

INTISARI

VALIDASI METODE ANALISIS RESIDU TETRASIKLIN PADA DAGING IKAN NILA (*Oreochromis sp.*) DENGAN ALAT KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT)

Penggunaan Kolom C₁₈, Suhu 30⁰ Celsius, Detektor UV-Vis ($\lambda = 355$ nm), dan Fase Gerak Campuran dari Asam Oksalat (80%), Asetonitril (15%), Metanol (5%) dengan Laju Alir 1 ml/menit

**Prima Sakti Ratna Dewi
14/364661/KH/8092**

Tetrasiklin adalah antibiotik yang umum digunakan pada manajemen perikanan. Penggunaan antibiotik secara berlebihan atau dalam jangka waktu yang lama, dapat mengakibatkan akumulasi (residu) antibiotik dalam jaringan atau organ hewan. Residu antibiotik dapat menimbulkan reaksi alergi, resistensi, dan keracunan, sehingga berbahaya bagi kesehatan manusia. Salah satu cara untuk mendeteksi adanya residu antibiotik pada produk makanan asal hewan adalah dengan menggunakan alat Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Penggunaan alat KCKT perlu divalidasi untuk menjamin hasil pengukuran dapat mengatasi permasalahan analisis.

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan validasi metode KCKT yang telah dimodifikasi untuk mendeteksi tetrasiklin yang dicampur dengan daging ikan nila (*Oreochromis sp.*). Alat yang digunakan dalam penelitian adalah alat kromatografi cair kinerja tinggi Shimadzu 6.1 dengan sistem kontrol (SCL-10A) dan *degasser* (DGU-14A). Fase gerak dibuat dari campuran asam oksalat (80%), asetonitril (15%), dan metanol (5%). Pompa (LC-10AD) dengan laju alir 1 ml/menit, detektor (UV-Vis SPD-10AV) dengan panjang gelombang 355 nm, dan kolom C₁₈ Shim-pack ukuran 150 L x 4,6 mm pada suhu 30⁰ Celsius. Validasi dilakukan dengan menggunakan parameter akurasi, presisi, spesifisitas, linearitas, batas deteksi, dan batas kuantifikasi. Hasil penelitian menunjukkan rata-rata luas area untuk konsentrasi tetrasiklin 1,75 $\mu\text{g/g}$; 2 $\mu\text{g/g}$; 2,25 $\mu\text{g/g}$; 2,5 $\mu\text{g/g}$; 2,75 $\mu\text{g/g}$; dan 3 $\mu\text{g/g}$ berturut-turut adalah 2.086,33; 2.420,33; 2.616,67; 2.962,67; 3.252,67; dan 3.789,33 dengan waktu retensi antara menit ke-3,9 hingga 4,8.

Batas deteksi analisis sampel diperoleh pada konsentrasi 0,62 $\mu\text{g/ml}$ dan batas kuantifikasi analisis sampel diperoleh pada konsentrasi 2,07 $\mu\text{g/ml}$, sehingga belum memenuhi batas maksimum residu yang setara dengan 0,1 mg/kg pada sampel. Persamaan garis linear yang diperoleh $y = 1.298,1x - 228,22$ dengan nilai $r = 0,99$. Kesimpulan dari hasil pengujian validasi metode tersebut adalah bahwa metode yang dikembangkan memiliki validitas yang cukup baik.

Kata kunci: tetrasiklin, KCKT, validasi, ikan nila.

ABSTRACT

VALIDATION OF TETRACYCLINE RESIDUE ANALYSIS METHOD ON MEAT OF TILAPIA FISH (*Oreochromis sp.*) USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC)

Usage Column of C₁₈, Columns Temperature 30⁰ Celsius, Detector of UV-Vis ($\lambda = 355$ nm), and Mobile Phase of Oxalic Acid (80%), Acetonitrile (15%), Methanol (5%) with Flow Rate 1 ml/minute

Prima Sakti Ratna Dewi
14/364661/KH/8092

Tetracycline is an antibiotic widely used in fishery industries. The use of tetracycline which do not comply with the rules in long time can lead to the accumulation of its residues in the animal tissue or organs. The consequences of antibiotic residues can leads to the allergic reaction, resistance, poisoned, and it's dangerous for human health. High Performance Liquid Chromatography (HPLC) can be used to detect residues of tetracycline in livestock products. The use of HPLC tools needs to be validated to ensure the measurement results can solve the problem.

This study was to perform validated HPLC methods that have been modified to detect tetracyclines that mixed with fish meat of *Orochromis sp.* This study used a Shimadzu 6.1 HPLC with the control system (SCL-10A) and degasser (DGU-14A). The mobile phase used was mixed of oxalic acid (80%), acetonitrile (15%), and methanol (5%). The pump (LC-10AD) with flow rate 1 ml/minute, detector (UV-Vis SPD-10AV) with a wave length of 355 nm, the column used C₁₈ Shim-pack at size of 150 L x 4,6 mm set at temperature of 30⁰ Celcius. The validation test was done based on the accuracy, precision, specificity, linearity, limit of detection (LOD), and limit of quantification (LOQ). The results showed that the average of area concentration at 1,75 $\mu\text{g/g}$; 2 $\mu\text{g/g}$; 2,25 $\mu\text{g/g}$; 2,5 $\mu\text{g/g}$; 2,75 $\mu\text{g/g}$; 3 $\mu\text{g/g}$ respectively were 2.086,33; 2.420,33; 2.616,67; 2.962,67; 3.252,67; 3.789,33 with a retention time in between 3,9 minute and 4,8 minute.

The LOD at concentration of 0,62 $\mu\text{g/ml}$, the LOQ was at concentration 2,07 $\mu\text{g/ml}$. The result of LOD and LOQ did not accomplish the target which was equal to 0,1 mg/kg in the samples used. The equation of linear line obtained was $y = 1.298,1x - 228,22$ with $r = 0,99$. It can be concluded that the method developed in the research possessed good enough validity.

Keyword: tetracyline, HPLC, validation, tilapia fish.