



Validasi Metode Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) Untuk Penentuan kadar Nikotin Pada Rokok X

Luluk Mamluhah^{1*}, Erni Sofia Murtini², Widya Kartika Sari³, Sho'irotul Hukmah⁴

¹Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Brawijaya, Jl. Veteran Malang 65145

*email penulis: luluk_m@ub.ac.id

Info Artikel

Sejarah Artikel:

Disubmit : 18-11-2025

Direvisi : 23-02-2026

Disetujui : 10-03-2026

Kata Kunci :

GC-MS, validasi metode, nikotin, rokok, linearitas, presisi.

ABSTRAK

Nikotin merupakan senyawa alkaloid utama dalam tembakau yang bersifat adiktif dan berpengaruh terhadap karakteristik sensori rokok. Penentuan kadar nikotin secara akurat diperlukan untuk mengontrol kualitas dan keamanan produk tembakau. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan validasi metode Gas Chromatography–Mass Spectrometry (GC–MS) dalam penetapan kadar nikotin pada produk tembakau rokok x. Sampel tembakau dikeringkan, digiling halus, kemudian diekstraksi menggunakan metanol dengan bantuan sonikasi selama 15 menit. Filtrat hasil ekstraksi disaring menggunakan membran 0,22 µm dan dianalisis menggunakan GC–MS dengan kolom SH-5MS (30 m × 0,25 mm × 0,25 µm). Suhu oven diatur bertahap dari 50°C hingga 280°C dengan gas pembawa helium bertekanan 1 mL/menit. Hasil validasi menunjukkan linearitas yang sangat baik pada rentang 1–60 ppm dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9979. Nilai akurasi %recovery rata-rata 100,16 %, sementara presisi RSD 0,30 % kurang dari 2%. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) diperoleh masing-masing sebesar 0,26 ppm dan 0,78 ppm. Identifikasi spektrum massa menunjukkan nilai Similarity Index (SI) sebesar 96% terhadap pustaka referensi NIST, mengonfirmasi keberadaan nikotin secara spesifik. Berdasarkan hasil tersebut, metode GC–MS ini dinyatakan valid, sensitif, akurat, dan presisi, sehingga layak diterapkan untuk analisis kuantitatif nikotin dalam produk tembakau komersial seperti rokok x.

Pendahuluan

Nikotin merupakan senyawa alkaloid yang secara alamiah hadir dalam tanaman tembakau (*Nicotiana tabacum*) dan dikenal memiliki sifat adiktif yang tinggi. Kandungan nikotin dalam produk tembakau, termasuk rokok, menjadi fokus penelitian dalam bidang kesehatan karena interaksinya dengan sistem saraf pusat dan kontribusinya terhadap peningkatan risiko penyakit kardiovaskular dan gangguan pernapasan (misalnya penyakit paru) (Lu et al., 2021; Spaiuc et al., 2014). Oleh karena itu, pengukuran kadar nikotin dalam rokok menjadi aspek krusial dalam pengendalian mutu produk tembakau serta evaluasi kepatuhan terhadap regulasi yang mengatur batasan kandungan nikotin (CORESTA, 2022).

Untuk menentukan kadar nikotin dalam rokok, berbagai teknik analisis dapat diterapkan, di antaranya spektrofotometri UV-Vis, kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC), dan kromatografi gas-spektrometri massa (GC-MS). Di antara metode-metode tersebut, GC-MS sering dipilih karena kemampuannya dalam memberikan identifikasi yang lebih spesifik, sensitivitas tinggi, serta keandalan dalam kuantifikasi senyawa volatil seperti nikotin (Spaiuc et al., 2014; Analytical Science Journals, 2022). Prinsipnya adalah pemisahan komponen melalui kromatografi gas, kemudian identifikasi berdasarkan

fragmen massa dari molekul nikotin, sehingga memungkinkan deteksi pada kadar rendah dengan ketepatan tinggi (Analytical Science Journals, 2022).

Meskipun GC-MS diakui sebagai metode unggulan untuk analisis senyawa volatil, proses validasi metode tetap diperlukan agar hasil pengukuran dapat dipercaya dan sesuai standar ilmiah. Validasi metode bertujuan memastikan bahwa metode tersebut memenuhi parameter-parameter seperti selektivitas, linieritas, batas deteksi (LOD), batas kuantifikasi (LOQ), akurasi, presisi, dan rasio pemulihan (Yatim et al., 2023; ICH Guideline via publikasi ENDS, 2022). Validasi ini penting agar pengukuran kadar nikotin pada rokok dapat dianggap valid dan dapat dipertanggungjawabkan secara ilmiah.

