esmalte después del retiro de brackets en premolares.

Objetivos específicos

- Evaluar la superficie del esmalte dental inicial mediante SEM.
- Evaluar mediante EDS la relación Ca/P y por Espectroscopia μ -Raman la composición presente en el esmalte dental y su relación con las fallas ocasionadas de pérdida de esmalte al desprendimiento de brackets.
- Medir la resistencia al Desprendimiento con 4 Sistemas adhesivos (Transbond™ MIP 3M Unitek, Enlight ORMCO, STYLUS Ah-kim pech y Transbond™ Plus Self etching primer 3M Unitek).
- Medir Índice de Årtun y Bergland ARI.
- Evaluar mediante imágenes en SEM de la malla del bracket y por medio de AutoCAD el área de esmalte perdido después del desprendimiento.
- Medir la interfase entre el diente y el bracket con 4 sistemas adhesivos (Transbond™ MIP 3M Unitek, Enlight ORMCO, STYLUS Ah-kim pech y Transbond™ Plus Self etching primer 3M Unitek).
- Evaluar la superficie del esmalte dental mediante AFM obteniendo una perspectiva tridimensional de los prismas del esmalte.

Material y Métodos

Población de estudio.

30 primeros premolares de pacientes que acudan a la Clínica de Cirugía Maxilofacial de la DEPEI-FO de la Universidad Nacional Autónoma de México quienes fueron sometidos a extracción por tratamiento de ortodoncia de Marzo de 2012 a Marzo de 2014.

Equipos utilizados: Para el presente estudio se emplearon microscopios de la marca JEOL, se utilizó un SEM de bajo vacío marca modelo JSM5600LV cuya resolución es de 3 nm y un SEM de emisión de campo, modelo JSM700FEG con resolución de 0.7 nm. En el primer caso se trabajó con electrones retrodispersados (BSE) y en el segundo con electrones secundarios (SE). El AFM utilizado fue el modelo JSPM-4210.

Selección y tamaño de la muestra.

30 primeros premolares superiores e inferiores derechos e izquierdos de pacientes entre 13 y 15 años extraídos con fines de tratamiento de ortodoncia. Se harán 4 grupos al azar de 7 muestras cada uno, 5 serán para análisis químicos y ensayo de resistencia al desprendimiento y 2 serán para analizar interfaces, 2 dientes se utilizarán para analizar topografía del esmalte mediante AFM



Figura 17. Esquema de la distribución de grupos y muestras de estudio.

Diseño del estudio. Experimental

Criterios de selección:

Inclusión.

Premolares extraídos por indicación en el tratamiento de ortodoncia, de Marzo de 2012 a Marzo de 2014, (máximo de 3 meses de haber sido extraídos). Premolares que no presenten líneas de fractura en el esmalte de la corona clínica en la cara vestibular.



Premolares conservados en agua desionizada dentro de una cámara de refrigeración a 4 °C después de la extracción. Pacientes de 13 a 15 años. Que nunca hayan tenido brackets adheridos.

Exclusión.

Premolares que presenten líneas de fractura y/o se encuentren muy destruidas de la corona. Premolares deshidratados, o que hayan sido conservados en medios húmedos diferentes al agua bidestilada simple. Pacientes mayores de 15 años y menores de 13 años. Premolares que al momento de la preparación estén deshidratados.

Definición y operacionalización de las variables

Definición conceptual	Definición operacional	Escala de medición
<p>Brackets: Constan de una base con configuración en malla (se mide en μm), una ranura, que recibe al alambre, y aletas o ganchos, donde pueden fijarse elásticos, módulos, ligaduras y resortes.</p>	<p>Se utilizarán brackets para premolares de acero inoxidable 3M Unitek™ Gemini Metal Brackets .022 MBT Rx, con malla para primeros premolares superiores e inferiores derechos e izquierdos.</p>	<p>8.3 mm²</p>
<p>Sistemas adhesivos</p> <p>Transbond™ MIP 3M Unitek</p>  <p>Transbond Plus SEP 3M Unitek</p> 	<p>Se colocará el ácido grabador, el adhesivo y la resina de acuerdo a las instrucciones del fabricante para cada uno de los sistemas.</p> <p>Transbond MIP: Después de lavar con abundante agua se aplicará ácido fosfórico al 37% por 15 s, se eliminará el gel con abundante agua, secaremos con aire libre de humedad y aceite para obtener apariencia mate y posteriormente se colocará una capa uniforme de adhesivo Transbond™ MIP cubriendo completamente la parte grabada del diente por 3 s, posteriormente aplicar una corriente suave de aire libre de humedad y aceite de 1 a 2 s y colocar inmediatamente los brackets con resina Transbond XT™</p> <p>Transbond plus SEP 3M Unitek: Después de lavar los dientes se aplicará adhesivo autograbador de 3 a 5 s y aire libre de humedad y aceite por 3 s, se colocará resina Transbond™ XT</p>	



<p>Enlight ORMCO</p>  <p>Stylus Ahkimpeach</p> 	<p>Enlight ORMCO: Después de lavar con abundante agua se coloca el acondicionador del sistema por 60 s, se limpiará con abundante agua por 5 s, se aplica aire libre de humedad y de aceite, se coloca el adhesivo orto Solo XT, se colocará resina Enlight.</p> <p>Stylus Ahkimpeach: Después de lavar con abundante agua se colocará ácido fosfórico al 38% por 30 s, se limpiará con abundante agua por 10s para detener el proceso de grabado ácido y quitar las partículas desmineralizadas, el área grabada debe estar blanco escarchado si no volver a grabar por 20 s más. Aplicar una capa uniforme y fina de sellador al esmalte grabado con un cepillo, y resina fotocurable Stylus.</p> <p>La resina se colocará sobre la base del bracket y éste se colocará en la superficie del esmalte con un posicionador (Calibre Boone MASEL 4000-900). El exceso de la resina se eliminará con un explorador. La resina se polimerizará por 20 s a partir de dos direcciones (mesial y distal) usando una lámpara alámbrica de resina LED (Bluephase C5 Ivoclar vivadent clinical USA, ser. No. 1651190, 100-240 V AC, 50-60 Hz) con una energía de la salida de 600 mW/cm².</p>	
---	---	--

Definición conceptual	Definición operacional	Escala de medición
<p>Prismas perdidos: cantidad pérdida de estructura compuesta por cristales de hidroxiapatita en forma de varillas o prismas dispuesta oblicuamente sobre la superficie del diente.</p>	<p>Una vez desprendidos los brackets se tomarán fotografías en el SEM donde sólo se observará presencia o ausencia de primas.</p>	<p>Presente ausente</p>
<p>Área de resina: cantidad de resina adherida a la malla del bracket.</p>	<p>Las fotografías adquiridas por SEM se procesarán con AutoCAD 2009 calibrando la medida del bracket, se cuantificará la cantidad de resina presente en el bracket.</p>	<p>mm²</p>
<p>Área de esmalte: cantidad de esmalte adherido a la resina.</p>	<p>Las fotografías obtenidas por SEM se procesarán con AutoCAD 2009 calibrando la medida del bracket, se cuantificará la cantidad de esmalte presente en el bracket.</p>	<p>mm²</p>
<p>Resistencia desprendimiento:</p>	<p>al Una vez adherido el bracket al esmalte del diente, se montará el espécimen en la máquina universal</p>	<p>MPa</p>



Fuerza que actúa sobre el área unitaria en la que se aplica	de pruebas mecánicas Instron, la fuerza se aplicará utilizando una velocidad de carga de 1mm/min hasta lograr el desprendimiento del bracket.	
---	---	--

Preparación de las muestras.

Se trabajó bajo la NOM ISO/TS 11405:2003

Conservación de premolares.

Estos se mantuvieron en agua desionizada, se asignaron aleatoriamente etiquetas en recipientes individuales y fueron refrigerados para mantenerlos a una temperatura constante de 4 °C cambiando el agua cada semana para evitar el crecimiento bacteriano.

Fotografías iniciales en SEM.

Se tomaron 4 fotografías iniciales a 35x en bajo vacío de la cara vestibular para descartar fracturas y pérdidas de esmalte, se realizaron marcas de referencia en mesial, distal, gingival e incisal.

Análisis EDS.

Se tomaron 5 análisis de la cara vestibular tomando el mismo punto de referencia a 250x tomando como referencia las marcas iniciales.

Análisis μ -Raman.

Se tomaron 5 análisis de la cara vestibular tomando como referencia las marcas iniciales y se tomaron fotografías del área donde se realizó el análisis.

Observaciones en AFM.

Se utilizaron 2 dientes, en un diente se realizó un corte mesio-distal separando la cara vestibular y lingual, en el otro diente se realizaron 4 cortes en sentido vestíbulo lingual, los 4 cortes se prepararon a pulido a espejo. Ambos dientes se analizaron en microscopía óptica, SEM y AFM.

Limpieza previa a la colocación de brackets y corte longitudinal.

Los dientes se asearon, se pulieron con pómez y copas de hule para profilaxis durante 10 s, se enjuagaron, se limpiaron y se dividirán en 4 grupos aleatoriamente.

Colocación de los Brackets.

Se utilizaron 4 sistemas adhesivos. De estos, 3 corresponden al método convencional (Transbond MIP, Enlight, *STYLUS Ah-kim peach*), el cual, comprende 3 pasos; la aplicación de un ácido, un adhesivo y la resina. Otro sistema adhesivo que se utilizó es el método de autograbado que corresponde al Transbond Plus SEP, el cual comprende 2 pasos; la aplicación de adhesivo de autograbado y la resina como se muestra en la figura 18.



Figura 18. Esquema de los 4 sistemas adhesivos con el método convencional y de autograbado utilizados en el estudio.

Método convencional

Transbond™ MIP 3M Unitek (lote CK2NE REF 712-021): Después de lavar con abundante agua se aplicó ácido fosfórico al 37% *Transbond™ XT (REF 712-039)* por 15 s, al concluir este tiempo se eliminó el gel con abundante agua, se secó con aire libre de humedad y aceite para obtener apariencia mate. Posteriormente se colocó una capa uniforme de adhesivo cubriendo completamente la parte grabada del diente por 3 s. Luego se aplicó una corriente suave de aire libre de humedad y aceite de 1 a 2 s y se colocaron inmediatamente los brackets con resina *Transbond XT™ Adhesive syringe promo pack (REF 712-066 LOT CQ9YA)* de 3M como se observa en el esquema de la figura 19.

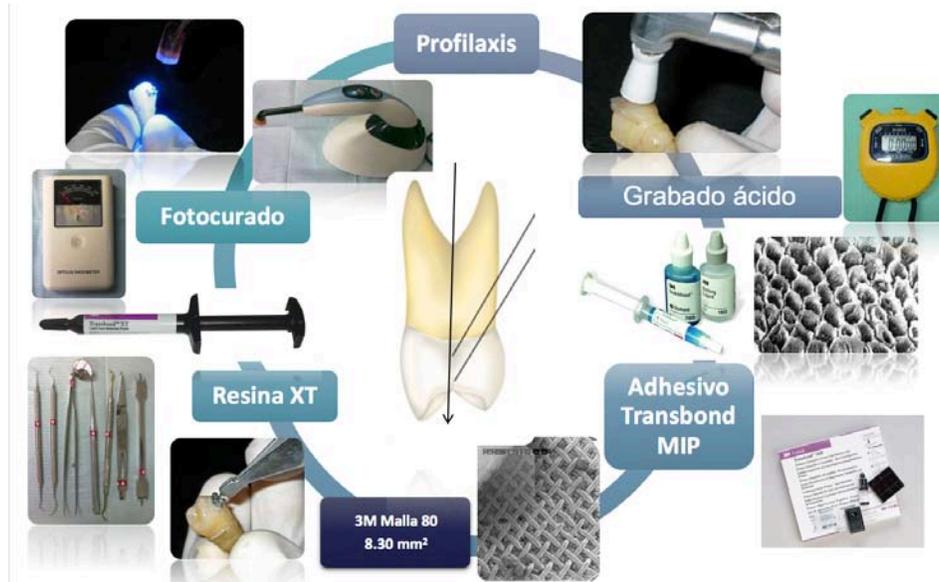


Figura 19. Esquema donde se muestra la colocación de brackets con el sistema adhesivo Transbond MIP de 3M Unitek

Enlight ORMCO: Después de lavar con abundante agua se colocó el acondicionador del sistema por 60 s, se limpió con abundante agua por 5 s, se aplicó aire libre de humedad y de aceite, posteriormente se colocó el adhesivo orto Solo XT. El bracket es colocado con la resina Enlight como se muestra en el esquema de la figura 20.

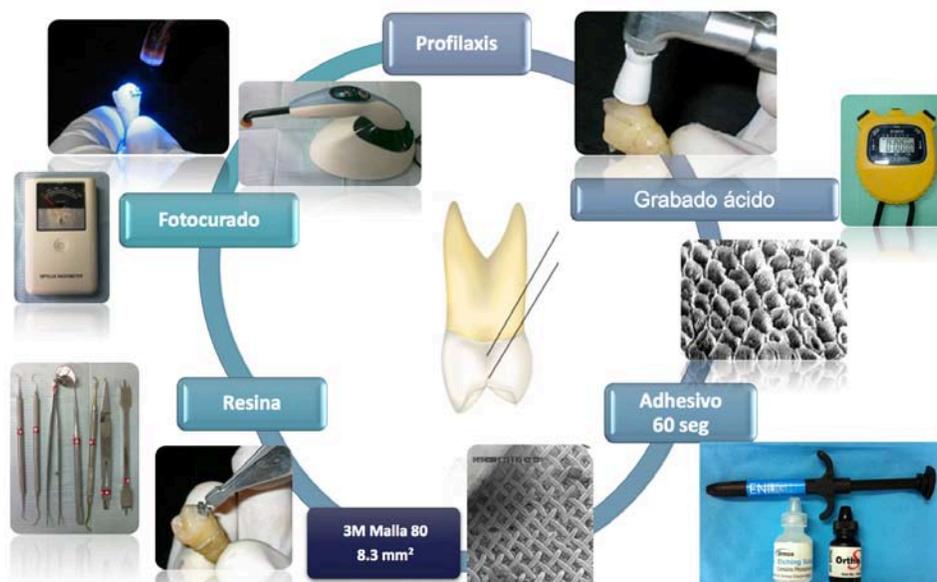


Figura 20. Esquema donde se muestra la colocación de brackets con el sistema adhesivo Enlight ORMCO

Adhesive Bonding System STYLUS Ah-kim pech (Lote N27S2C9): Después de lavar con abundante agua se colocó ácido fosfórico al 38% por 30 s, se limpió con abundante agua por 10 s para detener el proceso de grabado ácido y quitar las partículas desmineralizadas. El área grabada debe estar blanco escarchado, si no, se volverá a grabar por 20 s más, se aplicó una capa uniforme y fina de sellador al esmalte grabado con un cepillo, y resina fotocurable Stylus como se muestra en el esquema de la figura 21.



Figura 21. Esquema donde se muestra la colocación de brackets con el sistema adhesivo Stylus de Ah-kim pech

Método de autograbado

Transbond™ Plus Self etching primer 3M Unitek (Lote 463878D REF 712-091): Se frotó el adhesivo en el esmalte mientras se aplicó algo de presión durante un mínimo de 3 a 5 s con microbrush en cada diente y posteriormente se utilizó aire libre de humedad de 1 a 2 s, posteriormente se colocaron los brackets con resina Transbond XT™ Adhesive syringe promo pack (REF 712-066 LOT CQ9YA) de 3M como se observa en el esquema de la figura 22.

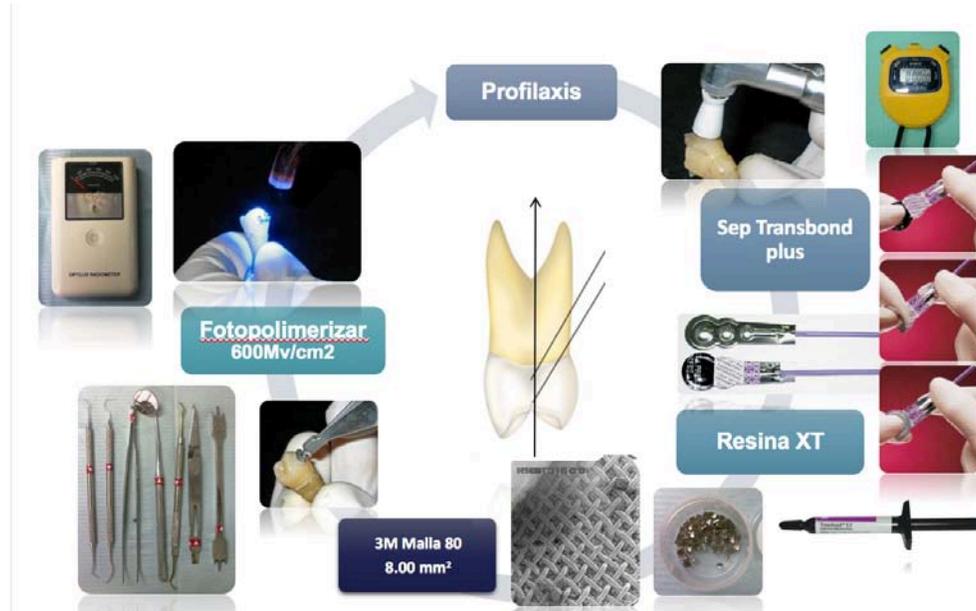


Figura 22. Esquema donde se muestra la colocación de brackets con el sistema adhesivo Transbond Plus Self etching primer 3M Unitek

Brackets utilizados.

Brackets para premolares de acero inoxidable (3M Unitek™ Gemini Metal Brackets 0.022 (0.56 mm) MBTTM Rx, Cuspid hooks, 0° Torque Cuspids 3M Unitek, USA, Lote 500175, REF 119-735). El área de la base de la malla del bracket es de 8.3 mm^2

Colocación y fotopolimerización.

Se colocaron brackets metálicos ortodónticos (MBT 0.022 de 3M), con pinzas porta bracket de cementado directo (MASEL 4150-921) con ayuda de posicionador (Calibre Boone MASEL 4000-900), se llevó a su posición en el centro de la corona de los dientes presionando, se retiraron los excedentes de resina, se fotopolimerizó por 20 s con lámpara alámbrica LED (Bluephase C5 Ivoclar vivadent clinical USA, ser. No. 1651190, 100-240 V AC, 50-60 Hz) 10 s por mesial y 10 s por distal.

Montaje de muestras para ensayo de resistencia al desprendimiento.

Cada diente fue montado en una resina acrílica en el centro del molde con la ayuda de un alambre 0.022 en cruz para que siempre se mantenga el mismo eje longitudinal la cizalla del ensayo y se almacenaron en agua bidestilada a $37 \text{ }^\circ\text{C}$.

Ensayo de resistencia al desprendimiento.

La prueba se realizó después de 24 h de la colocación de los brackets en una máquina universal de pruebas mecánicas Instron modelo 5567 con una velocidad de carga de



1mm/min como se muestra en la figura 23 la cizalla sobre la base del bracket. Se obtuvo un registro de los valores de cada una de las muestras en MPa. Una vez que se desprendió el bracket del diente, este se almacenó con su respectiva muestra. Para que las muestras y brackets desprendidos no se deshidrataran fueron nuevamente introducidos a la cámara de ambientación a 37 °C en agua desionizada, hasta realizar las observaciones en SEM.



Figura 23. Esquema del ensayo de resistencia al desprendimiento donde pueden observar la cizalla durante el ensayo.

Índice de Adhesivo Remanente de Årtun y Bergland.

Årtun y Bergland⁷⁴ Implementaron el índice ARI para evaluar la cantidad de adhesivo remanente sobre el diente después del desprendimiento y determinar el sitio donde ocurría la falla de adhesión. Ellos utilizaron ácido fosfórico al 37% grabando por 60 s y midieron el índice clínicamente obteniendo en la mayoría de las muestras un valor de 2, es decir más de la mitad de adhesivo remanente sobre el diente. Asimismo utilizaron el método convencional que consta de ácido fosfórico, adhesivo y resina, en este trabajo se utilizó un sistema de 2 pasos que consta de adhesivo de autograbado y resina, el cual de acuerdo a las instrucciones del fabricante se aplica de 3 a 5 s, directamente en pacientes, utilizaron brackets estándar edgewise.

Las superficies de los dientes fueron examinadas con un microscopio óptico a 32X (Carl Zeis, Intel. China) para determinar la ubicación de la interfase, usando un índice de adhesivo remanente. La escala ARI tiene un intervalo de 0 a 3 como se muestra en la figura 24, el valor 0 se presenta adhesivo remanente en el esmalte, 1 menos del 50% de adhesivo remanente en el esmalte, 2 más del 50% de adhesivo remanente en el esmalte y 3 el 100% de adhesivo remanente en el esmalte.

