

Artigo Original de Pesquisa

Original Research Article

Avaliação da estabilidade do pH e teor de cloro ativo de soluções de hipoclorito

Evaluation of pH stability and active chlorine content of hypochlorite solutions

Beatriz Leal de Freitas¹

Aurileide Maria Bispo Frazão Soares²

Carlos Alberto de Monteiro Falcão¹

Maria Ângela Arêa Leão Ferraz¹

Autor para correspondência:

Beatriz Leal de Freitas

Avenida Nossa Senhora de Fátima, n. 1785 – São Benedito

CEP: 64202-262 – Parnaíba – PI – Brasil

E-mail: beatrizleal_btz@hotmail.com

¹ Departamento de Odontologia, Universidade Estadual do Piauí – Parnaíba – PI – Brasil.

² Departamento de Química, Universidade Federal do Piauí – Teresina – PI – Brasil.

Data de recebimento: 5 nov. 2021. Data de aceite: 3 jun. 2022.

Palavras-chave:

Endodontia; hipoclorito de sódio; titulometria.

Resumo

Introdução: Para o sucesso do tratamento endodôntico, é necessário remoção de material orgânico e/ou contaminação presente no interior do sistema de canais radiculares. As substâncias químicas auxiliares utilizadas precisam estar nos padrões quimicamente aceitáveis, e a variação da concentração de seus princípios ativos não deve oscilar mais que 10% da titulação base. O hipoclorito de sódio é a solução de escolha e pode ser encontrado em diferentes concentrações (0,5%, 1%, 2,5% e 5,25%). Possui atividade bactericida e capacidade de dissolução de material orgânico do canal radicular. Sua eficácia química depende do teor de cloro ativo, e este é influenciado pela concentração, tempo de exposição, pH, temperatura e relação com substâncias orgânicas e inorgânicas presentes no canal radicular. **Objetivo:** Avaliar a concentração de fórmulas comerciais de hipoclorito de sódio (1% e 2,5%), a porcentagem de cloro total em cada produto e seu pH, em relação às variáveis tempo e armazenamento. **Material e métodos:** Trata-se de um estudo laboratorial quantitativo em que as soluções de hipoclorito de sódio (NaClO) nas concentrações de 1% e 2,5% foram testadas por intermédio do método de titulometria (iodometria), a fim de mensurar o teor de cloro ativo e o pH por meio de um peagômetro. Foram verificadas as especificações presentes

no rótulo, como concentração de cloro ativo descrito na embalagem e presença de dados como lote, data de fabricação e validade. Avaliaram-se as medidas de teor de cloro ativo e pH nas soluções em tempo zero (T1) e após 30 dias (T2), com amostras armazenadas na geladeira, ao abrigo da luz e exposta à luminosidade. **Resultados:** Houve diferença estatisticamente de acordo com as diferentes formas de armazenamento, tendo a exposição à luz maior modificação no nível de teor de cloro. A mensuração do pH não sofreu alteração significativa. Os valores de cloro ativo inicialmente estavam conforme as especificações do rótulo, e o pH também estava nos padrões recomendados. O rótulo apresentou ausência de informações quanto aos agentes químicos que foram atribuídos na solução. As soluções comerciais de hipoclorito 1% e 2,5% testadas evidenciaram teor de cloro ativo e pH adequados e em conformidade com os respectivos rótulos. **Conclusão:** As condições de armazenamento influenciam diretamente na concentração de cloro ativo.

Keywords:

Endodontics;
sodium hypochlorite;
titrimetry.

