

A DIFRAÇÃO DE RAIOS X E A CALORIMENTRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL PARA A AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DO ÁCIDO ACETILSALICÍLICO

Hadassa Emily da Silva Nobre, hadassa.nobre@discente.ufma.br¹,
Raychimam Douglas Santana Bezerra¹,
Marcos Silva de Sousa¹,
Luís Henrique Silva Queiroz¹,
Paulo Roberto da Silva Ribeiro¹.

1. Núcleo de Pesquisas em Ciências Farmacêuticas e Química Analítica Aplicada (NUPFARQ), Engenharia de Alimentos – Centro de Ciências Sociais, Saúde e Tecnologia (CCSST), Universidade Federal do Maranhão (UFMA), Imperatriz, MA, Brasil, CEP: 65.900-410.

RESUMO

INTRODUÇÃO: A calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) é uma técnica muito utilizada, pois permite que haja a determinação da pureza do fármaco, de forma direta, sem que haja o uso excessivo de materiais de referência, havendo, assim, o controle da qualidade dos medicamentos. Além disso, o DSC apresenta outras vantagens como um menor tempo de análise e de preparo da amostra. A Difração de Raios X (DRX) é uma técnica muito aplicada, sendo utilizada para análises quantitativas e qualitativas. Esta técnica consiste na incidência de radiação em uma amostra e na detecção dos fótons difratados. O Ácido Acetilsalicílico (AAS) é um fármaco utilizado como anti-inflamatório, antipirético, analgésico, conhecido popularmente como aspirina. Ele corresponde quimicamente ao ácido 2-acetoxibenzóico. O polimorfismo é uma propriedade importante que integra todas as formas sólidas de uma molécula. Seu conhecimento é de suma importância para a indústria farmacêutica para que não haja mudanças nas formas polimórficas resultando, no final, um fármaco de qualidade inferior. A estabilidade apresentada num poliformo faz com que o fármaco tenha um alto ponto de fusão e uma baixa solubilidade, o que proporciona que haja a continuação de toda a sua estrutura durante o armazenamento e consumo. Portanto, é importante que haja a análise por DRX e por DSC do AAS para determinar se há evento de polimorfismo. **OBJETIVO:** Realizar a caracterização estrutural e térmica do AAS avaliando a ocorrência de polimorfismo para essa substância e seu perfil térmico. **MATERIAIS E MÉTODOS:** O

AAS utilizado para análise foi fornecida *Sigma-Aldrich* apresentando alto grau de pureza ($\geq 99,0\%$). Esta substância foi submetida ao processo de Moagem Mecanoquímica (MM), na qual foi triturada por um período de 10 minutos, posteriormente, realizou-se a caracterização por Difração de Raios X pelo Método do Pó (DRXP) e termicamente por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), antes (AAS_{NT}) e após o processo de MM (AAS_T). **RESULTADOS:** Os resultados de DRXP junto ao método de refinamento de estruturas de Rietveld mostraram que o AAS_{NT} e o AAS_T apresentaram fases estruturais similares. Então, o fármaco se encontra em sua Forma I com os parâmetros de rede: $a = 11,454(2) \text{ \AA}$, $b = 6,592(4) \text{ \AA}$ e $c = 11,443(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,00^\circ$, $\beta = 95,76(8)^\circ$, $\gamma = 90,00^\circ$ e $V = 859,860 \text{ \AA}^3$, apresentando estrutura cristalina referente ao sistema monoclinico. O AAS_{NT} apresentou uma temperatura de fusão de $140,94^\circ\text{C}$ (T_{onset}), dentro da faixa de temperatura relatado na literatura. Entretanto, a amostra submetida pela MM, observou-se uma antecipação deste evento de fusão, ocorrendo em $132,49^\circ\text{C}$ (T_{onset}). Esta antecipação pode ser atribuída à diminuição do tamanho das partículas quando as amostras foram trituradas. Após a fusão, ocorreu um evento de evaporação entre $144,00$ e $151,78^\circ\text{C}$. **CONCLUSÃO:** Desta forma, este estudo foi capaz de investigar que o processo de obtenção por trituração não gerou formação de polimorfismo nas amostras de AAS. Entretanto, após o AAS ser submetido a trituração, houve uma antecipação no seu evento de fusão e de evaporação, isso ocorreu devido à diminuição do tamanho de partícula após o processo de MM. **Descritores:** Aspirina; Difração de Raios X; Calorimetria Exploratória Diferencial.