

Optimasi metode analisis asam valproat secara kromatografi gas

Lianne Cynthia Carolina Lie, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20284612&lokasi=lokal>

Abstrak

Asam valproat adalah obat antikonvulsi yang umum digunakan pada terapi epilepsi. Penggunaannya dalam jangka panjang dapat mengakibatkan kegagalan hati. Analisis dengan kromatografi gas secara langsung menghasilkan kromatogram dengan puncak yang berekor besar, sehingga perlu dilakukan derivatisasi sebelum dianalisis. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh baku dalam yang sesuai dan kondisi analisis optimum agar diperoleh metode yang valid yang selanjutnya digunakan untuk menetapkan kadar asam valproat dalam sampel sirup. Derivatisasi dilakukan dengan metode esterifikasi Lepage menggunakan reagen metanol-toluen 4:1 (v/v) dan katalis asetil klorida. Analisis dilakukan menggunakan kromatografi gas dengan kolom VB-wax (60 m x 0,32 mm), suhu kolom terprogram 120-180°C, kenaikan 2°C/menit dan dipertahankan selama 5 menit. Suhu injektor dan suhu detektor masing-masing 230 dan 250°C; laju alir gas helium 1,2 ml/menit, volume penyuntikkan 1,0 l, dan dideteksi dengan detektor ionisasi nyala. Baku dalam terpilih adalah asam nonanoat. Pada kondisi optimum waktu retensi valproat termetilasi adalah 4,2 menit dengan faktor ikutan 1,0. Waktu retensi baku dalam termetilasi adalah 5,0 menit, faktor ikutan 1,1. Metode yang diperoleh valid pada rentang konsentrasi 11,03-66,18 g/ml, dihasilkan kurva kalibrasi yang linier dengan koefisien korelasi (r) 0,9999. Batas deteksi (LOD) 0,94 g/ml dan batas kuantitasi (LOQ) 3,13 g/ml. Presisi (KV) antara 0,35-1,6%, dan uji perolehan kembali 98,27-101,44%. Kadar asam valproat dalam sirup adalah $4,9 \pm 0,01\%$.

.....Valproic acid is an anticonvulsant drug which is commonly used in epilepsy treatment. The longterm use of valproic acid can lead to hepatic failure. Direct analysis of valproic acid by gas chromatography shows peaks with considerable tails, therefore necessary to do derivatization on valproic acid before analysis. This study aims to obtain an appropriate internal standard and the optimum analysis conditions in order to obtain a valid method which then used to determine levels of valproic acid in syrup. Derivatization was carried out with Lepage esterification method, using the reagent methanol-toluene 4:1 (v/v) and catalyst acetyl chloride. Analysis was performed using gas chromatography with VB-wax column (60 m x 0,32 mm), column temperature was programmed 120-180°C, increased by 2°C/minute and held for 5 minutes. The temperature of injector and detector were 230 and 250°C; helium gas flow rate was 1,2 ml/minute; injection volume was 1,0 l, and detected with a flame ionization detector. The selected internal standard was nonanoic acid. At this optimum condition, retention time of methylated valproic was 4,2 minutes with tailing factor 1,0. Retention time of methylated internal standard was 5,0 minutes, tailing factor 1,1. Linearity was established for range concentration of 11,03-66,18 g/ml with coefficient correlation (r) was 0,9999. Limit of Detection (LOD) was 0,94 g/ml and Limit of Quantification (LOQ) was 3,13 g/ml. Precision (CV) ranged 0,35-1,16%, and recovery ranged 98,27-101,44%. Valproic acid levels in the syrup was $4.9 \pm 0.01\%$.