

# Análise da Concentração e do pH do EDTA a 17% em Função do Tipo de Embalagem e do Tempo de Armazenamento

Analysis of Concentration and pH of EDTA to 17% Depending on the Type of Packag-ing and Storage Time

Elias P. M. OLIVEIRA<sup>1</sup>, Mário L. P. QUEIRÓZ<sup>2</sup>, Tania R. PROCHNOW<sup>3</sup>, Tiago A. F. MELO<sup>4</sup>, Jamine L. FERREIRA<sup>5</sup>, Vanessa S. LENZ<sup>5</sup>

1 - Doutor em Endodontia.

2 - Mestre em Endodontia. Professor do Curso de Odontologia da ULBRA/RS

3 - Doutora em Ciências. Professora do Curso de Química da ULBRA/RS

4 - Mestre em Endodontia pela ULBRA/RS

5 - Cirurgião-Dentista pelo Curso de Odontologia da ULBRA/RS

## RESUMO

**Objetivo:** Este estudo teve como objetivo analisar a concentração e o pH do EDTA a 17% de três marcas comerciais e avaliar se o tipo de embalagem para armazenamento pode ocasionar uma degradação da solução ao longo do tempo. **Material e Método:** Para isso, a concentração das três soluções de EDTA a 17% foi medida pelo método de titulação de complexação e o pH foi aferido com o auxílio de um pHmetro. Inicialmente, se verificou a concentração e o pH das soluções contidas nos frascos originais para ver se estavam de acordo com as especificações descritas pelos fabricantes. Após, cada solução de EDTA foi disposta em frascos de vidro âmbar e de plástico leitoso. No prazo de 15, 30 e 60 dias foram retiradas seis amostras de solução de cada frasco para aferir a sua concentração, a fim de verificar se o EDTA

sofreu degradação em função do tipo de embalagem em que se encontrava, sendo que novamente foi verificado o pH das mesmas. **Resultados e Conclusão:** Ao final do período de 60 dias, foi possível concluir que as concentrações estavam de acordo somente em duas marcas comerciais e que o pH não confirmou o descrito no rótulo por nenhum das três marcas analisadas. Além disso, o EDTA a 17% não sofreu nenhuma degradação quando acondicionado em vidro âmbar ou em plástico leitoso ao longo dos 60 dias, embora o pH tenha sofrido pequenas variações ao longo de todo o período.

**PALAVRAS-CHAVE:** Endodontia, ácido etilenodiaminotetracético trissódico, análise química, camada de esfregaço, concentração de íons de hidrogênio, embalagem de produtos.

## INTRODUÇÃO

Em endodontia, uma das conseqüências do preparo químico mecânico é a formação de uma massa amorfa conhecida como *smear layer* que se deposita sobre as paredes dentinárias do canal radicular<sup>1</sup>.

A presença da camada de *smear layer* pode levar ao insucesso do tratamento endodôntico, pois não ocorrerá a ação desejada da medicação intracanal<sup>2</sup>, devido à obstrução dos túbulos dentinários, e também não haverá uma boa adesão dos materiais no momento da obturação<sup>3</sup>.

Sendo assim, objetivando a remoção da *smear layer*, diversos tipos de soluções e protocolos de irrigação têm sido testados. Algumas substâncias como ácido sulfúrico, ácido fenil sulfônico e ácido clorídrico foram empregadas, mas devido ao poder lesivo aos tecidos vivos deixaram de ser utilizadas. Hoje, para a irrigação final do sistema de canais radiculares tem sido recomendado o uso de substâncias quelantes como é o caso do ácido etilenodiaminotetracético trissódico (EDTA) que é um sal derivado de um ácido fraco<sup>4</sup>.

O EDTA é um agente quelante específico para os íons cálcio. Ele tem a capacidade de limitar a formação da *smear layer*, "sequestrando" a sua parte inorgânica e deixando a matéria orgânica para ser removida por um agente irrigante, como, por exemplo, a solução de hipoclorito de sódio.

