

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
CURSO DE ESPECIALIZAÇÃO EM ENDODONTIA

GABRIELA BESS FERRAZ BLATTES

**AVALIAÇÃO DO pH E DO TEOR DE CLORO ATIVO DA INTERAÇÃO  
DO HIPOCLORITO DE CÁLCIO COM CLOREXIDINA OU EDTA**

Porto Alegre  
2015

GABRIELA BESS FERRAZ BLATTES

AVALIAÇÃO DO pH E DO TEOR DE CLORO ATIVO DA INTERAÇÃO DO  
HIPOCLORITO DE CÁLCIO COM CLOREXIDINA OU EDTA

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado ao Curso de Especialização em Endodontia, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de Especialista em Endodontia.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Fabiana Soares Grecca

Porto Alegre

2015

## AGRADECIMENTOS

A Deus, que com seu amor tem transformado a minha vida e me sustentado em todos os momentos.

A meu esposo Juliano, meu amor, parceiro de vida e grande incentivador. Muito obrigada por colocar mais humor nos meus dias e ter me apoiado em todos os momentos.

A meus pais, Cicero e Lana, pelo exemplo que tem sido e por todo amor e cuidado comigo. Assim como aos meus irmãos, Eduardo e Gustavo, minha cunhada Letícia e meu sobrinho Leonardo. Amo muito vocês!!! Obrigada por sempre estarem presentes, mesmo apesar da distância. Sou muito abençoada pela vida de vocês!

Aos meus sogros, João e Lenita, e meu cunhado, Adriano. Muito obrigada pelo carinho e amor que tenho recebido de vocês.

À Fabi, minha orientadora, por ter dividido comigo não apenas seus conhecimentos e sua experiência clínica, mas também seu tempo e sua amizade. Muito obrigada pela confiança e acolhida nesses dois anos!

À Natália Leonardo, minha colega e amiga, que me auxiliou muito na execução deste trabalho.

Ao pessoal do LABIM, em especial à técnica Luiza, por ter me recebido tão bem no laboratório, sendo em todos os momentos muito atenciosa e prestativa.

À aluna Tamires Decavatá, pelo auxílio nos experimentos e pela disposição em todos os momentos.

Aos meus colegas de turma, Angela Longo, Camila Grock, Carina Michelin, Fabrício Costa, Flávia Marchezan, Gabriela Martins, Letícia Rossignolo, Mariana Marques, Natália Cimadon, Natasha Symanski e Roberto Soccol. Foi muito bom ter conhecido e convivido com vocês durante esses dois anos! Vocês ficarão marcados na minha vida com muito carinho.

Às minhas queridas Angela, Camila, Letícia e Mari. Vocês foram presentes que a especialização me trouxe e que tornaram esse tempo muito mais divertido!

Que essa amizade continue por muito tempo e que possamos nos encontrar muitas vezes ainda!

Aos professores Fabiana Grecca, Francisco Montagner, João Ferlini, Régis Burmeister dos Santos, Simone Luisi, Marcus Só, Renata Grazziotin e Patrícia Móra. Muito obrigada pelos ensinamentos endodônticos e de vida! Admiro muito vocês!

A Andrea Dill, secretaria e “braço-direito” de todos da Endodontia. Muito obrigada pelo teu carinho e por facilitar nosso trabalho com tua organização, presteza e cuidado.

À UFRGS, pela oportunidade de aprendizagem em uma universidade de excelência.

Enfim, agradeço a todos os meus amigos, colegas e outros profissionais que contribuíram para a minha formação como endodontista e para a construção deste trabalho e que, eventualmente, eu não tenha lembrado de citar. Muito obrigada!

## RESUMO

BLATTES, Gabriela Bess Ferraz. **Avaliação do pH e do Teor de Cloro Ativo da Interação do Hipoclorito de Cálcio com Clorexidina ou EDTA**. 30 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Especialização em Endodontia) – Faculdade de Odontologia. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

A associação de soluções irrigadoras durante o tratamento endodôntico é necessária uma vez que não existe atualmente uma única solução que possua todas as propriedades desejadas e necessárias para auxiliar no preparo do canal radicular. O objetivo deste trabalho foi avaliar o pH, o teor de cloro ativo e descrever a reação que ocorre entre o hipoclorito de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ ) 2,5% e EDTA 17% ou clorexidina (CHX) 2% quando associados. O pH e o teor de cloro ativo das soluções foram avaliadas imediatamente e 7 dias após a manipulação por meio de pHmetro digital e titulometria, respectivamente e analisados estatisticamente utilizando teste t de amostras pareadas, ANOVA e post hoc de Tukey ( $\alpha=0.05$ ). A solução de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% pura manteve inalterado seu pH e teor de cloro ativo durante os tempos experimentais. A associação  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ +CHX mostrou pH inicial semelhante ao controle ( $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ ), reduzindo significativamente em 7 dias. Já a associação  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ +EDTA apresentou redução inicial significativa de pH com um aumento aos 7 dias. Quanto ao teor de cloro ativo, as duas associações mostraram valores significativamente mais baixos em relação a solução de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  pura. Foi observado alteração de cor e formação de precipitado na interação do  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  com a CHX. Conclui-se que a solução de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% apresentou estabilidade de pH e teor de cloro ativo aos 7 dias, porém quando adicionados a ela CHX 2% e EDTA 17% houve uma diminuição significativa tanto no pH quanto no teor de cloro ativo livre nas soluções. A interação entre  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% e CHX 2% gerou, ainda, alteração de cor e formação de precipitado.

Palavras-chave: Hipoclorito de Cálcio, pH, Cloro livre, EDTA, Clorexidina.

## ABSTRACT

BLATTES, Gabriela Bess Ferraz. **Evaluation of pH and Free Available Chlorine Content in Association of Calcium Hypochlorite with Chlorhexidine or EDTA.** 2015. 30 f. Final Paper (Specialization in Endodontics) – School of Dentistry, Federal University of Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

The association of irrigating solution during the root canal treatment is required since there isn't currently a unique solution that has all the desired and necessary properties for root canal preparation. The aim of this study was to evaluate pH and free available chlorine content and to describe the reaction that occurs between 2.5% calcium hypochlorite ( $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ ) and 17% EDTA or 2% chlorhexidine (CHX) when associated. The pH and free available chlorine content were evaluated at periods immediate and 7 days after manipulation using digital phmetrer and titration, respectively. Statistical analyze was done using test t for paired samples, ANOVA and Tukey post hoc ( $\alpha=0.05$ ).  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% pure kept unchanged its pH and active chlorine content during the experimental times. The association  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ +CHX showed initial pH similar to the control ( $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ ), reducing significantly within 7 days. The association  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ +EDTA showed showed a significant initial reduction of pH with an increase at 7 days. Regarding the free available chlorine content, the two associations showed significantly lower values than the solution of pure  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ . It was observed color change and precipitate formation in the interaction between  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  and CHX. We concluded that 2.5%  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  showed pH and free available chlorine content stability at 7 days, but when added to it 2% CHX and 17% EDTA there was a significant decrease in both pH and free available chlorine content of the solutions. The interaction between 2.5%  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  and 2% CHX also generated color change and precipitate formation.

Keywords: Calcium hypochlorite, pH, Free Available Chlorine, EDTA, Chlorhexidine.