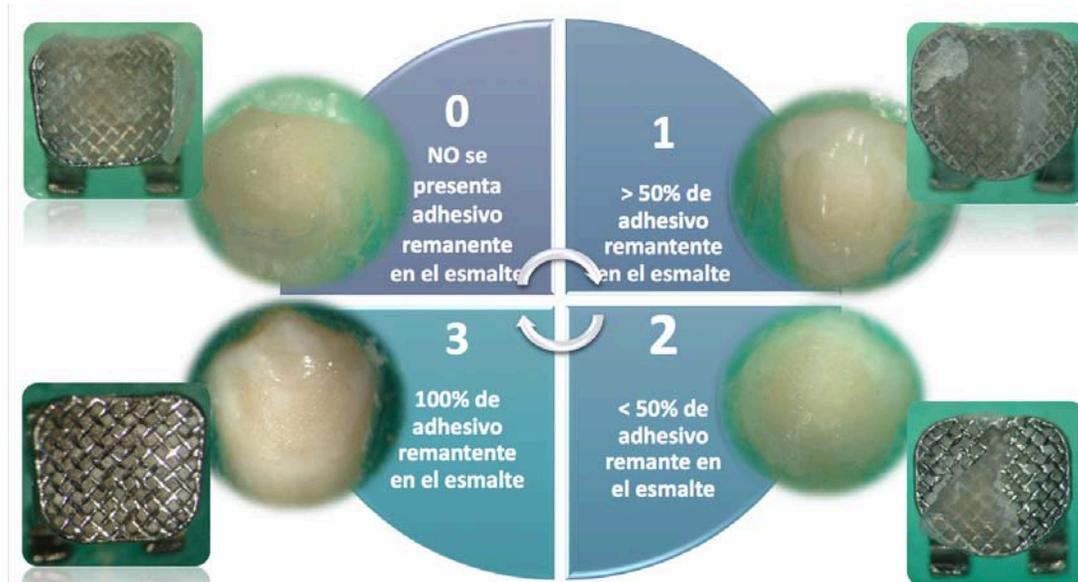


Figura 24. Esquema del índice ARI de Ártun y Bergland sobre el esmalte donde podemos observar los valores de 0, 1, 2 y 3 y las mallas de los brackets correspondientes para cada valor.

Observaciones en SEM.

Una vez desprendidos se observaron los brackets a 35x para evaluar los daños ocasionados en los prismas del esmalte y en las muestras donde se observó pérdida de estructura se observaron los dientes para ver el tipo de pérdida a diferentes aumentos.

Observaciones de interfases.

Se utilizaron 8 dientes, se realizó profilaxis y se colocaron 2 muestras con cada uno de los 4 sistemas adhesivos, una vez adheridos los brackets de acuerdo a las instrucciones del fabricante se colocaron en acrílico y después se procedió a realizar cortes con una máquina recortadora CUTO 1JEAT WIRTIZ, a 2000 revoluciones 1.5 mm/min. Se realizó un corte longitudinal de espesores de 3 – 4 mm. Se procedió a realizar pulido a espejo con lijas de agua de diferentes granos (600, 1200, 1500, 2000 y 4000) y se pulieron con un paño y alúmina. Se colocaron los cortes en baño ultrasónico a 3 tiempos de 5 min cada uno. Las muestras se analizaron por SEM, se realizaron 10 mediciones de la interfase de la base de la malla y 10 de las varillas que la forman.

Pérdida de esmalte y resina.

Las imágenes obtenidas en SEM se procesaron con el programa AutoCAD y se midieron áreas de esmalte perdido como se muestra en la figura 25 donde podemos observar en color naranja el contorno de la base del bracket, el área de metal libre de resina, la cantidad de esmalte perdido y la resina adherida a la base del bracket.



Figura 25. Esquema de las imágenes de microscopía electrónica de barrido de la malla del bracket procesadas en AutoCAD

Recolección de datos.

La información registrada se capturó en base de datos (EPIDATA) y se analizó con paquete estadístico SPSS V13, para saber si existe influencia de los elementos químicos en la pérdida de esmalte dental.

Análisis estadístico.

Se realizó de acuerdo a cada variable un análisis descriptivo, calculando medidas de tendencia central y medidas de dispersión. Posteriormente se realizó un análisis bivariado entre las variables de interés. Se realizó un análisis de varianza (ANOVA) para buscar diferencias entre los grupos y donde se encontró se realizaron pruebas de comparación múltiples.

Recursos humanos, materiales y financieros.

Un alumno de doctorado, los dientes fueron donados por la clínica de cirugía maxilofacial de la DEPeI, las sesiones de microscopía en SEM y AFM para la toma de imágenes, los análisis de espectroscopia EDS y la espectroscopia Raman, fueron realizados en el Instituto de Física de la UNAM.

Material empleado

- ✓ 30 primeros premolares.
- ✓ Agua desionizada. Hytcel de México SA de C.V. lote 71085
- ✓ Cámara de refrigeración a 4 °C



- ✓ Pómez y copas de hule para profilaxis
- ✓ Disco de diamante de doble luz ATK
- ✓ Recortadora Cuto 1. Jean Wistz made in Germany
- ✓ Evaporadora de oro Anatech LTD. Alexandria V.A.
- ✓ Porta muestras de aluminio para SEM elaborados en el taller de IFUNAM
- ✓ Marcador indeleble
- ✓ Aire comprimido
- ✓ Cinta de carbón SPI. USA
- ✓ Adhesivo de autograbado Transbond Plus SEP (self-etching primer (SEP) 3M Unitek Transbond Plus Self Etching)
- ✓ Brackets metálicos ortodónticos Roth .022de GAC
- ✓ Pinzas porta bracket de cementado directo MASEL 4150-921
- ✓ Posicionador Calibre Boone MASEL 4000-900
- ✓ Resina Transbond XT® Light Cure Adhesive Paste 3M Unitek, USA) Resina fotocurable para brackets
- ✓ Microbrush
- ✓ Lámpara alámbrica de resina LED (Bluephase C5 Ivoclar vivadent clinical USA, ser. No. 1651190, 100-240 V AC, 50-60 Hz)
- ✓ Lentes de protección transparente y UV
- ✓ Guantes, Cubreboca
- ✓ Plastilina, Vaselina
- ✓ Resina acrílica para ortodoncia Pro-dent y monómero autocurable NicTon
- ✓ Alambre .022 x .022 856-002 American Orthodontics
- ✓ Módulos elásticos American Orthodontics 854-452
- ✓ Explorador y cucharilla de dentina
- ✓ Pinzas Mathieu 010-772 American Orthodontics
- ✓ Pinzas de corte 007-001E American Orthodontics
- ✓ Recipientes para conservar las muestras
- ✓ Cámara de ambientación a 37 °C (Felisa, Guadalajara , México)
- ✓ Máquina Universal de pruebas Instron modelo 5567 Canton, Massachussets USA).
- ✓ Microscopio Óptico (Carl Zeis, Intel. China)
- ✓ Microscopio electrónico de barrido de bajo vacío JEOL, JSM-5600 LV. Resolución 3 nm.
- ✓ Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo JEOL, JSM7800FEG. Resolución 0.7 nm.
- ✓ Cronómetro (Hanhart sprint, Hong Kong)
- ✓ Anillos de aluminio de 2.5 cm de diámetro interno y 1 cm de altura
- ✓ Radiómetro (Demetron USA)
- ✓ Software AutoCAD, EPIDATA, SPSS V13

Resultados

SEM de los brackets.

Se observaron por SEM, 8 de los 40 brackets que se compraron para el proyecto, con la finalidad de analizar su estructura y verificar si existían defectos en la malla o la unión de los “slots” que pudieran afectar la resistencia al desprendimiento como se observa en la figura 26 donde en la imagen 26A podemos observar la malla sencilla de la base del bracket, en la imagen 26B observamos el bracket visto de frente y la figura 26C se observa una vista lateral del bracket donde se aprecian las aletas y el slot del bracket.



Figura 26. Observación en SEM a 25x de bracket Gemini de 3M, donde podemos observar A) malla sencilla del bracket, no se presentan defectos, B) bracket visto de frente donde podemos observar que no se presentan defectos, C) bracket en vista lateral donde podemos observar la soldadura de unión.

En la figura 27 podemos observar en la imagen 27A la aleación de metal pulverizada sobre la base, en la figura 27B la base de aluminio con una configuración diagonal de la malla y algunas mediciones que se realizaron para observar la regularidad de las varillas y en la imagen 27C se observa la unión de las aletas a la malla.

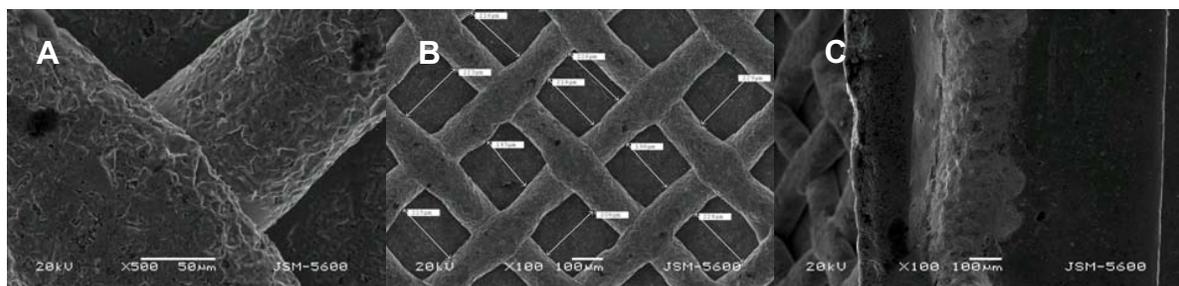


Figura 27. Imágenes obtenidas por SEM. A) 500x se observa la aleación de metal pulverizada sobre la base. B) 100x se observa la base de aluminio con una configuración diagonal y C) unión de las aletas a la malla.

SEM de las resinas utilizadas.

Se tomo una muestra de las 3 resinas a utilizadas en el estudio (Transbond XT, Enlight, y STYLUS) para observar el aspecto de la resina a diferentes aumentos, donde el tamaño de partícula como se muestra en la figura 28 varia, siendo mas regular en la resina Enlight y mas irregular en la resina STYLUS.

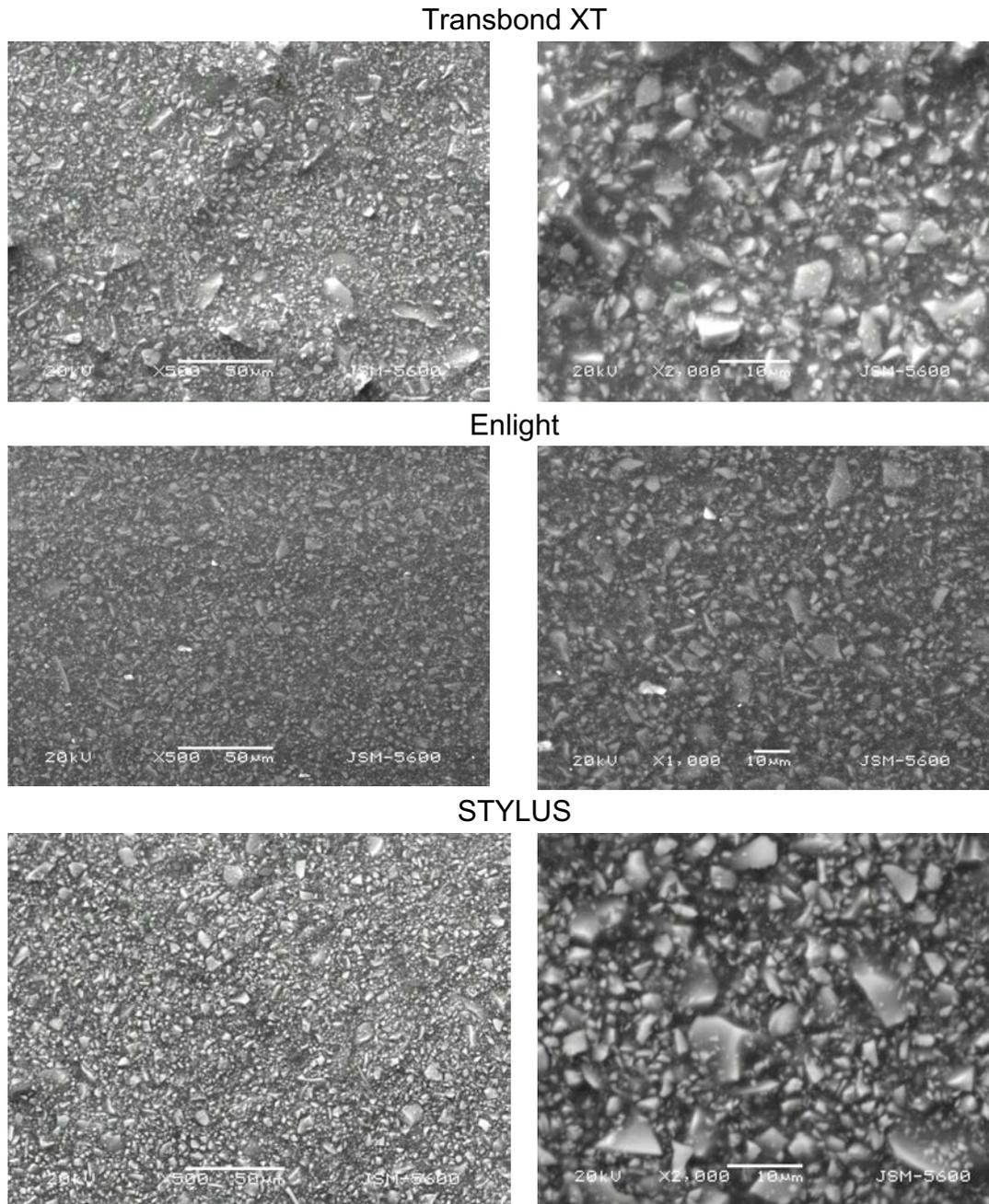


Figura 28. Imágenes obtenidas por SEM a 500x y 2000x donde se puede observar la resina Transbond XT, Enlight y Stylus.

Observación inicial de la superficie vestibular mediante SEM

Se formaron 4 grupos de 5 premolares. Los dientes se asearon, se pulieron con pómez y copas de hule para profilaxis durante 10 s, se enjuagaron y se limpiaron, posteriormente se marcó la corona clínica con tinta permanente la cara vestibular longitudinal y mesiodistalmente, sin tocar el área donde se colocó el bracket y se tomaron 4 fotografías en SEM a 35x en el modo de bajo vacío

En la figura 29A se muestra un premolar con las marcas mesial, distal, cervical e incisal con tinta permanente para ser tomadas como referencia en el microscopio electrónico, también podemos observar las 4 fotografías a 35x y la unión de todas. Al evaluar mediante SEM la superficie del esmalte dental, en un inicio este tiene un aspecto intacto y podemos observar una superficie lisa. En la figura 29B podemos observar a mayor aumento periquematis marcadas con una estrella y líneas de imbricación en la superficie vestibular del esmalte marcadas con una flecha.

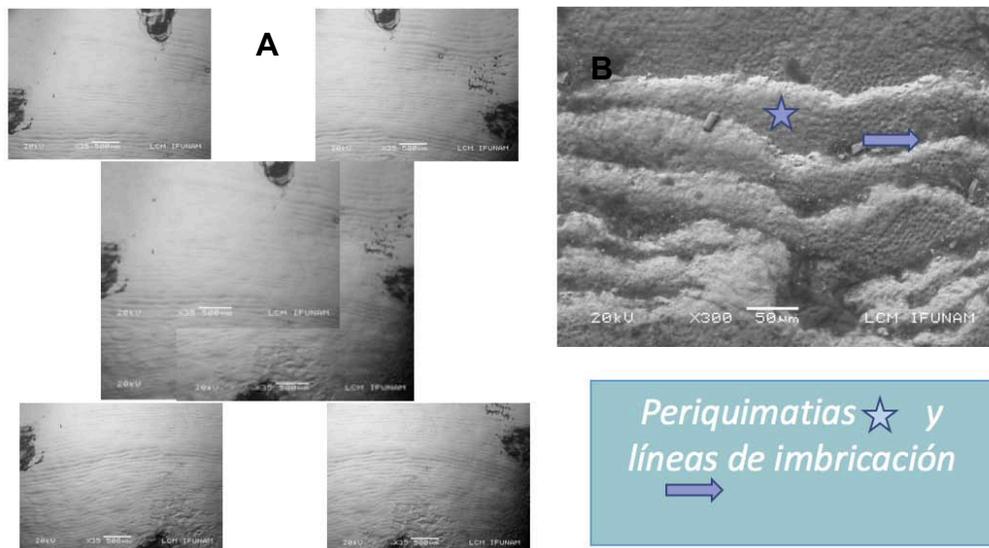


Figura 29. A) Marcas de referencia, y B) imagen donde podemos observa periquematis ☆ y líneas de imbricación ⇔

Análisis por EDS la relación Ca/P y Espectroscopia μ -Raman.

Se colocó un punto de referencia con marcador indeleble en la parte superior derecha para tomar los análisis EDS de la relación Ca/P a 250x y μ -Raman en el mismo sitio. En la figura 30 se muestra en 30B un análisis realizados por EDS donde se toma la relación Ca/P. En la figura 30A podemos observar la unión de las 4 imágenes de la cara vestibular así como las marcas de referencia y en la figura 30C se muestra el punto de referencias donde se tomo en la parte inferior el análisis EDS y μ -Raman.

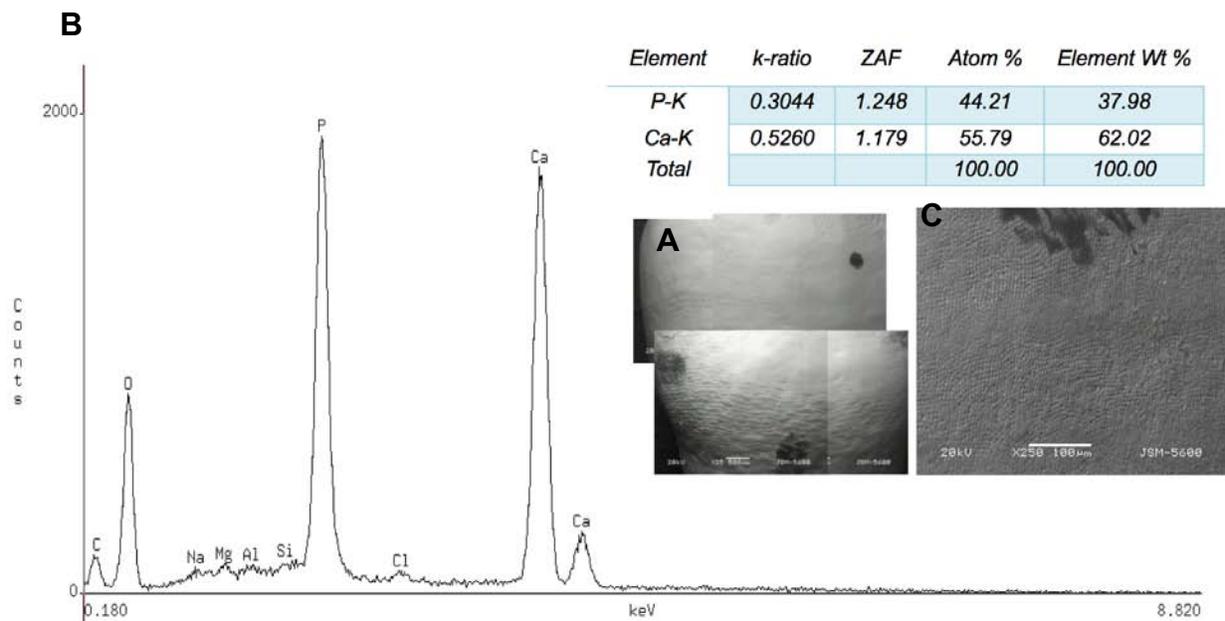


Figura 30. A) imagen en SEM inicial donde se observa la marca de referencia para análisis EDS y esmalte intacto. B) Análisis EDS donde se cuantifica el promedio de la relación Ca/P que coincide con valores reportados en la literatura. C) imagen en SEM a 250x donde se observa la marca de referencia.



