

PENETAPAN KADAR CEMARAN ETILEN GLIKOL DAN DIETILEN GLIKOL DALAM SEDIAAN SIRUP SECARA KROMATOGRAFI GAS SPEKTROMETRI MASSA (GC-MS)

I. RUANG LINGKUP

Metode ini digunakan untuk penetapan kadar cemaran Etilen Glikol dan Dietilen Glikol dalam sediaan sirup secara kromatografi gas spektrometri massa (GC-MS).

II. PROSEDUR

1. Pelarut

Metanol

2. Larutan Baku

Larutan Baku Induk Etilen Glikol

Timbang saksama lebih kurang 100 mg Etilen Glikol Baku Pembanding, masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL, tambahkan 50 mL Pelarut, sonikasi selama 5 menit, encerkan dengan Pelarut sampai tanda.

Larutan Baku Induk Dietilen Glikol

Timbang saksama lebih kurang 100 mg Dietilen Glikol Baku Pembanding, masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL, tambahkan 50 mL Pelarut, sonikasi selama 5 menit,encerkan dengan Pelarut sampai tanda.

Buat kurva kalibrasi untuk masing-masing senyawa menggunakan larutan campuran yang mengandung Etilen Glikol dan Dietilen Glikol dalam labu tentukur 5 mL menggunakan pelarut metanol dengan cara sebagai berikut:

Etilen Glikol		Dietilen Glikol	
onsentrasi Baku Seri (ppm)	Pemipetan Baku Induk Etilen Glikol (μ L)	sentrasi Baku Seri (ppm)	emipetan Baku Induk Dietilen Glikol (μ L)
6	30	12	60
8	40	16	80
10	50	20	100
12	60	24	120
14	70	28	140

3. Larutan Uji

Tetapkan Bobot Jenis (BJ) sampel. Timbang lebih kurang 5 g sampel, masukkan ke dalam labu tentukur 50 mL, tambahkan 30 mL metanol, sonikasi selama 5 menit,

encerkan dengan metanol sampai tanda. Saring dengan penyaring membran dengan porositas 0,45 μm .

Catatan :

Apabila hasil pengukuran konsentrasi Etilen Glikol dan Dietilen Glikol dalam Larutan Uji (x ppm) berada di luar rentang kurva kalibrasi, maka lakukan penyesuaian preparasi Larutan Uji agar konsentrasi Etilen Glikol dan Dietilen Glikol berada pada rentang kurva kalibrasi. Dokumentasikan penyesuaian preparasi larutan uji.

4. Cara Penetapan

Pelarut, Larutan Baku dan Larutan Uji masing-masing disuntikkan ke dalam Kromatograf Gas Spektrometri Massa (GC-MS) dengan kondisi sebagai berikut:

- Kolom : DB Wax UI (atau yang setara) dengan panjang 30 m, diameter dalam 0,25 mm, *film thickness* 0,25 μm berisi polietilen glikol.
- Detektor : Spektrometer Massa
 - Suhu injektor 250 °C
 - Suhu kolom 100 °C ditahan 1 menit
 - Kenaikan suhu 10 °C/menit sampai 130 °C ditahan 7 menit
 - Kenaikan suhu 20 °C/menit sampai 240 °C ditahan 3 menit
 - Ion Source* 230 °C
 - Interface* 240 °C
 - (dapat disesuaikan dengan instrumen yang digunakan)
- Fase gerak : *Helium Ultra pure*
- Laju alir gas : 0,65 mL/menit
- Split Ratio : 10:1
- Volume : 1 μL
- penyuntikkan
- Solvent *Cut* : 4 menit
- Time*
- MS mode : Sebagai berikut:

Pembacaan awal (menit)	Pembacaan akhir (menit)	Mode	Event Time	m/z (awal)	m/z (akhir)	SIM (m/z)
8.20	11.00	SCAN	0,3	29	400	-
8.20	11.00	SIM	0,3	-	-	Ion Target 31 Ion Referensi 33, 62
11.01	16.00	SCAN	0,3	29	400	
11.10	16.00	SIM	0,3	-	-	Ion Target 45 Ion Referensi 75, 31

5. Interpretasi Hasil

Hitung persamaan kurva baku $y = ax + b$

Hitung konsentrasi Etilen Glikol atau Dietilen Glikol (x ppm) dalam Larutan Uji menggunakan rumus :

$$x = \frac{(y - b)}{a}$$

Jumlah Etilen Glikol atau Dietilen Glikol tiap mL sampel (mg/mL):

$$\frac{x \times F}{1000 \times Bu} \times BJ$$

Keterangan:

y: Luas area etilen glikol atau dietilen glikol yang diperoleh dari alat

b: Nilai intersep yang dihasilkan dari kurva kalibrasi baku

a: Nilai slope yang dihasilkan dari kurva kalibrasi baku

F: Faktor pengenceran

Bu : Bobot uji (g)

BJ: Bobot Jenis (g/mL)

farmasiindustri.com