

Análise da presença de metais pesados nos cimentos Portland e à base de MTA por meio da espectroscopia de dispersão de raios-X

Analysis of heavy metals contents in Portland and MTA-based cements using energy-dispersive X-ray analyses

Orlando A. GUEDES¹, Gabriela S. COUTO², Marcus V. C. COSTA¹, Helder F. OLIVEIRA², Júlio A. SILVA², Daniel A. DECURCIO², Álvaro H. BORGES¹

1 - Faculdade de Odontologia, Universidade de Cuiabá (UNIC), Cuiabá-MT, Brasil;

2 - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Goiás (UFG), Goiânia-GO, Brasil.

RESUMO

Objetivo: Avaliou-se a presença de metais pesados na composição química dos cimentos Portland e à base de MTA. **Material e Método:** Tubos de polietileno, com diâmetro interno e comprimento de 3 mm, foram preparados e preenchidos com os seguintes materiais: cimento Portland, cimento MTA-Ângelus cinza e cimento MTA-Ângelus branco. Três amostras homogêneas de cada material foram confeccionadas, metalizadas e levadas diretamente ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). A análise da presença de metais pesados foi realizada utilizando a técnica da Espectroscopia de Dispersão de Raios-X (EDX). Mensurações quantitativas, em porcentagem de peso atômico (%p) e porcentagem atômica (%at) foram conduzi-

das na região central de cada espécime utilizando o software NSS Spectral Analysis System 2.3. Mapas de distribuição dos elementos químicos através da superfície externa dos cimentos foram obtidos pelo método NetCounts, por meio do mesmo software. **Resultados:** Metais pesados semelhantes foram encontrados em todos os materiais, com pequena variação entre eles. O elemento chumbo (Pb) (2,72%p) foi observado somente no cimento Portland. **Conclusões:** Os menores níveis de metais pesados foram observados no cimento MTA-Ângelus Branco. Observou-se a presença de metais pesados contaminantes apenas no cimento Portland.

PALAVRAS-CHAVE: MTA; Cimento Portland; Espectroscopia de dispersão de raios-x; Microscopia eletrônica de varredura.

INTRODUÇÃO

O *Mineral Trioxide Aggregate* (MTA) foi desenvolvido no início da década de 90 para o selamento de perfurações radiculares laterais¹ e como material retrobturador no tratamento cirúrgico do insucesso endodôntico². Desde a sua introdução e posterior aprovação pela *Food and Drug Administration* (FDA), este material ganhou rápida popularidade, isso em virtude da sua biocompatibilidade e superior capacidade de selamento². O MTA vem sendo utilizado, com sucesso, em uma variedade de outras situações clínicas, como por exemplo, no tratamento conservador da polpa dentária, no selamento de perfurações da região de furca, no tratamento de dentes com rizogênese incompleta e no reparo de defeitos causados por reabsorções radiculares internas e externas³.

De acordo com sua patente, o MTA é composto basicamente por cimento Portland (CP) comum, do tipo 1, e óxido de bismuto para melhora de sua radiopacidade^{4,6}. Atualmente, estão disponíveis no mercado nacional duas formulações de cimentos à base de MTA, ambos disponibilizados nas cores cinza e branca^{5,7}: ProRoot MTA® (Dentsply Tulsa Dental, OK, EUA) e MTA-Ângelus® (Ângelus Indústria de Produtos Odontológicos Ltda, Londrina, PR, Brasil). O ProRoot MTA® é composto por 75% de CP, 20% de óxido de bismuto (Bi₂O₃) e 5% de sulfato de cálcio dihidratado (CaSO₄·2H₂O), enquanto o MTA-Ângelus é formado por 80% de CP e 20% de óxido de bismuto^{8,9}.

O CP é constituído por clínquer e adições. O clínquer, por sua vez, é composto por calcário e argila moída¹⁰. Durante o processo de fabricação, estes componentes são misturados e levados a um forno com temperatura de 1450°C. Ainda incandescente, o clínquer é bruscamente resfriado, e posteriormente moído, transformando-se em

um pó fino que em contato com a água desenvolve uma reação química. Durante o processo de calcinação, a argila é combinada com o silicato para formar os silicatos dicálcico (2CaO.SiO₂) e tricálcico (3CaO.SiO₂), e com o alumínio para formar o aluminoferrito tetracálcico (4CaO.Al₂O₃.Fe₂O₃)^{5,11}. A esta mistura é incorporado o sulfato dihidratado (gesso) (CaSO₄·2H₂O) para o controle do tempo de endurecimento⁸. As proporções desses componentes são cuidadosamente controladas para a produção de cinco principais tipos de CP¹⁰.

