

\* Gianluca Gambarini  
 \*\* Tiziano Testori  
 \* Massimo De Luca

\* Università degli Studi di Siena, C.L.O.P.D.  
 Cattedra di Materiali Dentari  
 Titolare: Prof. Massimo De Luca  
 \*\* Università degli Studi di Milano  
 Polo Odontoiatrico S. Raffaele  
 Direttore: Prof. Antonino Salvato

Corrispondenza:  
 Dr. Gianluca Gambarini  
 00176 Roma - Circonvallazione Casilina, 124  
 Tel. 06/70301178

# Variazioni del titolo in cloro attivo di soluzioni per lavaggi endocanalari

Variations in concentration of available chlorine in endodontic solutions

## RIASSUNTO

Scopo del seguente lavoro è stato quello di valutare il decremento del titolo in cloro attivo e del pH di alcune soluzioni di ipoclorito di sodio, a distanza di 2, 30 e 90 giorni dalla loro apertura. Il test di tritazione iodometrica ha evidenziato come il preparato per uso endodontico (Nicolor 5, Ogna, Milano) presenta il decremento minore (13%), mentre le candeggine per uso domestico, diluite e non, hanno presentato variazioni più significative (35-58%). Il mantenimento a 4°C della soluzione comporta poi una minore riduzione del titolo. Per quanto riguarda il pH le variazioni sono meno significative, e tutti i campioni tendono a mantenere un pH che assicura una valida azione antibatterica. Una corretta conservazione del prodotto una volta aperta la confezione è indispensabile per mantenerlo attivo e clinicamente valido, in particolare per quanto riguarda l'azione solvente.

**Parole chiave:** Irrigazione endodontica. Ipoclorito di sodio.

## ABSTRACT

The purpose of this investigation was to assess the decrease in available chlorine and variations in pH of different hypochlorite solutions at 2, 30 and 90 days after the bottle had been opened. An iodometric titration test showed that the endodontic solution Nicolor 5 (Ogna, Milano) had the least decrease (13%), while household bleaches, diluted and not, showed greater decreases (35-58%). Storing the solution at 4°C proved helpful in maintaining available chlorine. Variations were less significant regarding pH; all the sample solutions more or less maintained their pH levels which ensures valid antibacterial action. Proper storage of endodontic solutions is essential once the bottle has been opened in order to preserve their efficacy. This is particularly true concerning dissolution properties.

## Introduction

Research and clinical experience have shown that sodium hypochlorite is an excellent lubricant and antimicrobial agent capable of detoxifying the root canal system and is effective in dissolving both vital and non-vital tissue. In spite of these advantages, the lack of chemical stability can be an important disadvantage of the solution. Many factors, including temperature, atmospheric carbon dioxide, light, etc., can reduce the percentage of available chlorine of the solutions, especially after the bottles have been opened. Studies have shown that both the antibacterial and tissue-dissolving capabilities of 5.25% NaOCl decrease when it is diluted. The purpose of this study was to compare the chemical stability of several solutions after the bottles had been opened.

## Materials and methods

Three sodium hypochlorite solutions were selected for this study. One brand is purposely made for endodontic use (Nicolor 5, Ogna, Milano); the other two were commercial household bleaching agents (Bleaching agents B and C). One other solution (D) was prepared by diluting at 50% solution C with sterile distilled water. All the solutions were kept away from the light at 20°C and 60% humidity. Only one bottle of Nicolor 5 was kept refrigerated at 4°C.

The chlorine content of the solutions was measured using an iodometric titration test at the time the bottles were opened and after 2, 30 and 90 days. At the same intervals the pH of the solutions was measured using a digital pH meter.

## Results

At the end of the investigation (90 days) all solutions showed a loss of available chlorine. The Nicolor 5 concentration of available chlorine showed a 13% reduction. Bleaching agents B, C and D showed a more significant loss (40%, 58% and 35% respectively). A much smaller loss (3%) was recorded for the Nicolor 5 solution stored at 4°C. pH values showed a less significant reduction: a gradual decrease of pH was observed in the commercial household bleaches, whereas Nicolor 5 showed no significant change.

## Discussion

All the solutions showed degradation versus time. After 30 days the available chlorine loss tended to be significant. Degradation of Nicolor 5 occurred more slowly, and solutions showed satisfactory stability after 90 days, especially if they were stored at 4°C. Commercial household bleaching agents were found to be less stable. The reduction of available chlorine has clinical importance since the efficacy of NaOCl for the dissolution of organic tissue has been related to its concentration.

