

INTISARI

VALIDASI ANALISIS TETRASIKLIN MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) SEBAGAI LANGKAH AWAL DETEKSI RESIDU TETRASIKLIN PADA PRODUK DAGING

**Penggunaan Kolom C₁₈ 150 mm x 4,6 mm , dengan Fase Gerak Metanol :
Asetonitril : Asam Oksalat 0,125% (80 : 4 : 16), Laju Alir Fase Gerak
1 mL/menit, Suhu 30°C, dan Panjang Gelombang
Detektor UV-Vis 355 nm**

Ni Made Ayudita Arjani Laksmi Wedayanti

Tetrasiklin merupakan antibiotik yang digunakan sebagai imbuhan pakan untuk hewan ternak dan dapat menimbulkan residu pada jaringan otot apabila penggunaannya tidak sesuai aturan. Metode analisis tetrasiklin dalam produk daging telah banyak dikembangkan, salah satunya adalah kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Penelitian ini bertujuan untuk melakukan validasi metode analisis tetrasiklin menggunakan alat KCKT merk Shimadzu 6.1, kolom C₁₈ 150 mm x 4,6 mm, fase gerak metanol, asetonitril, asam oksalat 0,125% dengan perbandingan 80 : 4 : 16, laju alir fase gerak 1 mL/menit, suhu 30°C, dan panjang gelombang detektor UV-Vis 355 nm. Analisis hasil didasarkan pada parameter spesifisitas, presisi, akurasi, linearitas, batas deteksi, dan batas kuantifikasi. Hasil penelitian menunjukkan rerata luas area puncak sampel tetrasiklin konsentrasi 0,001 µg/mL, 0,025 µg/mL, 0,05 µg/mL, 0,075 µg/mL, dan 0,1 µg/mL berturut-turut adalah 7.752,33, 10.996, 16.555, 23.139,33, dan 29.177,33 pada waktu retensi 1-2 menit. Presisi menunjukkan nilai persentase *relative standard deviation* (RSD) ≤2% pada semua tingkatan konsentrasi. Nilai akurasi berada dalam kisaran 90%-110% pada konsentrasi 0,05 µg/mL, 0,075 µg/mL, dan 0,1 µg/mL, namun konsentrasi 0,001 µg/mL dan 0,025 µg/mL memiliki nilai akurasi di luar kisaran tersebut. Linearitas menghasilkan persamaan linear $y = 221.867x + 6.785,6$ dengan nilai $R = 0,9952$. Batas deteksi dan batas kuantifikasi berturut-turut adalah 0,011183359 µg/mL dan 0,037278 µg/mL. Kesimpulan yang diperoleh yakni metode yang digunakan memiliki validitas yang baik dari segi spesifisitas, presisi, dan linearitas. Batas deteksi dan batas kuantifikasi tidak mencapai nilai batas maksimum residu pada sampel. Akurasi tidak menunjukkan validitas yang baik pada konsentrasi 0,001 µg/mL dan 0,025 µg/mL.

Kata kunci: validasi, tetrasiklin, KCKT.

ABSTRACT

VALIDATION OF TETRACYCLINE ANALYSIS USING HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC) AS EARLY METHOD FOR TETRACYCLINE DETECTION ON MEAT PRODUCTS

Usage of C₁₈ Column with 150 mm x 4,6 mm Size, Mobile Phase of Methanol : Acetonitrile : Oxalic Acid 0,125% (80 : 4 : 16), Mobile Phase Flow Rate 1 mL/minute, 30°C Temperature, and UV-Vis Detector Wavelength UV-Vis 355 nm

Ni Made Ayudita Arjani Laksmi Wedayanti

Tetracycline is a common antibiotic used as feed additives in livestock and can causes residues in animal's tissue if the usage is uncontrolled. Analytical methods of tetracycline on meat product have been developed, one of them is using high performance liquid chromatography (HPLC). The objective of this research was to validate analysis method using HPLC device Shimadzu 6.1, C₁₈ column with 150 mm x 4,6 mm size, mobile phase of methanol, acetonitrile, oxalic acid 0,125% with 80 : 4 : 16 in ratio, mobile phase flow rate 1 mL/minute, 30°C temperature, and UV-Vis detector wavelength 355 nm. Result analysis was based on specificity, precision, accuracy, linearity, limit of detection, and limit of quantification. The results showed that average peak area of the tetracycline samples with concentration 0,001 µg/mL, 0,025 µg/mL, 0,05 µg/mL, 0,075 µg/mL, and 0,1 µg/mL were 7.752,33, 10.996, 16.555, 23.139,33, and 29.177,33 respectively with retention time 1-2 minutes. Precision showed the percentage of relative standard deviation (RSD) value were ≤2% on all levels of concentration. Percentage of accuracy showed 90%-110% on the concentration of 0,05 µg/mL, 0,075 µg/mL, and 0,1 µg/mL, but concentration of 0,001 µg/mL and 0,025 µg/mL had accuracy value beyond the range. Linearity produced linear equation $y = 221.867x + 6.785,6$ with $R = 0,9952$. Limit of detection and limit of quantification were 0,011183359 µg/mL and 0,037278 µg/mL respectively. The conclusion was the method that is developed has good validity based on specificity, precision, and linearity. Limit of detection and limit of quantification did not reach maximum residue limit of sample. Accuracy validity did not show good mark on the concentration of 0,001 µg/mL and 0,025 µg/mL.

Keywords: validation, tetracycline, HPLC.