

Avaliação de Kits Comerciais para Análise de Cloro Ativo Utilizado em Soluções de Hipoclorito de Sódio

Evaluation of Testing Kits to Measurement of Active Chlorine in Sodium Hypochlorite Solutions

Maria L. B. BRITTO¹, Pamela L. ROMOLU², Cleber K. NABESHIMA³

1-Professora Coordenadora do Curso de Especialização em Endodontia da Universidade Cruzeiro do Sul

2-Pós-Graduanda - Especialização em Endodontia pela Universidade Cruzeiro do Sul

3-Pós-Graduando - Mestrado em Endodontia pela Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

RESUMO

O objetivo deste estudo foi verificar a confiabilidade de um kit comercial para análise de cloro ativo, comparando-os ao processo de titulometria. O pH de 15 amostras de hipoclorito de sódio 0,5% de diferentes marcas foi medido, e assim submetidos ao processo de titulometria. Na sequência as amostras foram analisadas novamente utilizando o kit de medição de teor de cloro ativo, e os dados tabulados. Os valores encontrados foram

submetidos ao teste de Mann-Whitney, com nível de significância de 5%. Os resultados apresentaram diferença significativa entre os métodos ($p < 0,0001$). Pode-se concluir que kit testado para medição de cloro ativo em soluções de hipoclorito de sódio não é eficaz para uso em Odontologia.

PALAVRAS-CHAVE: Endodontia, hipoclorito de sódio, titulometria

INTRODUÇÃO

O tratamento endodôntico diante de polpa mortificada visa à eliminação de quaisquer restos de tecido pulpar em decomposição e microrganismos que contaminam o sistema de canais radiculares.

Diversos trabalhos têm apresentado que a instrumentação por si só não consegue eliminar as bactérias que habitam os túbulos dentinários¹, sendo assim, é imprescindível o uso de substâncias químicas que além de facilitar a ação do instrumento no canal tenha ação antibacteriana, aumentando a desinfecção também em profundidade^{2,3}.

Dentre as substâncias químicas mais utilizadas mundialmente, o hipoclorito de sódio ainda é destaque, principalmente por atingir o maior número de requisitos esperados dentro desta função⁴⁻⁶.

Através de um questionário realizado com 350 profissionais de diversas especialidades da Odontologia no Rio Grande do Sul, pode-se verificar que 99,42% dos entrevistados utilizam hipoclorito de sódio como irrigante de primeira escolha em Endodontia⁷.

Em diversas concentrações, o hipoclorito de sódio apresenta ação bactericida, clareadora, detergente, desodorizante, dissolvente tecidual, entre outros, porém suas características parecem estar ligadas à sua concentração, pH e temperatura⁸.

Além disso, a solução de hipoclorito de sódio apresenta muita instabilidade, devido reação química constante que libera cloro ativo, que pode ser acelerado com calor, armazenamento e exposição à luz^{9,10}.

Diversos trabalhos verificando o teor de cloro ativo em soluções de hipoclorito de sódio em condições reais vêm sendo realizados. Carvalho *et al.*¹¹ (2003) coletaram amostras de hipoclorito de sódio de diversas marcas comercializadas, e verificaram que o hipoclorito de sódio 0,5% já não apresentava o teor de cloro ativo correspondente com o frasco ainda lacrado. Gomes *et al.*¹² (2010) avaliaram o teor de cloro ativo das soluções de hipoclorito de sódio utilizados em consultórios odontológicos da grande São Paulo, e observaram que a grande maioria utilizava hipoclorito de sódio 0,2%, acreditando ser 0,5%. Em estudo semelhante, Ávila *et al.*¹³ (2010) verificando uma gama maior de concentrações, encontraram também discordância em 62% das amostras analisadas.

