

Estudio de la solubilidad in vitro de un sellador de uso en endodoncia (MTA).

[Study of the in vitro solubility of a sealant for use in endodontics (MTA).]

Autores:

Vergalito, Agustín [1] *
Téc. Quím. Pardini, Oscar R. [2] *
Dr. Amalvy, Javier I. [3] *
Dra. Cañete, María Teresa [4] **
Esp. Endod. Resa, Ana Laura [5] **

Dirección de Contacto:

E-mail: jamalvy@gmail.com

Fecha de recepción:

31/01/2019

Fecha de aprobación:

16/07/2019

Vergalito, A; Pardini, O; Amalvy, J;
Cañete, MT; Resa, AL. Estudio de la
solubilidad in vitro de un sellador de uso
en endodoncia (MTA). Rev. Soc. Odontol.
La Plata, 2019; XXIX(57):15-19

[1] Estudiante de Ingeniería Química UTN-FRLP,
JIA y ORP son miembros de la CICPBA.

[2] Técnico Químico.

[3] Doctor en Ciencias Químicas.

[4] Dra. en Odontología. Especialista en
Endodoncia.

[5] Especialista en Endodoncia.

[*] Centro de Investigación y Desarrollo en Ciencia y
Tecnología de Materiales, Facultad Regional La Plata
(CITEMA) (UTN-CICPBA), La Plata, Argentina.

[**] Cátedra de Endodoncia I y II. Facultad de
Odontología - Universidad Católica de La Plata,
(UCALP), La Plata, Argentina.

RESUMEN

Se determinó la solubilidad en agua en ensayos in-vitro de un sellador para uso endodóntico a base de un conglomerado de trióxidos minerales (MTA), marca Endosealer® (Densell SA) de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 6876:2012. En el ensayo de solubilidad en agua durante 24 hs se encontró pérdida de masa (3,3 %) y la presencia de sólidos en las aguas de lavado (6,4 %). Esto indica que durante el ensayo ocurre la solubilización de parte del material y la incorporación de agua, lo que no permite establecer un valor real de la solubilidad.

PALABRAS CLAVE

Trióxido mineral agregado; Solubilidad; Biocompatibilidad.

SUMMARY

Solubility of a commercial endodontic sealer (Endosealer® (Densell SA)) was performed according to the UNE-EN ISO 6876:2012. The results show a mass loss of 3.3 % and 6.4 % of solid in the test solution. These indicate that during the solubility test part of the material solubilizes and an actual value of solubility cannot feasible be determined.

KEY WORDS

Mineral trioxide aggregate; Solubility; Biocompatibility.

INTRODUCCIÓN

La obturación del conducto radicular es el último paso de la terapia endodóntica que tiene como objetivo el relleno de todo el sistema de conductos radiculares. El método más usado a nivel global es el de la condensación lateral. Para ello se utilizan conos de gutapercha y selladores endodónticos que

ocupan las discrepancias ente el cono y la pared dentinaria y entre los conos entre sí. Los requisitos enunciados por Grossman en 1958 ⁽¹⁾ para un cemento sellador ideal son:

- Producir adhesión entre el material y la pared.
- Proporcionar sellado lo más hermético posible.

- Ser radiopaco.
- Poseer partículas finas para facilitar la mezcla.
- Tener tiempo de trabajo adecuado.
- Carecer de contracción de fraguado.
- No pigmentar la estructura dentaria.
- Ser antimicrobiano.
- Ser biocompatible.
- Poseer un tiempo de fraguado prolongado.

- Ser insoluble en los fluidos tisulares.
- Ser bien tolerado por los tejidos periapicales.
- Ser soluble en un solvente común para probable desobturación.
- No ser antigénico, ni mutagénico.

Una de las características requeridas es la estabilidad química y poseer una baja solubilidad en medios acuosos. Se han realizado diversos estudios sobre esta última propiedad con selladores diversos. A través del tiempo se han usado selladores diferentes a base de óxido de zinc-eugenol, de hidróxido de calcio, de siliconas, de ionómeros, resinas y en los últimos años se han empleado selladores biocerámicos a base de MTA. De estos últimos, de los de primera generación, en nuestro medio se dispone del MTA-Fillapex® (Angelus Soluções Odontológicas, Londrina, Brasil) y más recientemente el MTA Endosealer®, sellador endodóntico de Densell, de origen nacional.