Porém, para que a solução de EDTA cumpra com o que é esperado durante o tratamento endodôntico, é imprescindível que seja produzida dentro dos parâmetros exigidos e entregue adequadamente pelo fabricante para uso dos cirurgiões-dentistas. De acordo com a forma de armazenamento é possível que ocorra uma degradação do produto e conseqüente perda da sua estabilidade química. O pH da solução também pode ser um fator determinante na eficiência do produto, assim como a concentração.

Os vidros mais comuns contêm principalmente sílica (SiO<sub>2</sub>), e outros componentes como óxidos de sódio (Na<sub>2</sub>O), de potássio (K<sub>2</sub>O), de cálcio (CaO), de magnésio (MgO), de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), elementos minoritários e impurezas<sup>5</sup>. Sendo assim, quando o EDTA entra em contato com a superfície do vidro ele pode desencadear a reação de quelação, com possível perda da estabilidade química da solução e comprometimento da sua utilidade clínica.

A forma, o local, a temperatura e o tempo de armazenamento das substâncias químicas auxiliares do tratamento endodôntico, na qual se inclui o EDTA, podem causar alterações no seu princípio ativo comprometendo a sua função e, por conseguinte, o sucesso do tratamento endodôntico<sup>6</sup>.

Assim, justifica-se este estudo, considerando as discussões existentes e o protocolo de utilização do EDTA a 17% em endo-

dontia. Sendo assim, este estudo teve como objetivo analisar a concentração e o pH do EDTA a 17% de três marcas comerciais e avaliar se o tipo de embalagem para armazenamento pode ocasionar uma degradação da solução ao longo do tempo.

### MATERIAL E MÉTODO

Foram adquiridas, junto ao comércio especializado, soluções de EDTA a 17% de três marcas comerciais diferentes: Top Glass Vidrarias e Soluções (Porto Alegre-RS), Farmácia de Manipulação Raízes (Guaíba-RS) e Farmácia de Manipulação Pharma e Cia (Porto Alegre-RS).

Todas as soluções analisadas apresentavam-se com prazo de validade dentro da normalidade e com pH entre 7,3 e 7,5, conforme a descrição dos fabricantes.

Inicialmente, seis amostras de EDTA de cada uma das embalagens originais foram retiradas com o objetivo de verificar a concentração inicial apresentada pelas soluções.

Após, 108 amostras das soluções, sendo que 36 correspondentes ao EDTA da marca Top Glass (Grupo A), 36 amostras para a marca Raízes (Grupo B) e outras 36 para a marca Pharma e Cia (Grupo C), foram analisadas ao longo de 60 dias.

Em cada grupo foram utilizados seis frascos com capacidade para 100 ml, sendo três de vidro âmbar e três de plástico leitoso e cada um deles foi preenchido com 50 mL de solução. Os frascos foram devidamente identificados conforme o grupo pertencente à solução analisada (Quadro 01).

Quadro 01 – Quadro demonstrativo dos grupos experimentais.

Grupo Experimental	Marca Comercial	Tipo de Frasco
Grupo A	Top Glass	3 vidro âmbar
		3 plástico leitoso
Grupo B	Raízes	3 vidro âmbar
		3 plástico leitoso
Grupo C	Pharma e Cia	3 vidro âmbar
		3 plástico leitoso

No momento de cada análise, seis amostras eram retiradas de cada frasco, com exceção da amostra inicial, que foi coletada também seis vezes, porém diretamente da embalagem original do produto.

Todos os frascos foram mantidos a temperatura ambiente e ao abrigo da luz.

As amostras foram analisadas em quatro diferentes momentos: no primeiro dia de armazenamento, no 15º dia, no 30º dia e no 60º dia.

Para a análise da aferição do pH das soluções foi utilizado um aparelho do tipo pHmetro de bancada marca WTW modelo TH522.