A grande preocupação é que a perda de cloro influencia diretamente na qualidade do tratamento endodôntico, visto num trabalho avaliando a ação o hipoclorito de sódio como irrigante de canal contaminado com *Enterococcus faecalis*, onde se observou maior potencial bactericida na concentração de 5,25%, e que a concentração de 0,2% é tão baixa que se assemelha à irrigação com soro fisiológico¹⁴.

Diante desta problemática, fica clara, a importância de haver controle do hipoclorito de sódio utilizado e sua real concentração. Frente a isso, kits de análise de cloro ativo têm sido comercializados para que o profissional possa fazer de maneira simples a sua verificação, porém trata-se de reações químicas feitas através de misturas entre reagentes doseados através de um gotejador que pode não ter precisão aos resultados.

Segundo a farmacopeia¹⁵, o método mais confiável para medição de cloro ativo, é através do processo de titulometria, um teste de reações químicas, em que são feitas minuciosas dosagens e pesagens para a determinação da concentração.

Assim, a proposta do presente estudo foi verificar a confiabilidade de um kit comercial de análise de cloro ativo, comparando-o ao processo de titulometria.

MATERIAL E MÉTODO

Para o presente estudo, 15 amostras de hipoclorito de sódio 0,5% de diversos fabricantes foram coletadas, armazenadas num frasco de vidro âmbar, e mantidas em caixa de isopor até o momento da análise.

Em primeira instância, 10 ml de cada solução foi transferida num frasco de vidro, e através da introdução de um peagômetro (Schott, Jena, Alemanha), o pH foi verificado.

Para o processo de titulometria, numa balança de precisão (Sartorius, Goettingen, Alemanha) foi pesada 5g da amostra de hipoclorito de sódio e diluída em água destilada totalizando uma solução de 100 ml, onde 10 ml desta solução foi acrescentada de 30 ml de Iodeto de Potássio 10%.

Em seguida, foram adicionados 30 ml de Ácido Acético concentrado (Figura 1A) e com o gotejamento de Tiossulfato de Sódio 0,1N sobre a solução teve início o processo de titulação, no qual era observada alteração de cor da solução – de amarelo acastanhado à incolor (Figura 1B).

O volume de Tiossulfato de Sódio 0,1N utilizado até que a solução tenha se tornado incolor, em conjunto ao valor de sua normalidade real e os 5g pesado da amostra foram os valores utilizados no cálculo do teor de cloro ativo:

$$\text{Teor de cloro} = \frac{Vg \times Nre \times 3,722 \times 100}{M \text{ am}} \times 10$$

Em que:

Vg = Volume gasto (em ml) de Tiossulfato de Sódio 0,1N;

Nre = Normalidade real do Tiossulfato de Sódio 0,1N;

M am = Massa da amostra em g.

Para análise do teor de cloro através do kit comercial (Easy, Belo Horizonte, Brasil), foi utilizado o próprio gotejador que acompanha o kit (Figura 2A). Duas gotas da amostra eram acondicionadas num tubo de ensaio descartável mantidos na posição vertical (Figura 2B), e na sequência, duas gotas de redutor, identificado pela tampa vermelha, eram adicionadas; após agitação, a solução adquiriu-se uma coloração avermelhada (Figura 2C).

Assim, duas gotas de reagente ácido, identificado pela tampa verde, eram adicionadas, que após agitação adquiriu-se a coloração vinho intenso (Figura 2D).

Então, duas gotas de indicador, identificado pela tampa azul, eram adicionadas, que após agitação resultou numa coloração escura (Figura 2E).