A composição química dos cimentos Portland e à base de MTA têm sido estudada por meio de diferentes metodologias^{7,12-17}, e com exceção do óxido de bismuto, estes cimentos possuem vários componentes em comum^{5,7,15,18}. Além disso, CP e MTA apresentam similaridades com relação à atividade antimicrobiana, biocompatibilidade, habilidade de selamento e adaptação marginal, estabilidade dimensional e tolerância a umidade¹⁹. Estas semelhanças tem gerado interesse na utilização do CP como um substituto ao MTA⁶. Entretanto, estudos têm demonstrado a presença de metais contaminantes em amostras de CP^{13,14,20}. No organismo humano, a presença de metais pesados pode levar ao desenvolvimento de neoplasias, alterações das funções neurológicas, hepáticas, renais e auditivas, bem como, em alguns casos, a morte por intoxicação^{21,22}.

Visto que o CP é o principal componente do MTA, torna-se justificável o estudo da presença de metais pesados nos cimentos à base de MTA e Portland por meio da espectroscopia de dispersão de raio-X.

MATERIAL E MÉTODO

Materiais testados

Para este estudo foram utilizados um tipo de cimento Por-

land e dois tipos de cimentos à base de MTA. As composições químicas dos materiais estudados, fornecidas por seus fabricantes, assim como sua identificação, estão descritas na Tabela 1.

Tabela 1 - Descrição dos cimentos utilizados com as suas respectivas composições e identificação dos fabricantes.

Material	Composição*	Fabricante
Cimento Portland (CP-II)	Clínquer (97%) e gesso (3%)	Cia. de Cimento Itaú, Itaú de Minas, MG, Brasil
MTA-Ângelus Branco®	80% de cimento Portland e 20% de óxido de bismuto	Ângelus, Londrina, PR, Brasil
MTA-Ângelus Cinza®	80% de cimento Portland e 20% de óxido de bismuto	Ângelus, Londrina, PR, Brasil

*Informações fornecidas pelos fabricantes.

Preparo das amostras

Tubos de polietileno (Sonda Levine nº12, Embramed, São Paulo, SP, Brasil) com diâmetro interno e comprimento de 3 mm foram confeccionados utilizando paquímetro digital, com resolução de 0,01 mm (Mitutoyo MTI Corporation, Tóquio, Japão), e lâmina de bisturi nº11 (Swann Morton, Sheffield, Reino Unido). Os tubos foram colocados sobre uma placa de vidro polida (75 x 25 x 1 mm) e preenchidos com pequenas porções dos cimentos com auxílio de uma espátula nº24 (SS White Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). Os cimentos à base de MTA foram manipulados de acordo com as instruções do fabricante, enquanto que as amostras de cimento Portland foram manipuladas na proporção 1 g de pó para 0,33 g de água destilada. A seguir, os espécimes foram transferidos para uma estufa com umidade relativa de 95% e temperatura de 37°C, durante um período correspondente a 3 vezes o tempo de presa recomendado pelo fabricante. Três amostras homogêneas de cada material foram confeccionadas.

Microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de dispersão de raios-X (MEV/EDX)

Os espécimes foram metalizados com ouro e levados diretamente ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV, Leo Stereoscan 420i, Leica Electron Optics, Cambridge Instruments, Cambridge, Reino Unido), com tensão de 8 a 10 kV, resolução de 2 nm e examinados sem qualquer preparo ou manipulação. Imagens de 5.000X de aumento foram obtidas.

A análise da presença de metais pesados foi desenvolvida através da técnica da espectroscopia de dispersão de raios-X (EDX) com o auxílio do *software* NSS Spectral Analysis System 2.3 (Thermo Fisher Scientific Inc., Suwanee, GA, EUA). Mensurações foram realizadas na região central de cada espécime utilizando um feixe de elétrons de tamanho inferior a 50 nm, tensão de aceleração de 25 kV, corrente de 110 mA e tempo de aquisição de 100 segundos. Análise quantitativa dos elementos [porcentagem de peso atômico (%p) e porcentagem atômica (%at)] foi realizada em modo de análise não padrão, utilizando

o método de correção PROZA (Phi-Rho-Z). Mapas de distribuição dos elementos sobre a superfície externa dos cimentos foram obtidos pelo método NetCounts.

