

Larutan uji Pipet 5,0 mL *Larutan uji persediaan* masukkan ke dalam labu tentukur 10-mL, tambahkan 2,0 mL *Larutan baku internal* encerkan dengan *Pengencer* sampai tanda.

Sistem kromatografi Lakukan seperti tertera pada *Kromatografi <931>* Kromatograf gas dilengkapi detektor ionisasi nyala dan kolom kapiler 0,32 mm x 30 m, berisi bahan pengisi fase *G16* dengan tebal lapisan 0,25 μm . Gas pembawa gas *helium P* dengan laju alir lebih kurang 1 mL per menit. Perbandingan split 10:1. Waktu eluasi 12 menit. Suhu injektor dan detektor dipertahankan berturut-turut pada suhu 260° dan 280°, suhu kolom 135°.

Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur semua respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, *R*, antara klorobutanol dan 2,2,2-trikloroetanol tidak kurang dari 2,0; simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 1,0%. Waktu retensi relatif antara klorobutanol dan 2,2,2-trikloroetanol berturut-turut adalah 1,0 dan 1,4.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 0,5 μL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram ukur semua respons puncak. Hitung persentase klorobutanol sebagai zat anhidrat ($\text{C}_4\text{H}_7\text{Cl}_3\text{O}$), dalam zat uji dengan rumus :

$$\frac{C_U}{C_S} = \frac{Q_{\text{Fenol}}}{Q_{\text{Klorobutanol}}} \times \frac{R_{\text{Klorobutanol}}}{R_{\text{Fenol}}} \times \frac{W_{\text{Klorobutanol}}}{W_{\text{Fenol}}} \times 100\%$$

R_U dan R_S berturut-turut adalah perbandingan respon puncak klorobutanol terhadap 2,2,2-trikloroetanol dalam *Larutan uji* dan *Larutan baku*. C_S adalah kadar klorobutanol dalam mg per mL *Larutan baku*. C_U adalah kadar klorobutanol dalam mg per mL *Larutan uji* dihitung terhadap bobot yang ditimbang.

Fenol

Larutan baku internal Timbang saksama sejumlah *Benzil Alkohol BPFI* larutkan dan encerkan dengan *metanol P* hingga kadar 2 mg per mL.

Larutan baku persediaan Timbang saksama sejumlah *Fenol BPFI* larutkan dan encerkan dengan air hingga kadar 4 mg per mL.

Larutan baku Pipet 5 mL *Larutan baku persediaan* masukkan ke dalam labu tentukur 50-mL, tambahkan 10 mL *Larutan baku internal*, encerkan dengan air sampai tanda. Larutan ini masing-masing mengandung 0,4 mg per mL *Fenol BPFI* dan *Benzil Alkohol BPFI*.

Sistem kromatografi Lakukan seperti tertera pada *Kromatografi <931>* Kromatograf gas dilengkapi detektor ionisasi nyala dan kolom kapiler 0,32 mm x 30 m, berisi bahan pengisi fase *G16* dengan tebal lapisan 0,5 μm . Gas pembawa gas *helium P* dengan laju alir lebih kurang 2 mL per menit. Perbandingan

split 10:1. Waktu eluasi 20 menit. Suhu injektor dan detektor dipertahankan berturut-turut pada suhu 200° dan 310°, Suhu kolom diprogram sebagai berikut:

Suhu awal (°)	Kenaikan suhu (°/menit)	Suhu akhir (°)	Pertahankan suhu akhir selama (menit)
150	0	150	5
150	10	230	7

Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur semua respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, *R*, antara benzil alkohol dan fenol tidak kurang dari 2,0; faktor ikutan tidak lebih dari 2,0 untuk fenol; simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 1,0%. Waktu retensi relatif antara benzil alkohol dan fenol berturut-turut adalah 0,85 dan 1,0.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 1 μL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram ukur semua respons puncak. Hitung persentase fenol ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}$), dalam zat uji dengan rumus:

$$\frac{C_U}{C_S} = \frac{Q_{\text{Fenol}}}{Q_{\text{Benzil Alkohol}}} \times \frac{R_{\text{Benzil Alkohol}}}{R_{\text{Fenol}}} \times \frac{W_{\text{Benzil Alkohol}}}{W_{\text{Fenol}}} \times 100\%$$

R_U dan R_S berturut-turut adalah perbandingan respon puncak antara fenol terhadap benzil alkohol dalam *Larutan uji* dan *Larutan baku*. C_S adalah kadar fenol dalam mg per mL *Larutan baku*. C_U adalah kadar fenol dalam mg per mL *Larutan uji* dihitung terhadap bobot yang ditimbang.

Metilparaben dan Propilparaben

Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti yang tertera pada *Kromatografi <931>*.

Dapar Timbang saksama sejumlah *kalium fosfat monobasa P*, larutkan dan encerkan dengan air hingga kadar 7 g per liter.

Fase gerak Campuran *metanol P-Dapar* (65:35) saring dan awaudarakan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi <931>*.

Larutan baku internal Timbang saksama sejumlah *Etilparaben BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Fase gerak* hingga kadar 0,013 mg per mL

Larutan kesesuaian sistem Timbang saksama masing-masing sejumlah *Butilparaben BPFI*, *Propilparaben BPFI*, *Etilparaben BPFI*, *Metilparaben BPFI* dan *asam p-hidroksibenzoat P*, larutkan dan encerkan dengan *Fase gerak* hingga kadar masing-masing 0,01 mg per mL.

