**Пироксикам, капсулы ФС**

**Пироксикам, капсулы Взамен ВФС 42-2663-95**

**Piroxicamum, capsulae ВФС 42-3361-99**

Настоящая фармакопейная статья распространяется на лекарственный препарат пироксикам, капсулы. Препарат должен соответствовать требованиям ОФС «Капсулы» и ниже приведенным требованиям.

Cодержит не менее 90,0 % и не более 110,0 % от заявленного количества пироксикама C15H13N3O4S.

**Описание**. Содержание раздела приводится в соответствии с ОФС «Капсулы».

**Подлинность**

*1. Тонкослойная хроматография.* Основная зона адсорбции на хроматограмме испытуемого раствора Б по положению, интенсивности поглощения и величине должна соответствовать основной зоне адсорбции на хроматограмме раствора стандартного образца пироксикама (А) (раздел «Родственные примеси» (Другие примеси)).

*2. Спектрофотометрия***.** Спектр поглощения испытуемого раствора в области длин волн от 220 до 420 нм должен соответствовать спектру поглощения раствора стандартного образца пироксикама (раздел «Количественное определение»).

Растворение. Определение проводят в соответствии с ОФС «Растворение для твёрдых дозированных лекарственных форм» методом спектрофотометрии.

*Условия испытания*

|  |  |
| --- | --- |
| Аппарат: | «Вращающаяся корзинка»; |
| Среда растворения: | 0,1 М раствор хлористоводородной кислоты; |
| Объём среды растворения: | 900 мл; |
| Температура: | 37 ± 0,5 °С; |
| Скорость вращения корзинки: | 50 об/мин; |
| Время растворения: | 45 мин. |

*Испытуемый раствор*. В каждый сосуд для растворения с предварительно нагретой средой растворения помещают одну капсулу. Через 45 мин отбирают пробу раствора и фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата. При необходимости полученный раствор дополнительно разводят средой растворения до концентрации пироксикама около 5,5 мкг/мл.

*Раствор стандартного образца пироксикама.* Около 55 мг (точная навеска) стандартного образца пироксикама помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 70 мл метанола и доводят объем раствора тем же растворителем до метки. 1,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора средой растворения до метки.

*Раствор сравнения*. Среда растворения.

Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора и раствора стандартного образца пироксикама на спектрофотометре в максимуме поглощения при длине волны 333 нм в кювете с толщиной слоя 1 см.

Количество пироксикама, перешедшее в раствор, в процентах (*Х*) вычисляют по формуле:



|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *A1* | **–** | оптическая плотность испытуемого раствора; |
|  | *A0* | **–** | оптическая плотность раствора стандартного образца пироксикама; |
|  | *a0* | **–** | навеска стандартного образца пироксикама, мг; |
|  | *F* | **–** | фактор дополнительного разведения испытуемого раствора; |
|  | *L* | **–** | заявленное количество пироксикама в одной капсуле, мг; |
|  | *P* | **–** | содержание пироксикама в стандартном образце пироксикама, %. |

Через 45 мин в раствор должно перейти не менее 70 % (Q) пироксикама C15H13N3O4S.

**Родственные примеси.** Определение проводят методом ТСХ.

***Пиридин-2-амин.***

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254.

*Подвижная фаза (ПФ).* Диэтиламин – хлороформ 1:8.

*Испытуемый раствор.* Навеску содержимого капсул, соответствующую около 80 мг пироксикама, помещают в коническую колбу, прибавляют 25 мл хлороформа, встряхивают и фильтруют. Полученный фильтрат выпаривают досуха. Остаток растворяют в 2 мл хлороформа.

*Раствор стандартного образца пиридин-2-амина.* Около 20 мг стандартного образца пиридин-2-амина помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 60 мл хлороформа и доводят объем раствора тем же растворителем до метки.

На линию старта пластинки наносят 20 мкл (800 мкг) испытуемого раствора и 10 мкл (2 мкг) раствора стандартного образца пиридин-2-амина. Для проверки пригодности хроматографической системы в одну точку наносят 20 мкл (800 мкг) испытуемого раствора и 10 мкл (2 мкг) раствора стандартного образца пиридин-2-амина.

Пластинку с нанесенными пробами высушивают на воздухе, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет около 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры и сушат до удаления следов растворителей. Пластинку просматривают при УФ-свете при длине волны 254 нм.

На хроматограмме смеси для проверки пригодности хроматографической системы должны быть две четко разделенные зоны адсорбции.

На хроматограмме испытуемого раствора зона адсорбции, находящаяся на уровне зоны адсорбции пиридин-2-амина, по совокупности величины и интенсивности поглощения не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора стандартного образца пиридин-2-амина (не более 0,25 %).

***Другие примеси.***

*Пластинка.* ТСХ пластинка со слоем силикагеля F254.

*Подвижная фаза (ПФ).* Уксусная кислота ледяная – толуол 1:9.

*Испытуемый раствор А.* Используют испытуемый раствор, полученный в подразделе «Пиридин-2-амин».

*Испытуемый раствор Б.* 1,0 мл испытуемого раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 20 мл и доводят объем раствора хлороформом до метки.

