

CZU 615.214.074:547.756:543.544.5

**VALIDAREA METODEI HPLC PENTRU DOZAREA  
DIOXOINDOLINONEI****Tatiana ȘTEFANEȚ<sup>1\*</sup>, Fliur MACAEV<sup>3</sup>, Eugenia STÂNGACI<sup>3</sup>,  
Vladimir VALICA<sup>1,2</sup>**<sup>1</sup>*Catedra de chimie farmaceutică și toxicologică*<sup>2</sup>*Centrul Științific al Medicamentului**Universitatea de Stat de Medicină și Farmacie „Nicolae Testemițanu”,  
Republica Moldova*<sup>3</sup>*Institutul de Chimie, Chișinău, Republica Moldova*Autor corespondent\*: [tatiana.stefanet@usmf.md](mailto:tatiana.stefanet@usmf.md)

**Introducere.** Cromatografia de lichide de înaltă presiune (HPLC) este metoda analitică modernă, avantajoasă și rentabilă. Procesul de validare este esențial în asigurarea calității rezultatelor analitice, fiind necesar în domeniul industriei farmaceutice. Validarea implică testarea metodei pe diferite eșantioane și compararea rezultatelor obținute cu valorile de referință, precum și evaluarea altor parametri, precum stabilitatea sau limita de detecție. Astfel, validarea asigură că rezultatele obținute sunt precise și specifice.

Bolile psihice au o mare putere invalidantă, o evoluție îndelungată, iar recuperarea necesită eforturi considerabile și timp îndelungat. Astfel, sunt foarte actuale cercetările noilor compuși utilizați în tratamentul bolilor psihice, precum și elaborarea metodelor de analiză a acestora. Dioxoindolinonă, (1'-(2-oxo-propil)-spiro [[1,3] dioxolane-2',3'-indolin]-2'-one), este un compus nou, derivat ai izatinei, sintetizată în cadrul Laboratorului de sinteză organică și biofarmaceutice a Institutului de Chimie.

**Scopul lucrării.** Determinarea unor parametri de validare pentru metoda HPLC de dozare a Dioxoindolinonei.

**Material și metode.** Dioxoindolinonă, serii experimentale de sinteză; cromatograful de lichide Shimadzu LC-20AD cu UV-detector SPD-20A, solvenți și reagenți în corespundere cu cerințele Farmacopeei Europene.

**Rezultate.** Linearitatea s-a cercetat pe domeniile de concentrație 5-30 μg/ml; valoarea R<sup>2</sup> constituie 0,9984. Limita de detecție (LOD) constituie 1,27 μg/ml, limita de cuantificare (LOQ) - 3,84 μg/ml.

**Concluzii.** Metoda HPLC elaborată pentru dozarea Dioxoindolinonei prezintă specificitate, liniaritate, exactitate, precizie (repetabilitate).

**Cuvinte-chee:** Dioxoindolinonă, HPLC, validare.

**Bibliografie.**

1. ICH Harmonised tripartite guideline Q2(R1). Validation of Analytical Procedure: Methodology. In: International Conference on Harmonisation of technical requirements for registration of pharmaceuticals for human use. March 2022.
2. Roman L., Bojița M., Săndulescu R. Validarea metodelor de analiză și control. Editura medicală, 1998.
3. Batalova T.L., Ostapjuk I.O.A., et al. Development and validation the method of quantitative determination of etoricoxib in solid pharmaceutical forms by HPLC. // *Drug development & registration*. 2018;(1):90-95. (In Russ.). Disponibil la: [https://www.pharmjournal.ru/jour/article/view/551/0?locale=ru\\_RU](https://www.pharmjournal.ru/jour/article/view/551/0?locale=ru_RU)

## VALIDATION OF THE HPLC METHOD FOR THE DOSAGE OF DIOXOINDOLINONE

Tatiana ȘTEFANEȚ<sup>1\*</sup>, Fliur MACAEV<sup>3</sup>, Eugenia STÂNGACI<sup>3</sup>,  
Vladimir VALICA<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>*Department of Pharmaceutical and Toxicological Chemistry*

<sup>2</sup>*Scientific Center of Drug*

*Nicolae Testemițanu State University of Medicine and Pharmacy,  
Chisinau, Republic of Moldova*

<sup>3</sup>*Institute of Chemistry, Chisinau, Republic of Moldova*

Correspondent author\*: [tatiana.stefanet@usmf.md](mailto:tatiana.stefanet@usmf.md)

**Background.** High-pressure liquid chromatography (HPLC) is the modern, advantageous and cost-effective analytical method. The validation process is essential in ensuring the quality of the analytical results, being necessary in the field of the pharmaceutical industry. Validation involves testing the method on different samples and comparing the results obtained with reference values, as well as evaluating other parameters, such as stability or detection limit. Thus, validation ensures that the results obtained are precise and specific.

Mental illnesses have a great disabling power, a long evolution, and recovery requires considerable efforts and a long time. Thus, the research

of new compounds used in the treatment of mental illnesses, as well as the development of their analysis methods, are very current.

Dioxoindolinone, (1'-(2-oxo-propil)-spiro [[1,3] dioxolane-2',3'-indolin]-2'-one), is a new compound, derivative of isatin, synthesized in the Laboratory of Organic and Biopharmaceuticals Synthesis of the Institute of Chemistry.

**Aim of the study.** Determination of some validation parameters for the HPLC method of Dioxoindolinone dosage.

**Material and methods.** Dioxoindolinone, experimental synthesis series; Shimadzu LC-20AD liquid chromatograph with UV-detector SPD-20A, solvents and reagents in accordance with the requirements of the European Pharmacopoeia.

**Results.** Linearity was investigated across concentration domains 5-30 µg/ml; the  $R^2$  value constitutes 0,9984. Detection Limit (LOD) constitutes 1,27 µg/ml, Quantification Limit (LOQ) - 3,84 µg/ml.

**Conclusion.** The HPLC method developed for Dioxoindolinone dosage shows specificity, linearity, accuracy, precision (repeatability).

**Keywords:** Dioxoindolinone, HPLC, validation.

### Bibliography.

1. ICH Harmonised tripartite guideline Q2(R1). Validation of Analytical Procedure: Methodology. In: International Conference on Harmonisation of technical requirements for registration of pharmaceuticals for human use. March 2022.
2. Roman L., Bojița M., Săndulescu R. Validarea metodelor de analiză și control. Editura medicală, 1998.
3. Batalova1T.L., Ostapyuk1O.A., et all. Development and validation the method of quantitative determination of etoricoxib in solid pharmaceutical forms by HPLC.// *Drug development & registration*. 2018;(1):90-95. (In Russ.). Disponibil la: [https://www.pharmjournal.ru/jour/article/view/551/0?locale=ru\\_RU](https://www.pharmjournal.ru/jour/article/view/551/0?locale=ru_RU).

---

*The authors are grateful for the funding of this research under the Moldovan State Program (2020–2023), Project nr. 20.80009.5007.17 “Hybrid materials functionalized with carboxyl groups based on plant metabolites with activity against human and agricultural pathogens”*

---