



Similitud de la morfología y química elemental de los cementos tipo agregado de trióxido mineral y cemento Portland, mediante microscopia electrónica de barrido y espectroscopia de dispersión de electrones

Similarities of elemental chemistry and morphology of cements type mineral trioxide aggregate and Portland cement through the use of scanning electronic microscopy and electron dispersion spectroscopy

Raúl Luis García Aranda,* Margarita García Garduño§

RESUMEN

En la actualidad, los estudios acerca de la similitud entre el cemento Portland y los cementos tipo mineral de tri-oxi agregado han demostrado que estos compuestos presentan un desempeño análogo, ya que son elaborados con base en el cemento Portland. Con el objeto de verificar los componentes y porcentajes del cemento Portland y los cementos comerciales tipo agregado de trióxido mineral Pro-Root® blanco y Pro-Root® gris, Angelus® y CPM® se elaboraron cinco muestras de cada material de 8 x 4 mm y se les practicó un estudio de textura de superficie mediante microscopio electrónico de barrido y un análisis de espectrometría de energía dispersiva.

Resultados: Los cementos mostraron gran similitud entre el cemento Portland y el agregado de trióxido mineral, sólo que en el agregado de trióxido mineral encontramos ausencia de Fe, Mg, Na y K, y en los cementos tipo agregado de trióxido mineral se encontró regularmente O, C, Si, Ca, Al, Cl y Bi; únicamente se detectó la presencia de Ba en el CPM®. **Conclusiones:** Encontramos gran similitud de los componentes químicos entre el cemento Portland y los cementos tipo agregado de trióxido mineral de todas las marcas comerciales.

ABSTRACT

Currently, studies on similarities among Portland cement and cements type mineral trioxide aggregate have shown that these compounds exhibit similar performance. This can be due to the fact that they are made based on Portland cement. With the aim of assessing percentages and components of Portland cement and commercial cements type mineral trioxide aggregate Pro-Root® white and Pro-Root® grey, Angelus® and CPM®, five 8 x 4 mm samples of each material were processed. These samples were subjected to a study of surface texture. This study was conducted with the help of a scanning electron microscope as well as a energy dispersive spectrometry analysis. **Results:** Upon comparison, Portland cement and mineral trioxide aggregate cements showed great similarities. The main difference was that in mineral trioxide aggregate there was absence of Fe, Mg, Na and K; in mineral trioxide aggregate cements O, C, Si, Ca, Al, Cl and Bi were found regularly. Ba presence was only detected in CP®. **Conclusions:** The present study established the presence of great similarities among chemical components of Portland cement and mineral trioxide aggregate cements of all commercial brands.

Palabras clave: Cementos tipo MTA, cemento Portland, morfología MTA y química elemental de MTA.

Key words: MTA type cements, Portland cement, MTA morphology, MTA elementary chemistry.

INTRODUCCIÓN

El material conocido como agregado de trióxido mineral (MTA) fue desarrollado en la Universidad de Loma Linda para uso quirúrgico en retroobturaciones,¹ y patentado en 1995 por Torabinejad.²

El polvo del MTA Pro-Root® (Dentsply Tulsa, Tulsa, OK, EUA) consiste en pequeñas partículas hidrofílicas con presencia de silicato tricálcico, aluminato tricálcico y óxido de silicio.¹ Este material ha sido estudiado en

* Vicepresidente del Comité Mexicano de Endodoncia y Profesor de Endodoncia en la Facultad de Odontología.

§ Profesora de Carrera Titular C, en la Facultad de Ciencias.

Universidad Nacional Autónoma de México.

Este artículo puede ser consultado en versión completa en <http://www.medigraphic.com/facultadodontologiaunam>

tres fases: en la de polvo, la cristalina y de hidratación del polvo de MTA formando un gel coloidal que endurece, con un pH de entre 10.2 y 12.5, después de tres horas de mezclado.¹

Komabayashi y colaboradores³ concluyen que el MTA Pro-Root blanco contiene partículas más pequeñas, con un rango de tamaño más reducido que el MTA Pro-Root gris; con respecto al MTA Angelus, sus partículas son menos circulares y con rango de tamaño mayor y menos homogéneo que ambos Pro-Root.