Abstract

Introduction: For successful endodontic treatment it is necessary to remove organic material and/or contamination present inside the root canal system. The auxiliary chemical substances used must be within chemically acceptable standards and the variation in the concentration of their active principles must not fluctuate more than 10% of the base titration. Sodium hypochlorite is the solution of choice and is found in different concentrations such as 0.5%, 1%, 2.5%, and 5.25%. They have bactericidal activity and capacity to dissolve organic material from the root canal, their chemical efficacy depends on the active chlorine content, and this is influenced by the concentration, exposure time, pH, temperature, and relationship with organic and inorganic substances present in the root canal. **Objective:** The aim of this study is to evaluate the concentration of commercial formulas of sodium hypochlorite (1% and 2.5%), the percentage of total chlorine in each product, and its pH, in relation to the time and storage variables. **Material and methods:** This is a quantitative laboratory study in which Sodium Hypochlorite (NaClO) solutions at the concentrations of 1% and 2.5% were tested using the titration method (iodometry) to measure the chlorine content active and pH by means of a pH meter. The specifications on the label were verified, such as the concentration of active chlorine described on the packaging and the presence of data such as batch, manufacturing date, and expiration date. Measures of active chlorine content and pH in the solutions at time zero (T1), and after 30 days (T2) were evaluated, with samples stored in the refrigerator, protected from light, and exposed to light. **Results:** We proved that there was a statistically significant difference according to the different forms of storage, with exposure to light having a greater change in the level of chlorine content. The pH measurement did not change significantly. Active chlorine values initially were within label specifications, and pH was also within recommended standards. The label showed a lack of information regarding the chemical agents that were assigned in the solution. The commercial solutions of 1% and 2.5% commercial hypochlorite tested, had adequate active chlorine content and pH and were in accordance with the respective labels. **Conclusion:** We can observe that the storage conditions directly influence the active chlorine concentration.

Introdução

Na busca pelo sucesso do tratamento endodôntico, a remoção de material orgânico e microrganismos, que estão presentes no interior do sistema de canais radiculares, se faz necessária. Apesar do surgimento de novos materiais e sistemas mecanizados, sabe-se que ainda não há nenhuma técnica de preparo que promova a adequada sanificação dos sistemas de canais radiculares sem que haja o imprescindível contato com uma substância química auxiliar. Assim, por mais flexível que seja o instrumental, este não atua em áreas de difícil acesso, como istmos e reentrâncias [9]. Logo, tal papel cabe às substâncias irrigadoras.

Contudo, para que a substância química auxiliar a ser utilizada desempenhe adequadamente suas funções, alguns padrões quimicamente aceitáveis devem estar presentes e a diminuição de seus princípios ativos não pode exceder 10% da titulação base [1, 4].

A solução de hipoclorito de sódio, a mais usada dentre as soluções irrigadoras endodônticas para o preparo químico, pode ser encontrada em diferentes concentrações, como 0,5%, 1%, 2,5% e 5,25% – conhecidas, respectivamente, como líquido de Darkin, solução de Milton, soda clorada (ou Labarraque) e solução de Grossman. Tais substâncias são importantes, principalmente em razão de sua atividade bactericida e capacidade de dissolução de material orgânico no canal radicular, além de apresentarem uma função coadjuvante à instrumentação [8].

A sua eficácia química depende do teor de cloro ativo, cuja influência se dá pela concentração, tempo de exposição, pH, temperatura e relação com substâncias orgânicas e inorgânicas presentes no canal radicular [3, 10], podendo haver uma instabilidade do cloro nessas soluções, o que compromete o sucesso do tratamento endodôntico [1, 12].

Diante do exposto, o objetivo deste estudo é avaliar a concentração efetiva de diferentes fórmulas comerciais de hipoclorito de sódio (1% e 2,5%), investigando a porcentagem de cloro total em cada produto e seu pH, em relação às variáveis tempo e armazenamento.

Material e métodos

Trata-se de um estudo laboratorial, quantitativo, sem envolvimento de seres humanos e animais. Assim, a respectiva aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa ou do Comitê de Ética no Uso de Animais não se fez necessária.

As soluções de hipoclorito de sódio (NaClO) foram testadas por meio do método de titulometria (iodometria) para mensurar o teor de cloro ativo. E as análises foram realizadas nas dependências do laboratório de Automontagem Supramolecular Química da Universidade Federal do Piauí (UFPI) – *campus* Ministro Petrônio Portela –, na cidade de Teresina (PI, Brasil).