## SUMÁRIO

<b>1 ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVA</b> .....	7
1.1 HIPOCLORITO DE SÓDIO .....	8
1.2 INTERAÇÃO ENTRE HIPOCLORITO DE SÓDIO E CLOREXIDINA .....	10
1.3 INTERAÇÃO ENTRE HIPOCLORITO DE SÓDIO E EDTA .....	10
1.4 HIPOCLORITO DE CÁLCIO .....	11
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	13
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	14
3.1 PREPARO DAS SOLUÇÕES .....	14
3.2 AVALIAÇÃO DA MUDANÇA DE COR E/OU FORMAÇÃO DE PRECIPITADO .....	14
3.3 AVALIAÇÃO DO PH DAS SOLUÇÕES FORMADAS PELAS INTERAÇÕES .....	15
3.4 AVALIAÇÃO DO TEOR DE CLORO ATIVO LIVRE NAS SOLUÇÕES .....	15
3.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	16
<b>4 RESULTADOS</b> .....	17
<b>5 DISCUSSÃO</b> .....	20
<b>6 CONCLUSÃO</b> .....	24
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	25
<b>ANEXOS</b> .....	30

## 1 ANTECEDENTES E JUSTIFICATIVA

O preparo químico mecânico é considerado uma das fases mais importantes do tratamento endodôntico (AUERBACH, 1953; STEWART et al., 1961; SCHILDER, 1974; LEONARDO & LEONARDO, 2012). Essa fase tem como objetivo promover a limpeza e a modelagem do sistema de canais radiculares, por meio da ação mecânica (instrumentos endodônticos), ação química (soluções químicas auxiliares) e ação física (irrigação – aspiração) (PAIVA & ANTONIAZZI, 1991; SCHILDER, 1974).

Várias soluções irrigadoras foram preconizadas para utilização durante o tratamento endodôntico (PÉCORA et al., 1999). Entre as soluções mais freqüentemente empregadas estão os compostos halogenados (hipoclorito de sódio (NaOCl)), os tensoativos, os quelantes, os ácidos, os peróxidos, as associações e/ou misturas e outras, como a clorexidina (CHX), cada uma com diferentes características, propriedades e forma de ação (ESTRELA, 2004).

De modo geral, uma solução irrigadora ideal deveria apresentar um amplo espectro antimicrobiano, dissolver tecido pulpar necrótico, inativar endotoxina, prevenir ou remover *smear layer*, ter elevada capacidade de umectação e não ser tóxica aos tecidos apicais e periapicais (BAKER et al., 1975; ABOU-RASS & OGLESBY, 1981; ZEHNDER, 2006). No entanto, apesar da grande diversidade de soluções irrigadoras, nenhuma atende plenamente as descrições de um irrigante ideal.

Em função disso, a associação de soluções irrigadoras durante o preparo químico mecânico tem sido indicada (ZEHNDER, 2006). Todavia, a interação entre elas podem gerar subprodutos que podem afetar negativamente o resultado do tratamento endodôntico, como é o caso das associações entre NaOCl e CHX e entre a NaOCl e EDTA, por exemplo. (BASRANI et al., 2007; BASRANI et al., 2010; GRANDE et al., 2006; ZEHNDER et al., 2005; BUI et al., 2008; MAGRO et al., 2014).

## 1.1 HIPOCLORITO DE SÓDIO

O NaOCl faz parte dos compostos halogenados, e é atualmente a substância química irrigadora mais utilizada entre os endodontistas para o preparo biomecânico dos canais radiculares. Seu emprego foi introduzido na medicina durante a 1ª Guerra Mundial, para limpeza e desinfecção de feridas (DAKIN & DUNHAM, 1917) e na Endodontia seu uso foi sugerido por Blass e difundido por Walker em 1936 (LEONARDO & LEONARDO, 2012).

Essa solução pode ser encontrada em diversas concentrações. As mais conhecidas e utilizadas são: o líquido de Dakin (0,5% de cloro ativo), solução de Milton (1% de cloro ativo), licor de Labarraque (2,5% de cloro ativo) e Soda Clorada (concentração variável entre 4 e 6%) (ESTRELA, 2004).

Entre as principais propriedades do NaOCl descritas, destacamos a sua capacidade de baixar a tensão superficial, penetrando em todas as reentrâncias do sistema de canais radiculares; capacidade de neutralizar parcialmente os produtos tóxicos, diminuindo a possibilidade de disseminação de bactérias na região apical; poder bactericida, por meio da liberação de íons oxigênio e cloro; pH alcalino (em torno de 11 a 12), neutralizando a acidez e tornando o meio impróprio para o desenvolvimento bacteriano; ação dissolvente do tecido pulpar; capacidade de desidratar e solubilizar substâncias proteicas, transformando-as em matérias facilmente elimináveis do sistema de canais radiculares, e ação detergente, agindo sobre os ácidos graxos, saponificando-os e facilitando, também, a ação dos instrumentos (LEONARDO & LEONARDO, 2012).

Segundo Estrela et al. (2002), o NaOCl é uma base forte, com pH em torno de 11, e sua ação antimicrobiana está relacionada com o seu elevado pH, que interfere na integridade da membrana citoplasmática de bactérias, promovendo irreversível inativação enzimática originada por íons hidroxila (OH<sup>-</sup>) e pela ação de cloraminação. Entretanto, sabe-se que a ação desinfetante de soluções cloradas deve-se à liberação de cloro. A inibição enzimática e a formação de cloraminas após reação do NaOCl com os componentes do citoplasma microbiano são os efeitos antibacterianos relacionados ao cloro ativo liberado (LOPES & SIQUEIRA, 2004).

No entanto, o NaOCl apresenta considerável instabilidade química. A literatura nos mostra que a concentração de íons cloro disponível na solução é influenciada por agentes externos tais como temperatura, presença de luminosidade e condições de armazenamento. Essas influências afetam a manutenção e preservação das propriedades das soluções cloradas e, conseqüentemente, podem influenciar o resultado do tratamento endodôntico (NICOLETTI & MAGALHÃES, 1996; FRAIS et al., 2001; TURKUN, 1998; MOHAMMADI, 2008; ZEHNDER, 2006).

Frais et al. (2001) verificaram que o período de armazenamento, assim como as condições de diluição e aquecimento, podem influenciar a concentração de hipoclorito de sódio. Diante disso, os autores sugerem um controle criterioso no armazenamento (em temperaturas frias, num lugar escuro ou em um recipiente opaco e com tampa hermética) e na diluição das soluções, para que concentrações corretas sejam atingidas.

Piskin & Turkun (1995) também avaliaram os efeitos da temperatura de armazenamento, concentração e tempo na estabilidade das soluções de hipoclorito de sódio. De acordo com os resultados, houve uma perda do teor de cloro em todas as soluções ao longo do tempo. As soluções armazenadas a 24°C apresentaram degradação mais rápida em relação as armazenadas a 4°C, independente da concentração testada. Os autores ainda afirmam que, se armazenadas nas condições corretas, as soluções podem se manter estáveis por até 200 dias.