Otro problema que se presenta en el uso del MTA es el tiempo de endurecimiento. Torabinejad⁴ menciona que es menor a cuatro horas, mientras que Kogan y su grupo⁵ informan que es de 50 minutos cuando éste se mezcla con agua esterilizada. Las diferencias dependen del método utilizado para determinar su endurecimiento; Chng y asociados,⁶ recomiendan el uso de las agujas de Gilmore, siguiendo los métodos establecidos por la *International Organization for Standardization*, se reporta que el endurecimiento del principio al final es entre 70 y 175 minutos, respectivamente.

Se han utilizado diversos métodos para determinar las propiedades del MTA. Entre éstos encontramos la microscopía electrónica de barrido (MEB),⁷ la espectroscopia⁸ y la difracción de rayos X.⁹ Los estudios con SEM proveen imágenes; sin embargo, sólo permiten la evaluación morfológica de las características topográficas de los especímenes.

La similitud entre el MTA y el cemento Portland (CP) y sus componentes básicos ha sido reportada por Estrela y colegas¹⁰ y Funteas y colaboradores,¹¹ entre otros, además de la producción de hidróxido de calcio como producto consecuente a la hidratación del CP y del MTA, reportado por Camilleri.¹² Holland y su grupo¹³ postularon que los mecanismos de acción del CP y el MTA son similares. En un análisis de EDS, Camilleri y asociados¹² mostraron que los elementos de los componentes son los mismos.

En cuanto a la biotolerancia, Ribeiro DA y asociados¹⁴ indican que el MTA Pro-Root gris y el blanco no son genotóxicos y no causan muerte celular. Al igual que Camilleri y colegas,¹⁵ reportan que en los estudios de biocompatibilidad los extractos de MTA no generaron reacciones citotóxicas derivadas del MTA gris, y que la adición de óxido de bismuto al cemento Portland no interfiere con la biotolerancia.

MATERIALES Y MÉTODOS

Los cinco cementos que se utilizaron en este estudio se dividieron en grupos de la siguiente manera:

Grupo 1, Cemento Portland; Grupo 2, MTA Pro-Root blanco (Dentsply Tulsa, Tulsa, OK, EUA); Grupo 3, MTA Pro-Root gris (Dentsply Tulsa, Tulsa, OK, EUA); Grupo 4, MTA Angelus blanco (Angelus, Londrina, Paraná, Brasil), y Grupo 5, MTA CPM (Medix México, D.F., México).

Todos los cementos fueron mezclados utilizando el líquido que el fabricante anexa al producto y siguiendo estrictamente sus instrucciones. En el caso del cemento Portland, se utilizó agua bidestilada. De cada grupo se elaboraron cinco muestras de 8 mm de diámetro por 4 mm de espesor; todas fueron colocadas en una estufa Hanau con 95% de humedad a 37.5 ± 0.5 °C durante 24 horas.

Una vez endurecidas, las muestras fueron colocadas en portamuestras con una película de carbón en las que quedaron adheridas. Se realizaron observaciones en el microscopio electrónico de barrido (Jeol modelo 5900LV, Tokio, Japón) con un rango de magnificación de 18X a 300,000X. Las magnificaciones utilizadas fueron de 500X, 1000X y 2000X.

Se efectuó un análisis químico elemental en un equipo Oxford modelo ISIS con una resolución de 133 eV y una detección de elementos del carbón al uranio. Para este estudio se utilizó una amplificación de 500, 1000 y 2000X en cuatro puntos previamente determinados en todas las muestras, a dos Sigma, como medida de la variabilidad de los datos que significa que se encuentra dentro del 95% del valor real.

Se compararon cada uno de los cinco elementos que comparten el cemento tipo Portland y los cuatro cementos tipo MTA aplicando una prueba t de Student. Posteriormente, se aplicó un análisis de varianza no-paramétrico Kruskal-Wallis, para comparar todos los elementos de los cinco cementos.

Cuadro I. Se muestran los valores del promedio de los elementos que los cinco cementos presentan en común.