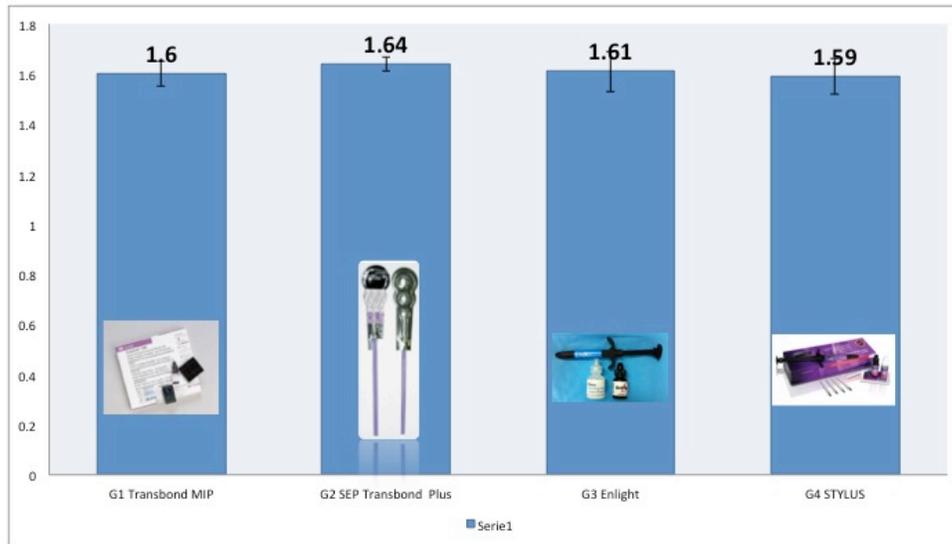
En la tabla 2 se muestran los valores obtenidos por EDS de la relación Ca/P para cada uno de los 20 dientes divididos en grupos de 5 c/u, en los 4 sistemas adhesivos (Transbond MIP, Transbond Plus SEP, Enlight, *STYLUS*).

Tabla 2.- Valores de Ca y P de EDS

G1: Transbond MIP					
	G1-M1	G1-M2	G1-M3	G1-M4	G1-M5
P	38.61	37.79	38.84	37.24	39.02
Ca	61.39	62.21	61.16	62.76	60.98
G2: Transbond Plus SEP					
	G2-M1	G2-M2	G2-M3	G2-M4	G2-M5
P	37.91	37.71	39.02	37.96	38.29
Ca	62.09	62.29	60.98	62.04	61.75
G3: Enlight					
	G3-M1	G3-M2	G3-M3	G3-M4	G3-M5
P	36.71	37.54	36.94	39.64	38.46
Ca	63.29	62.46	63.06	60.36	61.54
G4: <i>STYLUS</i>					
	G4-M1	G4-M2	G4-M3	G4-M4	G4-M5
P	38.70	36.83	38.39	40.06	38.30
Ca	61.30	63.17	61.61	59.94	61.70



En la figura 31 se muestra una grafica de barras de los promedios de los 20 dientes divididos en 4 grupos de 5 dientes c/u utilizados con los 4 sistemas adhesivos (Transbond MIP, Transbond Plus SEP, Enlight, *STYLUS*) para medir la relación Ca/P, donde el promedio para Transbond MIP fue de $G1=1.6 \pm .05$, el promedio para Transbond Plus SEP fue de $G2=1.64 \pm .03$, el promedio para el grupo Enlight fue de $G3=1.61 \pm .08$ y el promedio para *STYLUS* fue de $G4=1.59 \pm .07$.



Prueba de Kruskal-Wallis $p=.686$ $p<0.05$

Figura 31. Relación Ca/P donde podemos observar los 4 grupos y su valor

Con μ -Raman se obtuvieron espectros con bandas características de la hidroxiapatita. En la figura 32A se observa una imagen del punto de referencia donde se tomó el espectro μ -Raman por vestibular del diente, en la figura 32B se observa un espectro μ -Raman donde se observan las bandas características de la hidroxiapatita en 430, 580 y 960 cm^{-1} . En la figura 32C se observa el espectro de la base de datos RRUFF de bandas características de hidroxiapatita.

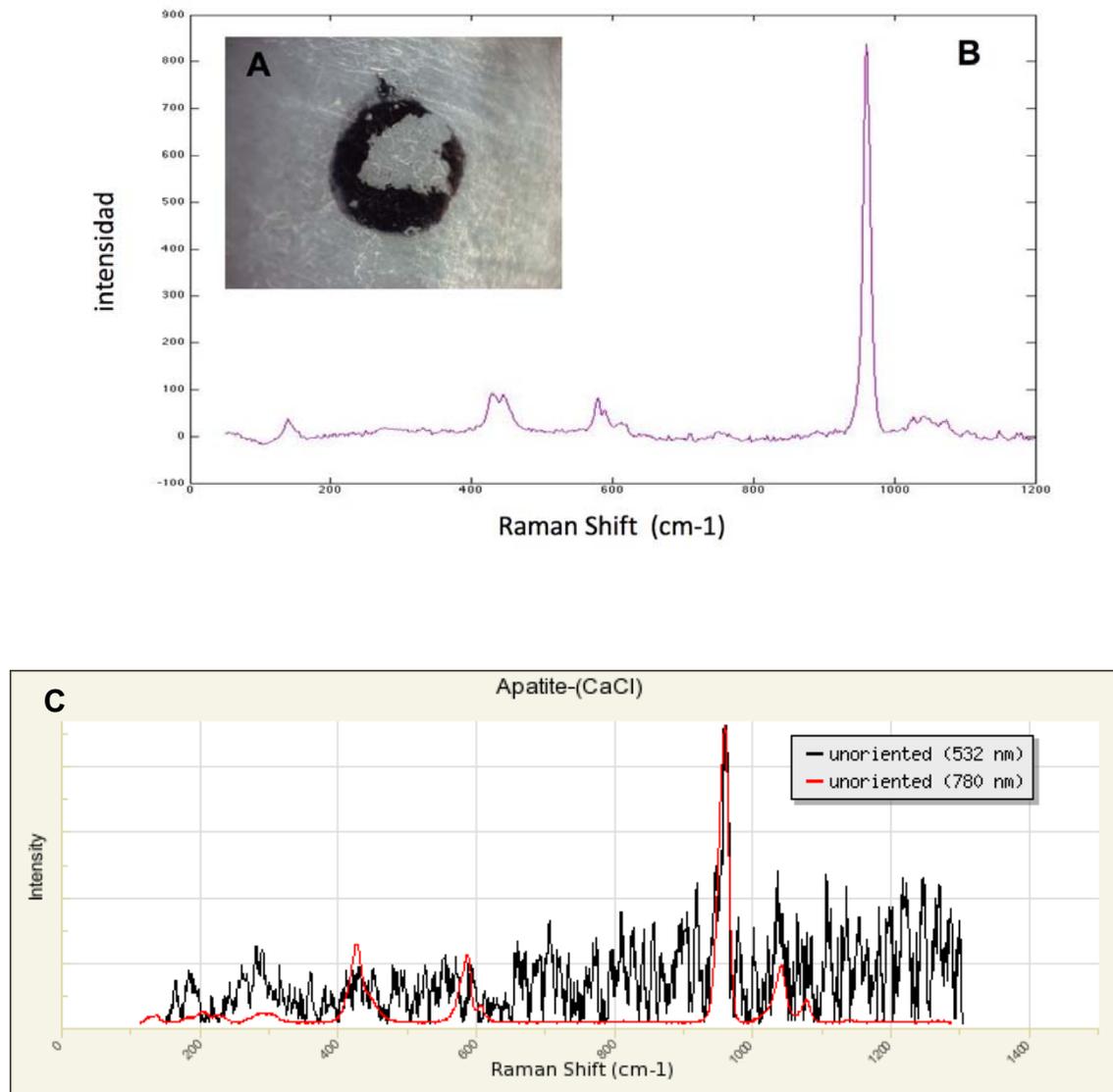


Figura 32. A) Punto que se tomó como referencia en los análisis de μ -Raman. B) Espectro μ -Raman del esmalte dental, donde se pueden observar bandas características de la hidroxiapatita y C) Espectro de la base de datos RRUFF de bandas características de hidroxiapatita.



En la figura 33 se observan en todos los análisis μ -Raman (20 análisis) por vestibular del dientes, donde en todos los casos se observan las bandas características de la hidroxiapatita en 430, 580 y 960 cm^{-1} .

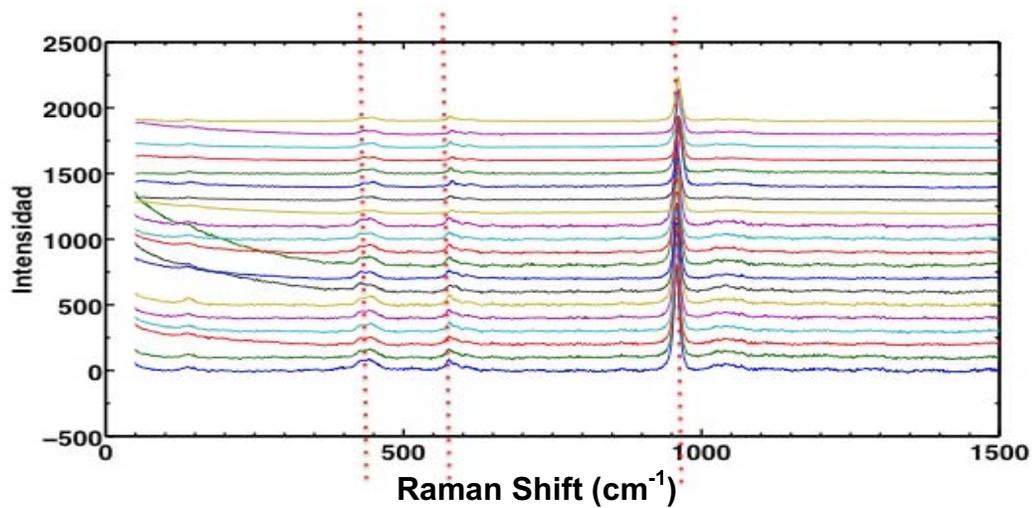


Figura 33. Espectro μ -Raman del esmalte dental, donde se pueden observar bandas características de la hidroxiapatita marcadas con líneas punteadas en rojo 430, 580 y 960 cm^{-1}

Ensayo de resistencia al desprendimiento.

En la figura 34 se presentan las 20 muestras con los brackets a 24 horas de su colocación en grupos de 5 dientes utilizados con los 4 sistemas adhesivos; Transbond MIP en color lila, Transbond Plus SEP en color morado, Enlight en color amarillo y STYLUS en color rosa antes del ensayo de resistencia al desprendimiento.



Figura 34. Imagen donde se observan las muestras incluidas en acrílico para el ensayo de resistencia al desprendimiento.



En la figura 35 se muestra el total de los 20 brackets una vez efectuado el ensayo de resistencia al desprendimiento, así como su valor individual en MPa, donde podemos observar además aquellos brackets donde se presentó pérdida de esmalte dental.

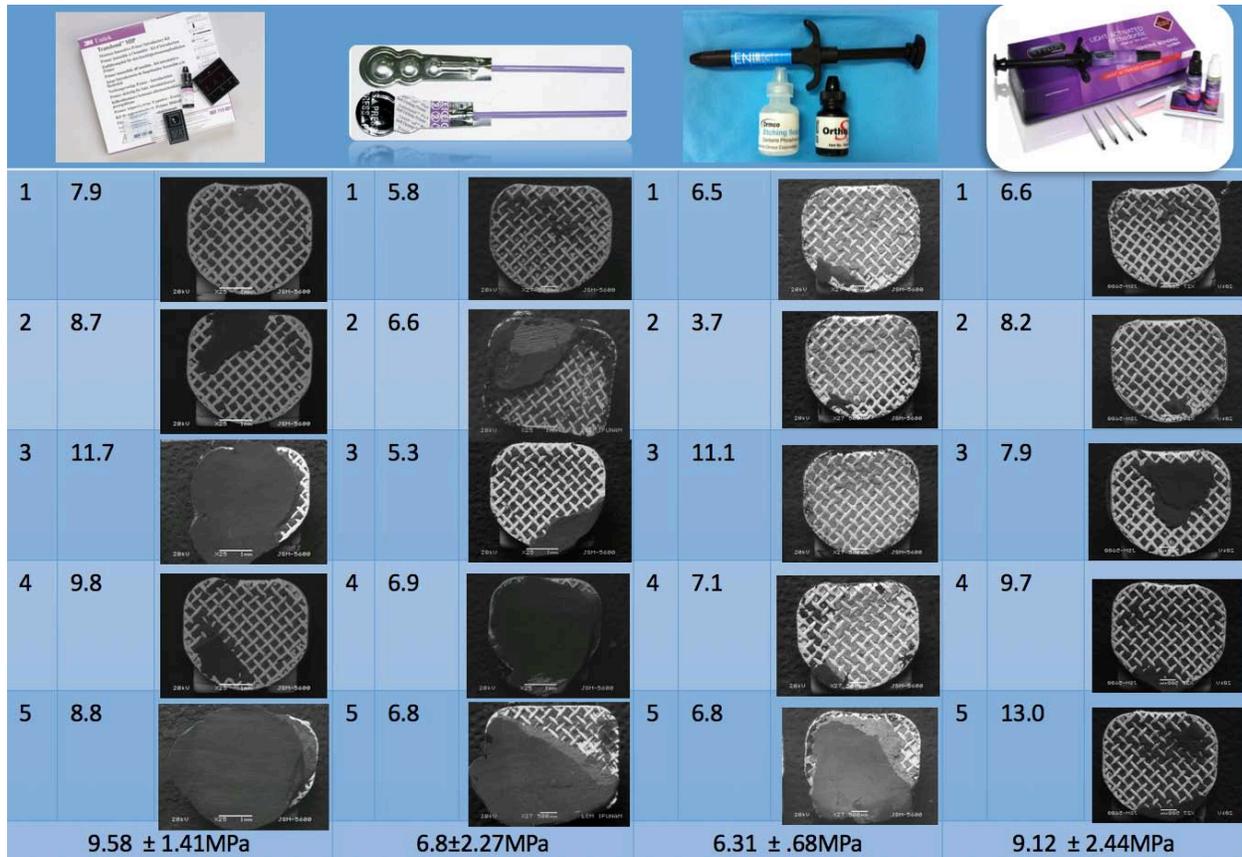
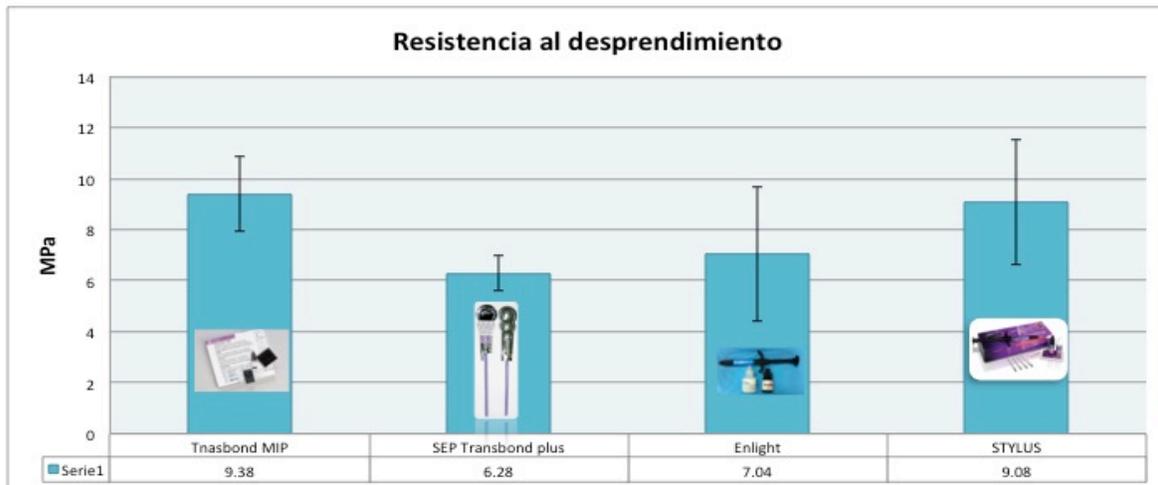


Figura 35. Gráfico de la distribución de valores de resistencia al desprendimiento, promedio y desviación estándar del total de muestras y sus sistemas adhesivos.



En la figura 36 se muestran los resultados del el ensayo de resistencia al desprendimiento donde se aprecia que para para Transbond Plus SEP, se obtuvo un valor promedio de $6.28 \pm .69$ MPa, para Transbond MIP el valor promedio fue de 9.38 ± 1.46 MPa, para Enlight 7.04 ± 2.64 MPa y para Stylus se obtuvo un valor promedio de $9.08 \pm .245$ MPa. El menor valor lo presento el adhesivo Transbond Plus SEP y el mayor valor fue para el Transbond MIP.



Prueba de Kruskal-Wallis $p=.031$, $p<0.05$
Prueba de Mann-Whitney

Figura 36. Valores de ensayo de resistencia al desprendimiento e imágenes e SEM de todos los brackets desprendidos donde podemos observar que solo se presentó pérdida de esmalte dental en el G1 Transbond Plus SEP en una de las muestras y en G2 Transbond MIP en una sola muestra.

Por otro lado en la tabla 3 se muestra la prueba de Kruskal Walis $p<0.005$ para Transbond MIP vs Transbond Plus SEP y Transbond Plus SEP vs STYLUS

Tabla 3. Prueba de Kruskal Walis

RESISTENCIA AL DESPRENDIMIENTO	
Prueba de Kruskal Walis $p<0.05$	
Transbond MIP vs Transbond Plus SEP	$p<0.05$
Transbond Plus SEP vs STYLUS	$p<0.05$
	$p<0.005$

En la figura 37 se observa la base del bracket una vez desprendido, donde, en 37A se observa la base del bracket cubierta casi en su totalidad por resina, así como en la parte inferior se observa pérdida de esmalte sobre la resina. En la figura 37B se observa a un mayor aumento el esmalte perdido así como la irregularidad de la pérdida. En la figura 37C se observa la estructura de los prismas en diferentes orientaciones características y en la figura 37D se observa en un mayor aumento la estructura característica del prisma de ojo de cerradura

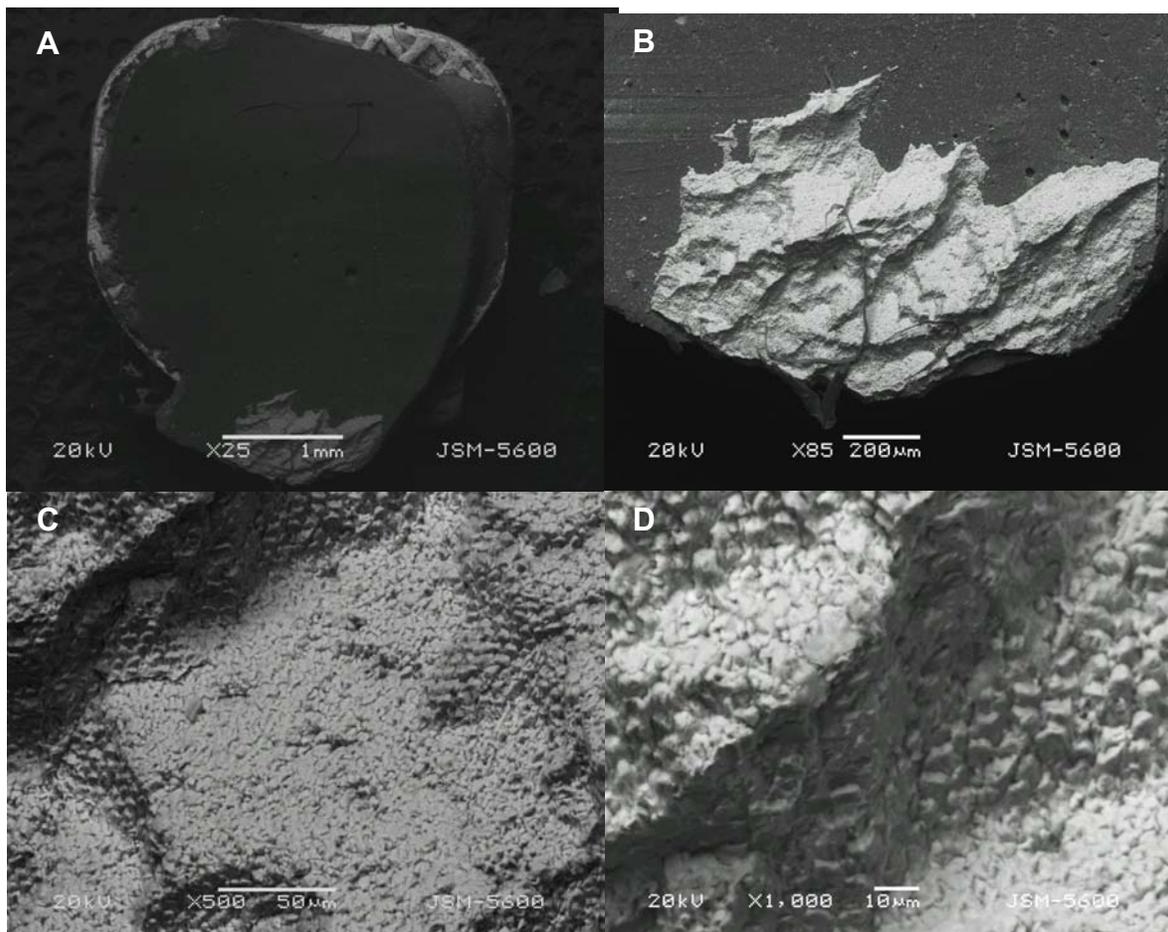


Figura 37. Imágenes en SEM a diferentes aumentos de uno de los brackets desprendidos donde se presentó pérdida con Transbond Plus SEP de esmalte dental en uno de los brackets. A) imagen a 25X de la base del bracket, b) imagen a 85X de la pérdida de esmalte, C y D) imágenes A 500X y 1000X de los prismas de esmalte perdido.