Assim, foram analisados 18 frascos de NaClO (nas concentrações de 1% e 2,5%), disponíveis em lojas de materiais odontológicos na cidade de Teresina (PI), de duas marcas diferentes – Asfer (São Caetano do Sul, São Paulo, Brasil) e Iodontosul (Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil) – e de três lotes distintos sem as informações específicas em relação aos aspectos envolvidos no transporte dos recipientes de seus locais de fabricação.

Em seguida, as soluções de hipoclorito de cada frasco foram colocadas em tubos de ensaios de plástico de 15 ml para serem avaliadas conforme quatro variáveis do presente estudo (condição inicial, exposição a luz, no escuro e armazenamento na geladeira), o que resultou em 72 amostras analisadas.

Foram também verificadas as especificações presentes no rótulo, como concentração de cloro ativo descrito na embalagem e presença de dados como lote, data de fabricação e validade.

Por conseguinte, as medidas de teor de cloro ativo e pH nas soluções, em tempo zero (T1) e após 30 dias (T2), com base no estudo feito por Ferraz *et al.* [7], foram avaliadas com as amostras armazenadas na geladeira, no escuro e expostas à luminosidade.

Realizou a titulometria com base nas seguintes equações:

Equação 1: Titulação iodométrica

$$\% \text{ cloro ativo} = \frac{v1 \times n1 \times \text{MegCl}_2 \times 100}{V \text{ aliq} \times V \text{ dil}}$$

Em que:

$$\text{MegCl}_2 = 35,5 \times 10^{-3}$$

V1 = volume de tiosulfato gasto

N1 = concentração de tiosulfato (0,1)

V aliq = volume da alíquota para diluição

(10x10⁻³)V dil = volume final da diminuição (100)

Assim, substituindo na equação 1, teremos:

$$\% \text{ cloro ativo} = \frac{v1 \times 0,1 \times 35,5 \times 10^{-3} \times 100}{10 \times 10^{-3} \times 100}$$

Mensuração pH

Para as medidas de pH, transferiram-se 10 ml da solução de hipoclorito a ser testada para um béquer de 50 ml, no qual se fez a medida de pH utilizando um peagômetro (marca Kasvi) até o aparecimento de pH constante. O peagômetro foi calibrado com tampão 4,01 e 6,86. Todas as análises ocorreram em triplicadas e temperatura em 25°C, com variação de $\pm 2^\circ\text{C}$.

Teste estatístico

Como programa estatístico SPSS, em sua versão 25, foram efetuadas análises comparativas entre grupos com amostras pequenas. A fim de atingir os objetivos, realizaram-se os testes Kruskal-Wallis e Mann-Whitney, considerando o nível de significância de erro ao acaso de 5% ($p < 0,05$).

Resultados

A fim de conhecer se a condição de armazenamento das soluções de hipoclorito interfere na concentração de seu cloro ativo, elas foram alocadas em diferentes condições de armazenamento: condição 1 (inicial), condição 2 (exposição a luz), condição 3 (escuro) e condição 4 (geladeira). Feito isso, as soluções foram testadas mediante a titulação iodométrica, que fornece a quantidade de tiosulfato necessária para completar a reação (equação 1), permitindo avaliar diferenças estatísticas de teor de cloro ativo nas amostras testadas. Outro parâmetro analisado foi o pH dessas soluções.

Tabela I - Teor de cloro ativo nas amostras analisadas com diferentes armazenamentos

Marca	Amostra	Condição inicial	Exposição a luz	Escuro	Geladeira
Asfer	1%	1,562	1,491	1,562	1,562
Asfer	1%	1,562	1,5265	1,562	1,562
Asfer	1%	1,988	1,775	1,8815	1,846
Asfer	1%	1,633	1,491	1,5975	1,562
Asfer	1%	1,5265	1,491	1,5265	1,5265
Iodontosul	1%	1,6685	1,562	1,633	1,562
Iodontosul	1%	2,3785	2,3075	2,769	2,3075
Iodontosul	1%	1,562	1,491	1,5975	1,562
Iodontosul	1%	1,5975	1,5265	1,562	1,562
Asfer	2,5%	2,556	2,272	2,4495	2,3785
Asfer	2,5%	3,0175	2,698	2,6625	2,8755
Asfer	2,5%	2,627	2,343	2,556	2,485
Asfer	2,5%	3,763	1,5975	2,4495	2,6625
Asfer	2,5%	2,485	2,343	2,4495	2,3785
Iodontosul	2,5%	3,7275	2,627	2,6625	2,698
Iodontosul	2,5%	2,556	2,3075	2,4495	2,414
Iodontosul	2,5%	2,698	2,485	2,627	2,5915
Iodontosul	2,5%	2,414	2,272	2,3785	2,343

