

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKS 02.2	Tgl : 29-05-2026 Ed : 03 Rev : 02 Hal : 1 dari 3
		Identifikasi MDMA dalam Sampel Rambut	

A. Prosedur Analiss MDMA dalam rambut menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography – Mass Spectrometer*) dengan Metode Derivatisasi

1. Preparasi sampel

- Sampel rambut ditimbang sebanyak 10 mg.
- Sampel dimasukkan ke dalam botol kaca 10 mL kemudian dicuci menggunakan akuades 10 mL sebanyak 1 kali dan aseton 10 mL sebanyak 2 kali kemudian dikeringkan dan dipindahkan kedalam botol kaca 10 mL yang baru.
- Sampel rambut dipotong/dicacah sampai ukuran kecil ± 1 mm dengan menggunakan gunting yang sudah dibersihkan.
- 1 ml metanol ditambahkan kemudian divortex selama 30 detik.
- Ekstraksi dilakukan dengan menggunakan *ultrasonic* pada suhu 50 °C selama 1 jam.
- Sampel disentrifuga dengan kecepatan 3000rpm selama 10 menit.
- Ekstrak metanol diambil dan dimasukkan ke dalam botol kaca 10 mL yang baru, kemudian dikeringkan dengan aliran N₂ pada suhu 50 °C dengan turbomax.
- Derivatisasi dengan menambahkan 50 μ L aseton dan 50 μ L HFBA, dipanaskan dengan suhu 50°C dengan turbomax selama 30 menit, dan kemudian dikeringkan dengan aliran N₂. *Reconstitute* dengan 50 μ L etil asetat kemudian dimasukkan ke dalam *glass insert* dalam vial. dan siap untuk diinjeksikan sebanyak 1 μ L ke dalam GC-MS.

2. Analisis dengan GC-MS

Injeksi sampel pada GCMS Shimadzu QP 2010 Ultra mengikuti kaidah pada LU-IKA 01.2 Prosedur Pengoperasian *Gas Chromatography-Mass Spectrometer* (GC-MS) Shimadzu QP 2010 Ultra dan GCMS Shimadzu QP 2020NX-2030Nexis mengikuti kaidah pada LU-IKA 01.5 Prosedur Pengoperasian GCMS Shimadzu QP 2020NX-2030Nexis dengan metode GC-MS yang digunakan **Puslab_9**. GCMS Agilent 5 mengikuti kaidah pada LU-IKA 01.6 Prosedur Pengoperasian *Gas Chromatography-Mass Spectrometer* (GC-MS) Agilent 7890B 1-6 dan 8890 B dengan metode GC-MS yang digunakan **Puslab_5**.

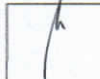
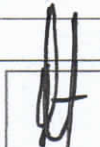
3. Identifikasi kromatogram dan spektra sampel

- Kromatogram pada lokasi penyimpanan dibuka.
- Pecahan spektra pada peak dimunculkan dengan cara mengklik dua kali pada tengah-tengah peak.
- Analisis dilakukan berdasarkan nilai *retention time* (Rt)S, pecahan spektra terbanyak dan kesamaan dengan pustaka.
- Rekaman hasil identifikasi dituangkan dalam Formulir Analisa *Gas Chromatography-Mass Spectrometer* (GC-MS) LU-FRM 20.

B. Prosedur Analiss MDMA dalam rambut menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography – Mass Spectrometer*) dengan Metode *Thermal Separation Probe* (TSP)

1. Preparasi Sampel

- Sampel rambut dicuci dengan menggunakan air (sebanyak 2 kali) dan aseton (sebanyak satu kali), kemudian dikeringkan pada suhu ruang.
- Sampel yang telah dikeringkan kemudian dicacah sebesar ± 1 cm dan dimasukkan ke dalam *probe* sebanyak 20 helai.