## 1.2 INTERAÇÃO ENTRE HIPOCLORITO DE SÓDIO E CLOREXIDINA

A CHX é um bisbiguanida catiônico com ação antimicrobiana de amplo espectro, sendo semelhante ao NaOCl contra espécies bacterianas resistentes, como o *Enterococcus faecalis* (FLACH et al., 2015). Uma das suas grandes vantagens em relação ao NaOCl é que ela apresenta substantividade, o que favorece a desinfecção do sistema de canais radiculares (KIM et al., 2012; BASRANI et al., 2010). Além disso, alguns estudos mostram que a CHX apresenta maior biocompatibilidade em relação ao NaOCl (ÖNÇAG et al., 2003). Entretanto, é considerada uma solução irrigadora coadjuvante por não apresentar

propriedades de dissolução tecidual e, por isso, ela é frequentemente associada ao NaOCl durante o tratamento endodôntico (KIM et al., 2012).

Contudo, essa associação provoca a formação instantânea de um precipitado de cor marrom-alaranjado, cuja composição química vem sendo avaliada. Marchesan e colaboradores (2007), utilizando espectrometria de absorção atômica mostraram a presença de íons Ferro, Magnésio e Cálcio no precipitado. Outros estudos, utilizando diferentes metodologias, detectaram ainda a presença de paracloroanilina (PCA), uma substância tóxica (CHHABRA et al., 1990; CHHABRA et al., 1991; THOMAS et al., 2010; KRISHNAMURTHY & SUDHAKARAN, 2010). Esse precipitado formado, além do potencial carcinogênico que pode alcançar o periápice, provoca manchamento na dentina e dificulta a obturação hermética do sistema de canais radiculares pela formação de smear layer química, comprometendo também a permeabilidade dentinária e a difusão da medicação intracanal no sistema de canais radiculares (KIM et al., 2012).

### 1.3 INTERAÇÃO ENTRE HIPOCLORITO DE SÓDIO E EDTA

O ácido etilenodiamino tetra-acético ou EDTA é um composto orgânico que age como quelante de diversos íons metálicos, como por exemplo, o cálcio, formando complexos muito estáveis. Na Endodontia ele é bastante utilizado para desmineralização superficial da dentina e remoção de *smear layer* (ZEHNDER et al., 2005; GRANDE et al., 2006).

O NaOCl, por sua vez, não exerce nenhuma ação sobre componentes inorgânicos da *smear layer*, podendo provocar o bloqueio da entrada dos túbulos dentinários e, conseqüentemente, protegendo a microbiota presente na dentina radicular. Além disso, a *smear layer* interfere na obturação dos canais radiculares, diminuindo o selamento dos cimentos às paredes dentinárias (ZEHNDER et al., 2005).

Em função disso, o uso do EDTA no tratamento endodôntico vem sendo bastante recomendado. Entretanto, a adição de quelantes ao hipoclorito de sódio reduz o seu pH de maneira tempo-dependente. Isso afeta a forma de

disponibilidade de cloro livre, gerando um aumento do ácido hipocloroso e gás cloro, conseqüentemente reduzindo a disponibilidade de íons hipoclorito (ROSSI-FEDELE et al., 2012). Como consequência desta dramática redução de cloro ativo livre, alguns estudos mostraram haver diminuição significativa da capacidade de dissolução tecidual do NaOCl quando associado ao EDTA (IRALA et al., 2010; GRAWEHR et al., 2003).

#### 1.4 HIPOCLORITO DE CÁLCIO

O hipoclorito de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ ) é um composto halogenado comercializado na forma de um pó branco com odor característico e extremamente acentuado. O primeiro relato de seu emprego ocorreu no início do século XX, como agente para limpeza e desinfecção de garrafas que armazenariam leite (WHITAKKER & MOHLER, 1911). Atualmente, é bastante empregado no tratamento de águas em piscinas (ALMEIDA et al., 2014).

Demonstra ser um composto relativamente estável, com um percentual de íons cloro disponível superior ao do NaOCl (cerca de 65%). Em solução aquosa, ocorre a seguinte reação:  $\text{Ca}(\text{OCl})_2 + 2 \text{H}_2\text{O} = 2 \text{HOCl} + \text{Ca}(\text{OH})_2$  (DUTTA & SAUNDERS, 2012; WHITAKKER & MOHLER, 1911). Em função disso, tem sido sugerido que o  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  poderia apresentar melhores propriedades antimicrobianas do que o NaOCl por haver liberação tanto de ácido hipocloroso quanto de hidróxido de cálcio, que tem ação antibacteriana bem conhecida, agindo inclusive na inativação de endotoxina (DUTTA & SAUNDERS, 2012; BUCK et al., 2001; LEONARDO & LEONARDO, 2012).

Alguns estudos já foram realizados no intuito de avaliar essa ação antimicrobiana e foi verificado que não houve diferença estatística na contagem de unidades formadoras de colônia (UFC) de *Enterococcus faecalis* entre amostras irrigadas com  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  e amostras irrigadas com NaOCl (ALMEIDA et al., 2014). Twomey et al. (2003) também testaram o  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  como desinfetante de moldeiras e encontraram resultados bem satisfatórios na inativação do bacilo *phi29*.

Dutta & Saunders. (2012) compararam o potencial de dissolução tecidual de soluções de NaOCl e de  $\text{Ca(OCl)}_2$  na concentração de 5% ou de 10%. Os autores observaram uma dissolução mais acentuada de tecido muscular bovino para as soluções de NaOCl do que para as soluções de  $\text{Ca(OCl)}_2$ , no período de 35 minutos. Entretanto após 60 minutos de imersão, o padrão de dissolução tecidual foi similar. Sugere-se que as soluções de  $\text{Ca(OCl)}_2$ , por apresentarem velocidade de dissolução inferior, possam ser menos agressivas aos tecidos apicais.

As soluções de NaOCl são instáveis e a sua manipulação é crítica, pois dependem da dissolução de uma solução mais concentrada, também instável. Dessa forma, a obtenção de soluções com concentrações precisas é dificultada. Por sua vez, o  $\text{Ca(OCl)}_2$  é um pó e a sua incorporação na água pode ser mais precisa do que uma solução.

Entretanto, as pesquisas com  $\text{Ca(OCl)}_2$  para uso odontológico ainda são muito poucas. Alguns estudos ainda incipientes estão buscando avaliar as propriedades antimicrobiana, física e química de diferentes concentrações de hipoclorito de cálcio e as comparando com as soluções cloradas conhecidas atualmente. Porém, não existem estudos na literatura que avaliem a interação do hipoclorito de cálcio com outras soluções bastante usadas no tratamento endodôntico. Torna-se relevante a análise destas interações e sua caracterização para que este composto possa ser empregado como substância química auxiliar no preparo do sistema de canais radiculares.

## 2 OBJETIVOS

O presente estudo tem como objetivo geral avaliar a reação que ocorre entre  $\text{Ca(OCl)}_2$  2,5% e EDTA 17% e do  $\text{Ca(OCl)}_2$  2,5% e CHX 2% quando associados.