RESULTADOS

A Tabela 2 apresenta o resultado quantitativo com relação a presença de metais pesados nos cimentos testados. As composições químicas dos cimentos foram similares entre si, havendo apenas pequena variação entre eles. O elemento chumbo (Pb) (2,72%p) foi observado somente no CP.

Tabela 2 - Metais pesados identificados nos cimentos Portland e à base de MTA por meio da espectroscopia de dispersão de raios-X (EDX).

Metais	MTA Ângelus Cinza®		MTA Ângelus Branco®		Cimento Portland	
	%p	%at	%p	%at	%p	%at
Na	0,70	1,33	-	-	1,39	2,28
Mg	3,55	6,38	-	-	0,84	1,30
Al	2,05	3,31	2,77	4,48	2,60	3,64
K	3,03	3,38	-	-	2,30	2,22
Ca	61,38	66,85	66,66	72,64	75,69	71,14
Fe	2,23	1,74	-	-	4,73	3,19
Bi	18,62	3,89	18,31	3,83	-	-
Pb	-	-	-	-	2,72	3,20

As Figuras 1-3 apresentam a distribuição dos metais pesados sobre a superfície externa dos cimentos.

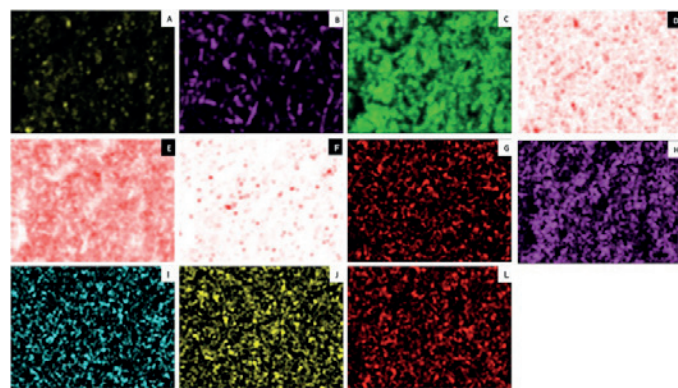


Figure 1 - Mapas com distribuição dos metais pesados sobre a superfície externa do MTA-Ângelus cinza. (A) alumínio; (B) bismuto; (C) cálcio; (D) ferro; (E) potássio; (F) magnésio; (G) manganês; (H) sódio; (I) níquel; (J) platina; (L) titânio.

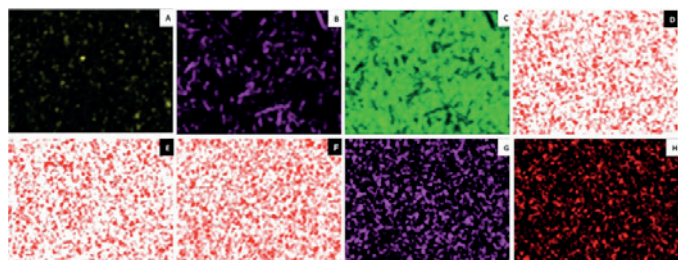


Figure 2 - Mapas com distribuição dos metais pesados sobre a superfície externa do MTA-Ângelus branco. (A) alumínio; (B) bismuto; (C) cálcio; (D) ferro; (E) potássio; (F) magnésio; (G) sódio; (H) titânio.

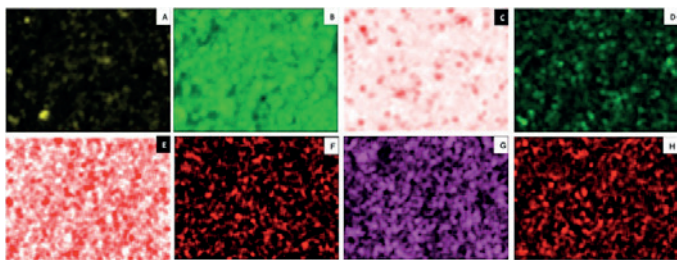


Figure 3 - Mapas com distribuição dos metais pesados sobre a superfície externa do cimento Portland. (A) alumínio; (B) cálcio; (C) potássio; (D) ferro; (E) magnésio; (F) manganês; (G) sódio; (H) titânio.

