

IDENTIFIKASI SENYAWA MDMA DAN PARACETAMOL DALAM SAMPEL URINE MENGGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS DAN KROMATOGRAFI GAS – SPEKTROFOTOMETRI MASSA (GC-MS)

Adella Aisiyah, Ajeng Nita Aryani, Diva Rizqi Salsabilla, Putri Mutiara Iskandar, Silvana Lestari Irwansyah

Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Singaperbangsa Karawang Jawa Barat, Indonesia

Email: adellaaisiyah@gmail.com, ajengnita29@gmail.com, divarizqi23@gmail.com,

sivanalestariirwansyah223@gmail.com, Putriimutiara588@gmail.com

ARTIKEL INFO

ABSTRAK

Diterima:

10 April 2022

Direvisi:

11 April 2022

Dipublish:

23 April 2022

Kata Kunci:

MDMA,
Identifikasi,
Determinasi,
Kromatografi Lapis Tipis.
acetaminophen,
urin, rambut,
Kromatografi Gas–
Spektometri Massa

MDMA (3,4-metilenedioksimet amfetamin) merupakan senyawa semisintetik turunan dari amfetamin tipe stimulan (ATS) yang bekerja dengan cara memicu pelepasan serotonin. Parasetamol (acetaminophen) adalah salah satu jenis obat yang memiliki efek analgesikantipiretik. Analisis MDMA memerlukan suatu metode yang relatif cepat sehingga dipilih metode TLC. Uji identifikasi dilakukan dengan 3 sistem kromatografi yaitu metanol: amonia TA (100:1,5 v/v), metanol: butanol TAF (60:40 v/v), dan Toluena: aseton: etanol: amonia TAEA (45: 45: 7: 3 v/v/v/v). Uji determinasi dilakukan dengan system TAEA dan digunakan MDMA sebagai standar. Hasil uji identifikasi menunjukkan benar dalam sampel terkandung MDMA melalui pendekatan Hrfc dan spektrum. Analisis Kualitatif Senyawa Parawsetamol (Acetaminophen) Pada Urin bertujuan untuk menganalisis senyawa parasetamol (acetaminophen) pada urin secara kualitatif dengan menggunakan kromatografi gas – spektrometri massa (GC-MS). Ekstraksi parasetamol pada sampel urin dilakukan dengan menggunakan etil asetat, yang selanjutnya hasil ekstraksi diderivatisasi menggunakan BSTFA yang mengandung TMCS 1 % dan dianalisis menggunakan kromatografi gas – spektrometri massa (GC-MS). Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel urine pada 1, 2, dan 3 jam setelah mengkonsumsi parasetamol memberikan hasil positif acetaminophen-TMS sedangkan pada 24, 168, dan 720 jam setelah konsumsi menghasilkqn negatif.

Keywords:

MDMA,
Identification,
Determination,
Thin Layer
Chromatography.
acetaminophen,
urine, hair, Gas
Chromatography–
Mass Spectrometry

ABSTRACT

MDMA (3,4-methylenedioxi met amphetamine) is a semisynthetic compound derived from stimulant type amphetamine (ATS) which works by triggering the release of serotonin. Paracetamol (acetaminophen) is one type of drug that has an analgesic-antipyretic effect. MDMA analysis requires a relatively fast method, so the TLC method was chosen. The identification test was carried out using 3 chromatographic systems, namely methanol: ammonia TA (100:1.5 v/v), methanol: butanol TAF (60:40 v/v), and Toluene: acetone: ethanol: ammonia TAEA (45: 45: 7: 3v/v/v/v). The determination test was carried out using the TAEA system and MDMA was used as a standard. The results of the identification test showed that the sample contained MDMA through the Hrfc and spectrum approaches.

