

INTISARI

Pengujian mutu obat ikan sediaan premiks perlu dilakukan untuk menjamin mutu, keamanan, dan khasiatnya dengan menetapkan kadar mineral Cu dan Zn dengan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) setelah didestruksi menggunakan reagen pada suhu tertentu dengan *microwave digestion*. Untuk meningkatkan efisiensi biaya dan pengujian, maka perlu dilakukan optimasi dan validasi metode destruksi agar bisa diaplikasikan pada obat ikan sediaan premiks.

Optimasi dilakukan dengan *software* Design Expert pada variasi volume HNO_3 (3 – 6 mL), volume H_2O_2 (0,5 – 1 mL), dan suhu destruksi (150 – 220 °C), lalu dianalisis terhadap respons akurasi, waktu destruksi, dan biaya reagen. Metode terpilih kemudian divalidasi dengan parameter-parameter seperti presisi, akurasi, sensitivitas, stabilitas, linearitas, dan rentang linear yang dianalisis dengan Ms. Excel. Metode selanjutnya diaplikasikan untuk analisis kadar mineral Cu dan Zn dalam obat ikan sediaan premiks.

Metode destruksi optimum menggunakan HNO_3 3 mL dan H_2O_2 1 mL pada suhu 150 °C memiliki nilai *desirability* Cu 0,712 dan Zn 0,774. Setelah divalidasi, diperoleh linearitas yang baik ($r > 0,99$ dan $r^2 > 0,995$) pada rentang Cu 3 - 15 mg/L dan Zn 0,2 - 1 mg/L. Nilai LOD Cu 0,347 mg/L dan Zn 0,03 mg/L, sedangkan nilai LOQ Cu 1,306 mg/L dan Zn 0,081 mg/L. Akurasi untuk Cu dan Zn berada dalam rentang 80 - 110% dengan presisi yang baik (nilai $\text{RSD} < 2/3 \text{ RSD Horwitz}$) serta presisi antara tidak berbeda signifikan ($p\text{-value} > 0,05$). Meskipun stabilitas Cu dan Zn kurang baik pada penyimpanan *freeze and thaw* selama 3 siklus, tetapi kedua mineral masih memberikan presisi dan akurasi yang baik. Metode ini telah memenuhi persyaratan validitas dan selanjutnya diaplikasikan untuk penetapan kadar Cu dan Zn dalam obat ikan sediaan premiks. Dari pengujian 10 sampel obat ikan, sebanyak 5 sampel telah memenuhi syarat kandungan mineral sehingga dapat memperoleh izin edar.

Kata kunci: optimasi, validasi, mineral, spektrofotometri serapan atom (SSA), obat ikan sediaan premiks

ABSTRACT

The quality testing of premix fish medicine needs to be conducted to ensure its quality, safety, and efficacy by determining Cu and Zn mineral content using atomic absorption spectrophotometry (AAS) after being digested with reagents at a certain temperature using microwave digestion. To enhance cost efficiency and testing, optimization and validation of the digestion method need to be carried out so that it can be applied to premix fish medicine.

Optimization was performed using Design Expert software with variations in HNO_3 volume (3 – 6 mL), H_2O_2 volume (0.5 – 1 mL), and digestion temperature (150 – 220°C), and analyzed for accuracy, digestion time, and reagent cost. The selected method was then validated with parameters such as precision, accuracy, sensitivity, stability, linearity, and linear range, analyzed using Ms. Excel. The method was subsequently applied for the analysis of Cu and Zn content in premix fish medicine.

The optimum digestion method using HNO_3 3 mL and H_2O_2 1 mL at 150°C had a desirability value of Cu 0.712 and Zn 0.774. After validation, good linearity was obtained ($r > 0.99$ and $r^2 > 0.995$) in the ranges of Cu 3 - 15 mg/L and Zn 0.2 - 1 mg/L. The LOD values for Cu and Zn were 0.347 mg/L and 0.03 mg/L, respectively, while the LOQ values for Cu and Zn were 1.306 mg/L and 0.081 mg/L, respectively. The accuracy for Cu and Zn was in the range of 80-100% with good precision ($\text{RSD} < 2/3 \text{ RSD Horwitz}$) and no significant difference in precision ($p\text{-value} > 0.05$). Although the stability of Cu and Zn was poor during freeze and thaw storage for three cycles, both minerals still provided good precision and accuracy. This method met the validity requirements and was subsequently applied to determine Cu and Zn levels in premix fish medicine. From testing 10 samples of fish medicine, 5 samples met the mineral content requirements and could obtain distribution permits.

Keywords: Optimization, validation, mineral, atomic absorption spectrophotometry (AAS), premix fish medicine