

THIAGO CARDOSO BULHÕES BRUM

**Análise química do precipitado formado na reação entre hipoclorito de sódio e
digluconato de clorexidina**

São Paulo
2012

THIAGO CARDOSO BULHÕES BRUM

**Análise química do precipitado formado na reação entre hipoclorito de sódio e
digluconato de clorexidina**

Versão Original

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Doutor, pelo Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas.

Área de Concentração: Endodontia

Orientador: Prof. Dr. Celso Luiz Caldeira

São Paulo

2012

Brum TCB. Análise química do precipitado formado na reação entre hipoclorito de sódio e digluconato de clorexidina. Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências Odontológicas.

Aprovado em: / /

Banca Examinadora

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Prof(a). Dr(a). _____ Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

Dedico esse trabalho aos meus pais, **Sueli e Gil**, que são os grandes responsáveis por todos os ensinamentos e princípios adquiridos ao longo da vida. Sou extremamente grato por tudo que fizeram por mim.

Ao meu irmão **Felipe**. Grande parceiro e melhor amigo que Deus me deu. Meu acorde dissonante nos momentos excessivamente racionais.

À minha esposa, **Valéria**, parceira escolhida para seguir por toda a vida. Obrigado por compreender minhas ausências. Só você sabe tudo que foi necessário abrir mão para que esse trabalho fosse realizado.

À toda a minha **família** e aos grandes **amigos**.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. **Celso Luiz Caldeira**, pela amizade ao longo de toda a pós-graduação.

Aos amigos **Márcio Ferrarini** e **João Paulo Fernandes dos Santos**, sem os quais esse trabalho não seria possível.

Aos Professores **Marcelo José Pena Ferreira** e **Liliana Marzorati** pela ajuda nessa tese.

À equipe da Central Analítica do IQ-USP, **Alessandra, Giovana, Janaína e Márcio**.

Ao Prof. Dr. **Giulio Gavini**. Obrigado pelas oportunidades.

Aos Professores **Danilo Minor Shimabuko, Érico de Mello Lemos, Dirce Akemi Sacaguti Kawakami, Sérgio Bellacosa**, por todos os ensinamentos ao longo de meu convívio com vocês.

Ao Prof. Dr. **Antônio Carlos Bombana**, *in memoriam*. Pessoa ímpar a todos que tiveram a honra de conhecê-lo.

Aos professores e amigos da **FMU**. Obrigado por todo o suporte durante essa longa jornada.

Aos colegas de USP, UNISANTA e UNICID.

Aos alunos de graduação e pós-graduação. Sempre aprendo com vocês.

Aos colegas mestrandos e doutorandos. Muitos momentos não serão esquecidos.

À CAPES pela bolsa de doutorado.

"O pessimista reclama do vento, o otimista espera que ele mude, o realista ajusta as velas."

Provérbio chinês

"Amo a liberdade, por isso deixo as coisas que amo livres. Se elas voltarem é porque as conquistei. Se não voltarem é porque nunca as possuí."

John Lennon

"Quando fizeres algo nobre e belo e ninguém notar, não fique triste, pois o sol toda manhã faz um lindo espetáculo e no entanto, a maioria da platéia ainda dorme..."

John Lennon

RESUMO

Brum TCB. Análise química do precipitado formado na reação entre hipoclorito de sódio e digluconato de clorexidina [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2012. Versão Original.

O digluconato de clorexidina reage com o hipoclorito de sódio formando um precipitado, que segundo a literatura, é composto por para-cloroanilina (PCA), ou por para-clorofenil uréia (PCU) e para-clorofenilguanidil-1,6-diguanidil-hexano (PCGH). Este estudo visou analisar quimicamente os produtos formados e a presença de PCA no precipitado. Para isso, foi realizada a reação de 50 mL de solução de hipoclorito de sódio a 5% (NaOCl) e de 50 mL de solução de digluconato de clorexidina a 2% (CLX) em proporções iguais (1:1). O precipitado foi separado do sobrenadante e desidratado. A CLX pura, uma amostra do precipitado puro e outra amostra de precipitado com adição de PCA foram diluídas em dimetilsulfóxido deuterado e analisados em ressonância magnética nuclear 1D ^1H (RMN) para verificar, por comparação, a presença da PCA no precipitado e para obtenção dos deslocamentos químicos dos produtos presentes no precipitado. Outra amostra do precipitado, de solução de CLX e de PCA foram separadas em cromatografia líquida de alta eficiência e analisadas em espectrômetro de massa (HPLC-ESI-MS) para identificação dos pesos moleculares dos compostos. A comparação do espectro do precipitado puro e do espectro do precipitado com adição de PCA permitiu analisar que o dubleto presente na região dos compostos aromáticos, referente à PCA, não está presente no espectro do precipitado puro demonstrando que não há PCA no precipitado. A análise do espectro de RMN do precipitado puro sugere que há formação de compostos com um e dois anéis aromáticos. Os espectros de massa permitem sugerir que há quebra da molécula de CLX, pelo hipoclorito de sódio, em sítios específicos (grupo biguanidil) que resultam na formação de fragmentos da molécula de clorexidina que se reorganizam formando oligômeros, ou seja, moléculas em que algumas unidades se repetem e, uma vez formadas, são estáveis e insolúveis em água. É possível concluir que no precipitado não há presença de PCA, sugerindo-se que haja PCGH e outros compostos com pesos moleculares maiores que o da clorexidina, denominados, neste estudo, C3, C4, C5, C6 e C7.

Palavras-chave: Soluções irrigantes. Digluconato de clorexidina. Hipoclorito de sódio. Ressonância magnética nuclear. Cromatografia líquida de alta eficiência. Espectrometria de massa

ABSTRACT

Brum TCB. Chemical analysis of the precipitate formed by mixing sodium hypochlorite and chlorhexidine digluconate [thesis]. São Paulo: Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia; 2012. Versão Original.

The reaction between chlorhexidine digluconate and sodium hypochlorite result in a precipitate, which according to the literature, is composed of para-chloroaniline (PCA), or para-chlorophenylurea (PCU) and para-chlorophenylguanidyl-1,6-diguanidyl-hexane (PCGH). The purpose of this study was to determine the chemical composition, the relative molecular weight of the compounds and whether PCA is formed in the precipitate. A 2% chlorhexidine digluconate solution was mixed in a 1:1 ratio with 5% NaOCl solution producing the precipitate. It was centrifuged, separated from the supernatant and dried. Pure CHX, the precipitate, as well as a mixture of precipitate and pure PCA were dissolved in deuterated dimethylsulfoxide and then analyzed using one-dimensional ^1H nuclear magnetic resonance (MNR) to determine whether PCA was formed and to obtain precipitate's chemical shifts. Other precipitate, CHX digluconate solution and PCA samples were analyzed using high performance liquid chromatography - electrospray ionization - mass spectrometry (HPLC-ESI-MS). Comparing the spectrum of the precipitate alone and precipitate with PCA allow to identify that PCA doublet peaks are not present in the spectrum of the precipitate alone, demonstrating that there are no PCA in the precipitate. NMR spectrum of the precipitate alone suggests that there is compounds with one and two aromatic rings. Mass spectra suggests that breaks in chlorhexidine molecule on specific sites (biguanidil groups), by sodium hypochlorite, results in fragments that forms oligomers molecules in wich some units are repeated and, once formed, are stable and insoluble in water. On the basis of this study, there is no PCA in the precipitate and suggesting that there may be other compounds like PCGH and others compounds, all of which are bigger in size than CHX, called, in this study, C3, C4, C5, C6 and C7.

Keywords: Endodontic irrigants. Chlorhexidine digluconate. Sodium hypochlorite. Nuclear magnetic resonance. High performance liquid chromatography. Mass spectrometry

Gracias por visitar este Libro Electrónico

Puedes leer la versión completa de este libro electrónico en diferentes formatos:

- HTML(Gratis / Disponible a todos los usuarios)
- PDF / TXT(Disponible a miembros V.I.P. Los miembros con una membresía básica pueden acceder hasta 5 libros electrónicos en formato PDF/TXT durante el mes.)
- Epub y Mobipocket (Exclusivos para miembros V.I.P.)

Para descargar este libro completo, tan solo seleccione el formato deseado, abajo:

