INVESTIGACIONES ORIGINALES Research Articles

Cambios microscópicos *in vitro* de cuerpos de prueba de amalgama de plata sometidos a altas temperaturas observados mediante microscopía electrónica de barrido*

Maribel Chalapud 1 Geovanna Mutis 2 Andrea Muñoz 3 Javier Tobar 4 Wilmer Sepúlveda 5 Carlos Martínez 6 Freddy Moreno 7 In vitro microscopic changes of dental amalgam test bodies subjected to high temperatures observed by scanning electron microscopy *

Resumen

Objetivo: describir los cambios microscópicos in vitro de 27 cuerpos de prueba elaborados en amalgama de plata de tres marcas comerciales (Contour® Kerr®, Admix® SD/® y Nu Alloy® Newstethic®) sometidos a altas temperaturas (200°C, 400°C y 600°C) observados mediante microscopia electrónica de barrido. Materiales y métodos: estudio observacional descriptivo, de corte transversal y de naturaleza pseudo-experimental que analizó el comportamiento in vitro de 27 cuerpos de prueba elaborados en tres marcas comerciales de amalgama de plata (Contour® Kerr®, Admix® SD/® y Nu Alloy® Newstethic®) sometidos a altas temperaturas (200°C, 400°C, 600°C). Resultados: las tres marcas comerciales de amalgama de plata empleadas en este estudio tuvieron un comportamiento similar, excepto en el comportamiento de los nódulos de plata. Estos aparecieron a los 200°C en Admix® SDI® y a los 400°C en Contour® Kerr® y Nu Alloy® Newstethic®. El análisis en microscopía electrónica de barrido y espectrofotometría de la superficie de los cuerpos de prueba evidenció el aumento estadísticamente significativo (p<0,05) del porcentaje de peso atómico de Hg, Cu y Sn. Conclusiones: los cuerpos de prueba de las tres marcas comerciales de amalgama de plata sufren cambios en su microestructura en la medida que aumenta la temperatura. La formación de los nódulos de Ag fue explicada como una consecuencia del comportamiento de la fase gamma 1 de Ag-Hg al aumentar la temperatura, la cual empieza a disociarse a los 200°C en Admix® SDI® y a los 400°C en Contour® Kerr® y Nu Alloy® Newstethic®.

Palabras Clave: Ciencias forenses; odontología forense; identificación odontológica; amalgama dental; altas temperaturas; microscopía electrónica de barrido; espectrofotometría.

Abstract

Objective: describe the in vitro microscopic changes of dental amalgam test bodies subjected to high temperatures observed by scanning electron microscopy. Materials and methods: descriptive observational cross-sectional study of pseudo-experimental nature that analyzed by scanning electron microscopy (SEM) the in vitro behavior of 27 test bodies elaborated in three brands of dental amalgam (Contour® Kerr®, Admix® SDI® and Nu Alloy® Newstethic®) subjected to high temperatures (200°C, 400°C, 600°C). Results: the three trademarks of dental amalgam used in this study had a similar behavior, except for the behavior of silver nodules. These appeared to 200°C in the test bodies of Admix® SDI® and 400°C in the test bodies of Contour® Kerr® and Nu Alloy® Newstethic®. The analysis of scanning electron microscopy and spectrophotometry at the surface of the test bodies showed the statistically significant increase (p<0.05) the percentage of atomic weight of mercury, copper and tin. Conclusions: the test bodies of the three trademarks of dental amalgam undergo changes in their microstructure so long as the temperature increases. The formation of silver nodules was explained as a consequence of the behavior of the gamma 1 phase silver-mercury with increasing temperature, which begins to dissociate at 200°C in the test bodies of Admix® SDI® and 400°C in the test bodies of Contour® Kerr® and Nu Alloy® Newstethic®.

Key Words: Forensic science; forensic dentistry; dental identification; dental amalgam; high temperature; scanning electron microscopy; spectrophotometry.

- * Artículo original de investigación.
- 1 Odontóloga. Facultad de Salud, Universidad del Valle, Calle 4B # 36-00 Edificio 132 Campus San Fernando. Contacto:
- > smarisita24@hotmail.com
- 2 Odontóloga. Facultad de Salud, Universidad del Valle, Calle 4B # 36-00 Edificio 132 Campus San Fernando. Contacto:
- > gestefania3@hotmail.com
- **3** Odontóloga. Facultad de Salud, Universidad del Valle, Calle 4B # 36-00 Edificio 132 Campus San Fernando. Contacto:
- > x_mi11@hotmail.com
- **4** Odontólogo. Facultad de Salud, Universidad del Valle, Calle 4B # 36-00 Edificio 132 Campus San Fernando. Contacto:
- > javi.tobar92@hotmail.com
- **5** Odontólogo. Magíster en Biomateriales Dentales. Profesor Escuela de Odontología de la Universidad del Valle. Contacto:
- > wilmerfabians@hotmail.com
- 6 Odontólogo. Magíster en Epidemiología. Profesor Escuela de Odontología de la Universidad del Valle. Calle 4B # 36-00 Edificio 132 Campus San Fernando. Contacto:
- > carlosbettin@hotmail.com
- 7 Odontólogo. Magíster en Ciencias Biomédicas. Profesor Escuela de Odontología de la Universidad del Valle. Profesor de la Facultad de Ciencias de la Salud de la Pontificia Universidad Javeriana Cali, Calle 18 No. 118-250 Edificio Raúl Posada Segundo piso. Contacto:
- > fmorenog@javerianacali.edu.co

CITACIÓN SUGERIDA

Chalapud M, Mutis G, Muñoz A, et al. Cambios microscópicos in vitro de cuerpos de prueba de amalgama de plata sometidos a altas temperaturas observados mediante microscopia electrónica de barrido. Acta Odont Col [en línea] 2018 [fecha deconsulta: dd/mm/aaaa]; 10-28. Disponible en: https://revistas.unal.edu.co/index.php/actaodontocol/index

Recibido	Aprobado	Publicado
08/11/2017	26/06/2018	01/07/2018



Introducción

La identificación positiva de una persona requiere la coincidencia fehaciente de las características físicas del fallecido con los registros de esas mismas características antes de la muerte (1-3). En el caso de cadáveres quemados, carbonizados o incinerados, el sistema estomatognático proporciona características distintivas e indiciarias que permiten llegar a una identificación positiva, a través de métodos odontológicos, antropológicos y genéticos (4).

