

Quick HPLC-PDA Method for Simultaneous Determination of Five Selected Quinolones in Commercial Pharmaceutical Formulations

Muhammad S. TAHIR¹, Mahmood AHMED^{2*}, Muhammad I. SHAFIQ^{3*},
Pareesa TARIQ³, Ahmad ADNAN¹, Ayoub RASHID¹, Quratulain SYED⁴ & Zahid ALI⁵

¹ Department of Chemistry, Government College University, Lahore, Pakistan

² Institute of Chemistry, University of the Punjab, Lahore, Pakistan 54590

³ Institute of Biochemistry and Biotechnology, University of the Punjab, Lahore, Pakistan 54590

⁴ Biotechnology and Food Research Centre, PCSIR, Lahore, Pakistan

⁵ Department of Biosciences, COMSATS Institute of Information Technology,
Park Road, Islamabad- Pakistan

SUMMARY. A rapid and simple isocratic liquid chromatographic method has been developed, optimized and subsequently validated for the simultaneous separation and unified quantification of five frequently prescribed quinolones, namely, pipemidic acid, ciprofloxacin hydrochloride, gemifloxacin mesylate, levofloxacin hemihydrate and moxifloxacin hydrochloride in commercial pharmaceutical formulations. The chromatographic resolution of selected quinolones was done employing Purospher Star RP-18 (4.6 mm × 25 cm, 5 μm) column maintained at 40 °C and a detector set at preferential detection wavelength of 278 nm. The optimized mobile phase was comprised of tri-sodium phosphate buffer (0.02 M), methanol, acetonitrile and methane sulfonic acid pumped at a ratio of 50:25: 25:0.1 (v/v). The mobile phase flow rate employed was 1 mL/min and run time of analysis was 8 min. The calibration curve was linear from 24-60 μg/mL for pipemidic acid and moxifloxacin, 15.0-40.0 μg/mL for ciprofloxacin and levofloxacin, and 19.20-51.20 μg/mL for gatifloxacin, with a coefficient of determination ≥ 0.9996 , while repeatability and intermediate precision (expressed as relative standard deviation) were ≤ 1.91 and 1.65 %, respectively. The proposed HPLC method was rapid and simple for the determination of selected quinolones in commercially available tablet formulations providing recoveries ≥ 99.31 %. Validation studies proved the precision and accuracy of the method in the established linearity range. Complete separation of analytes in the presence of placebo provided the justification of method specificity.

RESUMEN. Se ha desarrollado, optimizado y posteriormente validado un método de cromatografía líquida isocrático, rápido y sencillo para la separación simultánea y cuantificación unificada de cinco quinolonas prescritas con frecuencia, a saber, ácido pipemídico, clorhidrato de ciprofloxacina, mesilato de gemifloxacina, hemihidrato de levofloxacina y clorhidrato de moxifloxacina en formulaciones farmacéuticas comerciales. La resolución cromatográfica de las quinolonas seleccionadas se realizó utilizando una columna Purospher Star RP-18 (4,6 mm x 25 cm, 5 μm) mantenida a 40 °C y un detector establecido a una longitud de onda de detección preferencial de 278 nm. La fase móvil optimizada comprendía tampón trifosfato de sodio (0,02 M), metanol, acetonitrilo y ácido metanosulfónico bombeado en una relación de 50:25:25:0,1 (v/v). El caudal de fase móvil empleado fue de 1 mL/min y el tiempo de análisis de 8 min. La curva de calibración fue lineal de 24-60 μg/mL para el ácido pipemídico y moxifloxacina, 15.0-40.0 μg/mL para ciprofloxacina y levofloxacina y 19.20-51.20 μg/mL para gatifloxacina con un coeficiente de determinación ≥ 0.9996 , mientras que la repetibilidad y la precisión intermedia expresado como desviación estándar relativa) fueron $\leq 1,91$ y $1,65\%$, respectivamente. El método de HPLC propuesto fue rápido y sencillo para la determinación de las quinolonas seleccionadas en formulaciones de tabletas comercialmente disponibles que proporcionaron recuperaciones $\geq 99,31\%$. Los estudios de validez demostraron la precisión y exactitud del método en el intervalo de linealidad establecido. La separación completa de los analitos en presencia de placebo proporcionó la justificación de la especificidad del método.

KEY WORDS: HPLC; quinolones; unified quantification; validation.

* Authors to whom correspondence should be addressed. E-mails: mahmoodresearchscholar@gmail.com (Mahmood Ahmed), imtiazshafiq@yahoo.com (Muhammad I. Shafiq)