

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 22	Tgl : 11-11-2024
			Ed : 01
		Pemurnian dan Verifikasi Baku Pembanding	Rev : 00
			Hal : 1 dari 9

A. METAMFETAMINA

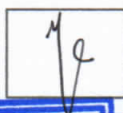
1. Identifikasi Sampel Kristal Metamfetamina Sebelum Pemurnian

- Sebelum dilakukan pemurnian, sampel didokumentasikan dan ditimbang.
- Sampel dihaluskan dan dihomogenkan menggunakan mortar.
- Sampel dicuplik sebanyak 1 gram untuk dilakukan pemeriksaan uji fisik dan uji kimia, kemudian ditimbang kembali untuk mendapatkan berat total yang siap dimurnikan (*netto awal*).
- Uji Titik Leleh
 - Uji fisik dilakukan dengan mengukur titik leleh sampel kristal metamfetamina sebelum dimurnikan.
 - Sejumlah 50 mg sampel ditimbang untuk uji titik leleh menggunakan instrumen *Melting Point Stuart® SMP10* sesuai kaidah LU-ICA 32 Prosedur Pengoperasian *Melting Point Stuart® SMP10*.
 - Pengujian uji titik leleh dilakukan secara triplo.
- Analisis dengan GC-MS
 - Analisis kualitatif menggunakan GC-MS dilakukan untuk memastikan bahwa sampel yang akan dimurnikan adalah benar metamfetamina dan untuk mengetahui komponen lain yang terdapat dalam kristal.
 - Tahapan analisis yang dilakukan mengikuti kaidah LU-IKR 04 tentang Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk Tablet, Pecahan Tablet, dan Tablet.
- Penentuan Kadar
 Prosedur penentuan kadar metamfetamina sebelum pemurnian dilakukan sebagaimana yang tertera pada poin C tentang Verifikasi Baku Pembanding.

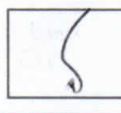
2. Pemurnian Kristal Metamfetamina

- Sebanyak 100 mg kristal metamfetamina dilarutkan ke dalam 6 ml Kloroform, diaduk rata selama ± 10 menit hingga larut.
- Tahap Rekristalisasi
 Larutan kemudian direkristalisasi dengan menambahkan sebanyak 6 ml dietil eter, tunggu ± 10 menit hingga muncul kristal melayang-layang di atas larutan (tambahkan sebanyak 4 mL dietil eter terlebih dahulu, kemudian menyusul sebanyak 2 mL dietil eter tetes demi tetes bersamaan dengan menggosok-gosokkan spatula kaca dengan bagian bawah *beaker glass*).
- Tahap Penyaringan/Filtrasi
 Kristal hasil rekristalisasi disaring dengan kertas saring pori-pori kecil (*membrane filter PTFE mesh 5 μ L diameter 90 mm*). Filtrat hasil penyaringan ditampung menggunakan *beaker glass* baru.
- Tahap Pengeringan
 Kristal metamfetamina dikeringkan dengan cara didiamkan dalam suhu ruang (di dalam lemari asam) selama ± 15 menit, hingga terlihat kristal mengering.
- Tahap Penimbangan
 - Kristal yang tertampung pada kertas filter (*membrane filter PTFE mesh 5 μ L diameter 90 mm*) ditimbang dan diidentifikasi sebagai kristal hasil rekristalisasi "filter" dan kristal yang tertinggal di dalam tampungan *beaker glass* hasil penguapan filtrat (jika ada) diidentifikasi sebagai kristal hasil rekristalisasi "filtrat".

Dibuat oleh :
 Penata Laboratorium
 Narkotika Ahli Pertama



Diperiksa oleh:
 Penata Laboratorium
 Narkotika Ahli Muda



Disahkan oleh:
 Penata Laboratorium
 Narkotika Ahli Muda



Dilarang menggunakan 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-IKM 22**

Pemurnian dan Verifikasi
Baku Pembanding

Tgl : 11-11-2024

Ed : 01

Rev : 00

Hal : 2 dari 9

- 2) Nilai *yield* dan perolehan kembali (*%recovery*) hasil pemurnian serta persentase kehilangan MDMA selama proses pemurnian dihitung dengan cara sebagai berikut :

$$\%recovery = \frac{\text{Bobot kristal hasil pemurnian}}{\text{Netto awal}} \times 100\%$$

Keterangan : Netto awal adalah bobot netto kristal metamfetamina yang akan dimurnikan.

$$\text{Persentase Kehilangan Metamfetamina} = \frac{(\text{Total kandungan metamfetamina} - \text{bobot kristal hasil pemurnian})}{\text{Total kandungan metamfetamina}} \times 100\%$$

Keterangan : Total kandungan metamfetamina dihitung dengan mengalikan kadar sebelum pemurnian dengan berat netto kristal yang akan dimurnikan.

