



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.6**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Kristal Metamfetamina

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 1 dari 5

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

1. Puslab_8

Metode ini digunakan untuk identifikasi metamfetamina pada GCMS Agilent 7890B – 5977B (GCMS 01).

B. PARAMETER VALIDASI

1. Batas Deteksi / Limit of Detection (LoD)

a. Preparasi

- 1) Larutan induk metamfetamina dari baku pembanding (WS) metamfetamina yang telah diketahui konsentrasinya dibuat dan dilarutkan dalam metanol, kemudian dilakukan pengenceran sesuai konsentrasi yang dikehendaki untuk pengujian LoD.
- 2) Setelah dilakukan pengenceran pada konsentrasi yang dikehendaki, kemudian disaring dengan *syringe filter* dan 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 $S/N \geq 3$.

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 16.6**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Kristal Metamfetamina

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 2 dari 5

e. Tabel data uji LoD

Konsentrasi	Replika	Waktu Retensi (Rt)	Area	S/N
	1			
	2			
	3			
	4			
	5			
	6			
Rata - rata				
Keberterimaan				
Simpulan :				

2. Presisi (Ripitabilitas dan Reprodusibilitas)

1. Preparasi

- 1) Larutan sampel metamfetamina dalam metanol disiapkan pada konsentrasi 1,25 sampai 2 kali LoD 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).
- 2) Presisi ripitabilitas : Sampel dibuat sebanyak 5 replika untuk presisi *intra-day* (hari sama)
Presisi reprodusibilitas : 5 replika untuk presisi *inter-day* (hari berbeda) dan/atau dilakukan oleh analis yang berbeda pada hari yang sama sebanyak 5 replika.

2. Analisis dengan GC-MS

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

3. 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.

4. Keberterimaan

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



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.6**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Kristal Metamfetamina

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 3 dari 5

5. Tabel data uji presisi

Konsentrasi	Replika	Waktu Retensi (Rt)			
		Intra-day	Inter-day	Analisis 1	Analisis 2
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
Rata - rata					
Keberterimaan		≤ 20 % <i>false negative</i> ; RSD Rt ≤ 2%.			
Simpulan :					

3. Spesifisitas/selektivitas

a. Preparasi

- 1) Larutan sampel metamfetamina dalam metanol disiapkan pada beberapa kondisi tertentu, diantaranya adalah :
 - a) Sampel uji berupa seluruh analit (*control drugs*) pada satu golongan yang sama. Contoh : amfetamina, MDMA, MDA, dan lainnya yang merupakan golongan *Amphetamine Type Stimulant* (ATS).
 - b) Sampel uji mengandung kontrol analit (*control drugs*) dari golongan yang berbeda. Contoh : morfina, dan senyawa lainnya yang bukan merupakan golongan ATS.
 - c) Sampel uji berupa senyawa yang memiliki waktu retensi mirip dengan analit uji (jika ada).
- 2) Sampel disiapkan sebanyak 3 replika untuk masing-masing kondisi 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 (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.

c. 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.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.6**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Kristal Metamfetamina

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 4 dari 5

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

d. 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).

e. 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) Larutan sampel metamfetamina dalam metanol disiapkan sebanyak 3 replika pada konsentrasi tertentu, dan sesuai dengan pengaturan waktu dan suhu (Tabel data uji stabilitas). Sampel kemudian disaring dengan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial, selanjutnya siap digunakan untuk injeksi GC-MS (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) Waktu retensi dan area yang diperoleh kemudian diolah menggunakan uji t pada LU-FRM 60b Formulir Uji Stabilitas Validasi Metode/Verifikasi Baku Pembandingan Berpasangan (*Paired*).
- 2) Penentuan stabilitas berdasar pada hasil hitung menggunakan uji t yang menyatakan bahwa data stabil pada kondisi waktu dan suhu yang diujikan.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.6**

Validasi Metode GCMS untuk
Identifikasi Kristal Metamfetamina

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 5 dari 5

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.

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-IKM 13 Penyiapan Larutan Ekstraksi.
3. LU-IKR 04 Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet.
4. LU-IKM 17 Metode Instrumentasi GC-MS.
5. LU-FRM 60a 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/kristal).