How to cite:

Aisiyah, A., Aryani,A, N., Salsabilla, D, R., Iskandar, Irwansyah, S, L., (2022) Identifikasi Senyawa Mdma dan Paracetamol dalam Sampel Urine Menggunakan Metode Kromatografi Lapis Tipis dan Kromatografi Gas – Spektrofotometri Massa (Gc-Ms). *Jurnal Health Sains* 3(5). <https://doi.org/10.46799/jhs.v3i5.482>

E-ISSN:

2723-6927

Published by:

Ridwan Institute

Qualitative Analysis of Paracetamol Compounds (Acetaminophen) in Urine aims to analyze paracetamol compounds (acetaminophen) in urine qualitatively by using gas chromatography - mass spectrometry (GC-MS). Extraction of paracetamol in urine samples was carried out using ethyl acetate, which was then derivatized using BSTFA containing 1% TMCS and analyzed using gas chromatography – mass spectrometry (GC-MS). The results showed that urine samples at 1, 2, and 3 hours after consuming paracetamol gave positive results for acetaminophen-TMS while at 24, 168, and 720 hours after consumption they were negative.

Pendahuluan

Urine atau air seni maupun air kencing adalah cairan sisa yang diekskresikan oleh ginjal yang kemudian akan dikeluarkan dari dalam tubuh melalui proses urinasi. Eksresi urin diperlukan untuk membuang molekul-molekul sisa dalam darah yang disaring oleh ginjal dan untuk menjaga homeostasis cairan tubuh (Mariati, 2015).

Urine atau air seni maupun air kencing adalah cairan sisa yang diekskresikan oleh ginjal yang kemudian akan dikeluarkan dari dalam tubuh melalui proses urinasi. Eksresi urin diperlukan untuk membuang molekul-molekul sisa dalam darah yang disaring oleh ginjal dan untuk menjaga homeostasis cairan tubuh (Patriyah, 2018).

Dalam jurnal Komang Ari, dkk “Analisis Kualitatif Senyawa Parasetamol (*Acetaminophen*) Pada Urin Dan Rambut Menggunakan Kromatografi Gas.

Spektrometri Massa (GC-MS).” Disebutkan (Harsanto & Hidayat, 2017) yang menganalisis parasetamol dalam sampel urin dengan metode TLCspektrofotodensitometer diketahui bahwa urin yang dianalisis kandungan parasetamolnya adalah urin dari individu yang tidak mengkonsumsi parasetamol (urin blanko) yang ditambahkan larutan standar parasetamol (adisi standar). Penelitian ini belum dapat menggambarkan keberadaan parasetamol dalam urin pada kondisi yang sesungguhnya sehingga perlu dilakukan kembali analisis kualitatif pada urine seseorang yang mendapat terapi parasetamol. Berdasarkan uraian diatas maka

penulis kembali melakukan observasi secara kimiawi pada urin pasien yang mendapatkan terapi parasetamol dalam dosis terapi (berdasarkan resep dokter) tanpa mengubah pola konsumsi obat yang diberikan oleh dokter sesuai dengan kode etik yang berlaku serta tanpa adanya intervensi dari peneliti.

Dalam jurnal penelitian satunya oleh (Dewi & Duana, 2013) “Identifikasi Dan Determinasi Mdma Dalam Sampel Urine Dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis” digunakan MDMA (3,4metilenedioksimet amfetamin) atau yang secara umum dikenal sebagai ekstasi merupakan senyawa semisintetik turunan dari amfetamin tipe stimulan (ATS). Tahapan yang diperlukan dalam analisis MDMA adalah metode skrining, identifikasi, dan determinasi. Hasil analisis sangat dipengaruhi oleh jenis sampel yang digunakan, metode preparasi sampel, dan metode pengujian (ayu Suariyani, 2020). Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel urin. Urin merupakan bahan biologis penting untuk analisis Ekstasi, karena sekitar 50% senyawa tidak berubah (MDMA) dan proporsi produk biotransformasi mereka yang relatif tinggi dapat ditemui pada sampel dalam bentuk bebas atau terkonjugasi (Manela, 2015). Beberapa metode seperti kromatografi gas (GC), spektrometri massa GC (GCMS), kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC), elektroforesis kapiler (CE) dan Spektroskopi IR telah digunakan. Metode-metode ini memakan waktu, terutama mengenai diagnosis, karena sering memerlukan lebih

banyak metode analitik untuk menemukan obat amfetamin. Thin Layer Chromatography (TLC) adalah metode sederhana, cepat, murah, dan relatif selektif serta sensitif untuk analisis obat dan racun. Penentuan kuantitatif obat dan racun secara simultan telah membuatnya menjadi metode yang cepat. Oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk melakukan identifikasi dan determinasi MDMA dalam sampel urin menggunakan metode kromatografi lapis tipis

Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada jurnal pertama yaitu Uji Skrining menggunakan Metode Strip, Ekstraksi Sampel Urin, Uji Konfirmasi dengan TLC, Uji Determinasi dengan TLC. Pada Uji Skrining menggunakan Metode Strip Test, Strip test dicelupkan ke dalam Sampel urin, kemudian proses deteksi ditunggu selama \pm 4- 6 menit.

