

A importância da resolução de dados de DRX na análise de fármacos: estudo na Carbamazepina

S. G. Antonio^a, S. T. B Savi^a, S.M. Savassa^a, T. A. Catelani^a, M. A. S. Guerreiro^a, F.F.Ferreira^b, P. C. P. Rosa^c, C. O. Paiva-Santos^a

^aInstituto de Química, Unesp, Araraquara – SP

^bLaboratório Nacional de Luz Síncrotron, Campinas – SP

^cInstituto de Química, Unicamp, Campinas - SP

A Carbamazepina é amplamente utilizada como anticonvulsivante, possui 4 formas polimórficas e a Forma III (monoclínica, com grupo espacial $P2_1/c$) é a mais utilizada comercialmente. A Forma III é convertida em Forma I (triclínica, com grupo espacial $P\bar{1}$) sob aquecimento[1]. Para este trabalho foi realizado um aquecimento da forma III por 190° C por 30 min., a transformando na forma I. A Figura 1a (as figuras são apresentadas em espaço Q ($=2\pi/d$) e com ampliação na região entre 0,98 e 1,26 Å⁻¹) mostra o difratograma com dados de equipamento convencional, com fendas Soller de 5mm e, aparentemente, apenas a forma I está presente. Realizando medidas nas linhas D10B-XPD e D12A-XRD1 do LNLS (Fig. 1b) da mesma amostra observa-se que não apenas a forma I está presente, mas também a forma III. A pequena diferença de ajuste na Fig. 1a pode ser considerada estatisticamente normal e se deve à dificuldade para ajustar o perfil quando o feixe de raios X atinge uma região muito grande da amostra (problemas de planaridade da amostra). A priori, não temos motivo para imaginar que uma segunda fase está presente. Incluindo a forma III, no refinamento, para os dados do equipamento convencional, o método de Rietveld[2] forneceu ~ 1,7% da forma III enquanto que com dados do LNLS foi ~3,5%. Para obter resultados de equipamento convencional, compatíveis com os do LNLS optou-se pela utilização de fendas Soller de 2,5 mm (Fig 1c). Com a melhora da resolução do equipamento convencional foi possível a avaliação dessa pequena quantidade na mistura polimórfica. Com a resolução melhorada obteve-se ~ 3.6% de forma III, que é o mesmo valor obtido com Luz Síncrotron.

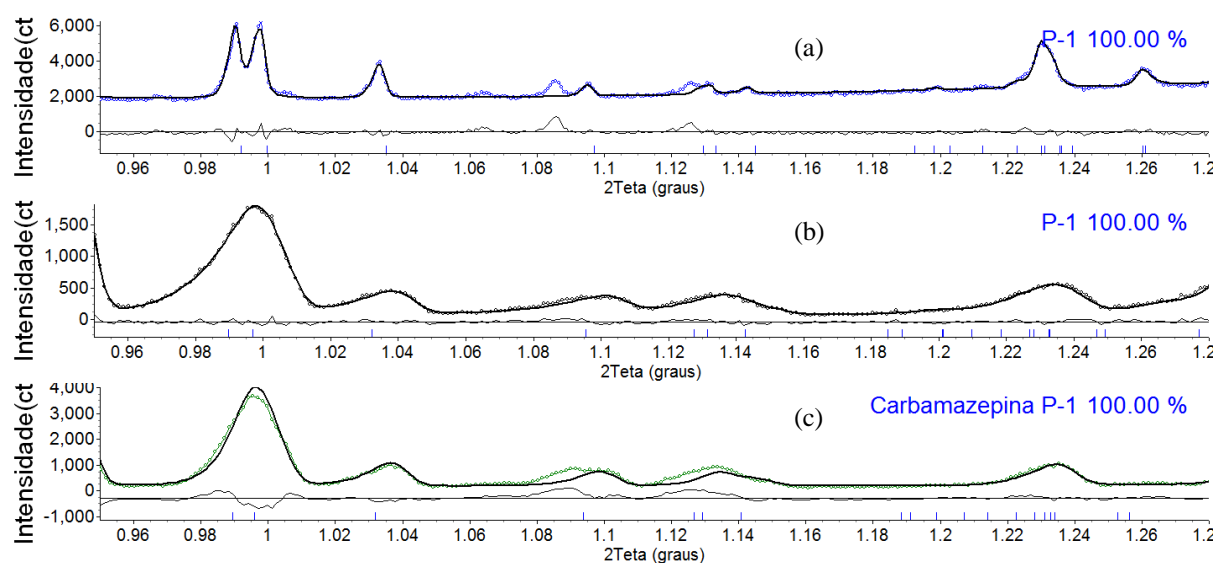


Figura 1: Ampliação da região entre 0,98 e 1,28 Å⁻¹. (a) Convencional Soller de 5mm; (b) LNLS; (c) Convencional Soller de 2,5 mm.

Agradecimentos: FAPESP; CNPq; Capes; Laboratório Nacional de Luz Síncrotron.

[1] Rodríguez-Spong, B., et al., *Adv. Drug Deliv Rev*, **56**(3), Pages 241-274 (2004).

[2] Rietveld, H.M., *J. Appl. Crystallogr.*, **(2)**, Pages 65-71. (1969).