

## Development and Validation of a RP-HPLC Method for the Quantitation and Dissolution Studies of Valdecoxib

Marcio FRONZA, Liberato Brum JUNIOR, Micheli WRASSE,  
Thiago BARTH & Sérgio Luiz DALMORA\*

*Department of Industrial Pharmacy, Health Science Center,  
Federal University of Santa Maria, 97.105-900 - Santa Maria-RS, Brasil*

---

**SUMMARY.** An isocratic high-performance liquid chromatography (HPLC) procedure was developed for the dissolution rate studies and quantitative determination of valdecoxib in solid dosage forms and in active pharmaceutical ingredient. HPLC separation was carried out by reversed phase chromatography on a Synergi® fusion C<sub>18</sub> column (150 mm x 4.6 mm i.d.; 4 µm particle size), held at 30 °C. The mobile phase consisted of water, pH 7.0/acetonitrile (52:48, v/v), run at a flow rate of 1.0 mL/min and with UV detection at 210 nm. Method validation investigated parameters such as the linearity ( $r^2=0.9999$ ), range, precision, accuracy, robustness and specificity. The method yielded good results with a quantitation limit of 50 ng/mL and a detection limit of 10 ng/mL. The dissolution test conditions and the dissolution medium was chosen as 0.5% of sodium lauryl sulfate in water at a stirring rate of 75 rpm. The described method can be successfully applied for the analysis of tablets, active pharmaceutical ingredient and drug dissolution studies.

**RESUMEN.** “Desarrollo y Validación de Método por HPLC para la Cuantificación y Estudios de Disolución de Valdecoxib”. En el presente trabajo se desarrolló y validó un método por cromatografía líquida de alta eficacia (CLAE) para los estudios de disolución y la estimación cuantitativa de valdecoxib en tabletas y en el ingrediente farmacéutico activo. En la técnica de CLAE se utilizó una columna cromatográfica Synergi® fusión de fase reversa RP-18 (150 x 4,6 mm) de 4 µm a 30 °C. La fase móvil estuvo compuesta por agua de pH 7,0-acetonitrilo (52:48, v/v), velocidad de flujo fue de 1,0 mL/min y se utilizó un detector ultravioleta con longitud de onda fijada a 210 nm. En la validación del método analítico se determinaron los siguientes parámetros de validación: linealidad ( $r^2=0.9999$ ), curva de calibración, precisión, exactitud, robustez y especificidad; el método rindió buenos resultados con un límite de cuantificación de 50 ng/mL y un límite de detección de 10 ng/mL. El perfil de disolución se realizó en agua conteniendo 0,5% de lauril sulfato de sodio como medio de disolución a 75 rpm. El método desarrollado se empleó con éxito para el análisis de las tabletas, del ingrediente farmacéutico activo y para los estudios de disolución.

---

**KEY WORDS:** Valdecoxib, Dissolution, RP-HPLC, Validation.

**PALABRAS CLAVE:** Valdecoxib, disolución, CLAE, validación

\* Author to whom correspondence should be addressed. *E-mail:* sdalmora@ccs.ufsm.br