



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.7**

Validasi Metode Tes Warna untuk
Identifikasi MDMA dalam Bentuk
Serbuk Tablet, Pecahan Tablet
dan Tablet

Tgl : 23-02-2024
Ed : 03
Rev : 01
Hal : 1 dari 5

A. PARAMETER VALIDASI

1. Uji Batas Deteksi (Limit of Detection - LOD)

a. Pengujian LOD tanpa penambahan matriks (serbuk *blank*)

- 1) Pengujian ini dilakukan dengan menyiapkan sampel MDMA dengan variasi berat misal : 25 mg, 15 mg, 10 mg, 5 mg, 1 mg, 0,5 mg dan seterusnya sampai dengan berat sampel yang hasil uji warnanya tidak terdeteksi oleh pereaksi uji. Sampel yang sudah ditimbang diuji menggunakan pereaksi marquise, mandeline, simon. Pengujian dilakukan sampai warna tidak dapat terdeteksi lagi.

Tabel 1. Pengujian LOD tanpa penambahan matriks (serbuk *blank*)

No	Berat Metamfetamina (mg)	Pereaksi Uji			Hasil Uji
		Marquise	Mandeline	Simon	
1					
2					
3					
dst					

Simpulan ;

Catatan :

Kontrol positif yang digunakan adalah baku pembanding MDMA, sedangkan kontrol negatif adalah pereaksi uji.

2) Keberterimaan

1. Kriteria warna

Marquise : teridentifikasi warna hitam dengan jelas



Mandeline : teridentifikasi warna hitam dengan jelas



Simon : teridentifikasi warna biru dengan jelas



2. Positif MDMA, jika ketiga jenis uji (marquise, mandeline, dan simon) memberikan warna seperti kriteria diatas.

b. Pengujian LOD dengan penambahan matriks (serbuk *blank*)

- 1) Pengujian ini dilakukan dengan menyiapkan matriks (serbuk *blank*) dan sampel tunggal MDMA. Sampel tunggal MDMA ditimbang dengan variasi berat misal: 25 mg, 15 mg, 10 mg, 5 mg, 1 mg, 0.5 mg, dan seterusnya sampai dengan berat sampel yang hasil uji warnanya tidak terdeteksi oleh pereaksi uji. Kemudian pada masing-masing ditambahkan sebanyak 220 mg matriks (serbuk *blank*), dan diaduk sehingga campuran sampel dan serbuk *blank* merata. Uji masing-masing campuran dengan menggunakan pereaksi marquise, mandeline dan simon. Pengujian dilakukan sampai warna tidak dapat terdeteksi lagi.

MASTER

Pusat Laboratorium Narkotika BNN

Dibuat oleh :
Penata Lab Narkotika
Ahli Pertama

Diperiksa oleh:
Penata Lab Narkotika
Ahli Muda

Disahkan oleh:
Penata Lab Narkotika
Ahli Madya

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 16.7	Tgl : 23-02-2024
		Validasi Metode Tes Warna untuk Identifikasi MDMA dalam Bentuk Serbuk Tablet, Pecahan Tablet dan Tablet	Ed : 03
			Rev : 01
			Hal : 2 dari 5

Tabel 2. Pengujian LOD tanpa penambahan matriks (serbuk *blank*)

No	Berat Metamfetamina (mg)	Pereaksi Uji			Hasil Uji
		Marquise	Mandeline	Simon	
1					
2					
3					
dst					

Simpulan :

Catatan :

- Kontrol positif yang digunakan adalah baku pembanding MDMA.
- Serbuk matriks (Serbuk *blank*) yang digunakan adalah amilum jagung.
- Kontrol negatif yang digunakan adalah amilum jagung ditambahkan pereaksi uji.

2) Keberterimaan

a) Kriteria warna

Marquise : teridentifikasi warna hitam dengan jelas



Mandeline : teridentifikasi warna hitam dengan jelas



Simon : teridentifikasi warna biru dengan jelas



b) Positif MDMA, jika ketiga jenis uji (marquise, mandeline, dan simon) memberikan warna seperti kriteria diatas

c. Perulangan / presisi pengujian pada titik LOD tanpa / dengan penambahan matriks (serbuk *blank*).

1) Tanpa penambahan matriks

Sampel MDMA disiapkan pada titik LOD sebanyak 6 replika. Masing-masing sampel diuji dengan pereaksi marquise, mandeline dan simon.

2) Dengan penambahan matriks

Sampel MDMA disiapkan pada titik LOD sebanyak 6 replika, kemudian ditambahkan 220 mg serbuk *blank*, campuran diaduk agar merata. Masing-masing sampel diuji dengan pereaksi marquise, mandeline dan simon.

Tabel 3. Presisi Pada Titik LOD tanpa / dengan penambahan matriks *)

No	Berat Metamfetamina (mg)	Replika	Pereaksi Uji			Hasil Uji
			Marquise	Mandeline	Simon	
1		1				
		2				
		3				
dst						

*) Pilih salah satu

2. Uji Presisi

- a. Presisi atau keterulangan adalah keseragaman hasil analisis dengan metode yang sama jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi yang sama dan dalam interval waktu yang pendek. Uji Presisi dilakukan dengan cara :

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 16.7	Tgl : 23-02-2024
		Validasi Metode Tes Warna untuk Identifikasi MDMA dalam Bentuk Serbuk Tablet, Pecahan Tablet dan Tablet	Ed : 03
			Rev : 01
			Hal : 3 dari 5

- 1) Tanpa matriks : Sampel MDMA disiapkan pada konsentrasi 1,25 hingga 2 kali LoD sebanyak 5 replika untuk uji ripitabilitas (*intraday*) dan 5 replika untuk uji reproduibilitas (*interday*).
- 2) Dengan matriks : Sampel metamfetamina disiapkan pada konsentrasi 1,25 hingga 2 kali LoD sebanyak 5 replika untuk uji ripitabilitas (*intraday*) dan 5 replika untuk uji reproduibilitas (*interday*). Kemudian pada masing-masing sampel ditambahkan matriks sebanyak 220 mg, diaduk hingga tercampur rata.
- 3) Masing-masing sampel diuji dengan pereaksi marquise, mandeline dan simon.

