

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 13	Tgl : 05-05-2026
			Ed : 03
			Rev : 00
		Penyiapan Larutan Ekstraksi	Hal : 1 dari 4

Instruksi Kerja ini merupakan acuan dalam langkah-langkah pembuatan larutan ekstraksi untuk preprasi contoh/sampel di Pusat Laboratorium Narkotika. Larutan ekstraksi merupakan bahan penting untuk preparasi contoh/sampel dalam tahapan pelaksanaan pengujian di Pusat Laboratorium Narkotika Badan Narkotika Nasional, sehingga prosedur pembuatan larutan ekstraksi menjadi salah satu hal yang krusial. Larutan ekstraksi terdiri dari larutan pengeksrak dan padatan pengeksrak.

Tahapan pembuatan larutan ekstraksi adalah sebagai berikut :

1. Tahap persiapan

Menyiapkan Bahan kimia yang diperlukan untuk pembuatan larutan ekstraksi, yaitu :

- Na_2SO_4 *anhydrous grade analysis*
- NaCl , *grade analysis*
- NaOH *grade analysis* (dibuat kosentrasi 0,1N)
- Amoniak 25% *grade analysis*
- Diklorometana, *grade chromatography*
- Dikloroetana, *grade chromatography*
- N-heptana, *grade chromatography*



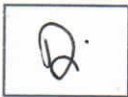
2. Tahap Pembuatan

- sampel bahan dan sediaan.
 - Disiapkan tabung kaca bertutup ukuran 10 mL.
 - Disiapkan campuran larutan pengeksrak (diklorometana, dikloroetana dan n-heptana dengan perbandingan 1:1:1).
 - Larutan NaOH 0,1 N disiapkan dengan cara melarutkan sebanyak 800 mg NaOH kedalam 200 mL akuades.
 - Padatan pengeksrak disiapkan dengan menimbang sebanyak 500 mg Na_2SO_4 dan 100 mg NaCl , dimasukkan kedalam tabung ekstraksi.
 - Tabung ekstraksi yang telah berisi padatan pengeksrak (butir 4)., ditambahkan 200 μL NaOH 0,1 N (butir c) dan 3 mL larutan pengeksrak (butir 2).
 - Ketentuan penulisan nomor *batch* dan *expired date*
 Nomor batch X : Y : Z, dimana :
 X : Urutan pembuatan,
 Y : Bulan pembuatan larutan (dalam huruf romawi),
 Z : tahun pembuatan larutan.
Expired date : mencantumkan tanggal termuda dari *expired date* reagen diklorometana, dikloroetana, n-heptana, Na_2SO_4 dan NaCl .
 Contoh : 01: I: 2017. *expired date* : I/2019.

Jika dalam satu bulan terdapat 2 kali atau lebih pembuatan campuran larutan maka, nomor batch menjadi:

Contoh : 01a:I:2017 *expired date* : I/2019

Huruf a menandakan urutan ke-2 pembuatan campuran larutan. Urutan ke-3 menggunakan huruf b, dan seterusnya.

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



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 13**

**Penyiapan Larutan
Ekstraksi**

Tgl : 05-05-2026

Ed : 03

Rev : 00

Hal : 2 dari 4

b. Sampel spesimen biologi dan toksikologi

- 1) Disiapkan tabung kaca bertutup ukuran 10 ml
- 2) Disiapkan campuran larutan pengeksrak (diklorometana, dikloroetana dan n-heptana dengan perbandingan 1:1:1)
- 3) Disiapkan larutan Amoniak 25%
- 4) Padatan pengeksrak disiapkan dengan menimbang sebanyak 500 mg Na_2SO_4 dan 100 mg NaCl, dimasukkan kedalam tabung ekstraksi.
- 5) Tabung ekstraksi berisi padatan pengeksrak yang (butir 4) , ditambahkan 100 μL Amoniak 25% (butir c) dan 3 ml larutan pengeksrak (butir 2).
- 6) Ketentuan penulisan nomor *batch* dan *expired date*
Nomor batch X : Y : Z, dimana :
X : Urutan pembuatan,
Y : Bulan pembuatan larutan (dalam huruf romawi),
Z : tahun pembuatan larutan.
Expired date : mencantumkan tanggal termuda dari *expired date reagen* diklorometana, dikloroetana, n-heptana, Na_2SO_4 dan NaCl.
Contoh : 01: I: 2017. *expired date* : I/2019.

Jika dalam satu bulan terdapat 2 kali atau lebih pembuatan campuran larutan maka, nomor batch menjadi:

Contoh : 01a:I:2017 *expired date* : I/2019

Huruf a menandakan urutan ke-2 pembuatan campuran larutan. Urutan ke-3 menggunakan huruf b, dan seterusnya.

3. Tahap Kontrol Mutu hasil pembuatan Larutan ekstraksi.

a. Tahapan persiapan

- 1) Sebelum larutan ekstraksi digunakan, dilakukan sampling acak terhadap tabung ekstraksi untuk setiap No. *Batch* yang dibuat.
Jumlah yang disampling mengikuti langkah berikut :

Dalam satu batch terdiri dari 10 box, dari setiap box akan di ambil 1 tabung, sehingga jumlah keseluruhan menjadi 10 tabung.

10 tabung hasil sampling dibagi menjadi 2 dengan ketentuan 5 tabung untuk penambahan dengan NaOH 0,1 N (1 blank dan 4 standar kerja) dan 5 tabung untuk penambahan dengan Amoniak 25% (1 blank dan 4 standar kerja).

- 2) Tabung ekstraksi yang berisi larutan ekstraksi dipreparasi terhadap standar kerja yang telah disiapkan.

b. Tahapan preparasi

- 1) disiapkan standar kerja uji sebagai berikut :
 - a) Standar kerja uji A berupa : Metamfetamina dan MDMA dalam air, masing-masing pada konsentrasi 10 x LoD;
 - b) Standar kerja uji B berupa : Metamfetamina dan MDMA dalam urin, masing-masing pada konsentrasi 10 x LoD.
- 2) 4 tabung ekstraksi yang telah ditambahkan NaOH 0,1N dimasukkan masing-masing sebanyak 3 mL Standar kerja uji A, kemudian dikocok selama 5 menit dan disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Lapisan paling atas (organik) disaring dengan *syringe filter*. Cairan dimasukkan ke dalam vial dan siap untuk injeksi GC-MS;



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 13**

**Penyiapan Larutan
Ekstraksi**

Tgl : 05-05-2026

Ed : 03

Rev : 00

Hal : 3 dari 4

- 3) 1 tabung ekstraksi yang telah ditambahkan NaOH 0,1N dimasukkan sebanyak 3 mL akuades (blanko air), kemudian dikocok selama 5 menit dan disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Lapisan paling atas (organik) disaring dengan *syringe filter*. Cairan dimasukkan ke dalam vial dan siap untuk injeksi GC-MS;
- 4) 4 tabung ekstraksi yang telah ditambahkan Amoniak 25% dimasukkan masing-masing sebanyak 4 mL Standar kerja uji B, kemudian dikocok selama 5 menit dan disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Lapisan paling atas (organik) disaring dengan *syringe filter*. Cairan dimasukkan ke dalam vial dan siap untuk injeksi GC-MS;
- 5) 1 tabung ekstraksi yang telah ditambahkan Amoniak 25% dimasukkan masing-masing sebanyak 4 mL urin negaif (blanko urin), kemudian dikocok selama 5 menit dan disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Lapisan paling atas (organik) disaring dengan *syringe filter*. Cairan dimasukkan ke dalam vial dan siap untuk injeksi GC-MS.

c. Analisis dengan GC-MS

Analisis dengan GCMS Shimadzu QP 2010 dan QP2020NX-2030Nexis (C). Metode GC-MS yang digunakan adalah metode Puslab_36 dan Puslab_9 dengan rincian sebagai berikut:

Nama Metode : Puslab_36

GC

Injection Temp : 250,0 °C

Injection Mode : Split

Split Ratio : 10,0

Column Flow : 1,00 mL/min

Column Oven Temp : 100,0 °C; *Column* : RTX-5MS/DB-5MS/HP-5MS (30 mx2,50µmx0,25 µm)

Oven Ramp Temperature/Oven Program :

	Rate	Final Temperature	Hold Time
0	-	100,0	2,00
1	10,0	110,0	2,00
2	15,0	280,0	0,00

MS

Interface/auxiliary Temperature : 230 °C

Ion Source/MS Source Temperature : 200 °C

Solvent Cut Time/Solvent Delay : 1,50 min

MS Scan :

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode /Acq Type	Start m/z	End m/z
1	2,00	16,33	Scan; Event time scan : 0,3 Scan speed : 2000	40,00	550,00

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 13	Tgl : 05-05-2026
		Penyiapan Larutan Ekstraksi	Ed : 03
			Rev : 00
			Hal : 4 dari 4

Nama Metode : Puslab_9
GC
Injection Temp : 250,0 °C
Injection Mode : Split ; Injection volume : 0,5 µL
Split Ratio : 10,0
Column Flow : 1,0 mL/min
Column Oven Temp : 100,0 °C; Column : RTX-5MS/DB-5MS/HP-5MS (30
mx2,50µmx0,25 µm)
Oven Ramp Temperature/Oven Program

	Rate	Final Temperature	Hold Time
0	-	100,0	2,00
1	10,0	250,0	0,00

MS

Interface/auxiliary Temperature : 250 °C
Ion Source/MS Source Temperature : 200 °C
Solvent Cut Time/Solvent Delay : 1,5 min
MS Scan :

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode / Acq Type	Start m/z	End m/z
1	2,00	17,00	Scan; Event time : 0,5; Scan speed : 1111	40,00	550,00

d. Identifikasi kromatogram dan spektra sampel

- 1) Kromatogram pada lokasi penyimpanan dibuka;
- 2) Pecahan spektra pada peak dimunculkan dengan cara klik dua kali pada tengah-tengah peak;
- 3) Analisis dilakukan berdasarkan nilai Rt dan pecahan spektra terbanyak;
- 4) Rekaman hasil identifikasi dicatat dalam formulir pembuatan dan jaminan mutu larutan dan padatan pengekstrak (LU-FRM 52a);
- 5) Kriteria Penerimaan: ada dalam formulir tersebut;
- 6) Hasil pembacaan dari GC-MS dicatat dalam *Log book* pembuatan larutan ekstraksi.

Acuan : Thessalonikeos, et al. (2009). Development of a Liquid-Liquid Extraction Procedure for the Analysis of Amphetamine in Biological Specimens by GC-FID. The Open Forensic Science Journal. 2. 12-15. 10.2174/187440280090 2010012.