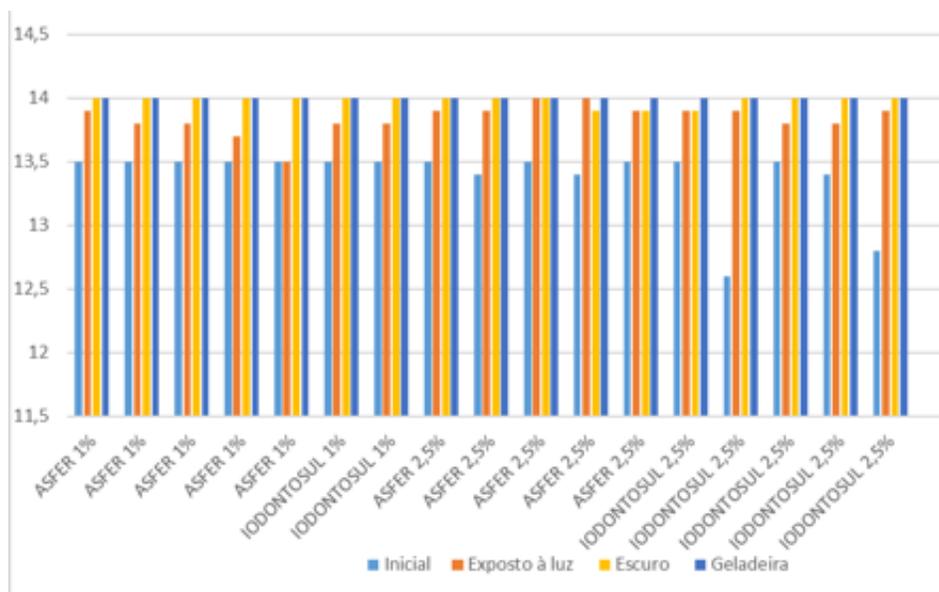


Gráfico 1 - Análise pH amostras analisadas com diferentes armazenamentos

Consideraram-se as características amostrais, tamanho reduzido e não normalidade da distribuição, e foram realizados os testes estatísticos Anova Kruskal-Wallis, considerando as condições de armazenamento.

Na tabela II é possível verificar que há diferenças estatisticamente significativas quanto aos valores da redução da porcentagem do cloro ativo e do pH. Os resultados demonstram um χ^2 (chi-quadrado) de 11,36, com um valor de probabilidade associada de 0,01 para redução da porcentagem do cloro ativo, e um χ^2 (chi-quadrado) de 57,13, com um valor de probabilidade associada de 0,01 para pH.

Tabela II - Média dos postos e valores do cálculo Kruskal-Wallis

Armazenamento		
Média dos postos		
Condições	Redução porcentagem do cloro ativo	pH
1 - Inicial	-	25,56
2 - Exposição a luz	36,89	12,61
3 - Escuro	19,36	48,86
4 - Geladeira	26,25	58,97
χ^2	11,36	57,13
gl	2	3
p	0,01*	0,01*

Nota: χ^2 = qui-quadrado; gl = graus de liberdade; *p < ou igual a 0,05

A fim de realizar a comparação entre os grupos específicos com base nos testes Mann-Whitney, é possível complementar a informação quanto às condições de armazenamento na comparação dos valores de redução da porcentagem de cloro ativo (tabela III).