Os objetivos específicos deste estudo são:

- a) Descrever se ocorre mudança de cor e formação de precipitado das interações, comparados ao controle ( $\text{Ca(OCl)}_2$  2,5%);
- b) Avaliar o pH de cada solução formada, por meio de pHmetro digital;
- c) Avaliar a quantidade de íons cloro ativo disponível em cada solução, por meio de titulometria.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo foi submetido e aprovado pela Comissão de Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (protocolo número 26578) (anexo 1). Os experimentos foram desenvolvidos no Laboratório de Microbiologia e Bioquímica Bucal (LABIM) da Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

#### 3.1 PREPARO DAS SOLUÇÕES

As soluções de hipoclorito de cálcio foram preparadas no momento da sua utilização e foram produzidas pela diluição de porções de pó de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  em 50 ml de água destilada, conforme segue:

Solução de hipoclorito de cálcio 2,5% - foram diluídos 1,54 g de pó de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  (Farmaquímica Industrial Produtos Químicos, Porto Alegre, RS, Brasil) em 50 ml de água destilada esterilizada, sob agitação constante, em um frasco de plástico tipo Becker. Após a diluição, a solução foi filtrada e armazenada em frascos de plástico não transparentes, para evitar a ação de degradação da luz.

Foram também utilizadas as soluções de EDTA 17% (Biodinâmica Química e Farmacêutica LTDA, Ibiporã, PR, Brasil; lote 257/14) e clorexidina 2% Biodinâmica Química e Farmacêutica LTDA, Ibiporã, PR, Brasil; lote 248/13).

#### 3.2 AVALIAÇÃO DA MUDANÇA DE COR E/OU FORMAÇÃO DE PRECIPITADO

Para este teste foi seguida a metodologia descrita por Basrani et al., 2007. Três frascos tipo Eppendorf (2 ml), foram preenchidos com as soluções devidamente preparadas, seguindo a ordem:

Frasco A: 2 ml de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5%

Frasco B: 1 ml de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% + 1 ml de EDTA 17%

Frasco C: 1 ml de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% + 1 ml de clorexidina 2% (CHX 2%)

Um único avaliador observou os frascos e descreveu a mudança de cor e formação de precipitado a cada 15 minutos durante as primeiras 2 horas e outra vez após 7 dias. Esse teste foi repetido 5 vezes.

### 3.3 AVALIAÇÃO DO PH DAS SOLUÇÕES FORMADAS PELAS INTERAÇÕES

As soluções de hipoclorito de cálcio 2,5%, hipoclorito de cálcio 2,5% + EDTA 17% e hipoclorito de cálcio 2,5% + clorexidina 2% tiveram seu pH analisado em um pHmetro digital (Digimed DM 21, São Paulo, SP, Brasil). As amostras foram analisadas em temperatura ambiente e o ensaio foi feito em triplicata. As leituras de pH foram feitas sempre pelo mesmo pesquisador.

### 3.4 AVALIAÇÃO DO TEOR DE CLORO ATIVO LIVRE NAS SOLUÇÕES

As soluções de hipoclorito cálcio 2,5%, hipoclorito de cálcio 2,5% + EDTA 17% e hipoclorito de cálcio 2,5% + clorexidina 2% foram avaliadas quanto à concentração de cloro ativo, por meio de titulometria, de acordo com Pécora et al. (1988). As avaliações foram realizadas em dois períodos: imediatamente e 7 dias após o preparo. Durante este intervalo os frascos foram armazenados em local seco e escuro em temperatura ambiente (20°C – 25°C).

Uma alíquota de 10 ml da solução foi transferida para uma proveta graduada de 100 ml. Posteriormente, foi acrescentado 90 ml de água destilada para diluição da amostra. Uma alíquota de 15 ml da solução diluída foi transferida para um Erlenmeyer de 250 ml. Para a coloração da amostra, foi adicionado 1 ml da solução de iodeto de potássio e 1,7 ml da solução de ácido sulfúrico 10N. Foi realizada a titulação com tiosulfato de sódio 0,1N até que a solução em questão ficasse límpida.

Para determinar a concentração de cloro, foram realizados cálculos estequiométricos, conforme segue:

<b>CÁLCULO 1</b>  0,0036 g Cl <sub>2</sub> - 1 ml de tiosulfato de sódio. x - Volume de tiosulfato gasto na titulação (ml)
<b>CÁLCULO 2</b>  15 mL - x (g de Cl <sub>2</sub> presentes em 15 ml) 100 mL - y (Cl <sub>2</sub> ativo presente na solução diluição)
<b>CÁLCULO 3</b>  Cl <sub>2</sub> na solução - y x 10 (pois a solução inicial foi diluída x10)

A leitura dos resultados foi realizada sempre pelo mesmo observador e o ensaio foi realizado em triplicata. O resultado obtido foi expresso em gramas de cloro ativo por 100 ml de solução.

### 3.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados foram testados quanto à normalidade utilizando o teste Kolmogorov-Smirnov ( $p > 0,05$ ). Para comparação dos valores de pH e da concentração de cloro livre entre as soluções foi realizado o teste de ANOVA e teste post hoc de Tukey. Para comparações entre os tempos em cada grupo foi realizado teste t para amostras pareadas. Em ambos, o nível de significância foi de 5%.

## 4 RESULTADOS

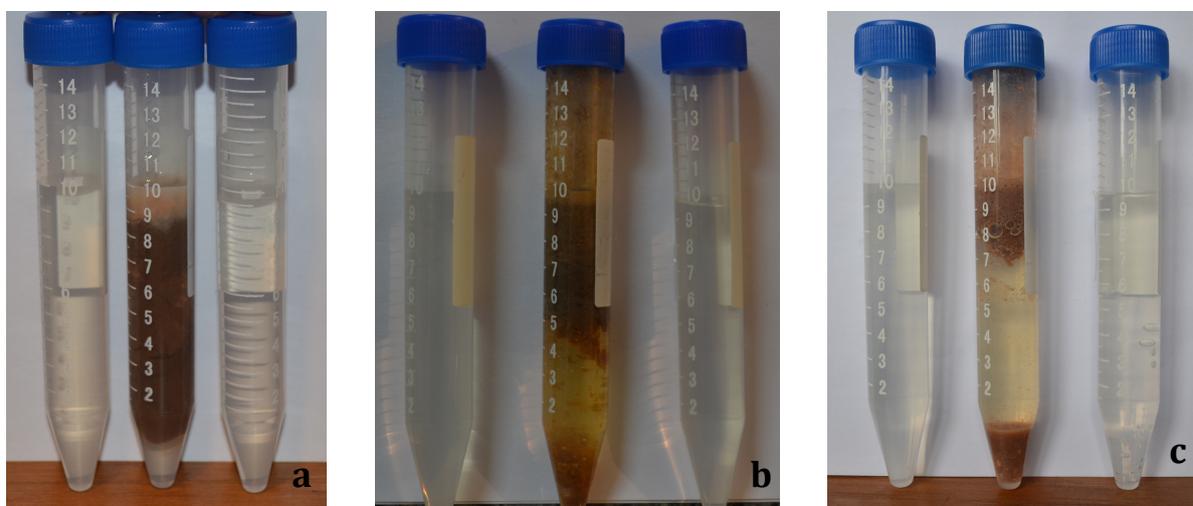
### Avaliação da alteração de Cor e/ou Formação de Precipitado

Antes da associação das soluções, todas elas apresentavam coloração transparente.

A solução de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% pura permaneceu sem alterações durante todos os períodos (Figura 1).

