

Validasi metode analisis residu zilpaterol dalam daging sapi in vitro secara kromatografi cair kinerja tinggi fluoresensi = Validation of analytical method of zilpaterol in beef in vitro by high performance liquid chromatography - fluorescence

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20420314&lokasi=lokal>

Abstrak

Zilpaterol merupakan suatu obat golongan -agonis yang dapat meningkatkan berat karakas sapi sehingga daging sapi yang diperoleh semakin banyak tetapi dapat meninggalkan residu. Adanya kemungkinan dipakainya obat ini pada program pemerintah dalam rangka swasembada daging sapi dan residunya yang dapat menimbulkan efek samping, maka diperlukan suatu metode analisis untuk mengetahui kandungan residu zilpaterol pada daging sapi. Pada penelitian ini dilakukan validasi terhadap metode analisis dengan kromatografi cair kinerja tinggi yang sederhana untuk penentuan kadar zilpaterol dalam daging sapi secara in vitro. Sistem kromatografi menggunakan kolom YMC-Triart® C18 (250 x 4,6mm, 5 µm) dengan elusi isokratik menggunakan dapar amonium asetat 50 mM pH 4,5 - metanol (4:1) dengan laju alir 1,0 mL/menit. Sampel dideteksi dengan detektor fluoresensi pada panjang gelombang eksitasi 286 nm dan emisi 635 nm. Proses ekstraksi dari daging sapi dilakukan dengan metode pengendapan protein menggunakan asam trikloroasetat. Metode yang digunakan memenuhi kriteria persyaratan Validation of Analytical Methods Used in Residue Depletion Studies oleh FDA. Metode divalidasi pada rentang 5 - 50 ng/g dengan koefisien korelasi 0,9982 dan memenuhi kriteria akurasi dengan % diff sebesar -34,80% - 1,28%, serta presisi dengan koefisien variasi <11%. Batas deteksi didapat pada 1,49 ng/g dan batas kuantitasi 5,00 ng/g. Pada uji stabilitas, zilpaterol dalam daging sapi dinyatakan stabil pada 3 kali siklus beku dan cair juga pada ekstraknya selama 1 minggu.

.....Zilpaterol is a -agonist class of drugs which can increase weight of caracas cattle, but it can leave residue. The possibility of using this drug in the goverment beef self-supporting program and the side effects because of the residue, a method of analysis to determine the content of residual zilpaterol on beef is needed. In this research, validation of methods of analysis using high performance liquid chromatography for the determination of zilpaterol in beef in vitro. Chromatography was performed by YMC-Triart® C18 column (250 x 4,6mm, 5 m) under isocratic elution by 50 mM amonium acetate buffer pH 4.5 - methanol (4: 1) with a flow rate of 1.0 mL / min. Samples detected by fluorescence detector at excitation wavelength 286 nm and 635 nm emission. The extraction process from beef by protein precipitation method using trichloroacetic acid. The used method meet the eligibility criteria Validation of Analytical Methods Used in Residue depletion Studies by the FDA, method was validated in the range of 5-50 ng/g by correlation coefficient value 0.9982, and validated with accuracy (%diff) -34.80% - 1,28%, and precision <11%. Limit of detection this method is 1,49 ng/g and limit of quantitation is 5,00 ng/g. In the stability test, zilpaterol in beef stable at 3 cycles of freeze and thaw and the extract for 1 week.