

INTISARI

VALIDASI METODE ANALISIS KADAR TETRASIKLIN PADA DAGING IKAN NILA (*Oreochromis sp.*) MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) SEBAGAI LANGKAH AWAL DETEKSI RESIDU TETRASIKLIN

**Penggunaan Kolom C₁₈ (150 x 4,6) mm, Suhu 40^oC, Detektor UV-Vis ($\lambda = 355$ nm),
dan Fase Gerak Campuran dari Metanol (5%), Asetonitril (15%), Asam
Oksalat (80%) dengan Laju Alir 1 ml/menit**

Agesti Anggraini

Tetrasiklin adalah antibiotik spektrum luas dan sering digunakan sebagai pengobatan maupun imbuhan pakan. Penggunaan antibiotik yang tidak tepat dalam jangka lama menyebabkan akumulasi residu antibiotik di dalam jaringan atau organ hewan. Residu antibiotik berbahaya bagi kesehatan manusia. Kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) adalah metode analisis yang banyak digunakan untuk mendeteksi residu antibiotik. Penelitian ini bertujuan untuk validasi metode analisis residu tetrasiklin pada daging ikan nila (*Oreochromis sp.*) menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) sebagai langkah awal deteksi residu tetrasiklin.

Penelitian ini menggunakan alat KCKT Shimadzu 6.1 dengan sistem kontrol SCL-10A VP, kolom oven CTO-10C VP, detektor UV-Vis SPD-10AV VP, *degasser* DGU-14A, pompa LC-10AD VP, kolom C₁₈ merk Shim-pack ukuran (150 x 4,6) mm, suhu 40^oC, detektor UV-Vis ($\lambda = 355$ nm), dan fase gerak campuran metanol (5%), asetonitril (15%), asam oksalat (80%) dengan laju alir 1 ml/menit. Pengujian validasi didasarkan atas parameter spesifisitas, akurasi, presisi, linearitas, LOD, dan LOQ. Konsentrasi sampel 1,75 μ g/g; 2 μ g/g; 2,25 μ g/g; 2,5 μ g/g; dan 3 μ g/g.

Pengulangan dilakukan sebanyak tiga kali setiap konsentrasi dengan nilai RSD $\leq 2\%$. Persamaan garis linier $y = 2566,1x - 2447$ dengan nilai r yaitu 0,99. Nilai *recovery* pada kisaran 95 – 103%. Hasil untuk LOD 0,78 μ g/g, LOQ 2,59 μ g/g, dan waktu retensi yang diperoleh selama waktu 3,9 - 4,3 menit. Metode analisis yang dikembangkan memiliki validasi yang baik untuk mendeteksi kadar tetrasiklin pada daging ikan nila (*Oreochromis sp.*). Kesimpulan yang diperoleh yaitu metode yang digunakan memiliki validasi baik dari parameter spesifisitas, linearitas, presisi, dan akurasi.

Kata kunci : tetrasiklin, KCKT, validasi.

ABSTRACT

VALIDATION METHODE ANALYSIS TETRACYCLINE ON NILE TILAPIA MUSCLE (*Oreochromis sp.*) USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC) AS EARLY METHOD FOR TETRACYCLINE RECIDUE DETECTION

**Using of C₁₈ (150 x 4,6) mm, 40⁰C Temperature, Detector UV-Vis ($\lambda = 355$ nm),
and The Mixed Mobile Phase of Methanol (15%), Acetonitrile (15%), Oxalic
Acid (80%) with Flow Rate 1 ml/minute**

Agesti Anggraini

Tetracycline is a broad-spectrum antibiotic and often used for treatment or feed additive. Improper and prolonged use of antibiotics may result in accumulation of antibiotic residue in the tissues or animal organs. High performance liquid chromatography (HPLC) is a widely used residual analytical method for detecting antibiotic residues. This study aims to validate the method of residual analysis of tetracycline in tilapia fish meat (*Oreochromis sp.*) by using High performance liquid chromatography (HPLC) as early method for tetracycline recidue detection.

The study is using HPLC Shimadzu 6.1 with SCL-10A VP control system, CTO-10C VP oven column, SPD-10AV VP UV-Vis detector, degasser DGU-14A, LC-10AD VP pump, and using of C₁₈ brand Shim-pack size (150 x 4,6) mm. The oven temperature is 40⁰C, UV-Vis detector ($\lambda = 355$ nm), and the mixed mobile phase of methanol (5%), acetonitrile (15%), oxalic acid (80%) with flow rate 1 ml/min. Validation tests are based on parameters of specificity, accuracy, precision, linearity, LOD, and LOQ. Concentrations of samples 1,75 $\mu\text{g/g}$; 2 $\mu\text{g/g}$; 2,25 $\mu\text{g/g}$; 2,5 $\mu\text{g/g}$; and 3 $\mu\text{g/g}$.

Repetition was performed three times at each concentration with the average value of RSD obtained $\leq 2\%$. Linear line equation $y = 2566,1x - 2447$ with r value that is 0,99. The recovery value obtained in the range of 95 - 103%. Results for LOD 0,78 $\mu\text{g/g}$, LOQ 2.59 $\mu\text{g/g}$, and retention time obtained in 3,9 to 4,3 minutes. The analytical method developed has good validation for detecting tetracycline levels in tilapia fish (*Oreochromis sp.*). The conclusion is the developed method has good validity based on specificity, linearity, precision, and accuracy.

Keywords: tetracycline, HPLC, validation.