

ABSTRAK

VALIDASI METODE ANALISIS NORFLOKSASIN DENGAN FASE GERAK AIR-ASETONITRIL-TRIETILAMIN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI

Carissa Zalfa Salsabila
NIM. 22/497375/KH/11267

Norfloksasin merupakan antibiotik golongan fluorokuinolon yang banyak digunakan dalam terapi infeksi saluran cerna dan saluran kemih pada hewan. Penetapan kadar norfloksasin secara akurat memerlukan metode analisis yang telah divalidasi. Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode analisis norfloksasin dengan fase gerak campuran air:asetonitril:trietilamin menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Analisis kadar norfloksasin menggunakan instrumen KCKT merek Shimadzu versi 6.1 dengan kolom C₁₈ VP-ODS berukuran 250 mm x 4,6 mm, detektor UV-Vis pada panjang gelombang 280 nm, laju alir 1 mL/menit, suhu kolom 27°C, dan *running time* selama 6 menit. Senyawa yang dianalisis adalah norfloksasin murni yang dilarutkan dengan fase gerak air:asetonitril:trietilamin menjadi konsentrasi 300 µg/mL, kemudian diencerkan menjadi konsentrasi 25; 10; 5; 1; 0,5; 0,1; 0,05; dan 0,01 µg/mL. Parameter validasi yang diukur meliputi akurasi, presisi, linearitas, selektivitas, batas deteksi (LOD), dan batas kuantifikasi (LOQ) berdasarkan pedoman ICH Q2(R1) (ICH, 2007). Hasil validasi metode menunjukkan bahwa metode ini memiliki akurasi dengan nilai persentase perolehan kembali senilai 90—106%, nilai presisi dengan *Relative Standard Deviation* (%RSD) sebesar 0,36—18,76%, linearitas dengan nilai koefisien korelasi (R^2) sebesar 0,9999 pada rentang konsentrasi 0,01 µg/mL hingga 25 µg/mL, nilai batas deteksi (LOD) sebesar 0,26 µg/mL, dan nilai batas kuantifikasi (LOQ) sebesar 0,87 µg/mL. Berdasarkan hasil validasi metode tersebut, metode analisis kadar norfloksasin dengan fase gerak air:asetonitril:trietilamin (70:30:0,3 v/v/v) menggunakan KCKT dinyatakan valid dan dapat digunakan untuk penetapan kadar norfloksasin dalam sediaan.

Kata kunci: air-asetonitril-trietilamin, fase gerak, Kromatografi Cair Kinerja Tinggi, norfloksasin, validasi metode

ABSTRACT

METHOD VALIDATION OF NORFLOXACIN ANALYSIS WITH WATER-ACETONITRILE-TRIETHYLAMINE MOBILE PHASE USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY

Carissa Zalfa Salsabila
NIM. 22/497375/KH/11267

Norfloxacin, a fluoroquinolon antibiotic, is widely used in the treatment of gastrointestinal and urinary tract infections in animal. Accurate determination of norfloxacin levels requires a validated analytical method. This study aimed to validate the analysis of norfloxacin using water:acetonitrile:triethylamine as mobile phase using high-performance liquid chromatography (HPLC). The analysis was performed using Shimadzu 6.1 version HPLC as the instrument equipped with a C₁₈ VP-ODS column measuring 250 mm x 4.6 mm, UV-Vis detector at a wavelength of 280 nm, flow rate of 1mL/min, column temperature at 27°C, and retention time of 6 minutes. This analyzed compound was norfloxacin dissolved in a mobile phase consisting of water:acetonitrile:triethylamine to yield a stock concentration of 300 µg/mL, which was subsequently diluted to working concentrations of 25; 10; 5; 1; 0.5; 0.1; 0.05; dan 0.01 µg/mL. The validation parameters evaluated In this study comprised accuracy, precision, linearity, selectivity, limit of detection (LOD), and limit of quantification (LOQ) conducted in accordance with the ICH Q2(R1) guidelines (ICH, 2007). The result of the method validation showed that this method had accuracy with a percentage recovery value of 90—106%, precision with Relative Standard Deviation (%RSD) value of 0.36—10.76%, linearity with a correlation coefficient (R^2) of 0.9999 over a concentration range of 0.01 µg/mL to 25 µg/mL, LOD value of 0.26 µg/mL, and LOQ value of 0.87 µg/mL. Based on these validation results of analytical method for norfloxacin using water:acetonitrile:triethylamine (70:30:0.3 v/v/v) as mobile phase using HPLC was declared valid and applicable for the determination of norfloxacin levels in pharmaceutical preparations.

Keywords: High Performance Liquid Chromatography, method validation, mobile phase, norfloxacin, water-acetonitrile-trietilamine