

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 1 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

A. PROFILING KRISTAL METAMFETAMINA

Tahapan kegiatan profiling metamfetamina meliputi uji karakteristik secara fisik dan kimia. Masing-masing hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54 Profiling Kristal Narkotika.

1. Uji Karakteristik Fisik

a. Uji pemerian

Cara kerja

- 1) Sampel ditimbang dan disisihkan sebanyak 1 gram
- 2) Sampel diamati dan didokumentasikan ciri fisiknya, meliputi bentuk, warna, dan kemasan.
- 3) Sampel kristal dan kemasan didokumentasikan

b. Uji Warna (*Colour Test*)

Uji warna merupakan tahapan uji pendahuluan (*screening test*) yang bertujuan untuk mengidentifikasi golongan narkotika berdasarkan perubahan warna pada pereaksi tertentu. Uji warna dilakukan dengan menggunakan pereaksi *marquise*, *mandeline* dan *simon*.

Cara kerja

- 1) Sampel digerus dengan mortar hingga halus dan homogen
- 2) Sampel diambil sebanyak $\frac{1}{4}$ spatula (40-45mg), kemudian ditempatkan pada plat tetes (3 lubang)
- 3) Lubang pertama, ditetaskan dengan pereaksi *marquise*, lalu amati perubahan warnanya
- 4) Lubang kedua, ditetaskan dengan pereaksi *mandeline*, lalu amati perubahan warnanya
- 5) Lubang ketiga, ditetaskan dengan pereaksi *simon*, lalu amati perubahan warnanya
- 6) Dilakukan uji terhadap kontrol sampel positif dan negatif.
 - Kontrol sampel positif menggunakan standar kerja.
 - Kontrol sampel negatif merupakan reagen tes warna tanpa sampel.

Kriteria keberterimaan mengikuti LU-IKR 04 butir A tentang Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet.

c. Uji Kelarutan

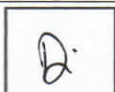
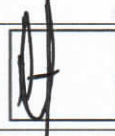
Uji kelarutan bertujuan untuk mengidentifikasi tingkat kepolaran suatu senyawa narkotika. Pelarut yang digunakan adalah air/aquadestilata dan metanol.

Cara kerja

- 1) Sampel diambil sebanyak $\frac{1}{4}$ spatula (40-45mg), kemudian dimasukkan ke dalam 2 (dua) buah tabung reaksi.
- 2) Pelarut air/aquadestilata dan metanol ditetaskan ke masing-masing tabung reaksi yang berisikan sampel, lalu diamati tingkat kelarutan sampel dalam masing-masing pelarut.

Kriteria tingkat kelarutan:

(-) Tidak Larut; (+) Sukar Larut; (++) Sedikit Larut; (+++) Larut; (+++++) Mudah Larut

Dibuat oleh : Asisten Penata Laboratorium Narkotika Mahir		Diperiksa oleh: Penata Laboratorium Narkotika Ahli Muda		Disahkan oleh: Penata Laboratorium Narkotika Ahli Madya	
---	---	---	--	---	---

MASTER

Pusat Laboratorium Narkotika BNN

Dilarang menggandakan atau menyadur sebagian atau seluruh isi dokumen ini tanpa seizin Kepala Pusat Laboratorium Narkotika BNN

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 2 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

d. Uji Anion

Uji anion bertujuan untuk menganalisis jenis unsur atau ion yang terdapat dalam sampel.

Cara kerja

- 1) Sampel diambil sebanyak $\frac{1}{4}$ spatula (40-45mg), kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi.
- 2) Ditambahkan air/aquadestilata sebanyak 1 mL
- 3) Ditambahkan larutan perak nitrat (AgNO_3) 1% tetes demi tetes, diamati perubahannya.
- 4) Ditambahkan larutan ammonium hidroksida (NH_4OH) tetes demi tetes, diamati perubahannya.
- 5) Ditambahkan asam nitrat (HNO_3) tetes demi tetes, diamati perubahannya.

Kriteria keberterimaan :

- 1) Dinyatakan positif dalam bentuk garam HCl/klorida apabila terjadi perubahan reaksi sebagai berikut :
 - penambahan perak nitrat (AgNO_3) menimbulkan endapan putih dadih.
 - penambahan larutan ammonium hidroksida (NH_4OH) menyebabkan endapan putih terlarut kembali.
 - penambahan asam nitrat (HNO_3) menyebabkan endapan putih timbul kembali.
- 2) Dinyatakan bukan dalam bentuk garam HCl/Klorida jika pada ketiga jenis pelarut, sampel tersebut tidak memberikan kriteria perubahan reaksi sesuai yang disebutkan pada poin 1).



Gambar 1. Sampel dalam Bentuk Garam HCl/Klorida setelah Penambahan Perak Nitrat (AgNO_3)



Gambar 2. Sampel Bukan dalam Bentuk Garam HCl/Klorida setelah Penambahan Perak Nitrat (AgNO_3)

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 3 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

e. Uji Titik Leleh

Uji titik leleh dilakukan untuk mengetahui jenis isomer optis dari metamfetamina.

Cara kerja menggunakan instrumen *Stuart® Melting Point SMP10*

- 1) Sampel diambil 1 spatula (160 – 180 mg), kemudian ditempatkan pada kertas perkamen.
- 2) Sampel dimasukkan ke dalam pipa kapiler setinggi kurang lebih 1 – 1,5 cm (kurang lebih 50mg).
- 3) Pipa kapiler yang sudah berisi sampel dimasukkan pada lubang yang tersedia pada alat.
- 4) Cara pengamatan sampel mengikuti kaidah pada LU-IKA 32 tentang Prosedur Pengoperasian Stuart® Melting Point SMP10.
- 5) Pengujian dilakukan secara triplo.

Kriteria pengamatan :

- 1) *d*- metamfetamina dan *l*-metamfetamina mempunyai titik leleh 170-175°C
- 2) metamfetamina rasemat mempunyai titik leleh lebih rendah yaitu 130-135°C

f. Uji Mikroskopik

Uji mikroskopik bertujuan untuk mengamati bentuk kristal metamfetamina di bawah mikroskop dengan pembesaran tertentu (10x dan 40x).

