

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 04	Tgl : 22-05-2026 Ed : 03 Rev : 08 Hal : 1 dari 9
		Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet	

A. PROSEDUR COLOUR TEST/TES WARNA

1. Tahapan identifikasi
 - a. Material digerus dengan mortar agar halus dan homogen.
 - b. Ambil $\frac{1}{4}$ spatula, kemudian tempatkan pada plat tetes (3 lubang).
 - c. Lubang pertama, ditetaskan dengan pereaksi *marquise*, lalu amati perubahan warnanya.
 - d. Lubang kedua, ditetaskan dengan pereaksi *mandeline*, lalu amati perubahan warnanya.
 - e. Lubang ketiga, ditetaskan dengan pereaksi *simon*, lalu amati perubahan warnanya.
 - f. Kontrol sampel positif metamfetamina dan negatif dilakukan tiap 1 *batch* pengerjaan sampel. 1 *batch* terdiri dari 10 sampel.
 - 1) Kontrol positif metamfetamina menggunakan standar kerja (baku pembanding) metamfetamina untuk sampel kristal dan standar kerja (baku pembanding) metamfetamina dalam serbuk blank (amilum jagung) untuk sampel serbuk, tablet, dan pecahan tablet.
 - 2) Kontrol negatif menggunakan pereaksi uji (tanpa penambahan matriks) untuk sampel kristal dan serbuk blanko (amilum jagung) ditambahkan pereaksi uji (dengan penambahan matriks) untuk sampel serbuk, tablet, dan pecahan tablet.
 - g. Rekaman hasil identifikasi metamfetamina dicatat dalam Formulir Pengujian Sampel (LU-FRM 10).
2. Kriteria Keberterimaan
 - a. Dinyatakan positif metamfetamina jika pada ketiga jenis pereaksi uji, sampel memberikan kriteria warna sebagai berikut :
 - 1) *marquise* : warna orange kecoklatan.
 - 2) *mandeline* : warna hijau terang.
 - 3) *simon A + Simon B1* : warna biru.
 - b. Dinyatakan negatif metamfetamina jika pada ketiga jenis pereaksi uji, sampel tidak memberikan kriteria warna, sesuai yang ditunjukkan seperti nomor 1 pada Gambar 1.

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-IKR 04**

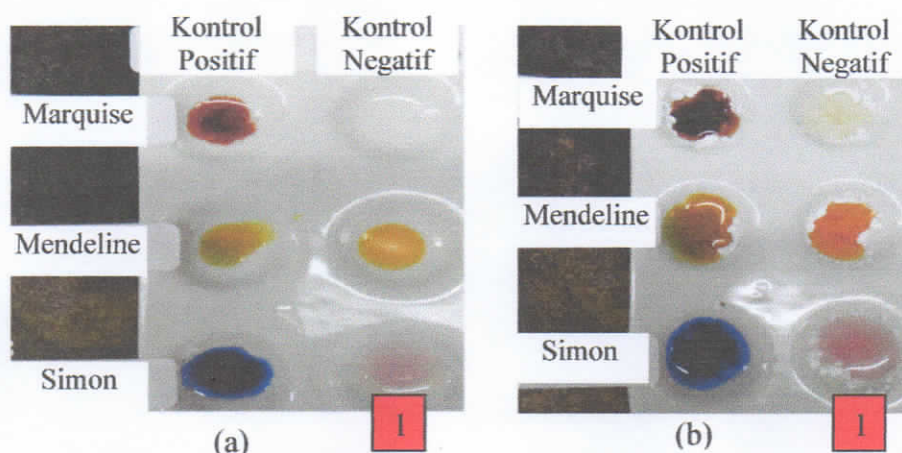
Identifikasi Metamfetamina
dalam Sampel Kristal, Serbuk,
Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 08

Hal : 2 dari 9



Gambar 1. Hasil *Colour Test* Kontrol Positif Metamfetamina dan Kontrol Negatif dengan Pereaksi *Marquise*, *Mandeline*, dan *Simon* untuk (a) Sampel Kristal dan (b) Sampel Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

