



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.4**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Metamfetamina dalam
Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 03

Hal : 1 dari 6

A. PARAMETER GAS CHROMATOGRAPHY-MASS SPECTROMETER (GC-MS)

1. Puslab_3

Metode ini digunakan untuk analisis metamfetamina dalam bentuk serbuk tablet, pecahan tablet, dan tablet pada GC-MS Agilent 7890B- 5977B (GC-MS 06).

2. Puslab_7

Metode ini digunakan untuk analisis metamfetamina dalam bentuk serbuk tablet, pecahan tablet, dan tablet pada GC-MS Agilent 7890B- 5977B (GC-MS 02).

B. PARAMETER VALIDASI

1. Batas Deteksi / Limit of Detection (LoD)

a. Preparasi

- 1) Disiapkan tabung ekstraksi berisikan padatan pengestrak (500 mg Na_2SO_4 dan 100 mg NaCl), 3 mL larutan pengestrak (diklorometana, dikloroetana dan n-heptana dengan perbandingan 1:1:1) dan 200 μL NaOH 0,1 N.
- 2) Larutan induk metamfetamina dari baku pembanding (WS) metamfetamina yang telah ditetapkan konsentrasinya dibuat, ditambahkan dengan 300 mg matriks (amilum), dan dilarutkan dalam akuades, kemudian dilakukan pengenceran sesuai konsentrasi yang dikehendaki untuk pengujian LoD.
- 3) Setelah dilakukan pengenceran pada konsentrasi yang dikehendaki, sebanyak 3 mL larutan sampel dimasukkan ke dalam tabung ekstraksi yang sudah disiapkan.
- 4) Selanjutnya dikocok perlahan selama 5 menit. Kemudian disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm sehingga terpisah menjadi 2 lapisan. Lapisan atas (organik) disaring dengan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial, selanjutnya siap digunakan untuk injeksi GC-MS (preparasi sesuai dengan LU-IKR 04 Identifikasi metamfetamina dalam sampel kristal, serbuk tablet, pecahan tablet dan tablet).

b. Analisis dengan GC-MS

- 1) Sampel hasil preparasi yang telah disiapkan, kemudian diinjeksikan ke GC-MS, dengan ulangan injeksi sebanyak 3 kali.
- 2) Untuk uji LoD, dilihat dari sinyal terkecil yang terdeteksi. Pengenceran terus dilakukan sampai sampel tidak dapat terdeteksi lagi (LoD).
- 3) Setelah didapat titik LoD, dibuat replika sebanyak 10 kali dan diinjeksikan sebanyak 3 kali ulangan pada tiap replika.

c. Pengolahan data

- 1) Pada kromatogram terbentuk *peak/puncak* pada waktu retensi metamfetamina, kemudian disesuaikan dengan kriteria penerimaan untuk uji LoD.
- 2) Nilai rasio *Signal to Noise* (S/N) dihitung (kalkulasi secara sistem komputerisasi).
- 3) Seluruh data yang diperoleh kemudian didokumentasikan sesuai Tabel uji LoD.

d. Keberterimaan

- 1) Fragmen massa metamfetamina yang teridentifikasi adalah : 58; 91; 56; 65 m/z.
- 2) Nilai rasio *Signal to Noise* (S/N) lebih besar dari 3:1 atau $\text{S/N} \geq 3$.

MASTER

Pusat Laboratorium Narkotika BNN

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 16.4**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Metamfetamina dalam
Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 03

Hal : 2 dari 6

e. Tabel data uji LoD

Konsentrasi	Replika	Waktu Retensi (Rt)	Area	S/N
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	6			
	7			
	8			
	9			
	10			
Rata - rata				
Keberterimaan				

Simpulan :