Borges y colaboradores (4) compararon los cambios en la estructura superficial, de cuatro selladores endodónticos a base de silicato de calcio, con un sellador a base de resina epoxi, sometidos a una prueba de solubilidad. Se controló la solubilidad de AH Plus® (Dentsply, Konstanz, Alemania), iRoot SP®, MTA Fillapex®, Sealapex® y MTA-Angelus®. Los resultados de solubilidad, en porcentaje, ordenados en orden creciente fueron $-1,24 \pm 0,19$ (MTA-A®), $0,28 \pm 0,08$ (AH Plus®), $5,65 \pm 0,80$ (Sealapex®), $14,89 \pm 0,73$ (MTA Fillapex®) y $20,64 \pm 1,42$ (iRoot SP®). AH Plus® y MTA-A® fueron estadísticamente similares ($P > 0,05$), pero diferentes de los otros materiales ($P < 0,05$). Se observaron altos niveles de liberación de iones de Ca^{2+} en todos los grupos, excepto en el sellador AH Plus®. MTA-A® también tuvo la mayor liberación de iones Na^{+} y K^{+} . Los autores concluyeron que AH Plus® y MTA-A® cumplían con los requisitos de American National Standards Institute (ANSI) y American Dental Association (ADA) con respecto a la solubilidad, mientras que iRoot SP®, MTA Fillapex® y Sealapex® no cumplían con los dichas normas. Todas las muestras exhibieron cambios morfológicos en las superficies externa e interna después de la prueba de solubilidad. También se observaron altos niveles de calcio y carbono en la superficie de todos los materiales, excepto AH Plus® y MTA-A®.

Vitti y colaboradores (5) evaluaron las propiedades de tres selladores experimentales de conductos radiculares basados en trióxido mineral agregado (MTA) y dos formas

de fosfatos de calcio (CaP). Se usó MTA Fillapex® como control. Todos los cementos liberaron iones de calcio. MTA Fillapex® mostró los valores más bajos de solubilidad ($P < 0,01$) y absorción de agua ($P < 0,01$), a diferencia de los valores encontrados por Borges y colaboradores (4).

Vitti y Gandolfi (6) evaluaron y compararon varias propiedades fisicoquímicas incluyendo tiempos de trabajo y fraguado, flujo, solubilidad y absorción de agua del sellador a base de silicato de calcio (MTA Fillapex®) y un sellador de resina epoxídica (AH Plus®). MTA Fillapex® presentó comparativamente valores más bajos de solubilidad y absorción de agua ($P < 0,05$). Estos aumentaron significativamente con el tiempo para ambos materiales en un período de 1 a 28 días ($P < 0,05$). De todas maneras la solubilidad del material cumple las normas citadas previamente. MTA Fillapex® mostró propiedades físicas adecuadas para ser utilizado como un sellador endodóntico.

Faria-Júnior y colaboradores (7) evaluaron la solubilidad, entre otras propiedades de AH Plus®, Sealer 26®, Epiphany SE®, Sealapex®, Activ GP®, MTA Fillapex® (MTA-F) y un sellante experimental basado en MTA (MTA-S). A los dos días se observaron los valores más altos de solubilidad, para MTA-F®, MTA-S®, Sealapex® y Activ GP® ($P < 0,05$). A los siete días, MTA-S® y MTA-F® tenían una solubilidad mayor que los otros materiales ($P < 0,05$). AH Plus® tuvo la menor solubilidad para ambos períodos de post-manipulación ($P < 0,05$).

Viapiana y colaboradores (8) evaluaron las propiedades fisicoquímicas y mecánicas de los selladores experimentales basados en cemento Portland (Experimental Sealer, ES) con diferentes agentes de radioopacificación (óxido de zirconio y óxido de niobio) en comparación con otros selladores como AH Plus®, MTA Fillapex® y Sealapex®. El AH Plus® y los ES presentaron valores más bajos de expansión dimensional ($P > 0,05$) y de solubilidad en comparación con MTA Fillapex® y Sealapex® ($P < 0,05$).