3. Identifikasi Kristal Metamfetamina Hasil Pemurnian

Tujuan identifikasi kristal metamfetamina hasil pemurnian adalah untuk melihat efektivitas proses pemurnian yang dilakukan. Identifikasi dilakukan dengan pengujian fisik dan kimia, dengan langkah sama seperti pengujian sebelum sampel dimurnikan.

1) Uji Fisik (Uji Titik Leleh)

Dilakukan secara triplo terhadap kristal hasil pemurnian dengan prosedur sama seperti uji titik leleh serbuk tablet sebelum pemurnian.

2) Uji Kimia (Analisis Kualitatif dengan GC-MS)

Dilakukan terhadap kristal hasil pemurnian dengan prosedur sama seperti analisis GC-MS sebelum pemurnian.

3) Selanjutnya masing-masing kristal metamfetamina diverifikasi dengan instrumen GC-FID.

4) Setelah diverifikasi, kristal metamfetamina disimpan dan diberi identifikasi 43e Label Baku Pembanding Hasil Purifikasi untuk selanjutnya digunakan sebagai standar kerja (baku pembanding).

B. MDMA

1. Identifikasi Sampel Serbuk Tablet, Pecahan Tablet atau Tablet Mengandung MDMA Sebelum Pemurnian

- Sebelum dilakukan pemurnian, sampel didokumentasikan dan ditimbang berat netto tablet.
- Sampel dihaluskan dan dihomogenkan menggunakan mortar menjadi serbuk tablet.
- Serbuk tablet dicuplik sebanyak 1 gram untuk dilakukan pemeriksaan uji fisik dan uji kimia, kemudian ditimbang kembali untuk mendapatkan berat total serbuk yang siap dimurnikan (netto awal).

2. Uji Fisik

a. Uji Titik Leleh

- Uji fisik dilakukan dengan mengukur titik leleh sampel serbuk tablet mengandung MDMA sebelum dimurnikan.
- Sejumlah 50 mg sampel ditimbang untuk uji titik leleh menggunakan instrumen *Melting Point Stuart® SMP10* sesuai kaidah LU-IKA 32 Prosedur Pengoperasian *Melting Point Stuart® SMP10*.
- Pengujian uji titik leleh dilakukan secara triplo.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 22**

**Pemurnian dan Verifikasi
Baku Pembanding**

Tgl : 11-11-2024

Ed : 01

Rev : 00

Hal : 3 dari 9

3. Uji Kimia

a. Analisis Kualitatif

Data identifikasi kualitatif ini digunakan untuk membandingkan profil zat sebelum dan setelah pemurnian.

1) Analisis dengan CAMAG TLC Scanner

Analisis Kualitatif menggunakan CAMAG TLC Scanner dilakukan untuk mengukur panjang gelombang maksimum (UV-max).

a) Penyiapan larutan pengembang (fase gerak)

- Disiapkan larutan pengembang dalam *chamber* dengan komposisi Toluena : Aseton : Dietilamina (85 : 10 : 5)
- Larutan pengembang ditutup dan dibiarkan hingga jenuh selama 15 - 30 menit sebelum digunakan untuk mengelusi plat HPTLC.

b) Penyiapan plat HPTLC (fase diam)

Disiapkan plat HPTLC silica gel 60 F 254 (20 x 10 cm) kemudian diaktivasi dengan pemanasan oven 120°C selama 20 menit.

c) Penyiapan sampel

Sampel serbuk tablet ditimbang sebanyak 25 mg dan dilarutkan dalam 25 ml metanol sehingga diperoleh konsentrasi sebesar 1000 ppm.