2. Presisi (Ripitabilitas dan Reprodusibilitas)

a. Preparasi

- 1) Disiapkan tabung ekstraksi berisikan padatan pengekstrak (500 mg Na_2SO_4 dan 100 mg NaCl), 3 mL larutan pengekstrak (diklorometana, dikloroetana dan n-heptana dengan perbandingan 1:1:1) dan 200 μL NaOH 0,1 N.
- 2) Larutan sampel uji disiapkan (berasal dari larutan induk yang telah ditambahkan matriks (amilum), dan diencerkan pada konsentrasi metamfetamina pada 1,25 sampai 2 kali LoD)
- 3) Presisi ripitabilitas : Sampel dibuat sebanyak 5 replika untuk presisi *intraday* (hari sama)
Presisi reprodusibilitas : 5 replika untuk presisi *interday* (hari berbeda) dan/atau dilakukan oleh analis yang berbeda pada hari yang sama sebanyak 5 replika.
- 4) 3 mL larutan sampel dimasukkan ke dalam tabung ekstraksi yang sudah disiapkan.
- 5) Selanjutnya dikocok perlahan selama 5 menit. Kemudian disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm sehingga terpisah menjadi 2 lapisan. Lapisan atas (organik) disaring dengan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial, selanjutnya siap digunakan untuk injeksi GC-MS (preparasi sesuai dengan LU-IKR 04 Identifikasi metamfetamina dalam sampel kristal, serbuk tablet, pecahan tablet dan tablet).

b. Analisis dengan GC-MS

Sampel hasil preparasi yang telah disiapkan, kemudian diinjeksikan ke GC-MS, dengan ulangan injeksi sebanyak 3 kali pada tiap replika.

c. Pengolahan data

- 1) Pada kromatogram terbentuk *peak*/puncak pada waktu retensi metamfetamina.
- 2) Nilai rata-rata, standar deviasi (SD) dan *Relative Standar Deviation* (RSD) waktu retensi dihitung dan dibandingkan dengan kriteria penerimaan untuk uji presisi.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.4**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Metamfetamina dalam
Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 03

Hal : 3 dari 6

d. Keberterimaan

- 1) Tidak lebih dari 20% sampel uji memberikan hasil *false negative*.
- 2) Nilai *Relative Standar Deviation* (RSD) waktu retensi $\leq 2\%$.

e. Tabel data uji presisi

Konsentrasi	Replika	Waktu Retensi (Rt)			
		Intraday	Interday	Analisis 1	Analisis 2
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
Rata - rata					
Keberterimaan		$\leq 20\%$ <i>false negative</i> ; RSD Rt $\leq 2\%$.			

Simpulan :

3. Spesifisitas/selektivitas

a. Sampel uji metamfetamina pada parameter spesifisitas meliputi kondisi sebagai berikut :

- 1) Sampel uji berupa seluruh analit kontrol (*control drugs*) pada satu golongan yang sama.
- 2) Sampel uji berupa seluruh komponen bahan alam/proses preparasi sintesis yang biasanya ditemukan pada sampel uji.
- 3) Sampel uji berupa *substance* /analit lain yang biasa ditemukan sebagai pelarut/bahan tambahan pada matriks sampel (*drugs*) yang dianalisis
- 4) Sampel uji mengandung kontrol analit (*control drugs*) dari golongan berbeda.
- 5) Berbagai sampel bahan sediaan yang diketahui komposisinya untuk efek matrik
- 6) Dilakukan analisis terhadap sampel uji mengandung campuran senyawa yang memiliki waktu retensi yang mirip dengan analit uji (jika ada).

b. Preparasi :