Pada Ekstraksi Sampel Urin, yang pertama yaitu LLE (Liquid-liquid extraction) : 1 ml sampel urine dipipet ke dalam tabung sentrifugasi lalu ditambahkan 1 ml NaOH 1 M, 2,5 ml akuades, dan 10 ml kloroform: etil asetat: etanol (3:1:1 v/v/v). Divortex selama 10 menit, disentrifugasi selama 5 menit. Fase organik disaring dengan natrium sulfat dan filter di cuci dengan 2 ml kloroform: etil asetat: etanol (3:1:1 v/v/v). Fase organik dipindahkan ke beaker yang telah berisi 25 μ L 10% HCl dalam methanol, kemudian diuapkan hingga kering. Kemudian SPE (solid phase extraction) : Cartridge SPE di prekondisikan dengan 2 ml methanol dan 2 ml akuades. 1 ml urin dilarutkan dengan 2 ml buffer fosfat pH 6. Dicuci dengan 2 ml HCl 0,1 M dan 2 ml methanol, dikeringkan menggunakan vakum selama 2 menit. Dielusi dengan 2 ml 5% NH₄OH dalam MeOH, eluat diuapkan. Pada Uji Konfirmasi dengan TLC : Fraksi fase organik dilarutkan dengan 50 μ L pelarut metanol. Disiapkan 3 Plat KLT silica gel GF254 larutan sampel, larutan blanko (metanol) ditotolkan 20 μ L, standar ditotolkan

sebanyak 1 μ L. Ketiga plat dielusi dengan fase gerak berbeda. Plat yang sudah kering disemprotkan dengan pereaksi ninhidrin.

Kemudian dimasukkan ke oven. Diamati perubahan warna yang terjadi. Kemudian dilakukan perbandingan spektrum. Pada Uji Determinasi dengan TLC : Densitometri Fraksi fase organik dilarutkan dengan 100 μ L pelarut methanol. Disiapkan Plat KLT silica gel GF254. Ditotolkan larutan standar MDMA konsentrasi 500 ng/ μ L sebanyak 2,3,4,8,10 μ L, fase organik hasil LLE (liquid-liquid extraction) sebanyak 10 μ L. Dielusi dengan sistem fase gerak TAEA toluena:aseton:etanol:amonia (45:45 :7:3 v/v/v/v). Plat discan pada panjang gelombang 210 nm.

Sedangkan metode yang digunakan pada jurnal kedua yaitu Pengambilan Sampel Urin, Preparasi Larutan Standar Paracetamol, Preparasi Kolom, Ekstraksi Sampel Urin, Derivatisasi, Kondisi GC-MS. Pada Pengambilan Sampel Urin sampel dilakukan pada 1, 2, 3, 24, 168, dan 720 jam setelah konsumsi tablet parasetamol dengan dosis terapi tanpa mengubah pola konsumsi obat yang telah diberikan. Pada Preparasi Larutan Standar Parasetamol : Tablet obat campuran dengan keterangan obat yakni mengandung 500 mg parasetamol dan 250 mg senyawa obat lainnya (pseudoephedrine, malaet, klorfeniramine) digerus hingga halus.

Sebanyak 0,15 mg serbuk obat ditimbang dan dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dengan aquades hingga tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar parasetamol 1 ppm. Pada Preparasi Kolom : Cartridge yang telah disiapkan ditutup dengan kertas saring. Exterlute dimasukkan kedalam cartridge sebanyak $\frac{3}{4}$ bagian cartridge untuk 8 mL sampel. Pada Ekstraksi Sampel Urin : pH sampel urin diukur menggunakan pH indicator- strips. Kemudian sebanyak 8 mL urin dimasukkan ke dalam kolom SPE. Kemudian dielusi dengan eluen etil asetat, eluat hasil elusi diuapkan dibawah blower