Cuidadosamente com pequena agitação, foi adicionado titulante, identificado pela tampa branca; o número de gotas necessárias para a solução perder a cor escura e ficar incolor era

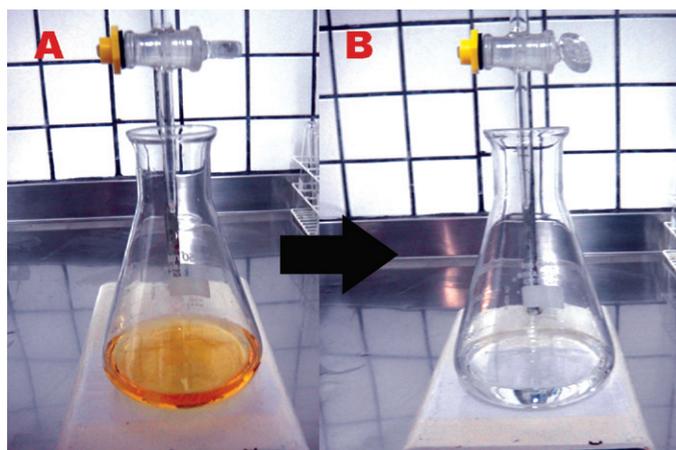


Figura 1. A. Início da reação de titulometria. B. Reação final da titulometria

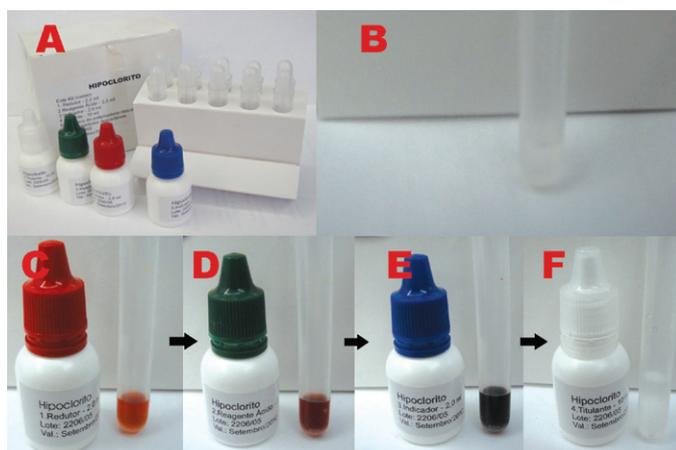


Figura 2. A. Kit de medição e cloro ativo testado B. Amostra de hipoclorito de sódio. C. redutor acrescido. D. Reagente acrescido E. Indicador acrescido. F. Reação final da medição

dividido por 4, que resultava no teor de cloro ativo da amostra (Figura 2F).

Todos os dados obtidos por ambas as medições foram tabulados e submetidos ao teste de normalidade que levou ao teste de Mann-Whitney, com nível de significância de 5%.

RESULTADOS

Dentre as amostras analisadas a medição de pH foi em torno de 9,1 à 11,4, com média de 9,9.

Nenhum dos valores de cloro ativo medido houve correspondência entre os métodos, mostrando diferença significativa entre eles ($p < 0,0001$).

Os dados estatísticos de ambos os métodos podem ser vistos na tabela 1.

Tabela 1. Dados estatísticos referentes ao teor de cloro ativo medido

| Método | n | Mínimo | Máximo | Média | Desvio Padrão |
|-----------|----|--------|--------|-------|---------------|
| Titulação | 15 | 0,07 | 0,45 | 0,36 | 0,12 |
| Kit* | 15 | 0,25 | 1,00 | 0,56 | 0,17 |

*Diferença significante ($p < 0,0001$)

DISCUSSÃO

Cada etapa do tratamento endodôntico deve ser realizada com máxima atenção e todos os detalhes muito bem analisados, pois não envolvem somente o canal principal, e sim todo o sistema de canais compostos por túbulos dentinários de difícil acesso, lugares propícios para invasão e desenvolvimento bacteriano.

Por mais flexíveis que os instrumentos sejam os mesmos não conseguem atuar nestes sítios, assim como mostram trabalhos que avaliam a maior redução bacteriana quando a ação mecânica do instrumento é associada a substâncias químicas^{2,3}.

Desta maneira, se justifica o aprofundamento no estudo destas substâncias químicas, que pode ser mais complexo do que a análise de sua ação bactericida ou das propriedades químicas, já que há uma relação entre elas com todo o contexto do tratamento endodôntico, que também é influenciado pela modernização dos procedimentos técnicos.