Para verificação da concentração do EDTA das soluções, foi empregado o método de titulação de complexação, e realizados os seguintes procedimentos:

Inicialmente, foi retirada uma alíquota do EDTA do grupo analisado, correspondente a 0,5 mL, medida com pipeta volumétrica. Esta alíquota foi diluída em 500 mL de água destilada dentro de um balão volumétrico. Parte deste conteúdo de EDTA com água destilada foi disposto em uma bureta com capacidade para 25 mL presa por uma haste universal. Em um frasco de Erlenmeyer foi colocado 50 mL de uma solução padrão de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) 0,0102 g/L juntamente com duas gotas do corante negro de eriocromo T e 2 mL de uma solução tampão de pH 10.

Após isso, foi realizada a titulação, na qual se verificou o valor necessário a ser gasto da solução contida na bureta para que o conteúdo do Erlenmeyer sofresse a mudança da cor violeta para o azul.

Então, de posse do valor gasto obtido o mesmo foi registrado em uma planilha específica e o teste foi repetido mais cinco vezes, ou seja, foi feito seis vezes para cada solução.

### RESULTADOS

Frente aos dados obtidos, pode-se verificar a impossibilidade de realização da análise estatística tendo em vista não haver diferença na concentração (Gráficos 1 e 2) e no pH (Gráficos 3, 4 e 5) do EDTA.

Variação da concentração % de EDTA Trissódico de amostras comerciais, em frascos de vidro âmbar em função do tempo em dias.

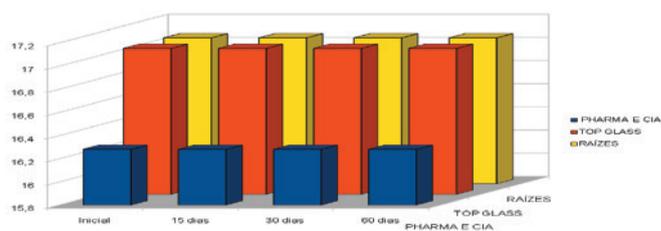


Gráfico 1 - Gráfico demonstrativo da concentração do EDTA dos diferentes produtos comerciais armazenados junto ao vidro âmbar.

Variação da concentração % de EDTA Trissódico de amostras comerciais, em frascos de plástico leitoso em função do tempo em dias.

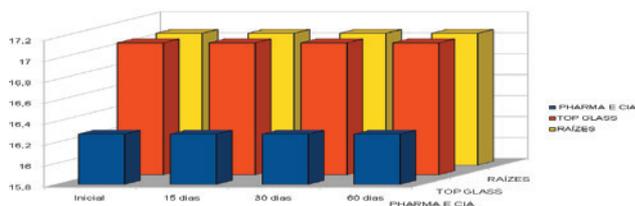


Gráfico 2 - Gráfico demonstrativo da concentração do EDTA dos diferentes produtos comerciais armazenados junto ao plástico leitoso.

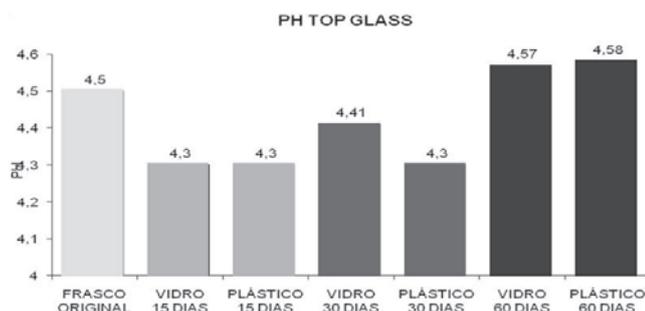


Gráfico 3 - Gráfico demonstrativo do pH da solução marca Top Glass junto ao frasco original, em 15, 30 e 60 dias.