B. PROSEDUR IDENTIFIKASI MENGGUNAKAN GC-MS (GAS CHROMATOGRAPHY – MASS SPECTROMETER)

1. Preparasi sampel:

a. Sampel Kristal

- 1) Kristal ditimbang sebanyak 1 mg kemudian dilarutkan dalam 6 mL metanol dan divortex selama 5 menit. Cairan organik (metanol) disaring dengan *syringe filter* kemudian dimasukkan kedalam vial dan siap untuk injeksi GC-MS.
- 2) Kontrol sampel positif metamfetamina dan negatif dilakukan tiap 1 batch pengerjaan sampel. 1 batch terdiri dari 10 sampel.
 - a) Kontrol positif menggunakan larutan standar kerja metamfetamina konsentrasi LoD – 10x LoD dalam pelarut metanol. Selanjutnya luas area yang diperoleh dari kontrol positif dihitung nilai deviasinya pada formulir LU-FRM 06.b.
 - b) Kontrol sampel negatif metamfetamina menggunakan metanol.

b. Sampel serbuk, tablet, dan pecahan tablet

- 1) Disiapkan tabung ekstraksi berisikan padatan pengekstrak (500 mg Na_2SO_4 dan 100 mg NaCl), 3 mL larutan pengekstrak pengekstrak (diklorometana, dikloroetana dan n-heptana dengan perbandingan 1:1:1) dan 200 μL NaOH 0,1 N.
- 2) Material digerus dengan mortar agar halus dan homogen, diambil 1 spatula yang setara dengan 80 mg dan dilarutkan dengan 5 ml akuades, diambil 3 ml larutan dimasukkan ke dalam tabung ekstraksi tersebut. Kemudian dikocok selama 5 menit dan disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm sehingga terpisah menjadi 2 lapisan. Lapisan atas (organik) disaring dengan *syringe filter* dimasukkan dalam vial, kemudian digunakan untuk injeksi GC-MS.
- 3) Kontrol sampel positif metamfetamina dan negatif dilakukan tiap 1 batch pengerjaan sampel. 1 batch terdiri dari 10 sampel.
 - a) Kontrol positif menggunakan larutan standar kerja metamfetamina konsentrasi LoD – 10x LoD dalam pelarut akuades, kemudian dilakukan preparasi sesuai poin 1) dan 2). Selanjutnya luas area yang diperoleh dari kontrol positif dihitung nilai deviasinya pada formulir LU-FRM 06.b.
 - b) Kontrol sampel negatif metamfetamina menggunakan serbuk blank (amilum jagung), kemudian dilakukan preparasi sesuai poin 1) dan 2).

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 04	Tgl : 22-05-2026 Ed : 03 Rev : 08 Hal : 3 dari 9
		Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet	

2. Analisis dengan GC-MS

a. Analisis sampel kristal dengan GC-MS 01

- 1) Metode GC-MS yang digunakan adalah metode **Puslab_8** dengan rincian sebagai berikut:

GC

<i>injection temp</i>	: 250,0 °C
<i>injection mode</i>	: Split
<i>split ratio</i>	: 50,0
<i>column flow</i>	: 1,0 mL/min
<i>column oven temp</i>	: 100,0 °C
<i>column</i>	: RTX-5MS/ DB-5MS/ HP-5MS (30m x 2,50 µm x 0,25µm)

Tabel 1. Oven Ramp Temperature/Oven Program

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

MS

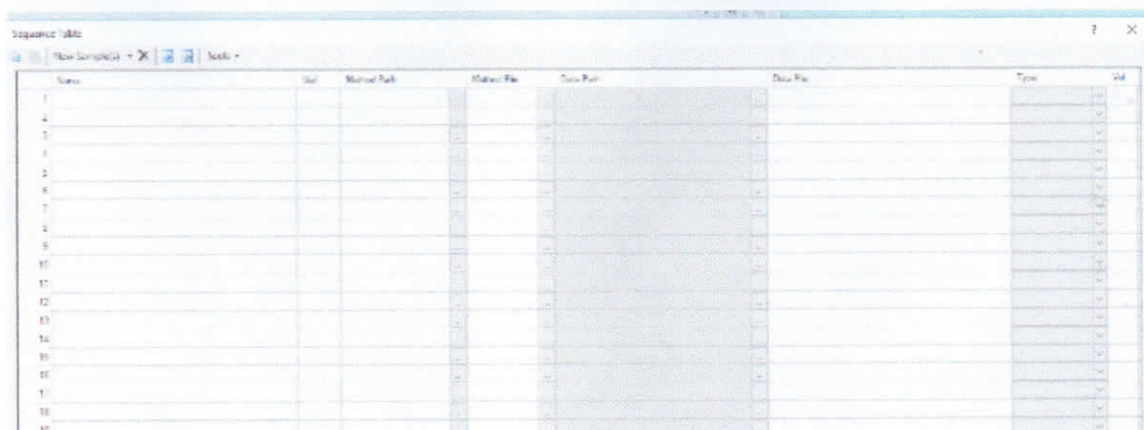
<i>interface/auxiliary temperature</i>	: 280 °C
<i>ion source/ms source temperature</i>	: 280 °C
<i>solvent cut time/solvent delay</i>	: 3,00 min

Tabel 2. MS Scan

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode / Acq Type	Start (m/z)	End (m/z)
1	3,00	17,00	scan	40,00	250,00

- 2) Sampel yang telah dipreparasi diinjeksi pada GC-MS, dengan terlebih dahulu membuat *sequence table* dan mengisi data sampel yang meliputi:

- *name* : diisi dengan nama misal *blank*, sampel, std
- *vial* : diisi dengan nomor vial pada *tray* GC-MS
- *method path* : dipilih folder tempat metode yang akan digunakan di simpan
- *method file* : dipilih metode yang akan digunakan misal *Puslab_8*
- *data path* : dipilih folder tempat data sampel disimpan
- *data file* : diisi dengan nama yang diinjeksikan (tetapi jika ada nama yang sama maka dapat diidentifikasi dengan penomoran 1 sampai dengan nomor yang dibutuhkan)
- *type* : diisi dengan jenis yang diinjeksikan, misal, *blank*, sampel, standar
- *volume* : volume injeksi yang akan digunakan 0,5µl



Gambar 2. Sequence Table GC-MS

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 04	Tgl : 22-05-2026 Ed : 03 Rev : 08 Hal : 4 dari 9
		Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet	

b. Analisis sampel serbuk, tablet, dan pecahan tablet dengan GC-MS 02

1) Metode GC-MS yang digunakan adalah metode **Puslab_7**, dengan rincian berikut:

GC

<i>injection temp</i>	: 250,0 °C
<i>injection mode</i>	: Split
<i>split ratio</i>	: 50,0
<i>column flow</i>	: 1,0 mL/min
<i>column oven temp</i>	: 100,0°C
<i>column</i>	: RTX-5MS/ DB-5MS/ HP-5MS (30m x 2,50µm x 0,25 µm)

Tabel 3. Oven Ramp Temperature/Oven Program

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

MS

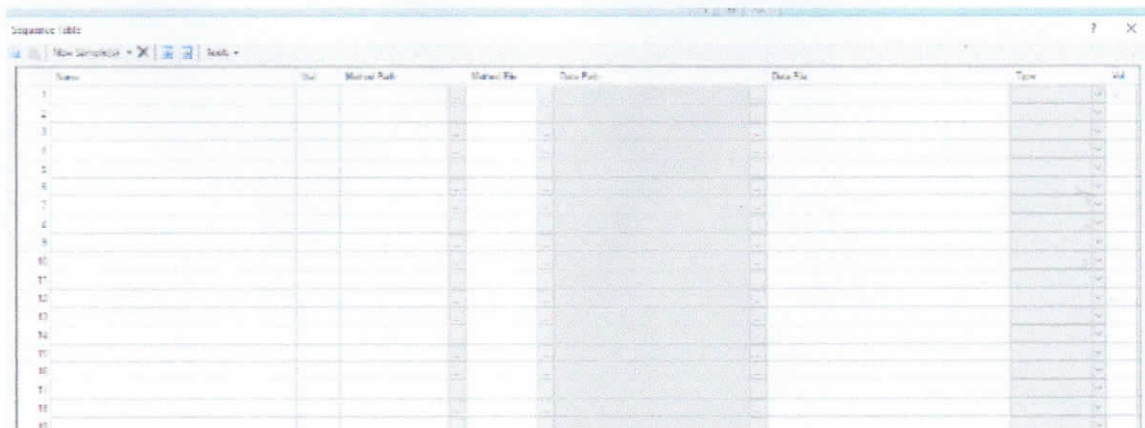
<i>interface/auxiliary temperature</i>	: 300 °C
<i>ion source/ms source temperature</i>	: 280 °C
<i>solvent cut time/solvent delay</i>	: 3,50 min

Tabel 4. MS Scan

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode / Acq Type	Start (m/z)	End (m/z)
1	3,50	24,00	scan	40,00	550,00

2) Sampel yang telah dipreparasi diinjeksi pada GC-MS, dengan terlebih dahulu membuat *sequence table* dan mengisi data sampel yang meliputi:

- *name* : diisi dengan nama misal *blank*, sampel, std
- *vial* : diisi dengan nomor vial pada *tray* GC-MS
- *method path* : dipilih folder tempat metode yang akan digunakan disimpan
- *method file* : dipilih metode yang akan digunakan misal *Puslab_7*
- *data path* : dipilih folder tempat data sampel disimpan
- *data file* : diisi dengan nama yang diinjeksikan (tetapi jika ada nama yang sama maka dapat diidentifikasi dengan penomoran 1 sampai dengan nomor yang dibutuhkan)
- *type* : diisi dengan jenis yang diinjeksikan, misal, *blank*, sampel, standar
- *volume* : volume injeksi yang akan digunakan 0,5µl



Gambar 3. *Sequence Table* GC-MS



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT
LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKR 04**

Identifikasi Metamfetamina
dalam Sampel Kristal, Serbuk,
Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

Ed : 03

Rev : 08

Hal : 5 dari 9

c. Analisis sampel serbuk, tablet, dan pecahan tablet dengan GC-MS 06

1) Metode GC-MS yang digunakan adalah metode **Puslab_3**, dengan rincian berikut:

GC

injection temp : 250,0 °C
injection mode : Split
split ratio : 50,0
column flow : 1,0 mL/min
column oven temp : 130,0 °C
column : RTX-5MS/ DB-5MS/ HP-5MS (30 m x 2,50µm x 0,25 µm)

Tabel 5. *Oven Ramp Temperature/Oven Program*

	Rate	Final Temperature	Hold Time
0	-	100,0	2,00
1	10,0	280,0	4,00

MS

interface/auxiliary temperature : 300 °C
ion source/ms source temperature : 230 °C; MS Quad : 150 °C
solvent cut time/solvent delay : 2,50 min

Tabel 6. *MS Scan*

	Start Time (min)	End Time (min)	Acq. Mode / Acq Type	Start (m/z)	End (m/z)
1	24,00	scan	40,00	550,00	2,5

2) Sampel yang telah dipreparasi diinjeksi pada GC-MS, dengan terlebih dahulu membuat *sequence table* dan mengisi data sampel yang meliputi:

- *name* : diisi dengan nama misal *blank*, sampel, std
- *vial* : diisi dengan nomor vial pada tray GC-MS
- *method path* : dipilih folder tempat metode yang akan digunakan di simpan
- *method file* : dipilih metode yang akan digunakan misal *Puslab_3*
- *data path* : dipilih folder tempat sampel di simpan
- *data file* : diisi dengan nama yang diinjeksikan (tetapi jika ada nama yang sama maka dapat diidentifikasi dengan penomoran 1 sampai dengan nomor yang dibutuhkan)
- *type* : diisi dengan jenis yang diinjeksikan, misal, *blank*, sampel, std
- *volume* : volume injeksi yang akan digunakan 0,5µl

Gambar 4. *Sequence Table GC-MS*

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 04	Tgl : 22-05-2026 Ed : 03 Rev : 08 Hal : 6 dari 9
		Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet	

3. Identifikasi Kromatogram dan Spektra Sampel

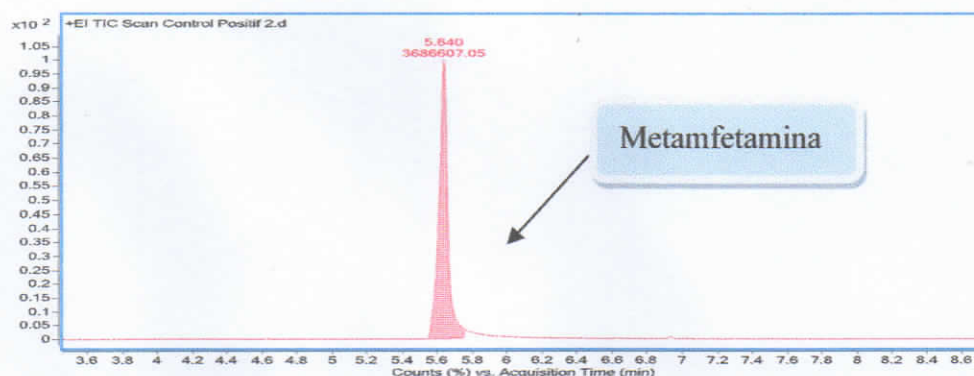
- Kromatogram pada lokasi penyimpanan dibuka.
- Pecahan spektra pada *peak*/puncak metamfetamina dimunculkan dengan cara mengklik dua kali pada tengah-tengah *peak*/puncak.
- Analisis dilakukan berdasarkan nilai Rt dan pecahan spektra terbanyak sesuai kriteria penerimaan yang telah ditetapkan.
- Rekaman hasil identifikasi dicatat dalam *LogBook* GC-MS sesuai Daftar Identifikasi Logbook (LU/UP-DP 27); LU-FRM 10 Formulir Pengujian Sampel; dan LU-FRM 20 Formulir Analisis Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS).

4. Kriteria Penerimaan:

Sampel dinyatakan positif mengandung metamfetamina jika terpenuhi ketentuan berikut.

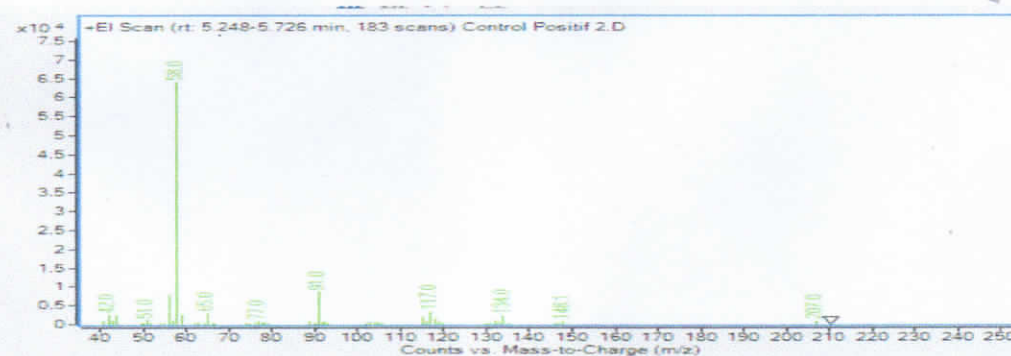
a. Sampel Kristal

- Terbentuk *peak*/puncak pada waktu retensi metamfetamina. Nilai Rt untuk kontrol positif metamfetamina dan sampel sama, dengan rentang keberterimaan $\leq 2\%$.



Gambar 5. Kromatogram GC-MS Standar Metamfetamina untuk Sampel Kristal

- Fragmentasi massa metamfetamina yang teridentifikasi adalah : 58, 91, 56, 65 m/z.



Gambar 6. Spektrum Massa Standar Metamfetamina untuk Sampel Kristal.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT
LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKR 04**

Identifikasi Metamfetamina
dalam Sampel Kristal, Serbuk,
Tablet, dan Pecahan Tablet

Tgl : 22-05-2026

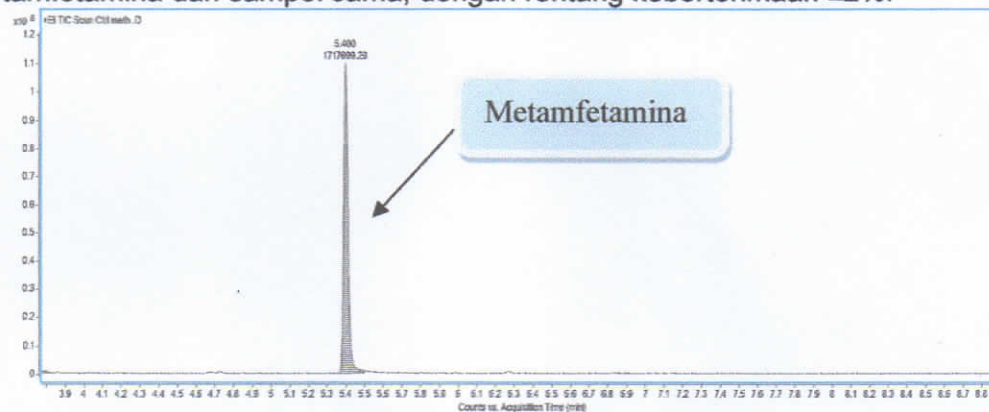
Ed : 03

Rev : 08

Hal : 7 dari 9

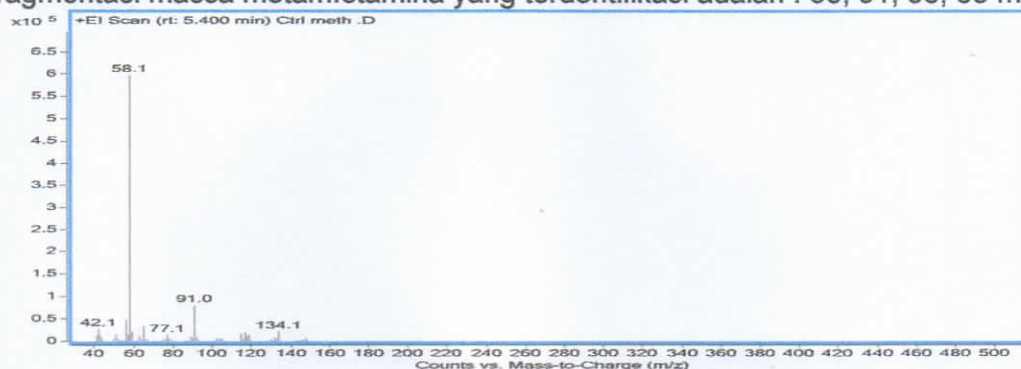
b. Sampel Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

- 1) Terbentuk peak/puncak pada waktu retensi metamfetamina. Nilai Rt untuk kontrol positif metamfetamina dan sampel sama, dengan rentang keberterimaan $\leq 2\%$.



Gambar 7. Kromatogram Standar Metamfetamina Sampel Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet

- 2) Fragmentasi massa metamfetamina yang teridentifikasi adalah : 58, 91, 56, 65 m/z.



Gambar 8. Spektrum Massa Standar Metamfetamina Sampel Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet.

C. PROSEDUR ANALISA HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC)

1. Preparasi Sampel

- Kristal ditimbang sebanyak 1 mg kemudian dilarutkan dalam 6 mL metanol dan di vortex selama 5 menit. Cairan organik (metanol) disaring dengan *syringe filter* kemudian dimasukkan ke dalam vial dan siap untuk diinjeksikan pada HPLC.
- Kontrol sampel positif metamfetamina menggunakan larutan standar kerja metamfetamina konsentrasi LoD – 10 kali dari nilai LoD dalam pelarut metanol. Selanjutnya luas area yang diperoleh dari kontrol positif dihitung nilai deviasinya pada formulir LU-FRM 06.b.
- Kontrol sampel negatif metamfetamina menggunakan metanol.

2. Preparasi Fasa Gerak

Buffer KH_2PO_4 50 mM dibuat dengan cara menimbang sebanyak 6,8 gram padatan KH_2PO_4 dalam 1 L akuades, kemudian disaring dengan *vacuum filter*.

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 04	Tgl : 22-05-2026 Ed : 03 Rev : 08 Hal : 8 dari 9
		Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet	

3. Analisis dengan HPLC

- a. Metode HPLC yang digunakan pada UPLC Waters adalah **Puslab_2a**, dengan rincian berikut:

kolom : VisionHT (C-18) HL column, I.D 2,0 mm, length 100 mm, particle size 1,5 μ m
fasa gerak : Buffer KH_2PO_4 50 mM : asetonitril (Chrom grade) = 75 : 25 (Isocratic Elution)
detektor : DAD (210nm)
temperatur kolom : 40°C
flow rate : 0,5 ml/menit
waktu analisa : 5 menit
volume injeksi : 0,5 μ l

- b. Sampel yang telah dipreparasi diinjeksi pada HPLC, dengan terlebih dahulu membuat *batch file* dan mengisi data sampel yang meliputi:

- *plate* : diisi dengan posisi vial pada tray
- *volume injection* : volume injeksi yang akan digunakan 1 μ l
- *sample name* : diisi dengan nama/kode sampel
- *function* : dipilih *condition column* atau *inject controls*
- *method set* : diisi nama metode yang akan digunakan
- *run time* : diisi dengan waktu analisis sesuai dengan metode

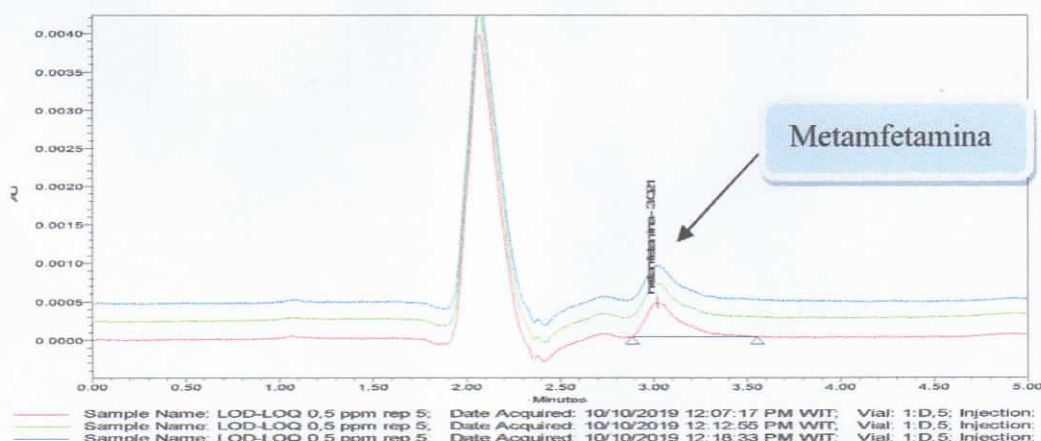
4. Identifikasi Kromatogram dan Spektra Sampel

- a. Identifikasi dilakukan berdasarkan identifikasi nilai Rt yang sama antara sampel dan kontrol positif yang diinjeksikan dan nilai LoD metamfetamina hasil validasi (jika sudah dilakukan validasi metode) sesuai kriteria penerimaan yang telah ditetapkan.
- b. Rekaman hasil identifikasi dicatat dalam Logbook HPLC sesuai Daftar Identifikasi Logbook (LU/UP-DP 27); Formulir Pengujian Contoh/Sampel (LU-FRM 10) dan LU-FRM 20a Formulir Analisis *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC).

5. Kriteria Keberterimaan

Sampel dinyatakan positif mengandung metamfetamina jika terpenuhi ketentuan sebagai berikut:

- a. terbentuk *peak*/puncak pada waktu retensi metamfetamina yang sama dengan kontrol positif yang diinjeksikan. Nilai Rt untuk sampel terhadap kontrol positif metamfetamina dengan rentang keberterimaan $\leq 2\%$.



Gambar 9. Kromatogram LC-PDA Standar Metamfetamina

	BADAN NARKOTIKA NASIONAL PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA	INSTRUKSI KERJA LU-IKR 04	Tgl : 22-05-2026 Ed : 03 Rev : 08 Hal : 9 dari 9
		Identifikasi Metamfetamina dalam Sampel Kristal, Serbuk, Tablet, dan Pecahan Tablet	

D. PENETAPAN HASIL UJI

Proses penetapan hasil uji/analisis untuk sampel mengandung metamfetamina mengikuti langkah-langkah sebagai berikut:

1. sampel kristal yang diduga mengandung metamfetamina harus dilakukan pengujian sesuai tahapan pada butir A dan untuk uji konfirmasi dapat memilih butir B atau butir C dalam prosedur ini.
2. sampel serbuk, tablet, dan pecahan tablet yang diduga mengandung metamfetamina harus dilakukan pengujian sesuai tahapan pada butir A dan B dalam prosedur ini.
3. pengisian penetapan hasil pengujian pada formulir pengujian sampel (LU-FRM 10) dilakukan oleh supervisor atau personel senior yang ditunjuk dengan melakukan paraf, kemudian hasil akan *diback up* melalui pengisian *logbook* hasil pengujian. Selanjutnya melakukan pengisian hasil melalui *website* SiL-N. Proses berikutnya akan diverifikasi oleh supervisor atau personel senior yang ditunjuk pada *website* SiL-N.
4. dalam menetapkan hasil uji pengujian, supervisor atau personel senior yang ditunjuk dapat melakukan konsultasi dengan Ketua Tim Pengujian Laboratorium sebelum dilakukan pembuatan Hasil Pemeriksaan Laboratorium (HPL). Kemudian hasil pengujian akan diverifikasi oleh Ketua Tim Pengujian Laboratorium selaku penanggung jawab pelaksanaan kegiatan teknis pengujian dan disahkan oleh Kepala Pusat Laboratorium Narkotika

E. LITERATUR

1. *Rapid Testing Methods of Drugs of Abuse-UNODC 1994.*
2. *Recommended Methods For The Identification And Analysis of Amphetamine, Methamphetamine, and their ring-substituted analogues in seized materials – UNODC 2006.*
3. *Drug Manual, vol 3 – JICA 2005.*
4. *Clarke's Analysis of Drugs and Poisons – 2004.*
5. *The United States Pharmacopeial Convention – 2021.*

F. DOKUMEN TERKAIT

1. LU-IKM 13 Penyiapan Larutan Ekstraksi
2. LU-IKM 17 Metode Instrumentasi GC-MS
3. LU-IKM 19 Metode Instrumentasi High Performance Liquid Chromatography (HPLC)
4. LU-IKR 02 Pembuatan Reagen
5. LU-IKA 01.6 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Agilent 7890B 1-6
6. LU-IKA 02 Prosedur Pengoperasian High Performance Liquid Chromatography (HPLC)
7. LU-IKA 24 Prosedur Pengoperasian Liquid Chromatography-Photo Diode Array (LC-PDA)
8. LU-FRM 10 Formulir Pengujian Sampel
9. LU-FRM 06.b Formulir Deviasi Kontrol Positif
10. LU-FRM 20 Formulir Analisis Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS)
11. LU-FRM 20a Formulir Analisis High Performance Liquid Chromatography (HPLC)
12. LU/UP-DP 27 Daftar Identifikasi Logbook
13. 6.7.2/LU/N/2026/Rev06/PL/metamfetamina/kristal
14. 6.7.2/LU/N/2026/Rev06/PL/metamfetamina/serbuk, tablet, dan pecahan tablet