DISCUSSÃO

O CP é fabricado pela pulverização do clínquer, produzido pela calcinação ou queima de matéria prima que contenha cálcio, ferro, sílica e alumínio¹⁰. A substituição de combustíveis primários por combustíveis alternativos, durante o processo de fabricação do CP, visando a redução dos custos, tem acarretado na presença de metais contaminantes em sua composição¹³. Este fato é preocupante, visto que o CP é o principal componente dos cimentos à base de MTA e que muitos desses elementos são tóxicos e podem provocar alterações orgânicas importantes²².

O estudo das características químicas dos materiais odontológicos que mantêm íntimo contato com os tecidos perirradiáveis é um fator preditivo para a compreensão de suas propriedades físico-químicas e biológicas^{7,15,18}. Tal conhecimento é decisivo na escolha do melhor material a ser utilizado na prática clínica^{22,23}. O presente estudo analisou a presença de metais pesados nos cimentos Portland e à base de MTA por meio da técnica da EDX.

EDX é um método reproduzível, preciso e confiável que permite a realização de análises qualitativas e quantitativas dos principais componentes ou compostos presentes em um material ou associações de materiais^{7,15,24}. Este se baseia na interação entre partículas (radiação eletromagnética) e matéria e na análise dos raios-X emitidos¹². Cada elemento químico apresenta estrutura atômica única, de modo que os raios-X emitidos são característicos dessa estrutura, e identificam este elemento²⁴⁻²⁶. No entanto, a EDX apresenta algumas limitações. Em alguns casos a interpretação dos resultados pode ser dificultada pela presença de radiação contínua ou pela sobreposição de elementos químicos²⁶. Além disso, a proporção de eventos ionizantes, que resultam na emissão de raios-X, diminui à medida que o número atômico do elemento torna-se menor. Assim, a quantificação de compostos orgânicos, que apresentam carbono, oxigênio, e hidrogênio, não pode ser realizada com precisão²⁵.

A microanálise por EDX revelou a existência de similaridade entre os cimentos Portland e MTA Cinza com relação à presença de metais pesados (Tabela 2). Este achado é condizente com os resultados obtidos por outros estudos que compararam a composição química destes materiais e observaram que com exceção do bismuto, identificado apenas no MTA, estes materiais apresentam os mesmo elementos químicos^{11,19}. Reduzida quantidade de metais pesados foi identificada no cimento MTA Branco, tal fato pode ser justificado pela ausência de certos óxidos em sua composição¹².

O emprego do NetCounts possibilitou a exclusão de possíveis dúvidas quanto a representatividade dos elementos químicos em cada pico de energia e permitiu uma análise mais preci-

sa quanto à presença de metais pesados nos cimentos testados. Além disso, este recurso possibilitou a observação bi-dimensional da morfologia da superfície externa e a comparação da distribuição dos elementos ao longo desta (Figuras 1-3). Metais pesados não observados pela EDX, como por exemplo, manganês (Mn), níquel (Ni) e titânio (Ti) nos cimentos MTA-Ângelus Cinza e Portland e Fe, K, Mg, Na e Ti no cimento MTA-Ângelus Branco foram agora detectados. A constituição química juntamente com as particularidades da superfície externa e testes de citotoxicidade são indicativos com relação a biocompatibilidade dos materiais^{7,27}. Para Güven *et al.*²⁷ (2013) as moléculas liberadas pelo material e a morfologia da superfície externa são fatores críticos que afetam as interações célula-material.

Um dos principais componentes dos cimentos à base de MTA e Portland é o óxido de cálcio^{2,12,15}. Tal fato justifica as altas e similares concentrações de íons cálcio (Ca) observadas nos materiais testados. O Ca está associado com a formação do hidróxido de cálcio durante a reação de hidratação⁴, que por sua vez, é responsável pela alcalinização do meio e pelo efeito bioativo dos cimentos sobre os tecidos vivos, contribuindo para o processo de cicatrização^{15,28}. O bismuto (Bi) é um metal pesado de baixa toxicidade, em virtude de sua baixa absorção pelo organismo humano^{22,29}. No presente estudo, o Bi foi identificado apenas nos cimentos MTA-Ângelus cinza (18,62%p) e branco (18,31%p), o que lhes confere maior radiopacidade^{5,30}. Estes achados estão de acordo com os resultados obtidos em estudos já desenvolvidos^{4,7,8,15,18,28}.