The effect of degradation on the antibacterial properties is less important. It is suggested that the pH of the solutions should be higher than 9. In this study pH values after 90 days were satisfactory.

## Conclusions

Dentists should be aware that the amount of available chlorine in sodium hypochlorite solutions tends to decrease versus time, once the bottles have been opened. Solutions must be protected from air, light, and, if possible, stored at 4°C. Nicolor 5, a solution prepared especially for endodontic irrigation, showed more satisfactory stability than the other brands of commercial bleaching agents. This degradation may cause a significant decrease in the tissue-dissolving ability of the solutions, while the antibacterial action is less affected.

**Key words:** Endodontic irrigation solutions. Sodium hypochlorite.

## INTRODUZIONE

Tra i diversi materiali impiegati per l'irrigazione canalare, quello che incontra attualmente il favore della maggioranza dei ricercatori e degli operatori è l'ipoclorito di sodio, in quanto ha numerose favorevoli proprietà che avvalorano il suo utilizzo clinico (Fig. 1):

■ è un efficace agente antibatterico specifico

■ è in grado di esercitare una valida azione solvente sui tessuti vitali e soprattutto sui necrotici

Gambarini G, Testori T, De Luca M. Variazioni del titolo in cloro attivo di soluzioni per lavaggi endocanalari. *G It Endo* 1995; 4: 134-37

■ consente una più agevole strumentazione ed una migliore detersione grazie all'azione lubrificante e di flusso dei detriti.

Le ottimali caratteristiche antibatteriche e di solvente tissutale dell'ipoclorito di sodio al 5.25% diminuiscono però, come dimostrato da diversi studi (7-10), se la soluzione sopra indicata viene diluita. Alcuni operatori preferiscono infatti utilizzare concentrazioni minori, in quanto sono state riportate delle sequele all'iniezione accidentale di ipoclorito al 5% nei tessuti periapicali (3).

Spanberg et al (12) hanno evidenziato *in vitro* un accettabile livello di non citotossicità solo per concentrazioni pari allo 0,5%. Questi riscontri però non sono condivisi da altri ricercatori (1) che hanno evidenziato solo una minima azione irritante *in vivo* sui tessuti animali.

Anche se un'ottimale biocompatibilità di un prodotto è una proprietà basilare, a nostro avviso è sicuramente più importante, nella pratica clinica, disporre di una soluzione correttamente titolata, in grado di svolgere la sua azione disinfettante e detergente nel miglior modo possibile. In particolare quest'ultima caratteristica merita l'attenzione degli operatori: infatti anche a basse concentrazioni l'ipoclorito ha una valida azione antibatterica, mentre solo a concentrazioni di almeno 2.5% ha una efficace azione di dissoluzione dei detriti tissutali (14). E ciò incrementa anche l'effetto antibatterico, in quanto se si solubilizzano e si asportano tali detriti si privano eventuali germi residui di un ottimo substrato per la loro crescita. Per tali motivi nella pratica clinica quotidiana si è affermato l'uso di prodotti che contengano un titolo di cloro attivo del 5%, analogamente alla soluzione proposta originariamente da Grossman (6).

Un accurato titolo in cloro attivo è dunque garanzia di efficacia dell'irrigante. Va infatti rilevato che è assai difficile ottenere una soluzione perfettamente titolata, in quanto diversi fattori ambientali (luce, calore, aria) possono disattivare o alterare il prodotto (4, 5), così come la data di scadenza di soluzioni appositamente preparate non dovrebbe essere superiore a due anni, anche in confezioni non ancora aperte (9), proprio in virtù di tale possibile riduzione nel tempo del titolo in cloro attivo (Fig. 2).

#### TITOLO DI CLORO ATTIVO

- Attività antibatterica
- Azione solvente
- Biocompatibilità

Fig. 1 - Proprietà dell'ipoclorito di sodio.

#### CHLORINE CONTENT

- Antibacterial activity
- Solvent action
- Biocompatibility

Fig. 1 - The properties of sodium hypochlorite.

#### STABILITÀ DEL TITOLO

- Temperatura
- pH
- Concentrazione
- Esposizione all'aria (CO<sub>2</sub>) e alla luce
- Contaminanti

Fig. 2 - Variabili in grado di influenzare il titolo in cloro attivo dell'ipoclorito di sodio.