En la figura 38A se muestran las marcas de referencia para unir las 4 fotografías y obtener toda la superficie vestibular del diente donde se colocara el bracket, en la figura 38B se observa el diente una vez desprendido el bracket, donde, podemos observar la pérdida de esmalte en la parte inferior y la resina adherida al diente. En la figura 38C podemos observar la regularidad de los escalones presentes en la pérdida. En la figura

38D podemos observar la base del bracket, la resina adherida a la base del bracket en la parte superior izquierda y sobre esta el esmalte perdido de forma escalonada, en la figura 38E se observa la estructura de los prismas en ojo de cerradura así como su orientación y en la figura 38F se observa un mayor aumento de los prismas.

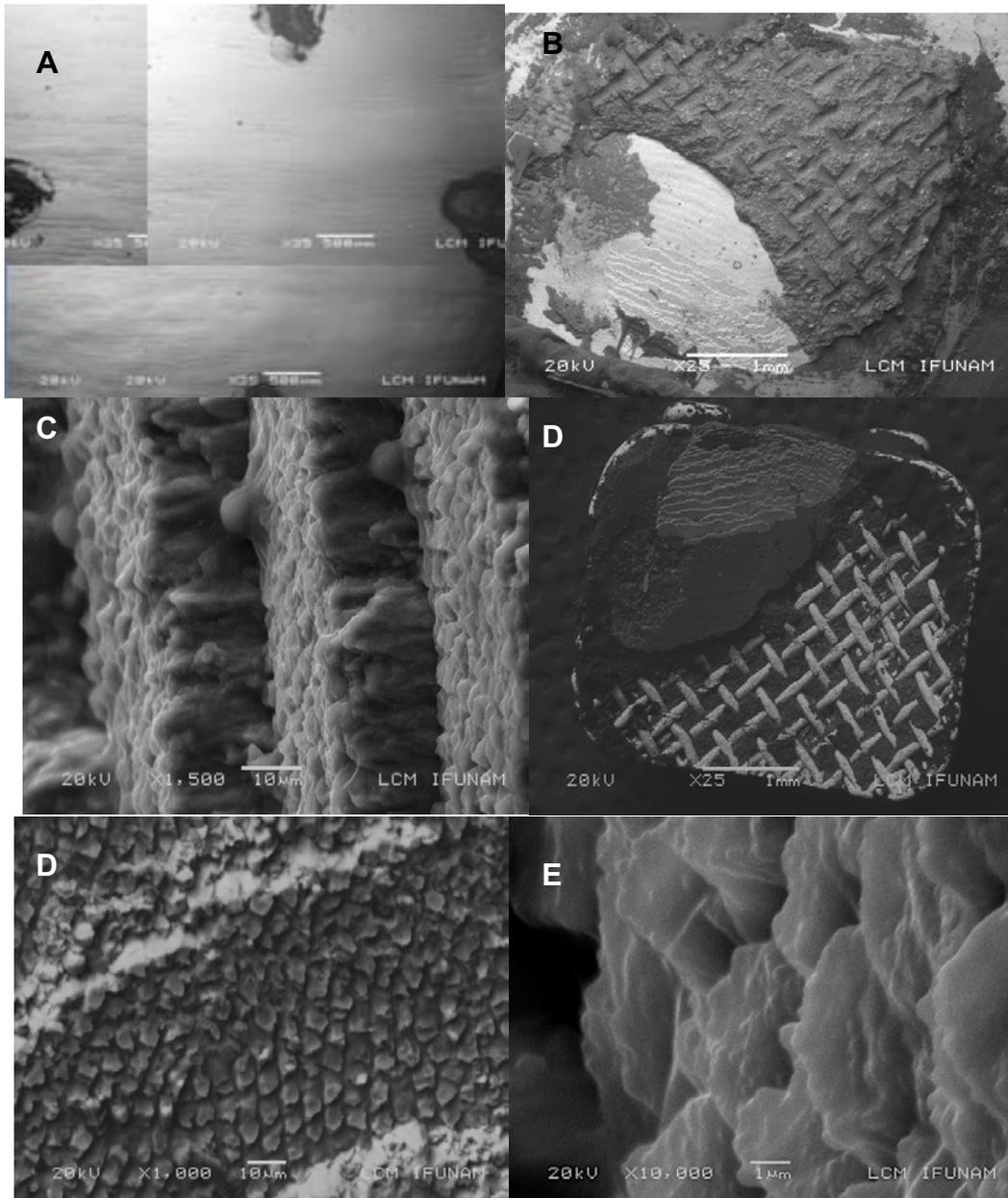


Figura 38. Imágenes en SEM a diferentes aumentos de uno de los brackets desprendidos donde se presentó pérdida con Transbond Plus SEP de esmalte dental en uno de los brackets. A) unión de las 4 imágenes a 35X, B) Diente donde se aprecia la pérdida de esmalte a 25x. C) Escalones de pérdida de esmalte a 1500X, D) Imagen a 1000X de la malla del bracket donde se observan prismas del esmalte, así como su ordenamiento y la pérdida horizontal y E) Imagen a 10000X de los prismas del esmalte

En la figura 39 se observa mediante microscopía electrónica de emisión de campo en la imagen 39A un fragmento del diente donde se aprecia la pérdida de esmalte dental y la resina adherida sobre el diente. En la figura 39B podemos observar a más detalle los escalones de la pérdida de esmalte dental y la estructura característica del prisma. En la figura 39C podemos observar a mayor aumento algunos prismas y dentro de estos los cristales de hidroxiapatita y en la figura 39D se observa en un mayor aumento algunos prismas donde se puede observar la orientación de los cristales de hidroxiapatita.

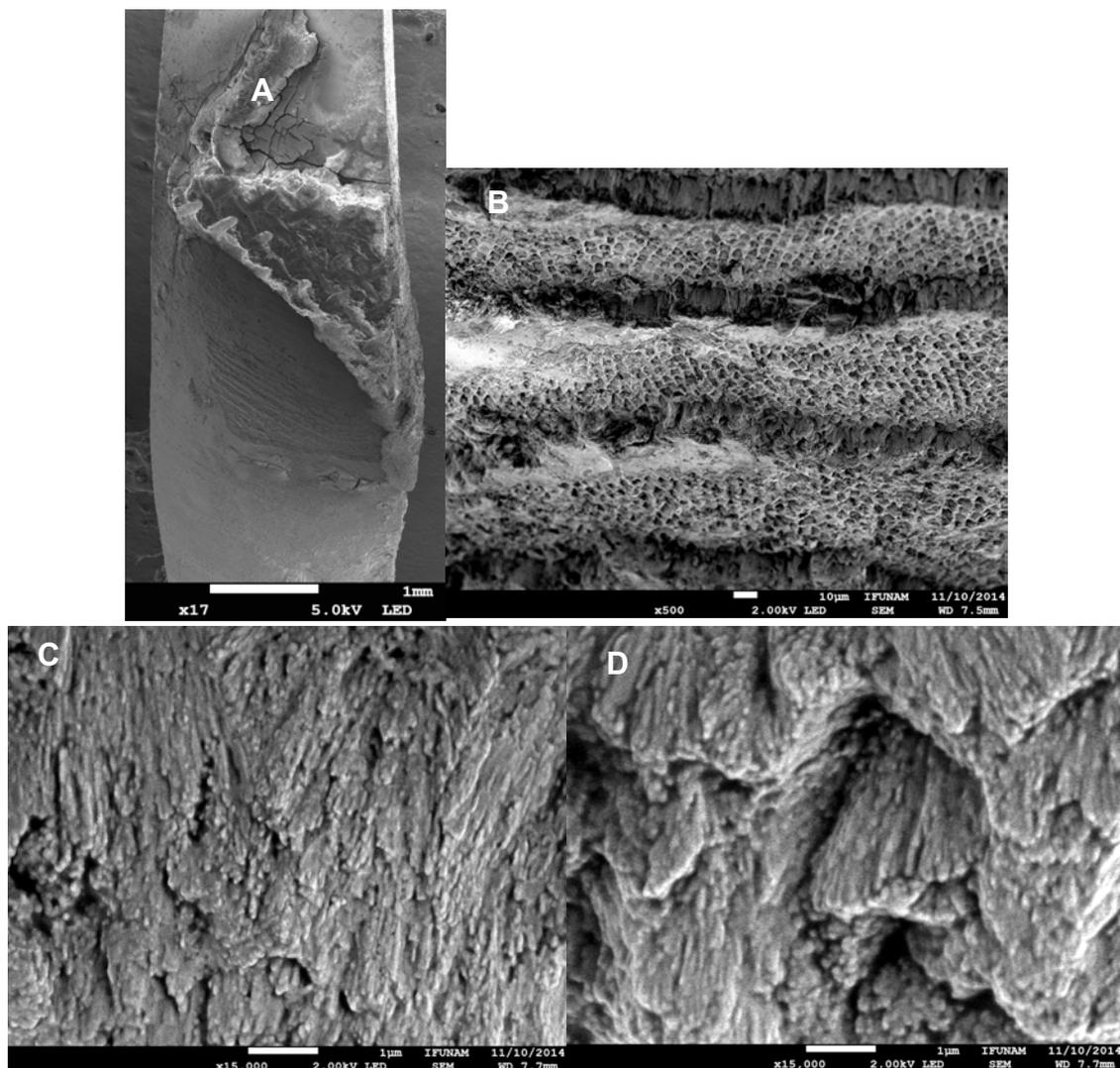


Figura 39. A) Imagen obtenida por SEM de una muestra que presentó pérdida de esmalte dental del G2 SEP Transbond plus. B) Imagen en donde se aprecia los prismas del esmalte a 500x. C y D) Imagen donde se observan los prismas del esmalte y la orientación de los cristales de HAp a 15000x

Índice ARI de Årtun y Bergland.

A continuación en la figura 40 se observa el número de muestras una vez desprendidos los brackets, su valor de índice ARI con las imágenes de los 20 dientes y los 20 brackets utilizados con los 4 sistemas adhesivos de la muestra 1 a la 5 se utilizó Transbond MIP, de la muestra 6 a la 10 se utilizó Transbond Plus SEP, de la muestra 11 a la 15 se utilizó STYUS y de la muestra 16 a la 20 se colocó Enlight

Muestra	ARI			Muestra	ARI		
1	2			11	3		
2	2			12	3		
3	1			13	3		
4	2			14	2		
5	0			15	1		
6	3			16	3		
7	2			17	3		
8	2			18	3		
9	0			19	2		
10	1			20	1		

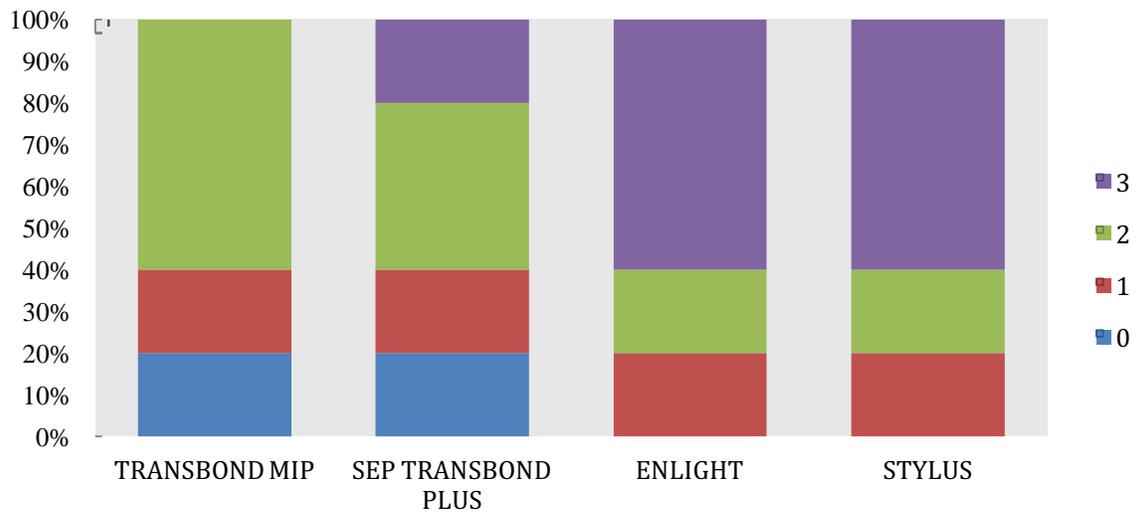
Figura 40. Tabla de valores del índice ARI.



De este modo en la figura 41 podemos observar una grafica con la distribución de los valores de índice de adhesivo remanente sobre el esmalte, donde; el G1 Transbond MIP; 3 muestras presentaron un valor de 2, 1 valor de 1 y 1 valor de 0. En el G2 Transbond Plus SEP; 2 muestras presentaron valor de 2, 1 muestra el valor 3, 1 muestra el valor de 0 y 1 muestra presentó valor 1. En el G3 Enlight; 3 muestras presentaron valor 3, 1 el valor 2 y 1 presentó valor 1. En el G4 Stylus; 3 muestras presentaron valor 3, 1 valor de 2 y 1 presentó valor 1. El valor de 0 se presenta en color azul, el valor de 1 en color rojo, el valor de 2 en color verde y el valor de 3 en color morado.

□

Índice ARI



Prueba de Kruskal-Wallis $p=.220$, $p>0.05$

Figura 41. Gráfica que muestra la distribución de las muestras y su valor de índice de adhesivo remanente

Mediciones de área mediante imágenes en SEM

Se utilizó programa AutoCAD para medir el área en mm^2 que quedó en la base del bracket tanto de resina, esmalte perdido y de metal libre de resina obteniendo como se muestra en la figura 42. En la 42A se observa la imagen en SEM para ser calibrada el área a 8.30 mm^2 , en la figura 42B se observa en color naranja las marcas del contorno del bracket, el área libre de resina, el área de resina y el área de esmalte perdido, en la figura 42C se observa en color naranja el contorno de todas las áreas medidas.

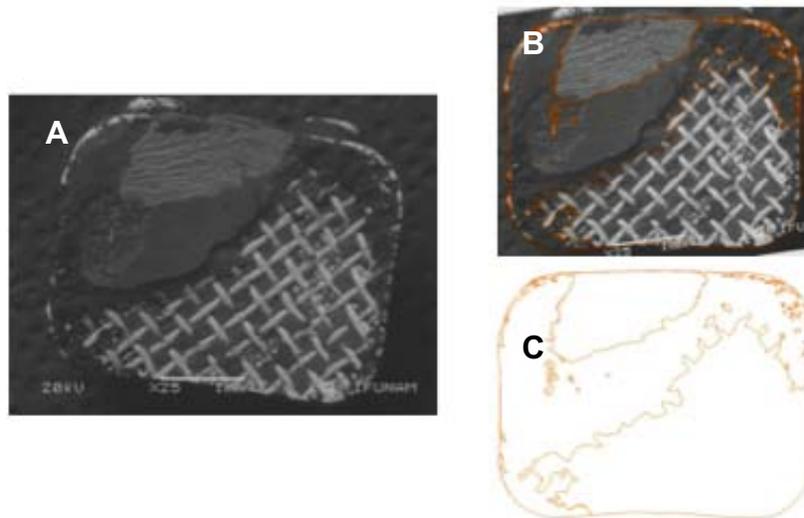


Figura 42. Imágenes procesadas en AutoCAD a) calibración de el área inicial a 8.30 mm^2 , b) medición del área de resina, de los prismas del esmalte perdido y c) esquema en blanco y naranja de la imagen del bracket.

En la figura 43 se observa una gráfica de las mediciones de la distribución del área de resina, área de metal y esmalte perdido en %.

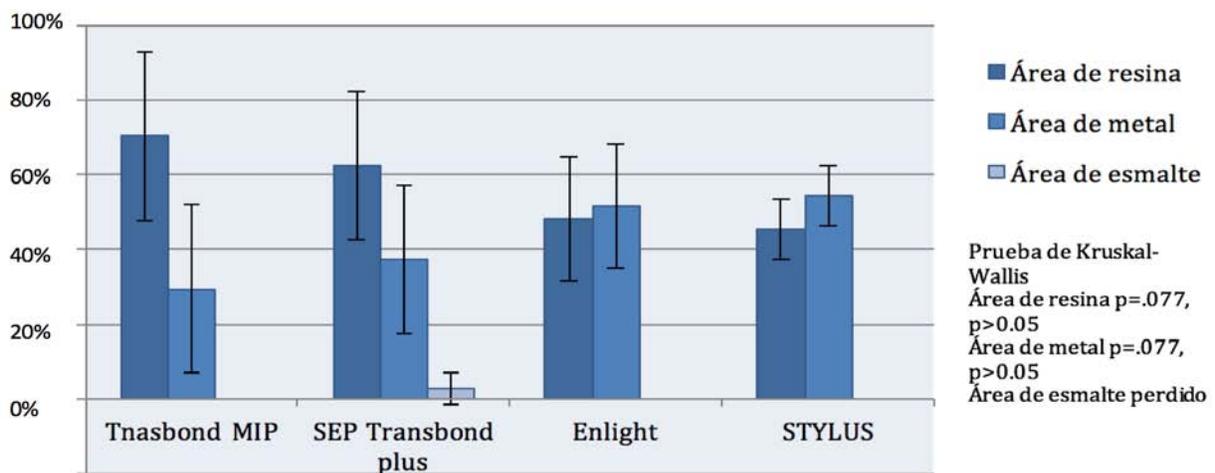


Figura 43. Gráfica que muestra la distribución del área de resina, área de metal y esmalte perdido en %.

Interfase

En 2 premolares de cada grupo se colocaron brackets con los 4 sistemas adhesivos siguiendo las instrucciones del fabricante. Siguiendo el esquema de la figura 44, en la imagen 44A se colocó una cinta sobre una loseta de cristal, en la figura 44B se fijó el diente sobre la cinta y se coloca el molde para ser llenado de acrílico, en la figura 44C-44E se colocó en acrílico el diente y el monómero hasta cubrir todo el diente. En la figura 44F se realizaron cortes longitudinales con máquina recortadora CUTO 1JEAT WIRTIZ a 2000 revoluciones 1.5 mm x min. En la figura 44G se observan los cortes longitudinales de orden de 3 a 4 mm. Se procedió a realizar pulido a espejo con lijas de agua de diferentes granos (600, 1200, 1500, 2000 y 4000) y se pulieron con un paño y alúmina. Se colocaron los cortes en baño ultrasónico a 3 tiempos de 5 min cada uno como se muestra en la figura 44H. Finalmente en la figura 44I se observa el total de las muestras. Se observaron en SEM, realizando 10 mediciones de la interfase de la base de la malla y 10 de las varillas de la malla.