O ferro (Fe) é um elemento importante na manutenção da homeostase celular e, principalmente, no transporte do oxigênio pela hemoglobina^{22,29}. A deficiência de Fe no organismo leva a anemia, enquanto, seu excesso pode causar danos ao fígado e rins. O nível máximo permitido de Fe na água potável é de 0,3 mg L⁻¹. Entre os materiais avaliados no presente estudo, o CP foi o que apresentou a maior concentração de Fe (4,73%p), seguido pelo MTA-Ângelus Cinza (2,23%p). Este fato é explicado pela presença de óxido de ferro (Fe₂O₃) em suas composições^{12,15}. De acordo com a Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP)¹⁰, o Fe é o elemento responsável por conferir dureza a argamassa final do cimento. A análise por EDX foi incapaz de detectar íons Fe nas amostras de MTA-Ângelus branco. Somente após a confecção dos mapas de distribuição (NetCounts) é que foi possível a identificação deste elemento. Chang *et al.*¹⁴ (2010) analisaram a presença de metais pesados nos cimentos à base de MTA por meio da Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-ES) e observaram maiores concentrações de Fe no cimento Cinza (23229.16 ppm) quando comparado ao cimento Branco (1108.33 ppm). A constatação de Fe na fórmula do MTA-Ângelus Branco pode explicar a ocorrência de descolorações dentárias observadas após o emprego deste material^{31,32}.

Além do Ca e Fe, o magnésio (Mg) é tido como um elemento químico essencial para o homem²⁹. No organismo humano, considerável quantidade deste metal é encontrada nos ossos, e seus íons desempenham papel importante em inúmeras funções metabólicas²². A deficiência de Mg pode causar sérias complicações, como por exemplo, o endurecimento das artérias e calcificação das cartilagens, articulações e válvulas cardíacas³³. Além disso, sua carência tem sido associada com a presença de

osteoporose³⁴. No presente estudo, íons Mg foram observados apenas nos cimentos MTA-Ângelus Cinza e Portland, 3,55%p e 0,84%p, respectivamente. Os compostos de Mg, principalmente seu óxido (MgO), são usados como material refratário em fornos para a produção de cimentos¹⁰. Estrela *et al.*¹⁵ (2012) analisaram a composição química de vários materiais utilizados no tratamento de perfurações radiculares e observaram diferentes concentrações de MgO nestes materiais.

Chumbo (Pb) é um metal pesado não essencial³⁵, cujo nível máximo permitido na água potável é de 0,05 mg L. Nos seres humanos este metal é capaz de promover mudanças nos eletrólitos do sangue (Na, K, Ca, P), no metabolismo mineral (Zn, Cu, Mn, Al, Si) de carboidratos e de lipídeos (com inibição das enzimas contendo -SH), no metabolismo da síntese de proteínas, DNA e RNA, na utilização de vitaminas (B1, PP, B12, C), na produção de certos hormônios, no metabolismo de aminoácidos, etc^{35,36}. No presente estudo, o elemento Pb foi identificado apenas no cimento Portland (2,72%p). Esta concentração é superior à observada por Estrela *et al.*¹⁵ (2012) (0,37%p) que empregou metodologia semelhante e contrasta com os resultados de Song *et al.*⁸ (2006) que ao avaliar a composição química do CP por meio da EDX não identificaram o elemento Pb. As diferenças observadas entre os estudos podem ser atribuídas aos métodos de tratamento das amostras e às diferentes materiais primas utilizadas na fabricação dos cimentos¹³.

Os resultados do presente estudo permitem melhor compreensão das interações biológicas existentes entre os tecidos periapicais e os cimentos Portland e à base de MTA. Este conhecimento deve permitir o desenvolvimento de novos produtos com características bem definidas. No entanto, novas pesquisas sobre a influência da presença de metais pesados sobre o comportamento biológico desses materiais são recomendadas.

CONCLUSÃO

Frente à metodologia empregada, parece lícito concluir que:

Metais pesados foram observados em todos os cimentos testados;

Reduzido número de metais pesados foi observado no cimento MTA-Ângelus Branco;

Metais pesados contaminantes foram detectados apenas no CP.