Tabela III - Valor de p (significância estatística) na comparação entre pares de grupos quanto ao valor da redução da porcentagem do cloro ativo nas condições

Marcas	3	4
2 - Exposição a luz	0,01*	0,02*
3 - Escuro	-	0,12
4 - Geladeira	-	-

Nota: *p < ou igual a 0,05

Por fim, a comparação entre os grupos específicos com base nos testes Mann-Whitney foi feita para complementar a informação no tocante às condições e à comparação dos valores de pH (tabela IV). Foi possível observar que houve diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$) em todas as comparações.

Tabela IV - Valor de p (significância estatística) na comparação entre pares de grupos quanto ao valor de pH nas condições

Marcas	2	3	4
1 - Inicial	0,01*	0,01*	0,01*
2 - Exposição a luz	-	0,01*	0,01*
3 - Escuro	-	-	0,01*
4 - Geladeira	-	-	-

Nota: *p < ou igual a 0,05

Discussão

A solução de NaClO é amplamente utilizada graças à sua forte ação antimicrobiana, ocasionada pela formação do ácido hipocloroso durante a liberação do gás cloro. Além disso, possui a capacidade de dissolver matéria orgânica, ação lubrificante, ser disponibilizada a um custo reduzido e auxiliar a ação mecânica dos instrumentos endodônticos, pois facilita o curso do conteúdo intrarradicular para a superfície [5, 11].

A literatura sugere que sua ação de desinfecção depende diretamente dos valores de pH, uma vez que estes influenciam nas formas de cloro livre disponíveis [15], e valores menores do potencial hidrogeniônico diminuem a ação de solvência tecidual do hipoclorito de sódio, independentemente de sua concentração [16].

Um pH menor que 9 torna a solução instável e tóxica para aos tecidos biológicos; logo, tal concentração no hipoclorito de sódio deve ser superior a esse valor, para, assim, favorecer a estabilidade da solução e manter suas propriedades [4, 12, 14]. Diante disso, pesquisadores têm avaliado os fatores que interferem na estabilidade química das soluções cloradas na busca pela manutenção da sua concentração, como armazenamento, luminosidade e temperatura [4].

Apesar das inúmeras propriedades, é um composto instável e sua efetividade depende do teor de cloro ativo [11]. Assim, o presente trabalho foi realizado com base na análise do pH e teor de cloro ativo em relação às variáveis tempo (30 dias) [7] e armazenamento.

Ferraz *et al.* [7], em análise de teor de cloro ativo e pH de soluções de hipoclorito de sódio por meio do método da titulometria com as variáveis tempo (30 dias) e armazenamento, com e sem a exposição a luz, observaram teor de cloro abaixo das especificações do rótulo. O resultado corrobora com estudo levado a cabo por Feitosa e Falcão [6], que em análises de diferentes marcas e concentrações de hipoclorito de sódio concluíram que estas estavam com o teor de cloro abaixo do esperado e com o pH alcalino.

Na presente pesquisa, os resultados demonstram que houve diferenças estatisticamente significativas de acordo com as diversas formas de armazenamento; a exposição a luz teve mais influência em comparação ao armazenamento na geladeira. Isso justifica a importância de armazenar longe de luminosidade [4].

Durante a coleta de dados da pesquisa, após os 30 dias notou-se permanência do pH no nível 14, não sofrendo alteração significativa. O resultado

corrobora com os achados de outro estudo na literatura [4].

Das amostras analisadas no presente estudo, todas apresentaram pH acima de 9, concordando com o trabalho de Borin *et al.* [4], cuja pesquisa sugere que o pH da solução deva ser maior que 9 para que possa ter uma estabilidade e propriedades efetivas.

A conservação do teor de cloro ativo das soluções de hipoclorito de sódio é um fator predominante para manter a qualidade do produto. Em particular, o fator tempo é importante na estabilidade das soluções, respeitando as condições de armazenamento [7].

Os valores de cloro ativo inicialmente estavam conforme as especificações do rótulo, e as concentrações do pH estavam nos padrões recomendados. Assim, indo em acordo com Borin *et al.* [2], os quais afirmam que as soluções de hipoclorito de sódio, para apresentarem propriedades efetivas, devem possuir concentrações padronizadas indicadas no rótulo [2].