Larutan baku persediaan Timbang saksama sejumlah *Metilparaben BPFI* dan *Propilparaben BPFI* larutkan dan encerkan dengan *Fase gerak*

hingga kadar berturut-turut 0,2 mg per mL dan 0,03 mg per mL.

Larutan baku Pipet 5 mL *Larutan baku persediaan* masukkan ke dalam corong pisah, tambahkan 5 mL *Larutan baku internal*, ekstraksi 3 kali tiap kali dengan 10 mL *eter P*. Gabungkan ekstrak eter, saring melalui *natrium sulfat anhidrat P*. Uapkan ekstrak sampai kering dan larutkan dalam 50 mL *Fase gerak*.

Larutan uji Pipet 5 mL zat masukkan ke dalam corong pisah, tambahkan 5 mL *Larutan baku internal*, ekstraksi 3 kali tiap kali dengan 10 mL *eter P*. Gabungkan ekstrak eter, saring melalui *natrium sulfat anhidrat P*. Uapkan ekstrak sampai kering dan larutkan dalam 50 mL *Fase gerak*.

Sistem kromatografi Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor UV 272 nm, kolom pelindung 4,0 mm x 3-mm berisi bahan pengisi L1, kolom analitis 4,6 mm x 15 cm berisi bahan pengisi L1 dengan ukuran partikel 5 µm, laju alir 1,3 mL per menit, waktu eluasi 10 menit.

Lakukan kromatografi terhadap *Larutan kesesuaian sistem* dan *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur semua respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, R, antara asam p-hidroksibenzoat dan metilparaben, tidak kurang dari 2,0, antara metilparaben dan etilparaben tidak kurang dari 2,0; faktor ikutan tidak lebih dari 2,0 untuk metilparaben dan propilparaben; simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%. Waktu retensi relatif untuk asam p-hidroksibenzoat, metilparaben, etilparaben, dan propilparaben berturut-turut adalah 0,58; 1,0; 1,4 dan 2,1.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 10 µl) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam Kromatograf, rekam kromatogram dan ukur semua respons puncak. Hitung persentase metilparaben ($C_8H_8O_3$) dalam zat uji dengan rumus:

$$\frac{C}{G_{\text{anal}}} \cdot \frac{D_{\text{anal}}}{D} \cdot \frac{C_U}{C} \cdot \frac{D_U}{D} \cdot 100\%$$

R_U dan R_S berturut-turut adalah perbandingan respon puncak antara metilparaben terhadap etilparaben dalam *Larutan uji* dan *Larutan baku*. C_S adalah kadar *Metilparaben BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*. C_U adalah kadar metilparaben dalam mg per mL *Larutan uji* dihitung terhadap bobot yang ditimbang.

Hitung persentase propilparaben ($C_{10}H_{12}O_3$) dalam zat uji dengan rumus:

$$\frac{C}{G_{\text{anal}}} \cdot \frac{D_{\text{anal}}}{D} \cdot \frac{C_U}{C} \cdot \frac{D_U}{D} \cdot 100\%$$

R_U dan R_S berturut-turut adalah perbandingan respon puncak antara propilparaben terhadap etilparaben dalam *Larutan uji* dan *Larutan baku*. C_S adalah kadar

Propilparaben BPFI dalam mg per mL *Larutan baku*. C_U adalah kadar propilparaben dalam mg per mL *Larutan uji* dihitung terhadap bobot yang ditimbang.

Timerosal

Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti yang tertera pada *Kromatografi <931>*.

Larutan A Campuran asam trifluoroasetat *P-air* (0,5:1000)

Fase gerak Campuran *metanol P-Larutan A* (60:40) saring dan awaadarakan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi <931>*.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Timerosal BPFI*, larutkan dan encerkan dengan air hingga kadar 25 µg per mL

Sistem kromatografi Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor UV 222 nm, kolom 2,1 mm x 10 cm berisi bahan pengisi L1 dengan ukuran partikel 2 µm, laju alir 0,35 mL per menit.

Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama seperti tertera pada *Prosedur*: faktor ikutan tidak lebih dari 1,5; simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 1,0%.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 2,5 µl) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam Kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase timerosal ($C_9H_9HgNaO_2S$) dalam zat uji dengan rumus:

$$\frac{f}{f_{\text{anal}}} \cdot \frac{D_{\text{anal}}}{D} \cdot \frac{C_U}{C} \cdot \frac{D_U}{D} \cdot 100\%$$

r_U dan r_S berturut-turut adalah respon puncak timerosal dalam *Larutan uji* dan *Larutan baku*. C_S adalah kadar *Timerosal BPFI* dalam µg per mL *Larutan baku*. C_U adalah kadar timerosal dalam µg per mL *Larutan uji* dihitung terhadap bobot yang ditimbang.

METODE POLAROGRAFI

Fenil Raksa(II) Nitrat

Larutan baku Timbang saksama lebih kurang 100 mg *fenil raksa(II) nitrat P*, larutkan dalam larutan *natrium hidroksida P* (1 dalam 250) dalam labu tentukur 1000-mL, jika perlu dihangatkan, tambahkan larutan *natrium hidroksida P* sampai tanda. Pipet 10 mL larutan ini, masukkan ke dalam labu tentukur 25-mL dan lanjutkan seperti tertera pada *Larutan uji*, mulai dari "tambahkan 2 mL larutan kalium nitrat P (1 dalam 100)".