



A Sensitive and Rapid Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry Method for the Determination of Metoclopramide Hydrochloride in Human Plasma

N. RAMESH * & Ramakrishna SHABARAYA

*Department of Pharmaceutics, rinivas College of Pharmacy,
Farengipete Post, Mangalore-574143, Karnataka, India*

SUMMARY. A high performance liquid chromatography mass spectrometric method for the estimation of metoclopramide in human plasma was developed and validated by using cisapride as an internal standard. Sample preparation was accomplished by using liquid-liquid extraction method. Chromatographic separation achieved on a Eclipse XDB C18 (100 mm × 4.6 mm, 3.5 μm) column using a mobile phase consisting of methanol and ammonium acetate buffer 5 mM (50:50 v/v). The separation was carried out at ambient temperature with a flow rate of 1 mL/min. The injection volume was 10 mL and run time was 3 min. The RT of analyte (metoclopramide hydrochloride) and internal standard was 1.1 and 2.1 min. The method was validated over a concentration range of 0.532 ng/mL to 201.005 ng/mL for metoclopramide. The precision and accuracy of quality control samples for analyte met as per the FDA guidance criteria of ± 15% with coefficients of variation less than 15%. The lower limit of quantification (LLOQ) was found to be 0.530 ng/mL for metoclopramide. The method was simple, specific, precise and accurate. The method applied successfully for the bioavailability study of metoclopramide formulation in healthy, human, male volunteers.

RESUMEN. Se desarrolló y validó un método de cromatografía líquida de alta resolución con espectrometría de masas para la estimación de metoclopramida en plasma humano, utilizando cisaprida como patrón interno. La preparación de la muestra se llevó a cabo usando el método de extracción líquido-líquido. La separación cromatográfica se consiguió en una columna Eclipse XDB C18 (100 × 4,6 mm, 3,5 μm) utilizando una fase móvil que consistía en metanol y tampón de acetato de amonio 5 mM (50:50 v/v). La separación se llevó a cabo a temperatura ambiente con un caudal de 1 mL/min. El volumen de inyección fue de 10 mL y el tiempo de funcionamiento fue de 3 min. La RT del analito (clorhidrato de metoclopramida) y el patrón interno fue de 1,1 y 2,1 min. El método fue validado en un rango de concentración de 0.532 ng / mL a 201.005 ng/mL para metoclopramida. La precisión y exactitud de las muestras para el control de calidad del analito cumplieron con los criterios de la FDA de ± 15% con coeficientes de variación inferiores al 15%. Se encontró que el límite inferior de cuantificación (LLOQ) era 0.530 ng/mL para la metoclopramida. El método es simple, específico y preciso y se aplicó con éxito para el estudio de biodisponibilidad de la formulación de metoclopramida en voluntarios humanos hombres sanos.

KEY WORDS: bioavailability study, human plasma, LCMS-MS method, liquid-liquid extraction, metoclopramide hydrochloride.

* Author to whom correspondence should be addressed. *E-mail:* ramesh7779@gmail.com