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

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

MASTER

Pusat Laboratorium Narkotika BNN



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKS 02.2**

Identifikasi MDMA
dalam Sampel Rambut

Tgl : 29-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 2 dari 3

2. Analisis dengan GC-MS

Probe dimasukkan pada GCMS Shimadzu TSP mengikuti kaidah pada LU-IKA 01.3 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Agilent 7890A dengan metode GC-MS yang digunakan **Puslab_21**.

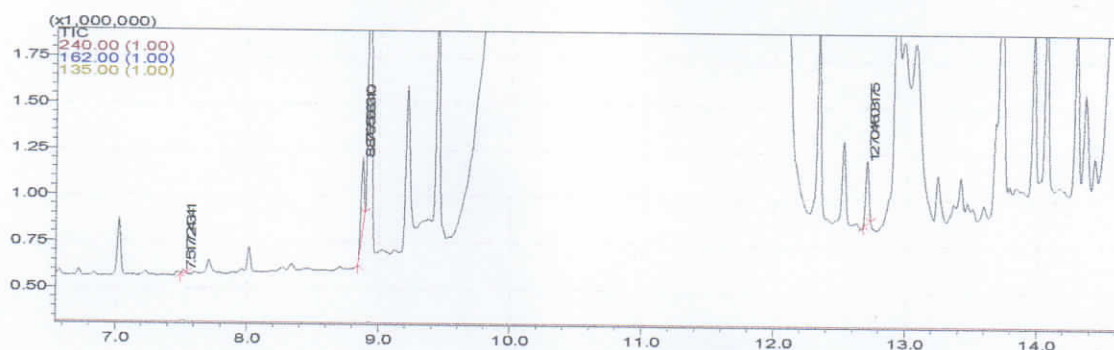
3. Identifikasi Kromatogram dan Spektra Sampel

- Kromatogram pada lokasi penyimpanan dibuka.
- Pecahan spektra pada peak dimunculkan dengan cara mengklik dua kali pada tengah-tengah peak.
- Analisis dilakukan berdasarkan nilai Rt, pecahan spektra terbanyak dan kesamaan dengan pustaka.
- Rekaman hasil identifikasi dituangkan dalam Formulir Analisa Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) LU-FRM 20.

C. Kriteria Penerimaan:

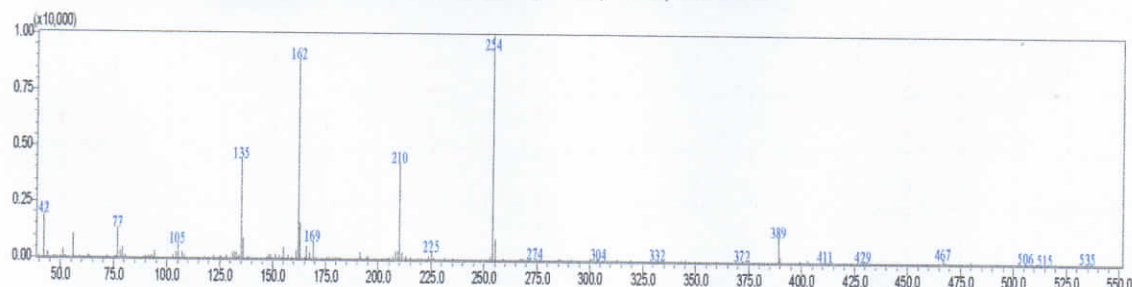
Sampel dinyatakan Positif mengandung MDMA jika terpenuhi ketentuan sebagai berikut:

- Nilai Rt untuk kontrol MDMA dan sampel sama, dengan rentang keberterimaan $12,704 \pm 0,3$ menit.



Gambar 1. Kromatogram GC-MS MDMA HFBA derivative
(Shimadzu QP 2010 Ultra).

- Fragmen massa untuk MDMA adalah: 254, 162, 210, 135 m/z.



