

RINGKASAN

VALIDASI METODE ANALISIS CAMPURAN MENTOL, METIL SALISILAT, DAN EUGENOL DALAM *VANISHING* *CREAM* DENGAN KROMATOGRAFI GAS

Febri Ariyanto

Setiap orang pernah merasakan nyeri. Untuk mengobati nyeri yang ringan sebagian besar masyarakat menggunakan krim. Bahan aktif yang banyak terdapat dalam krim yaitu mentol, metil salisilat dan eugenol. Basis krim yang banyak digunakan adalah basis *vanishing cream*

Mentol, metil salisilat dan eugenol merupakan bahan yang mudah menguap, sehingga metode kromatografi gas sangat cocok untuk menetapkan kadar dari ketiga senyawa tersebut.

Metode analisis campuran mentol, metil salisilat dan eugenol dalam *vanishing cream* dengan kromatografi gas ini belum ada metode standarnya sehingga metode ini perlu divalidasi. Hal ini untuk mengetahui apakah metode yang digunakan sudah valid (Wells and Dantus, 2005). Menurut USP 28 (2005), parameter-parameter validasi metode adalah selektivitas, akurasi, presisi, limit deteksi, linieritas, rentang analisis dan ruggedness.

Validasi metode analisis mentol, metil salisilat dan eugenol dalam *vanishing cream* didahului dengan menentukan kondisi optimum GC yang meliputi temperatur oven, suhu inlet, temperatur detektor, split ratio, dan *flow rate* gas pembawa. Penentuan kondisi optimum kromatografi gas ini untuk mendapatkan puncak mentol, metil salisilat dan eugenol yang terpisah dengan baik dan terpisah dengan komponen lain seperti matrix sampel dan pelarut. Setelah kondisi optimum didapatkan, maka dilakukan proses validasi metode yang meliputi selektifitas, linieritas, akurasi dan presisi.

Pada penelitian ini didapatkan kondisi optimum GC untuk analisis mentol, metil salisilat dan eugenol dalam *vanishing cream* dengan menggunakan kolom HP-5 5% *phenyl methyl siloxane* (30,0 m x 320 μ m x 0,25 μ m) dan detektor FID yaitu *flow rate* gas pembawa 1 mL/menit, temperatur oven 140°C selama 5 menit kemudian dinaikkan 10 °C/ menit sampai 150°C selama 5 menit, Suhu inlet 200°C, dan temperatur detector 300°C.

Dari penentuan parameter-parameter validasi metode pada analisis mentol, metil salisilat dan eugenol dalam *vanishing cream* didapatkan selektifitas yang baik yaitu harga antara α dan R_s sesuai dengan persyaratan selektifitas yaitu harga $\alpha > 1$ dan $R_s > 1,5$. Pada penentuan linearitas didapat harga koefisien korelasi (r) = 0,9999 dan harga $V_{xo} = 0,023$ pada rentang 98,9 – 547,9 ppm untuk mentol, harga $r = 0,9999$ dan $V_{xo} = 0,0037$ % pada rentang 401,4 – 1144,4 ppm untuk metil salisilat dan harga $r = 0,9999$ dan $V_{xo} = 0,0119$ % pada rentang 58,9 – 232,5 ppm untuk eugenol. Dari data persamaan regresi diatas didapatkan harga r dan V_{xo} sesuai dengan persyaratan regresi yaitu harga $r > 0,999$ dan harga $V_{xo} < 2\%$. Sedangkan pada penentuan akurasi dan presisi, harga % *recovery* dan koefisien variasi yang didapat untuk mentol yaitu persen *recovery* antara 61,2 – 67,9 % dan koefisien variasi (RSD) antara 1,42 – 2,43%. Harga persen *recovery*

untuk metil salisilat antara 83,1 – 85,8 % dan harga koefisien variasi (RSD) antara 0,47 – 0,53 %. Harga persen *recovery* untuk eugenol antara 95,1 – 105,0 % dan persen koefisien variasi (RSD) antara 0,84 – 3,06 %. Dari data diatas kita dapat melihat bahwa harga persen *recovery* dari eugenol sudah sesuai dengan persyaratan persen *recovery* yaitu 95-105 % akan tetapi untuk mentol dan eugenol masih belum sesuai persyaratan. Sedangkan pada data presisi, koefisien variasi dari metil salisilat sudah sesuai dengan persyaratan yaitu persen *recovery* < 2 % sedangkan mentol dan eugenol tidak memenuhi persyaratan.



ABSTRACT

Validation of Gas Chromatographic Method for the Analysis of Menthol, Methyl Salicylate and Eugenol in Vanishing Cream

A gas chromatographic method has been developed and validated for the simultaneous determination of menthol, methyl salicylate and eugenol in vanishing cream. The sample was extracted with ethanol and filtered prior to injection into GC system using HP-5 5% Phenyl Methyl Siloxane (30.0 m x 320 μm x 0.25 μm) as separating column and a Flame Ionization Detector (FID) as detector. Camphora was used as an internal standard. The validation was studied in terms of selectivity, linearity, accuracy and precision. The present method was selective with a good separation of the analytes ($R_s > 1.5$). The response was linear ($r = 0.9999$) in the range of 98.9 – 547.9 ppm for menthol, 401.4-1144.4 ppm for methyl salicylate, and 58.9 – 232.5 ppm for eugenol. The recoveries ranged from 61.2 to 67.9 % for menthol, 83.1 to 85.8 % for methyl salicylate and 95.1 to 105.1 % for eugenol. The relative standard deviation (RSD) for precision studies for menthol, methyl salicylate and eugenol were between 1.42 and 2.43 %, 0.47 – 0.53 % and 0.84 – 3.06 %, respectively.

Keywords : menthol, methyl salicylate, eugenol, vanishing cream, gas chromatography, validation.