Elemento	Promedio cementos tipo MTA	DE	Cemento Portland	p
CK	17.84	3.646	14.38	p = 0.154*
OK	24.98	4.057	37.60	p = 0.014
ALK	0.7775	0.2589	1.90	p = 0.002
SiK	2.4475	0.2239	7.92	p = 0.001
CaK	41.79	12.863	33.24	p = 0.276

* No se encontró diferencia estadísticamente significativa en el valor del elemento CK.

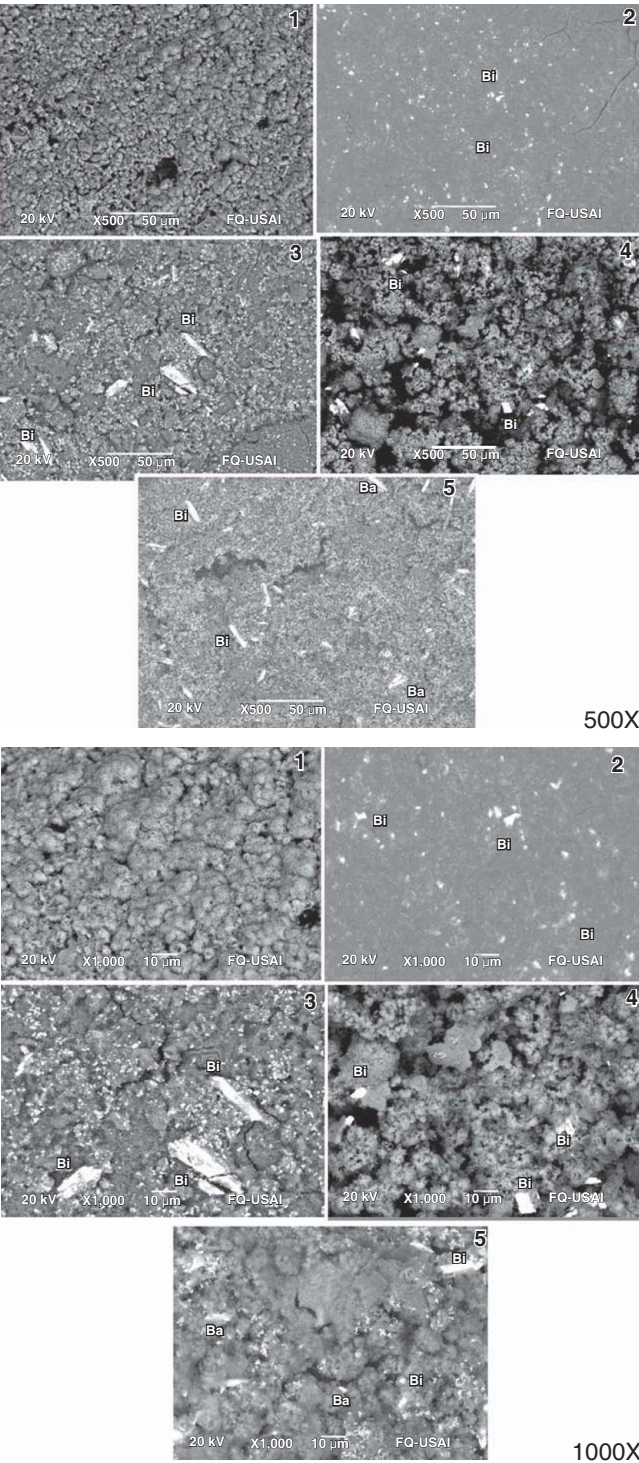
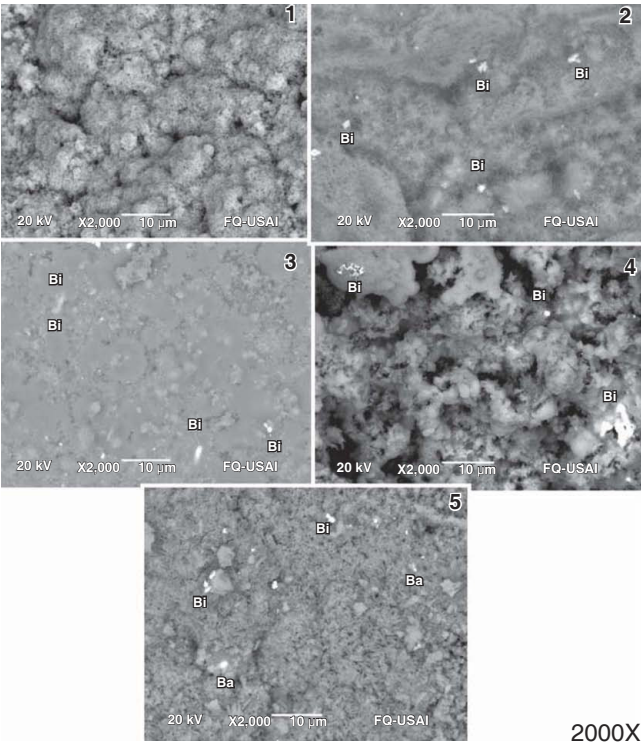