Quando a CHX 2% foi adicionada ao  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% imediatamente formou-se uma solução de coloração marrom alaranjado e formação de precipitado em todo o frasco. Após 15 minutos, foi observada uma separação de fases, tendo o precipitado suspenso na parte superior do frasco. Após 45 minutos, o meio estava bem separado em 3 fases, sendo o precipitado nas partes superior e inferior do frasco, ficando a parte líquida de coloração marrom clara na porção intermediária. Aos 7 dias, a porção líquida intermediária apresentava-se maior e mais transparente (Figura 1).

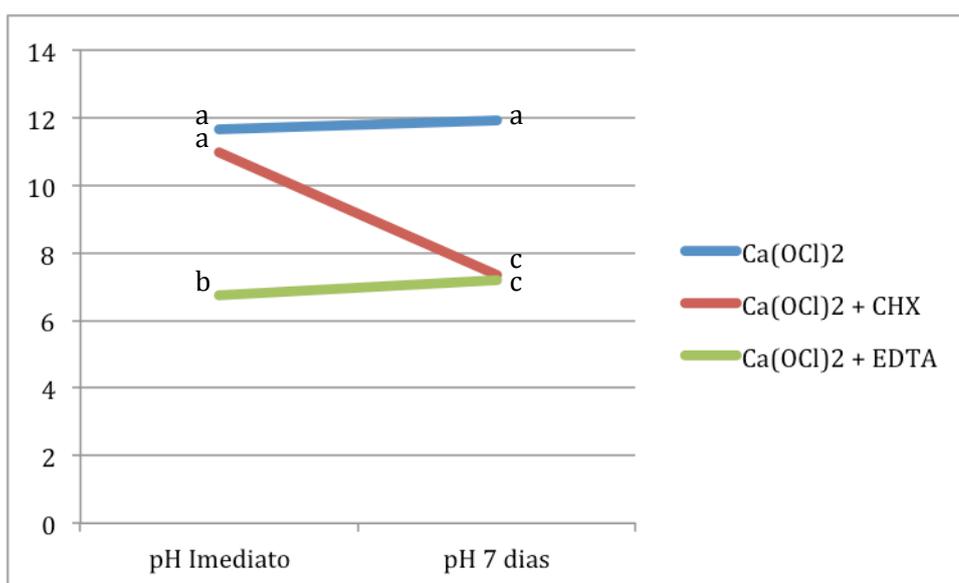
A mistura de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% + EDTA 17% mostrou transparência com formação de pequenas bolhas, que diminuiram após 1 hora, desaparecendo, em alguns casos, em 7 dias (Figura 1).



**Figura 1:** (a) Imediatamente após a mistura das soluções; (b) Após 2h; (c) Após 7 dias. Frasco 1:  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5%, frasco 2: CHX 2% +  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5%, frasco 3:  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% + EDTA 17%.

### Avaliação do pH das soluções teste

A solução de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% foi a que apresentou pH mais básico durante todo o experimento, sem diferença estatística entre os tempos. A mistura  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% + CHX 2% apresentou pH semelhante a solução pura de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% imediatamente após a manipulação e teve seu pH significativamente diminuído após 7 dias. Já a mistura  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% + EDTA 17% apresentou pH inicial mais baixo em relação as duas outras soluções e um aumento aos 7 dias (figura 2).



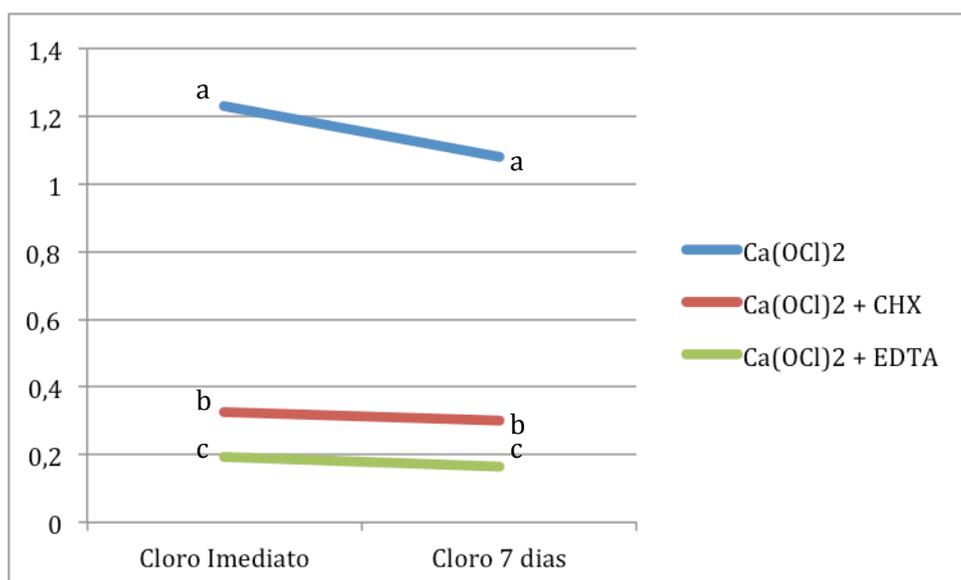
**Figura 2:** pH das soluções no tempo imediato e após 7 dias. Letras diferentes indicam diferença estatística ( $p < 0.05$ )

	pH inicial	pH 7 dias
$\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 2,5%	11,654	11,931
$\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 2,5% + CHX 2%	10,983	7,343
$\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 2,5% + EDTA 17%	6,746	7,186

**Tabela 1:** Média dos valores de pH inicial e 7 dias

### Avaliação do teor de cloro ativo das soluções teste

A solução de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  2,5% apresentou maior concentração de cloro ativo, seguida da interação  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  + CHX e  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  + EDTA, respectivamente, com diferença estatística entre elas. E, ao longo do tempo, cada solução manteve o teor de cloro ativo (figura 3).



**Figura 3:** Teor de cloro ativo das soluções no tempo imediato e após 7 dias. Letras diferentes indicam diferença estatística ( $p < 0,05$ )

	cloro inicial	cloro 7 dias
$\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 2,5%	1,232	1,08
$\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 2,5% + CHX 2%	0,325	0,301
$\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 2,5% + EDTA 17%	0,192	0,165

**Tabela 2:** Média dos valores de teor de cloro ativo inicial e 7 dias (g/100 ml)

## 5 DISCUSSÃO

Sabe-se que o preparo químico-mecânico do sistema de canais radiculares, com uso de instrumentos e soluções irrigadoras, consegue remover a maior carga microbiana presente nos canais radiculares (PETERS, 2004). Entretanto, não existe nenhum irrigante que consiga, ao mesmo tempo, remover matéria orgânica, ter substantividade e preparar as paredes dentinárias para a obturação. Alguns protocolos clínicos tem sugerido o uso de diferentes soluções irrigadoras durante o tratamento endodôntico (ZEHNDER, 2006). Embora essas substâncias possuam muitas características favoráveis, a interação entre elas deve ser considerada, pois pode influenciar negativamente no resultado final da terapia endodôntica.

Este trabalho objetivou investigar algumas alterações que ocorrem quando associados o hipoclorito de cálcio com a clorexidina e com o EDTA. O  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  foi escolhido por apresentar maior estabilidade que o NaOCl e fazer parte de outros estudos conduzidos por este grupo de pesquisa com o objetivo de avaliar suas propriedades e características, para que essa solução possa se empregada no preparo de canais radiculares.

