

A New Isocratic Stability-Indicating HPLC Method for Simultaneous Analysis of Sildenafil and Dapoxetine in Fixed-Dose Combination Tablet Form

Cem SARIOĞLU & Serap SAĞLIK ASLAN *

Istanbul University, Faculty of Pharmacy, Department of Analytical Chemistry,
34116. Beyazit, Istanbul, Turkey

SUMMARY. A new isocratic stability-indicating high-performance liquid chromatography (HPLC) method has been developed and validated for the simultaneous determination of Sildenafil (SIL) and Dapoxetine (DAP) in solid dosage form. The chromatographic separations were achieved with a Waters Xterra C18 (4.6 × 250 mm, 5 μm) column, using a mixture of acetonitrile and phosphate 9.5 buffer (70:30, v/v) as a mobile phase, under isocratic elution mode with a flow rate of 1.3 mL/min, and ultraviolet (UV) detection was set at 228 nm. The oven temperature for the column was set and maintained at 25 °C. The method was validated according to International Conference on Harmonization (ICH) guidelines, and it demonstrated excellent linearity, with a correlation coefficient of 0.99969 and 0.99997 for SIL and DAP, respectively, over the concentration ranges of 0.25-0.75 mg/mL (SIL) and 0.15-0.45 mg/mL (DAP). The retention time (tR) was found to be 2.7 and 6.1 min for SIL and DAP, respectively. Extensive stress degradation studies were conducted by subjecting the analytes to various stress conditions of acidic and alkaline hydrolysis as well as oxidative, photolytic, and heat degradations. The method was found to efficiently separate the analytes' peaks from that of the degradation products, without any variation in their retention times. The limit of detection (LOD) and the limit of quantification (LOQ) values were 0.318 and 1.060 μg/mL for SIL, 0.316 and 1.053 μg/mL for DAP, respectively. Recovery percentages were found to be 99.07-100.37% for SIL and 99.43-100.11% for DAP. The method was applied to simultaneous analysis of SIL and DAP in tablet dosage form. The proposed method is simple, rapid, selective and reproducible. It can be recommended to be used for simultaneous analysis of SIL and DAP in pharmaceutical industry.

RESUMEN. Se ha desarrollado y validado un nuevo método de cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) con estabilidad isocrática para la determinación simultánea de Sildenafil (SIL) y Dapoxetine (DAP) en forma de dosificación sólida. Las separaciones cromatográficas se lograron con una columna Waters Xterra C18 (4,6 × 250 mm, 5 μm), utilizando una mezcla de acetonitrilo y tampón fosfato 9.5 (70:30, v/v) como fase móvil, en modo de elución isocrática con una velocidad de flujo de 1,3 mL/min, y la detección ultravioleta (UV) se ajustó a 228 nm. La temperatura del horno para la columna se ajustó y se mantuvo a 25 °C. El método se validó de acuerdo con las pautas de la Conferencia Internacional de Armonización (ICH) y demostró una excelente linealidad, con un coeficiente de correlación de 0.99969 y 0.99997 para SIL y DAP, respectivamente, en los rangos de concentración de 0.25-0.75 mg/mL (SIL) y 0,15-0,45 mg/mL (DAP). Se encontró que el tiempo de retención (tR) era de 2.7 y 6.1 mins para SIL y DAP, respectivamente. Se llevaron a cabo estudios exhaustivos de degradación por estrés sometiendo a los analitos a diversas condiciones de estrés de hidrólisis ácida y alcalina, así como degradaciones oxidativas, fotolíticas y térmicas. Se encontró que el método separaba eficientemente los picos de los analitos de los de los productos de degradación, sin ninguna variación en sus tiempos de retención. El límite de detección (LOD) y el límite de cuantificación (LOQ) fueron 0.318 y 1.060 μg/mL para SIL y 0.316 y 1.053 μg/mL para DAP, respectivamente. Los porcentajes de recuperación fueron 99.07-100.37% para SIL y 99.43-100.11% para DAP. El método se aplicó al análisis simultáneo de SIL y DAP en forma de comprimidos. El método propuesto es simple, rápido, selectivo y reproducible. Se puede recomendar su uso para el análisis simultáneo de SIL y DAP en la industria farmacéutica.

KEY WORDS: dapoxetine, high-performance liquid chromatography, sildenafil, tablet analysis.

* Author to whom correspondence should be addressed. E-mails: serapsaglik@yahoo.com, ssaglik@istanbul.edu.tr