

Análisis fisicoquímico del mineral trióxido agregado (MTA) por difracción de rayos X calorimetría y microscopia electrónica de barrido

Dr. Daniel Silva Herzog-Flores,*
QFB Luz Ma. Andrade
Velázquez,** Dra. Verónica
Méndez González,***
Dr. Francisco Javier Medellín
Rodríguez,**** Dra. Mayra
Vayela Benavidez Gómez,*****
Dra. Verónica González
Barrientos*****

- * Coordinador de la Maestría de Endodoncia en la Universidad de San Luis Potosí, México.
** Titular de la materia de Bioquímica en la Maestría de Endodoncia de San Luis Potosí, México.
*** Titular de la materia de Metodología de la Investigación de la Maestría de Endodoncia de San Luis Potosí, México.
**** Maestro en Ciencias en Ingeniería Química.
***** Alumna de la Maestría de Endodoncia de San Luis Potosí, México.

Resumen

El propósito de este estudio fue conocer la composición fisicoquímica del mineral trióxido agregado: MTA[†] ya que a dicha composición le han dado la capacidad de ser una excelente opción para aplicarlo en diversos tratamientos utilizados en endodoncia. La determinación de la composición química por medio de ensayos analíticos químicos y difracción de rayos X reportó que el 18.8% del material es insoluble en agua, 0.36% corresponde a MgO y el 90% a CaO; posee una cristalinidad cercana al 80%, siendo un material complejo natural cristalino. La prueba de calentamiento directo a 37°C reportó que el material expuesto a esta temperatura una hora y media comienza a perder cristalinidad y con ello adherencia.

La técnica de barrido diferencial indicó un punto de fusión a los 100°C; con el potenciómetro se verificó su pH alcalino y la cuantificación de iones calcio a partir del espectrofotómetro de absorción atómica (Perkin Elmer 5100) mostró 8.8 ppm a los 24 horas y 7 días, de 10.08 ppm a los 15 días y de 10.10 ppm a los 21 días. El MTA es un compuesto complejo en que destaca su gran contenido de calcio, ligado químicamente al Mg, Al, Si y O. Su pH alcalino es propicio para la inhibición bacteriana y su alta cristalinidad le da su gran adhesividad.

Palabras clave: Materiales dentales, cementos, endodoncia.

Abstract

The purpose of the study is to know the chemical and physical composition of mineral. Trioxide Aggregate (MTA[†]).

This composition is known to be an excellent choice in several treatments of endodontics. The chemical composition through analysis and X-ray diffraction reported 18.8% of the material is insoluble in water, (0.36% MgO, and 90% CaO) the cristality is close to 80%, the material is a natural complex cristal. The direct heat at 37°C showed that after being exposed for 1.5 Ls it starts to lose cristality and with that adherence.

The differential scan technique showed a 100°C fusion point with the potentiometer it was verified and Alka Line Ph. The calcium Ions were quantified with the atomic absorption spectrophotometer (Perkin Elmer 5100), it showed 8.8 PPM at 24 hs and 7 days, 10.08 PPM at 15 days and 10.10 ppm at 21 days. The MTA is a complex material with a high Ca content. Chemically attached to MG, Al, Si, O.

Its alkaline Ph inhibits bacterial growth and its cristal composition favours great adhesion.

Key words: Dental materials, cements, endodontics, root canal therapy.

[†] Creado en Loma Linda California por el Dr. Mahmoud Torabinejad.

Introducción

Los materiales dentales han sido parte importante en el diario evolucionar de la endodoncia y gracias a los grandes adelantos tecnológicos y bioquímicos, se ha logrado la generación de nuevos elementos que con sus propiedades físicas, químicas y biológicas pretenden ayudar en la recuperación y cicatrización de nuestros pacientes.