lemari asam. 1 mL eluat disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 5000 rpm. Supernatan yang diperoleh ditampung dalam tabung reaksi lalu dialiri nitrogen pada suhu ruang hingga seluruh pelarutnya menguap kemudian residu yang diperoleh diderivatisasi. Pada Dervivatisasi : sebanyak 50 µL BSTFA dengan TMCS 1 % ditambahkan ke residu (sampel urin dan

rambut). Tabung disegel dan dipanaskan pada 60 oC selama 30 menit. Setelah derivatisasi, sampel didinginkan sampai suhu kamar dan siap diinjeksikan pada sistem GCMS. Pada Kondisi GC-MS : analisis GC dilakukan dengan Agilent 6890N kromatografi gas dilengkapi dengan Agilent 5973 detektor massa selektif.

Hasil dan Pembahasan

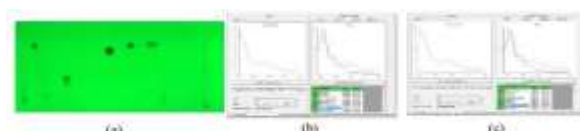
Berdasarkan hasil dari jurnal pertama dilakukan penelitian menggunakan tiga metode yaitu uji skrining, uji konfirmasi, dan uji determinasi. Uji skrining dilakukan dengan pemeriksaan awal terhadap obat pada golongan yang besar atau metabolitnya dengan hasil presumtif positif atau negative. Apabila terlihat pada strip test yang digunakan terdapat garis berwarna merah maka sampel urin dinyatakan positif mengandung psikotropika golongan amfetamin (Wa Ode Sumarsih & Rosanty, 2018). Sebelum dilakukan uji skrining perlu dilakukan pengecekan organoleptis urin. Hasil organoleptis pada urin menunjukkan warna urin kuning, bau khas urine dengan pH urin yaitu 5. Pada sampel urin ini positif mengandung psikotropika golongan amfetamin. Pada tahap kedua yaitu uji konfirmasi menggunakan metode

Kromatografi Lapis Tipis yang mengacu pada TIAFT (*The International Asosiation of Forensic Toxicologists*).

Pendekatan yang digunakan yaitu pendekatan hRfc dan overlay spektrum untuk menentukan senyawa yang terkandung dalam sampel. Sebagai pembanding ditotolkan baku pembanding seperti MDMA, morfin, dan kodein untuk menjadi acuan hrfc. Diperoleh overlay spektrum jika spektrum hasil LLE menunjukkan korelasi tertinggi untuk golongan amfetamin adalah etil MDMA dengan nilai korelasi 0,82434 (b) dan untuk sampel hasil SPE adalah TMA dengan korelasi 0,77341. (c). Hasil hRfc yang diperoleh pada sistem TAF tidak menunjukkan golongan amfetamin.



Gambar 2. Hasil dari sistem TA berupa spot (a), korelasi spektrum LLE dengan etil MDMA (b) dan kolerasi spektrum SPE dengan TMA.



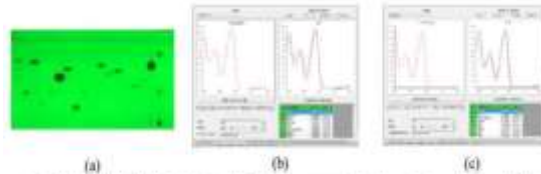
Gambar 3. Hasil dari sistem TAF berupa spot (a), korelasi spektrum LLE dengan etil MDMA (b) dan kolerasi spektrum SPE dengan MDMA.

Hasil overlay spektrum yang diperoleh pada sampel LLE menunjukkan korelasi tertinggi untuk golongan amfetamin yaitu etil MDA dan MDMA. Sampel hasil LLE memiliki nilai hRfc yang sangat jauh

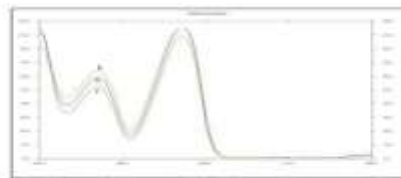
dari senyawa yang diduga berada dalam sampel. Hal ini disebabkan karena tidak ada standar pembanding yang memiliki Rf lebih besar dari spot yang diduga senyawa golongan amfetamin. Maka dari itu apabila

dilihat pada SOC (scene of crime), nilai hrfc, dan overlay spektrum dapat dinyatakan jika golongan amfetamin yang terkandung dalam sampel urin tersebut adalah MDMA. Pada uji konfirmasi diperoleh hasil berbeda antara sampel LLE dan SPE dapat terjadi karena beberapa pengaruh seperti pH urin,

suhu, dan waktu penyimpanan. Selain itu mekanisme kerja untuk ekstraksi dengan LLE dan SPE juga berbeda. Sehingga analit yang dihasilkan memiliki perbedaan yang signifikan.