REFERÊNCIAS

- Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforation. *J Endod.* 1993; 19(11): 541-4.
- Torabinejad M, Hong CU, Lee SJ, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. *J Endod.* 1995; 21(12): 603-8
- Darvell BW, Wu RCT. "MTA" – An hydraulic silicate cement: review update and setting reaction. *Dent Mater.* 2011; 27(5): 407-22.
- Estrela C, Bammann LL, Estrela CR, Silva RS, Pécora JD. Antimicrobial and chemical study of MTA, Portland cement, calcium hydroxide paste, Sealapex and Dycal. *Braz Dent J.* 2000; 11(1): 3-9.
- Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. *Dent Mater.* 2005; 21(4): 297-303.
- Danesh G, Dammaschke T, Gerth HU, Zangbiglari T, Schäfer E. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements. *Int Endod J.* 2006; 39(3): 213-9.
- Dammaschke T, Gerth HUV, Züchner H, Schäfer E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. *Dent Mater.* 2005; 21(8): 731-8.
- 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(6): 806-15.
- Oliveira MG, Xavier CB, Demarco FF, Pinheiro ALB, Costa AT, Pozza DH. Comparative chemical study of MTA and Portland Cements. *Braz Dent J.* 2007; 18(1): 3-7.
- Associação Brasileira de Cimento Portland. Guia básico de utilização de cimento Portland. 7. ed. São Paulo: [s.n.]; 2002. 28p.
- Wang WH, Wang CY, Shyu YC, Liu CM, Lin FH, Lin CP. Compositional characteristics and hydration behavior of mineral trioxide aggregates. *J Dent SCI.* 2010; 5(2): 53-9.
- Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Stowe S, Brink F. A qualitative X-ray analysis of white and grey mineral trioxide aggregate using compositional imaging. *J Mater Sci Mater Med.* 2006; 17(2): 187-91.
- Schembri M, Peplow G, Camilleri J. Analyses of Heavy metals in Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement. *J Endod.* 2010; 36(7): 1210-5.
- Chang SW, Shon WJ, Lee W, Kum KY, Baek SH, Bae KS. Analysis of heavy metal contents in gray and white MTA and 2 kinds of Portland cement: a preliminary study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010; 109(4): 642-6.
- Estrela C, Sousa-Neto MD, Guedes OA, Alencar AHG, Duarte MAH, Pécora JD. Characterization of calcium oxide in root perforation sealers materials. *Braz Dent J.* 2012; 23(5): 539-46.
- Kum YK, Zhu Q, Safavi K, Gu Y, Bae KS, Chang SW. Analysis of six heavy metals in Ortho mineral trioxide aggregate and ProRoot mineral trioxide aggregate by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry. *Aus Endod J.* 2013; 39(3): 126-30.
- Kum KY, Kim EC, Yoo YJ, Zhu Q, Safavi K, Bae KS, et al. Trace metal contents of three tricalcium silicate materials: MTA Angelus, Micro Mega MTA and Bioaggregate. *Int Endod J.* 2014; 47(7): 704-10.
- Islam I, Chng HK, Yap AU. X-ray diffraction analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. *Int Endod J.* 2006; 39(3): 220-5.
- Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review – Part 1: chemical, physical, and antibacterial properties. *J Endod.* 2010; 36(1): 16-27.
- Duarte MA, De Oliveira Demarchi AC, Yamashita JC, Kuga MC, De Campos Fraga S. Arsenic release provided by MTA and Portland cement. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2005; 99(5): 648-50.
- Silva JJRF, Williams RJP. The biological chemistry of the elements: the inorganic chemistry of life. 2nd. Reino Unido: Oxford University Press; 2001.
- Azevedo FA, Chazin AAM. Metais: Gerenciamento da toxicidade. São Paulo: Atheneu; 2003. 554p.
- Viapiana R, Flumignam DL, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilleri J, Tanomaru-Filho M. Physicochemical and mechanical properties of zirconium oxide and niobium oxide modified Portland cement-based experimental endodontic sealers. *Int Endod J.* 2014; 47(5): 437-48.
- Hegde MN, Devadiga D, Jemsily PA. Comparative evaluation of effect of acidic beverage on enamel surface pre-treated with various remineralizing agents: An *in vitro* study. *J Conserv Dent.* 2012; 15(4):