En realidad, las apicectomías y la colocación de obturaciones a retro se han llevado a cabo desde mediados del siglo XVIII y aunque se han estudiado muchos materiales en un esfuerzo para encontrar un material de obturación a retro ideal, como la amalgama, el cavit, el oro, las resinas, la gutapercha, el IRM, el super EBA, los ionómeros de vidrio, los cementos a base de fosfato cálcico, aún no existe aquel que logre conjuntar todos los requisitos deseados en cirugía apical.¹

En la práctica endodóntica, accidentes de procedimientos tales como perforaciones pueden ocurrir y afectar el pronóstico de la terapia de conductos. En un estudio analítico de fracasos endodónticos, Ingle (1987) reportó que las perforaciones fueron la segunda causa de fracasos endodónticos y representaban el 9.6% de todos los casos no exitosos.²

Tanto las perforaciones, el tratamiento quirúrgico y la endodoncia preventiva son puntos de interés dentro de la investigación endodóntica. En este sentido, recientemente el Dr. Mahmoud Torabinejad en la Universidad de Loma Linda California, ha desarrollado un nuevo material experimental denominado: *Mineral trióxido agregado (MTA)* para sellar todos las vías de comunicación existentes entre el sistema de conductos radiculares y la superficie externa del diente; los resultados de varias investigaciones realizadas por Torabinejad en torno a este cemento muestran que es un material prometedor para utilizarse tanto en la reparación de perforaciones, como material para obturaciones retrógradas y en el tratamiento de exposiciones pulpares gracias a su capacidad de formar puentes dentinarios, ser biocompatible, su pH alcalino y no favorecer la inflamación.³⁻⁷

En un estudio realizado por Torabinejad y colaboradores a partir de un espectómetro de energía disperso de rayos X y microscopio electrónico de barrido mostraron que es un material cuyas principales moléculas son el calcio y el fosfato, con componentes como silicato tricálcico, aluminio tricálcico, óxido tricálcico y óxido silicato, presentando un pH inicial de 10.2 y después de 2 horas con 45 minutos de 12.5, presentando una radiopacidad mayor que el super EBA y el IRM.^{8,9}

El polvo del MTA consiste en finas partículas hidrofílicas las cuales al hidratarse con solución salina estéril en una proporción de tres a uno, adquiere una consistencia de gel, el cual solidifica a una estructura

dura en menos de 4 horas y tiene una fuerza de compresión equivalente a la amalgama. Las características del agregado dependen del tamaño de las partículas, de la relación polvo-agua y de la temperatura. Su gran adaptación a las paredes cavitarias permite un menor grado de filtración de humedad y de bacterias.^{10,11}

El propósito del presente trabajo fue el llevar a cabo un análisis fisicoquímico de este cemento por medio de análisis especializados, lograr conocerlo mejor y así comprender su comportamiento biológico.

Material y métodos

Se contó con un total de 20 g de MTA con los cuales se realizaron los siguientes análisis:

1. *Determinación de la composición química.* Se iniciaron ensayos químicos analíticos para determinar los principales óxidos esperados en un material de este tipo como son: material insoluble, MgO, CaO, Al₂O₃, SiO₂, Bi₂O₃, CaPO₄. Debido a que sólo se detectó MgO, CaO y material insoluble, se procedió a realizar la determinación de la composición química del material por medio de difracción de rayos X, ya que esta técnica permite la identificación de los compuestos presentes en las muestras de lectura. Así mismo por medio del microscopio electrónico de barrido: EDAX ZAF, se llevó a cabo un análisis general de la muestra, análisis de partícula grande gris, análisis de partícula blanca y análisis de la muestra a bajos aumentos.
2. *Cristalinidad del material por difracción de rayos X.* Se procedió a determinar la cristalinidad del material por medio de difracción de rayos-X debido a que ésta es una técnica de caracterización de materiales que permite determinar la estructura cristalina general de un material; es decir si es cristalino o amorfo o ambos, los planos cristalinos característicos de la estructura básica y el ancho a media altura de los picos lo cual está directamente relacionado con el tamaño de los cristales.
3. *Pérdida de la cristalinidad por calentamiento directo.* Se procedió a calentar directamente el MTA y se efectuó su análisis por difracción de rayos-X. Este tipo de experimentos es necesario si la muestra va a estar tiempos prolongados expuesta a temperaturas relativamente elevadas. Todo esto con el fin de observar el efecto sobre la cristalinidad del material.
4. *Determinación de pH.* Se colocaron 0.5 g de polvo de mineral trióxido agregado en 30 mL de solución salina estéril, dicha solución se homogenizó durante diez minutos en el agitador. Transcurrido este tiempo se colocó la solución homogenizada en 4 tubos de ensayo de 12 x 75 para poder introducirlos a la centrífuga duran-

