

**PERBANDINGAN METODE PREPARASI PADA PENENTUAN
KANDUNGAN METAMFETAMIN DALAM SAMPEL
KRISTAL SABU MENGGUNAKAN *GAS CHROMATOGRAPHY*
– *MASS SPECTROMETRY* (GC-MS)**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta**



Diajukan oleh:

TANIA DANAR NOVIANDA

No. Mhs: 18612037

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2022**

**PERBANDINGAN METODE PREPARASI PADA PENENTUAN
KANDUNGAN METAMFETAMIN DALAM SAMPEL KRISTAL SABU
MENGUNAKAN GAS CHROMATOGRAPHY – MASS
SPECTROMETRY (GC-MS)**

SKRIPSI

Yang diajukan oleh:

TANIA DANAR NOVIANDA

No. Mahasiswa: 18612037

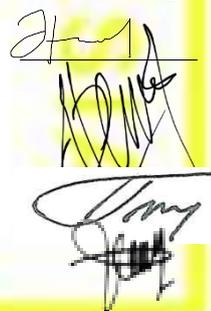
**Telah dipertahankan dihadapan panitia penguji Skripsi
Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia**

Tanggal: 23 Februari 2022

Dosen Penguji

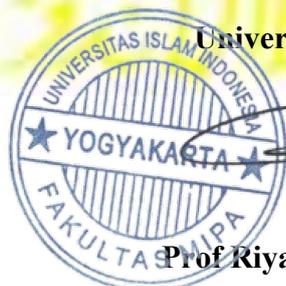
- 1. Wiyogo Prio Wicaksono, S.Si., M.Si.**
- 2. Kopol Dewi Arni, MM.**
- 3. Gani Purwiandono, S.Si., M.Sc., Ph.D.**
- 4. Muhammad Miqdam Musawwa, S.Si., M.Sc.**

Tanda Tangan



Mengetahui,

**Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia**



Prof Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Tania Danar Novianda
NIM : 18612037
Program Studi : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya dengan judul “ Perbandingan Metode Preparasi Pada Penentuan Kandungan Metamfetamin Dalam Sampel Kristal Sabu Menggunakan Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)” bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan didalam skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan didalam skripsi ini. Apabila kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawa.

Yogyakarta, 25 Oktober 2021
Yang menyatakan,



Tania Danar Novianda
NIM.18612037

KATA PENGANTAR



Alhamdulillahirrobbilalamin, puji syukur kehadiran Allah SWT atas berkah dan rahmat-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “PERBANDINGAN METODE PREPARASI PADA PENENTUAN KANDUNGAN METAMFETAMIN DALAM SAMPEL KRISTAL SABU MENGGUNAKAN GAS CHROMATOGRAPHY – MASS SPECTROMETRY (GC-MS)” dengan kelancaran dan halangan yang tidak berarti.

Skripsi ini disusun sebagai bentuk dari hasil studi selama menempuh pendidikan di perguruan tinggi dan merupakan syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

Penyusunan skripsi ini tentunya di pengaruhi oleh berbagai pihak. Pada kesempatan ini, penulis juga ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dan memudahkan dalam menyelesaikan skripsi ini. Penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. ALLAH SWT yang telah memberikan karunia - Nya sehingga penulis dapat melakukan Penelitian serta menyusun Skripsi dengan lancar.
2. Bapak Prof. Fathul Wahid S.T., M.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Islam Indonesia.
3. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Ibu Prof. Dr. Is Fatimah, S.Si., M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

5. Bapak Dr. Dwiarso Rubiyanto, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
6. Bapak Wiyogo Prio Wicaksono, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing I dan Ibu Mai Anugrahwati S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing II Skripsi yang dengan keluasan hati senantiasa meluangkan waktu untuk membimbing hingga mengarahkan proses perencanaan, mengoleksi dan menyelami jurnal, penelitian, pengolahan data, penulisan, hingga terselesaikannya proposal skripsi ini.
7. Keluarga besar BIDLABFOR POLDA RIAU yang telah menerima saya untuk bisa Penelitian di SUB BID NARKOBAFOR, terutama Ibu AKP Dewi Arni, MM. selaku dosen pembimbing lapangan yang senantiasa meluangkan waktu untuk membimbing hingga mengarahkan proses perencanaan, mengoleksi dan menyelami jurnal, penelitian, pengolahan data, penulisan, hingga terselesaikannya proposal skripsi ini.
8. Seluruh Dosen Kimia, staff pengajar, laboran, dan karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
9. Kedua Orangtua yang saya cintai, Papa Drs.Sunaryono,M.Pd. dan Mama Herdalena,S.H.terimakasih telah memberikan bimbingan dan dukungan secara moril dan materiil serta doa dan semangatnya untuk keberhasilan dan kebahagiaan Ananda.
10. Kakek dan Nenek yang sangat penulis sayangi, yang selalu memberikan support kepada penulis dan memberikan nasehat serta arahan untuk penulis kedepannya. Abang dan Kakak saya, Abang Ramadhani Ardianto, dan Kakak Ulfa Rofillah Meiyona yang selalu memberikan semangat dan arahan kepada penulis.
11. Nistira Khairani selaku teman seperjuangan satu tempat penelitian dan seperbimbingan yang telah sabar dan mau bekerja sama serta teman-teman seperbimbingan lainnya.
12. My Support Sytem di jogja Ernawati Putri Pamungkas, Aning Sekar Wangi, Athariq Yudivra Rizqullah, Wafiq Muthoharoh yang telah

memberi saran dan arahan serta masukan yang lebih baik. Serta teman-teman seperjuangan dan sepersambatan dikampus Atal, Salsa, Gita, Manda, Tiara, Melinda, Kenanga, Mutia, Farhan, Tosi, Bangkit, Husnu, serta teman-temanku yang luar biasa dikampus Vala, Rica.

13. My Support Sytem seluruh anggota The Roemah Atoeks (Rhezki, Arik, Ardo, Risky, Agil, Aulia, Dinda, Indri) yang telah menjadi penyemangat dan memberikan motivasi dalam menyelesaikan skripsi.
14. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu, yang telah mendukung saya selama ini baik di kimia.

Penulis sangat menyadari ketidak sempurnaan pelaksanaan penelitian hingga penulisan proposal penelitian ini karena keterbatasan pengalaman dan pengetahuan. Oleh sebab itu, kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan agar penulis dapat memperbaiki kualitas penulisan. Akhir kata, dengan segala kekurangan yang ada, penulis berharap semoga skripsi ini juga bermanfaat di masa yang akan datang. Aamiin.

Yogyakarta, 25 Oktober 2021

Penulis,



TANIA DANAR NOVIANDA

DAFTAR ISI

BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	6
BAB II.....	7
TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Metamfetamin.....	7
2.2 Esktraksi Narkotika Metamphetamine	8
2.2.1 Esktraksi Metamfetamin dengan metode Vortex	9
2.2.2 Esktraksi Metamfetamin dengan metode Sentrifugasi.....	10
2.2.3 Esktraksi Metamfetamin dengan metode Sonikasi	10
2.2.4 Esktraksi Metamfetamin dengan metode Solid Phase Extraction.....	11
2.3 Analisis Presumptif Metamfetamin	12
2.4 Analisis Konfirmatif Metamfetamin dengan GC-MS	13
2.5 Hipotesis	13
BAB III	15
DASAR TEORI	15
3.1 Narkoba.....	15
3.2 Narkoba Dalam Tubuh	15
3.3 Metamfetamin.....	16
3.4 Reaksi Warna.....	17
3.4.1 Marquis.....	17
3.4.2 Simon.....	17
3.5 Metode Preparasi	18
3.5.1 Vortex	18
3.5.2 Sentrifugasi	18

3.5.3 Solid Phase Extraction (SPE).....	19
3.5.4 Sonikasi.....	20
3.6 Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS).....	21
3.7 Validasi Metode.....	24
BAB IV	28
METODOLOGI PENELITIAN.....	28
4.1 Alat dan Bahan	28
4.2 Skema Kerja Penelitian.....	28
4.3 Uji Pendahuluan.....	28
4.3.1 Reagen Marquis.....	28
4.3.2 Reagen Simon.....	29
4.4 Uji Konfirmasi	29
4.4.1 INSTRUKSI KERJA (IKA).....	29
4.4.2 Solid Phase Extraction(SPE).....	29
4.4.3 SONIKASI.....	30
4.4.4 SENTRIFUGASI	Error! Bookmark not defined.
4.5 Prosedur Kerja	30
4.5.1 Uji Pendahuluan	30
4.5.2 Uji Konfirmasi.....	31
4.6 VALIDASI METODE ANALISIS.....	33
4.6.1 Linearitas.....	33
4.6.2 Penentuan Akurasi	34
4.6.3 Penentuan Presisi	34
4.6.4 limit of Detection (LOD) dan limit of Quantitation (LOQ)	35
BAB V.....	36
HASIL DAN PEMBAHASAN.....	36
5.1 Uji Pendahuluan.....	36
5.2 Uji Konfirmasi Menggunakan Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)	39
5.2.1 Optimasi Alat GC-MS	39
5.2.2 Pengaruh Variasi Metode Preparasi Terhadap Hasil Analisis GC-MS	40
5.2.3 Penentuan Validasi Metode yang digunakan.....	45

5.2.3.1	Linearitas	45
5.2.3.2	Limit of Detection (LoD) dan Limit of Quantitation (LOQ)	47
5.2.3.3	Presisi	48
5.2.3.4	Akurasi	50
BAB VI		52
KESIMPULAN DAN SARAN		52
6.1	Kesimpulan	52
6.2	Saran	52
DAFTAR PUSTAKA		53
LAMPIRAN		66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Infografis Penyalahguna Narkoba, 2019 (BNN, 2019)	2
Gambar 2. Struktur Methamphetamine.	16
Gambar 3. Reagen Marquis (a) Reagen Simon (b)	37
Gambar 4. Reaksi Metamfetamin dengan Reagen Marquis.	38
Gambar 5. Reaksi Metamfetamin dengan Reagen Simon.....	39
Gambar 6. Kromatogram Hasil Uji Konfirmasi sampel Sabu Menggunakan GC-MS.....	40
Gambar 7. Spektrum Massa Kristal Sabu.....	41
Gambar 8. Spektrum Massa Senyawa Metamfetamin	42
Gambar 9. Pola Fragmentasi Metamfetamin.....	43
Gambar 10. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Metamfetamin	47

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Data Kasus Narkoba (Barang Bukti Yang Disita).....	8
Tabel 2. Hasil Pengamatan Uji Pendahuluan	37
Tabel 3. Hasil Karakterisasi GC-MS Kristal Sabu dengan variasi metode preparasi	44
Tabel 4. Data Larutan Standar Metamfetamin	46
Tabel 5. Nilai LOD dan LOQ	48
Tabel 6. Hasil Pengujian Presisi Kristal Sabu dengan variasi metode preparasi ..	49
Tabel 7. Data Hasil Pengujian Presisi	49
Tabel 8. Hasil Pengujian Akurasi	50

**PERBANDINGAN METODE PREPARASI PADA PENENTUAN
KANDUNGAN METAMFETAMIN DALAM SAMPEL KRISTAL SABU
MENGUNAKAN GAS CHROMATOGRAPHY – MASS
SPECTROMETRY (GC-MS)**

TANIA DANAR NOVIANDA

(18612037)

INTISARI

Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi pengaruh berbagai metode Preparasi yang optimum digunakan dalam identifikasi Sampel Kristal Sabu dan Mengetahui hasil validasi metode uji Metamfetamin dalam sampel Kristal sabu.

Penelitian ini adalah penelitian Analisis secara Kualitatif dan Kuantitatif yang terbagi atas Analisis Persumtif Metamfetamin dengan berupa penyaringan yang bahwasanya terdiri dari tiga tes yang sifatnya adalah independen, yang memberikan idenfikasi ada atau tidaknya Metamfetamin dalam sabu. Dan Analisis Konfirmatif Metamfetamin yang bertujuan untuk memastikan identitas analit dan dapat menentukan secara spesifik toksikan yang ada.

Berdasarkan hasil Penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa; Pertama hasil analisis pengaruh perbandingan metode yang optimum adalah metode IK yang menggunakan alat vortex yang dipahami sebagai gerakan rotasi atau spiral partikel di sekitar coreline umum yang hanya dapat dilihat jika alirannya dilihat dalam rangka refrensi yang tepat, dan metode Sonikasi suatu teknologi yang memanfaatkan gelombang ultrasonic atau suara getaran dengan frekuensi yang terlalu tinggi untuk dapat di dengar oleh manusia. Kedua hasil validasi metode uji Metamfetamin dalam sampel Kristal Sabumenggunakan gas Chromatography – Mass Spectrometry(GC – MS) menunjukkan hasil yang baik dimana nilai koefisien dterminasi standar Metamfetamin sebesar 0.9956 dan nilai LOD dan LOQ dari Metamfetamin sebesar 0,01 mg/L dan 0,03 mg/L; pengujian presisi dengan % RSD 0.01%, 0,01%, 0,001% dan 0,004% sedangkan Akurasi (%*Truenes*) Metamfetamin memperoleh hasil akurat, yaitu ; 98,33% IKA, 167,75% Sentrifugasi, 96,64% Sonikasi, dan 79,37% Sholid Phase Extraction(SPE).

Kata Kunci: Metamfetamin, Validasi Metode, GC-MS

COMPARISON OF EXTRACTION METHODS IN DETERMINATION OF METAMFETAMIN CONTENT IN SABU CRYSTAL SAMPLES USING GAS CHROMATOGRAPHY – MASS SPECTROMETRY (GC-MS)

TANIA DANAR NOVIANDA

(18612037)

ABSTRACT

This study aims to evaluate the effect of various optimum extraction methods used in the identification of crystal metamfetamin samples and determine the validation results of the metamfetamin test method in crystal metamfetamin samples.

This research is a qualitative and quantitative analysis research which is divided into a presumptive analysis of metamfetamin in the form of a screening which actually consists of three independent tests, which identify the presence or absence of metamfetamin in sabu. And Metamfetamin Confirmative Analysis which aims to ensure the identity of the analyte and can determine specifically the toxicant present.

Based on the results of research and discussion, it can be concluded that; First, the results of the analysis of the effect of the comparison of the optimum method are the IK method which uses a vortex device which is understood as a rotational or spiral motion of particles around a general coreline which can only be seen if the flow is seen in the framework of the right reference, and the Sonication method, a technology that utilizes ultrasonic waves or ultrasonic waves. Vibrating sound with a frequency that is too high for humans to hear. The two results of the validation of the metamfetamin test method in crystal metamfetamin samples using gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC – MS) showed good results where the standard determination coefficient of metamfetamin was 0.9956 and the LOD and LOQ values of metamfetamin were 0.01 mg/L and 0.03 mg/L; precision testing with % RSD 0.01%, 0.01%, 0.001% and 0.004% while Accuracy (%Truenes) Metamfetamin obtained accurate results, namely; 98.33% IKA, 167.75% Centrifugation, 96.64% Sonication, and 79.37% Solid Phase Extraction (SPE).

Keywords: Metamfetamin, Method Validation, GC-MS

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sampai saat ini narkoba masih menjadi masalah utama di berbagai Negara. United Nations Office on Drugs and Crime (UNODC) sebagai badan dunia yang mengurus masalah narkoba mencatat ada 271 juta jiwa diseluruh dunia atau 5,5% dari jumlah populasi global penduduk dunia dengan rentang usia antara 15 sampai 64 tahun telah mengkonsumsi narkoba sejak tahun 2017 hingga sekarang (UNODC, World Drugs Report, 2019).

Sementara itu, Badan Narkotika Nasional (BNN) (2019), mengatakan bahwa persoalan narkoba di Indonesia juga dalam kondisi yang memerlukan perhatian dan kewaspadaan tinggi secara terus menerus dari seluruh elemen bangsa. Kasus narkoba di Indonesia menunjukkan peningkatan setiap tahunnya. Penyalahgunaan narkoba termasuk dalam kegiatan tidak kejahatan selain pencurian, pembunuhan, penipuan, dan pemerkosaan (Kartono, 1999). Peningkatan tindak kejahatan terjadi seiring dengan kebutuhan masyarakat yang semakin banyak, perkembangan teknologi, dan interaksi disertai sifat individualis manusia. Berbagai macam kejahatan yang dilakukan, antara lain seperti pencurian, pembunuhan, penipuan, pemerkosaan, penyalahgunaan narkoba, dan lainlain (Kartono, 1999).

Narkotika, psikotropika, dan zat adiktif (NAPZA) atau yang dikenal dengan nama lain narkoba. Termasuk dalam bahan yang bermanfaat di bidang pengobatan, pelayanan kesehatan, dan pengembangan ilmu pengetahuan. Zat-zat narkoba yang semula ditujukan untuk kepentingan pengobatan, dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi saat ini, narkoba dapat diolah dalam jumlah besar serta disalahgunakan fungsinya. Sayangnya, efek samping dari penggunaan narkoba adalah kecanduan dan dapat menyebabkan ketergantungan. Selain itu, narkoba juga dapat mempengaruhi cara kerja otak, mengacaukan kondisi fisik dan mental seseorang (Weni, 2009). Walaupun penggunaan narkoba dan zat adiktif lainnya untuk bidang kesehatan dalam takaran tertentu bermanfaat bagi pengobatan, tetapi harus mendapatkan

persetujuan menteri atas rekomendasi Kepala Badan Pengawasan Obat dan Makanan (BPOM) (Pasal 8 ayat (2) Undang-Undang No. 35 Tahun 2009).

Berdasarkan data Badan Narkotika Nasional (BNN), jumlah kasus penyalahgunaan dan peredaran gelap narkotika di Indonesia pada tahun 2005-2009 menunjukkan grafik peningkatan kasus rata-rata sebesar 16,9% per tahun. Hal ini dapat dilihat dari banyaknya kasus, tersangka, dan barang bukti yang ditemukan (Wilis, 2017).



Gambar 1. Infografis Penyalahguna Narkoba, 2019 (BNN, 2019)

Gambar 1 menunjukkan grafik penyalahgunaan narkotika pada tahun 2019. Hasil penelitian UNODC tahun 2019 menunjukkan bahwa pengguna narkotika di dunia sekitar 1,2 juta orang adalah pengguna Kristal Metamfetamin. Sementara itu, dalam kurun 5 tahun terakhir, jumlah kasus penyalahgunaan narkotika di Indonesia juga didominasi oleh jenis Metamfetamin. Metamfetamin merupakan psikotropika golongan 2 yang merupakan obat stimulan yang dapat mempengaruhi sistem saraf pusat dan menimbulkan efek adiksi bila dikonsumsi (UU no 35 Tahun 1997). Metamfetamin umumnya tersedia dalam bentuk garam HCl yang disebut speed, meth, ice atau dikenal pula dengan nama crank dan crystal (Mehling, 2007). Penyalahgunaan Metamfetamin ini melibatkan jumlah tersangka sebanyak 55.619 orang dengan pelakunya didominasi oleh laki-laki dengan rentang usia diatas 29 tahun (Badan Narkotika Nasional, 2011).

Oleh karena itu, pemberantasan narkotika di Indonesia sangat penting dilakukan untuk mengurangi penyalahgunaannya.

Untuk melakukan pemberantasan narkoba, kepolisian bersama BNN melakukan pengujian terhadap barang bukti yang diduga narkoba maupun pengujian terhadap suspek pelaku pengguna narkoba.

Dalam pasal 75 huruf I UU Narkotika disebutkan bahwa tes Kristal Sabu, tes darah, dan tes rambut dilakukan sesuai perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi sehingga akan diperoleh hasil analisis yang menunjukkan keberadaan narkotika didalam tubuh seseorang yang diduga sebagai pengguna narkotika. Untuk pengujian tersebut dibutuhkan suatu instansi legal yang bertugas untuk membuktikan kandungan zat narkotika dalam sampel yang digunakan sebagai alat bukti, salah satu instansi tersebut adalah Laboratorium Forensik Polri. Laboratorium Forensik adalah satuan kerja Polri yang meliputi Laboratorium Forensik Pusat dan Laboratorium Forensik Cabang yang bertugas untuk membina dan menyelenggarakan fungsi Laboratorium Forensik/Kriminalistik dalam rangka mendukung penyidikan yang dilakukan oleh satuan kewilayahan, dengan pembagian wilayah pelayanan (area service) sebagaimana ditentukan dengan Keputusan Kapolri (Rosa, 2011).

Di Indonesia terdapat 7 laboratorium forensik, salah satunya Laboratorium Forensik Polda Riau yang memiliki wewenang wilayah Riau dan Kepulauan Riau. Laboratorium Forensik Polda Riau memiliki satu bidang keahlian yaitu, narkoba forensik (narkobafor) dimana laboratorium forensik ini mampu melakukan identifikasi barang bukti berupa narkotika, psikotropika, dan obat terlarang (Made, 1996).

Pengujian narkoba di laboratorium forensik Polda Riau Subbidang Narkobfor harus menghasilkan hasil analisis yang cukup teruji dan akurat sehingga perlu menggunakan metode analisis yang valid. Metamfetamin dapat diidentifikasi secara kualitatif dengan uji pendahuluan yaitu uji warna dengan mengamati perubahan warna menggunakan bantuan reagen Marquis dan reagen Simon. Uji ini digunakan untuk mengetahui apakah barang bukti tersebut merupakan Metamfetamin atau bukan. Selain itu, Metamfetamin juga dapat dikonfirmasi lebih lanjut menggunakan teknik gas chromatography mass spectrometry (GC-MS). Kromatografi gas spektrometri massa atau GC-MS

merupakan gabungan dari dua instrumen analisis yaitu kromatografi gas dan spektrofotometri massa sehingga menjadi sebuah instrumen yang sangat efektif untuk menganalisis suatu senyawa (Braithwaite, 1999). GC-MS menjadi instrumen yang paling sering digunakan untuk analisis sampel di bidang forensik. Instrumen ini dapat membandingkan senyawa yang belum diketahui dengan senyawa referensi sehingga dapat mengetahui kandungan senyawa dalam sampel (Kelly & Bell, 2018).

Agar dihasilkan data analisis GC-MS yang baik, perlu dilakukan optimasi proses preparasi terhadap sampel narkoba yang akan dianalisis. Oleh karena itu, biasanya setiap Laboratorium Forensik mengembangkan metode analisis narkoba. Selanjutnya, validasi metode perlu dilakukan untuk memastikan bahwa metode analisis yang dikembangkan telah memenuhi beberapa persyaratan yang telah ditetapkan (Abdul, 2013).

Dalam preparasi sampel Metamfetamin di Laboratorium Forensik Polda Riau mengacu pada metode Instruksi Kerja (IK) menggunakan pelarut metanol dilanjutkan dengan proses vortex untuk mencampurkan atau menghomogenkan sampel secara sempurna. Dari metode yang dijelaskan sebelumnya, Laboratorium Forensik Polda Riau mengembangkan metode tersebut (Fitri, 2020). Namun demikian, metode ini memiliki kekurangan seperti.... Oleh karena itu, perlu dilakukan pengembangan metode analisis metamfetamin dengan mengoptimasi proses preparasinya.

Pada penelitian ini akan dibandingkan berbagai metode yaitu metode preparasi sampel narkoba Metamfetamin, meliputi metode standar labfor, sentrifugasi, solid phase extraction (SPE) dan metode sonikasi sehingga diharapkan akan diperoleh metode preparasi yang terbaik. Kelebihan dari metode sentrifugasi, solid phase extraction (SPE) dan metode sonikasi dibandingkan metode standar labfor yaitu dapat membaca kualitas Metamfetamin lebih tinggi sehingga dapat diartikan bahwa metode yang digunakan lebih baik dibandingkan metode yang sudah umum digunakan (Fitriana, 2010). Selanjutnya dilakukan validasi terhadap pengembangan metode analisis Metamfetamin dengan GC-MS tersebut. Parameter validasi metode yang digunakan pada penelitian ini adalah

linearitas, Limit of Detection (LOD), Limit of Quantitation (LOQ), keseksamaan (presisi) dan kecermatan (akurasi) (Grinifh, 2018). Sebelum uji konfirmasi dengan GC-MS dilakukan terlebih dahulu uji pendahuluan dengan tes warna dengan tujuan untuk screening awal ada tidaknya kandungan metamfetamin.

Dari penelitian ini diharapkan dapat dihasilkan metode standar analisis sampel Metamfetamin yang lebih spesifik sehingga dapat digunakan secara rutin di Laboratorium Forensik Polda Riau.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah yang ada, dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana hasil analisis pendahuluan sampel Kristal Sabu yang diduga mengandung metamfetamin menggunakan reagen Marquis dan reagen Simon?
2. Bagaimana pengaruh variasi metode preparasi terhadap hasil analisis sampel Kristal sabu yang diduga mengandung Metamfetamin menggunakan GC-MS?
3. Bagaimana hasil validasi metode uji Metamfetamin dalam sampel Kristal Sabu menggunakan GC-MS dengan parameter yang diuji yaitu linearitas, Limit of Detection (LOD), Limit of Quantitation (LOQ), keseksamaan (presisi), dan kecermatan (akurasi)?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Menentukan hasil analisis uji pendahuluan menggunakan reagen Marquis dan reagen Simon.
2. Menentukan hasil pengaruh variasi metode ekstraksi dalam sampel Kristal Sabu yang diduga mengandung Metamfetamin dengan metode GC-MS.
3. Menentukan hasil validasi metode uji Metamfetamin dalam sampel Kristal Sabu menggunakan GC-MS dengan parameter yang diuji yaitu linearitas, Limit of Detection (LOD), Limit of Quantitation (LOQ), keseksamaan (presisi), dan kecermatan (akurasi).

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari hasil penelitian ini adalah diperoleh metode analisis tervalidasi untuk penentuan Metamfetamin dalam sampel narkotika menggunakan GC-MS sehingga dapat diterapkan di Laboratorium Forensik Polda Riau.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Metamfetamin

Penelitian oleh Widelia (2012) menggunakan metode campuran yaitu metode penelitian kualitatif dan metode penelitian kuantitatif. Analisis kualitatif pada Metamfetamin dapat berupa reaksi warna menggunakan Reagen Marquis (positif mengandung Metamfetamin berwarna orange) dan Simon (positif mengandung metamfetamina berwarna biru), kromatogram pada waktu retensi 1,2 menit dan fragmen MS yang memiliki finger print pada m/z 58 menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectrometry. Pada penentuan kadar Metamfetamin digunakan instrumen Gas Chromatography-Mass Spectrometry. Dari 23 sampel yang sudah diuji, didapatkan kadar Metamfetamin yang terkandung berkisar mulai dari 60-95%. Dalam penelitian ini metode GC-MS memiliki kekurangan diantaranya hanya terbatas untuk zat yang mudah menguap dan tidak mudah dipakai untuk memisahkan campuran dalam jumlah yang besar.

Dalam penelitian Shafitri (2018) melakukan Analisis kualitatif Sabu-Sabu dengan metode Marquis yang menunjukkan adanya Metamfetamin dengan terjadinya perubahan warna dari putih menjadi orange. Senyawa Metamfetamin dipreparasi dari 0,01 gram Sabu-Sabu dengan 5 ml kloroform. Hasil preparasi dianalisis dengan metode GC-MS menunjukkan adanya senyawa Metamfetamin pada $m/z=$ 134 dengan puncak dasar $m/z=$ 58.

Penelitian dari Made (2015) menggunakan sampel darah yang mengandung metamfetamin yang dianalisis dengan GC-MS tervalidasi. Hasil analisis pada 3 sampel darah pengguna narkoba golongan Metamfetamin terdeteksi 2 sampel yang positif. Sampel A mengandung Metamfetamin 64 ppm dan sampel B mengandung Metamfetamin 28,2 ppm sedangkan pada sampel C tidak terdeteksi adanya Metamfetamin. Pembuktian hubungan linier antara konsentrasi dan luas area dapat ditentukan persamaan regresi dan kurva kalibrasi. Berdasarkan data GC-MS secara kuantitatif didapatkan data senyawa standar dengan konsentrasi 25 ppm dengan luas area 31.907, dan 50 ppm dengan luas area 1.130.990 dan 100 ppm dengan luas area 34.224.455 sehingga didapatkan

persamaan regresi linier $y = 42043x - 82765$ dengan nilai ketepatan yang cukup tinggi.

Kim,dkk (2020) melakukan validasi metode kualitatif GC-MS untuk mengetahui kandungan metamfetamin pada urin manusia menggunakan fase air etil klorofom. Hasil dari penelitian ini adalah dengan menerapkan metode fase air derivatisasi etil kloroformat untuk ekstraktif derivatisasi, secara signifikan mengurangi waktu pra-perawatan. Selanjutnya sebanyak 30.000 g sampel dimurnikan menggunakan sentrifugasi kecepatan tinggi untuk meminimalkan gangguan matriks pada sampel urin. Metode GC-MS yang dikembangkan dalam penelitian ini adalah diuji sesuai dengan persyaratan validasi untuk memverifikasi efektivitasnya. Ketika metode baru diterapkan untuk 166 sampel Kristal Sabu otentik yang diajukan untuk pengujian, hasil analisis kualitatif untuk Metamfetamin bisa menjadi diperoleh dengan cepat dan akurat tanpa gangguan apa pun.

2.2 Esktraksi Narkotika Metamphetamine

Dalam Undang-Undang N0. 35 Tahun 2009 tentang Narkotika, disebutkan bahwa Metamfetamin merupakan Narkotika golongan satu yang merupakan bagian dari kelompok obat-obatan yang dinamakan obat perangsang tipe Amfetamin. Metamfetamin adalah obat sintesis yang biasanya dibuat dilaboratorium yang tidak sah secara hukum (Partodiharjo, 2006). Dalam jangka pendek, para pemakai dapat kehilangan nafsu makan dan mulai bernafas dengan lebih cepat dan juga dapat mempengaruhi dengan kuat sistem syaraf pusat yang dapat menimbulkan kematian (Darman, 2006).

Tabel 1. Data Kasus Narkoba (Barang Bukti Yang Disita)

Jumlah Narkoba Yang disita	2018	2020
Ecstasy	3,6 juta	4,8 juta
Daun Ganja	27,3 juta gram	26,9 juta gram
Sabu-Sabu	10,8 juta gram	11,6 juta gram

Sumber: Badan Narkotika Nasional

Pada Tabel 1. dapat disimpulkan bahwa jumlah kasus penyalahgunaan obat terlarang di Indonesia dalam tahun terakhir (2020) ini paling didominasi oleh Metamfetamin sehingga dibutuhkan analisis yang akurat untuk mendeteksi senyawa tersebut. (Sunarno, 2007). Preparasi merupakan proses pemisahan bahan dari campurannya dengan menggunakan pelarut yang sesuai. Proses preparasi dihentikan ketika tercapai kesetimbangan antara konsentrasi senyawa dalam pelarut dengan konsentrasi. Bahwasannya, preparasi narkotika ini adalah proses penyaringan dan pemisahan untuk mengetahui seberapa banyak kandungan Metamfetamin pada sampel. Setelah proses preparasi, pelarut dipisahkan dari sampel dengan penyaringan. (Remberg, 1999). Metamfetamin adalah zat yang ada pada narkotika yang tentunya sangat berbahaya. Dengan mengetahui seberapa banyak kandungan metamphetamin pada narkotika jenis sabu-sabu, maka dapat diketahui seberapa bahayanya sabu-sabu tersebut. Bahwasannya telah dilakukan penelitian analisis senyawa Metamfetamin pada sabu-sabu. Analisis kualitatif sampel sabu-Sabu dengan beberapa metode diantara lain adalah sebagai berikut:

2.2.1 Eskstraksi Metamfetamin dengan metode Vortex

Vortex adalah massa fluida yang partikel- partikelnya bergerak berputar dengan garis arus (streamline) membentuk lingkaran konsentris. Gerakan vortex berputar disebabkan oleh adanya perbedaan kecepatan antar lapisan fluida yang berdekatan. Vortex mixer merupakan alat untuk menghomogenasikan larutan dalam jumlah kecil. Gunadi (2010) melakukan perbandingan hasil simulasi dengan hasil pengujian untuk mengetahui akurasi simulasi, hingga dapat digunakan sebagai analisa awal dalam sebuah penelitian. Metode vorteks diharapkan mampu menyelesaikan permasalahan aliran disekitar aerofoil NACA 4-digit, serta dengan penambahan variasi flapdi bagian belakang aerofoil, dengan akurasi yang baik. Hasil simulasi menunjukkan pada Re rendah simulasi memiliki akurasi yang baik. Penambahan flap pada aerofoil menunjukkan koefisien gaya angkat plain flap lebih besar 20,4% dibanding tanpa flap atau dengan flaperon, diikuti kenaikan koefisien gaya seret seiring bertambahnya sudut serang hingga 13,4% pada sudut serang 18°. Flaperon memiliki keleluasaan kontrol karena sudut flap tidak mempengaruhi karakteristik airfoil sayap.

2.2.2 Ekstraksi Metamfetamin dengan metode Sentrifugasi

Secara umum sentrifugasi adalah proses pemisahan dengan menggunakan gaya sentrifugal sebagai driving force. Pemisahan dapat dilakukan terhadap fase padat cair tersuspensi maupun campuran berfase cair- cair. Pada pemisahan dua fase cair dapat dilakukan apabila kedua cairan mempunyai perbedaan rapat massa. Sentrifugasi adalah metode sedimentasi untuk memisahkan partikel-partikel dari suatu fluida berdasarkan berat jenisnya dengan memberikan gaya sentripetal. Sentrifugasi bertujuan untuk memisahkan sel menjadi organel-organel utama sehingga fungsinya dapat diketahui. Prinsipnya yakni dengan meletakkan sampel pada suatu gaya dengan memutar sampel pada kecepatan tinggi, sehingga terjadi pengendapan partikel, atau organel-organel sel berdasarkan bobot molekulnya. Substansi yang lebih berat akan berada di dasar (pelet), sedangkan substansi yang lebih ringan akan terletak di atas (supernatan) (Miller, 2000).

Berdasarkan Penelitian Dian (2014) Metode sentrifugasi mampu mempercepat proses pengendapan dengan memberikan gaya sentrifugasi pada partikel-partikelnya. Pemisahan sentrifugasi menggunakan prinsip dimana objek diputar secara horizontal pada jarak tertentu. Sampel yang terdapat di dalam tabung dapat bergerak menuju pusat rotasi, namun hal tersebut tidak terjadi karena adanya gaya berlawanan yang menuju ke arah dinding luar tabung. Gaya inilah yang menyebabkan partikel-partikel menuju dinding tabung dan terakumulasi membentuk endapan. Berdasarkan hasil identifikasi secara sentrifugasi dapat dilihat bahwa terdapat senyawa lain selain Metamfetamin pada sampel Kristal Sabu.

2.2.3 Ekstraksi Metamfetamin dengan metode Sonikasi

Sonikasi termasuk kedalam preparasi cair-cair. Pada ekstraksi cair-cair, satu komponen bahan atau lebih dari suatu campuran dipisahkan dengan bantuan pelarut. Preparasi cair-cair terutama digunakan bila pemisahan campuran dengan cara destilasi tidak mungkin dilakukan misalnya karena pembentukan azeotrop atau karena kepekaannya terhadap panas atau tidak ekonomis. Seperti preparasi padat-cair, preparasi cair-cair selalu terdiri dari sedikitnya dua tahap, yaitu pencampuran secara intensif bahan preparasi dengan pelarut dan pemisahan kedua

fase cair itu sesempurna mungkin. Sonikasi memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi 42 KHz yang dapat mempercepat waktu kontak antara sampel dan pelarut meskipun pada suhu ruang (Dalimunthe, 2020). Hal ini menyebabkan proses perpindahan massa senyawa bioaktif dari dalam sel tanaman ke pelarut menjadi lebih cepat. Bahwasannya kelemahan metode sonikasi yaitu harganya yang mahal dan membutuhkan proses Kristal Sabu. Proses Kristal Sabu pada prinsipnya merupakan suatu proses terjadinya reaksi kimia awal jaringan ikat kolagen kulit dengan bahan Kristal Sabu baik dengan menggunakan bahan Kristal Sabu asam, basa ataupun enzim. Proses Kristal Sabu menyebabkan struktur ikatan intermolekuler dan intramolekuler pada protein kolagen kulit melemah ataupun terjadi proses pemutusan rantai ikatan asam amino secara parsial.

Penelitian dari Dalimunthe (2020) telah menyatakan bahwasannya pelarut yang optimum digunakan untuk mengpreparasi Metamfetamin dalam rambut pengguna Sabu-Sabu menggunakan metode sonikasi dengan kondisi 42 KHz yaitu pada pelarut Metanol: Aseton: Amonia dengan perbandingan 1:1:1 yang dibuktikan dengan uji kualitatif menggunakan Marquis test memberikan warna kuning kecoklatan yang lebih terang (lebih pekat) apabila dibandingkan dengan pelarut Etil asetat: Metanol: Amonia dan Kloroform: Metanol: Asam Asetat.

2.2.4 Ekstraksi Metamfetamin dengan metode Solid Phase Extraction

Solid Phase Extraction (SPE) ini adalah teknik baru yang cepat berkembang sebagai alat yang utama dalam pra-perlakuan sampel seperti Metamfetamin Menurut Kerns, dkk (2003) Keunggulan SPE ini dibandingkan dengan preparasi lainnya adalah:

1. Proses preparasi cenderung sempurna
2. Pemisahan analit dari pengganggu yang bisa jadi lebih efisien
3. Mengurangi pelarut organik
4. Fraksi analit mudah untuk dikumpulkan
5. Dapat menghilangkan partikulat yang ada
6. Dapat dengan mudah diotomatisasi

Dalam hal ini, untuk memperoleh *recovery* yang tinggi (>99%), SPE akan lebih mudah dilakukan. Menurut Lucci dkk, (2012) terdapat 4 tahapan yang dilakukan dengan metode SPE dalam prosedurnya, yakni adalah:

1. Pengkondisian

Dalam hal ini, cartridge (kolom) yang ada dapat dialiri dengan pelarut sampel guna membasahi permukaan dan menciptakan nilai pH yang sama, dengan tujuan agar perubahan kimia yang tidak diharapkan ketika sampel dimasukkan dapat dihindari.

2. Retensi atau tertahannya sampel

Dalam hal ini, larutan sampel yang ada tadi akan dilewatkan ke cartridge yang sudah disediakan guna menahan analit yang diharapkan, dan agar komponen lain terelusi.

3. Pembilasan

Pada tahapan ini, penghilangan seluruh komponen yang tidak tertahan oleh penjerap pada waktu tahap retensi sangat penting dilakukan.

4. Elusi

Pada tahapan ini, pengambilan analit yang diharapkan jika analit tertahan pada penjerap.

Pada penelitian Handayani (2012), telah dilakukan isolasi Metamfetamin di dalam Kristal Sabu dengan metode *Solid Phase Extraction* (SPE). Hasil penentuan parameter linieritas dari larutan standar Metamfetamin diperoleh persamaan garis regresi $y = 395386,3x - 153308$ dengan koefisien korelasi sebesar 0,999; presisi dengan nilai RSD (*Relative Standard Deviation*) 1,68%; dan akurasi 99,03%. Secara keseluruhan, hasil penelitian menunjukkan bahwa metode *Solid Phase Extraction* (SPE) untuk mengisolasi Metamfetamin di dalam Kristal Sabu belum dapat digunakan sebagai metode analisis kuantitatif di Puslabfor Bareskrim Polri karena belum dapat memberikan nilai % *recovery* yang besar.

2.3 Analisis Persumtif Metamfetamin

Dengan tes persumtif, prosedur yang digunakan yakni berupa penyaringan yang bahwasannya terdiri dari dua atau tiga tes yang sifatnya adalah independen. Tes ini telah memberikan indikasi terhadap ada atau tidaknya Metamfetamin

dalam sampel uji. Tes persumtif ini sangatlah baik jika dilakukan dengan sesuai, karena semua teknik analisis dalam tes ini memaksimalkan kemungkinan hasil yang benar. Akan tetapi menurut Clarke (2004), tes persumtif ini bahwasannya dianggap tidak cukup dalam identifikasi Metamfetamin dan hasil yang dikonfirmasi tersebut harus di tes kembali dengan tes laboratorium tambahan yang harus dilakukan oleh peneliti. Bahwasannya tes persumtif ini lebih sering digunakan sebagai uji yang sifatnya adalah uji lapangan, meskipun juga dilakukan di uji laboratorium sebagai prosedur yang dilakukan dalam proses penyaringan pertama. Contoh uji persumtif banyak digunakan biasanya tes skrining, tes warna, atau tes spot.

2.4 Analisis Konfirmatif Metamfetamin dengan GC-MS

Menurut Osamu, dkk (2005) Uji Konfirmatif ini bertujuan untuk memastikan identitas analit dan menetapkan kadarnya. Tes konfirmatif paling sedikit sesensitif dengan uji penapisan, namun harus lebih spesifik. Umumnya uji pemastian menggunakan teknik kromatografi yang dikombinasi dengan teknik detektor lainnya, seperti: kromatografi gas-spektrofotometri massa (GC-MS), kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) dengan diode-array detektor, kromatografi cair spektrofotometri massa (LC-MS), KLT-Spektrofotodensitometri, dan teknik lainnya. Meningkatnya derajat spesifisitas pada uji ini akan sangat memungkinkan mengenali identitas analit, sehingga dapat menentukan secara spesifik toksikan yang ada. Kekurangan metode ini adalah waktu pengerjaannya yang lama, membutuhkan ketrampilan tinggi serta biaya pemeriksaan yang tinggi. Pada penelitian Dasgupta (2007), ditemukan bahwa kandungan dari Metamfetamin adalah sebesar 500 mg/ml.

2.5 Hipotesis

Hipotesis adalah jawaban sementara dari suatu masalah yang dihadapi dan perlu diuji kebenarannya dengan data yang lebih lengkap dan menunjang. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui apakah terdapat perbandingan yang signifikan pada metode untuk menentukan kadar metamfetamine dalam kristal

sabu-Sabumenggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS).

Berikut ini perumusan hipotesis dari penelitian ini:

H1: Terdapat perbedaan/perbandingan yang signifikan pada metode untuk menentukan kadar metamfetamine dalam Kristal Sabu menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

Ho: Tidak terdapat perbedaan/perbandingan yang signifikan pada metode untuk menentukan kadar metamfetamin dalam Kristal Sabu menggunakan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Narkoba

Narkoba merupakan singkatan dari narkotika dan obat – obatan berbahaya. Narkotika, Psikotropika dan Zat Adiktif Berbahaya (NAPZA) umumnya memiliki resiko kecanduan bagi pemakainya. Hampir semua NAPZA mengatur satu sistem di otak yaitu rasa senang (*reward system*) dengan cara meningkatkan dopamine di otak, dimana kita tau kalau dopamine adalah jenis neurotransmitter yang bekerja untuk mengontrol perasaan bahagia. Jika NAPZA sering dikonsumsi maka otak akan beradaptasi dan terbiasa dengan kadar dopamine yang tinggi, hal tersebut membuat para pengguna atau pengonsumsi NAPZA akan terus mempertahankan dosis atau menaikkan dosis dopamine yang dikonsumsi dan dilakukan secara terus menerus sehingga pemakai akan kecanduan (Ikawati, 2016).

Menurut Undang – Undang No.35 Tahun 2009 narkotika dibagi menjadi 3 golongan, diantaranya:

1. Golongan I, adalah jenis narkotika yang hanya dapat digunakan untuk pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, sangat berbahaya, memiliki daya aktif yang tinggi dan dapat menyebabkan ketergantungan. Contohnya : ganja dan heroin

2. Golongan II, adalah jenis narkotika yang berdaya aktif kuat tapi dapat digunakan untuk pengobatan sebagai pilihan terakhir dalam terapi/medis dan dapat mengakibatkan ketergantungan bagi pemakai. Contohnya : morfin dan petidin

3. Golongan III, adalah jenis narkotika yang biasa digunakan dalam pengobatan dan memiliki potensi ringan untuk ketergantungan bagi pemakainya. Contohnya: kodein dan turunannya.

3.2 Narkoba Dalam Tubuh

Pemakaian Narkotika, psikotropika, dan zat adiktif (NAPZA) secara terus menerus diluar pengawasan dokter pastinya akan berimbas pada tubuh pemakai, pemakaian NAPZA secara terus menerus pasti akan menimbulkan beberapa gangguan baik fisik maupun psikologi bahkan gangguan terberat dari

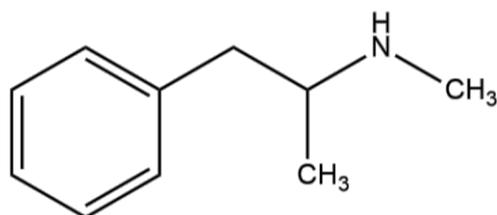
pemakaian NAPZA secara terus menerus adalah gangguan kejiwaan akut (BNN,2011).

Pemakaian Narkotika, psikotropika, dan zat adiktif (NAPZA) secara terus menerus tanpa resep dokter dapat berakibat gangguan fisik maupun psikologis. Gangguan fisik umumnya dialami oleh pengguna narkoba adalah kesulitan bernapas, diare dan kram perut, tekanan darah tinggi dan penyakit jantung. Tak hanya itu pengonsumsi narkoba juga memiliki gangguan psikologis diantaranya paranoid, depresi dan insomnia (BNN, 2007).

3.3 Metamfetamin

Metil Amfetamina (MA) atau biasa disebut Metamfetamin atau sabu merupakan salah satu turunan dari amfetamina. Berdasarkan Undang-Undang Republik Indonesia No. 35 Tahun 2009 Tentang Narkotika, MA termasuk kedalam golongan I karena potensi menyebabkan ketergantungan yang sangat kuat.

Metamfetamin dikenal dengan nama ICE atau sabu-sabu pada tahun 1980 yang merupakan bentuk yang sangat murni. Nama kimia dari senyawa ini yaitu (α S)-N, α -dimetilbenzenetamina dengan berat molekul 149,2. Metamfetamin dapat dibuat dari bahan baku prekursor seperti efedrin atau pseudoefedrin. Metamfetamin berbentuk kristal putih yang larut dalam air, alkohol, klorofom tetapi tidak larut dalam eter dan terasa pahit.



Gambar 2. Struktur Methamphetamin.

Metamfetamin pertama kali dikenal di Hawaii pada tahun 1980-an dengan nama “ICE” yang merupakan bentuk sangat murni dari MA. Proses pembuatan Metamfetamin tidak diketahui secara pasti, tetapi diketahui bahwa pusat produksi Metamfetamin berada di Asia Tenggara dan sangat populer di Jepang.

Penyalahgunaan MA awalnya diketahui dari Inggris.

Kementrian Riset dan Teknologi (2012), menyatakan Sabu (Metamfetamin) aslinya adalah zat yang disintesa dari tanaman efedra (*Ephedra sinica*) yang banyak tumbuh di China, Thailand, dan Malaysia. Efedra mengandung alkaloid efedrin yang biasa digunakan untuk obat pilek, influenza, dan asma karena bisa melapangkan jalan napas serta mengobati tekanan darah rendah. Efedrin yang dihilangkan gugus OH-nya menjadi Metamfetamin. (Kementrian Riset dan Teknologi, 2012).

3.4 Reaksi Warna

Reaksi warna memberikan hasil analisis senyawa yang terkandung dalam sediaan, tetapi hasil positif yang ditunjukkan dengan reaksi warna hanya hasil dugaan kemungkinan adanya senyawa obat. Tes warna memiliki keuntungan salah satunya adalah hasil analisis dari reaksi warna dapat langsung ditindaklanjuti untuk analisis di laboratorium bahkan hasil analisis tersebut didapat dari seseorang yang tidak memiliki keterampilan dalam melakukan sebuah analisis.

3.4.1 Marquis

Reagen Marquis digunakan sebagai analisis sederhana untuk mengidentifikasi dugaan alkaloid serta senyawa lain. Reagen ini dari campuran Formaldehid dan Asam sulfat dengan perbandingan 1:40. Senyawa yang berbeda dalam suatu sediaan menghasilkan reaksi warna yang berbeda dengan Reagen Marquis. Formaldehid akan membentuk ion karbonium dan bereaksi dengan senyawa aromatik pada Metamphetamine. Dalam suasana asam dari asam sulfat, ion karbonium bereaksi membentuk warna orange pada Metamphetamine.

3.4.2 Simon

Sama halnya dengan Reagen Marquis, Reagen Simon digunakan sebagai analisis sederhana untuk mengidentifikasi adanya suatu senyawa. Reagen Simon terdiri dari 2 larutan yang dikenal dengan Simon A dan Simon B. Reagen Simon A terdiri dari Natrium Karbonat dalam Aquades sedangkan Simon B terdiri dari campuran Natrium Nitroprusid dalam aquades dan asetildehid. Warna yang terbentuk sesuai dengan senyawa yang terkandung dalam suatu sampel.

Pengguna utama Reagen ini adalah untuk mendeteksi adanya senyawa amina sekunder seperti MDMA dan Metamfetamin sehingga digunakan setelah pengujian dengan Reagen Marquis. Pengguna ini dapat dilakukan untuk membedakan antara Metamfetamin atau MDMA dengan amphetamine atau MDA.

3.5 Metode Preparasi

3.5.1 Vortex

Preparasi vortex berada di area metode berbasis fitur, meskipun ada beberapa sinergi dengan teknik berbasis geometri untuk preparasi dan visualisasi berbasis integrasi. Di masa lalu beberapa tahun, beberapa tantangan baru muncul dalam disiplin ilmu yang didukung oleh visualisasi ilmiah, yang menyebabkan meningkatnya permintaan untuk penelitian tentang tantangan tertentu, seperti ketergantungan waktu aliran, multi-bidang, aliran berdimensi lebih tinggi, skala besar dan in situ visualisasi, ansambel dan ketidakpastian. Preparasi pusaran adalah subjek yang relevan dalam semua tantangan baru ini

Preparasi vortex termasuk yang paling penting dan juga aspek paling menantang dari analisis aliran fluida. Vortex biasanya dipahami sebagai gerakan rotasi atau spiral partikel di sekitar coreline umum, yang hanya dapat dilihat jika alirannya dilihat dalam kerangka referensi yang tepat. Vortex shaker atau mixer merupakan contoh alat dengan prinsip vortex, bisa disebut salah satu jenis shaker laboratorium yang berukuran kecil. Alat ini di gunakan untuk mencampurkan beberapa larutan yang mana zat tersebut di masukkan ke dalam tabung yang ukurannya lebih kecil (Günther, T., & Theisel, H. 2018,).

3.5.2 Sentrifugasi

Campuran dapat tersusun atas beberapa unsur ataupun senyawa. Komponen – komponen penyusun suatu campuran tersebut dapat dipisahkan berdasarkan sifat fisika zat penyusunnya. Salah satu metode yang digunakan dalam pemisahan campuran adalah sentrifugasi. Sentrifugasi ialah proses pemisahan partikel berdasarkan berat partikel tersebut terhadap densitas layangnya (bouyant density). Dengan adanya gaya sentrifugal maka akan terjadi perubahan berat partikel dari keadaan normal pada 1 xg (sekitar $9,8 \text{ m/s}^2$) menjadi

meningkat seiring dengan kecepatan serta sudut kemiringan perputaran partikel tersebut terhadap sumbunya (Avrella, dkk., 2021).

Pada pemisahan, partikel yang densitasnya lebih tinggi daripada pelarut turun (sedimentasi), dan partikel yang lebih ringan mengapung ke atas. Perbedaan densitas yang tinggi, membuat partikel bergerak lebih cepat. Jika tidak terdapat perbedaan densitas (kondisi isoponik), partikel tetap setimbang. Pemisahan sentrifugal menggunakan prinsip dimana objek diputar secara horizontal pada jarak tertentu. Apabila objek berotasi di dalam tabung atau silinder yang berisi campuran cairan dan partikel, maka campuran tersebut dapat bergerak menuju pusat rotasi, namun hal tersebut tidak terjadi karena adanya gaya yang berlawanan yang menuju ke arah dinding luar silinder atau tabung, gaya tersebut adalah gaya sentrifugasi. Gaya inilah yang menyebabkan partikel – partikel menuju dinding tabung dan terakumulasi membentuk endapan (Graham, J. 2020).

3.5.3 Solid Phase Extraction (SPE)

Preparasi fase padat (SPE) adalah teknik preparasi sampel menggunakan adsorben padat yang paling sering terkandung dalam perangkat kartrid, atau pada disk untuk mengadsorpsi spesies tertentu dari larutan. SPE digunakan untuk mengisolasi spesies dalam sampel atau untuk membersihkan sampel sebelum analisis (Vasconcelos, I., & Fernandes, C. 2017).

Sebagai sampel perlahan melewati kartrid SPE atau disk, analit dan beberapa senyawa matriks sampel dapat dipertahankan pada bahan SPE. Tergantung pada sifat analit dan sorben SPE, pelarut pencuci dapat dipilih untuk secara selektif menghilangkan komponen (elusi) dari sorben SPE sambil menahan komponen lainnya. Tujuan utamanya adalah untuk menghilangkan pengganggu yang ada dalam matriks dari analit, menghasilkan larutan yang terutama mengandung analit (Arabi, M., dkk., 2020). Skenario yang berbeda berikut dapat digunakan untuk mencapai tujuan ini. SPE digunakan untuk:

1. Menyederhanakan matriks sampel yang kompleks.
2. Memurnikan senyawa yang menarik.
3. Mengurangi penekanan ion dalam aplikasi spektrometri massa.
4. Fraksinasi campuran kompleks untuk analisis berdasarkan klasifikasi.

5. Konsentrat analit hadir pada tingkat rendah.

3.5.4 Sonikasi

Sonikasi adalah suatu teknologi yang memanfaatkan gelombang ultrasonik. Ultrasonik adalah suara atau getaran dengan frekuensi yang terlalu tinggi untuk bisa didengar oleh manusia, yaitu kira-kira di atas 20 kHz. Gelombang ultrasonik dapat merambat dalam medium padat, cair, dan gas. Proses sonikasi ini mengubah sinyal listrik menjadi getaran fisik yang dapat diarahkan untuk suatu bahan dengan menggunakan alat yang bernama sonikator. Sonikasi ini biasanya dilakukan untuk memecah senyawa atau sel untuk pemeriksaan lebih lanjut. Getaran ini memiliki efek yang sangat kuat pada larutan, menyebabkan pecahnya molekul dan putusnya sel). (Ciesielski, A., & Samori, P. 2014).

Bagian utama dari perangkat sonikasi adalah generator listrik ultrasonik. Perangkat ini membuat sinyal (biasanya sekitar 20 kHz) yang berkekuatan ke transduser. Transduser ini mengubah sinyal listrik dengan menggunakan kristal piezoelektrik, atau kristal yang merespon langsung ke listrik dengan menciptakan getaran mekanis dan kemudian dikeluarkan melewati *probe*. *Probe* sonikasi mengirimkan getaran ke larutan yang disonikasi. *Probe* ini akan bergerak seiring dengan getaran dan mentransmisikan ke dalam larutan. *Probe* bergerak naik dan turun pada tingkat kecepatan yang tinggi, meskipun amplitudo dapat dikontrol dan dipilih berdasarkan kualitas larutan yang disonikasi (Show, K. Y. dkk., 2007).

Dalam hal kinetika kimia, ultrasonik dapat meningkatkan kereaktifan kimia pada suatu sistem yang secara efektif bertindak sebagai katalis untuk lebih mereaktifkan atom – atom dan molekul dalam sistem. Pada reaksi yang menggunakan bahan padat, ultrasonik ini berfungsi untuk memecah padatan dari energi yang ditimbulkan akibat runtuhnya kavitasi. Dampaknya ialah luas permukaan padatan lebih besar sehingga laju reaksi meningkat. Semakin lama waktu sonikasi, ukuran partikel cenderung lebih homogen dan mengecil yang akhirnya menuju ukuran nanopartikel yang stabil serta penggumpalan pun semakin berkurang (Özbek, B., & Ülgen, K. Ö. 2000).

3.6 Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)

Teknik GC pertama kali diperkenalkan oleh James dan Martin pada tahun 1952 (Sparkman et al., 2011). GC merupakan salah satu teknik kromatografi yang hanya dapat digunakan untuk mendeteksi senyawa-senyawa yang mudah menguap. Kriteria menguap adalah dapat menguap pada kondisi vakum tinggi dan tekanan rendah serta dapat dipanaskan. (Drozd, 1985).

Kromatografi gas merupakan suatu proses dimana suatu campuran zat/material dipisah-pisahkan dengan suatu fase gerak (pembawa) berupa gas melalui suatu penjerap fase diam. Kromatografi gas dibagi dalam 2 (dua) kategori, yaitu (a) kromatografi gas-cair dimana pemisahan terjadi melalui partisi sampel antara fase gerak gas dan suatu lapisan tipis cairan yang tidak menguap yang dilapiskan pada suatu bahan inert, dan (b) kromatografi padatan-gas dimana fase diam yang digunakan berupa padatan. (Vogel, 1989).

Fase gerak gas (pembawa) yang biasa digunakan dalam kromatografi gas yaitu helium, nitrogen, hidrogen atau argon. Pemilihan gas tersebut tergantung pada faktor-faktor antara lain kemudahan diperoleh, kemurnian yang diinginkan, kebutuhan/konsumsi dan tipe detektor yang digunakan. Namun secara umum gas helium lebih disukai pada penggunaan detektor panas (thermal conductivity detectors) disebabkan konduktivitas suhu relatif yang tinggi pada penguapan banyak senyawa-senyawa organik. (Vogel, 1989).

Injeksi sampel yang dianalisis menggunakan kromatografi gas umumnya menggunakan suatu microsyringe yang dilengkapi jarum hipodermik melalui septum dan sampel masuk ke dalam suatu heated metal block pada ujung kolom. Berbagai pengembangan prosedur injeksi sampel dibuat untuk meningkatkan keterulangan (reproducibility). Hal ini diperlukan karena sangatlah sulit menginjeksikan sejumlah kecil cairan sampel (ukuran 1-10 μ l) dan akan mempengaruhi secara signifikan terhadap hasil kuantitatif analisis dengan kromatografi gas. Salah satu pengembangan prosedur adalah menggunakan internal standar pada berbagai ukuran sampel. (Vogel, 1989).

Faktor lain yang mempengaruhi hasil analisis kromatografi gas adalah kolom. Pemisahan komponen-komponen sampel dipengaruhi oleh sifat-sifat

kolom, diantaranya padatan penyangga, tipe dan jumlah fase cair, metode pengemasan, panjang dan temperature kolom, akan mempengaruhi resolusi yang diinginkan. Kolom berada dalam suatu oven yang suhunya terkontrol dan konstan pada suhu 0,5°C sampai lebih dari 400°C. Secara umum, kolom dibagi 2 (dua) jenis yaitu (a) kolom kemas (packed columns) dan (b) kolom tubular terbuka (open tubular columns). (Vogel, 1989).

Sebagaimana telah disinggung sebelumnya, selain faktor injeksi sampel dan kolom, hasil analisis kromatografi gas juga dipengaruhi oleh jenis detektor. Fungsi detektor yang dipasang pada ujung kolom pemisah adalah untuk “menangkap” dan mengukur sejumlah kecil keberadaan komponen-komponen yang dipisahkan yang mengalir bersama gas menuju ujung kolom. Keluaran dari detektor adalah suatu pencatatan yang disebut kromatogram. Pemilihan detektor tergantung beberapa faktor, antara lain konsentrasi yang diukur dan sifat-sifat komponen yang dipisahkan. Jenis detektor yang banyak digunakan adalah detektor konduktivitas suhu (thermal conductivity detector), ionisasi nyala (flame ionization detector), dan penangkap electron (electron capture detector). Sedangkan sifat-sifat penting suatu detektor antara lain sensitifitas, linieritas, stabilitas, dan memberikan respon yang selektif atau universal.

Gas chromatography (GC) adalah metode pemisahan yang digunakan untuk menganalisis senyawa yang mudah menguap atau senyawa yang mudah diuapkan. Senyawa yang mudah terdegradasi oleh panas tidak dapat dianalisis dengan metode ini. Mass Spectrometer (MS) adalah suatu metode analisis instrumental yang dipakai untuk identifikasi dan penentuan struktur dari komponen sampel dengan cara menunjukkan massa relatif dari molekul komponen dan massa relative hasil pecahannya Gas Chromatography-Mass Spectrometer merupakan gabungan metode analisis antara GC dan MS. Dalam hal ini GC hanya berfungsi sebagai sarana pemisah tanpa dilengkapi dengan detektor sebagaimana GC pada umumnya, tetapi yang berfungsi sebagai detektornya adalah MS. Kemampuan dan aturan pemisahannya akan mengikuti aturan pada GC, demikian pula aturan fragmentasi dan pola spektrum massa akan mengikuti aturan MS. Dengan adanya gabungan kedua metode tersebut akan memberikan keuntungan

yang lebih baik karena senyawa yang telah terpisahkan oleh GC dapat langsung dideteksi oleh MS.

Detektor MS untuk kromatografi gas mempunyai beberapa keuntungan, antarlain yaitu penggunaan senyawa yang telah diketahui isotopnya sebagai standar meningkatkan ketelitian analisis serta pada resolusi tinggi dapat menentukan komposisi dasar dari senyawa yang dianalisis. Dengan adanya penggabungan kedua alat tersebut, maka GC-MS mampu memisahkan komponen-komponen dalam suatu analit sekaligus menentukan jenis komponen tersebut melalui spectrum massanya.

Teknik kromatografi mulai dikenal sejak tahun 1834. Teknik tersebut diperkenalkan oleh Runge F.F. dengan menggunakan kertas tanpa glasur (lapisan kaca) dan/atau potongan kain untuk pengujian spot (titik warna) celupan dan ekstrak tanaman. (Grob, 2004).

Gas Chromatography - Mass Spectrometry (GC-MS) mampu mendeteksi kadar obat dengan konsentrasi kurang dari $1\mu\text{g/L}$ dan membutuhkan waktu pengerjaan yang relatif singkat (Wirasuta, 2007). Syarat suatu senyawa dapat dianalisis menggunakan GC-MS adalah memiliki sifat yang volatile (mudah menguap), jika suatu senyawa sulit menguap maka sebelum dianalisis menggunakan GC-MS maka dilakukan derivatisasi terlebih dahulu.

Saito (2008) telah berhasil melakukan analisis parasetamol dalam sampel rambut pada kasus keracunan dalam kondisi overdose. Dari penelitian ini diketahui juga bahwa limit deteksi GC-MS adalah $0,1\text{ ng/mg}$. Bila analisis dilakukan dalam kondisi overdose maka masih memungkinkan untuk memperoleh hasil positif parasetamol pada rambut namun tidak demikian bila parasetamol hanya dikonsumsi beberapa kali bila diperlukan dalam dosis terapi (berdasarkan resep dokter) sehingga perlu dilakukan kembali analisis parasetamol pada rambut pasien yang mendapatkan terapi parasetamol dalam dosis terapi.

Komang, Achmad Basori dan Ni Made Suaniti (2016) telah melakukan penelitian yang bertujuan untuk mengembangkan metode untuk penetapan kadar acetaminophen pada spesimen rambut manusia menggunakan instrumen GC-MS.

Analisis GC dilakukan dengan Agilent6890N kromatografi gas dilengkapi dengan Agilent 5973 detektor massa selektif. Helium (99%) digunakan sebagai gas pembawa pada laju alir 1 mL/menit, 1 µL ekstrak disuntikkan dengan suhu injektor 250°C, suhu interface 270°C, suhu detektor 230°C dan split rasio 1:20. Program temperatur pada kolom adalah suhu awal kolom 70°C ditahan selama 5 menit, dinaikkan 10°C/menit hingga suhu 270°C dan ditahan 5 menit sehingga diperoleh total waktu 30 menit (Komang, 2014).

Untuk analisis kualitatif secara kromatografi gas, parameter hasil pemisahan yang digunakan adalah waktu retensi. Waktu retensi sejak penyuntikan hingga terbentuknya puncak maksimum, sifat ini merupakan ciri khas cuplikan dan fasa cair pada suhu tertentu. Dengan menggunakan aliran yang tepat dan pengendalian suhu, waktu retensi dapat terulang dalam batas 1% dan dapat digunakan untuk mengidentifikasi tiap puncak. Beberapa senyawa mungkin mempunyai waktu retensi yang sama atau berdekatan, tetapi tiap senyawa hanya mempunyai satu waktu retensi saja.

3.7 Validasi Metode

Validasi metode menurut *United States Pharmacopeia* (USP) dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis akurat, spesifik, reproduibel, dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis.

Suatu metode analisis harus divalidasi untuk melakukan verifikasi bahwa parameter-parameter kinerjanya cukup mampu untuk mengatasi problem analisis, karenanya suatu metode analisis harus divalidasi, ketika:

1. Metode baru dikembangkan untuk mengatasi problem analisis tertentu
2. Metode yang sudah baku direvisi untuk menyesuaikan perkembangan atau karena munculnya suatu problem yang mengarahkan bahwa metode baku tersebut harus direvisi
3. Penjaminan mutu yang mengindikasikan bahwa metode baku telah berubah seiring dengan berjalannya waktu
4. Metode baku digunakan di laboratorium yang berbeda, dikerjakan oleh analis yang berbeda, atau dikerjakan dengan alat yang berbeda

5. Untuk mendemonstrasikan kesetaraan antar 2 metode, seperti antara metode baru dan metode baku

Menurut *International Conference on Harmonization (ICH)* membagi karakteristik validasi metode menjadi beberapa langkah yaitu:

1. Akurasi

Akurasi merupakan ketelitian metode analisis atau kedekatan antara nilai terukur dengan nilai yang diterima baik nilai konvensi, nilai sebenarnya, atau nilai rujukan. Akurasi diukur sebagai banyaknya analit yang diperoleh kembali pada suatu pengukuran dengan melakukan *spiking* pada suatu sampel. Untuk pengujian senyawa obat, akurasi diperoleh dengan membandingkan hasil pengukuran dengan bahan rujukan standar (*Standard Reference Material, SRM*).

Untuk mendokumentasikan akurasi, ICH merekomendasikan pengumpulan data 9 kali penetapan kadar dengan 3 konsentrasi yang berbeda (misal 3 konsentrasi dengan 3 kali replikasi). Data harus dilaporkan sebagai persentase perolehan kembali.

2. Presisi

Presisi merupakan ukuran keterulangan metode analisis dan biasanya diekspresikan sebagai simpangan baku relatif dari sejumlah sampel yang berbeda signifikan secara statistik [11]. Sesuai dengan ICH, presisi harus dilakukan pada 3 tingkatan yang berbeda yaitu;

- a. Keterulangan (*repeability*), yaitu ketepatan (*precision*) pada kondisi percobaan yang sama (berulang) baik orangnya, peralatannya, tempatnya, maupun waktunya
- b. Presisi antara (*intermediate precision*), yaitu ketepatan (*precision*) pada kondisi percobaan yang berbeda baik orangnya, peralatannya, tempatnya, maupun waktunya
- c. Ketertiruan (*reproducibility*) merujuk pada hasil-hasil dari laboratorium yang lain

Presisi seringkali diekspresikan dengan standar deviasi atau standar deviasi relative (RSD) dari serangkaian data. Data untuk menguji presisi dikumpulkan sebagai kajian-kajian lain yang berkaitan dengan presisi linearitas

atau akurasi. Biasanya replikasi 6-15 kali dilakukan pada sampel tunggal untuk setiap konsentrasi.

3. Batas deteksi (Limit of Detection, LoD)

Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi, meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. LoD merupakan batas uji yang secara spesifik menyatakan apakah analit di atas atau di bawah nilai tertentu. Defenisi yang paling umum digunakan dalam kimia analisis adalah bahwa batas deteksi merupakan kadar analit yang memberikan respon sebesar blanko ditambah dengan 3 simpangan baku blanko.

LoD seringkali diekspresikan sebagai suatu konsentrasi pada rasio signal terhadap derau (*signal to noise ratio*) yang biasanya rasionya 2 atau 3 dibanding 1. ICH mengenalkan metode *signal to noise ratio* ini, meskipun demikian ICH juga menggunakan 2 metode pilihan lain untuk menentukan LoD, yaitu metode non instrumental visual dan dengan metode perhitungan. Metode non instrumental visual digunakan pada teknik kromatografi lapis tipis dan pada metode titrimetric LoD juga dapat menghitung berdasarkan pada standar deviasi (SD) respon dan kemiringan(*slope*, S) kurva baku pada level yang mendekati LoD sesuai dengan rumus.

4. Batas kuantifikasi (Limit of Quantification, LoQ)

Batas kuantifikasi didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang padat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan. Sebagaimana LoD, LoQ juga diekspresikan sebagai konsentrasi (dengan akurasi dan presisi juga dilaporkan). Kadang-kadang rasio *signal to noise ratio* 10 : 1 digunakan untuk menentukan LoQ.

Perhitungan LoQ dengan rasio *signal to noise ratio* merupakan aturan umum, meskipun demikian perlu diingat bahwa LoQ merupakan suatu kompromi antara konsentrasi dengan presisi dan akurasi yang dipersyaratkan. Jadi, jika konsentrasi LoQ menurun maka presisi juga akan menurun. Jika presisi tinggi dipersyaratkan, maka konsentrasi LoQ yang lebih tinggi yang dilaporkan.

5. Linearitas

Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji secara langsung proposional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Linearitas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan respon (y) dengan konsentrasi (x). Linearitas dapat diukur dengan melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh selanjutnya dapat ditentukan kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasinya

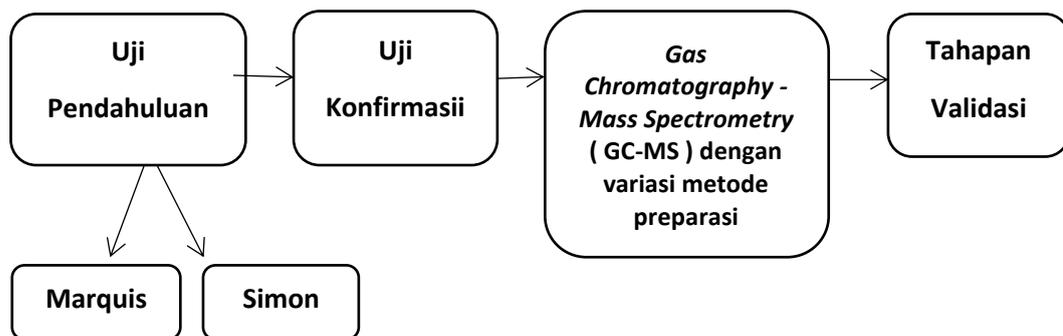
BAB IV METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas laboratorium, mortar dan alu, vortex mixer (IK), Sentrifugasi himac CT GEL (HITACHI), Ultrasonic Elmasonic (Elma), sholid Instrumen Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS) Agilent seri 7890 B 5977 insert MSD kolom D8-5MS dengan fase diam campuran dari 5% Phenyl dan 95% Methylpolisiloxan. Gas pembawa Helium UHP (Ultra High Pure), Syringe 1µm, timbangan Analitik Mettler Toledo XP 250, vial GC tutup ulir 1mL, tabung efendrof 14 ml, plat tetes (spot plate), spatula, tusuk gigi, gelas beker 5 mL (iwaki), gelas beker 50 mL (iwaki), pipet ukur 1 mL (iwaki), pipet volume 50 mL (iwaki), pipet ukur 5 mL (iwaki) dan pipet tetes.

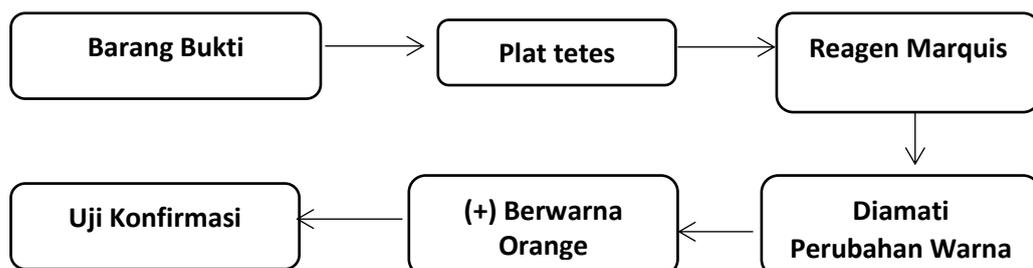
Bahan yang diperlukan pada penelitian kali ini adalah standar Metamfetamin, barang bukti Sabu– Sabu, Metanol *pro analysis* (Merck), asam sulfat pekat (H_2SO_4), Formaldehid (CH_2O), Natrium Karbonat (Na_2CO_3), Natrium Nitropusida ($C_5FeN_6Na_2O$), Asetaldehid (C_2H_4O) dan akuades.

4.2 Skema Kerja Penelitian

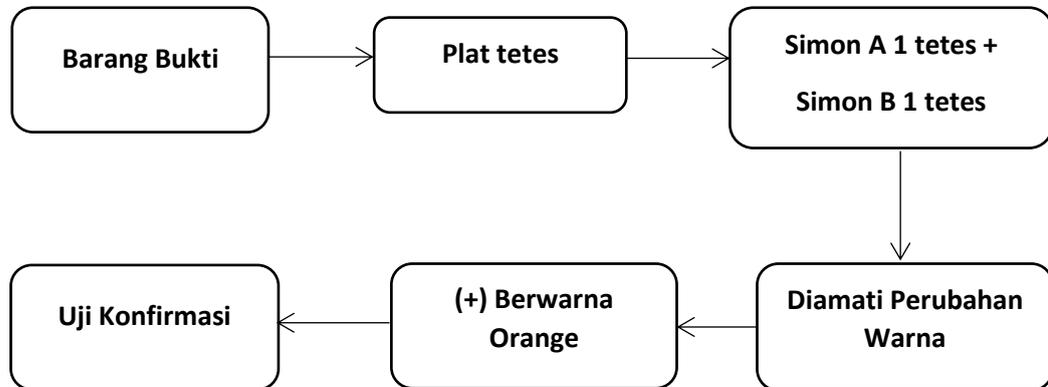


4.3 Uji Pendahuluan

4.3.1 Reagen Marquis

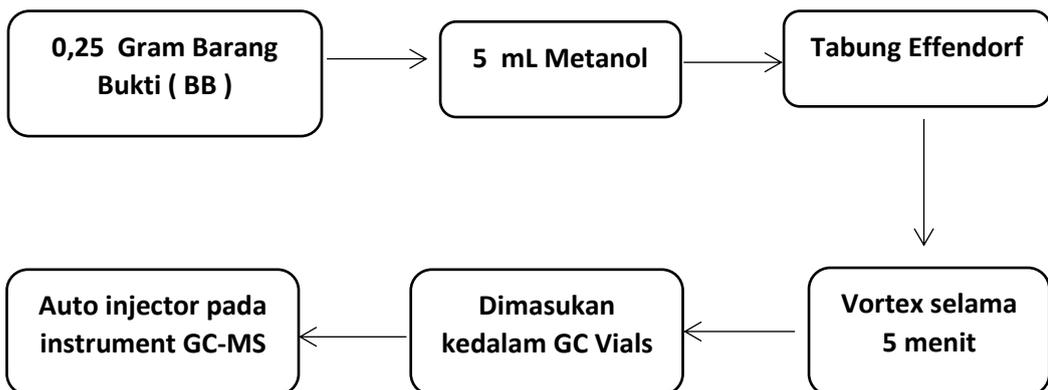


4.3.2 Reagen Simon

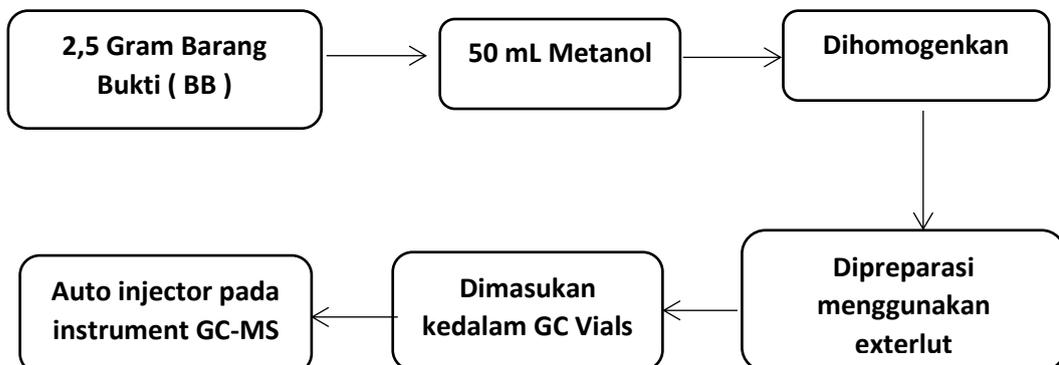


4.4 Uji Konfirmasi

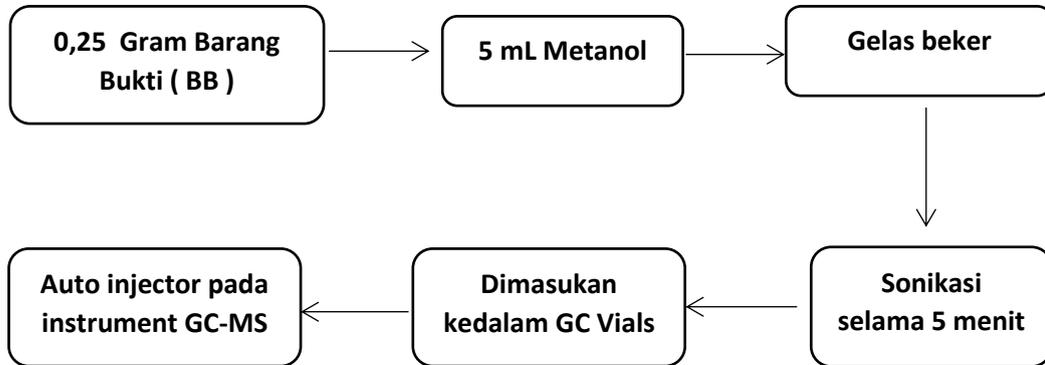
4.4.1 INSTRUKSI KERJA (IK)



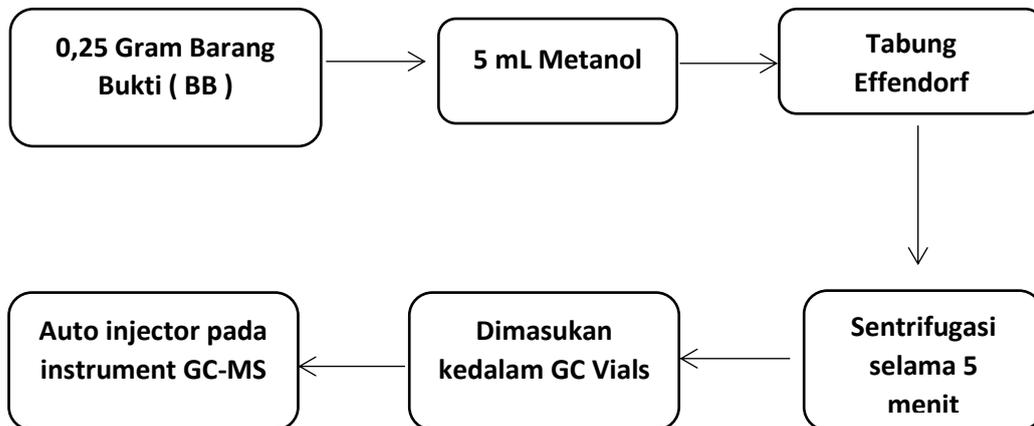
4.4.2 Solid Phase Extraction(SPE)



4.4.3 SONIKASI



4.4.4 SENTRIFUGASI



4.5 Prosedur Kerja

4.5.1 Uji Pendahuluan

4.5.1.1 Pembuatan Reagen Marquis

Reagen Marquis dibuat dengan mencampurkan sebanyak 1 mL formaldehida (CH_2O) 40% ke dalam 20 ml asam sulfat (H_2SO_4) 98%.

4.5.1.2 Pembuatan Reagen Simon A dan Simon B

Reagen Simon A dibuat dengan mencampurkan sebanyak 2 gram Natrium Karbonat (Na_2CO_3) ke dalam 100 ml Aquades.

Reagen Simon B dibuat dengan mencampurkan sebanyak 1 gram Natrium Nitropusida ($\text{C}_5\text{FeN}_6\text{Na}_2\text{O}$) dan 2 mL Asetaldehid ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$) ke dalam 100 mL Aquades.

4.5.1.3 Uji Pendahuluan Sampel Narkotika Jenis Metamfetamin dengan Metode Uji Warna (Marquis dan Simon)

Sampel Narkotika Jenis Metamfetamin diambil sedikit saja menggunakan spatula. Sampel diletakkan di atas plat tetes dan ditetesi 1-2 tetes reagen Marquis kemudian diamati perubahan warnanya jika sampel positif mengandung Metamfetamin maka reagen tersebut akan berubah warna menjadi orange. Begitu juga dengan reagen Simon A dan Simon B , sedikit sampel narkotika jenis Metamfetamin diambil menggunakan spatula . kemudian sampel diletakkan diatas plat tetes dan ditetesi 1 tetes reagen Simon A dan 1 tetes reagen Simon B kemudian diamati perubahan warnanya jika sampel positif Metamfetamin maka reagen tersebut akan berubah warna menjadi biru. Tetapi jika sampel tidak mengandung Metamfetamin maka reagen tersebut tidak berubah warna. Sampel yang mengandung Metamfetamin ataupun sampel yang tidak mengandung Metamfetamin setelah dilakukan tahap uji pendahuluan selanjutnya sampel tersebut akan dilakukan tahap uji konfirmasi dimana sampel akan dipreparasi kemudia di injeksikan kedalam GC-MS.

4.5.2 Uji Konfirmasi

4.5.2.1 Preparasi Sampel Kristal Sabu

Preparasi sampel Kristal Sabudilakukan dengan berbagai metode yaitu: metode ekstraksi secara Vortex (IK), metode ekstraksi secara sentrifugasi, metode preparasi secara *Solid Phase Extraction* (SPE) dan metode preparasi secara sonikasi. Adapun langkah yang dilakukan untuk ekstrasi sampel Kristal Sabuseperti berikut:

1. Metode Vortex (IK)

Sampel Narkotika Jenis Metamfetamin ditimbang sebanyak $\pm 0,25$ gram menggunakan spatula yang telah digerus homogen dan dimasukkan ke dalam tabung Eppendorf dan dilarutkan kedalam 5 ml metanol. Kemudian Larutan tersebut dipreparasi secara Vortex selama 5 menit supaya lebih homogen. Kemudian larutan yang telah di preparasi diambil 1 ml menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam Gc Vials dan larutan siap untuk diinjek kedalam GC-MS.

2. Metode Sentrifugasi

Sampel Narkotika Jenis Metamfetamin ditimbang sebanyak $\pm 0,25$ gram menggunakan spatula yang telah digerus homogen dan dimasukkan ke dalam tabung Eppendorf dan dilarutkan kedalam 5 ml metanol. Kemudian Larutan tersebut di preparasi secara sentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 5 menit supaya lebih homogen. Kemudian larutan yang telah dipreparasi diambil 1 ml menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam Gc Vials dan larutan siap untuk diinjek kedalam gc-ms.

3. Metode secara Solid Phase Extraction(SPE)

Sampel Narkotika Jenis Metamfetamin ditimbang sebanyak $\pm 2,5$ gram menggunakan spatula yang telah digerus homogen dan dimasukkan ke dalam gelas beker 50 ml dan dilarutkan kedalam 50 ml metanol. Kemudian Larutan dihomogenkan menggunakan pengaduk kaca. kemudian larutan tersebut dimasukkan secara perlahan kedalam exterlut yang telah disiapkan lalu hasil dari ekstraksi tersebut diambil 1 ml menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam Gc Vials dan larutan siap untuk diinjek kedalam gc-ms.

4. Metode secara Sonikasi

Sampel Narkotika Jenis Metamfetamin ditimbang sebanyak $\pm 0,25$ gram menggunakan spatula yang telah digerus homogen dan dimasukkan ke dalam gelas beker 10 ml dan dilarutkan kedalam 5 ml Metanol lalu gelas beker ditutup menggunakan plastic wrap agar larutan tersebut tidak menguap. Kemudian Larutan tersebut di ekstraksi secara sonikasi selama 5 menit supaya lebih homogen. Kemudian larutan yang telah ekstraksi diambil 1 ml menggunakan pipet ukur lalu dimasukkan kedalam Gc Vials dan larutan siap untuk diinjek kedalam gc-ms

4.5.2.2 Uji Konfirmasi Sampel Narkotika Jenis Metamfetamin dengan Metode Gas Chromatography- Mass Spectrometry (GC-MS)

Sampel Narkotika Jenis Metamfetamin yang telah dilakukan tahap preparasi kemudia akan dilakukan uji konfirmasi untuk memastikan senyawa apa saja yang terkandung didalam barang bukti (Kristal Sabu) tersebut. Semua larutan yang telah dipreparasi dan telah dimasukkan kedalam gc vials kemudian Larutan sampel selanjutnya akan diinjeksikan pada instrumen GC-MS.

Langkah berikutnya yaitu persiapan keadaan instrumen GC-MS. Kondisi awal instrumen GC-MS yang digunakan yaitu jenis kolom GC HP-5 dengan panjang 30 m dan diameter kolom 0,25 mm dan ketebalan film . Pada inletnya diatur temperatur injektor sebesar 290°C, dengan gas pembawa (carier) yaitu helium dan laju alir sebesar 7 mL/menit pada tekanan 13.3 psi. pemisahan dilakukan selama 7 menit dengan waktu tunda pelarut selama 2.20 menit dan kenaikan suhu saat pemisahan 25 °C Sedangkan pada kondisi MS digunakan energi ionisasi 70 eV, temperatur sumber ion 230°C dan *mass scane range* antara 30-550 amu. Botol vial yang sudah berisi larutan kemudian ditaruh pada alat auto injektor dan diurutkan berdasarkan metode preparasi yang telah ditentukan. Diurutkan dari metode Vortex kemudian metode sentrifugasi lalu metode sonikasi dan yang terakhir metode Solid Phase Extraction pada baris kanan. Sedangkan pada baris kiri dimasukkan vial berisi pelarut Metanol yang digunakan sebagai larutan pembilas atau yang biasa dikenal dengan pelarut wash. Lalu dibuka aplikasi GC-MS pada monitor dan diklik ikon squence pada monitor lalu di klik ikon edit sequence kemudian diisi data (*sequence table*) sesuai urutan data sampel yang akan dianalisis. Setelah sequence table diisi kemudian diklik run sequence untuk melakukan running injection namun sebelum diklik run sequence dipastikan terlebih dahulu bahwa metode yang digunakan apakah sudah benar atau belum. Setelah running selesai langkah terakhir yang dilakukan yaitu identifikasi hasil spektra sampel yang didapatkan dari instrumen GC-MS.

4.6 VALIDASI METODE ANALISIS

4.6.1 Linearitas

Linearitas diperoleh dari hubungan antara luas area dengan konsentrasi larutan standar Metamfetamin. Rentang linieritas ditentukan dengan cara membuat kurva kalibrasi hubungan antara antara konsentrasi larutan Standar (ppm), yaitu 50, 80, 100, 200, 300, dan 400 ppm dengan luas area yang terukur , kemudian dilihat nilai R^2 yang dihasilkan, sehingga didapatkan persamaan regresi linear yaitu :

$$Y = bX + a$$

Keterangan:

Y = Luas Area

X = Konsentrasi (ppm)

b = Slope

a = intersept

4.6.2 Penentuan Akurasi

Akurasi metode analisis yang dikembangkan ditentukan terhadap seluruh sampel yang telah dipreparasi menggunakan metode ik, Sentrifugasi, Sonikasi dan Solid Phase Extraction (SPE). sampel yang telah dilarutkan didalam Metanol kemudian di injeksikan ke GC-MS dimana hasil dari injekan ini akan digunakan sebagai nilai C2 sedangkan Sampel yang telah dilarutkan kemudian ditambahkan larutan standar dalam jumlah tertentu kemudian di injeksikan ke GC-MS dimana hasil dari injekan ini akan digunakan sebagai nilai C1 dan larutan standar kemudian diinjeksikan ke dalam GC-MS dimana hasil dari injekan ini akan digunakan sebagai nilai C3. Nilai akurasi dapat ditentukan dengan persamaan sebagai berikut:

$$\% \text{ recovery} = \frac{C1 - C2}{C3} \times 100\%$$

Keterangan:

C1 = konsentrasi dari sampel dalam larutan standar dengan jumlah tertentu

C2 = konsentrasi dari sampel

C3 = konsentrasi dari standar murni

4.6.3 Penentuan Presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan menguji 6 set 0,25 gram Sabu yang telah dipreparasi dengan metode ik, Sentrifugasi, Sonikasi, dan Solid Phase Extraction (SPE) kemudian diinjeksikan ke GC-MS. Presisi ditentukan untuk setiap metode preparasi dengan menghitung nilai rata-rata dan nilai standar deviasi dari hasil interpolasi luas area 6 set sampel Metamfetamin. Dimana nilai rata-rata yang didapatkan akan digunakan untuk mencari nilai SD. kemudian nilai SD digunakan untuk mencari nilai RSD. Nilai presisi dapat ditentukan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$SD = \frac{\sqrt{(X-\bar{x})^2}}{n-1}$$

$$\% RSD = \frac{SD}{X}$$

Keterangan:

n: jumlah pengulangan

SD: standar deviasi

4.6.4 limit of Detection (LOD) dan limit of Quantitation (LOQ)

Untuk mengukur nilai *limit of detection* (LOD) cara yang dapat digunakan adalah berdasarkan kurva kalibrasi (ICH, 1994) yang telah dihasilkan pada prosedur sebelumnya (4.4.1). Dalam pembuatan kurva kalibrasi ada beberapa parameter yang perlu diperhatikan antara lain koefisien korelasi (r), nilai r yang dipersyaratkan AOAC (2002) $\geq 0,990$.

Nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) menggunakan metode kurva kalibrasi yang merupakan nilai konsentrasi terkecil analit yang dapat diukur oleh instrumen. *Limit of detection* dan *limit of quantitation* dapat ditentukan secara statistik melalui garis regresi linear dari kurva kalibrasi. Data nilai konsentrasi pada sumbu x dan arus terukur pada sumbu y kemudian diolah sehingga diperoleh data $(x_i - \bar{x})$, $(x_i - \bar{x})^2$, x^2 , S_{xy} , dan S_a , yang akan digunakan untuk menghitung nilai LOD dan LOQ menggunakan persamaan berikut.

$$LOD = \frac{3 \cdot S_a}{b}$$
$$LOQ = \frac{10 \cdot S_a}{b}$$

Keterangan:

LOD = limit deteksi

LOQ = limit kuantifikasi

S_a = standar error intersept

b = slope dari kurva kalibrasi yang telah dibuat (Nadiya, 2020).

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam upaya penindakan terhadap senyawa obat yang disalahgunakan di kalangan masyarakat, maka perlu dilakukan konfirmasi terlebih dahulu bahwa senyawa tersebut adalah senyawa yang diduga. Pada penelitian ini, senyawa obat yang dimaksud adalah Metamfetamin yang merupakan senyawa turunan dari Amfetamina dengan efek ketergantungan yang lebih kuat.

Validasi metode adalah suatu cara untuk membuktikan bahwa suatu metode yang dikembangkan dan belum baku dapat menjadi metode baku sehingga dapat digunakan dalam analisis atau pengujian rutin. Validasi metode dilakukan agar didapatkan hasil analisis yang valid dan dapat dipertanggung jawabkan. Validasi metode dapat dilakukan secara konvensional dan instrument. Validasi yang akan dilakukan adalah penentuan metode preparasi yang paling baik dari variasi metode preparasi Metamfetamin di dalam sampel Kristal Sabu menggunakan GC-MS.

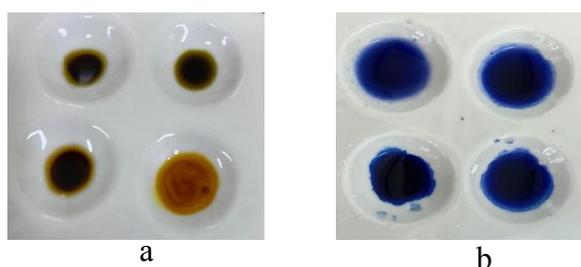
Analisis Metamfetamin dalam penelitian ini terbagi menjadi 2 yaitu uji pendahuluan dan uji konfirmasi. Pada uji pendahuluan dilakukan dengan menggunakan reagen sebagai bahan pengujian untuk mengetahui ada atau tidaknya Metamfetamin dalam barang bukti tersebut. Sementara itu, pada uji konfirmasi sampel yang diduga mengandung metamfetamin di preparasi dengan berbagai metode preparasi, dimana salah satu metode yang digunakan merupakan metode yang digunakan oleh Laboratorium Forensik Polda Riau dalam analisis rutin Kristal Sabu.

5.1 Uji Pendahuluan

Uji pendahuluan dilakukan dengan melakukan *screening* terhadap keempat sampel Kristal Sabu yang diduga mengandung senyawa Metamfetamin. Screening dilakukan dengan mencampurkan kristal dengan berbagai Reagen, diantaranya Reagen Marquis, Reagen Simon A dan Simon B (Budiharjo, 2014).

Uji pendahuluan pada sampel Kristal Sabu adalah uji warna menggunakan reagen Marquis dan Simon. Selanjutnya sampel akan ditetesi reagen Marquis sebanyak 1 tetes kemudian diamati perubahan warnanya. Hal yang sama juga

dilakukan dengan reagen Simon, sampel akan ditetesi dengan reagen Simon A dan B masing-masing 1 tetes kemudian diamati perubahan warna yang terjadi. Jika sampel berubah warna menjadi orange kehitaman dengan reagen Marquis berarti sampel tersebut mengandung Metamfetamin (Darmono, 2008), sedangkan jika sampel menjadi berwarna biru dengan reagen Simon maka sampel tersebut mengandung Metamfetamin (Rahayu, 2020). Pengujian dengan reagen Marquis dan reagen Simon merupakan pengujian awal (*screening test*) yang berarti hasil tersebut masih menjadi dugaan sementara. Keuntungan dari pengujian menggunakan reagen Marquis dan reagen Simon adalah hasil yang didapat cepat bahkan dalam hitungan detik kita sudah bisa mendapatkan hasil dari pengujian tersebut. Hasil dari uji pendahuluan dilihat pada Gambar 4.



Gambar 3. Reagen Marquis (a) Reagen Simon (b)

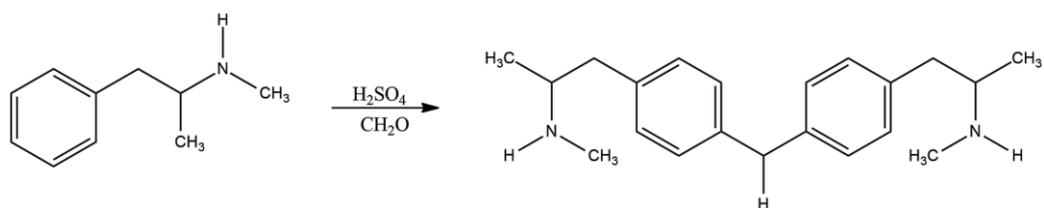
Tabel 2. Hasil Pengamatan Uji Pendahuluan

No Barang Bukti	Reagen Marquis	Reagen Simon
1952	+	+
1955	+	+
1962	+	+
1970	+	+

Berdasarkan hasil pemeriksaan pada Tabel 2, semua sampel menunjukkan kristal sabu kemungkinan mengandung senyawa Metamfetamin. Hal ini dapat dijelaskan menurut Fiegl (1960), Reagen Marquis dapat memberikan warna terhadap senyawa yang mengandung cincin aromatik yang berikatan dengan C, H, N maupun O. Secara umum Reagen Marquis dengan senyawa tersebut akan

memberikan warna ungu dan akan terus berubah warna berdasarkan kenaikan ratio ikatan C, H, N, O dengan gugus lain di dalam molekul, yaitu berubah menjadi oranye, merah, hijau dan biru. Berdasarkan buku panduan WHO (1991). Metamfetamin dengan Reagen Marquis akan memberikan warna orange kehitaman atau jingga. Pada penelitian ini hasil pengujian diperoleh warna orange kehitaman maka diduga kuat, sampel Kristal Sabu yang diuji mengandung Metamfetamin.

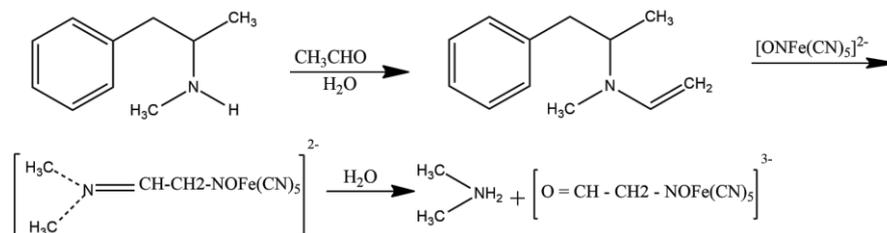
Reagen Marquis merupakan reagen yang terbuat dari formaldehid dan asam sulfat pekat. Sampel yang awalnya tidak berwarna akan berubah warna menjadi orange kehitaman saat ditetesi reagen Marquis. Perubahan warna yang terjadi akibat ion karbonium dari reagen Marquis yang terikat dengan senyawa aromatik dari metamfetamin sehingga terjadi perubahan warna pada sampel (Khajeamiri, 2016).



Gambar 4. Reaksi Metamfetamin dengan Reagen Marquis.

Berdasarkan Tabel 2, ditunjukkan bahwa sampel Kristal Sabu juga memberikan reaksi yang positif terhadap Reagen Simon. Reagen Simon dapat menunjukkan adanya suatu senyawa dengan ikatan gugus amina alifatik atau amina heterosiklik yang tidak tersubstitusi dengan memberikan warna menjadi biru (Fiegl, 1960). Berdasarkan buku panduan WHO (1991) Metamfetamin dengan Reagen Simon akan memberikan warna biru, dan dikarenakan pada hasil pengujian diperoleh biru maka diduga kuat sampel Kristal Sabu yang diuji mengandung Metamfetamin.

Reagen Simon terdiri dari 2 larutan yang dikenal sebagai Simon A dan Simon B. Reagen Simon A terdiri dari Natrium Karbonat 2% dalam akuades sedangkan Simon B terdiri dari campuran Natrium Nitroprussid dalam akuades dan Asetildehid. Sampel yang mengandung metamfetamin awalnya tidak berwarna akan berubah warna menjadi biru saat ditetesi Reagen Simon.



Gambar 5. Reaksi Metamfetamin dengan Reagen Simon

5.2 Uji Konfirmasi Menggunakan Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)

5.2.1 Optimasi Alat GC-MS

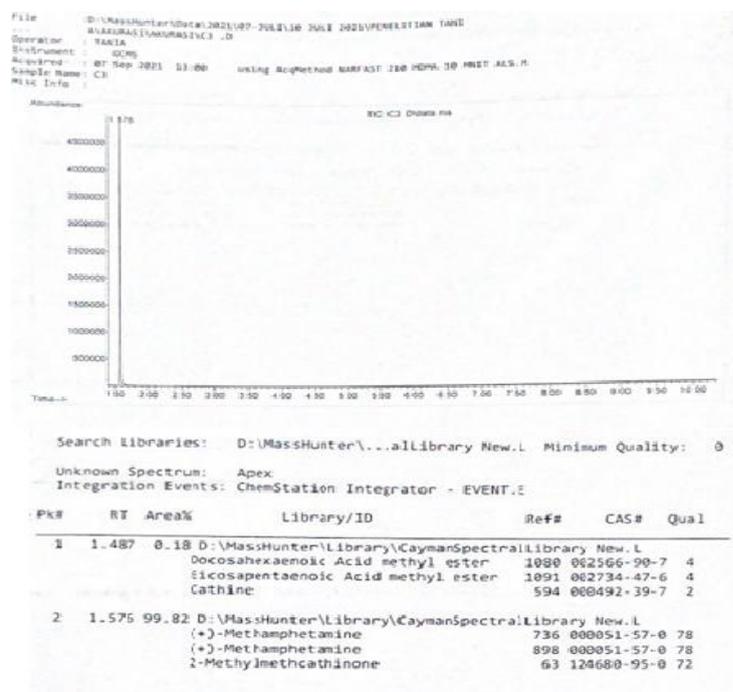
Sebelum memulai analisis, instrumen GC-MS yang akan digunakan harus dioptimasi terlebih dahulu, tujuannya agar pemisahan terjadi dengan sempurna dan optimal serta meningkatkan efektifitas alat agar hasil yang diinginkan lebih maksimal. Selain itu fungsi dilakukannya optimasi terlebih dahulu agar puncak sampel tidak tertumpuk dengan pelarut yang digunakan (Waskito, 2013). Pelarut yang digunakan pada pengujian ini adalah Metanol. Metanol memiliki resolusi yang baik dan pemisahan yang sempurna sehingga dapat digunakan sebagai pelarut pada analisis metamfetamin

Kolom HP-5MS pada pengujian ini dipilih karena memiliki karakteristik yang ideal untuk analisis metamfetamin dengan GC-MS. Kolom HP-5MS memiliki kelembaman yang sangat baik untuk senyawa aktif termasuk senyawa asam dan basa serta peningkatan rasio sinyal kebisingan untuk sensitivitas yang lebih baik. Pada saat pengujian suhu inlet yang digunakan adalah 290°C dengan menggunakan metode split 50 mL/menit atau dapat dinyatakan dengan rasio. Oven yang terdapat pada kolom berfungsi untuk memisahkan senyawa berdasarkan titik didih. Sampel akan melewati kolom pada GC, melewati interface menuju MS melalui heated transfer line untuk menjaga senyawa dalam fase gas. Optimasi pada MS terdapat solvent delay 1,5 menit, yang artinya pelarut yang dilewatkan atau dihilangkan terlebih dahulu setelah 1,5 menit pelarut dilarutkan, selanjutnya ion akan ditembakkan, tujuan dari sistem solvent delay untuk mencegah kerusakan detektor.

5.2.2 Pengaruh Variasi Metode Preparasi Terhadap Hasil Analisis GC-MS

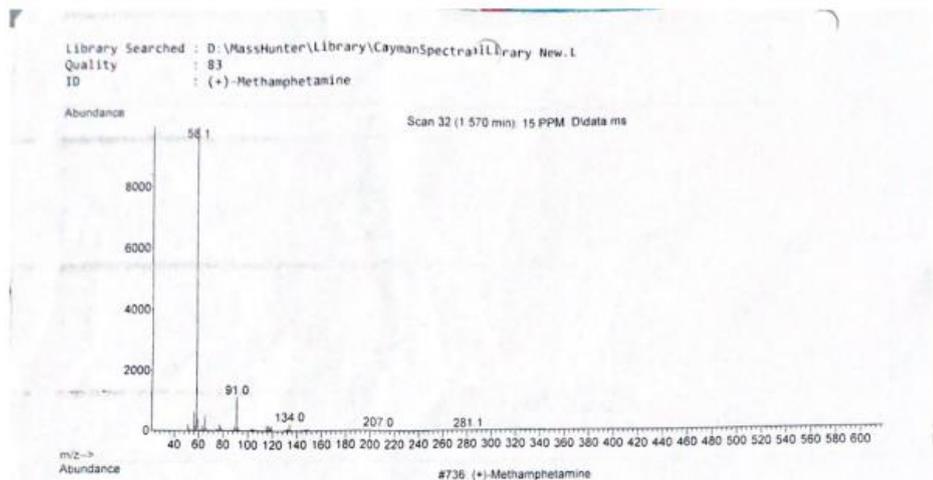
Sebelum dilakukan uji konfirmasi menggunakan instrumen GC-MS sampel Kristal Sabu dilakukan preparasi terlebih dahulu. Tujuan dilakukan preparasi sampel agar mudah dalam pelarutannya. Sampel harus dihaluskan terlebih dahulu dengan menggunakan lumpang dan alu agar sampel tersebut homogen. Setelah dilakukannya penghalusan sampel tersebut akan dilarutkan dengan pelarut Metanol. Kemudian larutan tersebut akan diekstraksi dengan beberapa metode, yaitu metode IK, Sentrifugasi, Sonikasi dan Solid Phase Extraction (SPE).

Sampel yang telah dipreparasi dengan berbagai metode ekstraksi sebanyak masing-masing 7 batch, selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen GC-MS yang akan menghasilkan kromatogram dimana nilai luas area hasil dari kromatogram tersebut dapat digunakan untuk menentukan metode preparasi mana yang paling optimal dalam analisis sediaan Metamfetamin. Luas area dan banyaknya kandungan metamfetamin di dalam Kristal Sabu serta banyaknya komponen-komponen lainnya. Kromatogram analisis GC-MS sampel Kristal Sabu disajikan pada Gambar 6.



Gambar 6. Kromatogram Hasil Uji Konfirmasi sampel Sabu Menggunakan GC-MS

Dari gambar 6 dapat diamati bahwa senyawa metamfetamin dapat terbaca pada waktu retensi 1,576 menit dengan luas area 229209799, dan juga pada waktu retensi 1,487 menit terdapat pengotor yang terkandung pada sampel tersebut hal ini dikarenakan sampel yang dipreparasi kurang selektif sehingga masih terdapat pengotor lainnya yang ikut terekstrak pada sampel.



Gambar 7. Spektrum Massa Kristal Sabu

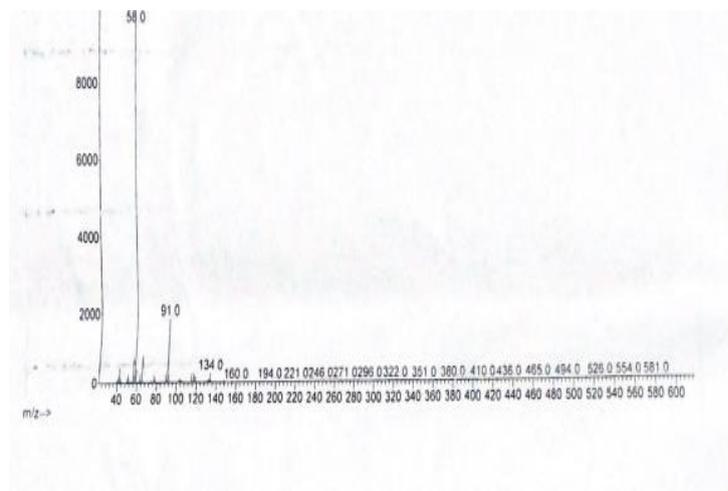
Gambar 7 menunjukkan spektra MS senyawa metamfetamin dalam sampel Sabu, sedangkan spektra MS standar dari senyawa metamfetamin ditunjukkan pada Gambar 8.

Berdasarkan spectra MS yang sudah diperoleh terlihat bahwa sampel Metamfetamin memberikan puncak ion molekular pada m/z 58.1 dengan puncak fragmentasi pada m/z 91.0, 134.0, 207.0, dan 281.1. Hasil fermentasi ini sesuai dengan penelitian Sandra dkk, (2007). Pada MS, molekul-molekul organik ditembak dengan berkas elektron dan diubah menjadi ion-ion bermuatan positif bertenaga tinggi (ion-ion molekular atau ion-ion induk) yang dapat pecah menjadi ion-ion yang lebih kecil (ion-ion pecahan). Lepasnya elektron dari molekul menghasilkan radikal kation dan proses ini dapat dinyatakan sebagai $M \rightarrow M^+$. Ion molekular M^+ biasanya terurai menjadi sepasang pecahan atau fragmen yang dapat berupa radikal atau ion atau molekul yang kecil dan radikal kation. Pada MS, hanya fragmen yang bermuatan positif yang dapat terdeteksi.

Data MS menunjukkan bahwa setiap fragmen akan muncul sebagai garis sesuai dengan massanya dan tinggi garis menunjukkan kelimpahannya. Melalui

massa fragmen dapat ditentukan struktur fragmen tersebut dan dengan merangkaikan berbagai struktur fragmen yang terdapat dalam spektrum massa dan fragmen yang hilang, struktur molekul induk dapat ditentukan.

Komponen penyusun pada sampel Metamfetamin dapat juga ditentukan dari hasil perbandingan dengan melihat nilai hasil spektrum MS dengan spektrum senyawa standar (Gambar 8). Semakin mirip nilai spektrum MS dengan spektrum standar, maka senyawa itu akan mirip dengan senyawa yang dianalisis.



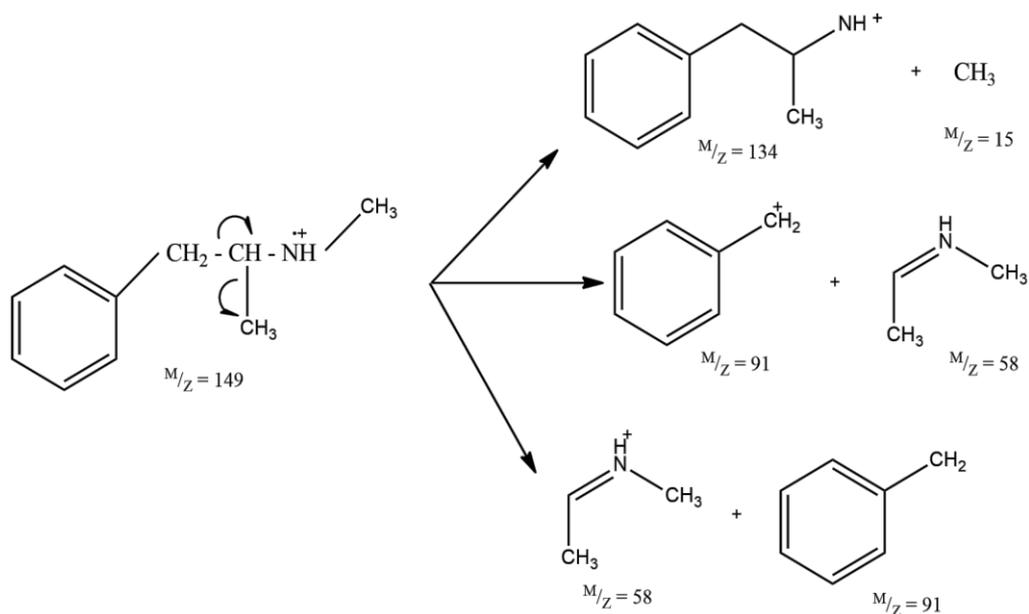
Gambar 8. Spektrum Massa Senyawa Metamfetamin

Berdasarkan kedua spektrum massa pada gambar 7 dan 8, spektrum massa sampel Kristal Sabu memiliki pola fragmentasi yang identik dengan pola fragmentasi senyawa Metamfetamin yang menunjukkan bahwa senyawa pada sampel Metamfetamin mengandung senyawa Metamfetamin, yaitu senyawa yang terdapat pada Sabu. Base peak atau puncak utama merupakan pecahan molekul dengan massa lebih kecil dari berat molekul senyawa aslinya dan merupakan fragmen yang paling melimpah dinyatakan mempunyai kelimpahan relatif 100%, dimana Base peak yang didapatkan dari spektrum massa sampel sabu adalah m/z 58,1.

Adanya detektor MS, senyawa yang terpisah akan dicocokkan dengan pengolah data yang menyimpan data analisis standar SRM (Standard Reference Material), sebagai pembanding terhadap data analisis analit hasil penentuan. Identifikasi analit terhadap Standard Library Spectra dinyatakan dengan persen

kemiripan. Senyawa dinyatakan identik jika komputer menilai persen keduanya diatas 90%.

Untuk lebih memastikan senyawa yang terkandung dalam sampel adalah Metamfetamin maka dapat dilihat dari spektrum massa senyawa Metamfetamin. Spektrum massa setiap senyawa berbeda-beda, sesuai dengan pola fragmentasi yang dialami senyawa pada saat terjadinya ionisasi.



Gambar 9. Pola Fragmentasi Metamfetamin

Puncak tertinggi (base peak) dari spektrum massa dapat dijadikan sebagai finger print senyawa tersebut. Untuk Metamfetamin, berdasarkan NIST (National Institute of Standards and Technology) finger print dari Metamfetamin adalah 58 (didapat setelah terjadi pemutusan $C_6H_5 - CH_2^+$) dan untuk memastikan spektrum massa Metamfetamin dipilih 3 puncak yaitu 58, 91 dan 134. Dengan dimilikinya 3 spektrum massa ini, senyawa pada sampel bisa dipastikan merupakan Metamfetamin atau tidak. Pola fragmentasi dari Metamfetamin disajikan pada Gambar 9. Dari hasil pengamatan sampel menunjukkan adanya fragmen utama pada m/z 58, 91 dan 134 sehingga dapat dipastikan bahwa sampel narkotika yang beredar adalah Metamfetamin.

Tabel 3 menunjukkan luas area senyawa metamfetamin dari hasil karakterisasi Kristal sabu dengan GC-MS dengan variasi metode preparasi

dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan untuk setiap metode preparasi yang dilakukan.

Tabel 3. Hasil Karakterisasi GC-MS Kristal Sabu dengan variasi metode preparasi

Sampel/Injeksi	Luas Area			
	IK	Sentrifugasi	Sonikasi	SPE
Replikat 1	207964069	220176504	225771752	230427562
Replikat 2	229209799	230381096	228347992	231924799
Replikat 3	219970833	235324275	227684129	236293004
Replikat 4	225928271	233748362	227684129	232865122
Replikat 5	227414506	222152983	228498388	232951889
Replikat 6	228052600	222892012	225967798	228323013
Replikat 7	228870405	233581903	228147631	233866335
Rata-Rata	223915783	228322447	227443117	232378818

Berdasarkan Tabel 3 diketahui bahwa rata-rata luas area metamfetamin menggunakan metode IK adalah sebesar 223915783, metode Sentrifugasi sebesar 228322447, metode Sonikasi sebesar 227443117, dan metode SPE sebesar 232378818. Dari hasil rata-rata diketahui bahwa luas area hasil preparasi menggunakan metode Solid Phase Extraction (SPE) memberikan nilai yang paling besar. Hasil ini menunjukkan bahwa kandungan Metamfetamin yang dianalisis lebih banyak dibandingkan metode IK, Sentrifugasi, dan Sonikasi. Hal ini disebabkan oleh pengotor atau padatan terjerap didalam silika gel dan terpisah dengan analit, sehingga hasil ekstraksi lebih murni dan baik. Berdasarkan penelitian Arum et al (2015) analisis obat dapat dipisahkan dengan menggunakan teknik preparasi fase padat (SPE) dikarenakan metode SPE dapat memekatkan analit sehingga konsentrasi yang didapatkan lebih besar dibandingkan dengan metode lainnya. Dan juga Menurut penelitian Zhang et al (2014) metode analisis SPE (Solid Phase Extraction) memiliki efektivitas dan selektivitas yang tinggi serta tidak membutuhkan pelarut yang terlalu banyak seperti pada preparasi cair-cair.

5.2.3 Penentuan Validasi Metode yang digunakan

Validasi metode analisis merupakan suatu tahapan penting dalam penjaminan mutu analisis kuantitatif. Validasi metode menurut United States Pharmacopeia (USP) dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis bersifat akurat, spesifik, reproduibel dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis. Sementara itu, menurut ISO/IEC:17025 (2005), validasi metode analisis ditujukan untuk menjamin bahwa metode analisis memenuhi spesifikasi yang dapat diterima sesuai dengan tujuan yang diharapkan.

Menurut ICH (1996), suatu metode analisis harus tervalidasi untuk melakukan verifikasi bahwa parameter-parameter kinerjanya cukup mampu untuk mengatasi problem analisis, untuk mengetahui tingkat validasi metode analisa yang akan digunakan sebagai penentuan metode preparasi mana yang lebih optimal untuk analisis Metamfetamin (MA) pada sampel Kristal Sabu maka perlu dilakukan pengukuran dan penilaian terhadap beberapa parameter berikut :

5.2.3.1 Linearitas

Penentuan linearitas diperoleh dari pengukuran standar Metamfetamin dengan cara pembuatan kurva kalibrasi terlebih dahulu. Hasil pembuatan kurva kalibrasi dapat diketahui nilai korelasi dan nilai regresinya. Nilai korelasi dapat ditunjukkan adanya hubungan antara Konsentrasi dengan Luas Area yang linear. Nilai korelasi yang mendekati 1 menyatakan bahwa hasil pengujian yang dilakukan baik dan menunjukkan hubungan yang proporsional antar sinyal detector kromatografi gas. Nilai koefisien determinasi menunjukkan hasil kedekatan regresi linear terhadap titik data yang sebenarnya. Menurut Chan et al, (2004) Linearitas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dengan konsentrasi (x).

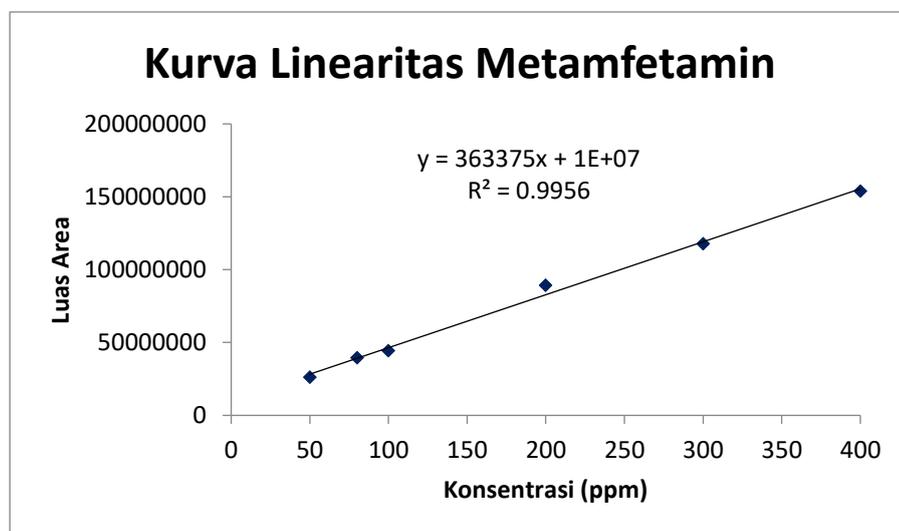
Penentuan Linearitas dilakukan untuk mengetahui respon dari suatu metode analisis. Pada analisis ini digunakan variasi konsentrasi sebesar 50,80,100, 200, 300 dan 400 ppm. Dari variasi konsentrasi tersebut kemudian dibuat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi (ppm) vs luas area, hasil ditunjukkan pada Tabel 4.

Berdasarkan Tabel 4. Didapatkan hubungan yang linear antara konsentrasi dan luas area, dimana semakin besar konsentrasi maka luas area yang dihasilkan juga semakin besar.

Tabel 4. Data Larutan Standar Metamfetamin

Konsentrasi (ppm)	Luas Area
50	26335105
80	39514886
100	44404229
200	89412501
300	117701092
400	153892868

Dari data diatas dapat dibuat kurva linearitas hubungan antara konsentrasi (ppm) dengan luas area didapatkan persamaan $y = ax + b$, dimana nilai a menunjukkan *slope* atau kemiringan dan nilai b menunjukkan intersept. Selain itu didapatkan pula nilai koefisien korelasi (r), yaitu nilai yang menjelaskan hubungan linear antara sumbu x dan sumbu y . nilai r akan menunjukkan nilai positif apabila kurva terbentuk dari atas kebawah (linear). Nilai positif dan negative tidak berpengaruh terhadap kinerja jika nilai koefisien korelasi mendekati ± 1 .



Gambar 10. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Metamfetamin

Berdasarkan kurva kalibrasi pada Gambar 10 didapatkan persamaan regresi linear yaitu $Y = 363375x + 1E+07$. Dengan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0.9956. Nilai koefisien determinasi menunjukkan ketelitian pengerjaan analisis terhadap suatu metode. Nilai koefisien determinasi berdasarkan teoritis $\geq 0,990$ AOAC (2002). Hasil tersebut secara otomatis menunjukkan bahwa hubungan antara luas area yang telah diperoleh memberikan hasil linear dengan data kadar tersebut.

Berdasarkan data kurva kalibrasi yang diperoleh dapat diketahui bahwa hubungan antara variabel luas area dan konsentrasi keduanya linear. Hal ini dikarenakan nilai dari linearitas ini masuk dalam rentang batas keberterimaan yang ditetapkan oleh AOAC (2002), yaitu ≥ 0.990 . Hasil persamaan regresi linear ini dapat digunakan untuk menghitung nilai Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantitation (LOQ) standar Metamfetamin.

5.2.3.2 Limit of Detection (LoD) dan Limit of Quantitation (LOQ)

Hasil uji larutan standar Metamfetamin dapat ditentukan nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ). Penentuan nilai LOD dan LOQ dapat ditentukan dengan data hasil yang diperoleh dari kurva kalibrasi larutan standar. LOD dan LOQ merupakan salah satu parameter terpenting dalam proses validasi metode karena menentukan proses pembacaan konsentrasi terkecil dalam sampel yang masih dapat diterima. Nilai LOD bertujuan untuk mengetahui batas deteksi dengan konsentrasi terkecil dalam deret tersebut masih dapat dilakukan pengukuran sampel yang memberikan hasil ketelitian suatu alat berdasarkan tingkat akurasi individual analisis. LOD merupakan batas uji yang secara spesifik menyatakan apakah analit diatas atau dibawah nilai tertentu (Gandjar, 2007) sedangkan LOQ merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat pada kondisi operasional metode yang digunakan. (Kar, 2005). Nilai LOQ bertujuan untuk mengetahui batas kuantitasi konsentrasi terkecil dari deret tersebut yang dapat diukur oleh instrumentasi dengan konsentrasi tersebut apabila dilakukan pengukuran masih

dapat memberikan kecermatan analisis. Penentuan LOD dan LOQ disajikan dalam Tabel 5.

Berdasarkan data pada Tabel 5, didapatkan nilai LOD sebesar 0.1mg/L hasil ini menunjukkan bahwa batas minimum Metamfetamin di dalam Kristal Sabu dapat dideteksi adalah sebesar 0,1 mg/L. Apabila kurang dari 0,1 mg/L, maka kadar Metamfetamin tidak dapat ditentukan dan dapat memberikan kesalahan yang tinggi. Nilai LOQ yang didapatkan adalah sebesar 0,3 mg/L, ini menunjukkan bahwa nilai dari Metamfetamin yang masih bisa dikuantifikasi secara presisi adalah di atas 0,3 mg/L.

Tabel 5. Nilai LOD dan LOQ

Konsentrasi (ppm)	Luas Area	Yi	Y - Yi	(Y - Yi) ²
50	6172382	9276485	-3104103	3,36225E+12
80	7303037	11701980	-4398943	1,97924E+11
100	9132850	14127475	-4994625	3,73754E+12
200	11347771	16552970	-5205199	4,53939E+13
300	39514886	40807920	-1293034	1,71979E+12
400	44404229	50509900	-6105671	2,12323E+12
		Jumlah		5,65347E+13
		sy/x		3759476,647
		LOD		0.1 mg/L
		LOQ		0.3 mg/L

5.2.3.3 Presisi

Penentuan presisi dapat ditentukan dengan pengukuran sampel sebanyak 7 kali untuk masing-masing metode preparasi IK, Sentrifugasi, Sonikasi, dan SPE untuk mewakili hasil analisis pada instrumen Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS) Penentuan presisi bertujuan untuk mengetahui kedekatan atau kesesuaian hasil uji satu dengan yang lainnya dalam suatu pengukuran melalui penyebaran hasil rata-rata yang dilakukan secara berulang. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi) berdasarkan

penelitian yang dilakukan terhadap replikasi sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2004). Presisi merupakan ukuran keterulangan metode analisis dimana kriteria keberterimaan RSD menurut fungsi Horwitz dan AOAC peer revified methods (AOAC PVM) apabila nilai simpangan baku relative (RSD) $\leq 2\%$ (Herrador dan Gonzalez, 2007). Hasil Pada Pengujian dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Hasil Pengujian Presisi Kristal Sabu dengan variasi metode preparasi

Sampel/Injeksi	Luas Area			
	IK	Sentrifugasi	Sonikasi	SPE
Replikat 1	207964069	220176504	225771752	230427562
Replikat 2	229209799	230381096	228347992	231924799
Replikat 3	219970833	235324275	227684129	236293004
Replikat 4	225928271	233748362	227684129	232865122
Replikat 5	227414506	222152983	228498388	232951889
Replikat 6	228052600	222892012	225967798	228323013
Replikat 7	228870405	233581903	228147631	233866335
Rata-Rata	223915783	228322447	227443117	232378818

Hasil Kromatogram sampel sabu pada metode ekstraksi IKA, Sentrifugasi, Sonikasi dan SPE diperoleh waktu retensi Metamfetamin berkisar pada waktu 1,574 – 1,576menit. Berdasarkan hasil kromatogram tersebut dapat dihitung presisi sampel yang telah disajikan dalam Tabel 7. Hasil uji presisi pada validasi metode analisis sediaan narkotika jenis Metamfetamin pada metode IK, Sentrifugasi, Sonikasi dan SPE berturut-turut sebesar 0,01% ; 0,01% ; 0,001%, dan 0,004%.

Tabel 7. Data Hasil Pengujian Presisi

Metode	Luas Area	SD	% RSD
IKA	223915783	2911386.186	0.013002148
Sentrifugasi	228322447	2411650.096	0.010562475
Sonikasi	227443117	422997.7009	0.001859796

Berdasarkan hasil pengujian didapatkan nilai %RSD yang baik dari keempat metode, Hal ini dapat dibuktikan menurut ICH (1996) Metode analisis dikatakan presisi yang baik apabila nilai simpangan baku relative (%RSD) $\leq 2\%$. Terdapatnya perbedaan nilai %RSD dari setiap metode dipengaruhi oleh beberapa factor salah satunya yaitu metode analisis yang digunakan saat preparasi belum sesuai sehingga menyebabkan hasil pengujian berbeda setiap metodenya.

5.2.3.4 Akurasi

Parameter validasi yang lainnya adalah akurasi. Akurasi digunakan untuk mengetahui keakuratan dari sebuah metode yang digunakan. Penentuan ini dilakukan dengan cara mengevaluasi akurasi metode melalui uji perolehan kembali (%*Recovery*). Metode yang memiliki ketepatan yang baik dapat ditunjukkan dengan nilai %*Recovery* yang mendekati 100%. Hal tersebut menunjukkan bahwa tingkat kesesuaian nilai rata-rata dari suatu pengukuran sebanding dengan nilai sesungguhnya. Akurasi perolehan Kembali yang umum untuk senyawa obat dalam suatu campuran adalah kurang lebih 98-102% jika nilai akurasi perolehan Kembali (%*Recovery*) diluar kisaran ini, maka prosedur analisis harus diinvestigasi. (Gonzalez dkk., 2010)

Penentuan akurasi dari metode IK, Sentrifugasi, Sonikasi dan SPE dilakukan dengan uji perolehan kembali atau % recovery. Analisis dilakukan dengan teknik spike, dimana sampel Kristal Sabuditambahkan dengan standar Metamfetamin, dimana diuji larutan sampel Kristal Sabuyang sudah positif Metamfetamin dengan standar sebagai C1, lalu larutan sampel Kristal Sabuyang sudah positif Metamfetamin dengan pelarut Metanol sebagai C2, dan larutan standar Metamfetamin sebagai C3. Nilai akurasi dapat diterima dengan membandingkan hasil dengan baku mutu menurut AOAC tahun 2002. Hasil pengujian akurasi dapat dilihat pada Tabel 8.

Tabel 8. Hasil Pengujian Akurasi

Sampel	Metode	C1	C2	C3
Kristal	Ika	132165700	101252226	31436245

Sabu	Sentrifugasi	171440625	118704026
	Sonikasi	153045099	122665021
	SPE	138895563	113943340

Berdasarkan perolehan tabel di atas, dilakukan perhitungan %recovery menggunakan rumus:

$$\%Recovery = \frac{C1-C2}{C3} \times 100 \% \quad (1)$$

Hasil perhitungan menggunakan rumus tersebut didapatkan %Recovery pada metode IK sebesar 98,33%, metode Sentrifugasi sebesar 167,75%, metode Sonikasi sebesar 96,64%, dan metode SPE sebesar 79,37% Berdasarkan syarat menurut AOAC tahun 2002, rentang keberterimaan akurasi berada pada rentang 98-102%. Hal ini menunjukkan bahwa metode IK termasuk dalam rentang keberterimaan dengan nilai 98,33%, Oleh sebab itu, dari ketiga metode tersebut hanya akurasi metode IK yang masuk dalam rentang keberterimaan. Sedangkan metode sentrifugasi, sonikasi, dan SPE tidak masuk dalam rentang keberterimaan hal ini dikarenakan larutan yang diekstraksi terlalu pekat sehingga konsentrasi yang dihasilkan semakin besar hingga melewati konsentrasi dari standar metamfetamin itu sendiri.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil uji pendahuluan pada analisis sampel Kristal sabu menggunakan reagen simon dan reagen marquis dinyatakan positif mengandung metamfetamin karena terjadinya perubahan warna pada sampel ketika ditetesi reagen simon berubah dari tidak berwarna menjadi biru, sedangkan pada reagen marquis berubah warna dari tidak berwarna menjadi orange.

2. Hasil pengujian pada analisis sampel Kristal Sabu yang diduga mengandung Metamfetamin menggunakan metode preparasi IK, Sentrifugasi, Sonikasi, dan SPE menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS) didapatkan metode yang optimal berdasarkan hasil yang didapatkan adalah metode IK dalam analisis Metamfetamin.

3. Hasil validasi metode analisis sampel Kristal Sabu yang diduga mengandung Metamfetamin dengan menggunakan metode preparasi IK, Sonikasi, dan SPE menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS) menunjukkan hasil yang baik, yaitu nilai koefisien korelasi standar Metamfetamin sebesar 0.9956, nilai LOD sebesar 0,1, dan LOQ sebesar 0,3. Nilai presisi analisis Metamfetamin menunjukkan hasil yang baik untuk keempat metode preparasi, sedangkan akurasi (*%Recovery*) metamfetamin hanya metode IK yang masuk ke dalam rentang keberterimaan.

6.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian, perlu dilakukan pengujian untuk penentuan parameter validasi lain seperti ketangguhan metode, presisi instrument, dan kadar Metamfetamin yang terkandung didalam kristal sabu. Pada pengujian Metamfetamin masih belum optimal maka perlu diubah Kembali saat optimasi instrumen agar hasil yang didapatkan lebih optimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdul, R., Ibnu, Gholib, G., 2013. *Analisis obat secara spektroskopi dan kromatografi*. Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Aburuz S., J. Millership, L. Heaney, J. McElnay. *Journal of Chromatography B*, 798 (2003) 193-201.
- Adsorben dan Gas Chromatography Mass Spectrometry (CGMS)”. Jurnal Fakultas
- Anonim, Penyalahgunaan Narkotika dan Obat-obatan Terlarang Di Kalangan Remaja serta Akibat dan Antisipasinya. DPC Granat Surakarta.
- AOAC International. 2002. AOAC Guidelines for Single-Laboratory Validation of Chemical Methods For Dietary Supplements and Botanicals. Official Methods of Analysis, 19th Ed., Appendix K.
- AOAC, 2005, *Official Methods of Analysis Association of Official Analytical Chemis*, Washington DC.
- AOAC. (1999). Official Methods of Analysis of AOAC International. AOAC International, USA Baati, H., R. Jarboui, N. Gharsallah, A. Sghir, E.
- Ammar. (2011). Molecular community analysis of magnesium-rich bittern brine recovered from a Tunisian solar saltern. *Can. J. Microbiol.* 57: 975-981.
- APVMA, 2004, *Guidelines For The Validation Of Analytical Methods For Active Constituent Agricultural and Veterinary Chemical Product*, Kingston APVMA, Australia.
- Arum IPS, Effendi DH, Hamdani S. *Pengembangan Metode Analisis Parasetamol dalam Daging Bebek Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*. Prosiding Penelitian Sivitas Akademika Unisba. 2015

- Badan Narkotika Nasional (BNN). 2011. Survei Nasional Perkembangan Penyalahgunaan Narkoba. Jakarta
- Badan Narkotika Nasional (BNN). 2011. Survei Nasional Perkembangan Penyalahgunaan Narkoba. Jakarta
- Badan Narkotika Nasional Indonesia, 2011, Data tindak pidana Narkoba tahun 2007-2011.
- Badan Narkotika Nasional Republik Indonesia, Kebijakan dan strategi nasional di bidang Pencegahan dan pemberantasan Penyalahgunaan dan peredaran gelap Narkoba,
- Badan Narkotika Nasional Republik Indonesia, Pedoman Pencegahan Penyalahgunaan Narkoba bagi Pemuda, Jakarta, 2005
- Badan Narkotika Nasional Republik Indonesia, Rencana Strategis Badan Narkotika Nasional 2010-2014 (Reviu), Jakarta, 2011
- Badan Narkotika Nasional, 2007, Peraturan Ketua BNN tentang Organisasi dan Tata Kerja Pelaksana Harian BNN, BNN, Jakarta.
- Badan Narkotika Nasional, 2010, Jurnal Data Pencegahan Penyalahgunaan Pemberantasan Peredaran Gelap Narkoba (P4GN)
- Badan Narkotika Nasional, Republik Indonesia, Kebijakan dan Strategi Badan Narkotika Nasional dalam pencegahan dan pemberantasan Penyalahgunaan dan Peredaran Gelap Narkoba. Jakarta, 2002.
- Balai Riset dan Standardisasi Industri Banda Aceh, K. (n.d.). *PENANGGUNG JAWAB*.
- Bandung. Program Studi Analis Kimia
- Bernas, 19 September 2005. Polsektabes Tipes Bekuk Lagi Pemakai Sabu-Sabu.
- Dermawan, Moh. Kemal. 1994. Strategi Pencegahan Kejahatan. Bandung, PT. Citra Aditya Bakti.

- BNN & Pusat Penelitian Kesehatan Universitas Indonesia. 2009. Laporan Survei Penyalahgunaan Narkoba di Indonesia. Jakarta: Universitas Indonesia.
- BNN, (2017), Survei Nasional Penyalahgunaan Narkoba di 34 Provinsi Tahun 2017, Jakarta: Pusat Penelitian Data Dan Informasi Badan Narkotika Nasional Republik Indonesia
- BNN. Data Kasus Narkoba Tahun 2005-2009. Jakarta BNN; 2009
- Braithwaite, A. and Smith , F.J. 1999. Chromatography Methods. 5th Edition, Kluwer Academic Press, Dordrecht, The Netherlands.
- Budiharjo, S., 2014. *Identifikasi Metamfetamin Dalam Kristal Sabu Dan Kristal Menggunakan Metode KLT dan KG-SM*. Laporan Praktik Kerja Lapangan. Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta.
- Cahyono, E., Rahayu, E. F., & Nurcahyo, B. 2018 Indonesian Journal of Chemical Science Validasi Metode Penetapan Kuantitatif Metanol dalam Kristal Sabu Menggunakan Gas Chromatography-Flame Ionization Detector. In *J. Chem. Sci* (Vol. 7, Issue 3).
- Chan, C.C., Lam, H., Lee, Y.C., and Zhang, X.M. 2004. Analytical Methods Validation and Instrument performance Verification, Wiley Interscience, A John Wiley and Sons, New York, USA.
- Chloroformate Derivatization*". Forensik Genetics & Chemistry Division, Supreme
- Ciptaningtyas, D., & Suhardiyanto, H. (2016). SIFAT THERMO-FISIK ARANG SEKAM. *Jurnal Teknotan*, 10(2), 1–6.
- Clarke, 2004. Pharmaceutical. Third Edition. USA. Great Britain by The Bath Press
- Collins, C. H., P. M. Lyne, J. M. Grange, dan J. O. Falkinham III. 2004. Microbiological Methods Eight Edition. Oxford University Press Inc. New York.

- Dalimunthe (2020). “Analisis Kadar Metamfetamin dalam Rambut Pengguna Sabu-Sabu
- Darman, Flavianus. 2006. *Mengenal Jenis dan Efek Buruk Narkoba*. Jakarta : Visimedia
- Darmono, 2008. *Farmasi Forensik Dan Toksikologi*. UI-Press. Jakarta
- Dasgupta, A (2007). *The Effects of Adulterants and Selected Ingested Compounds on*
- Dirdjosisworo, Soedjono. 1990, *Hukum Narkotika Indonesia*, Bandung, PT. Citra Aditya Bakti
- Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan. *Pencegahan Penyalahgunaan Narkotika, Psikotropika dan Zat Adiktif Lainnya*. Jakarta, Departemen Kesehatan RI.
- Drugsof- Abuse Testing in Kristal Sabue. *Am J Clin Pathol*
- Elian AA & Hackett Jeffery. *SolidPhase Extraction and Analysis of THC and Carboxy-THC from Farmaka Suplemen Volume 14 Nomor 2 169 Whole Blood Using a Novel Fluorinated Solid-Phase Extraction Sorbent and Fast Liquid Chromatography–Tandem Mass Spectrometry. Journal of Analytical Toxicology. 2009 Vol (33).*
- EURACHEM Working Group. (1998). *The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics EURACHEM Guide. 61p.*
- Feigl F., 1960, *Spot Test Inorganik Analysis 7 th English Edition*. Murazon : Elsevier
- Ferreira V., I. Jarauta, L. Ortega, J. Caho. *Journal of chromatography A*, 1025 (2004) 147-156.
- Fitri, Ela, N., 2020. *Metode Statistika dan Metode Penelitian*, Modul Praktikum. SPADA UNS, Surakarta.

- Gandjar, I.G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar, Yogyakarta, Indonesia.
- Garudio Kusuma Aji. (2018). Pengendali Kecepatan pada Alat Sentrifugasi Menggunakan Metode Logika Fuzzy . *Teknik ITS*, 7, 2301–9271.
- GC-MS”. Program Studi Analis Kesehatan STIKes Wira Medika Bali Program Studi
- Ginting, Tjurmin. 2000. Penuntun Praktikum Kimia Dasar I. Fakultas Pertanian.
- Gonzales, A.G., Herrador, M.A., dan Asuero, A.G., 2010, Intra-Laboratory Assesment of Method Accuracy (Truiness and Precision) by Using Validation Standards, *Talanta*.
- Hendayana, Sumar Ph.D. 2006. *Kimia Pemisahan, Metode Kromatografi dan Elektrolisis Modern*. Bandung : PT REMAJA ROSDAKARYA
- Gonzalez, A.G., and Herrador, M.A., 2007, *A Practical Guide to Analytical Method Validation: Including Measurement Uncertainty and Accuracy Profiles*, *Anal.Chem.*,26(3), 227-238.
- Grinifh Arikalang, T., Sudewi, S., & Rorong, J. A. (2018). Optimasi Dan Validasi Metode Analisis Dalam Penentuan Kandungan Total Fenolik Pada Ekstrak Daun Gedi Hijau (*Abelmoschus Manihot* L.) Yang Diukur Dengan Spektrofotometer Uv-Vis. In *PHARMACONJurnal Ilmiah Farmasi-UNSRAT* (Vol. 7, Issue 3).
- Gun, G., & Gunadi, R. (2010). *Simulasi Aliran Lewat Aerofoil Dengan “Slotted Flap” Menggunakan Metode Vorteks* (Vol. 9, Issue 3).
- Handayani, Hanhan Nur (2012).”Isolasi Metamfetamin dalam Kristal Sabu dengan

- Harja, H. B., Saksono, N., Kemendikbud,), Manufaktur, T., Manufaktru, P., & Bandung, N. (2014). Experimental Study on Vortex Tubeas Coolingof Machine Panel. In *Jurnal Mechanical* (Vol. 5, Issue 2).
- Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Pelaksanaannya, *Pharmaceutical Sciences and Research (PSR)*, 1 (3) : 117-135.
- Horwitz, W. (1995). Protocols for the design, conduct and interpretation of method performance studies. *Pure Appl. Chem.* 67: 331-343.
- Humas BNN, 2019, Daftar Tempat Rehabilitasi Narkoba di Indonesia, dalam <https://bnn.go.id/daftar-tempat-rehabilitasi-narkoba-diindonesia/>, diunduh tanggal 13 Mei 2020 pukul 02:35.
- Humas BNN, 2019, Pengertian Narkoba Dan Bahaya Narkoba Bagi Kesehatan, dalam <https://bnn.go.id/pengertian-narkoba-danbahaya-narkoba-bagi-kesehatan/> diunduh tanggal 24 Februari 2020 pukul 18:13.
- Ibnu Gholib Gandjar, Abdul Rohman., 2012, *Analisis Obat Secara Spektroskopi dan Kromatografi*, Pustaka Pelajar : Yogyakarta.
- Ikawati, Z. 2016. Mengapa Orang Bisa Kecanduan NAPZA. *Tribun Jogja* pp.13
- Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Sumatera Utara Medan. Program Studi D-III
- International Conference on Harmonisation (ICH) Q2B, Validation of analytical procedures: Methodology; November 1996.
- ISO/IEC 17025. 2005. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- Joewana, Satya. (2001). Petunjuk praktis bagi keluarga untuk mencegah penyalahgunaan narkoba. Yogyakarta: Media Presindo.
- Kar, Ashutosh. 2005. *Pharmaceutical Drug Analysis* (2nd edition). Methodology-TheoryInstrumentation-Pharmaceutical Assays-Cognate Assays. India: New Age International Publisher.

- Kartono, Kartini. 1999. *Patologi Sosial*. Jakarta: Raja grafindo Persada
- Kelly, K., & Bell, S. (2018). Evaluation of the reproducibility and repeatability of GCMS retention indices and mass spectra of novel psychoactive substances. *Forensik Chemistry*, 7, 10–18.
- KEMENRISTEKDIKTI. (2012). Undang-Undang Republik Indonesia nomor 12 tahun 2012 tentang Pendidikan Tinggi. Jakarta: Pemerintah Republik Indonesia.
- Kepala BNN Kota Surakarta AKBP Ridho Wahyudi, S.H. 2020, “Upaya Penanggulangan Tindak Pidana Narkoba di Surakarta oleh BNN Kota Surakarta. Hasil Wawancara Pribadi : 07 Februari 2020. Kantor BNN kota Surakarta
- Kepala BNN., 2019. Jadikan Narkoba Musuh Kita Bersama, Press Release Akhir Tahun BNN, 20 Desember 2019.
- Kerns E. H., T. Kleintop, D. Little, T. Tobien, L. Mallis, L. Dia, M. Hua, Y. Hong, O.J.Mc Conell. (2003) *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*
- Khajeamiri, A. R., Kobarfard, F., Ahmadkhaniha, R., & Mostashari, G. (2011). Profiling of ecstasy tablets seized in Iran. *Iranian Journal of Pharmaceutical Research: IJPR*, 10(2), 211.
- Kim, et al (2020). “*Development and Validation of A Qualitative GC-MS Method for*
Kimia FMIPA Universitas Udayana
Kimia.
- Kusumaningrum Willis, (2017). Penanggulangan Penyalahgunaan Narkotika Oleh Badan Narkotika Nasional Provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta., UMY.

- Lenny, Tristia, T., 2021. *27% Pengguna Narkoba dari Kalangan Pelajar dan Mahasiswa*, Berita Satu.com, 21 Juni 2021
- M. Syukur., 2021. *Buntut Penangkapan Ratu Narkoba dalam Rumah Mewahnya di kampung Dalam Pekanbaru*, Liputan 6, 22 Juni 2021
- Made Darma Weda, Kriminologi, PT. Raja Grafindo Persada, Jakarta, 1996, hlm. 16.
- Made, dkk (2015). "Analisis Kadar Metamfetamin pada Sampel Darah Dengan Metode
- Mahidin,ST.,MT, Mahlinda,ST., Fitriana Djafar, S.Si., Syariffudin, S.M., 2010. *Jurnal Hasil Penelitian Industri HPI*, Balai Riset dan Standarisasi Industri Banda Aceh. Lamteumen Timur, Banda Aceh.
- Mardiyah, U., Fasya, A. G., Fauziyah, B., Amalia, S., Kimia, J., Malik, M., & Malang, I. (2014). Preparasi, Uji Aktivitas Antioksidan Dan Identifikasi Golongan Senyawa Aktif Alga Merah *Eucheuma Spinosum* Dari Perairan Banyuwangi. In *Alchemy* (Vol. 3, Issue 1).
- Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Mehling, R., 2007. *Metamfetamin, The Straight Facts*, Chelsea House, New York, NY 10001
- Meilano Ashari Akbar, Adrianto. Ahmad. Sri. Rezeki. Muria. (2015). Pengaruh Kecepatan Pengadukan Pada Pembuatan Bioetanol dari Pelepah Sawit Menggunakan *Saccharomyces cerevisiae*. *JOM FTEKNIK*, 2.
- Melecchi, 2006. *Optimization of The Sonication Extraction Method Of Hibiscus tiliaceus L.Flowers*.*Ultrasonic Sonochemistry*
- Melia Verdiana, I. Wayan. Rai. Widarat. I. Dewa. Gede. Mayun. Permana. (2018). Pengaruh Jenis Pelarut Pada Preparasi Menggunakan Gelombang Ultrasonik Terhadap Aktivitas Antioksidan Ekstrak Kulit Buah Lemon (*Citrus limon* (Linn.) Burm F.). *Ilmu Dan Teknologi Pangan* , 7, 213–222.

- Menggunakan Metode Kolom Preparasi dengan Nanobentonit Alam sebagai Menggunakan Solid Phase Extraction (SPE). *Jurnal Teknik Kimia*. Politeknik Negeri
- Metamfetamin (Sabu) Menggunakan GC-MS". *Jurnal Teknik Kimia*. Politeknik *Metamfetamin and Amphetamine in Human Kristal Sabue Using Aqueous-Phase Ethyl*
- Miller (2000). *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*, 4th ed. Harlow:
- Moningka.2008. *Kimia Universitas Edisi Kelima*.Jakarta:Erlangga
- Mugiono, Cahyadi., 2019. Implementasi Kebijakan Pencegahan Narkoba Di Kalangan Pelajar Yogyakarta, Thesis, Fakultas Ilmu Pemerintahan, STPMD, Jogjakarta.
- Mulyadi, F., Harmita, ;, & Kuswardani, ; (2013). *Pemilihan Pelarut Untuk Preparasi Metamfetamin Dalam Tablet Metamfetamin Yang Beredar Ilegal Di Indonesia Dengan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa*.
- Nair, MC, dan Harlod M.,1988, *Dasar Kromatografi Gas*, ITB, Bandung Negeri Bandung. Program Studi Analisis Kimia.
- Nur'artavia, M. R. (2017). KARAKTERISTIK PELAJAR PENYALAHGUNA NAPZA DAN JENIS NAPZA YANG DIGUNAKAN DI KOTA SURABAYA. *The Indonesian Journal of Public Health*, 12(1), 27.
- Osamu Suzuki and Kanako Watanabe ,*Drugs and Poisons in Humans, A Handbook of Practical Analysis*, Springer, 2005 J.T Cody, *Metabolic Precursors to Amphetamine and Metamfetamin*
- P.Lucci,D. Pacceti, N. G. Frega, and O. Nunez., *Current Trends in Sample Treatment Techniques for Enviromental and Food Analysis*, 2012. DOI:10.5772/47736

- Partodiharjo, Subagyo,. 2006. *Kenali Narkoba dan musuhi penyalahgunaanya*. Jakarta : Esensi.
- Pengujian dan Identifikasi Barang (BPIB) Medan”. Jurnal Fakultas Matematika dan Prentice. Hall.Program Doktor Ilmu Kimia Prosecutors' Office, Seoul 06590, Korea. Vol. 33 No. 1, 23-32.
- Publishing Company, dikutip dari Handajani, M. S. 2005. Laporan Disertasi “ Bioanalisis 3,4-Methyldioxymetamphetamine (MDMA) dan bentuk metabolitnya didalam Kristal Sabu Hewan Coba Kelinci” Universitas Airlangga. Surabaya.
- Rahayu, Y. S., Astuti, Y., & Prasetya, E. F. (2020). Identifikasi Ekstasi/MDMA Menggunakan Analisis Tes Warna dan Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GCMS). *Jurnal Sains Dan Edukasi Sains*, 3(2), 38–45.
- Rahmawati, N., Handayani, D., & Mulyanti, N. 2011. Skrining aktivitas sitotoksik ekstrak dan fraksi beberapa jenis spon laut asal Pulau Mandeh Sumatera Barat. *Jurnal Ilmu Farmasi dan Farmasi Klinik*, 58-63.
- Remberg,B.,Stead, A.H. 1999. Drugs Characterization/impurity profiling, with special focus on metamphetamine: recent work of united Nations International Drugs Control Programme, Scientifics Section, UNDCP, Bulletin on Narcotics, Vol LI, Nos I and 2.Vienna
- Republik Indonesia, Undang-Undang Nomor 2 tahun 2002 tentang Kepolisian Negara Republik Indonesia (Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2002 Nomor 2 dan tambahan Lembaran Negara Republik Indonesia Nomor 4168)
- Republik Indonesia, Undang-Undang Nomor 35 Tahun 2009 tentang Narkotika, (Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2009 Nomor 143 dan Tambahan Lembaran Negara Republik Indonesia nomor 5062)

- Republik Indonesia, Undang-Undang Nomor 5 Tahun 1997 tentang Psikotropika,
(Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 1997 Nomor 10
- RI, Undang-Undang Nomor 35 tahun 2009 tentang Narkotika.
- RI, Undang-Undang Nomor 5 tahun 1997 tentang Psikotropika.
- Riando, F., Nasution, H., Mursidi, R., Program, H. H., Teknik, S., Jurusan, P., & Pertanian, T. (2012). Pemisahan Susu Kedelai Dengan Cara Sentrifugasi Soy Milk Separation Using Centrifugation Method. In *Jurnal Teknik Pertanian Sriwijaya* (Vol. 1, Issue 2).
- Rosa, Dissty, P. H. T., (2011). *Peranan Laboratorium Forensik Dalam Mengungkap Tindak Pidana Pada Tingkat Penyidikan*. Skripsi, Fakultas Hukum, Universitas Negri Semarang, Semarang
- Sampurna, B., 2000, Laboratorium Kriminalistik Sebagai Sarana Pembuktian Ilmiah, dalam Tim IBA Kriminalistik, Laporan Kegiatan Buku II, Proyek Pengembangan Kewirahaan Melalui Itegratif Bahan Ajar Kriminalistik, Lembaga Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Indonesia, Jakarta.
- SARI, D. N. (2014) *Analisis Kualitatif Methamphetamine Dalam Tablet Dan Kristal Sabue*. Badan Narkotika Nasional, JAKARTA.
- Shafitri, Anggia., 2018. *Analisa Senyawa Metamfetamin Pada Sabu-Sabu Di Balai Pengujian Dan Identifikasi Barang (Bpib) Medan*. Laporan Tugas Akhir. Universitas Sumatra Utara. Medan.
- Sigid. Kurniawan., 2021. Anji Tersangka Kasus Narkoba, Keluarga Minta Rehabilitasi., CNN Indonesia, 15 Juni 2021
- Sri Ayuni, Wayan Yuningrat., 2014. *Kimia Analitik ; Analisis Kualitatif dan Pemisahan Kimia*. Graha Ilmu : Jogjakarta.
- Sunarno. 2007. *Narkoba Bahaya dan Upaya Pencegahannya*. Semarang : PT. Bengawan Ilmu.

- Suwandi, R., & Mardiono Jacob, A. (2015). Aplikasi Gelombang Ultrasonik sebagai alternatif untuk mempertahankan Kesegaran Ikan Nila. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 18(1), 50–60.
- Syauqiah, I., Amalia, M., & Kartini, H. A. 2011. Analisis variasi waktu dan kecepatan pengaduk pada proses adsorpsi limbah logam berat dengan arang aktif. *Info-Teknik*, 12(1), 11-20.
- Tetrasari & Hermeni, 2003, *Validasi Metode Analisis*, Pusat Pengkajian Obat dan Makanan BPOM.
- Waskito, A. A. P., 2013, *Optimasi Metode Penetapan Kadar Etanol Dan Profil Senyawa Yang Terdapat Dalam Hasil Produksi "Ciu" Rumahan Desa Sentul Kabupaten Sukoharjo Dengan Metode Kromatografi Gas*, Skripsi (In Progress), Universitas Sanata Dharma.
- Fajar, O. :, & Riyanto, D. (n.d.). *Penetapan Kadar Etanol Dan Profil Senyawa Yang Terdapat Dalam Hasil Produksi "Ciu" Rumahan Dusun Sentul Desa Bekonang Kabupaten Sukoharjo Dengan Metode Kromatografi Gas*. Skripsi Ilmu Farmasi. Universitas Sanata Dharma.
- Weni Rahayu. 2009. Mengantisipasi Penyalahgunaan Narkoba. Jakarta: PT. Mediantara Semesta.
- Widelia,Irena., (2012). *ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF NARKOTIKA JENIS KRISTAL METAMFETAMIN (SABU) MENGGUNAKAN GC-MS*, Skripsi Analisis Kimia, Politeknik Negeri Bandung : Bandung.
- World Drugs Report 2019 from United Nations Office on Drugs and Crime (UNODC).
- World Health Organization.,1991, *Programme on Substance Abuse*. Manual on Designer Drugs: Geneva.

Zhang Q, Li Henghui, Feng Xiaojun, Liu BF, Liu X. Purification of Derivatized Oligosaccharides by Solid Phase Extraction for Glycomic Analysis. PLOS ONE. 2014 Volume (9), Issue 4.

LAMPIRAN

1. Perhitungan

a. Pembuatan Larutan Induk Metamfetamin

$$1000 \text{ ppm} = 1000 \frac{\text{Mg}}{\text{L}}$$

b. Pembuatan Larutan Standar

Larutan menggunakan perhitungan yang sama. Larutan standar dibuat menjadi 50,80,100,200,300 dan 400 ppm sebanyak 25 mL.

Keterangan :

M1 : Konsentrasi Larutan Induk

V1 : Volume Larutan Induk yang dibutuhkan

M2 : Konsentrasi Larutan Standar

V2 : Volume Larutan standar

50 ppm

$$M1 \cdot V1 = M2 \cdot V2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V1 = 50 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V1 = \frac{50 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 1,25 \text{ mL}$$

80 ppm

$$M1 \cdot V1 = M2 \cdot V2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V1 = 80 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V1 = \frac{80 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 2 \text{ mL}$$

100 ppm

$$M1 \cdot V1 = M2 \cdot V2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V1 = 100 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V1 = \frac{100 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 2,5 \text{ mL}$$

200 ppm

$$M1 \cdot V1 = M2 \cdot V2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V1 = 200 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V1 = \frac{200 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 5 \text{ mL}$$

300 ppm

$$M1 \cdot V1 = M2 \cdot V2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V1 = 300 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V1 = \frac{300 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 7,5 \text{ mL}$$

400 ppm

$$M1 \cdot V1 = M2 \cdot V2$$

$$1000 \text{ ppm} \cdot V1 = 400 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}$$

$$V1 = \frac{400 \text{ ppm} \cdot 25 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 10 \text{ mL}$$

c. Perhitungan % Recovery

$$\%Recovery = \frac{C1 - C2}{C3} \times 100 \%$$

Keterangan :

C1 : Larutan standar + sampel

C2 : Sampel

C3 : Larutan Standar

IK

$$\%Recovery = \frac{132165700 - 101252226}{31436245} \times 100 \%$$

$$\%Recovery = 98,33 \%$$

Sentrifugasi

$$\%Recovery = \frac{171440625 - 118704026}{31436245} \times 100 \%$$

$$\%Recovery = 167,75 \%$$

Sonikasi

$$\%Recovery = \frac{153045099 - 122665021}{31436245} \times 100 \%$$

$$\%Recovery = 96,64 \%$$

SPE

$$\%Recovery = \frac{138895563 - 113943340}{31436245} \times 100 \%$$

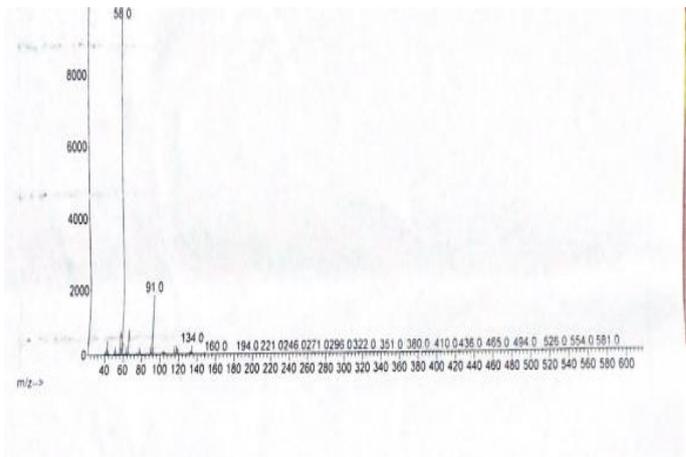
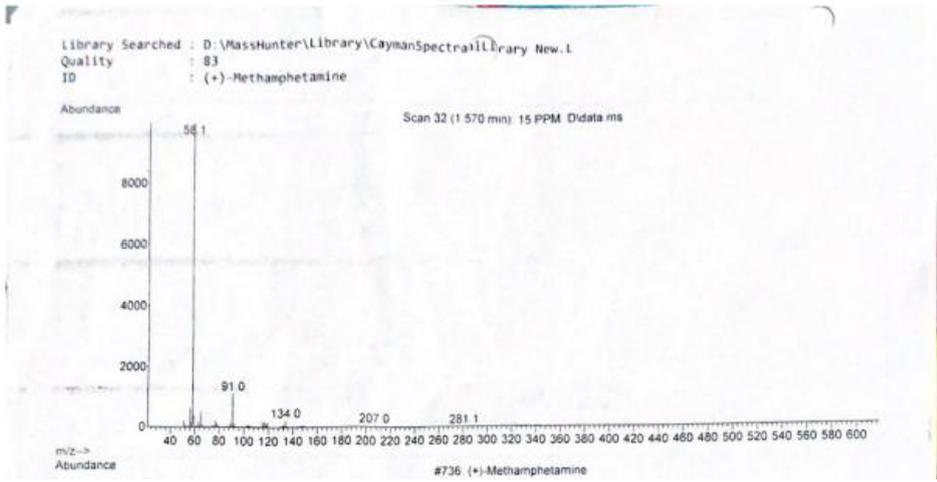
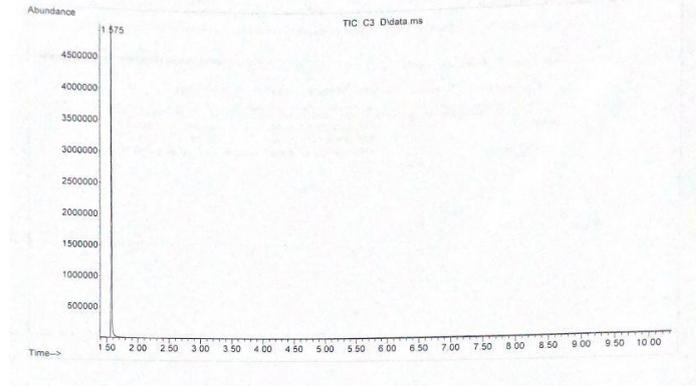
$$\%Recovery = 79,37 \%$$

2. Hasil Karakterisasi

```
Search Libraries: D:\MassHunter\...allibrary New.L Minimum Quality: 0
Unknown Spectrum: Apex
Integration Events: ChemStation Integrator - EVENT.E
```

PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	1.487	0.18	D:\MassHunter\Library\CaymanSpectralLibrary New.L			
			Docosahexaenoic Acid methyl ester	1080	002566-90-7	4
			Eicosapentaenoic Acid methyl ester	1091	002734-47-6	4
			Cathine	594	000492-39-7	2
2	1.576	99.82	D:\MassHunter\Library\CaymanSpectralLibrary New.L			
			(+)-Methamphetamine	736	000051-57-0	78
			(+)-Methamphetamine	898	000051-57-0	78
			2-Methylmethcathinone	63	124680-95-0	72

File : D:\MassHunter\Data\2021\07-3ULI\10 JULI 2021\PENELITIAN TANI
 Operator : TANIA
 Instrument : GCMS
 Acquired : 07 Sep 2021 13:00 using AcqMethod NARFAST 210 MDMA 10 PMIT ALS.M
 Sample Name : C3
 Misc Info :



3. Foto Penelitian

