



Gemifloxacin Mesylate Determination in Raw Material, Dosage Form and Human Plasma: an Application to *In Vivo* Analysis

Huma ALI^{1*}, S.M. Tariq RAFI², Saadia IKRAM², Farya ZAFAR³, Sadaf NAEEM¹,
Erum ZAHEER¹, Neelam MALLICK⁴, Sohail KHAN³, Amber NAWAB⁵ & Anum TARIQ¹

¹ Institute of Pharmaceutical Sciences Jinnah Sindh Medical University, Karachi, Pakistan

² Jinnah Sindh Medical University, Karachi, Pakistan

³ Faculty of Pharmacy & Pharmaceutical Sciences, University of Karachi, Karachi, Pakistan

⁴ Ajman University of Science and Technology, Ajman, UAE

⁵ Faculty of Pharmacy, Jinnah University for Women, Karachi, Pakistan

SUMMARY. Nowadays various quality control procedures, *in vivo* and *in vitro* drug inferences, related pharmacokinetic estimates and chemical elucidations extensively demand the exceedingly precise method with optimal application in pharmaceutical practices. Present work elaborates the validation of high pressure liquid chromatographic method (HPLC) for the assessment of gemifloxacin in raw materials, bulk formulations, and finish products and also in plasma samples. Mobile phase was composed of acetonitrile and phosphate buffer in a ratio of 20:80. Chromatographic parameters were established using Shimadzu LC-20 AT and SPD-20A HPLC instrument with column RP-8 (150 × 4.6 mm, 5 μm Mightysil star), 267 nm wavelength with the flow rate of 1 mL/min. Total duration of sample run was 10 min. Validation activity was carried out in the light of ICH Q2B recommendations including linearity, accuracy, range, precision, sensitivity, ruggedness and robustness. The method was found accurate with percentage recoveries 101.16, 98.74, and 98.82% at strengths of 50, 100, and 150%, respectively, with RSD 1.380% (*i.e.* < 2%). The RSD for intra-day precision was assessed in the range of 0.990-1.447% whereas the values for inter-day were 0.557-0.950%. Method was found linear in 0.5-150 μg/mL range of concentrations. The intended method was found specific, precise, sensitive (LOD/LOQ: 0.4003/1.2132 μg/mL), and cost-effective with suitable resolution property. Analytical recovery values in mobile phase and plasma were found acceptable. Therefore it can be utilized effectively for the routine estimation of gemifloxacin in pharmaceutical formulations, raw materials and may be applicable in biological samples as well due to high sensitivity value.

RESUMEN. Hoy en día, diversos procedimientos de control de calidad, inferencias farmacológicas *in vivo* e *in vitro*, estimaciones farmacocinéticas relacionadas y aclaraciones químicas exigen ampliamente métodos extremadamente precisos con una aplicación óptima en las prácticas farmacéuticas. El presente trabajo elabora la validación del método de cromatografía líquida de alta presión (HPLC) para la evaluación de gemifloxacina en materias primas, formulaciones a granel y productos finales y también en muestras de plasma. La fase móvil estaba compuesta de acetonitrilo y tampón fosfato en una proporción de 20:80. Los parámetros cromatográficos se establecieron usando el instrumento HPLC Shimadzu LC-20 AT y SPD-20A con columna RP-8 (150 × 4,6 mm, estrella Mightysil de 5 μm), longitud de onda de 267 nm con una velocidad de flujo de 1 mL/min. La duración total de la muestra fue de 10 min. La actividad válida se llevó a cabo a la luz de las recomendaciones ICH Q2B que incluyen linealidad, seguridad, rango, precisión, sensibilidad, solidez y robustez. El método se encontró exacto con recuperaciones porcentuales de 101.16, 98.74 y 98.82% a resistencias de 50, 100 y 150%, respectivamente, con RSD 1.380% (es decir, < 2%). La RSD para la precisión intra-día se evaluó en el rango de 0.990-1.447% mientras que los valores para el día fueron 0.557-0.950%. El método se encontró lineal en un rango de concentraciones de 0.5-150 μg/mL. El método previsto se encontró específico, preciso, sensible (LOD/LOQ: 0.4003/1.2132 μg/mL) y rentable con una propiedad de resolución adecuada. Los valores de recuperación analítica en fase móvil y plasma se consideraron aceptables. Por lo tanto, se puede utilizar de manera efectiva para la estimación de rutina de gemifloxacina en formulaciones farmacéuticas, materias primas y también puede ser aplicable en muestras biológicas debido al alto valor de sensibilidad.

KEY WORDS: analytical recovery, gemifloxacin. HPLC method, *in vivo*, precision, specificity, validation.

* Author to whom correspondence should be addressed. E-mail: humaali80@live.com