

Využití DSC ve farmacii – polymorfie piroxikamu

Úkol:

Pomocí DSC zhodnoťte vzorky piroxikamu. Na základě zjištěných teplot tání rozhodněte, zda se jedná o krystalickou formu I; II nebo jejich směs.

Teorie:

Piroxikam patří mezi nesteroidní protizánětlivé látky, které působí proti bolesti, zánětu a horečce. Primárním mechanismem těchto látek je inhibice cyklooxygenasy, klíčového enzymu syntézy prostanooidů. Existují tři krystalické formy piroxikamu, které se vzájemně liší rozpustností ve vodě. Forma III a II jsou však teplotně nestabilní a přecházejí na formu I.

Rozlišit jednotlivé formy piroxikamu je možné určením teplot tání. Polymorfní forma III přechází při zahřívání prakticky okamžitě do formy II (199 °C), která dále přechází do formy I (206 °C).

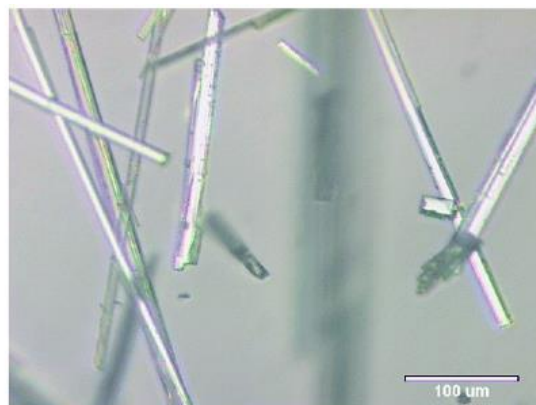
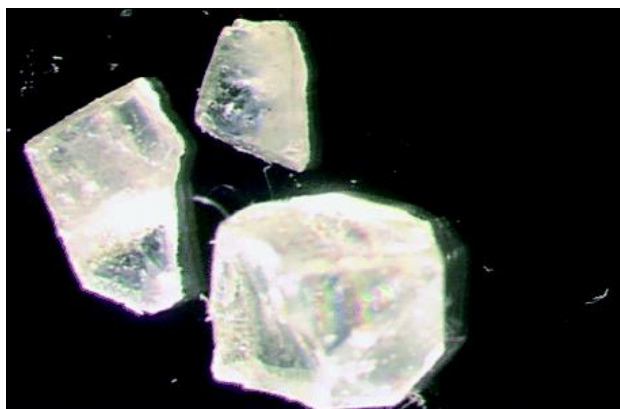
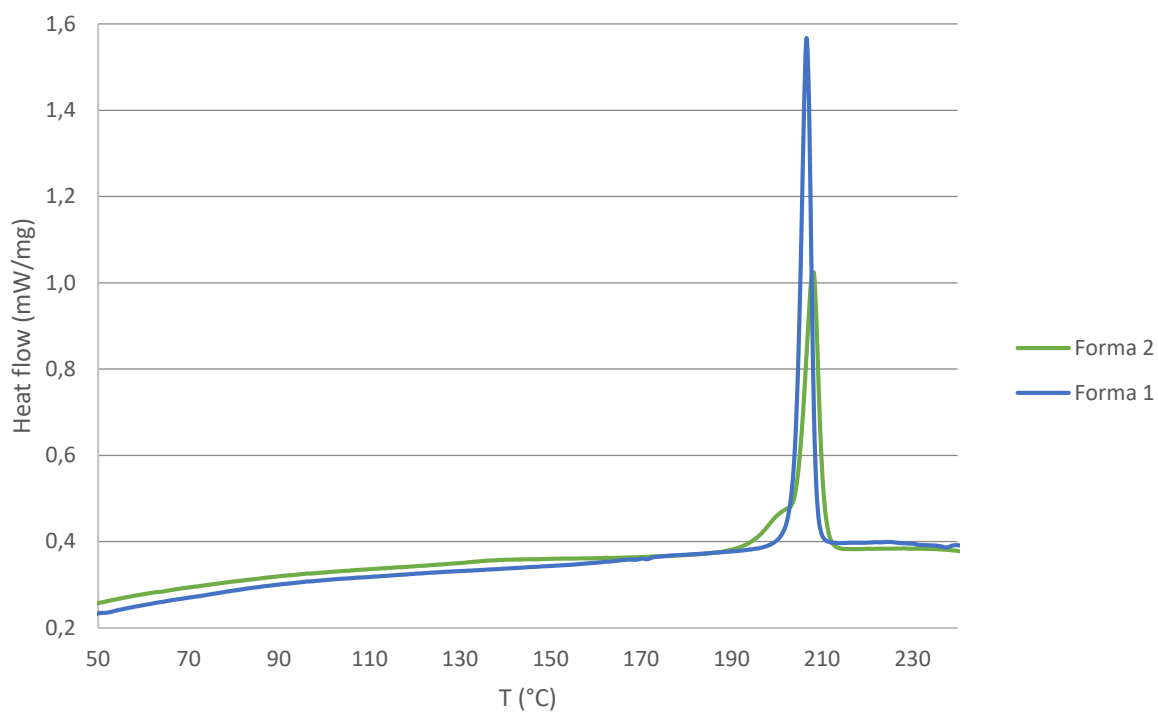
Postup:

- 1) Do perforované hliníkové pánvičky navažte přibližně 5 mg vzorku **1** (piroxikam rekrystalizovaný z methanolu) nebo **2** (piroxikam rekrystalizovaný z chloroformu).
- 2) Pánvičku uzavřete víčkem pomocí lisu a vložte do měřicí cely přístroje DSC 7.
- 3) Spusťte analýzu za použití těchto parametrů:

Parameters		Conditions	
T final	250	End condition	L
T start	40	Load temp	30
T min	40	Go to temp rate	20
T incr	35	Data delay	0
Scan rate	20	Y initial value	50
Y range	100		
Sample weight	Doplňte váhu vzorku		
Baseline status	Y		

- 4) Zadejte jméno kalibračního souboru pro baseline (zaznačena u přístroje).
- 5) Po skončení měření určete teploty tání pro jednotlivé píky na termogramu a porovnejte s definovanými teplotami tání (viz. teorie). Určete v jaké formě je piroxikam přítomen v daném vzorku.
- 6) Vzorek zobrazte pod optickým mikroskopem a popište geometrické uspořádání krystalů, srovnajte s obrázkem 1.

Termogram jednotlivých forem piroxikamu



Obrázek 1 Mikroskopické zobrazení formy I (vlevo) a formy II (vpravo)