d) Elusi sampel

- Sampel ditotolkan pada plat HPTLC yang telah diaktivasi sebanyak 100 µl secara manual (menggunakan *syringe*) atau menggunakan instrumen Linomat 5.
- Plat HPTLC dielusi hingga jarak 92 mm dari batas bawah plat (batas bawah plat dibuat 10 mm).
- Setelah elusi selesai, plat HPTLC dibiarkan kering pada suhu ruang selama 5 menit kemudian dipanaskan dalam oven 70°C selama 5 menit untuk menghilangkan Dietilamina.

e) Pembacaan UV-max

- Noda diamati dengan lampu UV sesuai kaidah LU-IKA 14 Prosedur Pengoperasian TLC Scanner CAMAG, pada panjang gelombang 286 nm (panjang gelombang maksimum MDMA).
- Rekaman hasil analisis dituangkan dalam Log Book CAMAG sesuai Daftar Identifikasi Logbook (LU/UP-DP 27).

2) Analisis dengan GC-MS

a) Analisis Kualitatif menggunakan GC-MS dilakukan untuk memastikan bahwa sampel yang akan dimurnikan adalah benar MDMA dan untuk mengetahui komponen lain yang terdapat dalam serbuk tablet.

b) Tahapan analisis yang dilakukan mengikuti kaidah LU-IKR 08 tentang Identifikasi MDMA dalam Sampel Serbuk Tablet, Pecahan Tablet, dan Tablet MDMA.

b. Penentuan Kadar

Prosedur penentuan kadar MDMA dalam serbuk tablet sebelum pemurnian dilakukan sebagaimana yang tertera pada poin C tentang Verifikasi Baku Pembanding.

4. Pemurnian Serbuk Mengandung MDMA

a. Tahapan Metode Ekstraksi Cair-Cair (LLE)

1) Serbuk tablet ditimbang sebanyak 10 gram, ditambahkan sebanyak 80 mL HCl 0,1 N, dan diaduk dengan menggunakan stirer pada kecepatan 300 rpm selama 10 menit.

2) Larutan sampel dimasukkan ke dalam tabung sentrifugasi 50 mL dan dilakukan sentrifugasi pada kecepatan 5000 rpm selama 5 menit, kemudian saring dengan *syringe*



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 22**

Pemurnian dan Verifikasi
Baku Pembanding

Tgl : 11-11-2024

Ed : 01

Rev : 00

Hal : 4 dari 9

filter pori-pori kecil (*membrane filter PTFE mesh 5 μ L diameter 90 mm*). Filtrat hasil penyaringan ditampung menggunakan corong pisah.

- 3) Larutan dalam corong pisah ditambahkan petroleum eter sebanyak 63 mL, diekstraksi selama 15 menit dan buang fase organik (lapisan atas) dan tampung filtrat / fase air (lapisan bawah) ke dalam *beaker glass*.
- 4) Fase air (lapisan bawah) ditambahkan NaOH 25% setetes demi setetes hingga pH 10,50.
- 5) Ekstraksi dilakukan dengan menambahkan CHCl_3 sebanyak 50 mL. Lakukan pengulangan ekstraksi selama 5 kali, dengan masing-masing waktu ekstraksi selama 10 menit. Buang fase air (lapisan atas) dan tampung fase organik (lapisan bawah) ke dalam *beaker glass*.
- 6) Fase organik (lapisan bawah) dalam *beaker glass* ditambahkan Na_2SO_4 sebanyak 3 sendok spatel, biarkan hingga 1 jam dalam suhu ruangan (*room temperature*). Saring dengan kapas dan tampung filtrat ke dalam *beaker glass* baru.

b. Tahapan Evaporasi

Filtrat yang diperoleh dievaporasi dengan *hot plate/evaporator* 50°C sehingga didapatkan cairan berwarna cokelat (*liquid MDMA*).

c. Tahapan Rekristalisasi

- 1) Rekristalisasi menggunakan 10 ml *isopropyl alkohol* (IPA), kemudian ditambahkan HCl pekat ke dalam cairan hingga asam (pH 1), dan ditambahkan 20 ml dietil eter (Et_2O) hingga terbentuk kristal warna putih.
- 2) Kristal yang terbentuk disaring menggunakan *syringe filter* pori-pori kecil (*membrane filter PTFE mesh 5 μ L diameter 90 mm*) dan dibiarkan kering pada suhu ruang.
- 3) Kristal yang tertampung pada kertas filter dicuci dengan campuran *isopropyl alkohol* (IPA) dan dietileter (Et_2O) (1 : 1 v/v) sebanyak 20 mL, diaduk menggunakan spatula dan disaring kembali dengan *syringe filter* pori-pori kecil (*membrane filter PTFE mesh 5 μ L diameter 90 mm*).
- 4) Kristal dipindahkan ke *beaker glass* dan ditambahkan dietileter (Et_2O) sebanyak 20 ml, diaduk menggunakan spatula dan disaring kembali dengan *syringe filter* pori-pori kecil (*membrane filter PTFE mesh 5 μ L diameter 90 mm*).