Dalam penelitian ini, kami melakukan validasi metode GC-MS untuk menilai kadar nikotin dalam produk rokok X dengan memperhatikan parameter-parameter yang relevan. Selektivitas diuji untuk memastikan bahwa nikotin dapat dibedakan secara spesifik tanpa adanya interferensi dari komponen lain dalam rokok. Linieritas diuji untuk memastikan bahwa respons instrumen berbanding lurus terhadap berbagai konsentrasi nikotin. Parameter lainnya — seperti LOD, LOQ — digunakan untuk menilai kemampuan metode dalam mendeteksi nikotin pada kadar sangat rendah. Selain itu, akurasi dan presisi diuji untuk menilai ketepatan dan konsistensi hasil analisis, sementara pemulihan diuji untuk mengevaluasi efisiensi ekstraksi nikotin dari matriks rokok.

Hasil dari penelitian ini diharapkan memberikan data yang valid dan dapat digunakan sebagai acuan dalam analisis nikotin pada produk tembakau. Selain itu, validasi metode GC-MS ini diharapkan dapat membantu industri tembakau dalam kegiatan kontrol mutu dan memastikan bahwa produk rokok memenuhi regulasi yang mengatur kadar nikotin. Dengan demikian, penelitian ini berkontribusi tidak hanya pada bidang analisis kimia, tetapi juga pada aspek kesehatan masyarakat dan kebijakan regulasi produk tembakau.

Terakhir, dengan metode GC-MS yang tervalidasi, diharapkan teknik ini dapat difungsikan sebagai standar dalam analisis kadar nikotin pada rokok X dan produk sejenis, menyediakan hasil yang lebih akurat dan dapat diandalkan untuk aplikasi akademik, industri, maupun regulasi kesehatan masyarakat.

Metode Penelitian

Penelitian ini merupakan studi eksperimental laboratorium yang bertujuan untuk melakukan validasi metode Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) untuk penentuan kadar nikotin dalam sampel rokok komersial (selanjutnya disebut "Rokok X"). Validasi mengikuti karakteristik yang direkomendasikan dalam pedoman internasional untuk validasi prosedur analitik, termasuk selektivitas, linieritas, batas deteksi (LOD), batas kuantifikasi (LOQ), akurasi, presisi. Prinsip dan parameter validasi merujuk pada pedoman ICH Q2(R1).

Analisis dan validasi dilaksanakan di Laboratorium Terpadu, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Brawijaya, Malang, Jawa Timur, Indonesia. Pengumpulan sampel dan analisis laboratorium dilakukan pada bulan Maret sampai dengan Agustus 2025, dengan semua instrumen yang digunakan sudah terkalibrasi.

Sampel diambil minimal 3 bungkus rokok X dari batch yang sama; dari tiap bungkus diambil 3 batang (sebagai sub-sampel) sehingga diperoleh replikasi yang cukup untuk perhitungan akurasi dan presisi. Untuk evaluasi presisi digunakan 7 ulangan analisis pada konsentrasi yang sama.

Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah Chromatograph-Mass Spectrometer (GC-MS) Shimadzu, Nexis GC2000, Kolom kapiler SH-5MS 30 m × 0.25 mm i.d., 0.25 µm, timbangan analitik

(OHAUS PX224/E), mini coper, centrifuge (D-LAB), vial sampel, ultrasonicator (Branson), labu ukur (pyrex), pipet ukur (pyrex), Erlenmeyer (pyrex).

Bahan

Bahan dan reagen yang digunakan pada penelitian adalah Standar nikotin $\geq 99\%$ (SIGMA), gas Helium, etanol (MERCK), N-hexan for chromatography (MERCK), akuabides, natrium sulfat anhidrat (MERCK).

Tahapan Pengujian

Preparasi Sampel Tembakau

Sampel rokok komersial dengan merk x diambil 3 titik sampling dari 3 pak rokok dengan merk yang sama kemudian dihaluskan menggunakan mini coper sampai diperoleh ukuran tembakau paling kecil. Tembakau yang sudah dihaluskan kemudian ditimbang masing masing secara akurat 0,5–1,0 g, kemudian ditambahkan pelarut etanol dan di ekstraksi menggunakan ultrasonik selama 15 menit, hal ini lakukan sebanyak 7 ulangan. Sampel setelah di ultrasonic di encerkan menggunakan labu ukur 100 mL kemudian disentrifuse dengan kecepatan 5000 rpm selama 15 menit dan pisahkan fitrat dengan endapannya.

Preparasi Spike Standar Nikotin 30 ppm Pada Sampel Tembakau

Di larutkan 30 ppm standar nikotin menggunakan pelarut ekstrak sampel tembakau dalam labu ukur 10 mL. Hal ini lakukan sebanyak 7 ulangan. Masing masing sampel di saring menggunakan mikro filter ukuran 0,22 μm dan di masukkan dalam vial ukuran 1,5 mL dan siap untuk dilakukan pengujian menggunakan GC-MS.

Preparasi Kurva Kalibrasi Nikotin

Disiapkan larutan stok standar nikotin dengan konsentrasi 100 ppm, kemudian dibuat deret larutan standar nikotin dengan range konsentrasi 2,5, 5, 10, 30, 40, 60 ppm. Masing –masing deret larutan standar di masukkan dalam vial 1,5 mL dan siap untuk dilakukan pengujian nikotin standar menggunakan GC-MS.

Prosedur Validasi

Validasi metode analisis dilakukan untuk memastikan bahwa prosedur yang digunakan mampu memberikan hasil yang akurat, presisi, dan dapat direproduksi untuk penentuan senyawa target menggunakan instrumen Gas Chromatography–Mass Spectrometry (GC–MS). Validasi dilaksanakan berdasarkan pedoman umum dari SNI ISO/IEC 17025:2017 .

1. Linieritas dengan ditetapkan dengan minimal 5–7 titik kalibrasi dalam rentang konsentrasi yang relevan; hitung R^2
2. Presisi dilakukan dengan intrahari (repeatability) dan interhari (reproducibility); dilaporkan sebagai RSD (%) dari set pengukuran (mis. $n \geq 6$). Kriteria RSD ditetapkan sesuai pedoman (seringkali $RSD < 5\text{--}10\%$ untuk metode kuantitatif).
3. Akurasi (Recovery) menggunakan evaluasi dengan menambahkan (spike) standar nikotin pada matriks tembakau rokok yang telah diuji. Menggunakan konsentrasi spike 20 ppm dengan 7 replikasi ,hitung persen pemulihan. Kriteria penerimaan 85–115%.

4. LOD dan LOQ perhitungan didasarkan rasio sinyal terhadap noise (S/N) atau dari parameter regresi (bila sesuai). Umumnya $LOD = 3 \times SD$; $LOQ = 10 \times SD$ (metode alternatif S/N 3 dan 10).
5. Selektivitas/Spesifisitas yaitu diuji dengan menganalisis blank matriks (tanpa nikotin), standar, dan sampel untuk memastikan tidak ada puncak interferen pada waktu retensi nikotin atau ion SIM utama. Identifikasi difasilitasi oleh pola fragmen massa nikotin.

Hasil dan Pembahasan

Optimasi Kondisi Analisis GC-MS

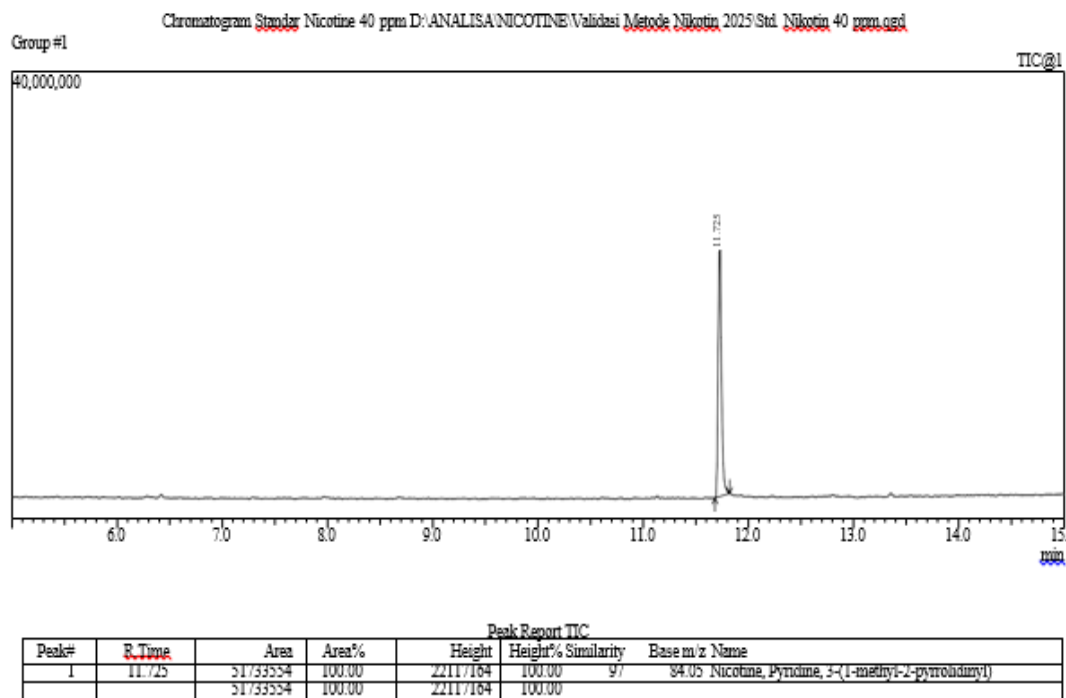
Optimasi kondisi alat sebelum digunakan analisis dilakukan untuk memperoleh pemisahan dan deteksi nikotin yang optimal. Kolom kapiler yang digunakan adalah SH -5MS (30 m × 0,25 mm ID × 0,25 μm film thickness) dengan gas pembawa helium pada laju alir 1,0 mL/menit. Kondisi injeksi menggunakan mode splitless pada suhu 250 °C, rasio 10:1 dengan volume injeksi 1 μL.

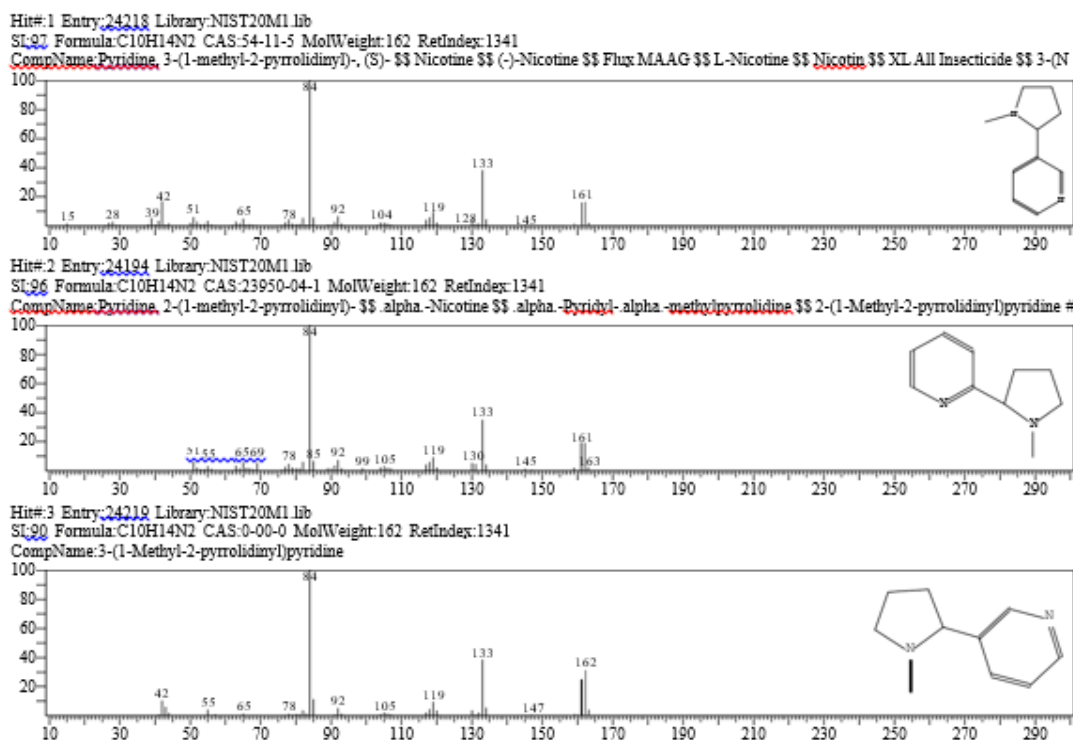
Program suhu oven yang paling memberikan resolusi dan bentuk puncak terbaik adalah sebagai berikut: suhu awal 50 °C (tahan 2 menit), meningkat 10 °C/menit hingga 250 °C dan ditahan 5 menit. Kondisi ionisasi menggunakan Electron Impact (EI) 70 eV, dengan mode akuisisi Selected Ion Monitoring (SIM) pada ion karakteristik nikotin yaitu m/z 84 (ion kuantitatif), m/z 133 dan m/z 162 (ion konfirmasi).

Kondisi tersebut menghasilkan puncak nikotin yang tajam dan simetris pada waktu retensi sekitar 11,6 menit, tanpa adanya interferensi signifikan dari komponen matriks rokok. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki selektivitas yang baik untuk analisis nikotin.

Dari hasil analisis kurva kalibrasi standar nikotin para range konsentrasi 1, 2,5, 5, 10,20,40,60 ppm diperoleh kromatogram sebagai berikut:

LAB TERPADU FTP UB





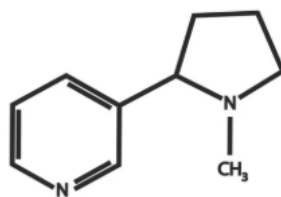
Gambar 1. Kromatogram Standar Nikotin

Berdasarkan gambar 1 dapat dilihat bahwa pada kromatogram standar pada waktu retensi 11,7 pada puncak tersebut bahwa nilai SI (Similarity Index) sebesar 96 %. Hal ini merupakan senyawa standar tersebut dengan metode yang sudah dioptimasi menunjukkan kemiripan mendekati 100%.

Similarity Index (SI) merupakan nilai numerik yang menunjukkan tingkat kesesuaian (kemiripan) antara spektrum massa hasil analisis sampel dengan spektrum referensi yang terdapat pada perpustakaan (library), seperti *NIST Mass Spectral Library* atau *Wiley Registry*. Nilai ini dihitung secara otomatis oleh perangkat lunak GC–MS berdasarkan pola ion fragmen (m/z) dan intensitas relatifnya. Secara prinsip, SI digunakan untuk mengidentifikasi senyawa dengan membandingkan *mass spectrum* hasil analisis dengan spektrum referensi dari senyawa yang diketahui (*NIST Chemistry WebBook, 2023*).

Berdasarkan **Gambar 1**, kromatogram standar nikotin menunjukkan puncak yang jelas, simetris, dan terpisah dengan baik pada waktu retensi tertentu, yang menunjukkan bahwa sistem analisis GC–MS yang digunakan memiliki selektivitas dan stabilitas yang baik. Tidak adanya puncak yang mengganggu di sekitar waktu retensi nikotin menegaskan bahwa metode ini dapat mengidentifikasi senyawa target secara spesifik tanpa adanya gangguan dari komponen lain. Di samping itu, kesesuaian spektrum massa dari hasil pengukuran dengan spektrum referensi dalam pustaka (library matching) semakin memperkuat konfirmasi identitas nikotin sebagai analit yang diteliti. Ciri-ciri kromatogram yang baik ini mendukung keandalan metode dalam proses kalibrasi dan menjadi landasan yang kuat untuk analisis kuantitatif nikotin dalam sampel, terutama pada konsentrasi rendah yang memerlukan sensitivitas dan ketepatan identifikasi yang tinggi.

Dari daftar table m/z pada kromatogram standar nikotin bahwa nilai m/z senyawa nikotin 84 dan dikenal dengan nama pyridine ,3-(1-methyl-2- pyrrolidinyl dengan struktur kimia sebagai berikut:



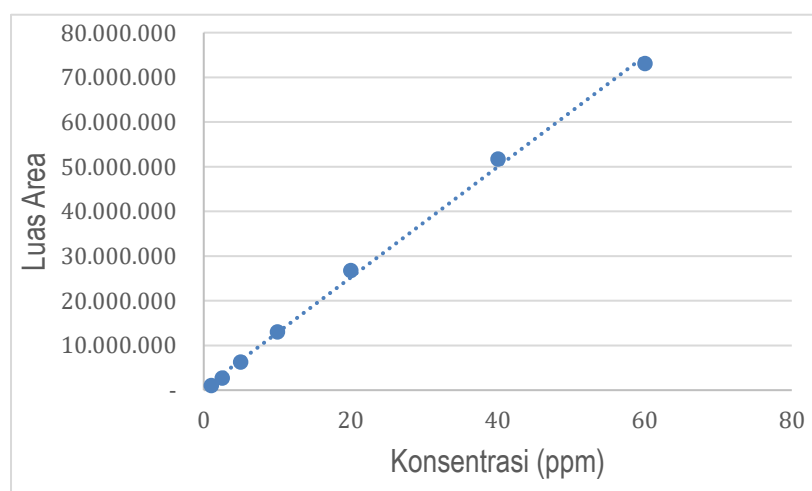
Gambar 2. Struktur Kimia Nikotin

Linearitas

Linearitas diperoleh dari hasil injeksi larutan standar nikotin pada enam tingkat konsentrasi (1,2,5, 5,10,20,40,60 ppm). Grafik hubungan antara rasio luas area puncak nikotin terhadap konsentrasi standar menunjukkan hubungan linear dengan persamaan garis:

Tabel 1. Data Kurva Kalibrasi Standar Nikotin

Konsentrasi Standar Nikotin (ppm)	Luas area
1	1.027.692
2,5	2.718.554
5	6.267.326
10	13.006.361
20	26.757.680
40	51.733.554
60	73.090.318



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Standar Nikotin

Dari gambar 3. Kurva kalibrasi standar nikotin diperoleh persamaan regresi linier $Y = 1000000x + 444939$, dimana x adalah konsentrasi nikotin dengan satuan ppm dan y adalah luas area serta nilai koefisien relative (r^2) = 0,9979, yang memenuhi persyaratan linearitas metode analisis ($R^2 \geq 0,995$) sesuai pedoman ICH (*International Conference of Harmonisation*).

Hasil ini menunjukkan bahwa respons detektor terhadap nikotin sebanding dengan konsentrasinya dalam rentang kerja tersebut, sehingga metode dapat digunakan untuk analisis kuantitatif secara akurat.

Presisi (Keterulangan dan Reprodusibilitas)

Presisi diuji dengan menginjeksikan larutan standar pada 7 sampel tembakau dengan konsentrasi spike 30 ppm sebanyak tujuh kali pengulangan. Data hasil luas area yang sudah di masukkan persamaan regresi linier $Y = 1000000x + 444939$ sehingga diperoleh data sebagai berikut:

Tabel 2. Data Hasil Analisis

Ulangan	Volume Sampel (mL)	Konsentrasi Spiking Nikotin (ppm)	Konsentrasi Hasil Pengujian (ppm)	Konsentrasi Teoritis (ppm)	Recovery (%)
1	10	30	29,9925	30	99,98
2	10	30	30,1396	30	100,47
3	10	30	29,9394	30	99,80
4	10	30	30,0211	30	100,07
5	10	30	30,0955	30	100,32
6	10	30	30,1517	30	100,51
7	10	30	30,0046	30	100,02

Nilai Relative Standard Deviation (RSD) yang diperoleh berkisar antara 0,30 %. Nilai tersebut masih berada dalam batas yang diterima (<2% untuk larutan standar), menunjukkan bahwa metode memiliki presisi yang baik dan dapat memberikan hasil yang konsisten dalam kondisi analisis yang berulang.

Berdasarkan informasi yang terdapat dalam **Tabel 2**, performa akurasi metode analisis nikotin dengan pendekatan spiking pada konsentrasi 30 ppm menunjukkan hasil yang sangat memuaskan. Hasil konsentrasi uji hampir sesuai dengan konsentrasi teoritis yang ditetapkan, dengan persentase recovery berkisar antara 99,80-100,51%, yang masih dalam rentang yang diterima untuk analisis kuantitatif (98-102%). Di samping itu, nilai Relative Standard Deviation (RSD) yang tercatat sebesar 0,30% mengindikasikan tingkat presisi yang tinggi dan berada di bawah batas maksimum yang disarankan.

Akurasi (Recovery)

Akurasi metode dievaluasi berdasarkan kemampuan metode dalam mengukur kembali jumlah nikotin yang telah ditambahkan ke dalam sampel (Permana dkk, 2018). Pengujian dilakukan dengan cara menambahkan standar nikotin 30 ppm ke dalam sampel uji, lalu diukur hasil konsentrasi aktualnya. Dari data table 2. Data analisa diperoleh rata-rata nilai recovery adalah 100,16 %.

$$\bar{R} = \frac{99,98+100,47+99,80+100,07+100,32+100,51+100,52}{7} = 100,16 \%$$

Nilai ini menunjukkan bahwa metode mampu mengukur konsentrasi fosfor dengan deviasi kurang dari 2%, dan akurasi berada dalam kisaran ideal (80–120%), serta sangat baik untuk metode kuantitatif. Hasil ini juga menunjukkan tidak adanya kehilangan signifikan selama proses ekstraksi atau pengolahan sampel.

Berdasarkan hasil pengujian akurasi (recovery) yang disampaikan di Tabel 2, metode analisis menunjukkan kemampuan yang luar biasa dalam mengukur kembali kadar nikotin yang ditambahkan ke sampel melalui teknik spiking sebesar 30 ppm. Rata-rata nilai recovery yang didapatkan adalah 100,16% dan variasi di antara ulangan sangat rendah, menunjukkan bahwa hasil pengukuran hampir identik dengan nilai sebenarnya. Angka ini berada dalam batas yang dapat diterima untuk akurasi metode analisis kuantitatif, yaitu 80–120%, serta didukung oleh deviasi yang kurang dari 2%, sehingga memenuhi syarat validasi metode analisis (Permana dkk. , 2018). Hasil ini juga menunjukkan bahwa tidak ada kehilangan analit yang signifikan selama proses ekstraksi dan pengolahan sampel, sehingga metode ini dapat dianggap akurat dan terpercaya untuk menentukan kadar nikotin dalam sampel.

Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantifikasi (LOQ)

LOD dan LOQ merupakan parameter penting untuk menunjukkan sensitivitas metode. LOD adalah batas terkecil dari suatu senyawa yang masih dapat terdeteksi, tetapi belum dapat dikuantifikasi secara tepat (Lesaman, 2025). LOQ adalah batas terkecil dari suatu senyawa yang masih dapat diukur dengan akurasi dan presisi yang dapat diterima (Laela, 2025).

LOD dan LOQ ditentukan menggunakan rumus statistik berdasarkan standar deviasi (SD) dari blanko atau larutan konsentrasi rendah dan slope dari kurva kalibrasi:

$$\begin{aligned} \text{LOD} &= 3.3 \times \text{SD} \\ &= 3.3 \times 0,0780 = 0,26 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= 10 \times \text{SD} \\ &= 10 \times 0,0780 = 0,78 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Nilai LOD dan LOQ tersebut menunjukkan bahwa metode ini mampu mendeteksi dan mengukur nikotin pada konsentrasi sangat rendah, sehingga dapat digunakan untuk analisis dalam produk dengan batas maksimum kontaminan yang ketat, seperti dalam produk halal atau obat-obatan.

Nilai tersebut menunjukkan bahwa metode GC–MS ini memiliki sensitivitas tinggi dan mampu mendeteksi kadar nikotin dalam konsentrasi yang sangat rendah. Hal ini penting terutama untuk analisis rokok dengan kandungan nikotin rendah atau untuk tujuan verifikasi label kadar nikotin pada produk.

Hasil penentuan Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantification (LOQ) menunjukkan bahwa metode ini memiliki tingkat sensitivitas yang sangat baik dalam analisis nikotin. Nilai LOD yang ditemukan adalah 0,26 ppm, yang menunjukkan konsentrasi terendah nikotin yang dapat terdeteksi meskipun belum dapat diukur dengan tepat. Sementara itu, nilai LOQ yang diperoleh sebesar 0,78 ppm menunjukkan batas kuantifikasi yang masih bisa diukur dengan tingkat akurasi dan presisi yang acceptable. Perhitungan LOD dan LOQ didasarkan pada simpangan baku (standard deviation) blanko dan kemiringan (slope) dari kurva kalibrasi sesuai dengan metode statistik yang dianjurkan dalam validasi teknik analisis. Nilai LOD dan LOQ yang sangat kecil menunjukkan bahwa metode GC–MS yang digunakan mempunyai sensitivitas yang tinggi, sehingga sangat cocok untuk menganalisis nikotin pada tingkat rendah, khususnya dalam pengujian produk dengan standar batas maksimum kontaminan yang ketat seperti makanan, obat-obatan, atau produk tembakau dengan kandungan nikotin rendah.

Selektivitas dan Spesifisitas

Kromatogram hasil analisis sampel rokok menunjukkan hanya satu puncak utama pada waktu retensi 11,7 menit yang identik dengan puncak standar nikotin. Tidak ditemukan puncak interferen dari senyawa lain pada ion karakteristik nikotin (m/z 84, 133, 162).

Spektrum massa hasil analisis menunjukkan kesesuaian pola ion fragmentasi dengan spektrum referensi dari NIST Mass Spectral Library, sehingga dapat dipastikan bahwa puncak tersebut merupakan nikotin. Hal ini menegaskan bahwa metode GC–MS memiliki selektivitas tinggi, serta mampu membedakan nikotin dari komponen kompleks lain dalam asap atau ekstrak rokok.

Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang sudah dilakukan dapat disimpulkan bahwa hasil validasi metode Gas Chromatography Mass Spectrometry untuk penentuan kadar nikotin sudah memenuhi persyaratan parameter validasi sesuai ISO 17025: 2017. Parameter validasi meliputi uji linieritas diperoleh nilai $r^2 = 0,9979$, uji presisi dengan nilai %RSD = 0,30 %, uji akurasi % nilai recovery = 100,16 %, untuk nilai LOD = 0,26 ppm dan nilai LOQ = 0,78 ppm sehingga nilai tersebut menunjukkan bahwa metode GC–MS ini memiliki sensitivitas tinggi dan mampu mendeteksi kadar nikotin dalam konsentrasi yang sangat rendah. Hal ini penting terutama untuk analisis rokok dengan kandungan nikotin rendah

Ucapan Terimakasih

Pada penenilitan ini saya mengucapkan ucapan terimakasih kepada Dekan Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Brawijaya yang sudah memberikan kepercayaan berupa hibah dana penelitian PLP (Pengelola Laboratorium Pendidikan) anggaran tahun 2025.

Kepustakaan

- Adams, R. P. (2017). Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (5th ed.). Allured Publishing Corporation.
- Agilent Technologies. (2019). MassHunter Workstation Qualitative Analysis User Guide. Santa Clara, CA, USA: Agilent Technologies.
- AOAC International. (2016). Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals. AOAC Official Methods of Analysis
- CORESTA (2020). CRM No. 87 — Determination of Nicotine in Tobacco Products by GC-MS.
- Food and Drug Administration (FDA). (2022). *Proposed Product Standard for Nicotine Level in Combusted Cigarettes*. Silver Spring, MD: U.S. Department of Health and Human Services.
- Harris, D.C. (2015). Quantitative Chemical Analysis (9th ed.). W.H. Freeman and Company, New York
- ICH. Q2(R1). (2025). Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology. International Council for Harmonisation.
- International Conference on Harmonisation (ICH). (2005). Validation of Analytical Procedures: *Text and Methodology Q2(R1)*. Geneva: ICH Secretariat.
- Laela, D. P. (2025). Verifikasi Metode Penetapan Kadar Fenol Total Cara Folin-Ciocalteu. *Jurnal Pengembangan Potensi Laboratorium*, 4(2), 89-99.
- Lesmana, P. F. (2025). Validasi Metode Deteksi Senyawa 3-monochloropropane-1, 2 Diol (3-MCPD) menggunakan Sensor Screen Printed Electrode Termodifikasi Ag/TiO₂ (Doctoral dissertation, Universitas Islam Indonesia).

- Li, L., Zhang, H., Wen, J., Shen, Y., Li, D., Luo, C., ... & Yang, J. (2022). Direct determination of free nicotine content in tobacco. *ACS omega*, 7(27), 23061-23068.
- Lu, J., Wang, S., Liu, M., & Zhang, H. (2018). Determination of nicotine in tobacco and tobacco products using GC–MS with internal standard calibration. *Analytical Methods*, 10(21), 2592–2598.
- NIST Chemistry WebBook, (2023) National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, MD, USA.
- NIST Chemistry WebBook. (2024). *National Institute of Standards and Technology (NIST)*. Retrieved from <https://webbook.nist.gov>
- Permana, E. V., Nursidika, P., & Ariani, A. S. (2018). Validasi Metode Pemeriksaan Nikotin Dalam Saliva Dengan Spektrofotometer. *Jurnal Kesehatan Kartika Vol*, 13(1).
- Shimadzu Corporation. (2020). *GCMSsolution User's Guide: Mass Spectrum Search and Similarity Index Calculation*. Kyoto, Japan: Shimadzu Scientific Instruments.
- Skoog, D.A., Holler, F.J., & Crouch, S.R. (2017). *Principles of Instrumental Analysis (7th ed.)*. Cengage Learning.
- United States Environmental Protection Agency (EPA). (2018). *Method 8270E: Semivolatile Organic Compounds by GC/MS*. Washington, D.C.
- WHO. (2019). *Tobacco Product Regulation: Building Laboratory Testing Capacity*. World Health Organization, Geneva.