Figura 1. Con magnificaciones de 500X, 1000X y 2000X, en las microfotografías en el número 1 se observa el cemento Portland con bordes irregulares y porosos; en el 2, el MTA Pro-Root blanco, se aprecia bismuto (Bi); en el 3, el MTA Pro-Root gris; en el 4, MTA Angelus y en el 5, el MTA CPM con presencia de bismuto (Bi) y de bario (Ba).



Cuadro II. Se muestran los valores del promedio atómico de los elementos que los cinco cementos presentan en común, mostrando diferencia estadísticamente significativa.

Elemento	Promedio atómico	DE	Promedio atómico cemento Portland	p
CK	33.65	4.25	24.57	p = 0.024
OK	37.40	5.44	48.11	p = 0.029
ALK	0.7775	0.2589	17.92	p = 00.01
SiK	2.12	0.955	7.92	p = 0.005
CaK	24.477	6.947	17.02	p = 0.121

RESULTADOS

Se compararon cada uno de los cinco elementos que comparten el cemento tipo Portland y los cuatro cementos tipo MTA, se encontraron diferencias significativas en todos menos en el elemento CK (*Cuadros I y II*).

Lo anterior se obtuvo aplicando una prueba t de Student, comparando en una muestra los cementos tipo MTA *versus* el cemento tipo Portland.

Posteriormente, se aplicó un análisis de varianza no-paramérico Kruskal-Wallis para comparar todos

los elementos de los cinco cementos. $K = 0.244$, $p = 0.993$.

En el análisis mediante MEB, en las muestras del cemento Portland hidratado y endurecido se observó una microestructura porosa e irregular (*Figura 1*). En

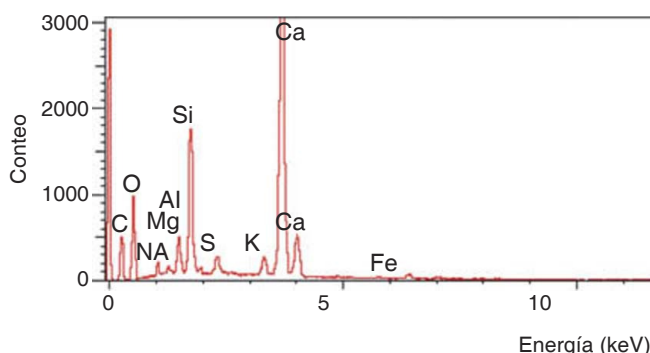


Figura 2. Muestra los componentes químicos detectados en el cemento Portland: Ca, Si, O, C, Na, Mg, Al, S, K, y Fe.

Cuadro III. Cemento Portland, grupo 1 ≤ 2 Sigma.