te cinco minutos a 2,500 rpm, se tomaron 20 mL del sobrenadante y se procedió a leerlo en el potenciómetro.

5. *Determinación de iones calcio.* Con un espectrofotómetro de absorción atómica (Perkin Elmer 5100) se logró determinar la cantidad de iones calcio liberados. Para ello se prepararon 2.5 g de polvo del cemento con 1.75 mL de suero fisiológico, posteriormente se tomaron 1 mL de dicha mezcla con una jeringa desechable y se colocó dentro de una bolsa de celofán procurando que la pasta permaneciera en el extremo inferior de la bolsa sin llenar la parte superior de la misma, se cerraron las bolsas con ligas y se colocaron en recipientes de plástico básica y el ancho a media altura de los picos lo cual está directamente relacionado con el tamaño de los cristales.
3. *Pérdida de la cristalinidad por calentamiento directo.* Se procedió a calentar directamente al MTA y se efectuó su análisis por difracción de rayos-X. Este tipo de experimentos es necesario si la muestra va a estar tiempos prolongados expuesta a temperaturas relativamente elevadas. Todo esto con el fin de observar el efecto sobre la cristalinidad del material.
4. *Determinación de pH.* Se colocaron 0.5 g de polvo de mineral trióxido agregado en 30 mL de solución salina estéril, dicha solución se homogeneizó durante diez minutos en el agitador. Transcurrido este tiempo se colocó la solución homogenizada en 4 tubos de ensayo de 12 x 75 para poder introducirlos a la centrifuga durante cinco minutos a 2,500 rpm, se tomaron 20 mL del sobrenadante y se procedió a leerlo en el potenciómetro.
5. *Determinación de iones calcio.* Con un espectrofotómetro de absorción atómica (Perkin Elmer 5100) se logró determinar la cantidad de iones calcio liberados. Para ello se prepararon 2.5 g de polvo del cemento con 1.75 mL de suero fisiológico, posteriormente se tomaron 1 mL de dicha mezcla con una jeringa desechable y se colocó dentro de una bolsa de celofán procurando que la pasta permaneciera en el extremo inferior de la bolsa sin llenar la parte superior de la misma, se cerraron las bolsas con ligas y se colocaron en recipientes de plástico conteniendo éstos 20 mL de agua desionizada, esto con el fin de que los iones calcio liberados por dicha sustancia, difundiesen a través de la membrana y de esta forma realizar la lectura. Las muestras se prepararon para leerlas a las 24 horas, 7, 15 y 21 días después de haber preparado la mezcla; así mismo se realizó una muestra control conteniendo solamente 20 mL de agua desionizada.¹²
6. *Punto de fusión por calorimetría de barrido diferencial.* La determinación de la transición térmica es necesaria para tener presente un posible cambio en sus propiedades como función de la temperatura, y debi-

do a que el MTA se aplica a una temperatura corporal se llevó a cabo un calentamiento lineal a 10°C/min para barrer al menos el rango de temperatura crítico, a través de la técnica de colorimetría de barrido diferencial la cual se utiliza para determinar transiciones térmicas como temperaturas de transición vítrea, temperaturas de fusión, temperaturas y tiempos de cristalización globales así como entalpías de cristalización y fusión y debido a que este material presentó un punto de fusión de 100°C y una entalpía de fusión de 19,478 J/g se procedió a caracterizarlo por difracción de rayos X, para determinar su estructura cristalina, el tamaño de sus cristales y la identificación de sus compuestos.