#### STABILITY OF CHLORINE CONTENT

- Temperature
- pH
- Concentration
- Exposure to the air (CO<sub>2</sub>) and to light
- Contaminants

Fig. 2 - Variables capable of altering the available chlorine content of NaOCl.

Deve essere poi sottolineato che molto spesso le comuni soluzioni commerciali di ipoclorito, per uso domestico, anche se dichiarano un certo titolo, risultano diluite entro un determinato range, generalmente piuttosto ampio (anche del 2% o più), cosicché diverse confezioni dello stesso prodotto

possono presentare variazioni significative, per quanto riguarda l'utilizzo in Endodontia, del titolo in cloro attivo.

Per questi motivi potrebbe essere più conveniente utilizzare soluzioni specificatamente studiate, già pronte all'uso e con concentrazioni in cloro attivo ben precisate, che presentano anche il vantaggio di essere maggiormente purificate (2).

Nell'ambito di tali problematiche si vuole fornire un contributo sperimentale, valutando gli effetti della temperatura di conservazione, della concentrazione iniziale, di eventuali diluizioni, sulla maggiore o minore stabilità nel tempo del titolo in cloro attivo di alcune soluzioni.

## MATERIALI E METODI

In questo studio sono utilizzati tre prodotti: un prodotto appositamente studiato per l'Odontoiatria, il Niclor 5, prodotto dalla Ogna Laboratori Farmaceutici Milano, e due candeggine del commercio, per uso domestico, caratterizzate dall'avere un differente titolo di cloro attivo. Abbiamo preso in considerazione delle confezioni che avessero una data di scadenza relativamente vicina, presupponendo che fossero state preparate più o meno nello stesso periodo. Per quanto riguarda i prodotti studiati, questi sono stati mantenuti a condizioni di temperatura e umidità costanti: 20 gradi di temperatura e umidità al 60%. Solamente per una soluzione si è provveduto alla sua conservazione in frigorifero a 4 gradi centigradi. Di un preparato per uso domestico è stata eseguita una diluizione al 50%, utilizzando dell'acqua distillata sterile. Per la conservazione delle bottiglie si è cercato di mantenerle in ambiente al riparo dalla luce e ciascuna confezione è stata aperta solamente nelle fasi durante le quali sono state eseguite le misurazioni.

Abbiamo effettuato delle valutazioni del titolo in cloro attivo all'apertura delle confezioni intatte, dopo 2, 30 e 90 giorni. La metodica che è stata usata è un test di tritazione iodomerica (per misurare la percentuale di cloro disponibile), come viene descritto nel-



la normativa internazionale TS 3464. Parimenti si è misurato il pH delle diverse soluzioni, usando un pH metro digitale.

## RISULTATI

I risultati sono evidenziati nella tabella 1 in cui possiamo constatare che per tutti i prodotti si è avuto nel tempo un decremento del titolo in cloro attivo dell'ipoclorito. Possiamo valutare questo decremento del 13% per il Niclor 5, del 40% per la candeggina B, del 58% per la candeggina C, del 35% per la candeggina D (ottenuta dalla candeggina C diluita al 50%) e del 3% per il Niclor 5, mantenuto a 4 gradi centigradi.

Per quanto riguarda il pH possiamo invece rilevare che le sue variazioni sono state meno significative: praticamente per il Niclor 5 si è mantenuto costante, si è avuta una lieve diminuzione inferiore al 10% per la candeggina B, e solamente le candeggine C e D hanno avuto diminuzioni più significative, intorno al 20-30%.

## DISCUSSIONE

Così come postulato, il titolo in cloro attivo tende ad essere relativamente poco stabile. Tale instabilità dipende da differenti fattori: in primo luogo la temperatura, il pH, la concentrazione iniziale, l'esposizione all'aria (in particolare all'anidride carbonica) e alla luce ed eventuali contaminazioni (8).

Per quanto riguarda i vari fattori che incidono significativamente, nel nostro studio non abbiamo valutato contaminazioni ed esposizioni prolungate alla luce, in quanto si suppone generalmente che i dentisti conservino abbastanza scrupolosamente questi materiali, cercando di non esporli a fonti di luce o ad eventuali contaminazioni, cioè siano accorti nel chiudere il flaconcino dopo averlo usato.