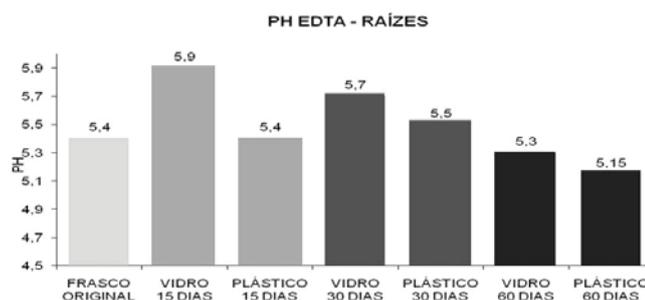


Gráfico 4 - Gráfico demonstrativo do pH da solução marca Raízes junto ao frasco original, em 15, 30 e 60 dias.

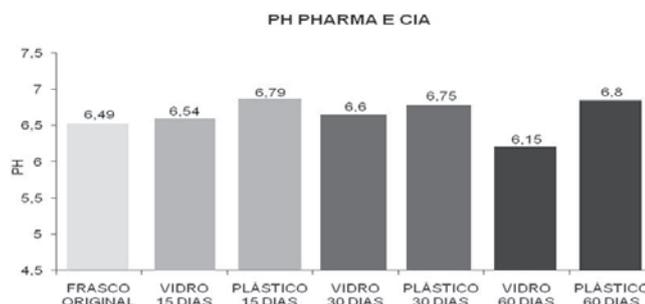


Gráfico 5 - Gráfico demonstrativo do pH da solução marca Pharma e Cia junto ao frasco original, em 15, 30 e 60 dias.

## DISCUSSÃO

Tão importante quanto saber os benefícios do EDTA na endodontia é ter a certeza de que realmente o mesmo está de acordo com o que é proposto e que terá o efeito esperado durante o tratamento endodôntico. Para isso, a eficiência da solução irrigadora depende de inúmeros fatores, entre os quais está a sua concentração e o seu pH.

O método utilizado neste trabalho para medir a concentração das soluções foi a titulação de complexação<sup>7</sup>. Este é um método de análise consagrado na literatura farmacêutica<sup>8</sup>. Esta mesma metodologia também foi empregada por outros autores<sup>3-6</sup>. Já para as medições de pH foi utilizado um aparelho do tipo pHmetro de bancada.

Por outro lado, é importante salientar que estas técnicas apresentam algumas limitações, pois a análise é colorimétrica e visual. É muito difícil detectar o ponto exato da mudança de cor do violeta para o azul, havendo a possibilidade de erro durante a leitura. Além disso, existem outras limita-

ções, como as vidrarias não calibradas e a temperatura não constante das salas utilizadas para as medições, o que pode influenciar no pH mensurado.

As soluções de EDTA empregadas para esta pesquisa deveriam apresentar a concentração de 17% por ser eficaz independente dos tempos de aplicação pré-determinados e por não provocar áreas de erosões dentárias superficiais<sup>4</sup>.

De acordo com os resultados, as concentrações aferidas estavam corretas nos produtos Top Glass e Raízes, e um pouco abaixo do proposto na solução da Pharma e Cia.

Com relação ao pH, todas as soluções testadas apresentaram pH abaixo de 7,0 e nenhuma das soluções estava em conformidade com o pH entre 7,3 e 7,5 que era previsto no rótulo das embalagens. O EDTA aplicado em pH neutro é mais eficiente do que o aplicado em pH 9,0<sup>9-11</sup>. Por outro lado, quando o EDTA está com pH entre 5,0 e 6,0 a sua atividade de desmineralização é maior<sup>12</sup>.

Outra observação relevante é quanto às variações detectadas no pH das soluções ao longo dos 60 dias, o que é possível justificarem em função da temperatura do ambiente, já que as salas não tinham temperatura controlada.

A constatação de que os produtos não estão de acordo com o que informa o fabricante é preocupante, pois os profissionais que os adquirem não podem ter a certeza de que são confiáveis. Até um tratamento endodôntico tecnicamente bem realizado pode ficar biologicamente comprometido em função de produtos alterados.