Si bien este tipo de procesos de identificación se constituyen en todo un desafío para los peritos forenses, los odontólogos son llamados a asistir la identificación de víctimas quemadas cuando la acción de las altas temperaturas ha destruido la epidermis y los tejidos subyacentes; razón por la cual el establecimiento de la identidad de un individuo se hará a través de los dientes, comparando los registros postmortem con la historia clínica odontológica antemortem (5). Las comparaciones o cotejos más frecuentes se realizan a partir de tratamientos odontológicos como restauraciones y obturaciones, dada la gran resistencia que tienen los tejidos dentales y los materiales de uso odontológico (6), dentro de los cuales se incluye la amalgama de plata.

La amalgama de plata se caracteriza por ser un material de bajo costo y con buenas propiedades físicas y mecánicas, por lo cual son las indicadas en el caso de restauraciones clase I y II, posterior a la remoción mecánica de caries cuando la prioridad es la morfofunción y no la estética (7). Es por ello que la amalgama de plata es el material de mayor uso en operatoria dental durante los últimos 150 años (8, 9). Como biomaterial de uso odontológico consiste en una aleación metálica estable cuyos componentes reaccionan durante el proceso de cristalización conformando una matriz a través de tres fases cristalográficas: 1. Fase gamma o compuesto inter-metálico de plata (Ag) y estaño (Sn) que no ha sido disuelto por el mercurio (Hg); 2. Fase gamma 1 o compuesto inter-metálico de Ag y Hg; y 3. Fase gamma 2 o compuesto de Sn y Hg (10,11). Esta última fase fue reemplazada al aumentar el porcentaje del cobre (Cu) en algunas referencias comerciales de amalgamas de plata, de tal forma que el Sn reacciona con el Cu en lugar de reaccionar con el Hg conformando la fase eta, lo que le confiere a la amalgama de plata una mayor resistencia a la corrosión. Otros componentes que se han descrito son las partículas eutécticas de Ag-Cu, la fase *epsilon* de Cu-Sn, y las partículas de Ag-Cu-Sn que no reaccionaron durante la amalgamación (12).

En el contexto forense, diferentes estudios han descrito los cambios macroscópicos de la amalgama de plata al ser sometida a altas temperaturas, concluyendo que, conforme aumenta la temperatura, el biomaterial experimenta cambios de color, textura, fisuras, grietas, fracturas, estabilidad dimensional y estallido, los cuales han sido asociados con los puntos de fusión de los metales que conforman la aleación (13-16), sin embargo, no hay reportes en la literatura que correlacionen los cambios en la composición química con dichos cambios macroestructurales.

Es por ello que el objetivo de este estudio fue describir los cambios *in vitro* de 27 cuerpos de prueba elaborados en amalgama de plata de tres marcas comerciales (*Contour*® *Kerr*®, *Admix*® SDI® y *Nu Alloy*® *Newstethic*®) sometidos a altas temperaturas (200°C, 400°C, 600°C) observados y analizados mediante microscopia electrónica de barrido y espectrofotometría.

Materiales y métodos

Tipo de estudio

Estudio observacional descriptivo, de corte transversal y de naturaleza pseudo-experimental que analizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) el comportamiento *in vitro* de 27 cuerpos de prueba elaborados en tres marcas comerciales de amalgama de plata (*Contour*® *Kerr*®, *Admix*® SDI® y *Nu Alloy*® *Newstethic*®) con alto contenido de Cu (Tabla 1) sometidos a altas temperaturas (200°C, 400°C, 600°C).

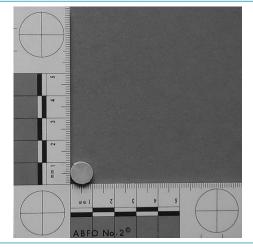
Tabla 1. Composición de las marcas comerciales de amalgama de plata

Marca comercial	Componentes limadura (%)				Proporción	
Marca conferciat	Ag	Sn	Cu	Hg	Limadura : Hg	
Contour® Kerr®	41	31	28	47	1:0,90	
Admix® SDI®	40	31	29	47	1:0,90	
Nu-Alloy® New Estetic®	45	31	24	49,6	1:0,98	
					Fuente: elaboración propia	

Elaboración de los cuerpos de prueba en amalgama de plata

Se empleó una matriz de aluminio, láminas de acetato y losetas de vidrio para elaborar 5 cuerpos de prueba simultáneamente, cada uno con forma de disco de 10 mm de diámetro por 4 mm de espesor (Figura 1). Para cada disco se utilizaron cuatro cápsulas de amalgama de plata monodosis. Cada cápsula se trituró en un amalgamador *Variamix*® *Dentsply*® durante 12 segundos. Los cuerpos de prueba fueron elaborados mediante la técnica convencional de empacado (disposición de la amalgama en la matriz), condensado (compactación de la amalgama en la matriz), bruñido (adaptación de la amalgama respecto al borde cavo de la matriz) y pulido (16). Una vez finalizada la fase de cristalización, los cuerpos de prueba fueron retirados de la matriz.

Figura 1. Disco elaborado en amalgama de plata



Manejo, conservación y distribución de la muestra

Una vez elaborados los cuerpos de prueba en amalgama de plata, cada uno fue depositado de forma individual en un recipiente plástico opaco y mantenido a humedad relativa y temperatura ambiente. Los cuerpos de prueba fueron distribuidos por conveniencia de acuerdo al rango de temperatura al que fueron sometidos en los grupos control e intervención (Tabla 2).