À prova disto, está a automatização da instrumentação em Endodontia, exemplificados por uma diversidade de sistemas rotatórios que permitem preparos mais uniformes e em tempo muito reduzido¹⁶. Este fato também deve ser levado em consideração, já que substâncias químicas precisam de tempo para agir e apresentar eficácia.

O hipoclorito de sódio é a substância de primeira eleição como irrigante em Endodontia, estudos têm apresentado que a efetividade antibacteriana do hipoclorito de sódio está ligada à sua concentração e ao tempo de exposição, isto é, quanto maior a concentração menor tempo de contato é necessário para ação^{17, 18}. Por outro lado, estudos também mostram que quanto maior a concentração maior o poder de agressão tecidual, que podem levar à necrose de tecidos periapicais¹⁹.

Diante deste paradigma, a escolha da concentração deve ser feita com cautela. Pesquisas realizadas no Brasil têm mostrado que profissionais de Odontologia têm preferido hipoclorito de sódio nas concentrações em torno de 0,5 a 1,0%^{7, 12, 13}, no entanto devido à reação química constante, há perda de cloro ativo e no momento do uso estas substâncias acabam por ser fracas demais não obtendo a ação desejada¹⁴.

Contudo, todos os critérios para estabelecer a concentração ideal a ser utilizada num tratamento, não fazem o menor sentido diante da instabilidade da solução, sendo necessária a busca por métodos que possam permitir ao profissional verificar a real concentração em seu próprio consultório.

Com esta ideia, surgiram kits de medição para este propósito, porém não há estudos que confirmem sua eficácia nem sua precisão.

Estudos têm mostrado que a concentração a ser utilizada no frasco, não condiz com a real concentração do rótulo^{12, 13, 20}, e segundo Gomes *et al.*¹² (2010), a solução de hipoclorito de sódio a 0,5%, parece ser a mais instável dentre as concentrações utilizadas; e foi por este motivo que optou-se por amostras de 0,5%.

De acordo com Siqueira *et al.*⁸ (2005), apesar da temperatura e concentração serem fatores de extrema importância, o pH é

mais importante dentro da ação química do hipoclorito de sódio diante de restos pulpare, e este pH deve estar em torno de 9 à 11, assim no presente estudo realizou-se a medição do pH previamente à análise, e todas as amostras se encontravam dentro do preconizado pelo autor^{8, 21}.

Diante da farmacopeia, que dita as regras na área da química, o processo de titulometria, ou também chamado de iodometria, é o método mais eficaz e confiável para a determinação da concentração de cloro ativo¹⁵, cujo foi selecionado para verificar a comprovação da eficácia do método em questão neste trabalho.

Este processo de medição de cloro ativo se dá por uma série de reações químicas entre substância titulada, também chamada de analito (hipoclorito de sódio), e a substância titulante que tem volume e concentração conhecida (tiossulfato de sódio). O hipoclorito de sódio por si só não pode ser titulado, assim o iodeto de potássio é acrescido como solução redutora, o que possibilitará as reações entre as substâncias da titulação. Através de oxidação-redução, o iodo é reduzido a iodeto pelo tiossulfato de sódio, provocando alteração de cor da substância. Um indicador pode ser utilizado para evidenciar mais a mudança de cor.

Embora o fabricante não revele as substâncias químicas contidas no kit, pode-se verificar que o processo é o mesmo, porém com precisão baseada em dosagens por número de gotas.

Apesar de não ser o objetivo do estudo, a titulometria mostrou que nenhuma das amostras estava de acordo com a especificação de 0,5%, confirmando os achados na literatura que afirmam a irregularidade do que é utilizado e o rotulado^{7, 12, 13, 20}.