*Раствор стандартного образца пироксикама (А).* Около 20 мг стандартного образца пироксикама помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл, растворяют в 6 мл хлороформа и доводят объем растворе тем же растворителем до метки.

*Раствор стандартного образца пироксикама (Б).* 0,25 мл раствора стандартного образца пироксикама (А) помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора хлороформом до метки.

*Раствор стандартного образца пироксикама (В).* 0,20 мл раствора стандартного образца пироксикама (А) помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора хлороформом до метки.

*Раствор для проверки чувствительности хроматографической системы.* 0,10 мл раствора стандартного образца пироксикама (А) помещают в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят объем раствора хлороформом до метки.

На линию старта пластинки наносят 5 мкл (200 мкг) испытуемого раствора А, 10 мкл (20 мкг) испытуемого раствора Б, 10 мкл (20 мкг) раствора стандартного образца пироксикама (А), 10 мкл (0,5 мкг) раствора стандартного образца пироксикама (Б), 10 мкл (0,4 мкг) раствора стандартного образца пироксикама (В) и 10 мкл (0,2 мкг) раствора для проверки чувствительности хроматографической системы.

Пластинку с нанесенными пробами высушивают на воздухе, помещают в камеру с ПФ и хроматографируют восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдет около 80 – 90 % длины пластинки от линии старта, ее вынимают из камеры и сушат до удаления следов растворителей. Пластинку просматривают при УФ-свете при 254 нм.

Хроматографическая система считается пригодной, если на хроматограмме раствора для проверки чувствительности хроматографической системы четко видна зона адсорбции.

Зона адсорбции любой примеси на хроматограмме испытуемого раствора А по совокупности величины и интенсивности поглощения не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора стандартного образца пироксикама (В) (не более 0,2 %) и зона адсорбции только одной примеси может быть более зоны адсорбции на хроматограмме раствора сравнения В, но ни одна из зон не должна превышать зону адсорбции на хроматограмме раствора стандартного образца пироксикама (Б) (не более 0,25 %). (не более 0,25 %).

Суммарное содержание примесей не должно превышать 1,5 %.

Однородность дозирования. В соответствии с ОФС «Однородность дозирования». Определение проводят методом спектрофотометрии в условиях испытания «Количественное определение».

*Испытуемый раствор*. Содержимое одной капсулы помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 60 мл растворителя, обрабатывают на ультразвуковой бане в течение 30 мин, охлаждают, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и фильтруют. При необходимости полученный раствор дополнительно разводят растворителем до концентрации пироксикама 6 мкг/мл.

Содержание пироксикама C15H13N3O4S в одной капсуле в процентах от номинального значения (*Х*) вычисляют по формуле:



|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *A*1 | **–** | оптическая плотность испытуемого раствора; |
|  | *A*0 | **–** | оптическая плотность раствора стандартного образца пироксикама; |
|  | *a*0 | **–** | навеска стандартного образца пироксикама, мг; |
|  | *P* | **–** | содержание пироксикама в стандартном образце пироксикама, %; |
|  | *F* | **–** | фактор дополнительного разведения испытуемого раствора; |
|  | *L* | **–** | заявленное количество пироксикама в одной капсуле, мг. |

**Микробиологическая чистота**. В соответствии с ОФС «Микробиологическая чистота».

**Количественное определение**. Определение проводят методом спектрофотометрии.

*Растворитель.* 10 мл 1 М раствора кислоты хлористоводородной помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора метанолом до метки.

*Испытуемый раствор.* Точную навеску содержимого капсул, соответствующую около 60 мг пироксикама, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 60 мл растворителя, обрабатывают на ультразвуковой бане в течение 30 мин, охлаждают, доводят объем раствора растворителем до метки и фильтруют. 1,0 мл полученного фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора растворителем до метки.

*Раствор стандартного образца* *пироксикама.* Около 20 мг (точная навеска) стандартного образца пироксикама помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 60 мл растворителя, обрабатывают на ультразвуковой бане в течение 30 мин, охлаждают и доводят объем раствора растворителем до метки. 3,0 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора растворителем до метки.

*Раствор сравнения*. Растворитель.

Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора и раствора стандартного образца пироксикама на спектрофотометре в максимуме поглощения при длине волны 333 нм в кювете с толщиной слоя 1 см.

Содержание пироксикама C15H13N3O4S в процентах от заявленного количества (Х) вычисляют по формуле:



|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *A*1 | **–** | оптическая плотность испытуемого раствора; |
|  | *A*0 | **–** | оптическая плотность раствора стандартного образца пироксикама; |
|  | *a*1 | **–** | навеска содержимого капсул, мг; |
|  | *a*0 | **–** | навеска стандартного образца пироксикама, мг; |
|  | *P* | **–** | содержание пироксикама в стандартном образце пироксикама, %; |
|  | *G* | **–** | средняя масса содержимого одной капсулы, мг; |
|  | *L* | **–** | заявленное количество пироксикама в одной капсуле, мг. |

**Хранение**. В защищенном от света месте.