

INTISARI

VALIDASI METODE ANALISIS TETRASIKLIN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) SEBAGAI METODE AWAL DETEKSI ANTIBIOTIK PADA IKAN

Penggunaan Kolom C₁₈ dengan Suhu Kolom 30°C, Panjang Gelombang Detektor UV-Vis 280 nm, Fase Gerak Metanol 99,9% : Asetonitril 99,9% : Larutan Asam Oksalat 0,126% (80 : 4 : 16), Laju Alir Fase Gerak 1 ml/menit

Sara Ayu Wulan Praria

Tetrasiklin merupakan antibiotik yang sering digunakan pada terapi ikan. Penggunaan antibiotik yang tidak sesuai dengan aturan dapat menyebabkan terjadinya residu. Badan Standarisasi Nasional pada peraturan SNI 01-6366-2000 menetapkan kadar residu antibiotik golongan tetrasiklin tidak boleh melebihi 0,1 ppm. Kandungan residu antibiotik yang melebihi batas maksimum residu (BMR) dapat menyebabkan reaksi alergi, keracunan, resistensi antimikroba atau gangguan fisiologis pada manusia. Residu antibiotik dapat dianalisis menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Tujuan penelitian ini adalah melakukan validasi metode analisis tetrasiklin menggunakan KCKT sebagai metode awal deteksi antibiotik pada ikan.

Penelitian ini menggunakan KCKT Shimadzu 6.1 dengan kolom C₁₈; laju alir fase gerak 1 ml/menit; panjang gelombang detektor UV-Vis 280 nm; dan suhu 30°C. Konsentrasi sampel tetrasiklin 5 µg/ml; 2,5 µg/ml; 1 µg/ml; 0,75 µg/ml; dan 0,5 µg/ml yang dilarutkan dalam metanol 100%, serta menggunakan fase gerak metanol : asetonitril : asam oksalat (80 : 4 : 16). Hasil penelitian dianalisis dengan parameter validasi yaitu spesifisitas, akurasi, presisi, linearitas, batas deteksi, dan batas kuantifikasi.

Hasil penelitian menunjukkan area puncak spesifik yang terbentuk di sekitar menit ke-1,9 sampai 2,0. Hasil perolehan kembali (*recovery*) berkisar 85-105%. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali dengan nilai presisi RSD ≤ 2%. Rata-rata luas area sampel tetrasiklin 5 µg/ml; 2,5 µg/ml; 1 µg/ml; 0,75 µg/ml; 0,5 µg/ml berturut-turut adalah 713141,67; 383598,67; 153919,33; 123490,67; dan 74368,33 dengan persamaan linear $y = 14370 + 141197x$ dan $r = 0,99$. Nilai batas deteksi 0,00249 µg/g, serta batas kuantifikasi 0,00829 µg/g. Kesimpulan dari hasil penelitian, yaitu mempunyai validitas yang baik berdasarkan parameter spesifisitas, akurasi, presisi, linearitas, batas deteksi, dan batas kuantifikasi.

Kata kunci: tetrasiklin, residu, KCKT, validasi

ABSTRACT

VALIDATION OF TETRACYCLINE ANALYSIS METHODE USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATPGRAPHY (HPLC) AS EARLY RESIDUE DETECTION ON FISH

Usage of Column C₁₈ with Column Temperature of 30° Celcius, Detector Wave Length of UV-Vis 280 nm, Mobile Phase of Methanol 99,9% : Acetonitril 99,9% : Oxalic Acid Solution 0,126% (80 : 4 : 16), Flow Rate 1 ml/minute

Sara Ayu Wulan Praria

Tetracycline is an antibiotic that is often used in fish therapy. The use of antibiotics that are not in accordance with the rules can cause residue. National Standardization Agency on regulation SNI 01-6366-2000 determines the residual levels of tetracycline should not exceed 0.1 ppm. The residual content of antibiotics that exceeds the Residual Maximum Limit may cause allergic reactions, poisoning, antimicrobial resistance or physiological disorders in humans. Antibiotic residues can be analyzed using High Performance Liquid Chromatography (HPLC). The purpose of this research is to validate the method of tetracycline analysis using HPLC as the initial method of antibiotic detection in fish.

This research used HPLC Shimadzu 6.1 with column C₁₈; flow rate of mobile phase 1 ml / min; wavelength detector UV-Vis 280 nm; and temperature 30°C. Concentrations of tetracycline samples 5 µg/ml; 2.5 µg/ml; 1 µg/ml; 0.75 µg/ml; and 0.5 µg/ml dissolved in 100% methanol, and using a methanol mobile phase : acetonitrile : oxalic acid (80 : 4 : 16). The results were analyzed with validation parameters that are specificity, accuracy, precision, linearity, limit of detection, and limit of quantification.

The results showed a specific peak area in about minute 1.9 to 2.0. Recovery results ranged from 85-105%. Repetition was done 3 times with precision value $RSD \leq 2\%$. Average area of samples 5 µg/ml; 2.5 µg/ml; 1 µg/ml; 0.75 µg/ml; 0.5 µg/ml is 713141.67; 383598.67; 153919.33; 123490.67; and 74368.33 with linear equations $y = 14370 + 141197x$ and $r = 0.99$. Limit of detection (LOD) 0.00249 µg/g, and limit of quantification (LOQ) 0.00829 µg/g. The conclusion of the research results had good validity based on the parameters of specificity, accuracy, precision, linearity, limit of detection, and limit of quantification.

Keywords: tetracycline, residue, HPLC, validation