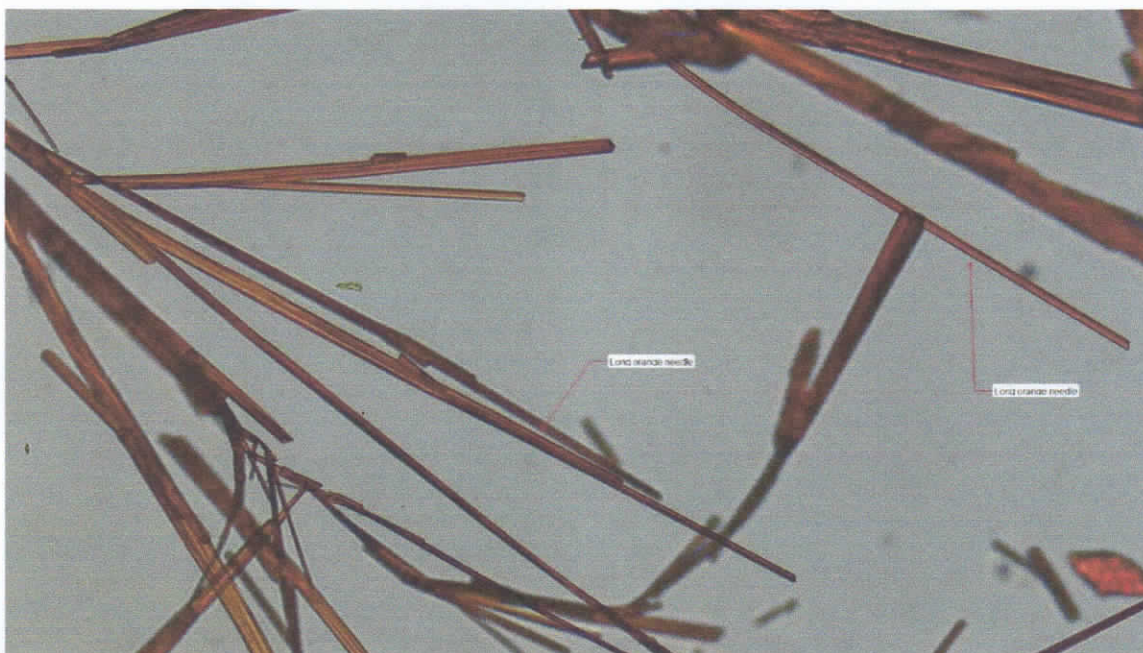
Cara kerja

- 1) Sampel diambil sebanyak ¼ spatula (40-45mg), dan diletakkan pada 3 buah *objek glass* (pengujian dilakukan secara triplo).
- 2) Masing-masing sampel pada object glass ditetesi reagen mikroskopis sebanyak 1 tetes, kemudian ditutup dengan cover glass. Pembuatan reagen mikroskopis untuk kristal metamfetamina mengacu pada LU-IKR 02 tentang Pembuatan Reagen.
- 3) Bentuk Kristal metamfetamina di bawah mikroskop diamati.
- 4) Cara pengamatan sampel mengikuti kaidah pada LU-IKA 18.1 tentang Prosedur Pengoperasian Mikroskop.

Kriteria pengamatan :

- 1) Kristal *d*-metamfetamina menunjukkan penampakan bentuk jarum panjang berwarna *orange*.
- 2) Metamfetamina rasemat menunjukkan penampakan bentuk batang dengan ujung miring berwarna kemerahan.

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 4 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	



Gambar 3. Bentuk Kristal Metamfetamina Dibawah Mikroskop

2. Uji Karakteristik Kimia

a. Uji Kiralitas

Uji kiralitas bertujuan untuk mengetahui stereoisomer kristal metamfetamina. Jenis kristal metamfetamina dibedakan menjadi 3 (tiga) yaitu *d*-metamfetamina, *l*-metamfetamina dan metamfetamina rasemat. Uji kiralitas dilakukan dengan prinsip kromatografi cair menggunakan kolom kiral.

Cara kerja

1) Rekristalisasi kristal metamfetamina

Sebanyak 100 mg sampel dilarutkan dalam 6 mL kloroform, kemudian ditambahkan 6 mL dietil eter. Untuk rekristalisasi (sebanyak 5 mL dietil eter ditambahkan terlebih dahulu, menyusul 1 mL dietil eter ditambahkan tetes demi tetes bersamaan dengan menggosok-gosokkan bagian bawah *beaker glass*).

2) Pembuatan fasa gerak (*mobile phase*)

Buffer KH_2PO_4 20 mM dibuat dengan cara menimbang 1,36 gram padatan KH_2PO_4 dan dilarutkan dalam 500 mL aquades, kemudian disaring dengan menggunakan mikrofilter 0,22 μm dan diultrasonik degas selama minimal 15 menit.

3) Pembuatan standar pembanding *d,l*-metamfetamina

Sebanyak 2 mg standar metamfetamina dilarutkan dalam 10 mL aquades, diambil secukupnya untuk ditempatkan kedalam vial.

4) Preparasi Sampel

Sampel hasil rekristalisasi ditimbang sebanyak 1mg kemudian dilarutkan dalam 10 mL aquades, kemudian disaring dengan *syringe filter*, diambil secukupnya kedalam vial.

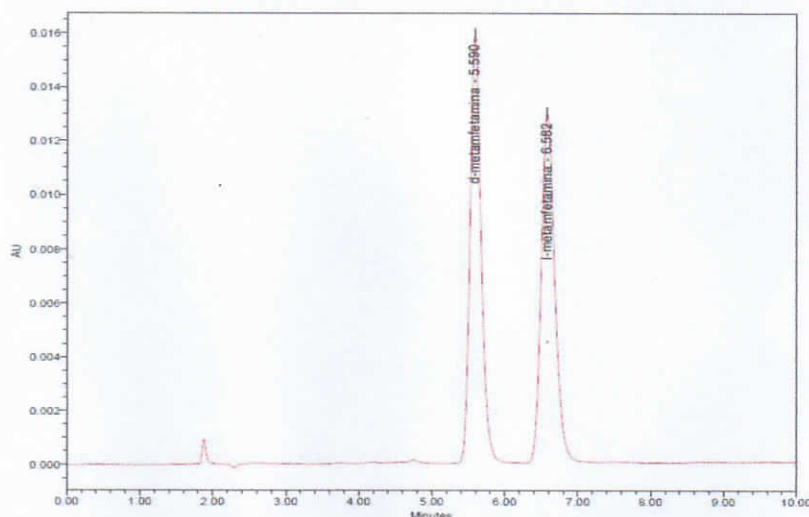
	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 5 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