Resultados

1. *Determinación de la composición química:*

- a) Ensayos analíticos químicos. De acuerdo con las marchas químicas se encontró 18.8% de material insoluble. 0.38% de MgO y 90% de CaO.
- b) Difracción de rayos-X. Los resultados indicaron la presencia de un material complejo natural cristalino con la posible fórmula de $\text{Ca}_{54}\text{MgA}_{12}\text{Si}_{16}\text{O}_{90}$, también se detectó un compuesto cristalino, el Bi_2O_3 . Los componentes principales extraídos fueron en una mayor proporción óxido de calcio. Con el microscopio electrónico de barrido se obtuvieron los siguientes resultados:
Análisis general del MTA C: 7.93%, O: 21.06%, Mg 0.89%, Al: 1.39%, Si: 5.37%, S: 2.0%, Ca: 29.47%, Fe: 2.03%, Bi: 29.87% (*Figura 1*).
Análisis de partícula grande gris, MTA C: 8.94%, O: 36.76%, Mg: 0.98%, Al: 0.67%, Si: 10.95%, S: 0.30%, Ca: 40.50% y Fe: 0.90%.
Análisis de partícula blanca, MTA C: 12.0%, O: 15.48%, Si 0.77%, Bi: 67.28%, Ca: 4.46% (*Figura 2*).
Análisis de MTA a bajos aumentos. C: 11.80%, O: 27.24%, Mg: 1.14%, Al: 1.69%, Si: 6.50%, S: 2.29%, Bi: 9.28%, Ca: 37.41%, Fe: 2.65%.

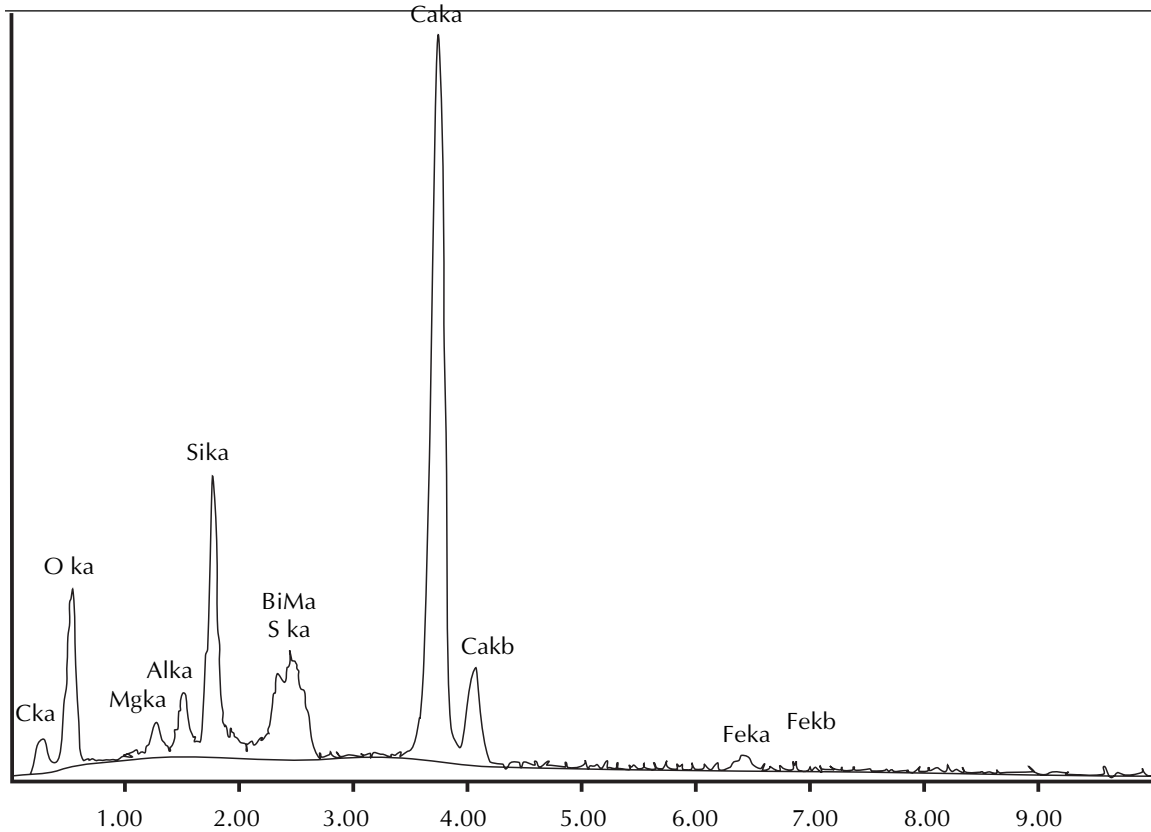
2. *Cristalinidad del material por difracción de rayos-X.* El MTA es un material más bien cristalino con una cristalinidad cercana al 80% debido a que existe un fondo amorfo.
3. *Pérdida de la cristalinidad por calentamiento directo.* Los resultados indicaron que el MTA expuesto a 37°C durante una hora y treinta minutos comienza a perder cristalinidad dentro del orden del 5% tendiéndose a formar un material más amorfo.
4. *Determinación del pH:* de 11.54 a los 5 minutos de centrifugación en la muestra 1 y de 12.05 en la muestra 2.