É importante ressaltar que não foi encontrado na literatura nenhum estudo que avalie as interações com o  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ .

Os resultados do presente estudo mostraram haver uma instantânea alteração de cor e formação de precipitado quando da mistura do  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  com a CHX. Esta alteração de cor e formação de precipitado já foi reportada por outros autores com o NaOCl (BASRANI et al., 2010; KIM et al., 2012; SOUZA et al., 2013; ROSSI-FEDELE et al., 2012; KRISHNAMURTHY & SUDHAKARAN, 2010). Segundo Kim et al. (2012), a formação de precipitado na solução NaOCl+CHX pode ser explicada por uma reação ácido-base, na qual, o CHX, dicatiônico, tem a habilidade de doar prótons enquanto o NaOCl, alcalino, pode aceitar prótons. Essa troca de prótons resulta na formação de uma substância insolúvel, que é chamada de precipitado.

Basrani et al. (2010) buscando a menor concentração de NaOCl necessária para provocar mudança de cor e formação de precipitado quando misturado com CHX, observou que uma reação imediata ocorre mesmo com baixas

concentrações de NaOCl (0,023%). Os autores também relataram que a medida que a concentração do NaOCl aumentava, tornava-se mais intensa tanto a cor quanto a formação precipitado dessa interação. Nas concentrações de 6%, 3% e 1,5% de NaOCl testadas, um precipitado muito semelhante ao encontrado neste trabalho foi observado, permanecendo, porém apenas na superfície do frasco, diferentemente dos resultados com o  $\text{Ca(OCl)}_2$ , nos quais o precipitado permaneceu tanto na superfície quanto no fundo do frasco. O fato de a massa molar do cálcio (40,078 g/mol) ser superior a do sódio (22,9898 g/mol) pode ter interferido nesse resultado, porém mais estudos devem ser realizados afim de investigar a causa dessa diferença.

Em relação a mudança de cor, algumas pesquisas tem associado a coloração escura da mistura CHX+NaOCl com alteração da cor dentária (VIVACQUA-GOMES et al., 2002; SOUZA et al., 2013). Mesmo não sendo esse o foco do nosso estudo, pode-se sugerir que o precipitado gerado pela interação  $\text{Ca(OCl)}_2$ +CHX, por ter aspecto semelhante ao do NaOCl+CHX, possa também causar manchamento dentário.

O poder de dissolução tecidual do NaOCl está fortemente ligado ao seu teor de cloro ativo (ZEHNDER, 2002). Já foi relatado que a mistura de NaOCl e EDTA diminui significativamente o teor de cloro ativo da solução (GRAWEHR et al., 2003; BALLAL et al., 2011). Esse mesmo fato foi observado quando da mistura do  $\text{Ca(OCl)}_2$  e EDTA. Inicialmente o teor de cloro ativo na solução de  $\text{Ca(OCl)}_2$  2,5% pura era, em média, 1,232 g/100ml. Imediatamente após a adição do EDTA, o teor de cloro disponível caiu significativamente para 0,192 g/100ml, permanecendo sem diferença estatisticamente significante aos 7 dias. Esses valores mostram uma redução de cloro imediata de 84,4% e 86,6% aos 7 dias.

Ballal et al. (2011), avaliando a interação entre o NaOCl e o ácido maleico (um substituto do EDTA) também constataram uma diminuição significativa tanto da disponibilidade de cloro quanto do pH da solução formada em relação ao NaOCl puro. Quando testado em relação a capacidade de dissolução tecidual, foi observado que a mistura de NaOCl e EDTA provocava uma diminuição significativa dessa habilidade do NaOCl (GRAWEHR et al., 2003; IRALA et al., 2010).

Neste estudo, todas as soluções mantiveram seu teor de cloro ativo aos 7 dias, porém o  $\text{Ca(OCl)}_2$  foi o que apresentou maior quantidade de cloro disponível, seguida da mistura  $\text{Ca(OCl)}_2 + \text{CHX}$  e  $\text{Ca(OCl)}_2 + \text{EDTA}$ , respectivamente.

No que diz respeito ao teor de cloro ativo na interação do  $\text{Ca(OCl)}_2$  com a CHX, para fins de comparação, não foram encontrados estudos que tenham avaliado esse fator tanto com uso de NaOCl quanto  $\text{Ca(OCl)}_2$ . Além disso, é importante relatar que na realização da titulometria dessa mistura, não se obteve uma solução totalmente límpida e transparente após a adição de tiosulfato de sódio em função da presença do precipitado insolúvel que se formou com a mistura.

Embora a titulação de  $\text{Ca(OCl)}_2$  recém preparado tenha mostrado menor concentração de cloro ativo do que a esperada para sua concentração, a estabilidade do  $\text{Ca(OCl)}_2$  2,5% foi observada tanto para os resultados de cloro disponível quanto para o pH, indicando um bom comportamento dessa solução.

Em relação ao pH, foi observada uma diminuição imediata e significativa desses valores após a adição de CHX e EDTA à solução de  $\text{Ca(OCl)}_2$ . Estudos que avaliaram o pH da interação NaOCl+EDTA também encontraram diminuição significativa e, mesmo que não tenham sido encontrados estudos investigando o pH da interação NaOCl+CHX ou  $\text{Ca(OCl)}_2$ +CHX, essa diminuição também era esperada pelo fato de o pH da CHX 2% ser geralmente entre 5.5 – 7. (ROSSI-FEDELE et al., 2012).

Irala e colaboradores (2010), misturando NaOCl 1 e 2,5% com EDTA 17% nas mesmas proporções encontraram uma redução no pH de 10 (inicial) para 8 (final) em um período de 48 horas. Nossos resultados mostraram uma redução maior com o  $\text{Ca(OCl)}_2$ : de 11,654 (inicial) para 6,746 (imediata) e 7,186 (final – 7 dias).

Além disso, este estudo mostrou, aos 7 dias, um aumento significativo do pH da solução de  $\text{Ca(OCl)}_2 + \text{EDTA}$  e um aumento não significativo na solução de  $\text{Ca(OCl)}_2$ . Uma vez que o  $\text{Ca(OCl)}_2$ , em solução aquosa, dissocia-se em HOCl e hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ), é sugerido que o aumento no pH de soluções de  $\text{Ca(OCl)}_2$  com o tempo ocorreu devido a presença do  $\text{Ca(OH)}_2$  (LEONARDO, 2015).

Leonardo (2013) observou que soluções de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  apresentam pH alcalino e parecem mostrar estabilidade em relação aos valores de pH quando comparadas às soluções de NaOCl, sob diferentes condições de armazenamento. Este mesmo autor, em 2015, constatou um aumento significativo no pH de algumas soluções de NaOCl e de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  nos períodos de 30, 60 e 90 dias. (LEONARDO, 2015).

É do pH que depende a disponibilidade de cloro livre na solução. Em pH alcalino ocorre predomínio de íons hipoclorito ( $\text{OCl}^-$ ), favorecendo a capacidade de dissolução tecidual dessa solução e, em pH ácido, ocorre predomínio de HOCl, favorecendo sua ação antimicrobiana (DUTTA & SAUNDERS, 2012). O  $\text{OCl}^-$  funciona como reservatório para a formação de HOCl e quando é consumido, ocorre a redução do valor de pH da solução, acelerando a liberação de cloro e alterando sua vida útil (ROSSI-FEDELE et al., 2012). Em função disso, pode-se sugerir que a manutenção do pH alcalino das soluções de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  por mais tempo possa contribuir para sua maior estabilidade de cloro ativo disponível na solução.