Elemento	Tipo de espectro	Elemento %	Atómico %
CK	ED	14.38	24.57
OK	ED	37.60	48.11
NaK	ED	1.00	0.90
MgK	ED	0.42	0.35
AlK	ED	1.90	1.45
SiK	ED	7.92	5.79
SK	ED	1.06	0.68
KK	ED	1.49	0.78
CaK	ED	33.24	17.02
FeK	ED	0.98	0.36
Total		100.00	100.00

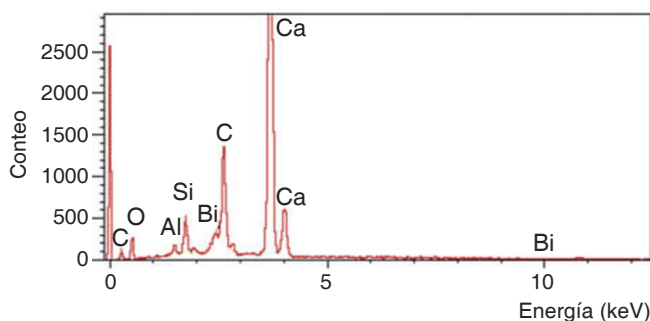


Figura 3. Muestra los componentes químicos detectados en el MTA Pro-Root blanco®, Ca, C, Si, O, Al y Bi.

Pro-Root blanco y gris, al igual que en el Angelus y el CPM hidratados, se observó una imagen porosa irregular más homogénea que el CP, a diferencia de los cementos tipo MTA, donde se observaron algunos gránulos sueltos identificados como bismuto, y en el CPM, bismuto y bario (*Figura 1*).

Los resultados por EDS nos muestran que en el cemento Portland, grupo 1, se observó la presencia de

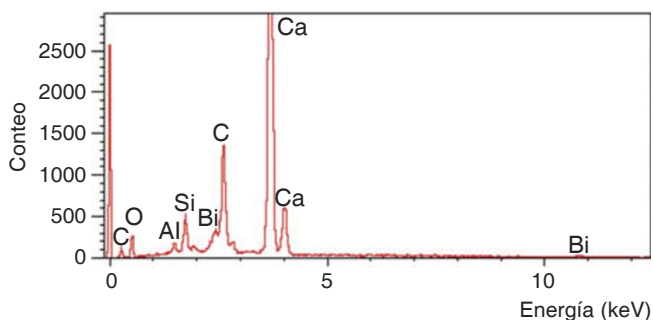


Figura 4. Los componentes químicos detectados en el MTA Pro-Root gris® son Ca, C, Si, O, Al y Bi.

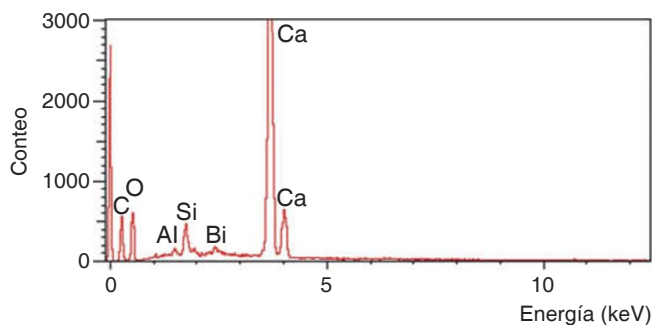


Figura 5. Los componentes químicos detectados en el MTA Angelus® son Ca, Si, O, C, Al, y Bi.

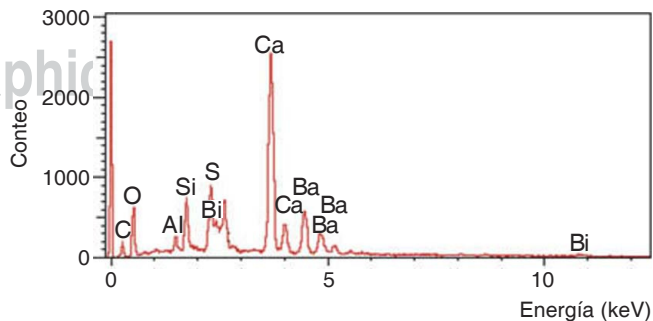


Figura 6. Los componentes químicos detectados en el MTA CPM® son Ca, Si, O, C, Mg, Al, S, Bi y Ba.

Fe, Mg Na y K (*Figura 2 y Cuadro III*), ausentes en los demás grupos, donde fue regularmente detectado O, C, Si, Ca, Al, Cl y Bi en los grupos 2, 3, 4 y 5 (*Figuras 3 a 6 y Cuadros IV a VII*). Sólo en el Grupo 5 encontramos la presencia de Ba y S (*Figura 6 y Cuadro VII*).

