



Simultaneous Determination of Diloxanide Furoate, Metronidazole Benzoate, Methyl Paraben and Propyl Paraben by UPLC-DAD in Pharmaceutical Suspension

Sheikh A. AHMAD¹, Mahmood AHMED^{2*}, Muhammad A. QADIR²,
Muhammad I. SHAFIQ³, Yusra SAFA¹, Nazish AWAN²,
Shabnam SHAHZAD², Amir ALI², Momina FERAZ² & Zia Ullah KHOKHAR

¹ Division of Science and Technology, University of Education, Lahore-Pakistan

² Institute of Chemistry & ³ Institute of Biochemistry and Biotechnology,
University of the Punjab, Lahore-Pakistan, 54590

⁴ Government Post Graduate Islamia College Gujranwala, Gujranwala, Pakistan

SUMMARY. A rapid, precise, selective and robust UPLC method for simultaneous estimation of diloxanide furoate, metronidazole benzoate, methyl paraben and propyl paraben in pharmaceutical suspension was developed and subsequently validated as per ICH guidelines. Chromatographic separation was achieved using gradient elution with 0.01 M KHPO₄ and a mixture of methanol-acetonitrile (50:50) on Acquity BEH-C18 (carbon 17.7 %) and BEH-Shield RP18 (carbon 16.6 %) columns (100 × 2.1 mm, 1.7 μm particle size) maintained at 40 °C with flow rate of 0.45 mL/min at 260 nm. The retention times of methyl paraben, propyl paraben, metronidazole benzoate and diloxanide furoate were found to be 0.82, 1.31, 2.34 and 3.45 min respectively. The calibration curve was linear over a concentration range of 8-16 μg/mL and 0.8-1.6 μg/mL for the assay of methyl paraben and propyl paraben, while 8-40 μg/mL concentration range was used for metronidazole benzoate and diloxanide furoate. The percentage recovery for spiked concentration in drug formulation was found excellent for all the four components under investigation. The sensitivity of method is presented by low detection limits. After the application of all stress conditions peak purity index was > 0.9999 for analyte indicating its complete separation from degradation products peaks demonstrated the selectivity of method.

RESUMEN. Se desarrolló y posteriormente validó un método de UPLC rápido, preciso, selectivo y robusto para la estimación simultánea de furoato de diloxanida, benzoato de metronidazol, metilparabeno y propilparabeno en suspensión farmacéutica y de plasma humano según las directrices de la ICH. La separación cromatográfica se consiguió usando gradiente de elución con 0,01 M de KHPO₄ y una mezcla de metanol y acetonitrilo (50:50) en columnas Acquity BEH-C18 (carbono 17,7%) y BEH-Shield RP18 (carbono 16,6%) (100 × 2,1 mm, 1,7 μm de tamaño de partícula) mantenida a 40 °C con un caudal de 0,45 mL/min a 260 nm. Los tiempos de retención de metil parabeno, propil parabeno, benzoato de metronidazol y furoato de diloxanida fueron de 0,82, 1,31, 2,34 y 3,45 min, respectivamente. La curva de calibración fue lineal en un intervalo de concentración de 8-16 mg/mL y 0,8 a 1,6 μg/mL para el ensayo de metil parabeno y propil parabeno, mientras que se utilizaron 8-40 μg/mL para benzoato de metronidazol y furoato de diloxanida. El porcentaje de recuperación en la formulación del fármaco resultó excelente para los cuatro componentes que se investigan. La sensibilidad del método muestra límites de detección bajos. Después de la aplicación de todas las condiciones de estrés los índices de pureza de pico fueron > 0,9999 para el analito, lo que indica su completa separación de los productos de degradación, demostrando la selectividad del método.

KEY WORDS: amoebiasis, antimicrobial preservatives, giardiasis, plasma.

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