Tabla 2. Distribución de la muestra						
	Temperatura					
Marcas de amalgama de plata	Grupo control	Grupo intervención				
de placa	28°C	200°C	400°C	600°C		
Contour® Kerr®	3	3	3	3		
Admix® SDI®	3	3	3	3		
Nu Alloy® Newstethic®	3	3	3	3		
	Fuente: elaboración propia					

Aplicación de altas temperaturas

Este procedimiento se realizó con base al protocolo técnico y científico establecido en el Departamento de Odontoestomatología de la Universidad de Pavia (Italia) y con base en los estudios realizados en la Escuela de Odontología de la Universidad del Valle (Colombia) (14,15).

Los cuerpos de prueba correspondientes a cada rango de temperatura del grupo intervención se colocaron en bandejas individuales de revestimiento refractario (*Cera-Fina*® *Whipmix*®) para facilitar su manipulación, y se sometieron al calor directo dentro de un horno tipo mufla (*Thermolyne*®) previamente calibrado a tres diferentes rangos de temperatura (200°C, 400°C y 600°C), con una tasa de ascenso de 10°C por minuto desde una temperatura inicial de 28°C hasta alcanzar cada una de las temperaturas propuestas. De esta forma, se introdujeron los tres cuerpos de prueba por cada marca comercial (cada uno en su respectiva bandeja) correspondientes al rango de temperatura de 28°C a 200°C, se dejó enfriar el horno de nuevo a temperatura ambiente y se procedió a sacar las bandejas con los cuerpos de prueba. Luego, se introdujeron los tres cuerpos de prueba correspondientes al rango de temperatura de 28°C a 400°C, se dejó enfriar el horno de nuevo a temperatura ambiente y se procedió a sacar las bandejas con los cuerpos de prueba. Lo mismo se hizo con los cuerpos de prueba correspondientes al rango de temperatura de 28°C a 600°C y con cada marca comercial de amalgama de plata

Análisis de mircoscopía electrónica de barrido y espectrofotometría

Se empleó un MEB (FEI-Quanta 250®) con una aceleración de voltage de 12.50 KV para obtener microfotografías a 250, 500 y 2000 aumentos. Para el análisis químico a través de espectrofotometría, se utilizó el detector de energía dispersiva EDS (del inglés, Energy Dispersive Spectrometer) que capturó los rayos X generados por las transiciones de energía de los electrones internos cuando son expulsados por la interacción con los electrones

externos al bombardear la muestra en un área de una micra –en la que se está tomando la microfotografía – para obtener el porcentaje en peso atómico (Wt). Con esta técnica se pueden detectar todos los elementos químicos con número atómico mayor a 4 (Ag=47; Cu=29, Sn=50 y Hg=80).

Análisis estadístico

Los datos de la observación se incluyeron en una plantilla en Excel y se procesaron en el Software SPSS a través de análisis de frecuencias. Los criterios tenidos en cuenta para el análisis de las amalgamas de plata mediante MEB son la morfología de las partículas, las fallas de continuidad (fisuras, grietas y fracturas) y la distribución de las partículas químicas a través de espectrofotometría.

Resultados

Desde el punto de vista macroscópico, las tres marcas comerciales de amalgama de plata empleadas en este estudio tuvieron un comportamiento similar, a excepción del comportamiento de los nódulos de Ag, asociado al comportamiento del Hg. Estos nódulos aparecieron a los 200°C en los cuerpos de prueba de *Admix*® SDI® y a los 400°C en los cuerpos de prueba de *Contour*® *Kerr*® y en *Nu Alloy*® *Newstethic*®; a los 600°C desaparecieron en los cuerpos de prueba de *Contour*® *Kerr*® y en *Nu Alloy*® *Newstethic*®, mientras que en los cuerpos de prueba de *Admix*® SDI® aún se podían observar fisuras y grietas en el lugar donde se habían formado los nódulos (Tabla 3, Figura 2).

Desde el punto de vista microscópico se pudo observar en el grupo control la manera como se organizó la matriz de la amalgama a partir de las fases *gamma* 1 (Ag-Hg) y *eta* (Cu-Sn). En la medida que subió la temperatura, el Sn se asoció a la Ag y al Hg conformando conglomerados ternarios; posteriormente, el Hg se fundió y, mientras ebullió, se desplazó hasta la superficie arrastrando la Ag hasta conformar los nódulos de Ag, dejando grandes espacios en medio de la matriz del cuerpo de prueba, la cual quedó conformada por conglomerados ternarios de Ag-Cu-Sn. Este proceso empieza en los cuerpos de prueba de *Admix*® SDI® desde los 200°C mientras que en los cuerpos de prueba de *Contour*® *Kerr*® y *Nu Alloy*® *Newstethic*® empieza desde los 400°C (Figuras 3-5).

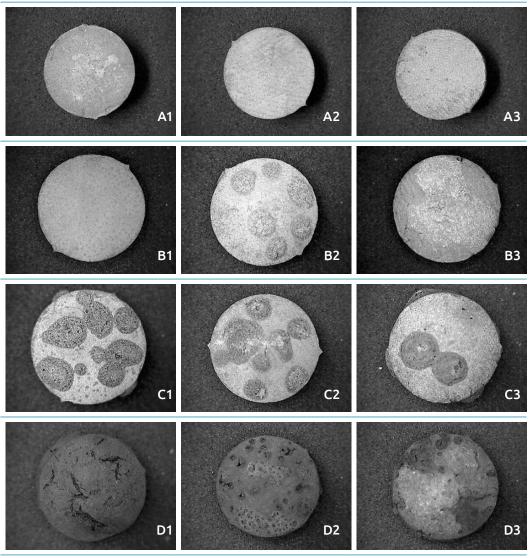
Finalmente, el análisis espectrofotométrico de la superficie de los cuerpos de prueba evidenció el aumento del porcentaje de Wt a los 200°C y 400°C y su posterior disminución a los 600°C respecto al grupo control. Este comportamiento se hizo más evidente en los cuerpos de prueba de *Nu Alloy*® *Newstethic*®, asociado a su mayor contenido de Hg a los 600°C . Caso contrario sucedió con el Cu, el cual fue aumentando conforme aumentó la temperatura y el Sn que aumentó a los 600°C (Figuras 6-8). Al realizar el análisis del Wt por cada elemento Cu-Hg-Ag-Sn en cada marca y para cada una de las temperaturas a través de la prueba *Chi-cuadrado*, hubo diferencias estadísticamente significativas (p<0,05) en el comportamiento del Cu, del Sn y del Hg a los 400°C y 600°C de acuerdo al porcentaje de su peso atómico (Wt), definido como el promedio de la masa de cada elemento (Tabla 4).