DISCUSIÓN

Se han publicado diversos estudios sobre la composición química, características de estructura en la

Cuadro IV. Pro-Root blanco, grupo 2 $\leq$ 2 Sigma.

Elemento	Tipo de espectro	Elemento %	Atómico %
CK	ED	16.24	33.67
OK	ED	25.47	31.43
AlK	ED	0.73	0.67
SiK	ED	2.59	2.30
ClK	ED	9.62	6.76
CaK	ED	50.51	31.39
BiM	ED	4.46	0.53
Total		100.00	100.00

Cuadro V. Pro-Root gris, grupo 3 $\leq$ 2 Sigma.

Elemento	Tipo de espectro	Elemento %	Atómico %
CK	ED	23.27	37.30
OK	ED	24.92	37.45
AlK	ED	0.76	0.63
SiK	ED	1.50	1.20
CaK	ED	46.64	26.17
BiK	ED	2.51	0.27
Total		100.00	100.00

Cuadro VI. Angelus, grupo 4 $\leq$ 2 Sigma.

Elemento	Tipo de espectro	Elemento %	Atómico %
CK	ED	15.40	27.69
OK	ED	33.04	44.60
AlK	ED	0.54	0.43
SiK	ED	2.08	1.60
CaK	ED	47.35	25.52
BiM	ED	1.61	0.17
Total		100.00	100.00

Cuadro VII. CPM, grupo 5 $\leq$ 2 Sigma.

Elemento	Tipo de espectro	Elemento %	Atómico %
CK	ED	16.47	35.97
OK	ED	24.50	36.13
AlK	ED	1.08	1.05
SiK	ED	3.62	3.38
SK	ED	4.85	3.97
CaK	ED	22.66	14.83
BaL	ED	19.87	3.80
BiM	ED	6.96	0.87
Total		100.00	100.00

superficie, cualidades selladoras, biocompatibilidad y la capacidad para regenerar y reparar con tejido original del cemento tipo Portland, MTA gris y blanco.

Desde el punto de vista de análisis de superficie, existen reportes donde se observa un material de una consistencia irregular, con áreas que presentan material granulado muy semejante al coral.¹⁶ Estas características concuerdan con nuestro estudio, excepto con las del MTA Pro-Root blanco, cuya superficie es menos rugosa y porosa comparada con la de los demás cementos estudiados.

Asgary y colaboradores¹⁷ reportan que el MTA presenta significativamente menor cantidad de óxido férrico, así como óxido de aluminio y óxido de manganeso. En nuestro estudio de EDS, no se detectó la presencia de Fe y Mg, y de óxido de aluminio no se observó diferencia significativa, aunque de manera regular las cantidades siempre fueron menores que las encontradas en el cemento Portland.

En el estudio de EDS de Oliveira MG y su grupo,¹⁸ se reporta que encontraron compuestos químicos muy similares entre los materiales estudiados; sólo se informó que hubo diferencias mínimas en cuanto al porcentaje de los mismos. El único elemento adicional fue el bismuto. Nuestro estudio concuerda con este reporte: el elemento adicional fue bismuto, y sólo en el caso del CPM, los elementos adicionales fueron bismuto y bario. En cuanto al análisis de superficie, también concuerdan los resultados obtenidos en nuestro estudio con los de Oliveira; se observan diferencias en texturas y en las partículas de cada material al estudio de MEB.

En relación con los porcentajes de bismuto, Funteas y asociados¹⁶ reportan que este material es insoluble y es adicionado a la fórmula del MTA Pro-Root® para proveer radiopacidad al material, y reporta que el porcentaje de bismuto fue de 9.2% en promedio. En nuestro estudio, este porcentaje fue menor, ya que

se detectó 4.46% para Pro-Root® blanco; 2.51% en el caso del Pro-Root® gris; 1.61% para el Angelus® y 6.96% para el CPM®. El promedio en general fue de 3.108%. El porcentaje de bario detectado en el CPM® fue de 19.87%.