- 1) Disiapkan tabung ekstraksi berisikan padatan pengekstrak (500 mg Na_2SO_4 dan 100 mg NaCl), 3 mL larutan pengekstrak (diklorometana, dikloroetana dan n-heptana dengan perbandingan 1:1:1) dan 200 μL NaOH 0,1 N.
- 2) Sampel disiapkan:
 - a) Larutan sampel metamfetamina berasal dari larutan induk yang telah ditambahkan matriks (amilum) dan diencerkan pada konsentrasi antara 1-10x LOD ditambahkan analit amfetamina konsentrasi 5 ppm dengan volume akhir menjadi 10 mL. Dibuik sebanyak 3 replika.
 - b) Larutan sampel metamfetamina berasal dari larutan induk yang telah ditambahkan matriks (amilum) dan diencerkan pada konsentrasi antara 1-10x LOD ditambahkan analit MDMA konsentrasi 5 ppm dengan volume akhir menjadi 10 mL. Dibuik sebanyak 3 replika.
 - c) Larutan sampel metamfetamina berasal dari larutan induk yang telah ditambahkan matriks (amilum) dan diencerkan pada konsentrasi antara 1-10x LOD ditambahkan analit MDA konsentrasi 5 ppm dengan volume akhir menjadi 10 mL. Dibuik sebanyak 3 replika.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.4**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Metamfetamina dalam
Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 03

Hal : 4 dari 6

- d) Larutan sampel metamfetamina berasal dari larutan induk yang telah ditambahkan matriks (amilum) dan diencerkan pada konsentrasi antara 1-10x LOD ditambahkan analit efedrin (komponen bahan alam/proses preparasi sintesis yang biasanya ditemukan pada sampel uji) konsentrasi 5 ppm dengan volume akhir menjadi 10 mL. Dibuat sebanyak 3 replika.
- e) Larutan sampel metamfetamina berasal dari larutan induk yang telah ditambahkan matriks (amilum) dan diencerkan pada konsentrasi antara 1-10x LOD ditambahkan analit kafein (analit lain yang biasa ditemukan sebagai pelarut/bahan tambahan pada matriks sampel) konsentrasi 5 ppm dengan volume akhir menjadi 10 mL. Dibuat sebanyak 5 replika.
- f) Larutan sampel metamfetamina berasal dari larutan induk yang telah ditambahkan matriks (amilum) dan diencerkan pada konsentrasi antara 1-10x LOD ditambahkan analit karisoprodol (kontrol analit/control drugs dari golongan yang berbeda, bukan merupakan golongan ATS) konsentrasi 5 ppm dengan volume akhir menjadi 10 mL. Dibuat sebanyak 3 replika.
- g) Larutan sampel metamfetamina berasal dari larutan induk yang telah ditambahkan matriks (amilum) dan diencerkan pada konsentrasi antara 1-10x LOD ditambahkan analit Tramadol (analit telah diketahui komposisinya, bukan merupakan golongan ATS) konsentrasi 5 ppm dengan volume akhir menjadi 10 mL. Dibuat sebanyak 3 replika.
- 3) Masing-masing larutan sampel butir 2) a, b, c, d, e, f dan g sebanyak 3 mL larutan sampel dimasukkan ke dalam tabung ekstraksi yang sudah disiapkan. Selanjutnya dikocok perlahan selama 5 menit. Kemudian disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm sehingga terpisah menjadi 2 lapisan. Lapisan atas (organik) disaring dengan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial, selanjutnya siap digunakan untuk injeksi GC-MS (preparasi sesuai dengan instruksi kerja LU-IKR 04 Identifikasi metamfetamina dalam sampel kristal, serbuk tablet, pecahan tablet dan tablet).
- c. Analisis dengan GC-MS
Sampel hasil preparasi yang telah disiapkan (Jumlah sampel uji harus sebesar mungkin dalam batas praktis, tetapi jumlah minimum yang disarankan adalah 20). kemudian diinjeksikan ke GC-MS, dengan ulangan injeksi sebanyak 3 kali pada tiap replika.
- d. Pengolahan data
- 1) Pada kromatogram terbentuk *peak*/puncak pada waktu retensi metamfetamina dan senyawa/matriks lain yang mungkin terbentuk dan dapat mengintervensi/mengganggu proses deteksi metamfetamina.
 - 2) Nilai resolusi (daya pisah) dihitung terhadap *peak*/puncak metamfetamina dan senyawa lain yang mungkin terbentuk/terdeteksi.

$$\text{Resolusi} : \frac{|(Rt \text{ analit 1}) - (Rt \text{ analit 2})| \times 2,35464}{(\text{width analit 1}) + (\text{width analit 2}) \times 0,5}$$

e. Keberterimaan

- 1) Tidak ditemukan reaksi silang pada sampel uji, sampel mengandung analit uji memberikan hasil positif dan sampel tidak mengandung analit uji memberikan hasil negatif.
- 2) Resolusi > 1,5 (jika terdapat senyawa lain yang memberikan respon).