Poggio y colaboradores (9) compararon la solubilidad y el pH de diferentes selladores de conductos radiculares in vitro. Los selladores estudiados fueron: BioRoot RCS®, TotalFill BC®, MTA Fillapex®, Sealapex®, AH Plus®, EasySeal®, Pulp Canal Sealer® y N2®. Se controló la solubilidad a 24 horas. Los resultados mostraron una solubilidad significativamente mayor ($P < 0,05$) en comparación con los biocerámicos BioRoot RCS® y TotalFill BC Sealer®. El resto de

los selladores cumplieron con los requisitos de solubilidad de la Norma ISO 6876 con una pérdida de peso menor al 3%. BioRoot RCS® y Totalfill BC Sealer® mostraron una alcalinización elevada a lo largo del tiempo ($P < 0,05$) respecto a los valores de los otros cementos ensayados. Los autores concluyen que la alcalinización prolongada del sellador biocerámico coincidió con el aumento de la solubilidad. Esto puede reforzar sus efectos biológicos y antimicrobianos, pero una alta solubilidad podría afectar su capacidad para prevenir la filtración apical.

Farnaz y Sanaz (12) realizaron una revisión sobre trabajos sobre las propiedades fisicoquímicas de selladores a base de MTA. Como ya fue señalado la solubilidad de iRoot SP® y la de MTA-Fillapex® son altas (20,64% y 14,89%, respectivamente), por lo que no cumplen los requisitos de ANSI / ADA (4,8).

Amoroso-Silva y colaboradores (13) mostraron que el sellador Fillapex® posee una mayor solubilidad y cantidad de poros en la interfaz dentina / sellador en comparación con el sellador AH Plus®. En otro estudio de Zhou y colaboradores (14) se empleó EndoSequence BC® e informaron que el sellador cumplía con la norma ISO 6876/2001. El sellador MTA-Angelus® también posee baja solubilidad (4) debido a la matriz de sílice cristalina que preserva su integridad incluso en presencia de agua.

Vitti y colaboradores (5) reportaron que la solubilidad y la desintegración de MTA Fillapex® fueron más bajas que AH Plus®. Estos autores reportaron que la solubilidad y la absorción de agua para MTA Fillapex® como para AH Plus® aumentaron significativamente con el tiempo en un período de 1 a 28 días (6).

Zhou y colaboradores (14) por su parte encontraron que los selladores MTA Fillapex® y Endosequence BC® presentan una solubilidad más elevada que AH Plus®. Borges y colaboradores (15) encontraron que la solubilidad del MTA Fillapex® presentó los valores más altos mientras que el AH Plus® los más bajos con diferencia significativa entre ellos ($P < 0,05$).

La solubilidad de AH Plus® y MTA Angelus® estuvo de acuerdo con los requisitos de ANSI / ADA, mientras que iRoot SP®, MTA Fillapex® y Sealapex® no cumplían (4). Concluyeron, en esta selección exhaustiva de resultados de artículos sobre la solubilidad de los selladores basados en MTA, que la mayoría de ellos muestran una alta solubilidad y cambios dimensionales y estructurales después de la inmersión en agua, comparados con un sellador a base

de resina epoxídica. Por lo tanto sugieren que la aplicación clínica de estos materiales debe llevarse a cabo con precaución, especialmente en los ápices abiertos.

Al-Haddad y Zeti (16) en una revisión analizaron las contradicciones de los resultados sobre la solubilidad de MTA-Fillapex®. Viapiana y colaboradores (8) encontraron que la solubilidad es de 14,89% mientras que Vitti y colaboradores (5,6) informaron que la solubilidad de MTA-Fillapex® era menor al 3 % y por ende satisface los requerimientos de la norma ISO 6876/2001. Del mismo modo, Zhou y colaboradores (14) informó que la solubilidad de EndoSequence BC® cumplía con la ISO 6876/2001. Los autores sugieren que esta discrepancia podría atribuirse a variaciones en los métodos usados para secar las muestras. Roberti García y colaboradores (17) consideraron que de acuerdo al estudio realizado con EndoBinder® (Binderware, Sao Carlos, SP, Brasil) y con el uso de diferentes radioopacificadores, la solubilidad supera los valores establecidos por la especificación N° 57 de la norma ANSI/ADA.