Com a mesma finalidade de analisar a concentração do EDTA, Barletta *et al.*<sup>6</sup> (2007) verificaram que as amostras comerciais testadas não possuem um controle de qualidade no que se refere ao que é especificado no rótulo, pois apenas uma de nove amostras estava com a concentração do sal de EDTA dentro das especificações e apenas seis amostras de treze apresentavam pH semelhante ao descrito. O mesmo também foi verificado no estudo de Só *et al.*<sup>8</sup> (2002) em que apenas duas amostras de cinco apresentaram concentração semelhante ao indicado pelos fabricantes e em três soluções o pH não estava de acordo com o informado.

Além de testar as especificações em que se encontram os produtos disponíveis no mercado, foi verificado também em nosso estudo a possibilidade do tipo de embalagem ocasionar uma degradação da solução de EDTA. Então, com relação ao modo de embalagem a literatura salienta que se deve ter o cuidado de não utilizar frascos de vidro, pois com o tempo a solução poderia sequestrar o cálcio do silicato de cálcio (composição do vidro) e ter sua ação diminuída<sup>13</sup>. Desta forma, ao entrar em contato com a superfície do vidro o EDTA poderia ter a sua utilidade clínica comprometida, pois ele supostamente se ligaria com os íons metálicos do vidro. De acordo com este trabalho, não foi possível detectar esta diminuição na atividade do EDTA das soluções utilizadas, pois a concentração se manteve a mesma da amostra inicial até a última análise, em 60 dias. Durante este período de 60 dias em que as soluções foram testadas até pode ter ocorrido certa reatividade com o vidro, mas o mesmo não pode ser mensurável pela técnica empregada em função da alta concentração do EDTA e da baixa perda de concentração provocada pelos frascos.

A não decomposição dos produtos quando em contato com as superfícies dos vidros pode ser justificada por uma série de motivos:

- Estabilidade do sal, que tem um grau de ionização muito baixo. O sódio, liberado pela ionização fraca do EDTA, quando em contato com a água faz com que ocorra a reação de hidrólise e com que seja gerada hidroxila, que tem o potencial de ataque à sílica do vidro;

- pH não alto o suficiente: O ataque ao vidro pode ocorrer somente em pH 7 ou maior até 14, ou seja, alcalino. Todas as soluções utilizadas estavam com pH inferior a 7;

- O vidro tem em sua composição apenas traços de cálcio e magnésio, mas não o suficiente para que o EDTA, a 17%, possa quelar estes componentes e ter sua concentração mensuralmente diminuída; e

- A concentração utilizada neste trabalho é muito alta (17%) e qualquer perda é pouco significativa e não é mensurável.

Muito embora alguns trabalhos demonstrem que o EDTA não pode ser armazenado em frascos de vidro, este trabalho não constatou alterações na solução durante um período de 60 dias. Como os resultados disponíveis permanecem discordantes, são necessárias novas pesquisas para maiores esclarecimentos desta questão.

Então, para que o EDTA cumpra com o que é esperado durante o tratamento endodôntico, é imprescindível que seja produzida e entregue em boas condições ao profissional. Para que isto ocorra, é importante que exista um controle de qualidade satisfatório por parte dos fabricantes, garantindo a eficácia clínica desse produto.

## CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos podemos concluir que:

- As concentrações aferidas neste estudo, nas amostras Top Glass e Raízes, são semelhantes às informadas pelos fabricantes;

- O pH aferido no estudo não confirmou o informado pela Top Glass, Raízes e Pharma e Cia.

- O EDTA a 17% produzido pelos fabricantes Top Glass, Raízes e Pharma e Cia não sofreu degradação quando acondicionado em vidro âmbar ou plástico leitoso ao longo de 60 dias.

- O pH de todas as soluções analisadas apresentou variações ao longo de 60 dias.