C:\XL\ESTOM1.SPC

Label: Análisis general MTA

kV: 15.0 Tilt: 0.0 Take-off: 35.0 Det Type: SUTW Res: 146
Tc: 40

FS: 3432 Lsec: 60 27-nov-98
09: 26: 06

**EDAX ZAF Quantification (Standardless)****Element normalized**

Element	Wt%	At %	K-Ratio	Z	A	F
C K	7.93	20.44	0.0231	1.1353	0.2567	1.0004
O K	21.06	40.72	0.0424	1.1131	0.1811	1.0001
MgK	0.89	1.13	0.0051	1.0619	0.5424	1.0016
AlK	1.39	1.59	0.0096	1.0399	0.6612	1.0027
SiK	5.37	5.91	0.0439	1.0817	0.7549	1.0025
S K	2.00	1.93	0.0185	1.0584	0.8661	1.0063
CaK	29.47	22.74	0.2716	1.0340	0.8913	1.0004
FeK	2.03	1.12	0.0185	0.9494	0.9616	1.0007
BiL	29.87	4.42	0.1907	0.6360	1.0038	1.0000
Total	100.00	100.00				

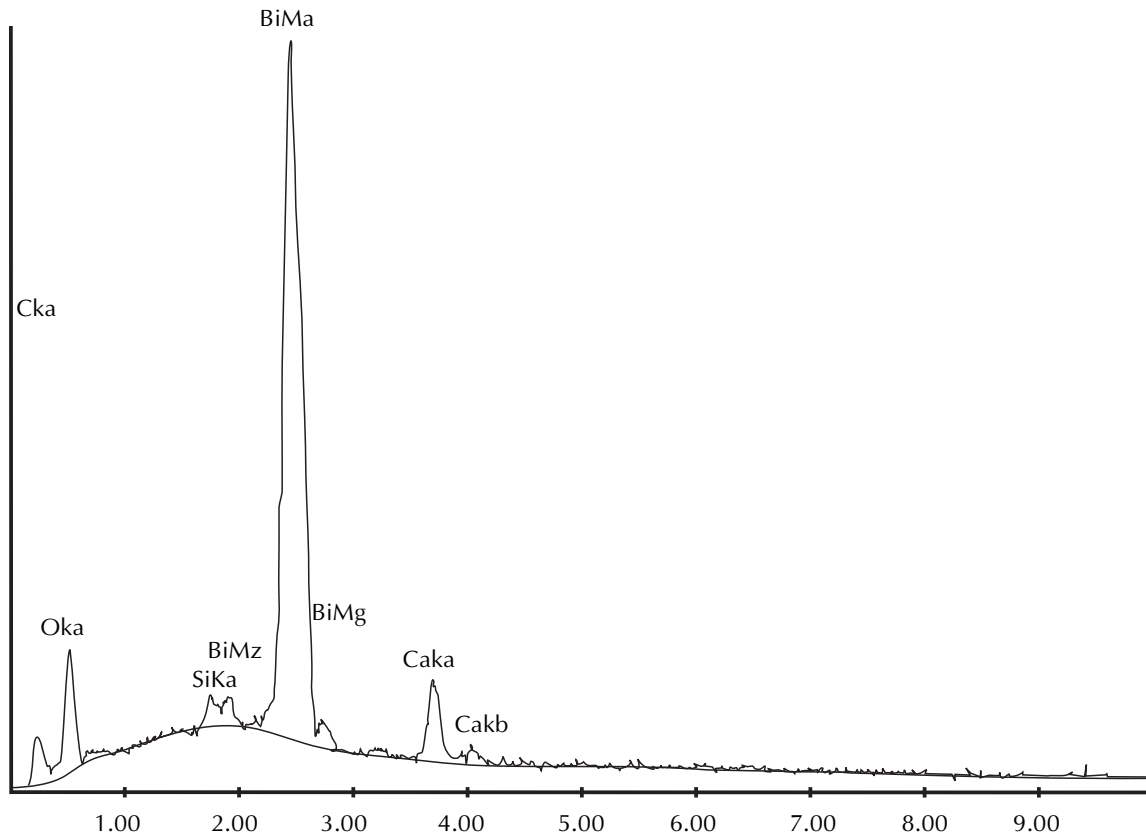
Figura 1. Análisis general del mineral trióxido agregado por microscopia electrónica de barrido EDAX ZAF.

Untitled: 1

Label: análisis de partícula blanca, MTA

KV: 15.0 Tilt: 0.0 Take-off: 35.0 Det Type: SUTW Res: 146
Tc: 40

FS: 2959 Lsec: 60 27-nov-98
13:46:27



EDAX ZAF Quantification (Standardless)

Element normalized

Element	Wt%	At %	K-Ratio	Z	A	F
C K	12.00	41.15	0.0390	1.2500	0.2601	1.0001
O K	15.48	39.87	0.0403	1.2247	0.2127	1.0000
SiK	0.77	1.14	0.0067	1.2235	0.7032	1.0002
BiM	67.28	13.26	0.5983	0.8223	1.0813	1.0001
CaK	4.46	4.59	0.0407	1.1494	0.7931	1.0000
Total	100.00	100.00				

Figura 2. Análisis de la partícula blanca del mineral trióxido agregado por microscopía electrónica de barrido EDAX ZAF a bajos aumentos.