Siboni y Gandolfi (18) estudiaron las propiedades de BioRoot RCS® y MTA Fillapex® y encontraron valores de absorción y solubilidad de agua significativamente bajos después de 7 días de fraguado ($P < 0,05$).

Leonardt y Paduli (19) determinaron la solubilidad del sellador MTA Endosealer® (Densell SA, Buenos Aires, Argentina) en una solución tisular buffer sintética y encontraron que el medio de inmersión actuó de forma estadísticamente significativa sobre la variación de masa. En agua destilada se produjo una pérdida de masa, mientras que en solución buffer hubo un incremento progresivo de la misma.

De este análisis se deduce por lo tanto que la información disponible en nuestro medio sobre la solubilidad de algunos selladores corresponde a productos de origen internacional. Sin embargo la información sobre las características de los selladores de producción local es escasa y los resultados dependen de las condiciones de ensayo. Por tal razón en este trabajo se estudia la solubilidad de un sellador de origen nacional y siguiendo una norma internacional.

OBJETIVOS

Determinar la solubilidad en agua en ensayos *in-vitro* de un sellador para uso endodóntico a base de un conglomerado de trióxidos minerales (MTA), marca Endosealer® (Densell SA).

MATERIALES Y MÉTODOS

Se emplearon muestras comerciales del producto MTA Endosealer® (Fig. 1) gentilmente cedidas por la empresa Densell® SA (Lote OJ529).

La preparación de las muestras de sellador se realizó siguiendo las instrucciones del fabricante. En una preparación típica se pesaron aproximadamente 0,29 g de polvo y 0,18 g de líquido, se homogeneizó manualmente con espátula para cementsos sobre loseta esmerilada (Fig. 2).

Se prepararon discos de 20 mm x 1,5 mm empleando moldes de silicona, de acuerdo con la norma UNE-EN ISO 6876:2012 (2) (Fig. 3).



Fig. 1: Imagen del sellador endodóntico (polvo y líquido) Densell®.

Fig. 2: Pesaje de los componentes en balanza analítica en loseta esmerilada.

Fig. 3: Moldes de silicona de 20 mm x 1,5 mm con sellador (norma UNE-EN ISO 6876:2012).



Después del endurecimiento, las muestras fueron sumergidas en agua desionizada durante 24 horas y acondicionadas en estufa a 37°C y 99 % de humedad relativa (Fig. 4 y 5).



Fig. 4 y 5: Los discos fueron sumergidos en agua desionizada y acondicionados en estufa a 37°C y 99 % HR durante 24 horas.

Luego se retiraron y enjuagaron con agua desionizada recogiendo las aguas de lavado. Posteriormente, los discos fueron introducidos en estufa a 110°C hasta masa constante (diferencia entre pesadas consecutivas menores a 0,1 mg). El agua de lavado junto con el agua de ensayo se evaporó en estufa (a 110°C) para cuantificar el residuo sólido eliminado de las muestras. Se ensayaron 10 discos de acuerdo a la norma ISO 6876. Los resultados individuales fueron procesados estadísticamente calculando el promedio (\bar{M}) y la desviación estándar (S) de acuerdo a las siguientes ecuaciones, donde M_i son los valores de masa individuales y n el número de muestras:



$$\bar{M} = \frac{\sum_1^n M_i}{n} \quad S = \sqrt{\frac{\sum_1^n (M_i - \bar{M})^2}{n - 1}}$$

TABLA I.

MUESTRA	VALOR PROMEDIO (%)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR
Sellador	-3,28	0,25
Residuos sólidos	6,39	0,49

Tabla I: Valores promedio y desviaciones estándares de la pérdida de masa y residuos sólidos del sellador.