La temperatura è sicuramente un fattore di conservazione molto importante perché possiamo vedere come lo stesso Niclor 5,

che pur si comporta meglio di tutti gli altri prodotti testati, tende ad avere un certo decremento a distanza di tre mesi, decremento che può essere significativamente ridotto se si conserva il prodotto a basse temperature.

Questi risultati sono in accordo con quelli pubblicati da altri autori (11), che hanno sottolineato l'importanza del mantenimento in frigorifero delle confezioni aperte.

Per quanto riguarda il pH possiamo rilevare come generalmente esso risulti meno significativamente alterato rispetto al titolo in cloro attivo. Tale diminuzione non dovrebbe comportare variazioni significative dal lato clinico; infatti tutti i prodotti da noi testati hanno un pH nettamente superiore a 11, alcuni un pH abbastanza alto (12,9 - 13 - 12,8), che li rende particolarmente attivi dal punto di vista dell'azione disinfettante aspecifica. È stato postulato (13) che, per ottenere un buon effetto antibatterico delle soluzioni di ipoclorito, il pH dovrebbe avere almeno un valore pari a 9. Possiamo vedere come tutti i prodotti, a distanza anche di 90 giorni, abbiano mantenuto un valore di pH nettamente superiore a 9, anche se con differenze significative riguardanti la candeggina C e D (in realtà lo stesso prodotto con due diluizioni), in cui si sono verificate le diminuzioni più significative.

Possiamo anche valutare come il pH sembra non influenzare la stabilità del titolo, avendo riscontrato come differenti prodotti

con un pH iniziale elevato abbiano un differente comportamento. È vero altresì che un prodotto con un basso pH ha un maggiore decremento, anche se non sembra esserci una correlazione tra i due fenomeni.

La concentrazione iniziale è un ulteriore parametro di valutazione abbastanza interessante. In linea teorica potremmo aspettarci che quanto più un prodotto è concentrato, tanto più questo tende rapidamente a perdere il suo titolo in cloro attivo. Se paragoniamo i campioni C e D, quest'ultimo, cioè la candeggina diluita al 50%, ha un decremento molto minore (del 35% contro il 58%); ma è anche vero che il Niclor 5, che presenta il titolo in cloro più alto, ha un decremento più ridotto. Riassumendo, la concentrazione è un fattore importante, per cui tanto più un prodotto è concentrato, tanto più questo, in generale, tende rapidamente a perdere il suo titolo in cloro attivo. Ma sembra verosimile che altrettanto importante sia la soluzione di partenza, ovvero il prodotto base con cui è stata poi fatta la diluizione: quanto più un prodotto è puro, è stato ben trattato e ben conservato, tanto più poi possiamo immaginare che il preparato base o la soluzione diluita si comportino bene, mantenendo il titolo.

Per quanto riguarda la stabilità del titolo nel tempo, possiamo notare come generalmente si abbia a distanza di un mese già un rilevante decremento. Il problema riguarda particolarmente i dentisti generici, che ese-

**Tab. 1 - Variazioni del pH e del titolo in cloro attivo di alcune soluzioni di ipoclorito di sodio dopo 0, 2, 30 e 90 giorni dall'apertura delle confezioni.**

**Tab. 1 - Variations in pH levels and chlorine concentration of several hypochlorite solutions at 0, 2, 30 and 90 days after the bottles had been opened.**

TITOLO CLORO	APERTURA		2GG.		30 GG.		90 GG.		DECRE- MENTO
	%	pH	%	pH	%	pH	%	pH	
Niclor 5	5,05	12,9	4,92	12,9	4,88	13,0	4,41	12,8	13%
Candeggina	4,24	12,8	3,91	12,9	3,04	12,7	2,51	12,1	40%
Candeggina	1,89	11,8	1,81	11,5	1,35	10,3	0,79	9,05	58%
Candeggina diluita 50%	0,97	12,7	0,83	11,9	0,74	11,2	0,63	9,72	35%
Niclor 5 a 4°C	5,08	13,0	5,06	13,0	4,98	12,9	4,92	12,9	03%

guono un minor numero di cure endodontiche, mentre in un reparto o in uno studio specialistico di Endodonzia è più facile che una confezione di ipoclorito da 500 millilitri nel giro di uno o due mesi venga completamente utilizzata, per cui non esistono problemi particolari di conservazione del prodotto nel tempo.

no sull'uso clinico dell'ipoclorito; è dunque importante una corretta conservazione del prodotto, una volta aperto, al fine di mantenerlo attivo e clinicamente valido più a lungo. Questo risulta vantaggioso sia in termini di economicità, per non dover rimpiazzare frequentemente la soluzione irrigante, sia in termini di validità del trattamento, proprio perché si ha a disposizione un lavaggio canalare sicuramente più efficace.