File info: cementoleo Sun nov 8 21: 17: 11 1998
 Sample Weight: 8.488 mg
 cemento dental muestra de odontología

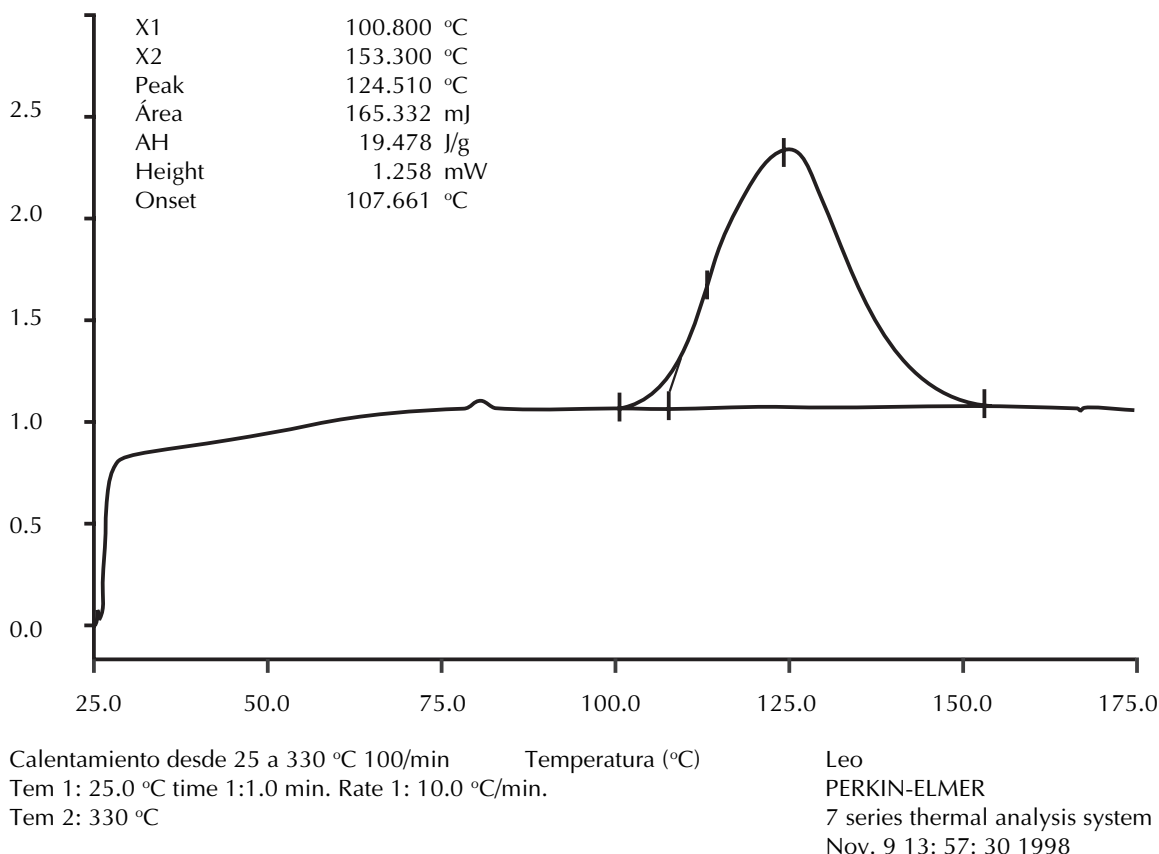


Figura 3. Determinación del punto de fusión del MTA por medio de calorimetría de barrido diferencial.

5. *Liberación de iones calcio por absorción atómica:* La muestra control reportó 0.13 ppm, las muestras problema a las 24 horas y 7 días 8.8 ppm, de 10.08 ppm a los 15 días y de 10.10 ppm a los 21 días.

6. *Punto de fusión por calorimetría de barrido.* La técnica mostró que el MTA es bastante estable térmicamente al menos hasta la temperatura de 100°C en donde claramente se comienza a manifestar una endotermia de fusión. El punto de fusión del material es entonces 100°C (Figura 3).

Análisis y discusión de resultados

Las tres técnicas empleadas para determinar la composición química, concordaron en el hecho de que el calcio es el elemento que existe en mayor cantidad, mientras que el Mg y aluminio son mínimos: Sólo con el microscopio electrónico de barrido se detectó la presencia de azufre y carbono en todos los análisis realizados en la muestra.