5) Analisis dengan UPLC-PDA

- Injeksi sampel mengikuti kaidah pada LU-IKA 24 Prosedur Pengoperasian LC-PDA
- Metode yang digunakan adalah : **Kiralitas**

Kriteria pengamatan :

Waktu retensi kromatogram sampel yang dihasilkan dibandingkan dengan waktu retensi puncak standar pembanding dengan selisih tidak lebih dari ± 1 menit



Gambar 4. Kromatogram Menunjukkan Puncak *d*-Metamfetamina dan *l*-Metamfetamina

b. Uji Trace Ephedrine

Uji *trace ephedrine* dilakukan untuk mengidentifikasi adanya kandungan *l-ephedrine* dan/atau *d-pseudoephedrine* sebagai jejak penggunaan prekursor Efedrin dalam pembuatan Kristal metamfetamina. Uji *trace ephedrine* dilakukan dengan prinsip kromatografi cair.

Cara kerja

1) Preparasi fasa gerak (*mobil phase*)

Buffer KH_2PO_4 50 mM dibuat dengan cara menimbang sebanyak 3,4 gram padatan KH_2PO_4 dan larutkan dalam 500 mL akuades, kemudian disaring menggunakan mikrofilter 0,22 μm .

2) Preparasi Sampel

Sebanyak 100 mg sampel dilarutkan dalam 2,5 mL akuades, kemudian disiapkan 2 vial untuk masing-masing sampel dengan komposisi sesuai tabel berikut

Tabel 1. Komposisi Pengenceran pada Uji *Trace Ephedrine*

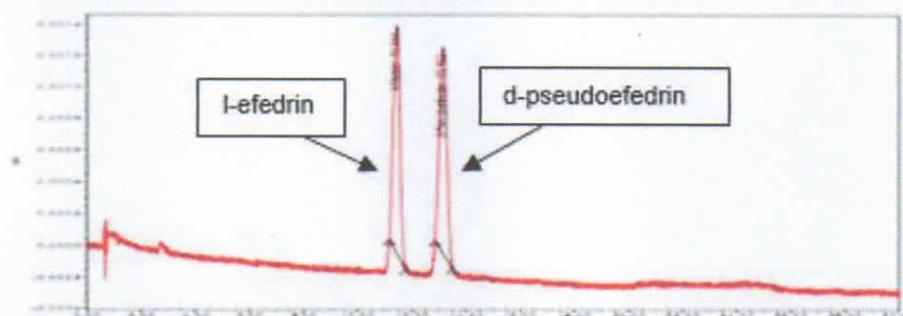
	Sampel	Std <i>l-efedrine</i>	Std <i>d-pseudoefedrin</i>	Air
Sampel (vial 1)	1 mL	-	-	100 μL
Sampel + standar (vial 2)	1 mL	50 μL	50 μL	-

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 6 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

- 3) Preparasi standar campuran *l*-ephedrine dan standar *d*-pseudoephedrine
Standar *l*-ephedrine dan standar *d*-pseudoephedrine disiapkan pada konsentrasi masing-masing 100 ppm. Kemudian dipipet sebanyak masing-masing 50 µL standar *l*-ephedrine dan standar *d*-pseudoephedrine lalu ditambahkan aquades hingga volume 1 mL dan dimasukkan ke dalam vial.
- 4) Analisis dengan kromatografi cair
 - Injeksi sampel mengikuti kaidah pada LU-IKA 24 Prosedur Pengoperasian LC-PDA
 - Metode yang digunakan adalah : **trace ephedrine_982**
 - Luas area sampel dibandingkan dengan luas area sampel yang ditambahkan standar campuran *l*-ephedrine dan *d*-pseudoephedrine

Kriteria pengamatan

Waktu retensi puncak sampel yang dihasilkan dibandingkan dengan waktu retensi standar pembanding dengan selisih tidak lebih dari ± 1 menit



Gambar 5. Kromatogram Menunjukkan Puncak *l*-Ephedrine dan *d*-Pseudoephedrine

c. Uji Trace Impurities

Uji trace impurities bertujuan untuk mengidentifikasi impurities/key impurities pada sampel metamfetamina dan menganalisis kemiripan profil kimia antar sampel profiling. Uji trace impurities dilakukan menggunakan instrumen GC-MS melalui preparasi sampel secara langsung menggunakan etil asetat (direct extraction), ekstraksi menggunakan buffer fosfat pH 10,5 (basidic extraction) dan ekstraksi menggunakan buffer asetat pH 6,0 (acidic extraction).

Cara kerja

1) Direct extraction

Ditimbang sebanyak 100 mg kristal metamfetamina yang telah digerus dan dihomogenkan, kemudian ditambahkan 2 mL etil asetat. Kemudian larutan sampel divortex 5 menit dan diultrasonikasi selama 10 menit. Selanjutnya disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 5 menit untuk selanjutnya difiltrasi sebelum diinjeksikan ke GC-MS.

2) Basidic extraction

Pembuatan buffer phosphate pH 10,5

- a) Ditimbang NaH_2PO_4 sebanyak 0,144 gram, dilarutkan dalam 25 mL akuades
- b) Ditimbang Na_2HPO_4 sebanyak 0,369 gram, dilarutkan dalam 50 mL akuades
- c) Diambil sebanyak 19,5 mL dari a) dan 30,5 mL dari b) kemudian dihomogenkan

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 7 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

- d) Ditimbang sebanyak 1 gram Na_2CO_3 , dilarutkan dalam 10 mL akuades
- e) Diambil sebanyak 40 mL larutan c) kemudian ditambahkan 10 mL larutan d)
- f) Dilakukan pengecekan pH menggunakan pH meter hingga diperoleh pH 10,5 (*adjust* pH dengan larutan *phosphoric acid* 49-51%).