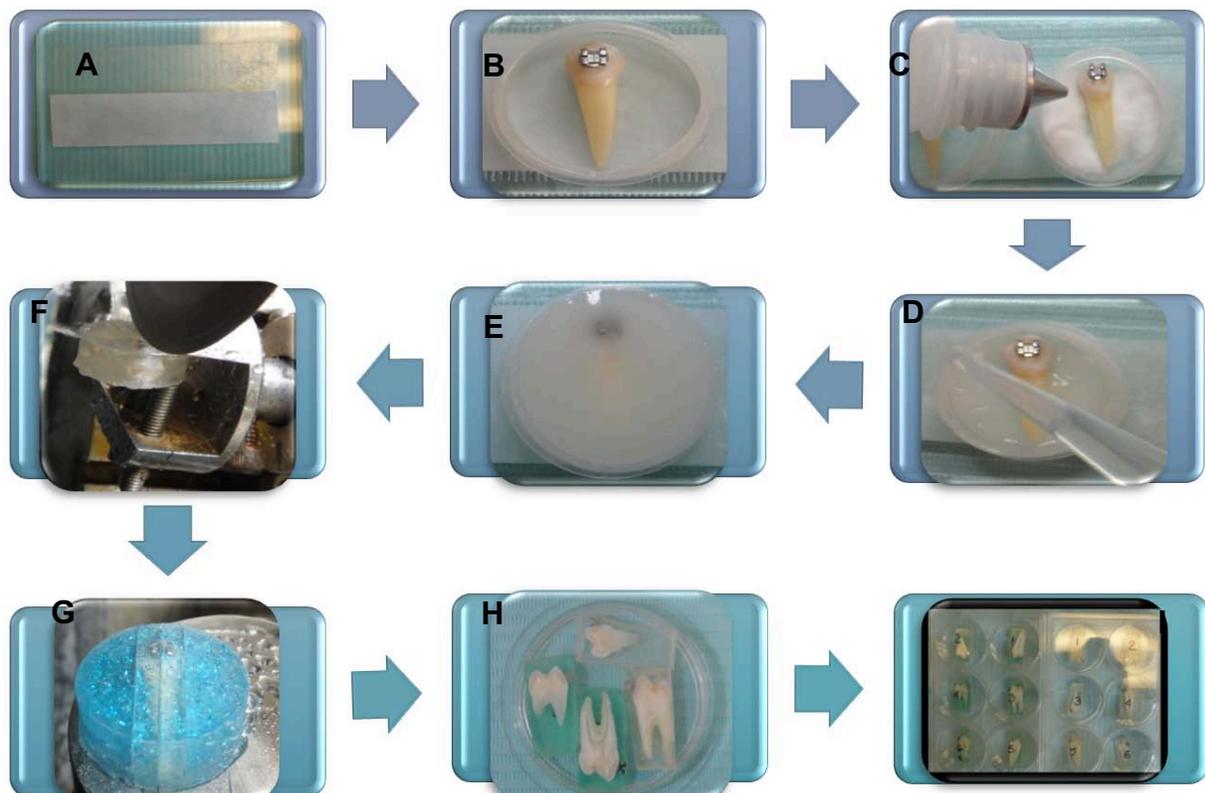


Figura 44. Procedimiento empleado para la preparación de muestras para observar interfaces, donde observamos la cinta de doble luz donde se colocara el diente y el hacedor de muestras para incluirlas en acrílico, la recortadora donde se montan las muestras para cortarlas longitudinalmente en espesores del orden de 3 a 4 mm y las muestras terminadas.

Para las observaciones en SEM se tomaron varias fotografías y después se unieron para obtener la secuencia completa de la interfase del bracket-esmalte como se muestra en la figura 45, 46, 47 y 48.

En la figura 45 se observa una muestra del G1 Transbond MIP, donde, se muestra una imagen lateral del bracket y un mayor acercamiento del diente, la interfase y las varillas de la malla del bracket, además se realizaron 10 mediciones desde la base y 10 desde las varillas en cada bracket. Se muestra regularidad en su interfase.

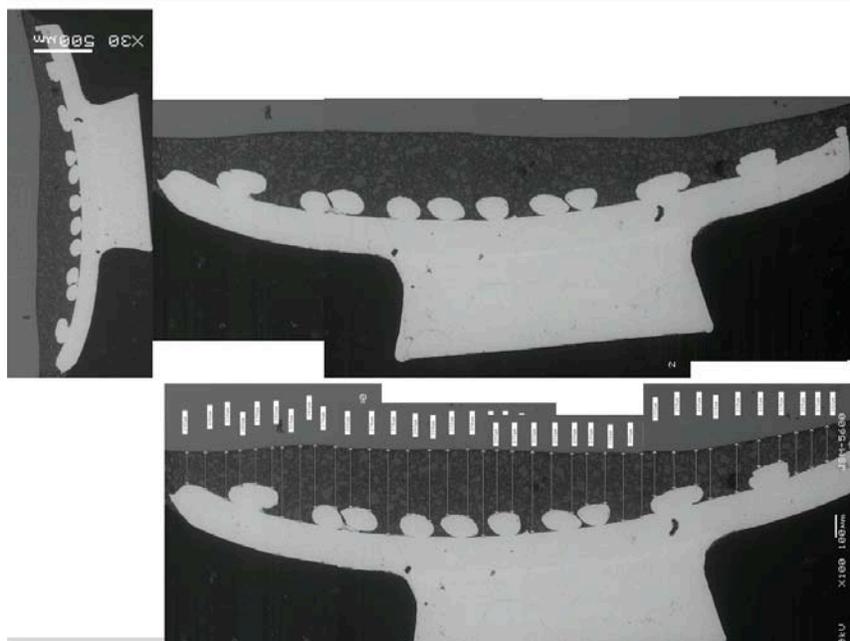


Figura 45. Imágenes en SEM de la interfase del sistema adhesivo Transbond MIP

En la figura 46 se observa una muestra del G2 Transbond Plus SEP, donde, se muestra una imagen lateral del bracket y un mayor acercamiento del diente, la interfase y las varillas de la malla del bracket, además se realizaron 10 mediciones desde la base y 10 desde las varillas en cada bracket. Se muestra regularidad en su interfase y un espesor mas delgado del adhesivo hacia el diente.

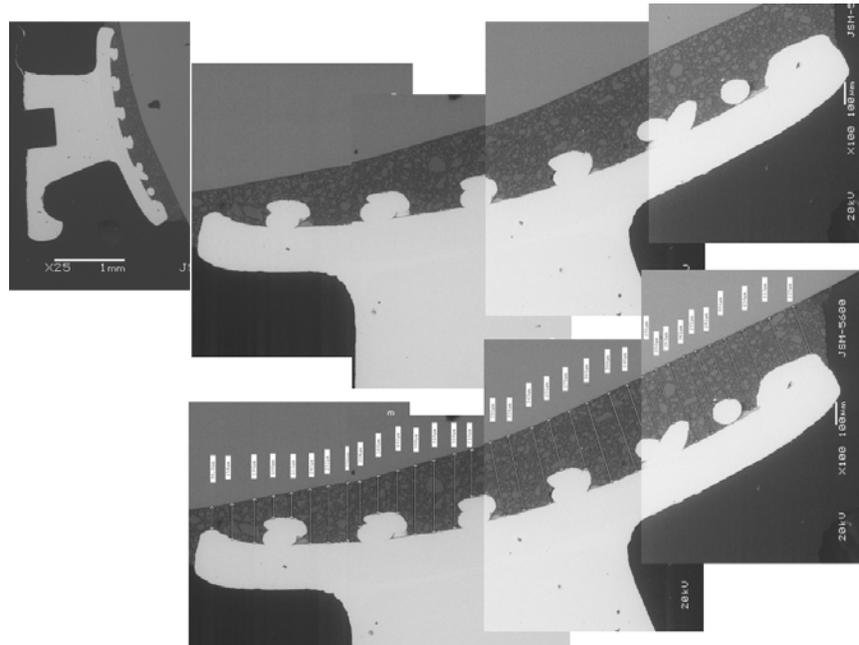


Figura 46. Imágenes en SEM de la interfase del sistema adhesivo Transbond Plus SEP

En la figura 47 se observa una muestra del G3 Enlight, donde, se muestra una imagen lateral del bracket y un mayor acercamiento del diente, la interfase y las varillas de la malla del bracket, además se realizaron 10 mediciones desde la base y 10 desde las varillas en cada bracket. Se muestra regularidad en su interfase.

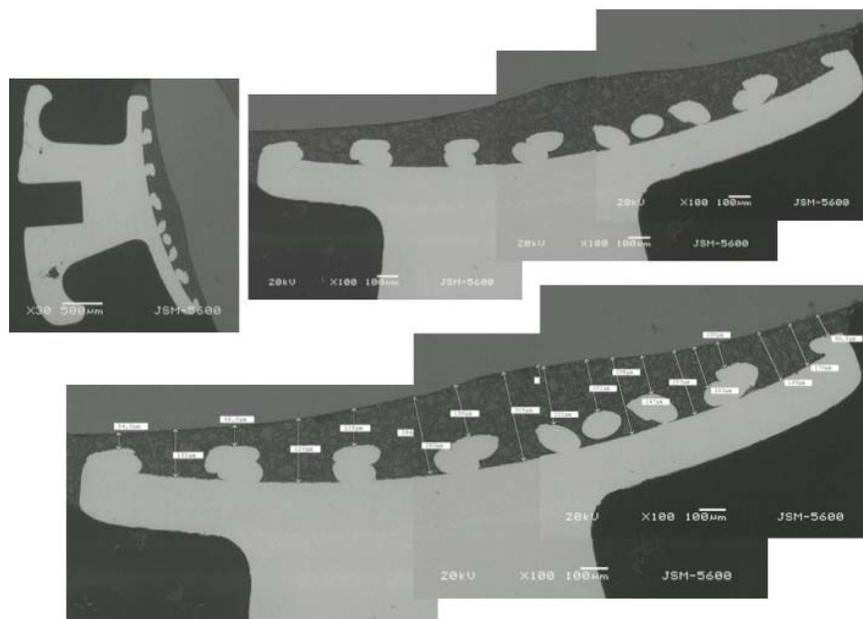


Figura 47. Imágenes en SEM de la interfase del sistema adhesivo Enlight



En la figura 48 se observa una muestra del G4 STYLUS, donde, se muestra una imagen lateral del bracket y un mayor acercamiento del diente, la interfase y las varillas de la malla del bracket, además se realizaron 10 mediciones desde la base y 10 desde las varillas en cada bracket. Se muestra irregularidad en su interfase y un mayor espesor de adhesivo en el diente comparado con los 3 sistemas adhesivos utilizados en este estudio, además se presenta espacios de burbujas entre la resina que penetra entre las varilla de la maya del bracket.

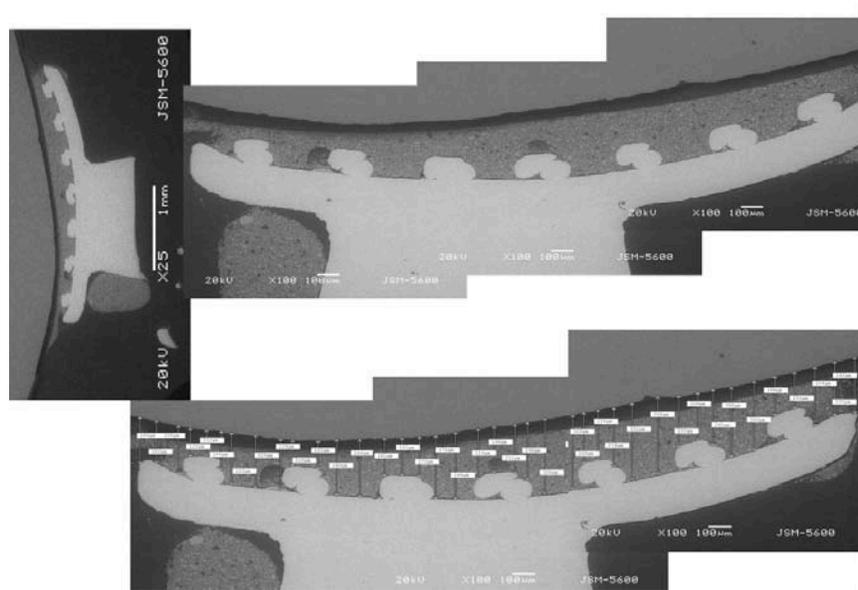


Figura 48. Imágenes en SEM de la interfase del sistema adhesivo STYLUS

En la figura 49 se muestra una tabla con los promedios de las 10 mediciones de la interfase de la base de la malla y 10 de las varillas de la malla con los 4 sistemas adhesivos.

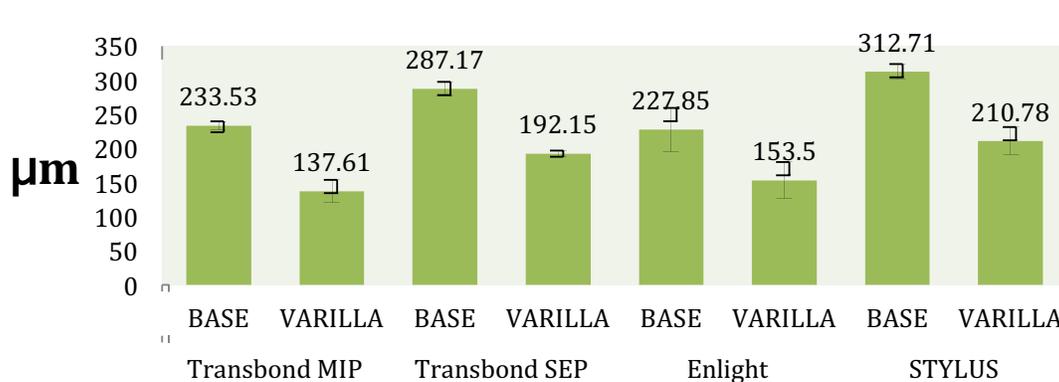


Figura 49. Grafica de relación de valores de interface de la base y la varilla del bracket con los 4 sistemas adhesivos Transbond SEP plus, Transbond MIP, Enlight y STYLUS.



Se realizó un análisis de varianza ANOVA en las medidas de la base encontrándose diferencia estadísticamente significativa, se aplicó una prueba Tukey para ver las diferencias entre grupos encontrándose diferencias estadísticamente significativas entre Transbond MIP vs SEP Transbond Plus, Transbond MIP vs Enlight, SEP Transbond plus vs Enlight y Enlight vs STYLUS

Tabla 4. Prueba de Tukey de la Interfase Esmalte/bracket BASE

Interfase Esmalte/bracket BASE	Tukey
Transbond MIP vs Transbond Plus SEP	p<0.05
Transbond MIP vs Enlight	p<0.01
Transbond Plus SEP vs Enlight	p<0.01
Enlight vs STYLUS	p<0.01
ANOVA p<.0001	

Además se realizó una prueba ANOVA por lo que en las medidas de la varilla encontrándose diferencia estadísticamente significativa, se aplicó una prueba Tukey para ver las diferencias entre grupos Transbond MIP vs Enlight, Transbond MIP vs STYLUS, Transbond Plus SEP vs Enlight y Enlight vs STYLUS.

Tabla 5. Prueba de Tukey de la Interfase Esmalte/bracket VARILLA

Interfase Esmalte/bracket VARILLA	Tukey
Transbond MIP vs Enlight	p<0.05
Transbond MIP vs STYLUS	p<0.05
Transbond Plus SEP vs Enlight	p<0.01
Enlight vs STYLUS	p<0.01
ANOVA p<.0001	

En la figura 50A se muestra mediante microscopía de emisión de campo en la imagen 50 en la parte superior la orientación de los cristales de hidroxiapatita y en la parte inferior la película de adhesivo. En la figura 50B se muestra un mayor acercamiento de los cristales de hidroxiapatita donde podemos observar su orientación. En la imagen 50C podemos observar en la parte superior el esmalte dental donde además se aprecian diversas direcciones de 0° a 90° , al centro la película de adhesivo y en la parte inferior la resina. En la imagen 50D se observan 2 direcciones de los cristales de hidroxiapatita en la parte superior y en la parte inferior la película de adhesivo.

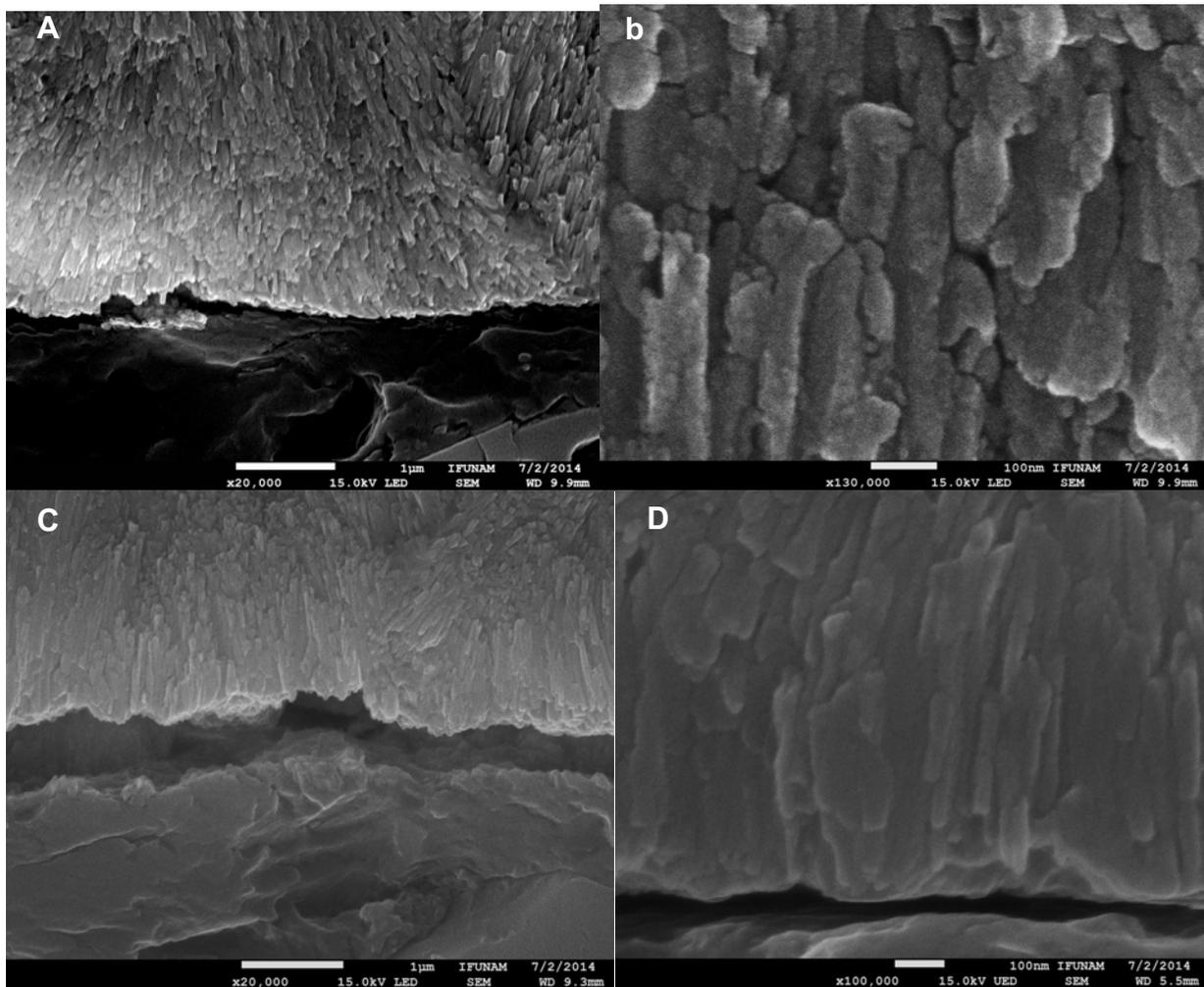


Figura 50. A) Imagen obtenida por SEM donde se observa la interfase del sistema adhesivo Transbond MIP a 20000x. B) Imagen donde se observa la orientación de los cristales de HAp a 130000x. C) Interfase del sistema adhesivo Transbond SEP Plus a 20000x. D) Imagen donde se observa la orientación de los cristales de HAp a 100000x.

En la figura 51 mediante microscopía de emisión de campo se observa en la imagen 51A algunos prismas del esmalte y dentro de ellos la orientación de los cristales de hidroxiapatita. En la imagen 51B se muestra el modelo de la hidroxiapatita y en la imagen 51C se observó que en la pérdida de esmalte dental hay planos cristalinicos preferenciales donde ocurre la fractura de los cristales de hidroxiapatita teniendo ángulos preferenciales de 72° .

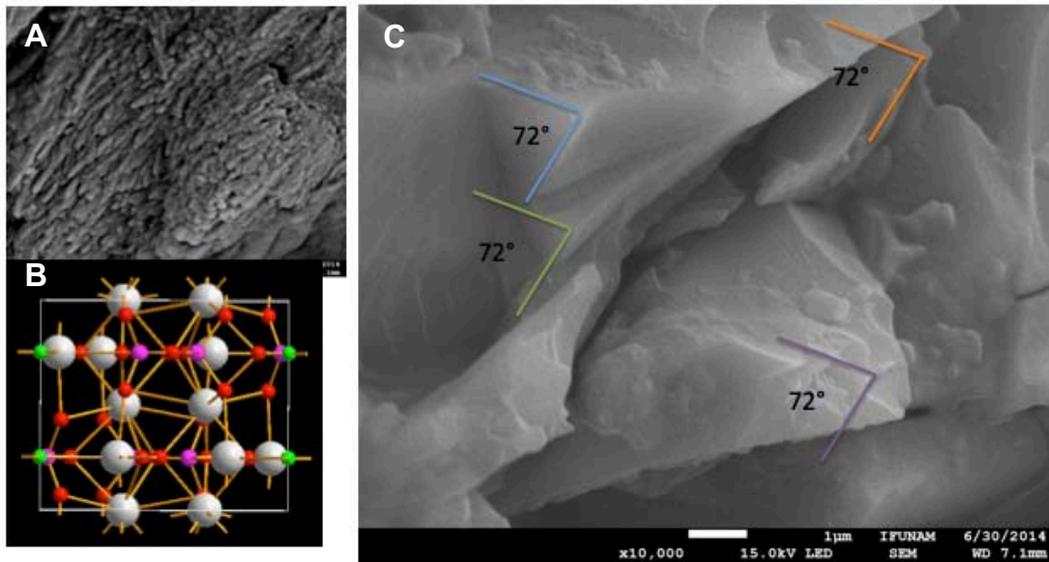


Figura 51. Imagen en SEM 7800 FEG donde se observa que en la pérdida de esmalte, hay planos cristalinicos preferenciales donde ocurre la fractura de los cristales de HAp a 10000x

Observaciones en AFM de la topografía del esmalte dental.