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.4**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Metamfetamina dalam
Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 03

Hal : 5 dari 6

f. Tabel data uji spesifisitas (menghitung nilai resolusi)

Replika	Analit 1		Analit 2	
	Rt	Width	Rt	Width
1				
2				
3				
Resolusi				
Keberterimaan	Resolusi > 1,5			

Simpulan	:
----------	---

4. Stabilitas

a. Preparasi

- 1) Stabilitas dilakukan pada waktu 0 jam, 24 jam, 48 jam dan 72 jam dengan pengaturan suhu pada suhu ruang dan pada suhu lemari pendingin (2 – 8°C)
- 2) Disiapkan tabung ekstraksi berisikan padatan pengekstrak (500 mg Na₂SO₄ dan 100 mg NaCl), 3 mL larutan pengekstrak (diklorometana, dikloroetana dan n-heptana dengan perbandingan 1:1:1) dan 200 µL NaOH 0,1 N.
- 3) Larutan sampel metamfetamina dalam akuades disiapkan sebanyak 3 replika pada konsentrasi 1-10x LOD, dan sesuai dengan pengaturan waktu dan suhu (Tabel uji stabilitas).
- 4) 3 mL larutan sampel dimasukkan ke dalam tabung ekstraksi yang sudah disiapkan. Selanjutnya dikocok perlahan selama 5 menit. Kemudian disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm sehingga terpisah menjadi 2 lapisan. Lapisan atas (organik) disaring dengan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial, selanjutnya siap digunakan untuk injeksi GC-MS (preparasi sesuai dengan instruksi kerja LU-IKR 04 Identifikasi metamfetamina dalam sampel kristal, serbuk tablet, pecahan tablet dan tablet).

b. Analisis dengan GC-MS

Sampel hasil preparasi yang telah disiapkan, kemudian diinjeksikan ke GC-MS, dengan ulangan injeksi sebanyak 3 kali pada tiap replika.

c. Pengolahan data

- 1) Waktu retensi dan area yang diperoleh kemudian diolah menggunakan uji t pada LU-FRM 60b Formulir Uji Stabilitas Validasi Metode/Verifikasi Baku Pembanding Berpasangan (*Paired*).
- 2) Penentuan stabilitas berdasar pada hasil hitung menggunakan uji t yang menyatakan bahwa data stabil pada kondisi waktu dan suhu yang diujikan.

d. Keberterimaan

- 1) Nilai t hitung < t tabel, data tidak berbeda nyata, maka uji dinyatakan stabil; Nilai t hitung > t tabel, data berbeda nyata, maka uji dinyatakan tidak stabil.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.4**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Metamfetamina dalam
Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 03

Hal : 6 dari 6

e. Tabel data uji stabilitas

Replika	Suhu ruang				Suhu (2 – 8) °C			
	0 jam	24 jam	48 jam	72 jam	0 jam	24 jam	48 jam	72 jam
1								
2								
3								

C. SIMPULAN

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

D. 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.

E. DOKUMEN TERKAIT

1. LU-PSD 7.2 Pemilihan, Verifikasi, dan Validasi Metode Uji.
2. LU-IKR 04 Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet.
3. LU-IKM 13 Penyiapan Larutan Ekstraksi.
4. LU-IKM 17 Metode Instrumentasi GC-MS.
5. LU-FRM 60b Formulir Uji Stabilitas Validasi Metode/Verifikasi Baku Pembandingan Berpasangan (Paired).
6. LU-FRM 66 Lembar Kerja Kegiatan.
7. Laporan Hasil Validasi Metode (6.7.2/LU/BULAN/TAHUN/REVxx/PL/metamfetamina/Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet).