

Avaliação da composição química de cálculos biliares de mesmos pacientes, utilizando TG/DTG, DSC e DRX

Magali N. Tanaka¹ (IC), Dulce Magalhães² (PG), Flávio M. S. Carvalho (PQ), Jivaldo R. Matos² (PQ), Lucildes P. Mercuri^{4*} (PQ) *lpmercuri@gmail.com

¹CETEC-UNICSUL, ²Inst. de Química - USP, Inst. de Geociências-USP; ⁴Campus Diadema-UNIFESP.

Palavras Chave: TG/DTG, DSC, DRX, colesterol, bilirrubina,.

Introdução

Segundo Mercuri¹, os cálculos biliares foram classificados quanto a sua composição química em oito grupos distintos. Dentre eles um grupo apresentou apenas colesterol na sua composição. O objetivo desse trabalho é a caracterização de cálculos biliares vesiculares humanos de um mesmo paciente por análise térmica (TG e DSC). A partir da repetição de ensaios buscar-se-á avaliar a homogeneidade da amostra. Duas amostras de cálculos biliares, oriundas de dois pacientes submetidos à colecistectomia no HU-USP, foram identificadas como CALC1 (paciente 1) e CALC2 (paciente 2). Os resultados foram obtidos em triplicatas, utilizando as técnicas de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Termogravimetria - Termogravimetria derivada (TG/DTG), e Difração de Raio X (DRX). As curvas TG/DTG foram obtidas sob atmosfera de ar (50 mL/min) e as curvas DSC sob atmosfera de N₂ (100 mL/min). O aquecimento foi executado a 10°C/min para ambas as técnicas.

Resultados e Discussão

As curvas TG/DTG (Fig.1) mostram cinco eventos de perda de massa para a da amostra CALC1: 1,4±0,10% entre 27 e 87°C, 1,7±0,04% (87 a 170°C), 39,3±0,10% (170 a 405°C), 35,7±1,73% (405 a 590°C), 3,5±0,65% (590 a 770°C) e resíduo recolhido a 800°C apresentou 18,5±0,54% da massa inicial. Essas perdas de massa são devido à ocorrência de reações de desidratação e decomposição térmica. Aquela que ocorre entre 590 e 770°C é devido à decomposição térmica do CaCO₃ presente no material. Pode-se estimar que há cerca de 8% dessa espécie e que quantidade de resíduo é característica da presença de material inorgânico. A curva DSC indica dois eventos endotérmicos em 77±0,2°C e 111±7,5°C e um exotérmico em 461±3,1°C. As curvas TG/DTG (Fig. 2) mostraram que a amostra CALC2 é estável termicamente até ~200°C. Acima dessa temperatura ocorre decomposição térmica em duas etapas bem definidas: entre 198 e 380°C (? m₁ = 85,6±0,60%) e entre 380 a 530°C (? m₂ = 14,3±0,79%). O resíduo a 800°C é de 0,2±0,15%, indicando que, praticamente a decomposição térmica é total. Esse resultado confirma que a composição

química desse cálculo é de natureza orgânica. A curva DSC mostra dois eventos endotérmicos. O primeiro, devido à fusão do colesterol, ocorre a 147±0,1°C e o segundo a 297±0,1°C corresponde à decomposição térmica da espécie. O comportamento térmico dessa amostra é semelhante ao de um padrão de colesterol citado na literatura². O difratograma de raios X mostrou reflexões que confirmam a presença de colesterol.

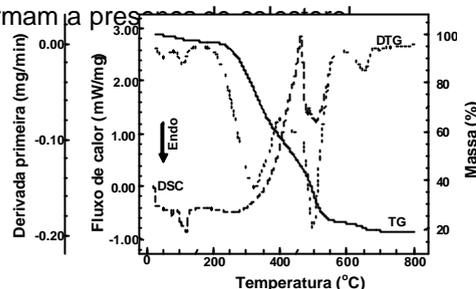


Fig 1. Curvas TG/DTG e DSC da amostra CALC1.

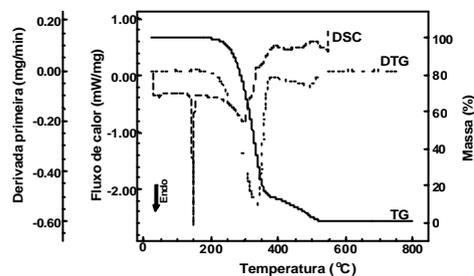


Fig 2. Curvas TG/DTG e DSC da amostra CALC2.

Conclusões

Os resultados, obtidos em triplicata, confirmam que, apesar de terem sido coletados vários cálculos biliares em cada paciente, as amostras são homogêneas entre si. Comparando os resultados de análise térmica a aqueles obtidos para uma amostra padrão, não há dúvidas que a amostra CALC2 apresenta cerca de 100% de colesterol em sua composição. A amostra CALC1 ainda está em fase de caracterização por outras técnicas físico-químicas e analíticas (análise elementar, espectroscopia de absorção no IV e DRX).

Agradecimentos

CNPq, FAPESP, CAPES

¹ Mercuri, L. P. Estudo Termoanalítico e Caracterização Química de Cálculos biliares e Bile humana, SP, **2000**, 145-147 (Tese de Doutorado).