Tabel 4. Uji Presisi

Keterangan	Berat Metamfetamina (mg)	Replika	Pereaksi Uji			Hasil Uji
			Marquise	Mandeline	Simon	
Tanpa matriks		1				
		2				
		3				
		dst				
Dengan matriks		1				
		2				
		3				
		dst				

Simpulan :

Catatan :

- Kontrol positif yang digunakan adalah baku pembanding MDMA.
- Serbuk matriks (serbuk *blank*) yang digunakan adalah amilum jagung.
- Kontrol negatif yang digunakan adalah amilum jagung ditambahkan pereaksi uji.

b. Keberterimaan

1) Kriteria warna

Marquise : teridentifikasi warna hitam dengan jelas



Mandeline : teridentifikasi warna hitam dengan jelas



Simon : teridentifikasi warna biru dengan jelas



- 2) Tidak lebih dari 20% jumlah keseluruhan jenis sampel (5 jenis sampel yang berbeda) yang diujikan presisi memberikan hasil *false negatif*.

3. Uji Spesifisitas/Selektivitas

a. Uji spesifisitas dilakukan terhadap beberapa perlakuan uji yang berbeda yaitu :

1) Perlakuan 1

Sampel uji mengandung kontrol narkotika satu golongan dengan MDMA (misal : MDA, metamfetamina, amfetamina, dan golongan *Amphetamine Type Stimulant* lainnya).

2) Perlakuan 2

Sampel uji berupa senyawa yang digunakan sebagai diluen, bahan penambah dan lainnya (misal : bahan pengikat tablet, pewarna dan lainnya jika ada).

3) Perlakuan 3

Sampel uji berupa kontrol narkotika berbeda golongan (misal : morfina, kodeina, THC, dan golongan yang bukan merupakan *Amphetamine Type Stimulant* lainnya).

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 16.7	Tgl : 23-02-2024
		Validasi Metode Tes Warna untuk Identifikasi MDMA dalam Bentuk Serbuk Tablet, Pecahan Tablet dan Tablet	Ed : 03
			Rev : 01
			Hal : 4 dari 5

- 4) Perlakuan 4
Sampel uji berupa matriks yang telah diketahui komposisinya, misal : amilum jagung, kecuali untuk sampel bentuk kristal metamfetamina.
- b. Tahapan :
1) Sampel uji disiapkan dalam pelat tetes dan disiapkan sebanyak 6 replika.
2) Masing-masing sampel diuji dengan pereaksi marquise, mandeline dan simon.
- c. Keberterimaan
1) Kriteria warna
Marquise : teridentifikasi warna hitam dengan jelas.



Mandeline : teridentifikasi warna hitam dengan jelas.



Simon : teridentifikasi warna biru dengan jelas.



2) Perlakuan 1 : seluruh sampel uji memberikan hasil negatif.
Perlakuan 2 : kurang dari 5% memberikan *false negative*.
Perlakuan 3 : seluruh sampel uji memberikan hasil negatif.
Perlakuan 4 : kurang dari 10% memberikan hasil *false positive*.

Tabel 5. Uji Spesifisitas

No	Sampel	Replika	Pereaksi Uji			Hasil Uji
			Marquise	Mandeline	Simon	
1	Perlakuan 1	1				
		2				
		3				
		dst				
2	Perlakuan 2	1				
		2				
		3				
		dst				
3	Perlakuan 3	1				
		2				
		3				
		dst				
4	Perlakuan 4	1				
		2				
		3				
		dst				

Simpulan :

B. SIMPULAN

- Jika semua komponen validasi memenuhi syarat keberterimaan, maka metode dinyatakan valid dan dapat digunakan dalam analisis rutin di Pusat Laboratorium Narkotika BNN.
- Apabila terjadi perubahan terhadap metode pengujian atau kondisi uji terhadap metode yang telah divalidasi dan perubahan tersebut berpengaruh secara signifikan, maka dilakukan kaji ulang untuk menentukan perlunya revalidasi atau verifikasi.

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 16.7	Tgl : 23-02-2024
		Validasi Metode Tes Warna untuk Identifikasi MDMA dalam Bentuk Serbuk Tablet, Pecahan Tablet dan Tablet	Ed : 03
			Rev : 01
			Hal : 5 dari 5

C. LITERATUR

1. *Guidance and Validation of Analytical Methodology Calibration of Equipment used for Testing of Illicit Drugs in Seized Materials and Biological Specimens* – UNODC 2009.
2. *Recommended Method for Identification and Analysis of Amphetamine, Methamphetamine and Their Ring-Substituted analogues in Seized Materials* – UNODC 2006.
3. *Training Basic Method Validation (MV-01) Agilent Technologies* – Berca Niaga Medika.

D. DOKUMEN TERKAIT

1. LU-PSD 7.2 Pemilihan, Verifikasi, dan Validasi Metode Uji
2. LU-IKR 08 Identifikasi MDMA dalam Sampel Serbuk Tablet, Pecahan Tablet dan Tablet
3. LU-FRM 66 Lembar Kerja Kegiatan
4. Laporan Hasil Validasi Metode