Estudos adicionais a respeito de interações com a solução de  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  devem ser conduzidos com o objetivo de avaliar sua ação sobre a dentina, a composição do precipitado e as implicações clínicas desses efeitos.

## 6 CONCLUSÃO

A solução de hipoclorito de cálcio 2,5% apresentou estabilidade de pH e teor de cloro ativo aos 7 dias, porém quando adicionados a ela clorexidina 2% e EDTA 17% houve uma diminuição significativa tanto no pH quanto no teor de cloro ativo livre nas soluções. A interação entre hipoclorito de cálcio 2,5% e clorexidina 2% gerou, ainda, alteração de cor e formação de precipitado.

**REFERÊNCIAS**

ABOU-RASS M, OGLESBY SW. The effects off temperature, concentration, and tissue type on ability of sodium hypochlorite. **J Endod.** v. 7, n. 8, p. 376-377, 1981.

ALMEIDA AP, SOUZA MA, MIYAGAKI DC, BELLO YD, CECCHIN D, FARINA AP. Comparative Evaluation of Calcium Hypochlorite and Sodium Hypochlorite Associated with Passive Ultrasonic Irrigation on Antimicrobial Activity of a Root Canal System Infected with *Enterococcus faecalis*: An *in vitro* Study. **J Endod.** v. 40, n. 12, p. 1953-1957, 2014.

AUERBACH MB. Antibiotics vs instrumentation in endodontic. **NY St Dent J.** v. 19, n. 5, p. 225-228, 1953.

BAKER NA, ELEAZER PD, AUERBACH RE, SELTZER S. Scanning electron microscopic study of the efficacy of various irrigating solutions. **J Endod.** v. 1, n. 4, p. 127-135, 1975.

BALLAL NV, MOORKOTH SM, MALA K, BHAT KS, HUSSEN SS, PATHAK S. Evaluation of Chemical Interaction Between Maleic Acid with Sodium Hypochlorite and Chlorhexidine Gluconate. **J Endod.** v. 37, n. 10, p. 1402-1405, 2011.

BASRANI BR, MANEK S, SODHI RNS, FILLERY E, MANZUR A. Interaction between Sodium Hypochlorite and Chlorhexidine Gluconate. **J Endod.** v. 33, n. 8, p. 966-969, 2007.

BASRANI BR, MANEK S, MATHERS D, FILLERY E, SODHI RNS. Determination of 4-Chloroaniline and Its Derivatives Formed in the Interaction of Sodium Hypochlorite and Chlorhexidine by Using Gas Chromatography. **J Endod.** v. 36, n. 2, p. 312-314, 2010.

BUCK RA, CAI J, ELEAZER PD, STAAT RH, HURST HE. Detoxification of Endotoxin by Endodontic Irrigants and Calcium Hydroxide. . **J Endod.** v. 27, n. 5, p. 325-7, 2001.

BUI TB, BAUMGARTNER JC, MITCHELL JC. Evaluation of the Interaction between Sodium Hypochlorite and Chlorhexidine Gluconate and its Effect on Root Dentin. **J Endod.** v. 34, n. 2, p. 181-185, 2008.

CHHABRA RS, THOMPSON M, ELWELL MR, GERKEN DK. Toxicity of p-chloroaniline in rats and mice. **Food Chem Toxicol.** v. 28, n. 10, p. 717-722, 1990.

CHHABRA RS, HUFF JE, HASEMAN JK. Carcinogenicity of p-chloroaniline in rats and mice. **Food Chem Toxicol.** v. 29, n. 2, p. 119-124, 1991.

DAKIN HD, DUNHAM EK. The relative germicidal efficiency of antiseptics of the chlorine group and acriflavine and other Dyes. **Brit Med J.** v. 2, p. 641-645, 1917.

DUTTA A, SAUNDERS WP. Comparative evaluation of calcium hypochlorite and sodium hypochlorite on Soft-tissue dissolution. **J Endod.** v. 38, n. 10, p. 1395-1398, 2012.

ESTRELA, C. **Ciência Endodôntica.** São Paulo: Artes Médicas; 2004.

ESTRELA C, ESTRELA CR, BARBIN EL, SPANÓ JC, MARCHESAN MA, PÉCORÁ JD Mechanism of action of sodium hypochlorite. **Braz. Dent J.**, v. 13, n. 2, p. 113-117, 2002.

FLACH N, BÖTTCHER DE, PAROLO CC, FIRMINO LB, MALT M, LAMMERS ML, GRECCA FS. Confocal microscopy evaluation of the effect of irrigants on *Enterococcus faecalis* biofilm: An in vitro study. **Scanning** v. 37, n. 4, p. 1-6, 2015.

FRAIS S, NG Y-L, GULABIVALA K. Some factors affecting the concentration of available chlorine in commercial sources of sodium hypochlorite. **Int Endod J.** v. 34, n. 1, p. 206-15, 2001.

GRANDE NM, PLOTINO G, FALANGA A, POMPONI M, SOMMA F. Interaction between EDTA and Sodium Hypochlorite: A Nuclear Magnetic Resonance Analysis. **J Endod.** v. 32, n. 5, p. 460-464, 2006.

GRAWEHR M, SENER B, WALTIMO T, ZEHNDER M. Interactions of ethylenediaminetetraacetic acid with sodium hypochlorite in aqueous solutions. **Int Endod J.** v. 36, p. 411-5, 2003.

IRALA LED, GRAZZIOTIN-SOARES R, SALLES AA, MUNAN AZ, PEREIRA JS. Dissolution of bovine pulp tissue in solutions consisting of varying NaOCl concentrations and combined with EDTA. **Braz Oral J.** v. 24, n. 3, p. 271-6, 2010.

KIM HS, ZHU Q, BAEK SH, JUNG IY, SON WJ, CHANG SW, LEE W, GU Y, LEE Y, HONG ST, BAE KS, KIM JW, CHO K, KUM KY . Chemical Interaction of Alexidine and Sodium Hypochlorite. **J Endod.** v. 38, n. 1, p. 112-116, 2012.

KRISHNAMURTHY S, SUDHAKARAN S. Evaluation and Prevention of the Precipitate Formed on Interaction between Sodium Hypochlorite and Chlorhexidine. **J Endod**. v. 36, n. 7, p. 1154-1157, 2010.

LEONARDO, MR; LEONARDO, R de T. **Tratamento de Canais Radiculares: avanços tecnológicos de uma endodontia minimamente invasiva e reparadora**. São Paulo: Artes Médicas, 2012.

LEONARDO NGS. **Avaliação do pH de soluções de hipoclorito de sódio e hipoclorito de cálcio em diferentes condições de armazenamento - estudo preliminar**. 2013. 25f. Monografia (Especialização em Endodontia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

LEONARDO NGS. **Soluções de Hipoclorito de Cálcio: Efeito da Condição de Armazenamento sobre o pH e o Teor de Cloro Ativo**. 2015. 42f. Dissertação (Mestrado em Clínica Odontológica-Endodontia) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

LOPES, HP; SIQUEIRA, JF Jr. **Endodontia – Biologia e técnica**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2004.