d. Tahapan Pengeringan

Kristal yang terbentuk dikeringkan dengan oven pada temperatur 105°C, selama 1 jam atau hingga kering sempurna.

e. Tahapan Penimbangan Kristal MDMA Hasil Pemurnian

- 3) Kristal hasil pemurnian dimasukkan dalam desikator terlebih dahulu hingga suhu stabil kemudian ditimbang bobot kristal hasil pemurnian dan ditampung dalam wadah penyimpanan tertentu dan tertutup rapat serta diberi label.
- 4) Dihitung *yield* dan perolehan kembali (*%recovery*) hasil pemurnian serta persentase kehilangan MDMA selama proses pemurnian.

$\%recovery$	=	$\frac{\text{Bobot kristal hasil pemurnian}}{\text{Netto awal}}$	X 100%
--------------	---	--	--------

Keterangan : Netto awal adalah bobot netto serbuk mengandung MDMA yang akan dimurnikan.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 22**

**Pemurnian dan Verifikasi
Baku Pembanding**

Tgl : 11-11-2024

Ed : 01

Rev : 00

Hal : 5 dari 9

Persentase

Kehilangan MDMA = $\frac{(\text{Total kandungan MDMA dalam tablet} - \text{bobot kristal hasil pemurnian})}{\text{Total kandungan MDMA dalam tablet}} \times 100\%$

Keterangan : Total kandungan MDMA dalam tablet dihitung dengan mengalikan kadar sebelum pemurnian dengan berat netto tablet yang akan dimurnikan.

5. Identifikasi Kristal MDMA Hasil Pemurnian

Tujuan identifikasi kristal MDMA hasil pemurnian adalah untuk melihat efektivitas proses pemurnian yang dilakukan. Identifikasi dilakukan dengan pengujian fisik dan kimia, dengan langkah sama seperti pengujian sebelum sampel dimurnikan.

a. Uji Fisik (Uji Titik Leleh)

Dilakukan secara triplo terhadap kristal hasil pemurnian dengan prosedur sama seperti uji titik leleh serbuk tablet sebelum pemurnian.

b. Uji Kimia

1) Analisis Kualitatif

a) Analisis dengan CAMAG TLC Scanner

Preparasi analisis CAMAG TLC Scanner untuk kristal hasil pemurnian sama dengan preparasi serbuk tablet sebelum pemurnian. Elusi sampel serbuk tablet sebelum pemurnian dan kristal hasil pemurnian dilaksanakan secara bersama dalam satu plat HPTLC sehingga diperoleh *overlay* spektrum UV. Hal ini dilakukan untuk mempermudah analisis perbandingan sebelum dan setelah pemurnian.

b) Analisis dengan GC-MS

Dilakukan terhadap kristal hasil pemurnian dengan prosedur sama seperti analisis GC-MS sebelum pemurnian.

c. Selanjutnya kristal MDMA hasil pemurnian diverifikasi dengan instrumen GC-FID.

d. Setelah diverifikasi, kristal MDMA disimpan dan diberi identifikasi menggunakan LU-FRM 43e Label baku Pembanding Hasil Purifikasi untuk selanjutnya digunakan sebagai standar kerja (baku pembanding).

C. Verifikasi Baku Pembanding

1. Kurva Kalibrasi dan Linieritas

a. Preparasi Standar

a) Larutan induk disiapkan dengan cara menimbang standar acuan metamfetamina/MDMA bersertifikat pada konsentrasi tertentu, kemudian dilarutkan dalam metanol.

b) Deret standar metamfetamina dibuat dari larutan induk yang telah disiapkan, dibuat pada 6 level konsentrasi yang mewakili rentang kerja sampel pada analisis rutin, kemudian dilarutkan dalam metanol.

c) Masing-masing level konsentrasi dibuat sebanyak 6 replika.