Tabla 3. Cambios macroscópicos de los cuerpos de prueba de amalgama de plata sometidos a altas temperaturas

Tempera- tura	Marca comercial	Textura	Nódulo de Ag	Fisuras y grietas	Fractura	Estabilidad dimensional
200°C	Contour® Kerr®	El aspecto superficial es poroso	No se presentan	No se presentan	No se presentan	No se presentan
	Admix® SDI®	El aspecto superficial es poroso				
	Nu Alloy® Newstethic®	El aspecto superficial es rugoso y poroso				
400°C	Contour® Kerr®	El aspecto superficial es poroso				
	Admix® SDI®	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto
	Nu Alloy® Newstethic®	El aspecto superficial es poroso				
600°C	Contour® Kerr®	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto
	Admix® SDI®	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto
	Nu Alloy® Newstethic®	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto	El aspecto superficial es compacto

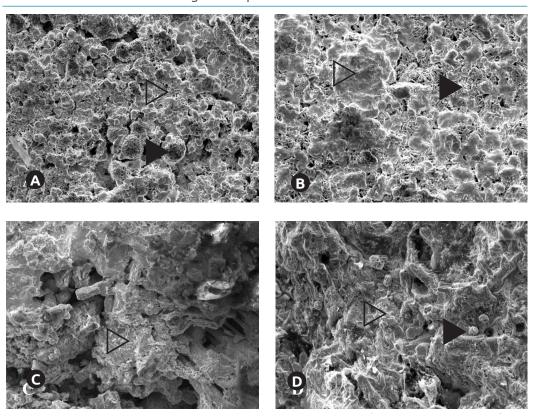
Fuente: elaboración propia

Figura 2. Esteremicroscopías de los cuerpos de prueba de amalgama de plata observados a 15X.



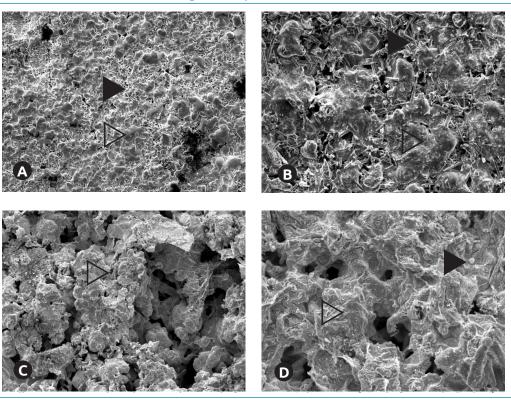
- A1: disco de amalgama Contour® Kerr®.
- A2: disco de amalgama Admix® SDI®.
- A3: disco de amalgama *Nu Alloy*® *Newstethic*® del grupo control.
- B1: disco de amalgama Contour® Kerr®.
- B2: disco de amalgama Admix® SDI® en el que se observa la aparición de nódulos de Ag.
- B3: disco de amalgama *Nu Alloy*® *Newstethic*® sometidos a altas temperaturas 200°C.
- C1: disco de amalgama Contour® Kerr®.
- C2: disco de amalgama Admix® SDI®.
- C3: disco de amalgama Nu Alloy® Newstethic® sometidos a altas temperaturas 400°C en los que se observan la aparición de nódulos de Ag.
- D1: disco de amalgama Contour® Kerr®.
- D2: disco de amalgama Admix® SDI®.
- D3: disco de amalgama Nu Alloy® Newstethic® sometidos a altas temperaturas 600°C en los que se observa la desaparición de los nódulos de Agy la presencia de fisuras y grietas.

Figura 3. MEB a 2000X de cuerpos de prueba confeccionados en amalgama de plata Contour® Kerr®.



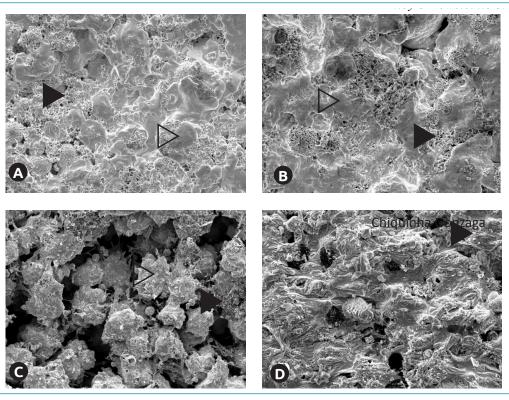
- A: disco grupo control en el que se observan la fase gamma 1 de Ag-Hg (🏿), la fase eta de Cu-Sn (🕨) y el aspecto redondeado de las partículas (70% esféricas) características de esta marca comercial.
- B: disco sometido a 200°C en el que se observa la conformación de grandes conglomerados ternarios de Ag-Hg-Sn () y la fase *eta* dispersa entre estos grandes conglomerados ().
- C: disco sometido a 400°C en donde se observa un conglomerado ternario de Ag-Sn-Cu (🏷) y grandes espacios causados por la ebullición del Hg que se desplaza a la superficie del disco arrastrando Ag, lo cual da origen a las balas de Ag.
- D: disco sometido a 600°C en el que se aprecia la fusión de los conglomerados ternarios de Ag-Sn-Cu (D); algunas partículas redondeadas de Ag-Cu-Sn sin reaccionar que no conformaron la fase gamma 1 y eta durante la amalgamación (), y grandes espacios formados por la evaporación del Hg.