MAGRO MG, KUGA MC, VICTORINO KR, VÁZQUEZ-GARCIA FA, ARANDA-GARCIA AJ, FARIA-JUNIOR NB, FARIA G, SHINOHARA AL. Evaluation of the Interaction Between Sodium Hypochlorite and Several Formulations Containing Chlorhexidine and its Effect on the Radicular Dentin—SEM and Push-Out Bond Strength Analysis. **Microsc Res Tech**. v. 77, p. 17-22, 2014.

MARCHESAN MA, PASTERNAK JUNIOR B, AFONSO MM, SOUSA-NETO MD, PASCHOALATO C. Chemical analysis of the flocculate formed by the association of sodium hypochlorite and chlorexidine. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod**. v. 103, n. 5, p. e103-e105, 2007.

MOHAMMADI Z. Sodium Hypochlorite in Endodontics: an update review. **Int Dent J**. v. 58, p. 329-341, 2008.

NICOLETTI MA, MAGALHÃES JF. Influence of the container and environmental factors in the stability of sodium hypochlorite. **Bol Oficina Sanit Panam**. v. 121, n. 4, p. 301-9, 1996.

ÖNÇAG O, HOSGÖR M, ZEKIOGLU O, ERONAT C, BURHANOGLU D. Comparison of antibacterial and toxic effects of various root canal irrigants. **Int Endod J**. n. 36, p. 423-32, 2003.

PAIVA, JG; ANTONIAZZI, JH. **Endodontia: Bases para a prática clínica**. São Paulo: Artes Médicas, 1991.

PÉCORA JD, MURGEL CA, GUIMARÃES LF, COSTA WF. Determination of active chloride content in different commercial brands of Dakin's solution. **Rev. Odontol Univ Sao Paulo** v. 2, n. 1, p. 10-13, 1988.

PÉCORA, JD; SOUZA-NETO, MD; ESTRELA, C. Soluções auxiliares do preparo do canal radicular. In: ESTRELA, C; FIGUEIREDO, JAP. **Endodontia: princípios biológicos e mecânicos**. São Paulo: Artes Médicas; 1999, p. 553-69.

PETERS OA. Current challenges and concepts in the preparation of root canal systems: a review. **J Endod** v. 30, n. 8, p. 559-67, 2004.

PISKIN B, TÜRKÜN M. Stability of various sodium hypochlorite solutions. **J Endod**. v. 21, n. 2, p. 253-5, 1995.

ROSSI-FEDELE G, DOGRAMACI BDS, GUASTALLI AR, STEIER L, FIGUEIREDO JAP. Antagonistic Interactions between Sodium Hypochlorite, Chlorhexidine, EDTA and Citric Acid. **J Endod**. v. 38, n. 4, p. 426-431, 2012.

SCHILD H. Cleaning and shaping the root canal. **Dent Clin N Am**. v. 18, p. 269, 1974.

SOUZA M, CECCHIN D, BARBIZA J, ALMEIDA JFA, ZAIA AA, GOMES BPFA, FERRAZ CCR. Evaluation of the color change in enamel and dentine promoted by the interaction between 2% chlorhexidine and auxiliary chemical solutions. **Aust Endod J**. v. 39, p. 1107-1111, 2013.

STEWART GG, COBE HM, RAPPAPORT H. A study of a medicament in the chemomechanical preparation of infected root canals. **J Amer Dent Assoc**. v. 63, n. 1, p. 33-37, 1961.

THOMAS JE, SEM DS. An In Vitro Spectroscopic Analysis to Determine Whether Para-Chloroaniline Is Produced from Mixing Sodium Hypochlorite and Chlorhexidine. **J Endod**. v. 36, n. 2, p. 315-317, 2010.

TÜRKÜN M, GÖKAY N, ÖZDEMİR N. Comparative investigation of the toxic and necrotic tissue dissolving effects of different endodontic irrigants. **Istanbul Univ Dishekim Fak Derg**. v. 32, p. 87-94, 1998.

TWOMEY JO, ABDELAZIZ KM, COMBE EC, ANDERSON DL. Calcium hypochlorite as a disinfecting additive for dental stone. **J Prosthet Dent.** v. 90, p. 282-8, 2003.

VIVACQUA-GOMES N, FERRAZ CC, GIMES BP, ZAIA AA, TEIXEIRA FB, SOUZA-FILHO FJ. Influence of irrigants on coronal microleakage of laterally condensed gutta-percha root fillings. **Int Endod J.** v. 35, p. 791-5, 2002.

WHITTAKER MA, MOHLER BM. The sterilization of milk bottles with calcium hypochlorite. *The American Journal of Public Health.* p. 282-287, 1911.

ZEHNDER M, SCHMIDLIN P, SENER B, WALTIMO T. Chelation in Root Canal Therapy Reconsidered. **J Endod** v. 31, n. 11, p. 817-20, 2005.

ZEHNDER M. Root Canal Irrigants. **J Endod.** v. 32, n. 5, p. 389-398, 2006.

ZEHNDER M, KOSICKI D, LUDER H, SENER B, WALTIMO T. Tissue-dissolving capacity and antibacterial effect of buffered and unbuffered hypochlorite solutions. **Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod** v. 94, n. 6, p. 756-62, 2002.

## ANEXOS

### **Anexo 1:** Aprovação do Projeto de Pesquisa pela Comissão de Pesquisa em Odontologia (COMPESQ) da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Título: AVALIAÇÃO DA INTERAÇÃO QUÍMICA DO HIPOCLORITO DE CÁLCIO ASSOCIADO AO EDTA E À CLOREXIDINA

Coordenador: REGIS BURMEISTER DOS SANTOS

Resumo: Um dos principais objetivos do tratamento endodôntico é remover os microorganismos e seus subprodutos do sistema de canais radiculares. Para isso, além do uso de instrumentos, as soluções irrigadoras possuem um papel fundamental para o sucesso do tratamento. A utilização de mais de um tipo de solução irrigadora tem sido proposta para melhorar as propriedades físico-químicas, biológicas e antimicrobiana desses agentes durante o tratamento endodôntico. Entretanto, as interações das soluções necessitam ser estudadas. O objetivo do presente trabalho é avaliar e descrever a reação que ocorre entre hipoclorito de cálcio a 2,5% e EDTA 17% e do hipoclorito de cálcio 2,5%, e clorexidina 2% quando associados. Para avaliar a mudança de cor e/ou formação de precipitado, as misturas de soluções serão observadas a cada 15 minutos nas primeiras duas horas e após 7 dias por um observador treinado que descreverá as alterações que venham a ocorrer. Além disso, serão realizados outros três testes: o teste de cromatografia líquida de alta performance para quantificar cada substância presente nas misturas; avaliação do pH das misturas e avaliação do teor de cloro ativo livre nas interações. Será realizada estatística descritiva e analítica, de acordo com as características dos dados. Para comparação dos valores de pH e da concentração de cloro livre entre as soluções será realizado o teste de ANOVA ou de Kruskal-Wallis, dependendo das características de normalidade. Para o teste de cromatografia líquida de alta performance será utilizado ANOVA de duas vias e teste de Tukey.

O projeto encontra-se bem descrito e possui mérito científico. O parecer é pela aprovação.