Preparasi sampel

Ditimbang sebanyak 100 mg kristal metamfetamina yang telah digerus dan dihomogenkan, kemudian ditambah 2 mL *Buffer Phosphat* pH 10,5. Diultrasonikasi selama 5 menit dan divortex 2 menit. Ditambahkan Etil Asetat sebanyak 0,5 mL, divortex selama 2 menit dan diultrasonikasi kembali selama 5 menit. Selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 5 menit. Fasa organik (bagian atas) diambil kemudian difiltrasi dengan membran filter untuk selanjutnya diinjeksikan ke GC-MS.

3) *Acidic extraction*

Pembuatan *buffer acetate* pH 6,0

- Ditimbang sebanyak 41,015 mg natrium asetat, dilarutkan dalam 50 mL akuades
- Dilakukan pengecekan pH menggunakan pH meter hingga diperoleh pH 6,0 (*adjust* pH dengan larutan asam asetat glasial tetes demi tetes, jika pH berlebih (terlalu asam) dinetralkan dengan larutan NaOH.

Preparasi Sampel

Ditimbang sebanyak 100 mg kristal metamfetamina yang telah digerus dan dihomogenkan, kemudian ditambah 2 mL *buffer acetate* pH 6,0. Diultrasonikasi selama 5 menit dan divortex selama 2 menit. Ditambahkan Etil Asetat 0,5 mL kemudian divortex selama 2 menit dan diultrasonikasi kembali selama 5 menit. Selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 5 menit. Fasa organik (bagian atas) diambil kemudian difiltrasi dengan membran filter untuk selanjutnya diinjeksikan ke GC-MS.

Kriteria pengamatan :

- Fragmen massa puncak-puncak yang terbentuk dari hasil injeksi sampel diamati dan dibandingkan dengan fragmen massa senyawa *impurities* dalam basis data *impurities* metamfetamina
- Waktu retensi puncak-puncak yang terbentuk dari hasil injeksi sampel dibandingkan dengan waktu retensi senyawa *impurities* dalam basis data *impurities* metamfetamina
- Identifikasi persentase kesamaan / *similarity* puncak-puncak yang terbentuk dari hasil injeksi sampel terhadap *library*.

d. Uji Kadar

Uji kadar sampel Kristal metamfetamina merupakan analisis kuantitatif terhadap sampel dengan tujuan untuk mengukur kadar metamfetamina dalam sampel kristal yang diprofilkan. Uji kadar dilakukan dengan menggunakan instrumen GC-FID.

Cara Kerja

1) Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat untuk *plotting* kadar sampel profiling.

Preparasi

- Dibuat deret standar metamfetamina dengan 5 level konsentrasi, menggunakan standar acuan metamfetamina bersertifikat yang dilarutkan dalam metanol. Tiap level konsentrasi dibuat sebanyak 3 replika.
- Tiap masing-masing deret standar diambil secukupnya, dimasukkan dalam vial dan siap untuk diinjeksikan ke GC-FID.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKR 16**

Karakterisasi / Profiling
Narkotika

Tgl : 29-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 8 dari 17

Analisis dengan GC-FID

- Injeksi sampel pada GC-FID mengikuti kaidah pada LU-IKA 31 Prosedur Pengoperasian GC-FID
- Larutan standar diinjeksikan ke GC-FID sebanyak 3 kali ulangan untuk masing-masing replika pada tiap level konsentrasi.
- Metode yang digunakan sebagai berikut: **Meth-Kuantitatif_split 50**

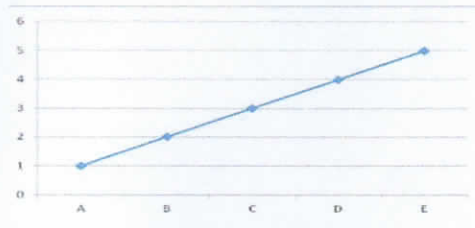
Pengolahan Data

- Dibuat *plot* antara *mean* dari tiap level konsentrasi (x) terhadap luas area (y), sehingga diperoleh persamaan garis $y = bx \pm a$,

Tabel 1. Kurva linieritas

Konsentrasi	Mean Area
A	
B	
C	
D	
E	
Mean	
SD	
%RSD _{area}	

Konsentrasi	Mean area
A	
B	
C	
D	
E	



Kriteria Keberterimaan: nilai $R^2 = 0,995 \pm 0,005$ dan $\%RSD_{area} \leq 2\%$

2) Penentuan Kadar

Preparasi Sampel

Ditimbang sebanyak 1 mg sampel dilarutkan dalam 10 mL metanol, larutan diambil secukupnya kedalam vial dan diinjeksikan ke GC-FID. Tiap sampel ditimbang sebanyak 3 kali ulangan (3 kali replika).

Analisis dengan GC-FID

- Injeksi sampel pada GC-FID mengikuti kaidah pada LU-IKA 31 Prosedur Pengoperasian GC-FID.
- Larutan standar diinjeksikan ke GC-FID sebanyak 3 kali ulangan untuk masing-masing replika pada tiap level konsentrasi.
- Metode yang digunakan sebagai berikut: **Meth-Kuantitatif_split 50**

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 9 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

Pengolahan Data

- *Mean* area dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan konsentrasi metamfetamina dalam sampel (C_{plot}), dalam satuan ppm.
- C_{plot} dari tiap ulangan dalam satu replika dirata-ratakan.
- Kadar metamfetamina dalam bentuk *base* dihitung dengan rumus berikut :

$$\frac{C_{plot} \times \text{Volume akhir} \times \text{Faktor pengenceran} \times (\text{BM base/BM HCl})}{\text{Berat timbang sampel (mg)} \times 1000} \times 100\%$$

Keterangan :

BM base/BM HCl = 0.80345

- Kadar metamfetamina dalam bentuk HCl dihitung dengan rumus berikut :

$$\frac{C_{plot} \times \text{Volume akhir} \times \text{Faktor pengenceran}}{\text{Berat timbang sampel} \times 1000} \times 100\%$$

e. Uji Isotop Stabil ($\delta^{15}\text{N}$, $\delta^{13}\text{C}$, dan $\delta^2\text{H}$)

Uji isotop stabil bertujuan untuk mengidentifikasi sumber bahan baku prekursor yang digunakan dalam sintesis metamfetamina dengan cara mengukur $\delta^{15}\text{N}$, $\delta^{13}\text{C}$, dan $\delta^2\text{H}$ dari sampel metamfetamina. Uji isotop stabil dilakukan menggunakan instrumen *Elemental Analyzer-Isotope Ratio Mass Spectrometer* (EA-IRMS). Penyiapan dan pengoperasian instrumen EA-IRMS mengikuti LU-IKA 30 tentang Prosedur Pengoperasian *Isotope Ratio Mass Spectrometer* (IRMS).

1) Penyiapan standar efedrin dan pseudoefedrin

- Standar yang digunakan dalam pengujian adalah standar metamfetamina, standar *l*-efedrin dan standar *d*-pseudoefedrin. Informasi terkait sumber perolehan standar (natural, semi-sintesis, sintesis) diperlukan (jika ada).
- Untuk uji isotop $\delta^{13}\text{C}$ dan $\delta^{15}\text{N}$, standar IAEA dan *working standard* yang digunakan dalam pengujian adalah kafein. Standar ditimbang sebanyak 300 – 400µg, dikemas sampel dalam *tin foil capsule* dengan menggulung hingga padat dan berbentuk lingkaran dengan diameter 2-3mm.
- Untuk uji isotop $\delta^2\text{H}$, standar IAEA yang digunakan dalam pengujian adalah Polyethylene. Standar ditimbang sebanyak 150 – 200µg, dikemas sampel dalam *silver foil capsule* dengan menggulung hingga padat dan berbentuk lingkaran dengan diameter 2-3mm.

2) Preparasi sampel dan standar uji isotop $\delta^{13}\text{C}$ dan $\delta^{15}\text{N}$

- Ditimbang 300 – 400µg sampel metamfetamina yang telah dihaluskan dan standar kafein IAEA (IAEA-600, $\delta^{13}\text{C}$: -27,771±0,043 ‰VPDB dan $\delta^{15}\text{N}$: +1,0±0,2 ‰N2), dimasukkan ke dalam *tin foil capsules*.
- Kemas sampel dalam *foil capsule* dengan cara menggulung hingga padat dan berbentuk lingkaran dengan diameter 2-3mm.
- Setiap sampel dilakukan pengulangan penimbangan sebanyak 3 kali.
- Masukkan *tin capsules* yang telah dilipat ke dalam *sample tray*.

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 10 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

- 3) Preparasi sampel dan standar uji isotop $\delta^2\text{H}$
 - Ditimbang 150 – 200 μg sampel metamfetamina yang telah dihaluskan dan standar kafein polietilen (IAEA-CH₇, $\delta^2\text{H}$: $-100,3 \pm 2,0$ ‰VSMOW), dimasukkan ke dalam *silver foil container*.
 - Kemas sampel dalam *foil capsule* dengan cara menggulung hingga padat dan berbentuk lingkaran dengan diameter 2-3mm.
 - Setiap sampel dilakukan pengulangan penimbangan sebanyak 3 kali.
 - Masukkan silver container yang telah dilipat ke dalam sample tray.

B. PROFILING TABLET MDMA

Tahapan kegiatan profiling MDMA meliputi uji karakteristik secara fisik dan kimia. Masing-masing hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54.c Profiling Tablet Narkotika.

1. Uji Karakteristik Fisik

a. Uji pemerian

Cara kerja :

- 1) Sampel ditimbang dan disisihkan sebanyak 3-5 butir atau setara dengan 1 gram.
- 2) Sampel diamati, diukur dan didokumentasikan ciri fisiknya, meliputi bentuk, logo, warna, dimensi, bobot tablet dan kemasan.
- 3) Sampel tablet dan kemasan didokumentasikan.
- 4) Hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 11 Formulir Profiling Tablet.

b. Uji Warna (*Colour Test*)

Uji warna pada tablet MDMA dilakukan dengan menggunakan pereaksi *marquise*, *mandeline* dan *simon*.

Cara kerja

- 1) Material digerus dengan mortar hingga halus dan homogen.
- 2) Sampel diambil sebanyak $\frac{1}{4}$ spatula (40-45 mg), kemudian ditempatkan pada plat tetes (3 lubang).
- 3) Lubang pertama, ditetaskan dengan pereaksi *marquise*, lalu amati perubahan warnanya.
- 4) Lubang kedua, ditetaskan dengan pereaksi *mandeline*, lalu amati perubahan warnanya.
- 5) Lubang ketiga, ditetaskan dengan pereaksi *simon*, lalu amati perubahan warnanya.
- 6) Dilakukan uji terhadap kontrol sampel positif dan negatif.
 - Kontrol sampel positif menggunakan standar kerja.
 - Kontrol sampel negatif merupakan reagen tes warna tanpa sampel.

Kriteria keberterimaan mengikuti LU-IKR 08 butir A tentang Identifikasi MDMA dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet.

c. Uji Anion

Uji anion bertujuan untuk menganalisis jenis unsur atau ion yang terdapat dalam sampel tablet MDMA.

Cara kerja

- 1) Sampel diambil sebanyak $\frac{1}{4}$ spatula (40-45mg), kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKR 16**

Karakterisasi / Profiling
Narkotika

Tgl : 29-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 11 dari 17

- 2) Ditambahkan air/aquadestilata sebanyak 1 mL.
- 3) Larutan disaring dengan *syringe filter*.
- 4) Ditambahkan larutan perak nitrat (AgNO_3) 1% tetes demi tetes, diamati perubahannya.
- 5) Ditambahkan larutan ammonium hidroksida (NH_4OH) tetes demi tetes, diamati perubahannya.
- 6) Ditambahkan asam nitrat (HNO_3) tetes demi tetes, diamati perubahannya.

Kriteria keberterimaan sama dengan kriteria keberterimaan uji anion pada poin A Profiling Kristal Metamfetamina.

2. Uji Karakteristik Kimia

a. Uji *Trace Impurities*

Uji *trace impurities* bertujuan untuk mengidentifikasi *impurities/key impurities* pada sampel MDMA dan menganalisis kemiripan profil kimia antar sampel profiling. Uji *trace impurities* dilakukan menggunakan instrumen GC-MS melalui preparasi sampel dengan cara ekstraksi menggunakan NaOH 1 M pH 12,80 (*Pascal extraction*) dan ekstraksi menggunakan *buffer carbonate* pH 10 (*Swist extraction*).