O kit comercial de medição acusou que 67% das amostras confirmavam 0,5% de cloro ativo, e nenhum dado medido concordou com o processo de titulometria. Além disso, a variação de 0,25 à 1% medido pelo kit, sempre com valores de 0,25 de diferença entre as medições, mostra a falta de precisão do método, uma vez que a titulometria resultou em variações 0,07 à 0,45%, sem valores constantes de diferença entre as medições.

Este fato pode refletir negativamente no tratamento, uma vez que a amostra medida pelo kit, e conferida pela titulometria, era sempre maior do que o real, o que induziria o profissional a utilizar uma substância fraca acreditando ser mais concentrada, que pode acarretar em nenhum efeito químico, conforme visto por Fabro *et al.*¹⁴ (2010).

Analisando o cálculo para obter a concentração através do kit, pode se verificar que o valor mínimo que pode medido é 0,25%, já que não há como utilizar menos de 1 gota, que dividido por 4 resulta em 0,25. Este fato demonstra que através do cálculo, em nenhuma das hipóteses, conseguiria valores menores que 0,25, como 0,07% encontrado em uma das amostras por titulação, mostrando mais uma vez a falta de precisão do teste através do kit.

Na instrução que acompanha o kit, há uma observação em que manifesta a possibilidade de erro experimental do método na faixa de $\pm 0,25\%$, por exemplo, num resultado 0,5%, a medição pode ser 0,25% ou 0,75%, valores estes que podem ser muito grandes na variação da concentração utilizada em Endodontia,

em torno de 0,5 a 1%^{7,12,13}.

Desta maneira, estudos devem ser continuados para determinar um método simples e eficaz, aplicável em consultório, que possa orientar o profissional quanto a real concentração de cloro ativo na solução de hipoclorito de sódio, e solucionar esta problemática.

CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia aplicada e os resultados obtidos, é lícito concluir que kit comercializado para medição de cloro ativo em soluções de hipoclorito de sódio testado neste estudo não é eficaz para uso em Odontologia.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos à Farmácia de Manipulação *Fórmula e Ação*, que nos cedeu o espaço e toda estrutura de seus laboratórios para a execução deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- Machado MEL, Sapia LAB, Cai S, Martins GHR, Nabeshima CK. Comparison of two Rotary systems in root canal preparation regarding disinfection. *J Endod.* 2010; 36(7): 1238-40.
- Berber VB, Gomes BPFA, Sena NT, Vianna ME, Ferraz CCR, Zaia AA, *et al.* Efficacy of various concentrations of NaOCl and instrumentation techniques in reducing *Enterococcus faecalis* within root canals and dentinal tubules. *Int Endod J.* 2006; 39(1): 10-7.
- Siqueira Jr JF, Rôças IN, Santos SRLD, Lima KC, Magalhães FAC, Uzeda M. Efficacy of instrumentation techniques and irrigation regiments in reducing the bacterial population within root canals. *J Endod.* 2002; 28(3): 181-4.
- Estrela C, Estrela CRA, Barbin EL, Spanó JCE, Marchesan MA, Pécora JD. Mechanism of action of sodium hypochlorite. *Braz Dent J.* 2002; 13(2): 113-7.
- Mohammadi Z. Sodium hypochlorite in endodontics: an update review. *Int Dent J.* 2008; 58(6): 329-41.
- Ribeiro ECC, Santos M, Siqueira EL, Nicoletti MA. O hipoclorito de sódio na Endodontia. *Braz J Health.* 2010; 1(1): 54-62.
- Borin G, Oliveira EPM, Becker AN, Melo TAF. Utilização e forma de armazenamento da solução de hipoclorito de sódio por cirurgiões-