Figura 4. MEB a 2000X de cuerpos de prueba confeccionados en amalgama de plata Admix® SDI®.



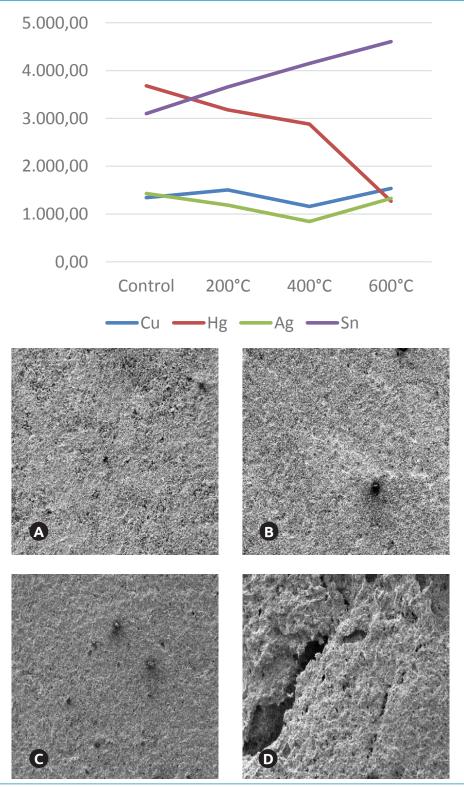
- A: disco grupo control en el que se observan la fase $\it gamma$ 1 de Ag-Hg ($\it p$) y la fase $\it eta$ de Cu-Sn ($\it p$)
- B: disco sometido a 200°C en el que se observa la disociación de las fases: Ag-Hg-Sn conforma un conglomerado ternario (\triangleright), el Sn-Cu de la fase *eta* se agrupa en cristales y partículas irregulares (\triangleright) y aparecen espacios en medio de la aleación asociados a la ebullición del Hg que se desplaza hacia la superficie del disco.
- C: disco sometido a 400°C en donde se observa un conglomerado de Ag-Sn-Cu (D) y grandes espacios causados por la ebullición del Hg quien se desplaza a la superficie del disco arrastrando Ag, lo cual da origen a las balas de Ag.
- D: disco sometido a 600°C en el que se aprecia la fusión de los conglomerados de Ag-Sn-Cu (); algunas partículas redondeadas de Ag-Cu-Sn sin reaccionar que no conformaron las fase *gamma* 1 y *eta* durante la amalgamación (), y grandes espacios formados por la evaporación del Hg.

Figura 5. MEB a 2000X de cuerpos de prueba confeccionados en amalgamade plata *Nu Alloy*® *Newstethic*®.



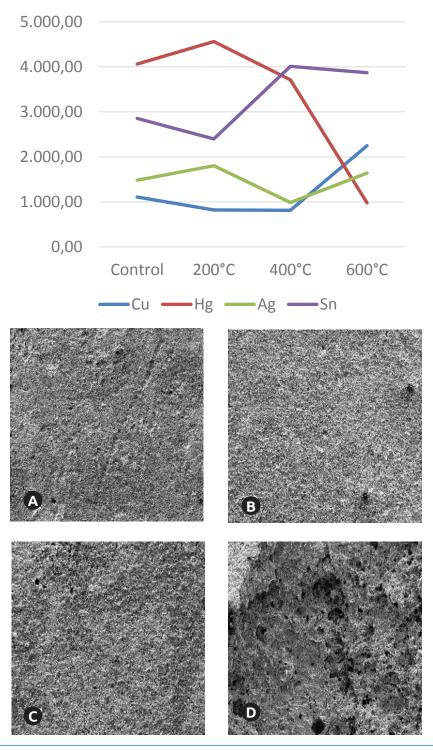
- A: disco grupo control en el que se observan la fase gamma 1 de Ag-Hg (\triangleright) y la fase eta de Cu-Sn (\triangleright).
- B: disco sometido a 200°C en el que se observa un aumento en la formación y fusión de conglomerados ternarios de Ag-Hg-Sn () mientras que el Sn-Cu se agrupa en una fase *eta* porosa asociada la ebullición del Hg quien se desplaza a la superficie del disco arrastrando Ag ().
- C: disco sometido a 400°C en donde se observan grandes conglomerados esféricos de Ag-Sn-Cu (), restos de la fase *eta* de Cu-Sn () asociada a algunos de estos conglomerados, y grandes espacios causados por la ebullición del Hg quien se desplaza a la superficie del disco arrastrando Ag, lo cual da origen a las balas de Ag.
- D: disco sometido a 600°C en el que se aprecia la fusión de los conglomerados de Ag-Sn-Cu (); algunas partículas redondeadas de Ag-Cu-Sn sin reaccionar que no conformaron las fase gamma 1 y eta durante la amalgamación (), y espacios formados por la evaporación del Hg.

Figura 6. Espectrofotometría a 250X de la superficie de cuerpos de prueba confeccionados en amalgama *Contour*® *Kerr*®



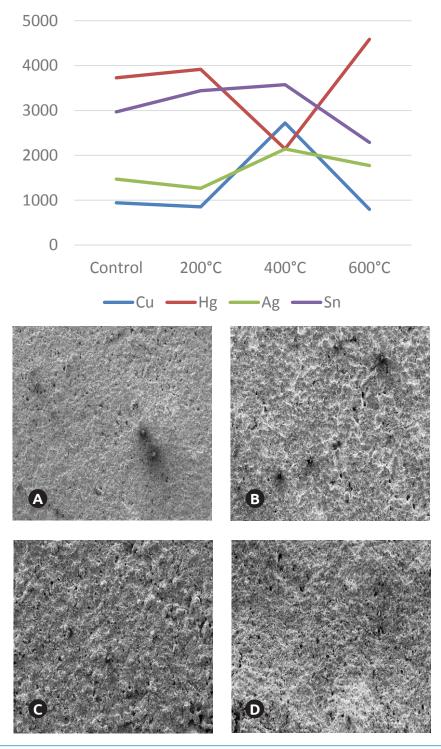
A: control. B: 200°C. C: 400°C. D: 600°C. Se puede observar el aumento de Hg –asociado a su ebullición– en la superficie de los cuerpos de prueba hasta los 400°Cy, posteriormente, su disminución por evaporación a los 600°C, temperatura en la que predominan los conglomerados ternarios de Ag-Sn-Cu y aumenta la cantidad de Ag en la superficie.