Tanto la difracción de rayos X como el microscopio electrónico de barrido dieron la lectura de óxido de bismuto en concentración importante (29.87%–67.28%). El MTA se mostró cristalino con un fondo amorfo, dichas características concuerdan con lo registrado por Torabinejad dándole al material mayor estabilidad y adhesividad.

El llevar a cabo el calentamiento directo del material permitió observar cómo expuesto a temperaturas de 37°C durante un tiempo de 1 hora con 30 minutos afecta la cristalinidad del material cambiando posiblemente con ello sus propiedades tales como la adhesividad; característica muy importante para el uso de este material en la obturación retrógrada.

En cuanto al pH los artículos mencionan que el MTA presenta un pH inicial de 10.2 y al cabo de dos horas con cuarenta y cinco minutos su pH se torna altamente alcalino alcanzando cifras de hasta 12.5.¹¹ No se logró llegar hasta el límite de tiempo de endurecimiento del

material, ya que al cabo de treinta minutos, el gel del material se comenzaba a endurecer.

No se encuentran registros bibliográficos en cuanto a la cantidad de iones calcio liberados por el MTA por lo que los resultados obtenidos nos proporcionaron un nuevo conocimiento, las cifras obtenidas fueron mucho menores a lo esperado por lo que se registró en la determinación de la composición química, donde el calcio fue el elemento químico de mayor concentración esperando con ello que la liberación de iones calcio fuera directamente proporcional a dichos resultados; por lo anterior se puede deducir que los mecanismos de reparación con el MTA se fundamentan más en la capacidad de mantener un pH alcalino que en su liberación de iones calcio. Siendo esto el punto base para utilizarlo como recubrimiento pulpar directo.

Otro resultado de interés fue que el MTA es bastante estable térmicamente hablando al menos hasta 100°C; esto limita la posibilidad de someter el material a procesos de esterilización ya que ello implicaría modificar su estructura cristalina y su gran adhesividad.

Bibliografía

- MacDonald A. Evaluación de un cemento de apatita como material de obturación apical. *Revista Española de Endodoncia*. 1995; 13: (1) 24-34.
- Preciado J, Ingle I, Taintor JF. *Endodoncia*. 3a edición, Editorial Interamericana.
- Torabinejad M, Pitt FT. Use of mineral trioxide aggregate for repair of furcal perforations. *JOE* 1988; 14-2.
- Seug-Jong Lee, Hehdi M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. *JOE* 1993; 19: (11) 541-544.
- Donald EA, Torabinejad M. Repair of furcal perforations with mineral trioxide aggregate. *OOO* 1996; 82: 84-88.
- Pitt FTR, Torabinejad M. Using mineral trioxide aggregate as a pulp-capping material. *JADA* 1996; 127: 1491-1494.
- Hr. Abedei, Torabinejad M, Pitt F. The use of mineral trioxide aggregate cement (MTA) as a direct pulp capping agent. *JOE* 1996; 22: (4) 199.
- Torabinejad M. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *JOE* 1995; 21: (7) 349-353.
- Cemento de agregado trióxido mineral: Un nuevo material*. *PO* 1997; 18: (10) 30-33.
- Torabinejad M, Watson TF. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. *JOE* 1993; 19: (12) 591-595.
- Torabinejad M. Comparative investigation of marginal adaptation of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. *JOE* 1995; 21: (6) 295-299.
- Tesis. *Estudio comparativo del hidróxido de calcio como medicamento intraconducto utilizando vehículos viscosos y acuosos*. Dr. Julio F. Lainfiesta Rimola. Maestría de Endodoncia de San Luis Potosí, SLP.

Reimpresos:
 Dr. Daniel Silva Herzog-Flores
 Av. Dr. Manuel Nava Núm. 2
 Zona Universitaria, CP 78290
 San Luis Potosí
 Tel. (48) 17-43-60, Fax; (48) 13-97-40