



Development and Validation of an HPLC Method for the Quantification of Sitagliptin in Plasma and Tablet Dosage Form

Muhammad ASHRAF^{1*}, Muhammad N. SHAHZAD², Muhammad M. HAYAT²,
Jameel RAHMAN³, Samina EJAZ¹, Hamza ALTAF², & Faizul H. NASIM³

¹ Department of Biochemistry and Biotechnology,

² Department of Pharmacy,

³ Department of Chemistry,

The Islamia University of Bahawalpur, Bahawalpur-63100, Pakistan.

SUMMARY. Sitagliptin is a new oral selective DPP4 inhibitor anti-diabetic drug. The objective of this study was to develop and validate a new HPLC method for the quantification of sitagliptin and its application in spiked plasma and tablet dosage form. The method was developed by using the C₁₈ ODS Hypersil column of 150 × 4.6 mm id with 5 μm particle size, mobile phase of acetonitrile and 0.01N potassium dihydrogen phosphate (70:30) at a flow rate of 1.0 mL/min. Eluate was detected at 269 nm with the retention time of 5.6 min. The limit of detection and limit of quantification were 0.095 and 0.19 μg/mL, respectively. Loratidine was used as an internal standard that co-eluted at 8.3 min. The method was found linear in the range of 0.19-200 μg/mL and %CV was within limits of FDA guidelines. The calibration curve was linear with the equation $y = 1.9308x + 7.5227$ with a correlation coefficient of 0.999. Accuracy of percentage recovery for between-batches and with-in-batch assays was 97.79-101.03 and 97.65-101.03, respectively. This developed method is more sensitive than the already reported methods and reproducible with all validation parameters with FDA guidelines.

RESUMEN. La sitagliptina es un nuevo fármaco oral antidiabético inhibidor selectivo de la DPP-4. El objetivo de este estudio fue desarrollar y validar un nuevo método HPLC para la cuantificación de sitagliptina y su aplicación en plasma y comprimidos. El método fue desarrollado utilizando una columna C₁₈ ODS Hypersil de 150 × 4,6 mm id con tamaño de partícula de 5 μm, fase móvil de acetonitrilo y dihidrógeno fosfato de potasio 0,01 N (70:30) a una velocidad de flujo de 1,0 mL/min. Los eluatos se detectaron a 269 nm con un tiempo de retención de 5,6 min. Los límites de detección y de cuantificación fueron 0,095 y 0,19 μg/mL, respectivamente. Loratidina fue utilizado como un estándar interno que co-eluyó a los 8,3 min. El método resultó lineal en el rango de 0,19 a 200 μg/mL y el %CV estuvo dentro de los límites establecidos por la FDA. La curva de calibración fue lineal con la ecuación $y = 7,5227 + 1.9308x$ con un coeficiente de correlación de 0,999. El porcentaje de recuperación de ensayos entre lotes y dentro de cada lote fue de 97,79 a 101,03 y 97,65 a 101,03, respectivamente. Este método desarrollado es más sensible y reproducible que los métodos ya informados, con todos los parámetros de validación establecidos por la FDA.

KEY WORDS: HPLC, loratidine, sitagliptin.

* Author to whom correspondence should be addressed. E-mail: dr.m.ashraf@gmail.com, muhammad.ashraf@iub.edu.pk