RESULTADOS

La Tabla 1 muestra los resultados estadísticos de los ensayos de solubilidad.

De la Tabla 1, se observa que en promedio las muestras de sellador perdieron aproximadamente 3,3 % de masa y el residuo sólido liberado durante el ensayo fue aproximadamente de 6,4 %.

DISCUSIÓN

La reducción de masa observada durante la inmersión en agua indica la solubilización de algunos de los componentes del sellador. De la información disponible sobre la composición del sellador, se concluye que esta pérdida correspondería al alcohol polivinílico empleado en la formulación para aumentar su fluidez (3), ya que este polímero es de características hidrofílicas y por lo tanto soluble en agua (20).

Ha y colaboradores (10) hicieron una revisión de las propiedades en general de los MTA y de los métodos de estudio empleados. Encontraron que el MTA es más soluble en agua destilada que en soluciones isotónicas. Sin embargo, para el ensayo bajo normas ISO se deben usar soluciones hipotónicas, que aumenta la solubilidad mucho más de lo que se observa en la situación clínica. Cuando se ensaya el MTA en solución fisiológica, solución salina equilibrada de Hank y solución buffer con fosfato, los materiales BioAggregate®, Biodentine® y Pro-Root MTA® dieron valores negativos que indican que absorben sustancias presentes en el medio, en lugar de una pérdida general de masa. Por lo tanto, la relevancia clínica de este método de ensayo es cuestionable (11). Los ensayos en general se realizan por inmersión total del material en un gran volumen de líquido. Sin embargo, para la relevancia clínica, la solubilidad se debería ensayar inmediatamente después de la colocación del material en condiciones similares a la boca empleando preferentemente solución fisiológica o sangre, lo que podría implicar un ensayo donde el material sufre una humectación incompleta (21).

Según Leonhardt y Paduli (19) las actuales normativas para el estudio de la solubilidad de los materiales selladores de conductos plantean ciertas limitaciones y dificultades en el caso del trióxido mineral, por ser un material higroscópico con una composición química a base de agua.

Por lo tanto, los resultados de las pruebas ISO utilizadas para probar MTA pueden estar sesgados por el método usado para la evaluación.

CONCLUSIÓN

En el ensayo de solubilidad del material MTA en agua durante 24 hs se encontró pérdida de masa (3,3 %) y la presencia de sólidos en las aguas de lavado (6,4 %). Los valores encontrados no son consistentes, lo que indica que durante el ensayo ocurre la solubilización de parte del material y la incorporación de agua, lo que no permite establecer un valor real de la solubilidad. Estos resultados podrían indicar que la norma UNE-EN ISO 6876:2012 no sería aplicable a este tipo de materiales, donde uno de sus componentes, el alcohol polivinílico, es soluble en agua. Finalmente, y para una correcta evaluación el sellador MTA debería endurecer en condiciones similares al medio bucal, de manera que el ensayo represente de la forma más real el uso clínico del material.

Agradecimientos

Al Profesor Dr. Ricardo Macchi por el asesoramiento en la redacción de este trabajo.
A la firma Densell SA por la provisión del material sellador necesario para la realización de este trabajo.

Conflicto de intereses

Los autores declaran no tener conflicto de intereses con la firma Densell SA.