Se prepararon 2 muestras, siguiendo el esquema de la figura 52, en la imagen 52A se muestra la dirección de como el disco de diamante realizara el corte. En la imagen 52B se muestran los cortes. En la imagen 52C se muestra como una vez incluidos los cortes en acrílico nuevamente se realiza un corte para darle uniformidad y espesor de 3 mm. En la imagen 52D se observa como la punta del AFM comienza a hacer el barrido. En la imagen 52E se observa como es colocada la muestra dentro del AFM. En la imagen 52F se muestran 2 cortes finales de las muestras.

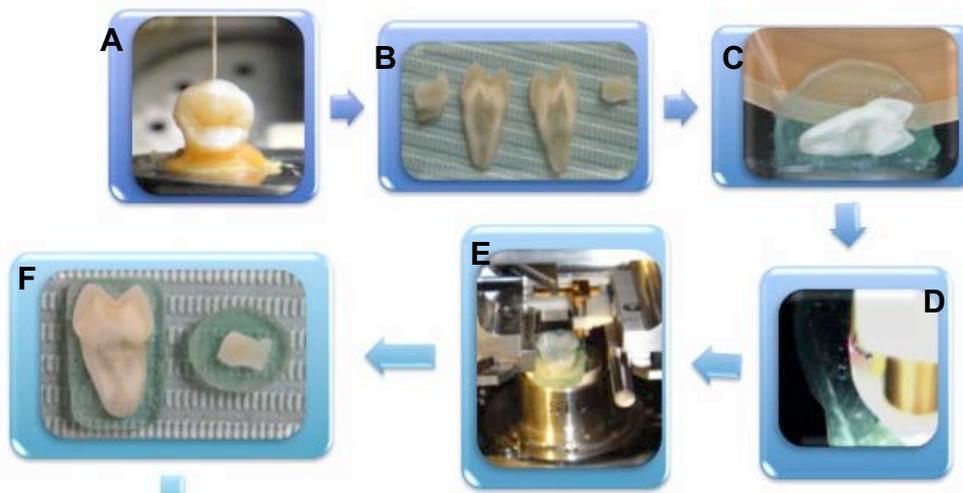


Figura 52. Imagen donde se observan los diferentes cortes, los cortes incluidos en resina acrílica y como se coloca la muestra en el AFM.

En la Imagen 53A se observa con claridad el haz de luz donde se enfoca la estructura cristalina del esmalte dental donde se presentó pérdida de esmalte tomando como referencia el punto y en la imagen 53B se observa la muestra dentro del porta muestra del AFM.

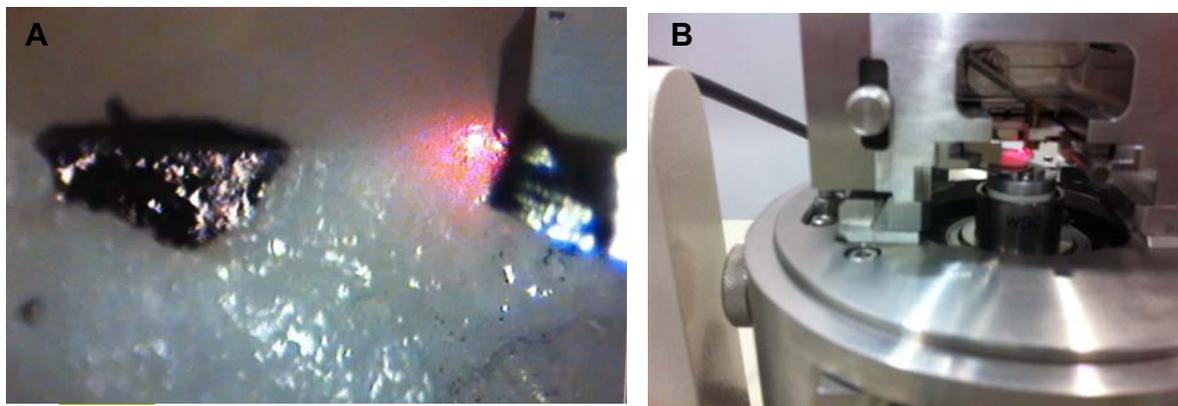


Figura 53. A) Marca que se colocó como guía ya que justo a un lado es donde se presentó pérdida de estructura y B) la muestra en el AFM.

En la imagen 51A se adquirió una secuencia de fotografías en el SEM, de la parte mesial de una de las muestras para guiarnos en el AFM. En la imagen 51B se muestran los prismas del esmalte y dentro de ellos la dirección de los cristales de hidroxiapatita. En la imagen 51C se observa un mayor aumento de los cristales de hidroxiapatita así como su dirección.

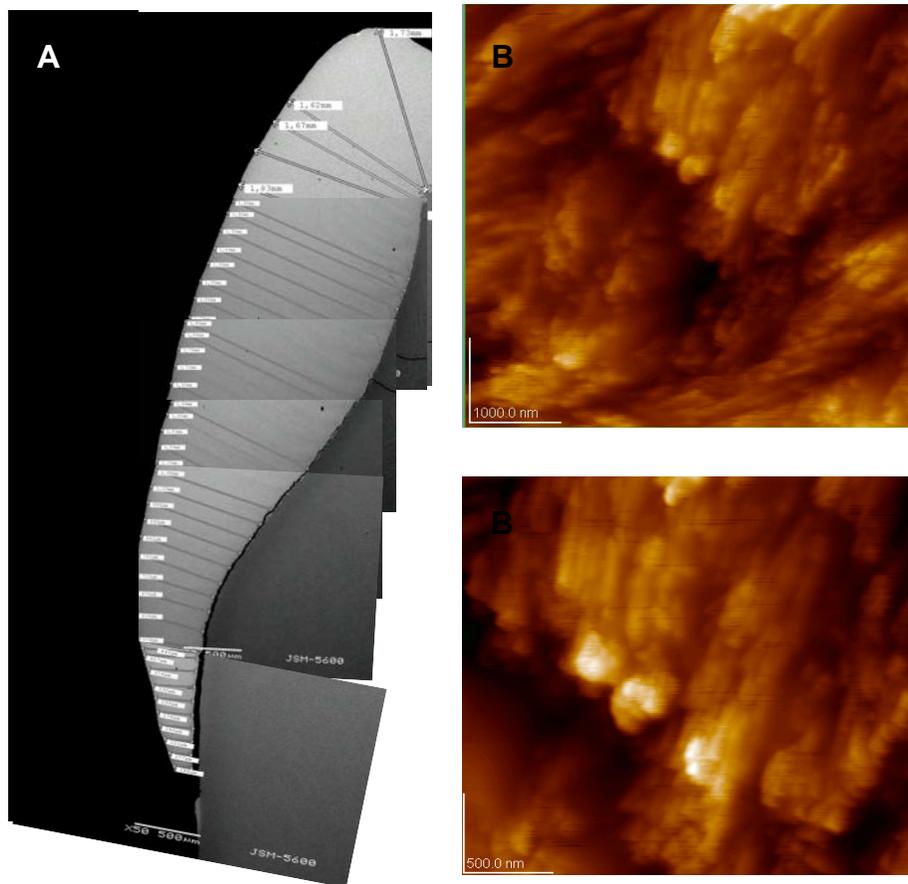


Figura 54. A) Imagen en SEM de un corte perpendicular a la superficie vestibular que sirvió como guía en el análisis por AFM y B) Imágenes obtenidas por AFM que muestran la morfología de los prismas y cristales de hidroxiapatita a diferentes aumentos.



Discusión

En este estudio se utilizaron 30 premolares extraídos de pacientes entre 13 a 15 años, conservados a 4 °C, y a los que se les cambio el agua cada semana para evitar el crecimiento bacteriano, y no mayores a 3 meses de su extracción al momento de la experimentación, tomando apego a las recomendaciones del ISO/TS 11405 2da edición 2003 (Dental Materials-Testing of adhesión tooth structure).⁷⁵ Se utilizaron 4 sistemas adhesivos, Transbond MIP, SEP Transbond plus, Enlight y STYLUS, brackets gemini de 3M. Se realizaron análisis en SEM, EDS y μ -Raman de cada diente, la prueba de desprendimiento se realizó a las 24 h de su fijación en la máquina universal de pruebas mecánicas Instron a una velocidad de carga de 1 mm/min, se realizó el índice de análisis de adhesivo remante ARI modificado, se realizaron observaciones de todos los brackets una vez desprendidos y las imágenes obtenidas por SEM fueron procesada en AutoCAD para medir áreas de resina, metal y esmalte perdido. Se realizaron mediciones de la interfase diente-base del bracket y por AFM se observó la orientación de prismas y cristales de hidroxiapatita.

Enrique-Távora y colaboradores realizaron un estudio microanalítico semicuantitativo del calcio y el fósforo en los tejidos calcificados de la mandíbula, calculando el valor de la ratio Ca/P por métodos semicuantitativos de 1.6 a 1.67.^{76,77} Utilizó dientes de 30 ratas Winstar tomando 5 lecturas de cada muestra, realizaron un test ANOVA. Aquí las condiciones de trabajo fueron diferentes, ya que fueron en premolares humanos. Sin embargo los 4 grupos coinciden en valores de 1.59 a 1.64 de ratio Ca/P.

Por su parte Faria-Júnior⁷⁰ evaluó la morfológica de la superficie del esmalte en 10 pacientes, analizó el índice de Adhesivo Remante ARI obteniendo del total de las muestras un valor de 3, es decir el 100% de adhesivo remanente sobre el esmalte dental, se obtuvo en la mayoría de las muestras un valor de 2 y 3, coincide en el valor 3 aunque en esta metodología la medición del índice fue directamente sobre el diente y ellos lo hicieron en replicas con microscopio óptico a 40x.

Suliman S⁶⁷ midió los cambios en la superficie del esmalte al desprendimiento de brackets cerámicos policristalinos y monocristalinos en 40 premolares, utilizaron ácido fosfórico al 38% por 30 s, utilizaron resina Transbond XT, el adhesivo fue fotocurado por 45 s, el desprendimiento fue a los 7 días, reportando una pérdida de esmalte de 21 ± 8 μ m, concluyendo que la pérdida de esmalte después del desprendimiento del bracket puede ser cuantificada in vitro usando un escáner 3D. Menciona que la pérdida de esmalte es de 20 a 30 μ m y que el esmalte presenta un espesor de 1500 a 2000 μ m, resaltando que el daño al esmalte es poco, mas el daño es permanente. A diferencia utilizando AutoCAD y solo pudimos medir en 2 planos y no en 3D, sin embargo en las 2 muestras en las que se presento pérdida de esmalte fue de 0.34 y 0.80 mm². Cabe



mencionar que utilizó ácido grabador al 38% y polimerizo el adhesivo por 45 s no siguiendo las instrucciones del fabricante.

En otro estudio Bonetti⁷⁸ evaluó la superficie del esmalte después del desprendimiento de brackets y midió el índice ARI utilizo 24 brackets victory de 3M, 12 directos y 12 colocando adhesivo en el bracket, utilizo resina Transbond XT. Concluye que del total de las muestras obtuvo el 50% valor de 3, es decir el 100% de adhesivo remanente sobre el esmalte y que no hubo relevancia clínica en el daño al esmalte. Se obtuvo un valor 3 y 2 que coincide con los resultados obtenidos además de que solo en 2 muestras se presentó pérdida de esmalte que no fue estadísticamente significativa.

Dumbryte⁶⁶ evaluó las microfisuras del esmalte después del desprendimiento de brackets, utilizó 90 premolares divididos en 3 grupos clasificados en grados de gravedad (pronunciadas, suaves y control) concluyendo que en donde las microfracturas estaban pronunciadas desde el principio del experimento se desarrollaban microfisuras mas largas y más anchas con el tratamiento de brackets. Se observaron también en este trabajo microfracturas. Al evaluar mediante SEM la superficie del esmalte dental, en un inicio está intacto, luego del retiro de brackets se observó en aquellas muestras donde hubo pérdida de esmalte, se presentaron microfracturas, escalones, pérdida horizontal y vertical, en donde no se presentó pérdida de esmalte en algunos casos solo se observaron pequeñas líneas de rayado o microfracturas. No se valoró en este trabajo casos donde ya estaban presentes las microfracturas, ya que uno de los criterios de inclusión fue que los dientes no presentaran líneas de fractura iniciales.

Pont H.⁷¹ menciona que la resistencia al desprendimiento puede ser influenciada por muchos factores: el tipo de los agente acondicionador del esmalte (ácido fosfórico, adhesivo de autograbado, ácido poliacrilico), resina adhesiva, cemento, métodos de polimerización, tipo de bracket o tipo de malla de la base del bracket. Un incremento en la resistencia al desprendimiento causa un mayor riesgo al daño del esmalte. Por las variaciones del espesor del esmalte o la orientación de los prismas del esmalte se pueden esperar diferentes tipos de fractura dependiendo del tipo de diente. Dentro de los criterios de inclusión de este trabajo fueron primeros premolares superiores e inferiores derechos e izquierdos podríamos atribuir las diferencias en el daño al esmalte debido a las variaciones en el espesor del esmalte entre primer premolar superior e inferior. También menciona que cuando hay mas remanentes de resina en la base del bracket el % de Ca fue más alto, el daño de iatrogenia a la superficie del esmalte después del retiro del bracket es inevitable, si la pérdida del esmalte tiene diferencias clínicas tiene que realizarse un seguimiento clínico de largo plazo. En nuestro estudio en las muestras que se presento pérdida de esmalte existía más del 50% de adhesivo remanente sobre el bracket y siempre la pérdida se presentó sobre remanente de resina, solo en 2 de las 30 muestras se presento una pérdida menor a 0.8 mm^2



Por su parte Brosh *et. al*⁷⁹ estudiaron 30 brackets desprendidos de pacientes en SEM y midieron el índice de adhesivo remanente y remanente de esmalte. Los resultados mostraron daño al esmalte durante el desprendimiento, encontraron que el 54.5% de las muestras presentó pérdida de esmalte. Del total de las muestras de este trabajo se presentó una pérdida de esmalte en el 6.66%, esto podría deberse a que los desprendimientos los hicieron calibrando una pinza y en este trabajo se realizaron en la máquina Instron a una velocidad de carga de 1 min/mm². Ellos utilizaron diferentes brackets (Victory 0.22 3M) y diferentes áreas de mallas siendo la menor área 8.97 mm² y la mayor 10.52 mm² mientras que en este trabajo se utilizó la misma área para todos los brackets que fue de 8.3 mm², utilizamos la misma resina Transbond XT, sin embargo Brosh no especifica el método de grabado utilizado, ni el tiempo de grabado. En cuando a la resistencia al desprendimiento reporta valores de 10.06 ± 6.27 MPa realizando el desprendimiento por detrás de las aletas y con los bocados de la pinza, se obtuvieron valores de G1=9.38 ± 1.46 MPa y G2=6.28 ± 0.69 MPa, es decir, este trabajo coincide debido a la desviación estándar que en ambos trabajos se presenta para Transbond MIP aunque el procedimiento de desprendimiento fue diferente ya que en este trabajo se utilizó una cizalla detrás de la base del bracket.

En otro estudio Turk⁸⁰ evaluó el efecto en los sistemas adhesivos Transbond Plus SEP y MIP, realizando desprendimientos a 5, 15, 30, 60 min y 24 h, en 100 premolares divididos en 10 grupos de 10 c/u, obtuvo valores de resistencia al desprendimiento para el sistema Transbond Plus SEP a 24 h de 19.11 ± 3.40 MPa. En el presente estudio se encontró valores menores, esto podría deberse a que en los criterios de inclusión de este estudio para la selección de dientes tenían máximo de 3 meses de extraídos y fueron refrigerados a 4 °C después de la extracción. No especifican estos datos, ellos utilizaron brackets Gemini 3M Unitek con un área de 10.62 mm², la velocidad de carga al desprendimiento fue igual a la nuestra y el procedimiento de adhesión fue el mismo. Para el índice ARI, reportan en la mayoría de las muestras un valor de 3, seguido de 2, este estudio coincide con estos resultados.

Trites²⁴ evaluó 3 sistemas adhesivos entre ellos el Transbond Plus SEP en 270 premolares extraídos en 9 grupos de 30 c/u, realizó prueba de resistencia al desprendimiento a 24 h, 30 días y 3 meses a una velocidad de carga de 2 min/mm² utilizó brackets Victory 3M Unitek; evaluó también el índice ARI. Obtuvo valores de 10.96 ± 3.78 MPa a las 24 h con los que este estudio coincide, para el índice ARI reporta el 53.3% para el valor 1, es decir menos de la mitad de adhesivo remanente sobre el diente con el cual este estudio no coincide ya que se obtuvo un valor de 2, es decir menos de la mitad de adhesivo sobre el diente, también concluyen que la mayor pérdida de esmalte y fractura se presentó a las 24 h y 3 meses utilizando Transbond Plus SEP, sin embargo



no mencionan como observaron esto mientras que en este estudio se observó en SEM cada uno de los brackets para comprobar la pérdida de esmalte.

Eminkahyagil⁵⁹ determinó la resistencia al desprendimiento utilizando Transbond SEP plus y un agente antibacterial en brackets metálicos, utilizó 24 premolares en 2 grupos, realizó desprendimientos a 48 h a una velocidad de carga de 5 min/mm² obteniendo valores de media de 8.53 MPa, mínimo de 4.59 MPa y máximo de 12.63 MPa. También utilizó el sistema ARI de 0-5 medido en el bracket, obteniendo para la mayoría de las muestras valor de 1 es decir menos de la mitad de adhesivo remante a la izquierda del bracket. A pesar de las diferencias metodológicas, este estudio coincide en los valores de resistencia al desprendimiento, mas no para el índice ARI ya que ellos manejan una modificación en el índice en el cual sus mediciones las realizan sobre el bracket.

Bishara⁸¹ comparó el desprendimiento con 2 sistemas adhesivos en 80 molares divididos en 4 grupos de 20 c/u y a su vez subdivididos en grupos de 5 dientes, colocó brackets metálicos de incisivos centrales (Victory series 12 mm²) y cerámicos (Clarity 14.6 mm²), polimerizando con lámpara halógena (20 s) y lámpara LED (10 s). Realizó prueba de resistencia al desprendimiento a una velocidad de carga de 5min/mm² y obtuvo un valor de desprendimiento en Transbond Plus SEP de 8.6 MPa ± 2.6 MPa. Este estudio no coincide en los valores de resistencia al desprendimiento en brackets metálicos, este estudio presenta un valor más pequeño G2=6.28 ± .69 MPa, debido al tipo de lámpara y al tamaño de la base del bracket no inciden en la fuerza de desprendimiento con este sistema adhesivo. En otro estudio,⁴⁸ el mismo autor comparó 2 sistemas adhesivos, determinó los efectos del uso de Prompt L-Pop SEP adhesivo de autograbado y la resistencia al desprendimiento en brackets a 48 h en 45 molares, brackets victory 3M 12.2 mm², obteniendo valores de 7.1MPa ± 4.4 MPa. Obtuvo además un valor ARI en la mayoría de las muestras de 3 es decir más del 10% de adhesivo remanente sobre el diente pero menos del 90%; este estudio coincide en el valor de resistencia al desprendimiento, a pesar de no manejar el mismo índice este estudio coincide con el valor de más del 50% de adhesivo remante sobre el diente o el 100%. Lo anterior puede deberse a la metodología dentro de los criterios de inclusión como son; esmalte bucal intacto, que no presentaran agentes químicos, que no presentaran líneas de fractura, realizaron profilaxis por 10 s, utilizamos la misma resina Transbond XT en 2 de nuestros grupos de estudio, el tiempo de fotopolimerización de 20 s, y una vez colocados los brackets se mantuvieron a una temperatura de 37 °C.

Attilio M.⁶⁰ evaluó la adhesión de brackets determinó la resistencia al desprendimiento y la falla de adhesión después del desprendimiento, utilizó 80 premolares en 2 grupos. Las muestras se conservaron a una temperatura de 37 °C antes de la prueba de resistencia al desprendimiento que se realizó a las 72 h a una velocidad de carga de 1 min/mm². Se realizó índice ARI. Las muestras representativas de cada grupo fueron examinadas en



SEM, obteniendo valores de $23.4 \text{ MPa} \pm 4.8$, este estudio no coincide con estos valores a pesar de que se utilizó la misma resina Transbond XT ellos grabaron con ácido fosfórico al 37% por 30 s, esto puede deberse a las diferencias en la metodología como fueron el desprendimiento a 72 h, para el índice ARI reportan un valor de 3, es decir todo el adhesivo remante sobre el diente; este estudio coincide en esto. En cuanto a las observaciones en SEM sólo fueron observados 2 brackets y a diferentes aumentos 52x y 57x, por lo que concluyen que son necesarios otros estudios. En este estudio se observaron los 20 brackets y en aquellos donde se mostró pérdida de esmalte se realizaron observaciones a diferentes aumentos por SEM tanto de diente como del bracket.