Cara kerja

1) *Pascal extraction*

Pembuatan NaOH 1M

Ditimbang NaOH sebanyak 0,4 gram, dilarutkan dalam 10 mL akuades

Preparasi sampel

Ditimbang sebanyak 20 mg tablet MDMA yang telah digerus dan dihomogenkan, kemudian ditambahkan 3 mL akuades. Larutan sampel divortex 5 menit kemudian dibasakan dengan menambahkan NaOH 1 M sebanyak $\pm 135 \mu\text{L}$ hingga pH = 12,80, lalu dishaker selama 10 menit pada kecepatan 220 rpm. Kemudian ditambahkan diethyl ether 3 mL, lalu dishaker kembali selama 20 menit pada kecepatan 220 rpm. Selanjutnya disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 5 menit. Fasa organik (bagian atas) dipindahkan ke vial lalu dievaporasi menggunakan nitrogen dengan laju rendah hingga cairan terevaporasi sempurna. Rekonstitusi dengan 500 μL diethyl ether dan divortex selama 1 menit, kemudian difiltrasi sebelum diinjeksikan ke GC-MS (metode Pascal Gimeno pada GC-MS, volume injeksi 1 μL).

2) *Swist extraction*

Pembuatan *buffer carbonate* pH 10

- a) Ditimbang NaHCO_3 sebanyak 0,42 gram
- b) Ditimbang Na_2CO_3 sebanyak 0,52 gram
- c) Hasil penimbangan a) dan b) dicampurkan kemudian dihomogenkan
- d) Ditambahkan 50 mL akuades kemudian dihomogenkan
- e) Dilakukan pengecekan pH menggunakan pH meter hingga diperoleh pH 10,18 (*adjust* pH dengan larutan HCl/NaOH 1N)

Preparasi sampel

Ditimbang sebanyak 100 mg tablet MDMA yang telah digerus dan dihomogenkan, kemudian ditambah 2 mL *Buffer carbonate* pH 10,18. Dishaker selama 25 menit. Suspensi difiltrasi, filtrat ditambahkan 500 μL n-heptane, lalu dishaker selama 25 menit. Selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 5 menit. Fasa



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKR 16**

Karakterisasi / Profiling
Narkotika

Tgl : 29-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 12 dari 17

organik (bagian atas) diambil kemudian difiltrasi untuk selanjutnya diinjeksikan ke GC-MS (metode Swist pada GC-MS, volume injeksi 1 μ L).

Kriteria pengamatan :

- Fragmen massa puncak-puncak yang terbentuk dari hasil injeksi sampel diamati dan dibandingkan dengan fragmen massa senyawa *impurities* dalam basis data *impurities* MDMA
- Waktu retensi puncak-puncak yang terbentuk dari hasil injeksi sampel dibandingkan dengan waktu retensi senyawa *impurities* dalam basis data *impurities* MDMA
- Identifikasi persentase kesamaan / *similarity* puncak-puncak yang terbentuk dari hasil injeksi sampel terhadap *library*.

b. Uji Kadar

Uji kadar sampel tablet MDMA merupakan analisis kuantitatif terhadap sampel dengan tujuan untuk mengukur kadar MDMA dalam sampel tablet yang diprofilkan. Uji kadar dilakukan dengan menggunakan instrumen GC-FID.

Cara Kerja

1) Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat untuk *plotting* kadar sampel profiling.

Preparasi

- Dibuat deret standar MDMA dengan 5 level konsentrasi, menggunakan standar acuan MDMA bersertifikat yang dilarutkan dalam metanol. Tiap level konsentrasi dibuat sebanyak 3 replika.
- Tiap masing-masing larutan deret standar diambil secukupnya, dimasukkan dalam vial dan siap untuk diinjeksikan ke GC-FID.

Analisis dengan GC-FID

- Injeksi sampel pada GC-FID mengikuti kaidah pada LU-IKA 31 Prosedur Pengoperasian GC-FID
- Larutan standar diinjeksikan ke GC-FID sebanyak 3 kali ulangan untuk masing-masing replika pada tiap level konsentrasi.
- Metode yang digunakan sebagai berikut: **Meth-Kuantitatif_split 50**

Pengolahan Data

- Dibuat *plot* antara *mean* dari tiap level konsentrasi (x) terhadap luas area (y), sehingga diperoleh persamaan garis $y = bx \pm a$

Tabel 1. Kurva linieritas

Konsentrasi	Mean Area
A	
B	
C	
D	
E	
Mean	
SD	
%RSD _{area}	



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKR 16**

Karakterisasi / Profiling
Narkotika

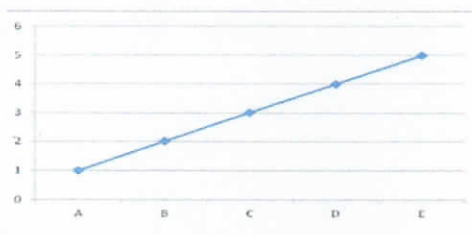
Tgl : 29-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 13 dari 17

Konsentrasi	Mean area
A	
B	
C	
D	
E	



Kriteria Keberterimaan: nilai $R^2 = 0,995 \pm 0,005$ dan $\%RSD_{area} \leq 2\%$

2) Pengukuran Kadar

Preparasi Sampel

Ditimbang sebanyak 1 mg sampel dilarutkan dalam 10 mL metanol, kemudian larutan diambil secukupnya dan disaring dengan *syringe filter*, dimasukkan ke dalam vial dan diinjeksikan ke GC-FID. Tiap sampel ditimbang sebanyak 3 kali ulangan (3 kali replika).

Analisis dengan GC-FID

- Injeksi sampel pada GC-FID mengikuti kaidah pada LU-IKA 31 Prosedur Pengoperasian GC-FID.
- Larutan sampel diinjeksikan ke GC-FID sebanyak 3 kali ulangan untuk masing-masing replika pada tiap level konsentrasi.
- Metode yang digunakan sebagai berikut: **Meth-Kuantitatif_split 50**

Pengolahan Data

- *Mean* area dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan konsentrasi MDMA dalam sampel (C_{plot}), dalam satuan ppm.
- C_{plot} dari tiap ulangan dalam satu replika dirata-ratakan.
- Kadar MDMA dalam bentuk HCl dihitung dengan rumus berikut :

$$\frac{C_{plot} \times \text{Volume akhir} \times \text{Faktor pengenceran}}{\text{Berat timbang sampel} \times 1000} \times 100\%$$

C. PROFILING GANJA

Tahapan kegiatan profiling ganja meliputi uji karakteristik secara fisik dan kimia terhadap sampel hasil pemusnahan ladang ganja. Masing-masing hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54.f Profiling Ganja.

1. Uji Karakteristik Fisik

a. Uji pemerian

Cara kerja

- 1) Tanaman ganja dipisahkan berdasarkan bagian tanaman berikut : Bahan/daun, batang, biji, akar, dan bunga
- 2) Sampel didokumentasikan ciri fisiknya.

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 14 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

b. Uji Warna (Colour Test)

Uji warna pada sampel tanaman ganja dilakukan dengan menggunakan pereaksi *Duquenois-Levine*.

Cara kerja

- 1) Sampel digerus dengan mortar hingga halus dan homogen
- 2) Sampel diambil sebanyak $\frac{1}{2}$ spatula, kemudian dimasukkan dalam tabung reaksi.
- 3) Sampel ditambahkan pereaksi *Duquenois-Levine* (larutan vanilin 1% + HCl pekat + kloroform). Pembuatan pereaksi *Duquenois-Levine* mengacu pada LU-IKR 02 tentang Pembuatan Reagen.
- 4) Dilakukan uji terhadap kontrol sampel positif dan negatif.
 - Kontrol sampel positif merupakan standar kerja (baku pembanding) ganja/*tetrahydrocannabinol*.
 - Kontrol sampel negatif merupakan reagen tes warna tanpa sampel.

Kriteria keberterimaan mengikuti LU-IKR 01 butir A tentang Identifikasi Ganja /*Tetrahydrocannabinol* dalam Sampel Bahan/Daun, Batang, Biji, Akar, dan Bunga.

c. Uji mikroskopis

Uji mikroskopik bertujuan untuk mengamati penampakan daun ganja secara melintang dan membujur di bawah mikroskop dengan perbesaran tertentu (10x dan 40x).

Cara kerja

- 1) Dipilih beberapa lembar bahan/daun ganja kemudian diiris secara melintang dan membujur, masing-masing diletakkan pada *object glass*.
- 2) Masing-masing sampel pada *object glass* ditetesi 50 μ L larutan *chloralhydrate* 10%, kemudian ditutup dengan *cover glass*. Pembuatan pereaksi mikroskopis untuk bahan/daun ganja mengacu pada LU-IKR 02 tentang Pembuatan Reagen.
- 3) Ciri khas daun ganja yaitu sistolit di dalam trikoma diamati di bawah mikroskop.
- 4) Cara pengamatan sampel mengikuti kaidah pada LU-IKA 18.1 tentang Prosedur Pengoperasian Mikroskop.

Kriteria keberterimaan mengikuti LU-IKR 01 butir A tentang Identifikasi Ganja /*Tetrahydrocannabinol* dalam Sampel Bahan/Daun, Batang, Biji, Akar, dan Bunga.

d. Uji makroskopis

Uji makroskopik bertujuan untuk mengamati penampakan biji ganja di bawah makroskop.

Cara kerja

- 1) Dipilih beberapa buah biji ganja kemudian diletakkan pada kaca preparat (*macroscope plate*).
- 2) Plate yang telah berisi sampel kemudian diamati dibawah makroskop, diatur hingga perbesaran optimal.
- 3) Ciri khas biji ganja diamati di bawah mikroskop.
- 4) Cara pengamatan sampel mengikuti kaidah pada LU-IKA 15 tentang Prosedur Pengoperasian Makroskop.

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 15 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

Kriteria keberterimaan mengikuti LU-IKR 01 butir A tentang Identifikasi Ganja /*Tetrahydrocannabinol* dalam Sampel Bahan/Daun, Batang, Biji, Akar, dan Bunga.

2. Uji Karakteristik Kimia

Identifikasi sampel secara kimia dilakukan hanya sebatas mengukur kadar delta-9-Tetrahidrokanabinol (delta-9-THC/Dronabinol) pada tanaman atau bagian tanaman Ganja basah/segar dan Ganja kering.

a. Penyiapan Sampel

Tanaman ganja dalam bentuk basah/segar dan ganja kering dipisahkan berdasarkan bagian tanaman Bahan/daun, batang/ranting, biji, akar, dan bunga. Masing-masing bagian tanaman dicuplik dengan bobot yang sama untuk menjadi sampel mix (campuran seluruh bagian tanaman ganja). Penyiapan sampel mengikuti LU-IKR 09 Analisis Kuantitatif Ganja dalam Bahan/Daun, Batang, Biji, Akar, dan Bunga.

b. Uji Kadar

Uji kadar sampel tanaman ganja merupakan analisis kuantitatif terhadap sampel dengan tujuan untuk mengukur kadar delta-9-THC/Dronabinol dalam tanaman atau bagian tanaman ganja basah/segar dan ganja kering yang diprofilkan. Uji kadar dilakukan dengan menggunakan instrumen GC-MS 3.

Preparasi larutan standar, analisis dengan instrumen GC-MS, pengolahan data, dan kriteria keberterimaan mengacu pada LU-IKR 09 Analisis Kuantitatif Ganja dalam Bahan/Daun, Batang, Biji, Akar, dan Bunga.

D. PROFILING SAMPEL HASIL OLAH TKP *CLANDESTINE LABORATORY*

Tahapan kegiatan profiling meliputi uji karakteristik secara fisik dan kimia terhadap sampel hasil olah TKP *Clandestine Laboratory* (*Clan Lab*).