Figura 7. Espectrofotometría a 250X de la superficie de cuerpos de prueba confeccionados en amalgama *Admix*® SDI®.



A: control. B: 200°C. C: 400°C. D: 600°C. Se puede observar el aumento de Hg –asociado a su ebullición– en la superficie de los cuerpos de prueba hasta los 400°Cy, posteriormente, su disminución por evaporación a los 600°C, temperatura en la que predominan los conglomerados ternarios de Ag-Sn-Cu y aumenta la cantidad de Ag en la superficie.

Figura 8. Espectrofotometría a 250X de la superficie de cuerpos de prueba confeccionados en amalgama *Nu Alloy*® *Newstethic*®.



A: control. B: 200°C. C: 400°C. D: 600°C. Se puede observar el aumento de Hg –asociado a su ebullición– en la superficie de los cuerpos de prueba hasta los 200°C; posteriormente, su disminución por evaporación a los 400°C y su aumento –asociada a la alta concentración en esta marca comercial– a los 600°C, temperatura en la que predominan los conglomerados ternarios de Ag-Sn-Cu y aumenta la cantidad de Ag en la superficie.

Tabla 4. Espectrofotometría –porcentaje peso atómico (Wt)– de los cuerpos de prueba de amalgama

				Control
Partículas	Contour® Kerr®	Admix® SDI®	Nu Alloy® Newsteth- ic®	Р
Cu	1.342,00±90,22	1.106,67±16,74	944,00±439,95	0.0650
Нд	3.682,67±149,15	4.062,33±5,86	3.727,33±224,43	0.0665
Ag	1.428,67±143,16	1.479,33±38,66	1.472,00±122,01	0.7326
Sn	3.102,00±67,18	2.852,67±21,39	2.967,00±457,63	0.2881
				200°C
Cu	1.503,67±70,51	822,33±40,77	853,67±27,61	0.0608
Hg	3.178,67±188,81	4.562,33±89,85	3.915,33±579,24	0.0582
Ag	1.184,67±92,05	1.805,33±34,27	1.266,33±210,30	0.0608
Sn	3.659,67±125,95	2.395,67±21,13	3.440,67±625,13	0.0608
				400°C
Cu	1.158,33±139,09	811,00±108,39	2.719,00±532,09	0.0273*
Hg	2.879,00±700,90	3.712,67±663,01	580,33±56,32	0.0390*
Ag	842,67±397,27	984,67±283,66	2.144,67±514,34	0.0608
Sn	4.151,33±702,66	4.008,67±545,20	3.573,67±188,51	0.5866
				600°C
Cu	1.536,67±154,60	2.247,67±430,75	799,33±96,16	0.0273*
Нд	1.269,33±193,50	976,67±98,64	4.586,00±120,83	0.0390*
Ag	1.328,00±300,06	1.638,33±177,09	1.774,33±99,85	0.1479
Sn	4.608,33±205,10	3.870,00±283,14	2.289,67±68,15	0.0273*
			*Significanci	a estadística <i>p</i> <0,05

Discusión

En la literatura especializada dentro del contexto forense, existen algunos reportes que han descrito el comportamiento de los materiales de uso odontológico a la acción de las altas temperaturas. Respecto a la amalgama de plata, Merlati *et al.*, sometieron a altas temperaturas dientes restaurados con dicho material, evidenciando que a partir de los 200°C aparecen "burbujas" en la superficie y que a los 600°C el Hg se ha evaporado quedando la limadura (13).

Estos mismos investigadores, en otro estudio, aplicaron altas temperaturas a 75 dientes (25 dientes restaurados con amalgama de plata en preparaciones clase I y 25 dientes restaurados con amalgama de plata en preparaciones clase V) observando que en cada rango de temperatura se presentan cambios que se repiten en las diferentes muestras, hasta que a los 1.000°C la amalgama de plata se desintegra (14).

Moreno *et al.* describieron que a los 200°C y a los 400°C las restauraciones de amalgama de plata sufren pérdida de brillo y formación de nódulos en la superficie; a los 600°C adquieren un color negro opaco y pierden las características morfológicas conferidas

durante el bruñido, a los 800°C la textura es rugosa y algunos especímenes se encuentran fragmentados, finalmente entre los 1.000°C y 1.200°C se fragmentan (15). Patidar *et al.*, sometieron a la acción de altas temperaturas dientes obturados con amalgama de plata, la cual desde los 200°C presentó una superficie rugosa y fisurada, características que se hicieron más evidentes conforme aumentaba la temperatura, hasta que a los 800°C se presentan unas estructuras globulares en la superficie de las restauraciones (18).

Aramburo *et al.* encontraron que a los 200°C las amalgamas de plata se tornan opacas y rugosas al formarse en su superficie nódulos, a los 400°C pierden brillo y se observan fisuras, a los 600°C se observan de color negro, a los 800°C continúan de color negro y presentan nódulos redondeados y fisuras internas, y a los 1.000°C se encuentran fragmentadas y pulverizadas (19). Moreno y Mejía manifestaron que a los 400°C la amalgama de plata presenta la superficie oclusal rugosa asociada a la aparición de nódulos que surgen al ebullir el Hg a través de burbujas gaseosas, las cuales al disminuir la temperatura por acción de la presión ambiental agrupan los otros elementos de la aleación que son arrastrados por el Hg para constituir estos nódulos (20). Vázquez *et al.* encontraron que a los 200°C las restauraciones en amalgama de plata se tornan opacas y rugosas al formarse en su superficie nódulos, a los 400°C se oscurecen y se forman grietas superficiales, a los 600°C adquieren color negro y se pierden las caracterizaciones morfológicas, y entre los 800°C y 1.000°C presentan nódulos redondeados (21).

