

DEVELOPMENT AND VALIDATION OF THE HIGH-PRESSURE LIQUID CHROMATOGRAPHY METHOD FOR PROPYLTHIOHINOTIADIAZOL DOSAGE

Uncu Andrei

Scientific adviser: Valica Vladimir

Scientific Center of Drug, *Nicolae Testemitanu* SUMPh

Background. Propylthiohinothiadiazole is a thiadiazole derivative with pronounced antimycobacterial action. Substance is researched in order to develop methods of analysis and standardization, analytical documents regulating quality for use as an active principle in the development of pharmaceutical forms. **Objective of the study.** Elaboration of the work technique and validation of the HPLC method for dosing propylthiohinothiadiazole. **Material and Methods.** 3 series of propylthiohinothiadiazole, internal reference standard of 2-(propylthio)-5H-[1,3,4- θ]-thiadiazole[2,3-b- θ]-quinazolin-5-one substance with concentration 99,98%, chromatographic system Shimadzu LC-20AD HPLC with UV-VIS detector, acetonitrile and dimethylsulfoxide of purity grade "pro HPLC analysis" (Sigma Aldrih and Merck), bidistilled purified water. **Results.** Linearity is proved for concentrations of 5-30 $\mu\text{g/ml}$, the linear regression equation is $y=36472x-44580$, $R^2=0.9929$. The limit of detection is 0,729 $\mu\text{g/ml}$ and the limit of quantification is 2,210 $\mu\text{g/ml}$. It was established that the method is accurate (mean recovery values at 80%, 100% and 120% concentration levels were close to 100%). The accuracy of the method was expressed by repeatability and intermediate accuracy. The variation of the chromatographic conditions established that the method is robust. For all validation parameters, RSD was less than 1. **Conclusion.** The validation results show that the developed HPLC method is simple, fast, accurate and reproducible.

Keywords: HPLC, propylthiohinothiadiazole, dosing, validation.

ELABORAREA ȘI VALIDAREA METODEI CROMATOGRAFICE DE LICHIDE DE ÎNALTĂ PRESIUNE PENTRU DOZAREA PROPILTIOHINOTIADIAZOLULUI

Uncu Andrei

Conducător științific: Valica Vladimir

Centrul Științific al Medicamentului, USMF „Nicolae Testemitanu”

Introducere. Propiltiohinothiadiazolul este un derivat de tiadiazol cu acțiune antimicobacteriană pronunțată. Substanța este cercetată în vederea elaborării metodelor de analiză și standardizare a documentelor analitice de normare a calității pentru utilizare în calitate de principiu activ la elaborarea formelor farmaceutice. **Scopul lucrării.** Elaborarea tehnicii de lucru și validarea metodei HPLC de dozare a propiltiohinothiadiazolului. **Material și Metode.** 3 serii de substanță propiltiohinothiadiazol, standard de referință intern de 2-(propiltio)-5H-[1,3,4- θ]-tiadiazol[2,3-b- θ]-quinazolin-5-onă substanță cu concentrația 99,98%, sistemul cromatografic HPLC Shimadzu LC-20AD cu detector UV-VIS, acetonitril și dimetilsulfoxid grad de puritate „pro HPLC analysis” (Sigma Aldrih și Merck), apă purificată bidistilată. **Rezultate.** Linearitatea se respectă pentru concentrații de 5-30 $\mu\text{g/ml}$, ecuația regresiei lineare este $y = 36472x - 44580$, $R^2 = 0,9929$. Valoarea limitei de detecție este de 0,729 $\mu\text{g/ml}$ și a limitei de cuantificare de 2,210 $\mu\text{g/ml}$. S-a stabilit că metoda este exactă (valorile medii ale recuperării la nivelele de concentrație 80%, 100% și 120% au fost apropiate de 100%). Precizia metodei a fost exprimată prin repetabilitate și precizie intermediară. La variația condițiilor cromatografice s-a stabilit că metoda este robustă. Pentru toți parametrii de validare RSD a fost mai mic de 1. **Concluzii.** Rezultatele validării denotă că metoda HPLC elaborată este simplă, rapidă, exactă și reproductibilă.

Cuvinte-cheie: HPLC, propiltiohinothiadiazol, dozare, validare.