- 351-6.
25. Vaughan D. Energy-dispersive X-ray microanalysis: An introduction. Middleton: NORAN Instruments; 1999.
26. Goldstein JI, Newbury DE, Echlin P, Joy DC, Lyman CE, Lifshin E, et al. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. 3rd. New York: Springer Science + Business Media; 2003.
27. Güven EP, Yalvaç ME, Kayahan MB, Sunay H, Şahin GB. Human tooth germ stem cell response to calcium-silicate based endodontic cements. *J Appl Oral Sci.* 2013; 21(4): 351-7.
28. Huang FM, Tai KW, Chou MY, Chang YC. Cytotoxicity of resin, zinc oxide-eugenol, and calcium hydroxide-based root canal sealers on human periodontal ligament cells and permanent V79 cells. *Int Endod J.* 2002; 35(2): 153-8.
29. Masterton WL, Hurley CN. Chemistry: principles & reactions. Belmont: Brooks/Cole Cengage Learning, 2009.
30. Hwang YC, Kim DH, Hwang IN, Song SJ, Park YJ, Koh JT, et al. Chemical constitution, physical properties, and biocompatibility of experimentally manufactures Portland cement. *J Endod.* 2011; 37(1): 58-62.
31. Felman D, Parashos P. Coronal tooth discoloration and white mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2013; 39(4): 484-7.
32. Marciano MA, Costa RM, Camilleri J, Mondelli RF, Guimarães BM, Duarte MA. Assessment of color stability of white mineral trioxide aggregate angelus and bismuth oxide in contact with tooth structure. *J Endod.* 2014; 40(8): 1235-40.
33. Akarolo-Anthony SN, Jiménez MC, Chiuvé SE, Spiegelman D, Willet WC, Rexrode KM. Plasma magnesium and risk of ischemic stroke among women. *Stroke.* 2014; 45(10): 2881-6.
34. Orchard TS, Larson JC, Alghothani N, Bout-Tabaku S, Cauley JA, Chen Z, et al. Magnesium intake, bone mineral density, and fractures: results from the Women's Health Initiative Observational Study. *Am J Clin Nutr.* 2014; 99(4): 926-33.
35. García-Léston J, Méndez J, Pásaro E, Laffon B. Genotoxic effects of lead: an updated review. *Environ Int.* 2010; 36(6): 623-36.
36. Moreira FR, Moreira JC. A importância da análise de especiação do chumbo em plasma para a avaliação dos riscos à saúde. *Quim Nova.*

ABSTRACT

Aim: To evaluate the presence of heavy metals in Portland and MTA-based cements. **Material and Methods:** Standard polyethylene tubes, measuring 3 mm in internal diameter and 3 mm long, were prepared and filled with the following materials: Portland cement, Gray MTA-Ângelus and White MTA-Ângelus. Three homogeneous specimens of each material were made, surface-sputtered with gold and analyzed using a Scanning Electron Microscopy (SEM). The presence of heavy metals was determined using Energy-Dispersive X-ray analysis (EDX). The elemental analysis (weight% and atomic%)

of samples was performed in nonstandard analysis mode, applying PROZA (Phi-Rho-Z) correction method. The elemental maps were archived by NETCOUNTS method, with high resolution, using the same detection-analysis-system. **Results:** Similar heavy metals were found in all materials and there was a small variation between them. Lead (Pb) was only observed in Portland cement (2.72 wt%). **Conclusions:** Lower levels of heavy metals were observed in White MTA-Ângelus formula. It was observed the presence of heavy metals contaminants only in Portland cement.

KEYWORDS: MTA; Portland cement; Energy-dispersive X-ray analyses; Scanning electron microscopy.

AUTOR PARA CORRESPONDÊNCIA

Prof. Dr. Orlando Aguirre Guedes
Faculdade de Odontologia, Universidade de Cuiabá (UNIC),
Av. Manoel José de Arruda, 3100, Bairro Jardim Europa,
Cuiabá, Mato Grosso, Brasil, CEP: 78065-900.
E-mail: orlandoaguedes@yahoo.com.br
Fax/Telefone: +55 65 3363-1271 / +55 65 3363-1264.

2004; 27(2): 251-60.