## REFERÊNCIAS

01. Marques AAF, Marchesan MA, Sousa Filho CB, Silva Sousa YTC, Sousa Neto MD, Cruz Filho AM. Smear Layer Removal and Chelated Calcium Ion Quantification of Three Irrigating Solutions. *Braz Dent J.* 2006;17(4):306-9.
02. Torabinejad M, Khademi AA, Babagoli J, Cho Y, Johnson WB, Bozhilov K, Kim J, Shabahang S. A new solution for the removal of the smear layer. *J Endod.* 2003;29(3):170-5.
03. Shahravan A, Haghdooost AA, Adl A, Rahimi H, Shadifar F. Effect of smear layer on sealing ability of canal obturation: a systematic review and meta-analysis. *J Endod.* 2007;33(2):96-105.
04. Gesteira MFM, Silva SJA. Camada residual: considerações clínicas e biológicas. *JBE.* 2003;4(14):247-53.
05. Lorenzi ES. Vidros bactericidas no tratamento bacteriológico de água. [Dissertação]. Florianópolis: Departamento de engenharia química e engenharia de alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina; 2004.
06. Barletta FB, Medeiros GHF, Lima MC. Avaliação química dos parâmetros físico-químicos do edta utilizados na terapia endodôntica. *Rev Odontol Univ São Paulo.* 2007;19(3):276-82.
07. Voghel A, Basste J, Denney RC, Jessery GH, Mendham J. Análise Inorgânica Quantitativa. 4.ed. Rio de Janeiro: Guanabara; 1981. p.238-9.
08. Só MVR, Souza TP, Oliveira EPM. Avaliação da concentração e PH de cinco marcas comerciais de EDTA. *Stomatos.* 2002;8(14):13-6.
09. Parmar G, Chhatariya A. Demineralising effect of EDTA at different concentration and pH – a spectrophotometer study. *Endodontology.* 2004;16(2):54-7.
10. Serper A, Calt S. The desmineralizing effects of EDTA at different concentrations and pH. *J Endod.* 2002 Jul;28(7):501-2.
11. Sousa SMG, Silva TL. Demineralization effect of EDTA, EGTA, CDTA and citric acid on root dentin: a comparative study. *Braz Oral Res.* 2005;19(3):188-92.
12. Cury JA, Bragotto C, Valdrighi L. The demineralizing efficiency of EDTA solutions on dentin. I. Influence of pH. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 1981;52(4):446-8.
13. Souza SMG, Berbet FLCV, Ferliti Filho J. Quelantes em endodontia. *Rev Bras Odont.* 1999;56(1):30-3.

## ABSTRACT

**Objective:** This study aimed to analyze the concentration and pH of 17% EDTA three trademarks and evaluate whether the type of packaging for storage may cause a degradation of the solution over time. **Material and Method:** For this, the concentration of the three solutions of 17% EDTA was measured by titration method complexing and pH was measured with the aid of a pH meter. Initially, if there concentration and pH of the solutions contained in the bottles to see if they agreed with the specifications described by the manufacturers. After each EDTA solution was prepared in amber glass bottles and plastic milky. Within 15, 30 and 60 days samples were taken six solution of each vial to measure their concentration in order to verify if the EDTA has suffe-

red degradation as a function of packaging material in which it was, and was again checked pH thereof. **Results and Conclusion:** At the end of 60 days, it was concluded that the concentrations were in agreement in only two trademarks and confirmed that the pH is not as described on the label for any of the three brands. Furthermore, 17% EDTA did not suffer any degradation when stored in amber glass or plastic milky over 60 days, while the pH has suffered slight variations throughout the period.

**KEYWORDS:** Endodontics, ethylenediaminetetracetic trisodium acid, chemical analysis, smear layer, hydrogen-ion concentration, product packaging

**ENDEREÇO PARA CORRESPONDÊNCIA:**

Elias Pandonor Motcy de OLIVEIRA  
Rua Gonçalves Dias, n.º. 606 / apto. 1003  
Bairro: Menino Deus – Porto Alegre (RS)  
CEP: 90130-060  
Telefone: (51) 93236136  
Endereço eletrônico: eliaspmo@uol.com.br