Gambar 4. Hasil dari sistem TAEA berupa spot (a), korelasi spektrum LLE dengan MDA (b) dan korelasi spektrum SPE dengan MDMA



Gambar 5. Overlay spektrum standar MDMA (a) dengan spot pada track sampel hasil LLE (b) dan SPE (c) pada skala yang sama.

Tahapan ketiga yaitu uji determinasi dengan menggunakan 5 larutan seri dengan konsentrasi yang berbeda. Nilai r^2 yang diperoleh adalah 1 (kurva kalibrasi). Kemudian dapat dihitung LOD dan LOQ (batas deteksi dan batas kuantifikasi) dari hasil yang masing-masing sebesar 18,63 ng dan 62,12 ng (Beredar & Pasaran, 2016). Berdasarkan hasil yang diperoleh tersebut, apabila seseorang mengkonsumsi MDMA

setara dengan 0,40,8 mg/L maka seseorang tersebut telah mengkonsumsi MDMA dalam jumlah yang sangat banyak dan dapat menyebabkan toksisitas akut. Hal ini diperkuat kembali melalui penelitian yang menyebutkan bahwa konsentrasi MDMA yang tinggi dapat menyebabkan kematian. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa sampel urine yang diteliti mengandung MDMA dengan dosis letal.

Tabel 2. Nilai AUC dari uji determinasi

Senyawa	Konsentrasi (ng/μL)	Terdian	Konsentrasi standar (ng/μguri)	AUC
Seri 1	500	2 μL	1000	49002,5
Seri 2	500	3 μL	1500	69570,7
Seri 3	500	4 μL	2000	72345,1
Seri 4	500	8 μL	4000	107211,3
Seri 5	500	10 μL	5000	143118,3
Sampel LLE O ₁	-	10 μL	-	39557,5
Sampel LLE O ₂	-	10 μL	-	54257
Sampel LLE O ₃	-	10 μL	-	57312,1
Sampel LLE O ₄	-	10 μL	-	55596,9
Sampel LLE O ₅	-	10 μL	-	32090,8
Sampel LLE O ₆	-	10 μL	-	49561,1

Pada jurnal kedua dilakukan dua pengujian yaitu pengukuran pH urine dan uji analisis senyawa parasetamol

(*acetaminophen*) pada urine. Hasil pengukuran pH urine menggunakan pH indicator-strips disajikan pada Tabel 1

terlihat bahwa semua sampel urin yang akan dianalisis telah berada pada pH 4-6 sehingga tidak dilakukan perlakuan lainnya untuk mengatur pH urin. Berdasarkan hasil analisis yang didapatkan, Acetaminophen - TMS diperoleh akibat dilakukannya

derivatisasi menggunakan BSTFA yang mengandung TMCS 1% sehingga terjadi pergantian gugus hidrogen aktif dengan trimetilsilil (Si(CH₃)₃).

Tabel 1. Hasil pengukuran pH urine menggunakan pH indicator-strip

Pengambilan sampel	pH Urin		
	A	B	C
I	5	5	6
II	5	5	6
III	4	4	5
IV	5	5	5
V	4	4	6
VI	6	6	6

Tahap terakhir pada uji analisis senyawa parasetamol (*acetaminophen*) diperoleh senyawa acetaminophen-TMS pada larutan standar yang terbaca dengan metode Full Scan dan SIM (*Selected Ion Monitoring*) dengan waktu retensi 18.31 menit setelah mengkonsumsi tablet parasetamol menunjukkan hasil positif (+) acetaminophen - TMS. Berdasarkan hasil yang diperoleh dari tabel 2, Hasil positif menunjukkan bahwa parasetamol telah

terdistribusikan keseluruh tubuh dengan waktu paruh 1-3 jam.