Wade⁵⁶ evaluó la influencia del adhesivo SEP Transbond plus en diferentes tiempos de aplicación. Utilizó 40 molares en 2 grupos de 20 cada uno, la base del bracket fue de 10.3 mm^2 de incisivos laterales, grupo I aplicó el adhesivo de autograbado por 3 a 5 s, en el grupo II por 15 s en el grupo I obtuvo valores de resistencia al desprendimiento de $8.0 \text{ MPa} \pm 4.6 \text{ MPa}$ y para grupo II $8.9 \pm 3.4 \text{ MPa}$. Este estudio no coincide con los valores del grupo a pesar de que se respetaron las indicaciones del fabricante y el manejo de la muestra fue similar, en este estudio se presentó un menor valor con una desviación estándar más uniforme lo que se atribuye a que el tamaño de muestra fue muy pequeño.

Yamada⁶¹ determinó la resistencia al desprendimiento en brackets con 4 sistemas adhesivos, observó la superficie de los dientes antes del grabado ácido en un microscopio de FE-SEM (microscopio electrónico de barrido de emisión de campo) utilizó 72 dientes de bovino, 18 para cada grupo, brackets metálicos Edgewise de 9.64 mm^2 . Obtuvieron el índice ARI, y reportan un valor de resistencia al desprendimiento de $7.9 \text{ MPa} \pm 2.7 \text{ MPa}$, Este estudio no coincide y se atribuye a las diferencias en la metodología, como fue que no siguieron las instrucciones del fabricante en el tipo de aplicación del adhesivo Transbond SEP plus, esto podría deberse a la desviación estándar. Para el índice ARI reportan para mayoría de las muestras valor de 1, de igual manera este estudio no coincide, en cuanto a las observaciones en microscopia, no especifican el número de muestras que se observaron en FE- SEM.

Årtun y Bergland⁹⁴ Implementaron el sistema ARI para evaluar la cantidad de adhesivo remante sobre el diente después del desprendimiento y determinar el sitio donde ocurría la falla de adhesión, utilizaron ácido fosfórico al 37% grabando por 60 s y midieron el índice clínicamente obteniendo en la mayoría de las muestras un valor de 2, es decir más de la mitad de adhesivo remanente sobre el diente. En este estudio se encontró que del total de las muestras se presentó el 35% más de la mitad de adhesivo remanente sobre el esmalte y el 35% todo el adhesivo remanente sobre el esmalte, es decir valor 2 y 3 coincidiendo con ellos en el valor 2. Por su parte Årtun y Bergland utilizaron el método convencional que consta de ácido fosfórico, adhesivo y resina, en este estudio se



utilizaron 3 sistemas convencionales y 1 sistema de 2 pasos que consta de adhesivo de autograbado y resina, el cual de acuerdo a las instrucciones del fabricante se aplica de 3 a 5 s, en este estudio se utilizaron dientes extraídos y ellos lo hicieron directamente en pacientes, en este estudio se utilizaron brackets gemini de una malla de 80 μm mientras que ellos no especifican el tamaño de la malla solo mencionan que utilizaron brackets estándar edgewise.



Conclusiones

Los cambios morfológicos en la topografía de las superficies dentales son de considerable importancia clínica, especialmente si está relacionado con la pérdida de esmalte y la rugosidad. Al evaluar mediante SEM la superficie del esmalte dental, en un inicio está intacto, luego del retiro de brackets (en aquellas muestras donde hubo pérdida de esmalte) se presentan fracturas, escalones, pérdida horizontal y vertical. Por otro lado, en donde no se presentó pérdida de esmalte en algunos casos se observan pequeñas líneas de rayado. No existe influencia de la composición química en la pérdida de esmalte dental al desprendimiento de brackets, y solo se presentó pérdida de esmalte en el sistema adhesivo Transbond Plus SEP de los 4 sistemas utilizados en el estudio.

Por μ -Raman se identificaron desplazamientos Raman en 430, 580 y 960 cm^{-1} de la hidroxiapatita ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$). Por EDS se obtuvieron valores en la relación Ca/P para G1=1.6 \pm 0.05, G2=1.64 \pm 0.03, G3=1.61 \pm 0.08, G4=1.59 \pm 0.07. Mediante EDS la pérdida de calcio en solo 2 muestras no debe tener consecuencias clínicas drásticas en la formación de lesiones o erosión, ya que es claro que la remoción de brackets, la pérdida de elementos y la disminución en calidad del esmalte son casi inevitables.

Los valores de resistencia al desprendimiento, reportados como adecuados para la clínica, van de 2.8 a 10.0 MPa. Sin embargo, a pesar de que nuestros resultados coinciden con estos valores, observamos en 2 muestras que existe pérdida de esmalte (Transbond Plus SEP), no existe asociación entre la resistencia al desprendimiento y la presencia de esmalte. El grupo Transbond MIP presentó un mayor valor de resistencia al desprendimiento 9.38 \pm 1.46 MPa, la literatura reporta que valores de fuerza elevados pueden presentar pérdidas de esmalte. Sin embargo, el G2, es quien presentó pérdida de esmalte, además de que fue quien presentó un valor más regular en el ensayo de resistencia al desprendimiento y una menor desviación estándar 6.28 \pm 0.69 MPa.

En índice de adhesivo remanente sobre el esmalte, del total de las muestras se presentó un 10% sin adhesivo remanente sobre el esmalte, 20% presenta menos de la mitad de adhesivo remanente sobre el esmalte, 35% más de la mitad de adhesivo remanente sobre el esmalte y el 35% todo el adhesivo remanente sobre el esmalte.

De los 4 grupos Stylus presentó una mayor interfase tanto a nivel de base como de varilla. Esto se puede atribuir a su viscosidad, así mismo presenta una mayor desviación estándar, burbujas y fracturas.

Se observó que en la pérdida de esmalte dental hay planos cristalinos preferenciales donde ocurre la fractura de los cristales de HAp

Por AFM se observó la orientación de prismas y cristales de hidroxiapatita.



Propuesta a futuro

En este trabajo se estudió hasta la escala de nanómetros, la pérdida de esmalte dental al desprendimiento de brackets, de ello se obtuvieron algunas conclusiones, las cuales fueron comentadas en la sección anterior. Sin embargo, como en todo trabajo científico quedan inquietudes de investigación que me gustaría abordar en un futuro cercano. Por ejemplo, se analizó por Microscopía de Fuerza Atómica la pérdida de esmalte dental en un diente premolar, sin embargo la evaluación fue complicada debido a la sensibilidad del cantiléver y la convexidad que presentan tanto el premolar como el bracket. Por lo anterior, sugiero analizar dientes incisivos inferiores por presentar una superficie vestibular más plana al igual que la malla del bracket para incisivo inferior.

Se pretende a futuro, recolectar brackets de pacientes y realizar las mediciones de áreas de esmalte perdido incluyendo diferentes sistemas adhesivos y diferentes mallas de brackets para realizar el estudio in-vivo. Adicionalmente, puede resultar interesante realizar una reconstrucción tridimensional tanto del diente como del bracket y realizar la medición de la pérdida de esmalte como volumen.



Anexo

Gracias a que un microscopio electrónico tiene una gran similitud con el microscopio óptico en cuanto a la formación de la imagen, éste tuvo un desarrollo rápido. La dualidad onda-partícula en el concepto cuántico, fue uno de los principios fundamentales en el diseño del microscopio electrónico, dado en los años 20's. Louis De Broglie en 1924 dedujo una ecuación que permitió calcular la longitud de onda esperada para una partícula⁸² de una cierta masa. Esto lleva a la posibilidad de lograr, que las ondas asociadas a las partículas, por ejemplo los electrones, se difractaran, puesto que la difracción, es característica del movimiento ondulatorio. Una vez establecido el carácter ondulatorio, el alemán Ernest Ruska, logró el desarrollo de microscopios basados en electrones, en lugar de luz. En este caso en lugar de utilizar lentes de vidrio para enfocar la luz como sucede en el microscopio óptico, se utilizan bobinas electromagnéticas, también llamadas lentes electromagnéticas. Se les llaman lentes porque obedecen a las leyes de la óptica desarrollada para lentes de vidrio las cuales hay de dos tipos: electrostáticas y electromagnéticas: a) *La lente electrostática*, es el casco del cañón de electrones del microscopio electrónico, se compone de diferentes placas mantenidas a diferente potencial, por lo cual, la partícula que pase, se acelera por la diferencia en potencial dependiendo de la carga eléctrica. Estas placas tienen un orificio en el centro permitiendo el paso de estas y la curvatura del campo eléctrico provoca la acción de enfoque, o sea que cuando una partícula cargada pasa a través de una lente electrostática experimenta una fuerza dirigida hacia el campo eléctrico, la cual tiene un componente hacia el eje óptico y gana impulso en esa dirección, de tal modo que es enfocada en algún punto. b) *La lente electromagnética* depende de las partículas cargadas que viajan dentro de un campo magnético experimentando una fuerza perpendicular al plano formado por la dirección de movimiento y la dirección del campo magnético, de tal manera que cuando el electrón llega al campo sufre un impulso hacia el eje óptico más una rotación alrededor del mismo.⁸³

Cuando el haz de electrones alcanza la muestra se producen varios tipos de señales que permiten establecer la estructura y composición química del material examinado. Estas señales son: Electrones retrodispersados, secundarios, absorbidos, Auger, transmitidos, difractados y Rayos X característicos (RX)^{29, 84-86}

La función atribuida a cada uno de los electrones generados al chocar el haz emitido son: Los electrones retrodispersados y secundarios dan información de la topografía de la muestra. Los absorbidos dan información sobre la resistividad de la muestra. Los Auger y Rayos X, permiten realizar el análisis químico elementales de la muestra (Microanálisis). Los transmitidos y difractados que son los que atraviesan a la muestra y son los que utiliza la lente objetiva para formar la imagen en el microscopio



electrónico de transmisión (TEM) y por lo tanto dan información las características estructurales de esta.^{29, 87,88,89}

Las microscopias electrónicas de barrido y transmisión han alcanzado actualmente una resolución de hasta 0.5nm y 0.05nm, respectivamente, lo cual era imposible pensar hace algunos años. Cabe indicar que la resolución en un microscopio óptico está limitada principalmente por la longitud de onda (λ) del espectro visible (centenares de nanómetros), en tanto que los electrones trabajando acelerados a 30kV tienen una longitud de onda mucho menor, del orden de 0.070nm, lo cual se ve reflejado en la resolución espacial que alcanza un Microscopio Electrónico de Barrido, es decir posee una resolución 1000 veces mayor que un microscopio óptico convencional que en general proporciona una resolución a nivel de micrómetro.^{2, 90} Esta capacidad de resolver la estructura de un material hasta la escala de nanómetros en un SEM y a la escala de angstroms (10^{-10} m) en un TEM, han hecho que estas técnicas tengan grandes contribuciones en el estudio de materiales y tejidos dentales, aunado a ello, dado las técnicas analíticas asociadas a un moderno microscopio electrónico, tales como Espectroscopía por Dispersión de Energía de Rayos X (EDS), Espectroscopía por Pérdida de Energía de Electrones (EELS) y Fluorescencia de Rayos X, han propiciado que estas técnicas (SEM, TEM) sean una fuente inagotable de información, ya que es la única técnica que nos permite correlacionar una imagen con su composición química elemental, incluso hasta nivel atómico.^{41,91} Cabe indicar que hoy en día el SEM ha sido utilizado muy frecuentemente para observar tejidos dentales, materiales de relleno, recubrimientos, interfaces, etc.⁹²⁻⁹⁶ En particular un SEM por su capacidad para proporcionar información morfológica, topográfica, química y cristalográfica, ha contribuido considerablemente al dominio de la biología, histología, medicina, ciencia de materiales y odontología. El futuro de esta técnica resulta muy prometedor debido a su desarrollo tecnológico alcanzado al inicio del siglo XXI, en que se ha alcanzado una resolución de hasta 0.05nm en equipos de emisión de campo y con la posibilidad de trabajar a presión controlada, lo cual facilita la observación de muestras húmedas, evitando de esta manera la necesidad de recubrirlas con materiales conductores (generalmente Au). Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

A finales de la década de los sesentas se dio a conocer el SEM, inicialmente fue diseñado para estudiar, en alta resolución, la superficie de los sólidos, con esto se podría decir que el resultado es similar al óptico, pero el SEM posee una resolución y profundidad de campo mayores.^{17,18,21} Además, debido a que posee un mayor número de señales que provienen de la interacción de los electrones con la materia, nos permite obtener mayor información sobre la orientación cristalina y su composición química.²⁹



El haz electrónico generado en un SEM barre la muestra, la cual, deberá tener un procesamiento específico para materiales compuestos que no son conductores de electricidad. Este procedimiento, consta de un recubrimiento delgado al alto vacío de oro (Au) o carbono (C) para hacerlas conductoras. Los electrones generados barren a la muestra con un haz de sección transversal pequeño (del orden de nm) y de alta energía para generar una imagen punto a punto de ella. Los electrones emitidos en un punto, son colectados por medio de detectores apropiados y utilizados para modular la polarización de la rejilla en un monitor de alta resolución. Si se repite varias veces este barrido la imagen punto a punto representa las características topográficas de la superficie de la muestra. Así la imagen que aparece en el monitor, es un mapa de las intensidades de los electrones emitidos por la superficie de la muestra.²⁹

Cuando se requiere estudiar la superficie de la muestra, los electrones secundarios son utilizados para formar la imagen con una excelente resolución (3 nm en equipos de emisión termiónica, ó 0.5 nm en equipos de emisión de campo), cabe destacar que los electrones retrodispersados provienen de una región que se encuentra aproximadamente a 0.5 μm por debajo de la superficie; sin embargo, los electrones secundarios provienen de únicamente de 50 nm por debajo de la superficie de la muestra.^{29,41,97}



Figura 55. Componentes principales del SEM⁹⁸



Espectroscopia por Dispersión de Energía de Rayos X (EDS)

Cuando el haz de electrones del SEM bombardea la muestra, se producen rayos X, que son característicos de los elementos específicos alcanzados por este haz, lo que se denomina en la literatura como, Espectroscopia por Dispersión de Energía de Rayos X (EDS). De manera que, con accesorios y detectores adecuados, los TEM y los SEM se pueden convertir en herramientas de análisis que permitan descubrir la presencia de elementos químicos, siempre que su número atómico sea superior a 4. El detector de EDS, recibe el espectro total emitido por todos los elementos de la muestra a la vez. Para cada fotón de rayos X incidente, el detector genera un impulso eléctrico cuya altura será proporcional a la energía del fotón. Los distintos impulsos eléctricos generados son separados y almacenados en función de su valor con ayuda de un analizador de altura de impulsos multicanal. El espectro de radiación de rayos X emitido para cualquier material puede ser utilizado para hacer un microanálisis químico semicuantitativo.⁹⁹

Microscopia de Fuerza Atómica (AFM)

Desde su aparición en los 80's, el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM), ha sido un equipo importante para generar conocimientos sobre la microestructura de materiales. Basado en la interacción local entre la punta y la superficie de una muestra, proporciona imágenes tridimensionales de superficies con alta resolución espacial en tiempo real. Trabaja en diferentes modos de operación como "Tapping", Contacto para obtener la topografía de la superficie de la muestra. También determina las propiedades físicas de los materiales como: viscoelasticidad, fuerza eléctrica y fuerza magnética.¹⁰⁰

La técnica AFM proporciona imágenes tridimensionales en tiempo real, permitiendo monitorear un área localizada para obtener las propiedades físicas de los materiales simultáneamente. Todos los AFM tienen 5 elementos fundamentales: la punta, el escáner, el detector, el sistema de control electrónico y el sistema de aislamiento de vibración. La punta se selecciona de acuerdo al tipo de muestra y a las propiedades que se desean obtener; ésta puede ser de diferentes materiales, las más comunes son de nitruro de silicio o de silicio. El diseño del escáner tiene forma de tubo y es de un material cerámico piezoeléctrico que cambia de dimensiones como respuesta a un voltaje aplicado. Estos escáneres se caracterizan por tener tres grados de libertad, expandiéndose en una dirección y contrayéndose en otra como resultado del voltaje aplicado a sus electrodos. También se caracterizan por su frecuencia de resonancia, su intervalo de barrido el cual depende del material piezoeléctrico, sus dimensiones y el voltaje aplicado. El mayor intervalo de operación de un escáner es de $\approx 100\mu\text{m}$ en movimiento lateral y $\approx 10\mu\text{m}$ en movimiento vertical. Los sistemas de control y aislamiento de vibración son similares para la mayoría de SPM's^{100,101}

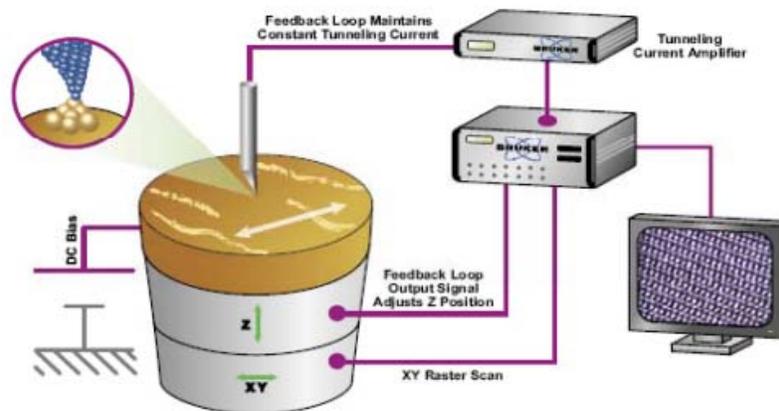


Figura 56. Principales componentes de la microscopía de efecto túnel.¹⁰²

El AFM monitorea la superficie de la muestra con una punta de radio de curvatura de 20 a 60 nm que se localiza al final de un cantilever. Las fuerzas entre la punta y la muestra, provocan la deflexión del cantilever, simultáneamente un detector mide esta deflexión a medida que la punta se desplaza sobre la superficie de la muestra generando una micrografía de la superficie. La fuerza interatómica que contribuye a la deflexión del cantilever es la fuerza de Van der Waals. También, se muestran dos intervalos de operación: de contacto y no contacto. Para el primer intervalo de operación, el cantilever se mantiene a pocos angstroms de la superficie de la muestra y la fuerza interatómica entre el cantilever y la muestra es repulsiva. Para el segundo, el cantilever se mantiene a decenas de angstroms de la superficie de la muestra y la fuerza interatómica entre la punta y la muestra es atractiva.¹⁰⁰

Espectroscopia μ -Raman

Es una técnica espectroscópica utilizada en física y química para el estudio de los modos vibracionales, rotacionales y otros de baja frecuencia. Se basa en la dispersión inelástica, o dispersión Raman, de la luz monocromática, que por lo general, procede de un láser en intervalo visible, infrarrojo cercano, o ultravioleta cercano. La luz láser interactúa con fotones u otras excitaciones en el sistema, por lo que la energía de los fotones láser se desplaza hacia arriba o hacia abajo. Normalmente, la muestra se ilumina con un rayo láser. La luz del punto iluminado se recoge con una lente y se envía a través de un monocromador. Las longitudes de onda cercanas a la línea láser, debidas a la dispersión elástica de Rayleigh, son filtradas, mientras que el resto de la luz recogida se dispersa en un detector. La dispersión Raman espontánea es generalmente muy débil, y como resultado la principal dificultad de la espectrometría Raman es separar la luz débil dispersada inelásticamente de la luz intensa láser por dispersión de Rayleigh.



Históricamente, los espectrómetros Raman utilizaban rejillas de difracción holográfica y múltiples etapas de dispersión para lograr un alto grado de rechazo láser. En el pasado, los detectores de elección para las configuraciones de dispersión Raman eran los fotomultiplicadores, lo que daba lugar a largos tiempos de adquisición. Sin embargo, la instrumentación moderna en casi todo el mundo emplea filtros de muesca o borde para rechazar el láser, así como espectrógrafos y detectores CCD.¹⁰¹



Figura 57. Microscopio μ -Raman.