Por fim, os rótulos apresentaram ausências de informações quanto aos agentes químicos que foram atribuídos nas soluções das duas empresas (Asfer e Iodontosul). Esse dado vai ao encontro dos achados de Borin *et al.* [3], que ressaltam a importância da padronização das informações rotuladas.

Conclusão

As soluções comerciais de hipoclorito 1% e 2,5% testadas evidenciaram teor de cloro ativo e pH adequados e em conformidade com os respectivos rótulos. Os resultados indicam que as condições de armazenamento influenciam diretamente na concentração de cloro ativo, uma vez que os testes estatísticos mostraram valores diferentes significantes de acordo com a condição de armazenamento avaliada.

Referências

1. 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.
2. Borin G, Becker AN, Oliveira EPMO. A história do hipoclorito de sódio e a sua importância como substância auxiliar no preparo químico-mecânico de canais radiculares. Revista de Endodontia Pesquisa e Ensino On Line. 2007 Jan-Jun;3(5).

3. Borin G, Melo TAF, Oliveira EPM. Análise da concentração e do pH de diferentes soluções de hipoclorito de sódio encontradas no mercado. *Stomatos*. 2006;12(23):29-34.
4. Borin G, Melo TAF, Oliveira EPMO. Análise da estabilidade química da solução de hipoclorito de sódio a 1% levando-se em consideração o local de armazenamento e a quantidade de solução presente no frasco. *RSBO*. 2008;5(3):7-12.
5. Abra BC, Camara KG, Boer NCP. Acidentes com irrigação de hipoclorito de sódio em endodontia. *Rease*. 2022;3(9):2-13.
6. Feitosa GT, Falcão CAM. Análise do teor de cloro ativo em soluções de hipoclorito de sódio comercializadas em lojas de materiais odontológicos de Teresina - PI. *Rev Interdisciplinar*. 2009;2(2):47-51.
7. Ferraz MAAL, Rêgo LM, Oliveira FC, Flacão CAM. O teor de cloro ativo em soluções de hipoclorito de sódio. *Rev Interdisciplinar*. 2015;8(2):20-4.
8. 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.
9. Iandolo A, Dagna A, Poggio C, Capar I, Amato A, Abdellatif D. Evaluation of the actual chlorine concentration and the required time for pulp dissolution using different sodium hypochlorite irrigating solutions. *J Conserv Dent*. 2019;2(22):108-13.
10. Macedo RG, Wesselink PR, Zaccheo F, Fanali D, Van der Sluis LW. Reaction rate of NaOCl in contact with bovine dentine: effect of activation, exposure time, concentration, and pH. *Int Endod J*. 2010;43:1108-15.
11. Pereira RMV, Portela Neto AJ, Silva MT, Falcão LF, Falcão DF, Feitosa GT et al. Análise do teor de cloro ativo e pH de soluções de hipoclorito de sódio. *Rev Odontol Bras Central*. 2020;29(88):6-9.
12. Prado M, Figueiredo JPO, Pires DCA, Correa AC, Araujo MCP. Efeitos da temperatura e do tempo de armazenamento na estabilidade química de soluções de hipoclorito de sódio. *Rev Odontol Unesp*. 2012;4(41):242-6.
13. Romolu PL, Britto MLB, Machado MEL, Nabeshima CK. Comparação do teor de cloro ativo e pH do hipoclorito de sódio 0,5% fabricado e manipulado. *Full Dent Sci*. 2015;7(25):130-4.
14. Rossi-Fedele G, Guastalli AR, Dođramaci EJ, Steier L, Figueiredo JA. Influence of pH changes on chlorine-containing endodontic irrigating solutions. *Int Endod J*. 2011;44(1):792-9.
15. Siqueira EL, Santos M, Bombana AC. Dissolução de tecido pulpar bovino por duas substâncias químicas do preparo do canal radicular. *RPG*. 2005;12(3):316-22.