



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.10**

**Validasi Metode GCMS
untuk Identifikasi MDMA
dalam urin**

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 1 dari 6

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

1. Puslab_4

Metode ini digunakan untuk analisis MDMA dan golongan *Amphetamine Type Stimulant* (ATS) dalam urin pada GC-MS Agilent 7890B- 5977B (GC-MS 06).

2. Puslab_6

Metode ini digunakan untuk analisis MDMA dan/atau golongan *Amphetamine Type Stimulant* (ATS) dalam urin pada GC-MS Agilent 7890B- 5977B (GC-MS 05).

3. Puslab_10

Metode ini digunakan untuk analisis MDMA dan/atau golongan *Amphetamine Type Stimulant* (ATS) dalam urin pada GC-MS Agilent Shimadzu QP 2010 Ultra dan QP 2020NX-2030Nexis.

B. PARAMETER VALIDASI

1. Batas Deteksi / Limit of Detection (LoD)

a. Preparasi

- 1) Tabung ekstraksi yang berisi 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 100 μL Amoniak 25% disiapkan (sesuai dengan LU-IKM 13 tentang penyiapan larutan ekstraksi).
- 2) Larutan induk MDMA dari baku pembanding (WS) MDMA yang telah diketahui konsentrasinya dibuat dan dilarutkan dalam urin, kemudian dilakukan pengenceran sesuai konsentrasi yang dikehendaki untuk pengujian LoD.
- 3) Setelah dilakukan pengenceran pada konsentrasi yang dikehendaki, sebanyak 4 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-IKS 02 identifikasi MDMA dalam sampel urin menggunakan GC-MS).

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 MDMA, 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.

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 16.10**

Validasi Metode GCMS
untuk Identifikasi MDMA
dalam urin

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 2 dari 6

d. Keberterimaan

- 1) Fragmen massa MDMA yang teridentifikasi adalah : 58; 135, 77,56 m/z.
- 2) Nilai rasio *Signal to Noise* (S/N) lebih besar dari 3:1 atau $S/N \geq 3$.

e. Tabel data uji LoD

Konsentrasi	Replika	Waktu Retensi (Rt)	Area	S/N
	1			
	2			
	3			
	4			
	...			
	10			
Rata - rata				
Keberterimaan				

Simpulan :

2. Presisi (Ripitabilitas dan Reprodusibilitas)

1. Preparasi

- 1) Tabung ekstraksi yang berisi 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 100 μL Amoniak 25% disiapkan (sesuai dengan LU-IKM 13 tentang penyiapan larutan ekstraksi).
- 2) Larutan sampel MDMA dalam urin disiapkan pada konsentrasi 1,25 sampai 2 kali LoD.
- 3) 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.
- 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 kedalam vial, selanjutnya siap digunakan untuk injeksi GC-MS (preparasi sesuai dengan LU-IKS 02 identifikasi MDMA dalam sampel urin menggunakan GC-MS).

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 MDMA.
- 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 16.10**

**Validasi Metode GCMS
untuk Identifikasi MDMA
dalam urin**

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 3 dari 6

4. Keberterimaan

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

5. Tabel data uji presisi

Konsentrasi	Replika	Waktu Retensi (Rt)			
		<i>Intra-day</i>	<i>Inter-day</i>	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. Preparasi

- 1) Tabung ekstraksi yang berisi 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 100 μL Amoniak 25% disiapkan (sesuai dengan LU-IKM 13 tentang penyiapan larutan ekstraksi).
- 2) Larutan sampel uji dalam urin disiapkan pada beberapa kondisi tertentu, diantaranya adalah :
 - a) Sampel uji berupa larutan standar dari analit dan/atau metabolit pada satu golongan yang sama. Contoh : MDA, metamfetamina, amfetamina dan lainnya yang merupakan golongan *Amphetamine Type Stimulant* (ATS).
 - b) Sampel uji berupa seluruh blanko spesimen yang di-spike dengan analit dan/atau metabolit pada satu golongan yang sama.
 - c) Sampel uji berupa larutan standar dari analit beda golongan. Contoh : morfina, dan senyawa lainnya yang bukan merupakan golongan ATS.
 - d) Blanko matriks dari 5 sumber yang berbeda.
 - e) Sampel uji berupa senyawa yang memiliki waktu retensi mirip dengan analit uji (jika ada).
- 3) Sampel disiapkan sebanyak 3 replika untuk masing-masing kondisi.
- 4) 4 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 kedalam vial, selanjutnya siap digunakan untuk injeksi GC-MS (preparasi sesuai dengan LU-IKS 02.1 identifikasi MDMA dalam sampel urin menggunakan GC-MS).



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.10**

**Validasi Metode GCMS
untuk Identifikasi MDMA
dalam urin**

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 4 dari 6

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 MDMA dan senyawa/matriks lain yang mungkin terbentuk dan dapat mengintervensi/mengganggu proses deteksi MDMA.
- 2) Nilai resolusi (daya pisah) dihitung terhadap *peak*/puncak MDMA dan senyawa lain yang mungkin terbentuk/terdeteksi.

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

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) Tabung ekstraksi yang berisi padatan pengekstrak (500 mg Na₂SO₄ dan 100 mg NaCl), 3 mL larutan pengekstrak (diklorometana, dikloroetana dan n-heptana dengan perbandingan 1:1:1) dan 100 µL Amoniak 25% disiapkan (sesuai dengan LU-IKM 13 tentang penyiapan larutan ekstraksi).
- 3) Larutan sampel metamfetamina dalam akuades disiapkan sebanyak 3 replika pada konsentrasi tertentu, dan sesuai dengan pengaturan waktu dan suhu (Tabel uji stabilitas).



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.10**

**Validasi Metode GCMS
untuk Identifikasi MDMA
dalam urin**

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 5 dari 6

- 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 kedalam vial, selanjutnya siap digunakan untuk injeksi GC-MS (preparasi sesuai dengan LU-IKS 02.1 identifikasi MDMA dalam sampel urin menggunakan GC-MS).

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.

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.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKM 16.10**

**Validasi Metode GCMS
untuk Identifikasi MDMA
dalam urin**

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 02

Hal : 6 dari 6

E. DOKUMEN TERKAIT

1. LU-PSD 7.2 Pemilihan, Verifikasi, dan Validasi Metode Uji.
2. LU-IKM 13 Penyiapan Larutan Ekstraksi.
3. LU-IKR 08 Identifikasi MDMA dalam sampel serbuk, tablet dan pecahan tablet.
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/MDMA/urin).