Gambar 2. Spektrum Massa MDMA derivative.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKS 02.2**

Identifikasi MDMA
dalam Sampel Rambut

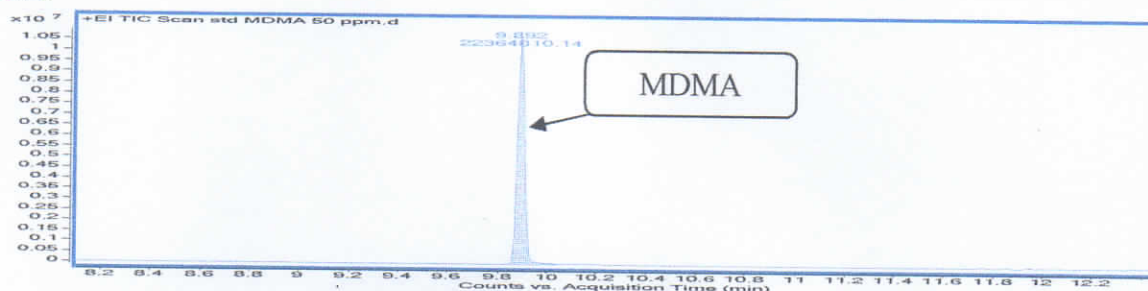
Tgl : 29-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

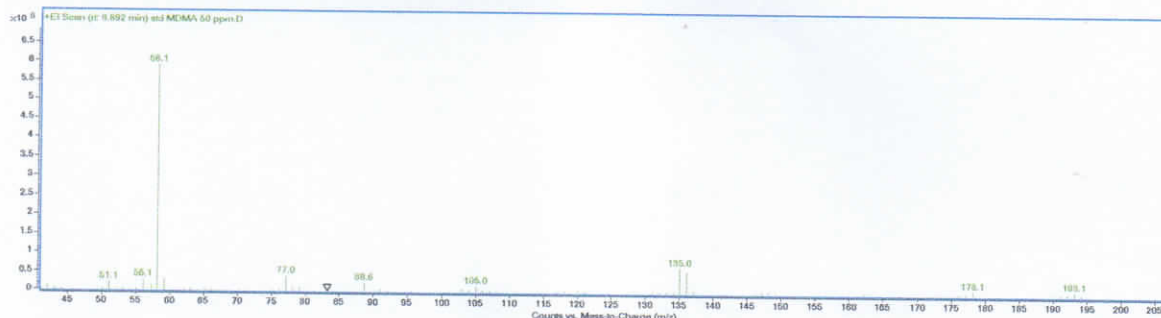
Hal : 3 dari 3

3. Nilai Rt untuk kontrol MDMA dan sampel sama, dengan rentang keberterimaan $9,992 \pm 0,3$ menit.



Gambar 3. Kromatogram GC-MS MDMA (Agilent TSP)

4. Fragmen massa untuk MDMA adalah: 58, 135, 77, 56 m/z.



Gambar 4. Spektrum Massa MDMA.

D. Literatur

Rapid and Simple Determination of Psychotropic Phenylalkylamine Derivatives in Human Hair by Gas Chromatography-Mass Spectrometry using Micro-Pulverized Extraction.

E. Dokumen Terkait

1. LU-IKA 01:2 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Shimadzu QP 2010 Ultra
2. LU-IKA 01:3 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Agilent 7890A
3. LU-IKA 01:6 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Agilent 7890B 1-6 dan 8890 B
4. LU-IKA 01:5 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer Shimadzu QP 2020NX-2030Nexis
5. LU-IKM 17 Metode Instrumentasi GC-MS
6. LU-FRM 10 Formulir Pengujian Sampel
7. LU-FRM 20 Formulir Analisis GCMS
8. Laporan Hasil Validasi Penjaminan Mutu Laboratorium "Validasi Metode analisis Kualitaif MDMA Di Dalam Rambut Menggunakan Gas Chromatography – Mass Spectrometer (GC-MS) di Pusat Laboratorium Narkotika BNN