d) Larutan disaring menggunakan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial dan siap untuk injeksi GC-FID sesuai dengan kaidah LU-IKA 31 tentang Prosedur Pengoperasian *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector* (GC-FID).

b. Analisis dengan GC-FID

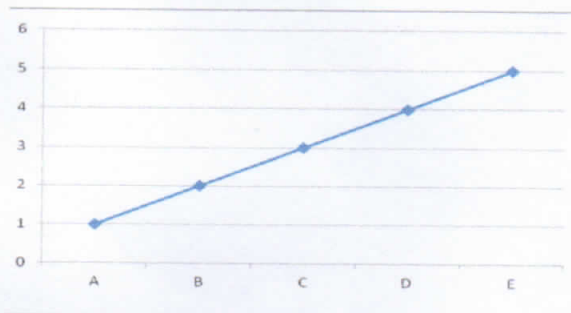
a) Larutan standar yang telah dipreparasi kemudian diinjeksikan ke GC-FID sebanyak 3 kali ulangan untuk masing-masing level konsentrasi mengikuti kaidah LU-IKM 20 Metode Instrumentasi *Gas Chromatography – Flame Ionization Detector* (GC-FID).

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 22	Tgl : 11-11-2024
			Ed : 01
		Pemurnian dan Verifikasi Baku Pembanding	Rev : 00
			Hal : 6 dari 9

- b) Metode GC-FID yang digunakan adalah **Puslab_1b** sesuai dengan LU-IKM 20 Metode Instrumentasi *Gas Chromatography – Flame Ionization Detector* (GC-FID).
- c. Pengolahan Data Kurva kalibrasi
- Kromatogram pada lokasi penyimpanan dibuka.
 - Dibuat plot antara mean dari tiap level konsentrasi (x) vs luas area (y), sehingga diperoleh persamaan garis $y = bx \pm a$.
 - Rekaman hasil analisis dituangkan dalam Log Book GC-FID sesuai Daftar Identifikasi Logbook (LU/UP-DP 27).

Konsentrasi	Replika	Ulangan	Waktu Retensi (Rt)	Area
	1	1 2 3		
	2	1 2 3		
	... dst	...dst		

Konsentrasi	Rerata area



Gambar 1. Kurva Linieritas Standar

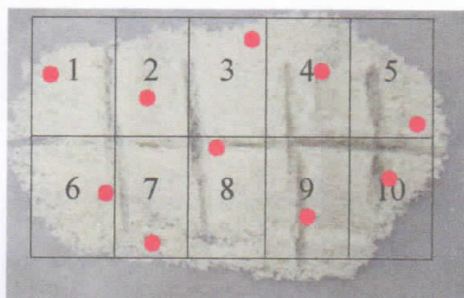
- d. Kriteria Keberterimaan:
- Rentang kerja harus berada pada zona konsentrasi linieritas yang diujikan.
 - RSD waktu retensi dan area $\leq 2\%$.
 - Nilai R^2 adalah $0,995 \pm 0,005$.

2. Penentuan Kadar

1) Penimbangan Baku Pembanding

- Baku pembanding diujikan pada konsentrasi 100 ppm, sehingga dibutuhkan sampel sebanyak 1 mg dengan volume akhir 10 mL.
- Pengambilan sampel dilakukan dengan salah satu teknik *probability random sampling*.
- Sampel diletakkan di atas kertas timbang (perkamen), kemudian dibagi/diklasifikasikan menjadi 10 ruang pengambilan dan ditandai (diberikan nomor).
- Masing-masing ruang pengambilan dijadikan sampel dan diambil 1 mg sebanyak 1 kali ulangan pengambilan.
- Baku pembanding hasil rekristalisasi ditimbang pada posisi sesuai dengan nomer yang ditunjukkan pada Gambar 2 dengan harapan sampel yang diujikan mewakili sampel secara keseluruhan (*representative*).

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 22	Tgl : 11-11-2024
			Ed : 01
		Pemurnian dan Verifikasi Baku Pembanding	Rev : 00
			Hal : 7 dari 9



Gambar 2. Contoh Pola Teknik Pengambilan Baku Pembanding.