Camilleri¹⁹ reporta en su estudio que el MTA es deficiente en aluminio, y sugiere que el material había sido preparado en hornos rotatorios, como es costumbre para la manufactura del cemento Portland. En la hidratación, éste afecta la producción de etringita y monosulfato, que usualmente se forman en la hidratación del cemento Portland. El bismuto afecta el mecanismo de hidratación del material en los cementos tipo MT; éste forma parte de la estructura de C-S-H y también afecta la precipitación de hidróxido de calcio en la pasta hidratada. Asevera, además, que el MTA tiene una microestructura más frágil comparado con el cemento Portland.

CONCLUSIONES

Es notable la gran similitud de los componentes químicos entre el cemento Portland y los cementos tipo MTA de todas las marcas comerciales, con excepción de los componentes químicos para proporcionarles radiopacidad, como el óxido de bismuto y el óxido de bario. Más estudios acerca de la reducción del tiempo de endurecimiento y aumento de las fuerzas compresivas deberán realizarse para poder considerarlo como material restaurativo.

AGRADECIMIENTOS

A la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México y a la Unidad de Apoyo a la Investigación; al Dr. en Química Rafael Iván Puente Lee, responsable del área de Microscopía Electrónica, y al Dr. Haroldo Elorza por su colaboración en el análisis estadístico.

REFERENCIAS

1. Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. *J Endod.* 1995; 21: 349-353.
2. Torabinejad M, White DJ. Tooth filling material and use. US Patent Number, 5,769,638; May 1995.
3. Takashi K, Spangberg SW. Comparative analysis of the particle size and shape of commercially available mineral trioxide aggregates and Portland cement: a study with a flow particle image. *Analyzer J Endod.* 2008; 34: 94-98.
4. Torabinejad M, Chivian N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 1999; 25: 197-205.
5. Kogan P, He J, Glickman GN, Watanabe I. The effects of various additives on setting properties of MTA. *J Endod.* 2006; 32: 569-572.
6. Chng HK, Islam I, Yap AU, Tong YW, Koh ET. Properties of a new root-end filling material. *J Endod.* 2005; 31: 665-668.
7. Abdullah D, Ford TR, Papaioannou S, Nicholson J, McDonald F. An evaluation of accelerated Portland cement as a restorative material. *Biomaterials.* 2002; 23: 4001-4010.
8. Bozeman TB, Lemon RR, Eleazer PD. Elemental analysis of cristal precipitate from gray and white MTA. *J Endod.* 2006; 32: 425-428.
9. Song JS, Mante FK, Romanow WJ, Kim S. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray ProRoot MTA, white ProRoot MTA, and gray MTA-Angelus. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006; 102: 809-815.
10. Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pecora JD. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Braz J Dent J.* 2000; 11: 3-9.
11. Funteas UR, Wallace JA, Fochtman EW. A comparative analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Aust Dent J.* 2003; 29: 43-44.
12. Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Pitt Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dental Materials.* 2005; 21: 297-303.
13. Holland R, de Souza V, Nery MJ, Otoboni-Filho JA, Bernabe PF, Dezan-Junior E. Reaction of rat connective tissue to implanted dentin tubes filled with mineral trioxide aggregate or calcium hydroxide. *J Endod.* 1999; 25: 161-166.
14. Ribeiro DA, Sugui MM, Matsumoto MA, Duarte MA, Márquez ME, Salvadori DM. Salvadori *ex vivo* biocompatibility tests of regular and white forms of mineral trioxide aggregate. *Oral Surg Oral Med Oral Path Oral Radio.* 2006; 101 (2): 258-261.
15. Camilleri J, Montesin FE, Di Silvio L, Pitt-Ford TR. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement for endodontic use. *Int Endod J.* 2005; 38 (11): 834-842.
16. Diamanti E, Kerezoudis NP, Gakis DB, Tsatsas V. Chemical composition and surface characteristics of grey and new white ProRoot MTA. *J Endod.* 2003; 36: 946-947.
17. Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2005; 31: 101-103.
18. de Oliveira MG, Xavier CB, Demarco FF, Pinheiro AL, Costa AT, Pozza DH. Comparative chemical study of MTA and Portland cements. *Braz Dent J.* 2007; 18 (1): 3-7.
19. Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2007; 40: 462-470.

Dirección para correspondencia:
Dr. Raúl Luis García Aranda
 E-mail: rlga@unam.mx