**Пирфенидон ФС**

**Пирфенидон**

**Pirfenidonum Вводится впервые**

5-Метил-1-фенилпиридин-2(1*H*)-он



|  |  |
| --- | --- |
| C12H11NO | М.м. 185,22 |

 Cодержит не менее 98,0 % и не более 102,0 % пирфенидона C12H11NO в пересчете на сухое вещество.

**Описание.** Белый или почти белый кристаллический порошок.

**Растворимость.** Легко растворим в спирте 96%, умеренно растворим в воде, мало растворим в гептане.

**Подлинность**

*1. ИК-спектрометрия* (ОФС «Спектрофотометрия в инфракрасной области»).Инфракрасный спектр субстанции, снятый в диске с калия бромидом, в области от 4000 до 400 см-1 по положению полос поглощения должен соответствовать спектру стандартного образца пирфенидона.

*2. ВЭЖХ.* Время удерживания пика основного вещества на хроматограмме испытуемого раствора должно соответствовать времени удерживания пика пирфенидона на хроматограмме раствора стандартного образца пирфенидона (раздел «Количественное определение»).

**Родственные примеси.** Определение проводят методом ВЭЖХ (ОФС «Высокоэффективная жидкостная хроматография»).

*Буферный раствор.* К 650 мл воды прибавляют 0,9 мл триэтиламина и доводят значение рН до 3,00±0,05 фосфорной кислотой концентрированной.

*Подвижная фаза (ПФ).* Метанол—ацетонитрил—буферный раствор 130:220:650.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают около 50 мг (точная навеска) субстанции, растворяют в ПФ и доводят объём раствора тем же растворителем до метки.

*Раствор сравнения.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл испытуемого раствора и доводят объём раствора ПФ до метки.В мерную колбу вместимостью 20 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы.* В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 5 мг 2-амино-5-метилпиридина и 5 мг 5-метилпиридона-2 и доводят объём раствора ПФ до метки. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 1,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Хроматографические условия*

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка | 250 × 4,6 мм силикагель октилсилильный, эндкепированный для хроматографии (С8), 5 мкм; |
| Температура колонки | 40 °С; |
| Скорость потока | 1,0 мл/мин; |
| Детектор | спектрофотометрический, 220 нм; |
| Объём пробы | 15 мкл;  |
| Время хроматографирования | 4-х кратное от времени удерживания пирфенидона.  |

Хроматографируют раствор для проверки разделительной способности хроматографической системы, раствор сравнения и испытуемый раствор.

*Относительное время удерживания соединений.* Пирфенидон – 1 (около 17 мин); 2-амино-5-метилпиридин – около 0,14; 5-метилпиридон-2 – около 0,22.

*Пригодность хроматографической системы*. На хроматограмме раствора для проверки разделительной способности хроматографической системы *разрешение* (*R*) между пиками 2-амино-5-метилпиридина и 5-метилпиридона-2 должно быть не менее 3,0.

*Допустимое содержание примесей*. На хроматограмме испытуемого раствора:

– площадь пика любой примеси не должна превышать площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,05 %);

– суммарная площадь пиков всех примесей не должна превышать четырехкратную площадь основного пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,2 %).

Не учитывают пики, площадь которых составляет менее 0,6-кратной площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения (менее 0,03 %).

**Потеря в массе при высушивании.** Не более 0,5 % (ОФС «Потеря в массе при высушивании», способ 1). Около 1,0 г (точная навеска) субстанции высушивают до постоянной массы при температуре 80 °С и остаточном давлении 75 кПа.

**Сульфатная зола.** Не более 0,2 % (ОФС «Сульфатная зола»). Для определения используют около 1,0 г (точная навеска) субстанции.

**Остаточные органические растворители.** В соответствии с ОФС «Остаточные органические растворители».

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

**Количественное определение.** Определение проводят методом ВЭЖХ в условиях испытания «Родственные примеси» со следующими изменениями.

*Испытуемый раствор.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 5,0 мл испытуемого раствора, полученного в разделе «Родственные примеси», и доводят объём раствора ПФ до метки.

*Раствор стандартного образца пирфенидона.* В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают около 50 мг (точная навеска) стандартного образца пирфенидона, растворяют в ПФ и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 5,0 мл полученного раствора и доводят объём раствора ПФ до метки.

Хроматографируют раствор стандартного образца пирфенидона и испытуемый раствор.

Содержание пирфенидона C12H11NO в субстанции в процентах ($X$) в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле:

**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| где | *S1* | – | площадь пика пирфенидона на хроматограмме испытуемого раствора; |
|  | *S0* | – | площадь пика пирфенидона на хроматограмме раствора стандартного образца пирфенидона; |
|  | *а1* | – | навеска субстанции, мг; |
|  | *а0* | – | навеска стандартного образца пирфенидона, мг; |
|  | *W* | – | потеря в массе при высушивании, %; |
|  | *P* | – | содержание пирфенидона в стандартном образце пирфенидона, %. |

**Хранение.** Особые указания отсутствуют.