Hasil negatif diperoleh pada pengamatan 24, 168, dan 720 jam setelah mengkonsumsi obat, hal tersebut terjadi karena seluruh metabolit acetaminophen seluruhnya telah terekskresi melalui urin maupun cairan tubuh yang lainnya seperti keringat dan saliva.

Tabel 2. Hasil analisis Acetaminophen pada semua sampel urin sukarelawan

Pengambilan sampel	Hasil Analisis Acetaminophen (+)/(-)			Keterangan
	A	B	C	
	I	(+)	(+)	
II	(+)	(+)	(+)	Acetaminophen-TMS
III	(+)	(+)	(+)	Acetaminophen-TMS
IV	(-)	(-)	(-)	Negatif Acetaminophen
V	(-)	(-)	(-)	Negatif Acetaminophen
VI	(-)	(-)	(-)	Negatif Acetaminophen

Kesimpulan

Hasil dari kedua jurnal pada sampel urine yang telah diuji menggunakan kromatografi lapis tipis menunjukan bahwa sampel urine yang diteliti positif mengandung MDMA dengan dosis letal dan dengan

metode kromatografi gas -spektrometri massa diperoleh hasil positif acetaminophen-TMS pada sampel urine setelah 1,2 dan 3 jam setelah mengkonsumsi

BIBLIOGRAFI

- Ayu Suariyani, D. P. (2020). Identifikasi dan Determinasi MDMA dalam Sampel Urine dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis. *Indonesian Journal of Legal and Forensic Sciences (IJLFS)*, 10(1), 16–25. [Google Scholar](#)
- Beredar, F. P. P. W. Y., & Pasaran, D. (2016). Validasi Metode Spektrofotometri Visible Untuk Penentuan Kadar. *Journal of Pharmacy and Science*, 1(1). [Google Scholar](#)
- Darmapatni, K.A.G., Dkk. 2014. Analisis Kualitatif Senyawa Paracetamol (Acetaminophen) Pada Urin Dan Rambut Menggunakan Kromatografi GasSpektrofotometri Massa (GC-MS). *Jurnal Kimia*; 8 (2) : 257-262. [Google Scholar](#)
- Dewi, N. K. N., & Duana, I. M. K. (2013). Keluhan muskuloskeletal pada sales promotion girl (SPG) mall pemakai sepatu tumit tinggi di kota Denpasar tahun 2012. *Community Health*, 1(2), 143–150. [Google Scholar](#)
- Harsanto, L. F., & Hidayat, W. (2017). Pengaruh Kualitas Produk, Harga dan Lokasi Terhadap Keputusan Pembelian (Pada UKM Martabak Mas Ipung di *Jurnal Ilmu Administrasi Bisnis*, 6(3), 340–351. [Google Scholar](#)
- Manela, C. (2015). Pemilihan, penyimpanan dan stabilitas sampel toksikologi pada korban penyalahgunaan narkotika. *Jurnal Kesehatan Andalas*, 4(1). [Google Scholar](#)
- Mariati, N. W. (2015). Pencegahan dan perawatan karies rampant. *Jurnal Biomedik: JBM*, 7(1). [Google Scholar](#)
- Patriyah, S. (2018). *Perbedaan Berat Jenis Urin Berdasarkan Penundaan Waktu pada Penderita Diabetes Mellitus*. UNIMUS. [Google Scholar](#)
- Suariyani, D.P.A, Dkk. 2020. Identifikasi Dan Determinasi Mdma Dalam Sampel Urine Dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis. *Indonesian Journal Of Legal And Forensic Sciences*; 10 (01):16-25. [Google Scholar](#)
- Wa Ode Sumarsih, P., & Rosanty, A. (2018). *Identifikasi Narkoba Jenis Metamphetamin (Sabu-Sabu) Pada Pelajar Laki-Laki Kelas I Di Smk Negeri 2 Kota Kendari Sulawesi Tenggara*. Poltekkes Kemenkes Kendari. [Google Scholar](#)

Copyright holder:

Adella Aisiyah, Ajeng Nita Aryani, Diva Rizqi Salsabilla, Putri Mutiara Iskandar, Silvana Lestari Irwansyah (2022)

First publication right:

Jurnal Health Sains

This article is licensed under:

