

## INTISARI

### **VALIDASI METODE ANALISIS OKSITETRASIKLIN MURNI DENGAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) SEBAGAI LANGKAH AWAL DETEKSI RESIDU PADA PRODUK PERIKANAN**

**Penggunaan Kolom C<sub>18</sub>, Fase Gerak Campuran Asetonitril-Asam Oksalat-Metanol, Laju Alir 1 ml/menit, Suhu 40°Celsius, Panjang Gelombang Detektor UV-Vis 368 nm, dan Pelarut *Buffer McIlvaine***

**Nana Putri Rahmawati**

Oksitetrasiklin adalah antibiotik golongan tetrasiklin yang biasa digunakan untuk terapi penyakit bakterial pada ikan. Penggunaan oksitetrasiklin yang tidak sesuai prosedur dan tanpa pengawasan dapat berpotensi menimbulkan residu. Residu oksitetrasiklin dalam daging ikan yang terkonsumsi memiliki efek negatif bagi manusia karena dapat menimbulkan toksisitas, reaksi alergi, proses karsinogenik, perubahan flora saluran pencernaan, dan resistensi bakteri. Salah satu metode yang dapat digunakan untuk mendeteksi residu oksitetrasiklin adalah dengan alat kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Tujuan penelitian ini adalah untuk melakukan validasi metode analisis oksitetrasiklin murni sebagai langkah awal deteksi residu pada produk perikanan.

Penelitian menggunakan seperangkat kromatografi cair kinerja tinggi Shimadzu 6.1 dengan kolom C<sub>18</sub>, suhu 40°C, dan detektor UV-Vis panjang gelombang 368 nm. Fase gerak yang digunakan adalah campuran asetonitril, asam oksalat, dan metanol perbandingan 15:80:5 dengan laju alir 1 ml/menit. Hasil penelitian dianalisis menggunakan parameter validasi meliputi spesifisitas, akurasi, presisi, linearitas, batas deteksi, dan batas kuantifikasi.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa terbentuk area puncak oksitetrasiklin yang spesifik pada waktu retensi menit ke-3 sampai menit ke-3,2. Rerata luas area konsentrasi 2,5 µg/ml; 1 µg/ml; 0,75 µg/ml; 0,5 µg/ml; dan 0,25 µg/ml berturut-turut adalah 64039,33; 20460,33; 15029,33; 9585,67; dan 5321. Nilai *recovery* diperoleh sebesar 91-137% yang menunjukkan tingkat akurasi metode. Keterulangan dilakukan sebanyak tiga kali dengan rata-rata nilai RSD ≤ 2%. Persamaan garis linear didapatkan  $y = 26726x - 3838,7$  dengan nilai  $r = 0,99$ . Batas deteksi diperoleh sebesar 0,88 µg/ml dan batas kuantifikasi 2,94 µg/ml. Kesimpulan hasil penelitian adalah bahwa metode analisis oksitetrasiklin memiliki validitas yang baik berdasarkan parameter spesifisitas, presisi, dan linearitas namun kurang baik berdasarkan parameter akurasi, batas deteksi, dan batas kuantifikasi.

Kata kunci : oksitetrasiklin, KCKT, validasi

## ABSTRACT

### **VALIDATION OF PURE OXYTETRACYCLINE ANALYSIS METHOD USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC) AS EARLY RESIDUE DETECTION ON FISHERY PRODUCTS**

**Usage of Column C<sub>18</sub>, Mobile Phase of Acetonitrile-Oxalic Acid-Methanol; Flow Rate 1 ml/minute, Temperature of 40°Celsius, Detector Wave Length of UV-Vis 368 nm, and Buffer McIlvaine Solvent**

**Nana Putri Rahmawati**

Oxytetracycline is a tetracycline antibiotic group commonly used for the treatment of bacterial diseases in fish. The inappropriate use and unattended procedures of oxytetracycline may potentially cause residue. Oxytetracycline residue in fish meat consumed by humans has negative effects. It can cause toxicity, allergic reactions, carcinogenic processes, changes in gastrointestinal flora, and bacterial resistance. High performance liquid chromatography is one of technique that can be used for detection of oxytetracycline residues. The purpose of this research is to validate pure oxytetracycline analysis method using high performance liquid chromatography.

A set of high performance liquid chromatography Shimadzu 6.1 with column C<sub>18</sub>, temperature 40°C, and wavelength detector UV-Vis 368 nm was used. The mobile phase used was a mixture of acetonitrile, oxalic acid, and methanol with a ratio of 15:80:5 which flowed at a rate of 1 ml/min. The results were analyzed using validation parameters including specificity, accuracy, precision, linearity, limit of detection, and limit of quantification.

The results showed that specific oxytetracycline peak areas were formed at 3 to 3.2 minute. Average area of concentration 2.5 µg/ml; 1 µg/ml; 0.75 µg/ml; 0.5 µg/ml; and 0.25 µg/ml respectively were 64039.33; 20460.33; 15029.33; 9585.67; and 5321. Recovery value obtained for 91-137% indicating the accuracy of the method. Repeatability was done three times with an average RSD value of ≤ 2%. Linear line equation  $y = 26726x - 3838.7$  with value  $r = 0.99$ . The limit of detection obtained was 0.88 µg/ml. The limit of quantification was 2.94 µg/ml. The conclusion of this study is that the oxytetracycline analysis method has good validity based on specificity, precision, and linearity but still poor based on accuracy, limit of detection, and limit of quantification.

**Keywords :** oxytetracycline, HPLC, validation