1. Uji Karakteristik Fisik

Parameter uji disesuaikan dengan jenis narkotika yang diproduksi dalam TKP *Clan Lab*.

a. Produk narkotika dalam *Clan Lab* jenis Kristal metamfetamina

Parameter uji fisik, cara kerja tiap parameter uji, dan kriteria keberterimaan mengikuti butir A Profiling Kristal Metamfetamina. Hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54 Profiling Kristal Narkotika.

b. Produk narkotika dalam *Clan Lab* jenis Tablet MDMA

Parameter uji fisik, cara kerja tiap parameter uji, dan kriteria keberterimaan mengikuti butir B Profiling Tablet MDMA. Hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54.c Profiling Tablet Narkotika.

c. Produk narkotika dalam *Clan Lab* jenis narkotika lainnya selain Kristal metamfetamina dan tablet MDMA

Parameter uji fisik mengacu pada hasil studi literatur dari jurnal atau referensi ilmiah terkait pengujian terhadap jenis narkotika tersebut. Sampel profiling didokumentasikan dan hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54 Profiling Kristal Narkotika atau LU-FRM 54.c Profiling Tablet Narkotika sesuai jenis sampel yang diprofilkan.

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 16 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

2. Uji Karakteristik Kimia

Parameter uji disesuaikan dengan jenis narkotika yang diproduksi dalam TKP *Clan Lab*.

a. Produk narkotika dalam *Clan Lab* jenis Kristal metamfetamina

Parameter uji kimia, cara kerja tiap parameter uji, dan kriteria keberterimaan mengikuti butir A Profiling Kristal Metamfetamina. Hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54 Profiling Kristal Narkotika.

b. Produk narkotika dalam *Clan Lab* jenis Tablet MDMA

Parameter uji kimia, cara kerja tiap parameter uji, dan kriteria keberterimaan mengikuti butir B Profiling Tablet MDMA. Hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54.c Profiling Tablet Narkotika.

c. Produk narkotika dalam *Clan Lab* jenis narkotika lainnya selain Kristal metamfetamina dan tablet MDMA

- Parameter uji kimia mengacu pada hasil studi literatur dari jurnal atau referensi ilmiah terkait pengujian terhadap jenis narkotika tersebut.
- Apabila terdapat standar acuan narkotika, uji kadar dapat dilakukan dengan tujuan mengukur kadar narkotika dalam sampel yang diprofilkan.
 - Kurva kalibrasi dibuat dengan 5 level konsentrasi, digunakan untuk *plotting mean area* puncak senyawa narkotika yang diperoleh.
 - Kriteria keberterimaankurva kalibrasi : nilai $R^2 = 0,995 \pm 0,005$ dan $\%RSD_{area}$ disesuaikan dengan jenis ekstraksi sampel ($\leq 2\%$ atau $\leq 5\%$).
 - Pemilihan instrumen dalam uji kadar mengacu pada daftar validasi metode di Pusat Laboratorium Narkotika BNN dan/atau hasil studi literatur dari jurnal atau referensi ilmiah terkait analisis kuantitatif terhadap jenis narkotika tersebut.
- Hasil uji dituangkan dalam LU-FRM 54 Profiling Kristal Narkotika atau LU-FRM 54.c Profiling Tablet Narkotika sesuai jenis sampel yang diprofilkan.

E. LITERATUR

1. Kunalan, V., Kerr, W. J., & Nic Daéid, N. (2012). *Investigation of the reaction impurities associated with methylamphetamine synthesized using the Nagai method*. *Analytical chemistry*, 84(13), 5744-5752.
2. Kunalan, V., Nic Daéid, N., Kerr, W.J., Buchanan, H.A. and McPherson, A.R., 2009. *Characterization of route specific impurities found in methamphetamine synthesized by the Leuckart and reductive amination methods*. *Analytical chemistry*, 81(17), pp.7342-7348.
3. Makino, Y. (2006). *Methamphetamine Profiling and the Use of IR-MS at MHLW in Japan* [Power Point Slides].
4. United Nations International Drugs Control Programme. 2000. *A practical guide to methamphetamine characterization / impurity profiling: Method procedures, mass spectral data of selected impurities, and literature references*. [https://www.unodc.org/pdf/scientific/Scitec17%20\(with%20spectra\).pdf](https://www.unodc.org/pdf/scientific/Scitec17%20(with%20spectra).pdf)
5. UNODC. (2006). *Recommended Methods for the Identification and Analysis of Amphetamine, Methamphetamine and Their Ring-substituted Analogues in Seized Materials*. <https://www.unodc.org/pdf/scientific/stnar34.pdf> (diakses tanggal 06 Desember 2021)

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 16	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 17 dari 17
		Karakterisasi / Profiling Narkotika	

F. DOKUMEN TERKAIT

1. LU-IKR 01 Identifikasi Ganja /*Tetrahydrocannabinol* dalam Sampel Bahan/Daun, Batang, Biji, Akar, dan Bunga
2. LU-IKR 02 Pembuatan Reagen
3. LU-IKR 04 Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet.
4. LU-IKR 08 Identifikasi MDMA dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet.
5. LU-IKR 09 Analisis Kuantitatif Ganja dalam Bahan/Daun, Batang, Biji, Akar, dan Bunga.
6. LU-IKA 01.6 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Agilent 7890B 1-6
7. LU-IKA 15 Prosedur pengoperasian makroskop
8. LU-IKA 18.1 Prosedur pengoperasian mikroskop carton.
9. LU-IKA 24 Prosedur Pengoperasian Liquid Chromatography-Photo Diode Array (LC-PDA)
10. LU-IKA 30 Prosedur Pengoperasian *Isotope Ratio Mass Spectrometer* (IRMS).
11. LU-IKA 31 Prosedur Pengoperasian *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector* (GC-FID)
12. LU-IKA 32 Prosedur Pengoperasian *Stuart® Melting Point SMP10*
13. LU-FRM 11 Formulir Profiling Tablet
14. LU-FRM 54 Profiling Kristal Narkotika
15. LU-FRM 54a Label Profiling Kristal Narkotika
16. LU-FRM 54b Tahapan Kerja Profiling Kristal Narkotika
17. LU-FRM 54c Profiling Tablet Narkotika
18. LU-FRM 54f Profiling Ganja
19. LU-FRM 64 Formulir Uji Kuantitatif Dronabinol dalam Tanaman Ganja/Bagian Tanaman Ganja.