Todos estos estudios *in vitro* concluyeron que las restauraciones en amalgama de plata cuentan con gran resistencia a las altas temperaturas, pese a la formación de fisuras y grietas. Además, resaltaron la formación estructuras esféricas o globulares en la superficie del biomaterial, las cuales habían sido descritas inicialmente por Günther y Schmidt – citados por Rötzscher *et al.* (22) – como "balas de plata".

En este estudio, entre los 200°C y 400°C, la superficie de los cuerpos de prueba se observa rugosa debido a la aparición de nódulos que surgen por la movilización del Hg desde la matriz al entrar en ebullición conforme aumenta la temperatura, al mismo tiempo que arrastra consigo partículas de Ag hacia la superficie de la amalgama de plata y que luego por la presión y la disminución de la temperatura se agrupan para conformar las llamadas "balas de plata", es decir, la temperatura afecta la fase *gamma* 1. Finalmente, cuando la temperatura asciende a 600°C, el Hg se evapora dejando fisuras y grietas en donde se encontraban los nódulos, ocasionando que la Ag forme conglomerados con el Cu y el Sn, debido a la oxidación del Cu y a la temprana fusión del Sn (desde los 200°C) (23-25).

Este comportamiento macroscópico se pudo corroborar con MEB. En los cuerpos de prueba del grupo control se pudo describir la matriz de amalgama de plata conformada por las fases *gamma* 1 de Ag-Hg rodeada de la fase *eta* de Cu-Sn (propia de las amalgamas con alto contenido de Cu), además de partículas eutécticas de Ag-Cu y partículas de Ag, Cu y Sn que no reaccionaron (26).

Al aumentar la temperatura entre 200°C y 400°C, la fase gamma 1 es la primera que se afecta. Al ebullir el Hg, este se deplaza hacia la superficie arrastrando partículas de Ag y dejando espacios en la matriz de la amalgama de plata; si la temperatura disminuye la fase gamma 1 constituye los nódulos en la superficie de los cuerpos de prueba. Ya para el caso de los cuerpos de prueba sometidos a 600°C, el Hg se evapora destruyendo la fase gamma 1 y dejando fisuras y grietas en el lugar donde se conformaron los nódulos.

Si tenemos en cuenta que la función de la fase *gamma* 1 es brindar resistencia a la aleación para evitar fractura, una vez destruida, los cuerpos de prueba fueron suceptibles a la fragmentación, y solo lograron mantener su forma por el alto contenido de Cu, el cual esta conformando conglomerados ternarios de Ag-Cu-Sn a partir de la fase *eta* y partículas eutécticas de Ag-Cu (12).

Los estudios sobre el comportamiento de la amalgama de plata a las altas temperaturas se han realizado con intereses clínicos, alcanzando temperaturas por debajo de los 100°C. Este tipo de estudios han descrito que, a temperaturas por encima de los 70°C, se altera químicamente la fase *gamma* 1 por la formación de conglomerados ternarios de Ag-Hg-Sn, esto favorece la corrosión y la formación de poros en la matriz de amalgama, y morfológicamente tras el aumento de tamaño de las partículas (27). Este comportamiento de la fase *gamma* 1 se pudo corroborar con el análisis espectrofotométrico, donde se evidenció la forma como el Wt del Hg —asociado a su ebullición—y del Cu —asociado a su oxidación—aumenta en la superficie de los cuerpos de prueba a los 200°C y 400°C. Finalmente, el Wt del Hg disminuye —asociado a su evaporación—y el del Sn aumenta —asociado a su fusión—a los 600°C (23,24).

Cabe anotar que la Ag fue arrastrada por la afinidad química con el Hg. Por lo tanto, el comportamiento de la amalgama de plata evidenció que conforme aumenta la temperatura, la matriz se disoció, de tal forma que el Hg ebullió y se desplazó hacia la superficie de los cuerpos de prueba mientras arrastró a la Ag, la cual se concentró en lugares espécíficos en donde se formaron los nódulos. Posteriormente, al aumentar la temperatura a 600°C el Hg se evaporó, mientras que el Cu y el Sn se precipitaron hacia la superficie y conformaron grandes conglomerados ternarios junto con la Ag; esto ocasionó poros, fisuras y grietas en toda la matriz, mucho más evidentes en el lugar en donde se formarón los nódulos. Este comportamiento fue similar en las tres marcas comerciales de amalgama de plata; no obstante, la diferencia en el comportamiento del Hg para la marca comercial *Nu Alloy*® *Newstethic*® fue evidente, debido a su mayor porcentaje en la composición de esta amalgama de plata.

Conclusiones

Los cuerpos de prueba de las tres marcas comerciales de amalgama de plata sufren cambios en su estructura en la medida que aumenta la temperatura. De esta forma, la disociación de la matriz se debe a la ebullición del Hg (entre 200°C y 400°C) y su posterior evaporación (600°C), al arrastre de Ag hacia la superficie por su afinidad química por el Hg, y a la conformación de conglomerados ternarios de Ag-Sn-Cu.

La formación de los nódulos de Ag fue explicada, a través de MEB y espectrofotometría, como una consecuencia del comportamiento de la fase *gamma* 1 de Ag-Hg al aumentar la temperatura, la cual empieza a disociarse a los 200°C en los cuerpos de prueba de *Admix*® SDI® y a los 400°C en los cuerpos de prueba de *Contour*® *Kerr*® y de *Nu Alloy*® *Newstethic*®. Cabe resaltar que la aparición y conformación de las balas plata en la medida que aumenta la temperatura, resultan fundamentales al momento de determinar si la amalgama de plata resultó quemada, carbonizada e incinerada, lo cual es de gran utilidad en el contexto odontológico forense.