## CONCLUSIONI

In conclusione possiamo rilevare come vi siano in virtù della chimica dell'ipoclorito di sodio delle variazioni del titolo attivo sia prima, che, soprattutto dopo aver aperto le confezioni, e come possano sussistere delle variazioni durante il periodo di conservazione, se questo è superiore a un mese. Sarebbe quindi opportuno che il dentista, specialmente se non pratica molta Endodonzia, abbia a disposizione dei prodotti abbastanza freschi, cioè preparati di recente dalle case produttrici, per rendere minima l'inevitabile perdita di titolo in cloro attivo già in fase di immagazzinamento, cioè prima che le confezioni siano iniziate. Una volta aperti i preparati, abbiamo dimostrato come tale perdita possa essere significativamente ridotta conservando il prodotto a 4°C, oppure (come fa chi preferisce l'ipoclorito a delle concentrazioni del 2,5%) diluendo al 50% un prodotto più concentrato con acqua distillata sterile.

Sicuramente in entrambi i casi possiamo avere una maggiore stabilità della soluzione, che dura più a lungo o perlomeno mantiene per maggior tempo un titolo di cloro attivo tale da preservare inalterate o quasi le proprietà antisettiche e detergenti. Dopo 1-3 mesi si hanno delle diminuzioni abbastanza significative per quasi tutti i prodotti tranne che per il Niclor 5, che è appositamente studiato per l'Endodonzia. A 90 giorni abbiamo in genere variazioni per cui i prodotti perdono gran parte del titolo in cloro attivo, per cui viene ad essere ridotta l'azione solubilizzante, mentre meno significativa è la diminuzione dell'effetto antibatterico.

Il dentista deve essere consapevole di questi problemi, proprio perché essi influisco-

## BIBLIOGRAFIA

- 1 - Baumgartner JC, Cuenin PR. Efficacy of several concentrations of sodium hypochlorite for root canal irrigation. *J Endodon* 1992; 18: 605-12
- 2 - Dychdale GR. Chlorine and chlorine compounds. In: Block SS, ed. *Disinfection, sterilization and preservation*. Philadelphia: Lea & Febiger 1983; 157-82
- 3 - Ehrlich DG, Brian JD, Walker WA. Sodium hypochlorite accident: inadvertent injection into the maxillary sinus. *J Endodon* 1993; 19: 180-2
- 4 - Fabian TM, Walker SE. Stability of sodium hypochlorite solutions. *Am J Hosp Pharm* 1982; 39: 1016-7
- 5 - Gerhardt DE, Williams HN. Factors effecting the stability of sodium hypochlorite solutions used to disinfect dental impressions. *Quintessence Int* 1991; 22: 587-91
- 6 - Grossman LI. Irrigation of root canals. *JADA* 1943; 30: 1915
- 7 - Hand RE, Smith ML, Harrison JW. Analysis of the effect of dilution on the necrotic tissue dissolution property of sodium hypochlorite. *J Endodon* 1978; 4: 60-6
- 8 - Hoffmann PN, Death JE, Coates D. The stability of sodium hypochlo-

rite solutions. In: Collins CH, Alwood MC, Bloomfield SF et al, ed. *Disinfectants: their use and evaluation of effectiveness*. London Academic Press, 1981; 77-83

9 - Johnson BR, Remeikis NA. Effective shelf-life of prepared sodium hypochlorite solution. *J Endodon* 1993; 19: 40-3

10 - Koskinen KN, Stenval H, Uitto V. Dissolution of bovine pulp tissue by endodontic solutions. *Scand J Dent Res* 1980; 88: 406-11

11 - Piskin B, Turkun M. Stability of various sodium hypochlorite solutions. *J Endodon* 1995; 21: 253-5

12 - Spangberg L, Engstrom B, Langeland K. Toxicity and antimicrobial effect of endodontic antiseptics *in vitro*. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1983; 36: 856-71

13 - Spanberg L, Safavi K, Kayfman AY, Pascon EA. Antimicrobial for endodontic use. *J Endodon* 1988; 14: 175-8

14 - Thé SD. The solvent action of sodium hypochlorite on fixed and unfixed necrotic tissue. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1981; 47: 558-62