Bibliografía

- Cohen, S. (2011) *Vías de la pulpa*. 10ª. ed. Barcelona: Elsevier Masson. p. 359.
- UNE-EN ISO 6876:2012. *Odontología. Materiales para el sellado de conductos radiculares*.
- Camilleri J. (2009). Evaluation of Selected Properties of Mineral Trioxide Aggregate Sealer Cement. *J Endod.* 35:1412-1417.
- Borges RP; Sousa-Neto MD; Versiani MA; Rached-Júnior FA; De-Deus G; Miranda CE; Pécora JD. (2012). Changes in the surface of four calcium silicate-containing endodontic materials and an epoxy resin-based sealer after a solubility test. *Int Endod J.* 45(5):419-28.
- Vitti RP, Prati C, Sinhoreti MA, Zanchi CH, Souza E Silva MG, Ogliari FA, Piva E, Gandolfi MG. (2013). Chemical-physical properties of experimental root canal sealers based on butyl ethylene glycol disalicylate and MTA. *Dent Mater.* Dec; 29(12):1287-94.
- Vitti RP, Prati C, Silva EJ, Sinhoreti MA, Zanchi CH, de Souza e Silva MG, Ogliari. FA, Piva E, Gandolfi MG. (2013) Physical properties of MTA Fillapex sealer. *J Endod.* Jul; 39(7):915-8.
- Faria-Júnior NB, Tanomaru-Filho M, Berbert FL, Guerreiro-Tanomaru JM. (2013) Antibiofilm activity, pH and solubility of endodontic sealers. *Int. Endod. J.* Aug;46(8):755-62.
- Viapiana R, Flumignan DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. (2014) Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int. Endod. J.* May; 47(5):437-48.
- Poggio C, Dagna A, Ceci M, Meravini MV, Colombo M, Pietrocola G. (2017) Solubility and pH of bioceramic root canal sealers: A comparative study. *J. Clin. Exp. Dent.*; 9(10):e1189-94.
- William N. Ha, Timothy Nicholson, Bill Kahler and Laurence J. Walsh. (2017) Mineral Trioxide Aggregate - A Review of Properties and Testing Methodologies. *Materials*, 10, 1261.
- Saghiri, Mohammad Ali et al. (2011) A comparative study of MTA solubility in various media. *Iranian Endodontic journal.*:6 (1): 21-24
- Farnaz Jafari 1, Sanaz Jafari. (2017) Composition and physicochemical properties of calcium silicate based sealers: A review article. *J Clin Exp Dent.*; 9(10):e1249-55.
- Amoroso-Silva PA, Guimarães BM, Marciano MA, Duarte MA, Cavenago BC, Ordinola-Zapata R, Almeida MM, Moraes IG. (2014) Microscopic analysis of the quality of obturation and physical properties of MTA Fillapex. *Microsc. Res. Tech.* Dec; 77(12):1031-6.
- Zhou HM, Shen Y, Zheng W, Li L, Zheng YF, Haapasalo M. (2013) Physical properties of 5 root canal sealers. *Journal of endodontics*; 39(10):1281-6.
- Álvaro Henrique Borges, Maura Cristiane Gonçalves Orçati Dorileo, Ricardo Dalla Villa, Alexandre Meireles Borba, Tereza Aparecida Delle Vedove Semenovff, Orlando Aguirre Guedes, Cyntia Rodrigues Araújo Estrela, and Matheus Coelho Bandeca. (2014) Physicochemical Properties and Surfaces Morphologies Evaluation of MTA FillApex and AH Plus. Hindawi Publishing Corporation. *The Scientific World Journal*. Volume, Article ID 589732, 6 pages. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/589732>
- Afaf AL-Haddad and Zeti A. Che Ab Aziz. (2016) Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review. *International Journal of Biomaterials*. DOI: 10.1155/2016/9753210
- Lucas da Fonseca Roberti Garcia, Michelle Alexandra Chinelatti, Hebert Luis Rossetto, Fernanda de Carvalho Panzeri Pires-de-Souza. (2014) Solubility and Disintegration of New Calcium Aluminate Cement (EndoBinder) Containing Different Radiopacifying Agents. *J endod*; 40, (2), 261–265.
- Siboni F, Taddei P, Zamparini F, Prati C, Gandolfi MG. (2017) Properties of BioRoot RCS, a tricalcium silicate endodontic sealer modified with povidone and polycarboxylate. *Int Endod J.* Dec; 50 Suppl 2: e120-e136.
- Leonhardt AM, Paduli NR. (2017) Estudio de la solubilidad del nuevo sellador endodóntico MTA Endosealer Densell. *Rev Asoc Odontol Argent*; 105: 148-151.
- Finch CA. (1973) *Polyvinyl alcohol, properties and applications*. Wiley, New York.
- Fridland M, Rosado R. (2003) Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. *J Endod*; 29: 814-7.