La espectrometría Raman ofrece varias ventajas para el análisis microscópico. Dado que se trata de una técnica de dispersión, las muestras no necesitan ser fijadas o seccionadas. Los espectros Raman pueden ser obtenidos a partir de un volumen muy bajo ($<1 \mu\text{m}$ de diámetro); estos espectros permiten la identificación de especies presentes en ese volumen. El agua no interfiere de manera apreciable. Por lo tanto, la espectroscopia Raman es adecuada para el examen microscópico de minerales, materiales como cerámica, polímeros, células y proteínas. Un microscopio Raman, consiste de un microscopio óptico estándar con un láser de excitación, un monocromador y un detector sensible (como un dispositivo de carga acoplada (CCD), o un tubo fotomultiplicador (PMT)). En visualización directa, todo el campo de visión se examina por dispersión sobre una pequeña gama de números de onda (turnos Raman).¹⁰¹

Dado que las lentes objetivo de los microscopios enfocan el rayo láser a varios micrómetros de diámetro, el resultado del flujo de fotones es mucho mayor que los que se logran en las configuraciones Raman convencionales. Esto tiene el beneficio añadido de una mayor desactivación de la fluorescencia. Sin embargo, el alto flujo de fotones también puede causar la degradación de la muestra, y por esta razón algunas configuraciones requieren un sustrato que conduzca térmicamente (lo que actúa como un disipador de calor) a fin de mitigar este proceso. Mediante el uso de la microespectrometría Raman, se pueden medir los espectros Raman, resueltos en vivo en el tiempo y el espacio, de regiones microscópicas de la muestra. Como resultado de



esto, puede eliminarse la fluorescencia del agua, el medio y los intermediarios. Para muestras biológicas y médicas, la microscopía Raman generalmente utiliza láseres de infrarrojo cercano (diodos de 785 nm y 1064 nm). Esto reduce el riesgo de dañar la muestra mediante la aplicación de alta potencia.¹⁰¹

La radiación es enfocada en la muestra por un objetivo (x100, x50, x10), que sirve también para recoger la señal Raman de la muestra, y enviada, a través del separador de haz, al espectrómetro y, por último, al sistema de detección. La detección de la señal Raman puede realizarse por un detector multicanal que permite disminuir el tiempo de registro, los compuestos sensibles térmicamente, así como en las muestras que una alta concentración de radiación en un punto puede producir algún tipo de transformaciones, deben utilizarse bajas potencias de laser y, en algunos casos, es conveniente la utilización de una lente cilíndrica en el microscopio. Según el criterio de resolución espacial, para la longitud de onda del laser en el visible y un objetivo x100 en el microscopio, la resolución teórica es menor de 1 μm .

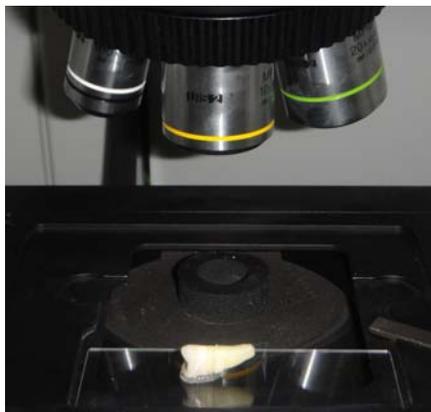


Figura 58. Objetivos del μ -Raman (x100, x50, x10)



Referencias bibliográficas

1. Gómez de Ferraris M, Campos Muñoz A. Histología y Embriología Bucodental. Bases Estructurales de la Patología, El diagnóstico, la terapéutica y la prevención odontológica. 2da reimpresión. Madrid: Editorial Medica Panamericana, 2001
2. Spears IR. A Three-dimensional Finite Element Model of Prismatic Enamel: A Re-appraisal of the Data on the Young's Modulus of Enamel. *J Dent Res* 1997;76(10):1690-1697
3. Reyes GJ, Estudio del esmalte dental humano por microscopia electrónica técnicas afines. *Rev. Latin Am Met Mat.* 2001; 21(2):81-85
4. Mihaela C. Tooth Enamel, the Result of the Relationship between Matrix Proteins and Hydroxyapatite Crystals. *Applied Medical Informatics* 2008; 23(3-4):68-72
5. Tanaka R, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Mineralization potential of polarized dental enamel. *Plos One* 2009;4(6):1-6
6. Anjum A, Otsuki MM, Martin K, Tagami J. Preservation in the liquid media produces alterations in enamel surface properties. *Journal of Dentistry.* 2009;37:884-890
7. Cao Y, Mei M, Li Q, Chin E. Enamel prism-like tissue regeneration using enamel matrix derivative. *Journal Dentistry.* 2014;42:1535-1542
8. Raizzutto M, Tabacniks M, Falla-Sotelo F, Curado J, Francci C, Markarian R *et al.* Characterization using ion beam analysis. *Journals of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.* 2006;269(3):683-687
9. Raue L, Gersdorff N, Rödiger M, Klein H. New insights in prism orientation within human enamel. *Archives of Oral Biology.* 2012;57:271-276
10. Hariri I, Sadr A, Shimada Y, Tagami J, Sumi Y. Effects of structural orientation of enamel and dentine on light attenuation and local refractive index: An optical coherence tomography study. *Journal of Dentistry.* 2012;40:387-396
11. Simmer JP, Hu JC. Molecular mechanisms of dental enamel formation. *Crit Rev. Oral Biol Med.* 1995;6(2): 84-108
12. Bajaj D, Arola D. Role of prism decussation on fatigue crack growth and fracture of human enamel. *Acta Biomater* 2009;5(8):3045-3056
13. Xie ZH, Swain MV, Swadener G, Munroe P, Hoffman M. Effect of microstructure upon elastic behavior of human tooth enamel. *J of Biomechanics* 2009;42:1075-1080
14. Orban BJ, Bhaskar SN. Histología y Embriología Bucal. México: Editorial Prado. 1991
15. Simmer JP, Hu JC. Molecular mechanisms of dental enamel formation. *Crit Rev. Oral Biol Med.* 1995;6(2): 84-108
16. Espírito SA, Peres LS. The enamel organic matrix: structure and function. *Brazil J Oral Sci.* 4(13):716-724
17. Presas-Clemente A, García Molina JA, Greco-Machado Y, Carvalho-Lobato P, Belmonte-Calderón A, Serra-Renomi Manzanares-Cespedes Mc. Análisis semicuantitativo del calcio y fosforo en el esmalte y la dentina. *Biomecánica* 2002;10(2):14-19
18. Ortega J, Elizondo N, Guerrero H. Visualización cristalográfica de la hidroxiapatita. *Ingenierías* 2004;3(24) 46-50
19. Bajaj D, Arola D. On the r-curve behavior of human tooth enamel. *Biomaterials* 2009;30(23-24):4037-4046
20. Ichijo T, Yamashita Y, Terashima T. Observations on structural features and characteristics of biological apatite crystals. Observation on lattice imperfection of human tooth and bone crystals II. *Bull. Tokyo Med Dent.* 1993;40:193-205
21. Meira L, Valdrigh H, Vedovello M, Bortolazzo A. Effect of adhesive remnant removal on enamel topography after bracket debonding. *Dental Press J Orthod* 2014;19(6):105-112



22. Bounocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling material to enamel superfaces. *J Dent Res* 1955;38:849-853
23. Patcas R, Zinelis S, Eliades G, Eliades T. Surface and interfacial analysis of sandblasted and acid-etched enamel for bonding orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2015;147:S64-S65
24. Trites B, Foley T, Banting D. Bond strength comparison of 2 self-etching primers over a 3-month storage period. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2004;126:709-716
25. Durso G, Abal A. Variabilidad de la morfología de los Prismas del Esmalte Dental Humano. *Acta microscópica* 2008; 17(1): 1-8
26. Koenigswald W. Tooth enamel of the cave bear (*Ursus spelaeus*) and the relationship between diet and enamel structures. *Ann. Zool. Fennici* 1992;28:217-227
27. Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fajerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries Res* 1975;9:373-87
28. Lindauer S, Browning H, Shroff B, Marshall F, Anderson R, Moon Peter. Effect of pumice prophylaxis on the bond strength of orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofac Orthop* 1997;111:599-605
29. Olsen M, Bishara S, Boyer D, Jakobsen J. Effect of varying etching times on the bond strength of ceramic brackets *Am J Orthod Dentofac Orthop* 1996;109:403-409
30. Horiuchi S, Kaneko K, Mori H, Kawakami E, Tsukahara T, Yamamoto K et al. Enamel bonding of self-etching and phosphoric acid-etching orthodontic adhesives in simulated clinical conditions: Debonding force and enamel surface. *Dental Materials Journal* 2009;28(1):419-425
31. Ozer M, Bayram M, Dincyurek C, Tokalak F. Clinical bond failure rates of adhesive precoated self-ligating brackets using a self-etching primer. *Angle Orthod.* 2014;84:155-160
32. Newman GV. Epoxy a adhesives for orthodontic attachments: progress report, *am J Orthod* 1965;51:901-912
33. Miura F, Nacagawa K, Masuhara E. New Direct Bonding System for Plastic Brackets. *Am J. Orthod* 1972;59(4):350-361
34. Retief DH, Sadowsky PL, Clinical experience with the acid etch technique in ortodontics. *Am J Orthod* 1975;68:645-654
35. Bowen RL. Use of Epoxy Resins in Restorative Materials. *J. Dent Res* 1956;35:360-369.
36. Gange P. The Evolution of bonding in ortodontics. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2015;147:S56-63
37. McNamara JA Jr. Fabrication of the acrylic splint Herbst appliance. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1988;94:10-18
38. Hu W, Featherstone J.D. Prevention of enamel demineratization. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2005;128:592-600
39. Al- Twajiri S, Viana G, Bedran-Russo A. Effect of pophyllactic pastes containing active ingredients on enamel bracket bond strenght of etch-and-rinse and self-etching systems. *Angle Orthod* 2011;81:788-793
40. Anthony D. Viazis. Atlas de Ortodoncia. Principios y Aplicaciones Clínicas. Buenos Aires: Editorial Médica Panamericana, 1ra edicion.1995.
41. Bishara S, Soliman M, Oonsombat Ch, Laffon J, Ajlouni R. The effect of variation in mesh-base desing on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Angle Orthod* 2004;74:400-404.
42. Knox J, Kralj B, Hubsch P, Middleton J, Jones ML. An evaluation of the quality of orthodontic attachment offered by single and double mesh bracket bases using finite element method of stress analysis. *Angle Orthod.* 2001;71:149-155



43. Maijer R, Smith DC. Variables influencing the bond strength of metal orthodontic bracket bases. *Am J Orthod.* 1981;79:20–34
44. Cucu M, Driessen CH, Ferreira PD. The influence of orthodontic bracket base diameter and mesh size on bond strength. *Swed Dent J.* 2002;57:16–20
45. Thanos CE, Munholland T, Caputo AA. Adhesion of mesh-base direct-bonding brackets. *Am J Orthod.* 1979;75:421–430
46. MacColl GA, Rossouw PE, Titley KC, Yamin C. The relationship between bond strength and orthodontic bracket base. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1998;113:276–281
47. Bishara S, VonWald L, Laffoon F, Warren J. Effect of a self-etch primer/adhesive on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofac Orthop* 2001;119:621–624
48. Bishara S, Gordan V, VonWald L, Jakobsen J. Shear bond strength of composite, glass ionomer, and acidic primer adhesive systems. *Am J Orthod Dentofac Orthop* 1999;115:24–28
49. Arnold RW, Combe EC, Warford JH. Bonding of stainless steel brackets to enamel with a new self-etching primer. *Am J Orthod Dentofac Orthop* 2002;122:274–276
50. Velo S, Carano A, Carano A. Self-etching vs. traditional bonding systems in orthodontics: an in vitro study. *J Orthod Craniofac Res* 2002;5:166–169
51. Dorminey JC, Duna WJ, Taloumis LJ. Shear bond strength of orthodontic brackets bonded with a modified 1-step etch-ant-and-primer technique. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 2003;124:410–413
52. Kimura T, Duna WJ, Taloumis LJ. Effect of fluoride varnish on the in vitro bond strength of orthodontic brackets using a self-etching primer system. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 2004;125:351–356
53. Vilchis RJ, Yamamoto S, Kitai N, Yamamoto K. Shear bond strength of orthodontic brackets bonded with different self-etching adhesives. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 2009;136:425–30
54. Pickett K, Sadowsky P, Jacobson A, Lacefield W. Orthodontic In Vivo Bond Strength: Comparison with In Vitro Results. *Angle Orthod* 2001;71:141–148
55. Keizer S, TenCate JM, Arends J. Direct bonding of orthodontic brackets. *Am J Orthod.* 1976;69:318–327.
56. Wade AO, Bishara SE, Laffoon J, Warren JJ. Influence of Self-etching Application Time on Bracket Shear Bond Strength. *Angle Orthod* 2007;77:885–889
57. Turk T. Effects of Self-Etching Primer on Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets at Different Debond Times. *Angle Orthod* 2007;77:108–112
58. López FS, Palma CJ, Gerrero IJ, Ballesteros LM, Elorsa PH. Fuerza de retención al esmalte con adhesivos usados en ortodoncia, utilizando dos tipos de bases de brackets (estudio comparativo in vitro) *Revista odontológica Mexicana* 2004;8:122–126
59. Eminkahyagil N, Korkmaz Y, Gokalp S, Baseren M. Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets with Newly Developed Antibacterial Self-Etch Adhesive. *Angle Orthod* 2005;75:843–848
60. Attilio M, Traini T, Di Iorio D, Varvara G, Festa F, Tecco S. Shear Bond Strength, Bond Failure, and Scanning Electron Microscopy Analysis of a New Flowable Composite for Orthodontic Use. *Angle Orthod* 2005;75:410–415
61. Yamada R, Hyakama T, Kasai K. Effect of Using Self-Etching Primer for Bonding Orthodontic Brackets. *Angle Orthod* 2002;72:558–564
62. Boncuk Y, Çehreli Z, Polat-Özsoy Ö. Effects of different orthodontic adhesives and resin removal techniques on enamel color alteration. *Angle Orthod.* 2014;84:634–641
63. Joo H-J, Lee Y-K, Lee D-Y, Kim Y-J, Lim Y-K. Influence of orthodontic adhesives and clean-up procedures on the stain susceptibility of enamel after debonding. *Angle Orthod.* 2011;81:334–340



64. Ioana D, Stanciu D, Anca M, Miculescu F, Plotog I, Varzaru G et al. Electron microscopy analysis of different orthodontic brackets and their adhesion to the tooth enamel. *Rom J Morphol Embryol.* 2014;55(2):591-596
65. Haro M, Vicente A, Alfonso-Hernández N, Jiménez-López M, Bravo-González LA. Comparison of shear bond strength of brackets recycled using micro sandblasting and industrial methods. *Angle Orthod.* 2015;85:461-467
66. Dumbryste I, Jonavicius T, Linkeviciene L, Linkevicius T, Peciuliene V, Malinauskas M. The pronostic value of visually assessing enamel microcraks: Do debonding and adhesive removal contribute to their increase? *Angle Orthod.* 2015;
67. Suliman S, Trojan T, Tantbirojn D, Versluis A. Enamel loss following ceramic bracket debonding: A quantitative analysis in vitro. *Angle Orthod.* 2015;85:651-656
68. Cosmin S, Adrian M, Meda N, Mijai R, Liviu M, Alessandra G et al. Imagistic Evaluation on the orthodontics interfaces. *Advanced Engineering Forum.* 2013;8(9):317-326
69. Ferreira F, Nouer D, Silva N, Garbui I, Correr-Sobrinho L. Qualitative and quantitative evaluation of human dental enamel after bracket debonding: a noncontact three-dimensional optical profilometry analysis. *Clin Oral Invest.* 2014;18:1853-1864
70. Faria-Junior E, Danil R, Bittencourt S, Bortolazzo A, Correr-Sobrinho L, Ruiz E et al. In-vivo evaluation of the surface roughness and morphology of enamel after bracket removal and polishing by different techniques. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2015;147:324-329
71. Pont H, Özcan M, Ren Y. Loss of surface enamel after bracket debonding: An in-vivo and ex-vivo evaluation. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010;138:387-389
72. Rodríguez J, Arenas J. Tesis: Análisis del esmalte dental por microscopia electrónica de barrido analítica después del retiro de brackets. Estudio comparativo con las fuerzas de desprendimiento. Maestría en Ciencias Odontológicas UNAM. Noviembre del 2011
73. Ma X, Wang L, Qin B, Liu C, Subramanian S. Effect of Non microstructure and mechanical properties of 16Cr5Ni1Mo martensitic stainless steel. *Materials and Design* 2012;34:74-81
74. Årtun J, Bergland S. Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment. *Am J Orthod* 1984;85:333-340
75. International Organization for Standardization (ISO) with Technicaql Specification (ISO/TS) 11405. Second edition. 2003-02-01 Reference number ISO/TS 11405:2003(E).
76. Herriquez-Távaran et al. Análisis semicuantitativo del calcio y fosforo en los tejidos calcificados de la mandíbula. *Biomecánica* 2002;10(2):5-13
77. Ducheyne P et al. The effect of phase differences on time-dependet variation of the zeta potential of hydroxyapatite. *Journal of Biomedical Materials Research* 1992;26:147-168.
78. Bonetti GA, Zanarini M, Parenti SI, Lattuca M, Marchionni S, Gatto MR. Evaluation of enamel surfaces after bracket debonding: An in vivo study with scanning electron microscopy. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2011;140:696-702
79. Bosh T, Kaufman A, Balabanovsky A, Vardimon A. In vivo debonding strength and enamel damage in two orthodontic debonding methods. *Journal of Biomechanics* 38 (2005) 1107-1113
80. Turk T. Effects of Self-Etching Primer on Shear Bond Strength of Orthodontic Brackets at Different Debond Times. *Angle Orthod* 2007;77:108-112
81. Bishara SE, Oonsombat C, Ajlouni R, Laffon JF. Comparison of the sear bond strength between a conventional and a new integrated bonding system. *Angle Orthod* 2005;75:233-238
82. Yacamán MJ, Reyes J. *Microscopia Electrónica, Una Visión del Microcosmos.* México D. F., Fondo de Cultura Económica, 1995.
83. Meerbeek BV, Braem M, Vanherle G. Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentin. *Journal of Dentistry.* 1994; 22 (3): 141-146



84. Jelkins G. An Introduction to R-Ray Spectrometry. London: Ed. Heyden,1976
85. Heimendhal MV. Electron Microscopy of Materials. New York: Academic Press, 1980
86. Barrio-Paredes RA. Formation de Images Through Intact Animal with Uptake by Bloodstream and Thyroid Gland. J Dent Res, 1951; 30: 728-733
87. Otlew CW. The Scanning Electron Microscope. Part, The instrument Great Britain,1972
88. Goldstein JL. Scanning Electron Microscopy and X Ray Microanalysis. New York: Plenum Press, 1981
89. Lindauer S, Browning H, Shroff B, Marshall F, Anderson R, Moon Peter. Effect of pumice prophylaxis on the bond strength of orthodontic brackets. Am J Orthod Dentofac Orthop 1997;111:599-605.
90. Pawley J. The development of field-emission scanning electron microscopy for imaging biological surfaces. Scanning 1997;19: 324–336.
91. Feninat F, Poulin S, Ellis TH, Sacher E, Stangel I. Moisture dependent renaturation of collagen in phosphoric acid-etched human dentin. J Biomed Mater Res 1998;42:549–553.
92. Takuma S. Electron microscopy of the structure around the dentinal tubule. J Dent Res 1960;39:973–981.
93. Thomas HF. The lamina limitans of human dentinal tubules. J Dent Res 1984;63:1064–1066.
94. Mjor IA, Nordahl I. The density and branching of dentinal tubules of human teeth. Arch Oral Biol 1996;41:401–412.
95. VanMeerbeek B, Dhém A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin–dentin interdiffusion zone. J Dent Res 1993;72:495–501.
96. Walshaw PR, McComb D. SEM characterization of the resin dentin interface produced in vivo. J Dent Res 1995;23:281–287.
97. Pithon M, Oliveira A, Sant'Anna E, Oliveira M, Bernardes L. Shear bond strength of brackets bonded to enamel with a self-etching primer. Angle Orthod. 2009;79:133-137
98. <http://quimica.unab.cl/laboratorio-de-analisis-de-solidos-las/informacion/fundamentos-teoricos/microscopia-electronica-de-barrido-con-detector-eds-sem-eds/>
99. Print JL, Hernández G, Rojas B. Operando el Microscopio Electrónico como herramienta para el estudio de los polímeros y otros materiales y el Microscopio electrónica de barrido. (MEB) Revista Iberoamericana de Polímeros. 2010;11(1):26-42
100. Reséndiz MC, Castrellón-Urbe J. Microscopio de Fuerza Atómica. Encuentro de Investigación en ingeniería Electrónica. 2015; 8-13
101. Requena A. Zúñiga J. Espectroscopia. Person. Madrid 2004
102. <http://blog.bruckerfmp.com/guide-to-spm-and-afm-modes/contact-mode-afm/>