2) Preparasi Baku Pembanding

- Preparasi sampel dilakukan dengan menyiapkan dan menimbang sebanyak 1 mg baku pembanding dimasukkan dalam labu takar 10 mL (konsentrasi sampel 100 ppm), kemudian dilarutkan dalam metanol for *Chromatography* hingga batas tera.
- Preparasi sampel dilakukan sebanyak 3 kali replika.
- Larutan disaring menggunakan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial dan siap untuk injeksi GC-FID sesuai dengan kaidah LU-IKA 31 tentang Prosedur Pengoperasian Gas *Chromatography-Flame Ionization Detector* (GC-FID).

3) Analisis dengan GC-FID

- Larutan standar yang telah dipreparasi kemudian diinjeksikan ke GC-FID sebanyak 3 kali ulangan untuk masing-masing replika mengikuti kaidah LU-IKM 20 Metode Instrumentasi Gas *Chromatography – Flame Ionization Detector* (GC-FID).
- Metode GC-FID yang digunakan adalah **Puslab_1b** sesuai dengan LU-IKM 20 Metode Instrumentasi Gas *Chromatography – Flame Ionization Detector* (GC-FID).

4) Pengolahan Data

- Kromatogram pada lokasi penyimpanan dibuka.
- Rerata area dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan konsentrasi standar kerja Metamfetamina.
- Konsentrasi yang diperoleh kemudian dikonversi terhadap berat mengikuti formula pada Tabel 1 untuk memperoleh kadar dalam base dan HCl.
- Rekaman hasil analisis dituangkan dalam Log Book GC-FID sesuai Daftar Identifikasi Logbook (LU/UP-DP 27).

Formula Kadar Metamfetamina/MDMA*) Base dan HCl.

Keterangan	Formula
%Kadar Base	$\frac{C \times \text{vol akhir} \times \text{fp} \times a}{\text{Gram sampel timbang} \times 10^3} \times 100\%$
%Kadar HCl	$\frac{C \times \text{vol akhir} \times \text{fp}}{\text{Gram sampel timbang} \times 10^3} \times 100\%$
Keterangan :	
C	= konsentrasi yang diperoleh setelah diplotkan ke dalam kurva linieritas stan
a	= konstanta 0,8035, BM Metamfetamina base/BM Metametamina HCl. konstanta 0,8412, BM MDMA base/BM MDMA HCl.
f.p	= faktor pengenceran.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 22**

Pemurnian dan Verifikasi
Baku Pembanding

Tgl : 11-11-2024

Ed : 01

Rev : 00

Hal : 8 dari 9

e) Perhitungan nilai tidakpastian

Nilai ketidakpastian baku pembanding dihitung berdasarkan jumlah nilai ketidakpastian presisi instrumentasi GC-FID (LU-FRM 70) dan CRM.

- Nilai ketidakpastian instrumentasi GC-FID (Nilai a)

Ulangan	Area
1	
2	
....	

Rerata	
SD	
$\sqrt{n}$	
$u = SD / \sqrt{n}$	
%RSU	Nilai a

- Nilai ketidakpastian CRM

lipomed
SERVICES TO HEALTH

**Certificate of Analysis
Reference Material**

Lipomed Document QC-CA-732
Version: 007-28.Nov.2018
Supersedes: 006-10.Oct.2014

Chemical name: **d-Methamphetamine.HCl**
(+)-2-Methylamino-2-phenylpropane.hydrochloride

Lot No: 732.1B4.1
Art. No: AMP-732-HC

Release date: November 06, 2019
Last testing date: N/A
Retest date: **November 2029**

Chemical formula: $C_{10}H_{15}N$
Hydrochloride

Molwt: 149.24
185.70

CAS Registry No: 51-57-0

Nilai b

TEST	SPECIFICATIONS	RESULTS
1. Appearance	white to off-white crystalline powder	conforms
2. Purity	HPLC $\geq 98.5\%$ The purity is calculated from the distribution of 6 HPLC analyses with a 95% level of confidence.	99.95% $\pm$ 0.050 %
3. Free base content (Corrected from purity and water)	$\geq 78.2\%$	80.1 %
4. Optical rotation	$[\alpha]_D^{25} = +16.0 \pm 3^\circ$ (c = 1.0 in nanopure water)	$[\alpha]_D^{25} = +17.4^\circ$ (c = 1.0 in nanopure water)
5. Water content	Karl Fischer $\leq 1\%$	0.2 %
6. Calculated hydrochloride content		19.6 %

Gambar 3. Contoh informasi nilai ketidakpastian CRM.

$$\text{Nilai ketidakpastian baku pembanding} = \sqrt{(\text{Nilai a})^2 + (\text{Nilai b})^2}$$

3. Uji Stabilitas

Uji stabilitas dilakukan untuk mengetahui kemampuan standar kerja untuk bertahan dalam batas spesifikasi yang ditetapkan sepanjang periode penggunaan.

