

Stability Indicating Isocratic RP-HPLC Method for Simultaneous Estimation of Amlodipine and Valsartan in Pharmaceutical Solid Dosage Form

Hafiz Muhammad IBRAHIM^{1,2}, Haroon Khalid SYED¹, Muhammad AFFAN², Saba ANEES²,
Gabriel Onn Kit LOH³, Muhammad Shahid IQBAL^{4*}, Salah-Ud-Din KHAN⁵ & Fahad I. AL-SAIKHAN⁴

¹ Department of Pharmaceutics, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Government College University,
Faisalabad, 38000, Faisalabad, Pakistan

² Saffron Pharmaceuticals (Pvt.) Ltd. 19 Km, Sheikhpura Road, Faisalabad, Pakistan

³ Bioxis Sdn Bhd, Plot 301 (b), Jalan Perindustrian Bukit Minyak 8, Taman Perindustrian Bukit Minyak,
14100, Simpang Ampat, Pulau Pinang, Malaysia

⁴ Department of Clinical Pharmacy, College of Pharmacy,

Prince Sattam bin Abdulaziz University, Al-Kharj, 11942, Saudi Arabia

⁵ Department of Biochemistry, College of Medicine, Imam Mohammad Ibn Saud Islamic University,
Riyadh, Saudi Arabia

SUMMARY. A RP-HPLC isocratic method for simultaneous estimation of valsartan and amlodipine in pharmaceutical solid dosage preparations *i.e.* in tablets, capsules and powders has been developed and validated. The chromatographic analysis was performed on a 5 μm particle C-18 (Zorbax Eclipse Plus, USA) column (4.6 \times 150 mm) and evaluated the system suitability through theoretical plates (N), tailing factor (T) and %RSD. Acetonitrile and water (1:1) were used as diluents. The mobile phase, methanol:acetonitrile: solution A (30:30:40, v/v/v) at a flow rate of 1.5 mL/min was used. UV detection was performed at 237 nm and peak was identified with a retention time as compared with standard. The limit of detection of amlodipine and valsartan was 0.35 $\mu\text{g/mL}$ and 5.42 $\mu\text{g/mL}$, respectively, while the limit of quantification was 1.05 $\mu\text{g/mL}$ and 16.42 $\mu\text{g/mL}$, respectively. The proposed method was found to be linear from 8.0 to 40 $\mu\text{g/mL}$ for amlodipine having a correlation coefficient of 0.9999. For valsartan, the method was found to be linear from 80.0 to 400 $\mu\text{g/mL}$ having correlation coefficient 0.9999. The samples were also studied for accelerated ($40 \pm 2^\circ\text{C}/75\% \pm 5\%$) and long-term storage conditions ($30 \pm 2^\circ\text{C}/65\% \pm 5\%$) for 6 months. The recovery was found between 98.80%-102.84% for both amlodipine and valsartan from tablet formulation and no interference peaks were found during stability study. The method was validated as per ICH guideline and found beneficial for routine analysis and simultaneous estimation of amlodipine and valsartan in the pharmaceutical solid dosage form.

RESUMEN. Se ha desarrollado y validado un método isocrático RP-HPLC para la estimación simultánea de valsartán y amlodipina en preparaciones farmacéuticas sólidas, es decir, en tabletas, cápsulas y polvos. El análisis cromatográfico se realizó en una columna C-18 de partículas de 5 μm (Zorbax Eclipse Plus, EE. UU.) (4,6 \times 150 mm) y se evaluó la idoneidad del sistema mediante platos teóricos (N), factor de colas (T) y % RSD. Se usaron acetonitrilo y agua (1:1) como diluyentes. Se utilizó la fase móvil metanol:acetonitrilo:solución A (30:30:40) a un caudal de 1,5 mL/min. La detección UV se realizó a 237 nm y el pico se identificó con un tiempo de retención en comparación con el estándar. El límite de detección de amlodipina y valsartán fue de 0,35 $\mu\text{g/mL}$ y 5,42 $\mu\text{g/mL}$, respectivamente, mientras que el límite de cuantificación fue de 1,05 $\mu\text{g/mL}$ y 16,42 $\mu\text{g/mL}$, respectivamente. Se encontró que el método propuesto era lineal desde 8,0-40 $\mu\text{g/mL}$ para amlodipina con un coeficiente de correlación de 0,9999. Para valsartán, el método se encontró lineal desde 80,0-400 $\mu\text{g/mL}$ con un coeficiente de correlación de 0,9999. Las muestras también se estudiaron para condiciones de almacenamiento aceleradas ($40 \pm 2^\circ\text{C}/75\% \pm 5\%$) y a largo plazo ($30 \pm 2^\circ\text{C}/65\% \pm 5\%$) durante 6 meses. La recuperación se encontró entre 98,80%-102,84% para amlodipina y valsartán de la formulación de tableta y no se encontraron picos de interferencia durante el estudio de estabilidad. El método se validó según las pautas de la ICH y se consideró beneficioso para el análisis de rutina para la estimación simultánea de amlodipino y valsartán en la forma farmacéutica sólida.

KEY WORDS: amlodipine besylate, RP-HPLC, tablets, valsartan,

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