- dentistas. *Stomatos.* 2006; 12(22): 25-30.
- Siqueira EL, Santos M, Bombana AC. Dissolução de tecido pulpar bovino por duas substâncias químicas do preparo do canal radicular. *RPG Rev Pós Grad.* 2005; 12(3): 316-22.
- Borin G, Oliveira EPM. Alterações no pH e teor de cloro ativo em função da embalagem e local de armazenamento de solução de hipoclorito de sódio em diferentes concentrações. *RFO.* 2008; 13(2): 45-50.
- Ludwig A, Hoffmeister MK, Irala LED, Salles AA, Limongi O, Soares RG. Análise da concentração de cloro ativo e pH em amostras de hipoclorito de sódio 1%. *RSBO.* 2007; 4(1): 29-33.
- Carvalho MGP, Oliveira EPM, Pagliarin CML, Corrêa CM, Santos AI, Nascimento FRN, *et al.* Avaliação do teor de cloro ativo presente nas soluções de hipoclorito de sódio após armazenamento. *Stomatos.* 2003; 9(6): 29-35.
- Gomes MCP, Britto MLB, Nabeshima CK. Análise da concentração de cloro ativo em soluções de hipoclorito de sódio encontradas em consultórios odontológicos. *Rev Assoc Paul Cir Dent.* 2010; 64(2): 150-4.
- Ávila LM, Santos M, Siqueira EL, Nicoletti MA, Bombana AC. Análise das soluções de hipoclorito de sódio utilizadas por endodontistas. *RSBO.* 2010; 7(4): 396-400.
- Fabro RMN, Britto MLB, Nabeshima CK. Comparação de diferentes concentrações de hipoclorito de sódio e soro fisiológico utilizados como soluções irrigadoras. *Odontol Clín – Cient.* 2010; 9(4): 365-8.
- British Pharmacopeia Commission. *British Pharmacopeia.* London: Her Majesty's Stationary Office; 1993. p. 1104.
- Mamede Neto I, Rangel AL, Estrela C. Influência dos instrumentos de níquel titânio na qualidade tridimensional da modelagem radicular em molares superiores e inferiores. *ROBRAC.* 2006; 15(39): 62-72.
- Estrela CRA, Estrela C, Carvalho AL, Gonella ALPF, Pécora JD. Controle microbiano e químico de diferentes soluções de hipoclorito de sódio. *ROBRAC.* 2002; 11(31): 16-21.
- Retamozo B, Shabahang S, Johnson N, Aprecio RM, Torabinejad M. Minimum contact time and concentration of sodium hypochlorite required to eliminate *Enterococcus faecalis*. *J Endod.* 2010; 36(3): 520-3.
- Motta MV, Chaves-Mendonça MAL, Stirton CG, Cardozo HF. Accidental injection with sodium hypochlorite: report of a case. *Int Endod J.* 2009; 42(2): 175-82.
- Pécora JD, Murgel CAF, Guimarães LFL, Costa WF. Verificação do teor de cloro ativo de diferentes marcas de líquido de Dakin encontrados no mercado. *Rev Odontol Univ São Paulo.* 1998; 2(1): 10-3.
- Siqueira EL, Nicoletti MA, Santos M, Bombana AC. Influência do pH sobre a estabilidade química da solução de hipoclorito de sódio 0,5%. *RPG Rev Pós-Grad.* 2002; 9(3): 207-11.

ABSTRACT

The aim of this study was verify the reliability of an active chlorine testing kit, comparing it to process of titration. The pH of 15 samples of sodium hypochlorite 0,5% was measured, and it done the titration process. The samples were analyzed again by active chlorine testing kit. Data were tabulated, and Mann-Whitney test was performed at 5% level of significance.

The results showed significant difference between methods ($p < 0,0001$). It can be concluded that tested kit to measurement of active chlorine in sodium hypochlorite solutions is not effective for use in dentistry.

KEYWORDS: Endodontics, sodium hypochlorite, titrimetry

CORRESPONDÊNCIAS:

Cleber K. NABESHIMA
Av. Amador Bueno da Veiga, 1340
São Paulo/SP – CEP:03636-100
E-mail: cleberkn@hotmail.com