1) Preparasi Baku Pembanding

- Preparasi sampel uji stabilitas dilakukan dengan membuat sampel pada konsentrasi tertentu yang dapat diidentifikasi instrumen. Sampel ditimbang dengan berat tertentu dan dilarutkan dalam metanol for Chromatography.
- Sampel disiapkan sebanyak waktu uji stabilitas yang diujikan yakni 0 jam, 24 jam, 7 hari, 14 hari, 21 hari, 28 hari dan 35 hari pada suhu ruang dan suhu 2-8 °C dengan masing-masing sebanyak 1 replika.

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKM 22	Tgl : 11-11-2024
			Ed : 01
		Pemurnian dan Verifikasi Baku Pembanding	Rev : 00
			Hal : 9 dari 9

- c) Larutan disaring menggunakan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial dan siap untuk injeksi GC-FID sesuai dengan kaidah LU-IKA 31 tentang Prosedur Pengoperasian *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector* (GC-FID).
- 2) Analisis dengan GC-FID
 - a) Larutan standar yang telah dipreparasi kemudian diinjeksikan ke GC-FID sebanyak 5 kali ulangan untuk masing-masing replika mengikuti kaidah LU-IKM 20 Metode Instrumentasi *Gas Chromatography – Flame Ionization Detector* (GC-FID).
 - b) Metode GC-FID yang digunakan adalah **Puslab_1b** sesuai dengan LU-IKM 20 Metode Instrumentasi *Gas Chromatography – Flame Ionization Detector* (GC-FID).
- 3) Pengolahan Data
 - a) Kromatogram pada lokasi penyimpanan dibuka.
 - b) Mean area hasil injeksi kemudian diplotkan ke dalam kurva stabilitas dan dilihat kestabilannya sesuai dengan persyaratan.
 - c) Rekaman hasil analisis dituangkan dalam Log Book GC-FID sesuai Daftar Identifikasi Logbook (LU/UP-DP 27).
- 4) Kriteria Keberterimaan
 - a) Wilayah t hitung berada diantara t tabel atau t hitung $< t$ tabel, sehingga dinyatakan data tidak berbeda nyata, yang dapat disimpulkan bahwa sampel uji stabil.
 - b) Rekaman hasil analisis uji stabilitas dituangkan dalam Formulir Uji Stabilitas Validasi Metode/Verifikasi Baku Pembanding (LU-FRM 60a).

D. PELAPORAN HASIL PEMURNIAN BAKU PEMBANDING

Pelaporan pemurnian dituangkan dalam bentuk Berita Acara Pemurnian sesuai dengan format LU-FRM 55 Berita Acara Pemurnian Narkotika.

E. DOKUMEN TERKAIT

1. LU-IKM 20 Metode Instrumentasi *Gas Chromatography – Flame Ionization Detector* (GC-FID).
2. LU-IKA 31 Prosedur Pengoperasian *Gas Chromatography-Flame Ionization Detector* (GC-FID).
3. LU-IKA 32 Prosedur Pengoperasian *Melting Point*.
4. LU-FRM 43e Label Baku Pembanding Hasil Purifikasi.
5. LU-FRM 60a Formulir Uji Stabilitas Verifikasi Baku Pembanding.
6. LU-FRM 55 Berita Acara Pemurnian Narkotika.
7. LU-FRM 60a Formulir Uji Stabilitas Validasi Metode/Verifikasi Baku Pembanding.
8. LU/UP-DP 27 Daftar Identifikasi Logbook.

F. LITERATUR

1. United Nations Office for Drug Control and Crime Prevention (UNODCCP). 2001. *Drug Characterization Impurity Profiling*. Vienna, New York.
2. Laboratory and Scientific Section, United Nations Office on Drugs and Crime (UNODC). (2009). *Guidance for the validation of analytical methodology and calibration of equipment used for testing of illicit drugs in seized materials and biological specimens*. New York: United Nations.
3. Mikami, Yoshiteru. *Reaction and Purification of Narcotics Reference Substance*. Japan Internasional Cooperation Agency (JICA).