Se encontraron diferencias en el comportamiento del Hg en la marca comercial *Nu Alloy*® *Newstethic*® respecto a *Admix*® SDI® y a *Contour*® *Kerr*®; sin embargo, las diferencias no fueron los suficientemente significativas como para diferenciar las tres marcas comerciales de amalgama de plata a través de EDS debido a la capacidad de detección en áreas microscópicas. De allí que su utilidad forense, al momento de generar marcadores durante el cotejo antemortem-postmortem, se limitada en el caso de cadáveres quemados, carbonizados e incinerados. Se recomienda hacer espectrofotometría de masas para determinar si existen diferencias significativas en la concentración de los elementos constitutivos Cu-Hg-Ag-Sn entre los cuerpos de prueba de las tres marcas comerciales de amalgama de plata.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Laboratorio Docente de Obtención y Análisis de Imágenes de la Escuela de Odontología de la Universidad del Valle por la asesoría prestada durante el análisis de la muestra.

Referencias

- 1. Rothwell BR. Principles of dental identification. *Dent Clin North Am* 2001; 45(2): 253-270.
- 2. Sweet D. Why a dentist for the identification? *Dent Clin North Am* 2001; 45(2): 237-251.
- 3. Pretty IA, Sweet D. A look at forensic dentistry. Part 1: The role of teeth in the determination of human identity. *Br Dental J* 2001; 190(7): 359-366.
- 4. Marín L, Moreno F. Odontología forense: identificación odontológica de cadáveres quemados. Reporte de dos casos. *Revista Estomatología* 2004: 12(2): 57-70.
- 5. Delattre VF. Burned beyond recognition: Systematic approach to the dental identification of charred human remains. *J. Forensic Sci* 2000; 45(3): 589-596.
- 6. American Board of Forensic Odontology ABFO. Body identification guidelines. *J Am Dent Assoc* 1994; 125(9):1244-1254.
- 7. Guzmán H. *Biomateriales Odontológicos de uso clínico*. Tercera Edición. Ediciones ECOE: Bogotá, 2003.
- 8. Yengopal V, Harneker SY, Patel N, Siegfried N. Dental fillings for the treatment of caries in the primary dentition. *Cochrane Database Syst Rev* 2009; 2: CD004483.
- 9. Maserejian NN, Hauser R, Tavares M, et al. Dental composites and amalgam and physical development in children. *J Dent Res* 2012; 91(11):1019-1025.

- 10. Phillips RW. *Skinner's Science of Dental Materials*. 9th Edition. Philadelphia: WB Saunders Company, 1992.
- 11. Craig RG, Powers JM, Wataha JC. *Dental Materials: Properties and Manipulation*. Seventh Edition. St Louis: Mosby, 2000.
- 12. Hasheminezhad A, Zebarjad SM, Sajjadi SA, *et al.* Effect of copper content on compressive strength and microstructure of dental amalgams. *Engineering* 2012; 4:155-159.
- 13. Merlati G, Danesino P, Savio C, *et al.* Observations of dental prostheses and restorations subjected to high temperatures: experimental studies to aid identification processes. *J Forensic Odontostomatol* 2002; 20(2): 17-24.
- 14. Merlati G, Savio C, Danesino P, *et al.* Further Study of restored and unrestored teeth subjected to high temperatures. *J Forensic Odontostomatology* 2004; 22(2): 34-39.
- 15. Moreno S, León M, Marín L, *et al.* Comportamiento in vitro de los tejidos dentales y de algunos materiales de obturación dental sometidos a altas temperaturas con fines forenses. *Colomb Med* 2008; 39 (Supl 1): 28-46.
- 16. Moreno S, Merlati G, Marín L, *et al.* Effects of high temperatures on different dental restorative systems: Experimental study to aid identification processes. *J Forensic Dent Sci* 2009; 1(1):17-23.
- 17. Stratis S, Bryant RW. The influence of modified cavity design and finishing techniques on the clinical performance of amalgam restorations: a 2-year clinical study. *J Oral Rehabil* 1998; 25(4): 269-78.
- 18. Patidar KA, Parwani R, Wanjari S. Effects of high temperature on different restorations in forensic identification: Dental samples and mandible. *J Forensic Dent Sci* 2010; 2(1): 37-43.
- 19. Aramburo J, Zapata A, Zúñiga S, *et al.* Análisis estereomicroscópico de materiales dentales de uso en endodoncia sometidos a altas temperaturas. *Revista Estomatología* 2011; 19(2): 8-15.
- Moreno F, Mejía C. Análisis a través de microscopía electrónica de barrido de dos dientes con tratamiento endodóncico sometidos a altas temperaturas. Estudio piloto. Rev Fac Odontol Univ Antioq 2011; 23(19): 22-36.
- 21. Vásquez L, Rodríguez P, Moreno F. Análisis macroscópico in Vitro de los tejidos dentales y de algunos materiales dentales de uso en endodoncia, sometidos a altas temperaturas con fines forenses. *Revista Odontológica Mexicana* 2012; 16(3):171-181.

Research Articles

Maribel Chalapud, Geovanna Mutis, Andrea Muñoz, Javier Tobar, Wilmer Sepúlveda, Carlos Martínez, Freddy Moreno

- 22. Rötzscher K, Grundmann C, Benthaus S. The effects of high temperatures on human teeth and dentures. *Int Poster J Dent Oral Med* 2004; 6: Poster 213.
- 23. Odanov Z, Djurdjev M. Investigation of the mechanism of mercury removal from a silver dental amalgam alloy. *J Serb Chem Soc* 2004; 69(12):1111-1120.
- 24. Mrowec S, Stokosa A. Oxidation of copper at high temperatures. *Oxidation of Metals* 1971; 3 (3): 291-311.
- 25. Kerl B, Forbeck F. Hg. En: Stohmann F (Ed). *Gran enciclopedia de química industrial*. Tomo X. Barcelona: F. Soix; 1956: 68-155.
- 26. Mahler DB. The High-Copper Dental Amalgam Alloys. *J Dent Res.* 1997; 76(1): 537-541.
- 27. Tsutsumi S, Nakamura M, Ferracane JL, *et al.* Thermal analysis of amalgams. *Dent Mater* 1988; 4(5): 307-311.