



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKS 03**

Identifikasi
11-Nor-9-carboxy-delta9-THC
(THC-COOH) dalam Urin

Tgl : 05-06-2026

Ed : 03

Rev : 04

Hal : 1 dari 4

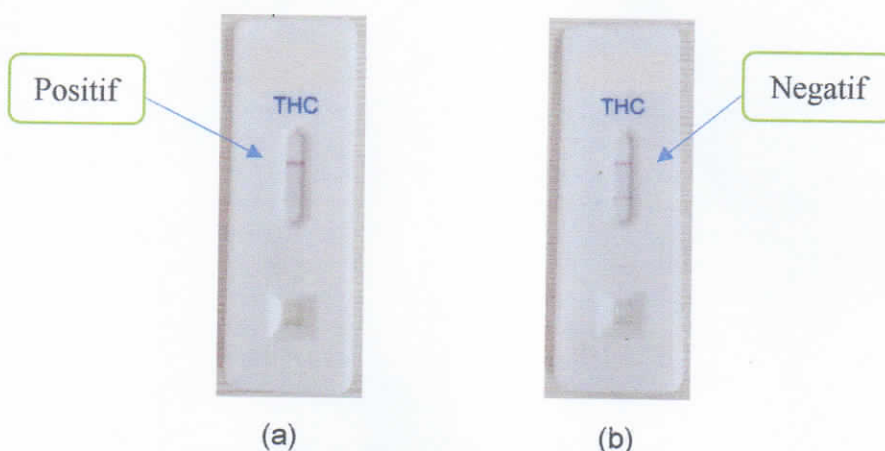
A. Prosedur Skrining dengan menggunakan Rapid Test THC

1. Tahapan

- Urin dimasukkan ke dalam pot plastik.
- Urin diteteskan ke lubang Rapid Test THC sebanyak ± 3 tetes. Rapid test didiamkan hingga timbul garis penunjuk hasil.
- Lama waktu pengamatan 5-10 menit setelah sampel dimasukkan kedalam rapid test.

2. Kriteria keberterimaan

- Satu Garis pada posisi C menunjukkan positif
- Dua Garis pada posisi C dan T menunjukkan negatif



Gambar 1. Hasil skrining (a) kontrol positif THC dan (b) kontrol negatif menggunakan rapid test THC.

B. Prosedur Analisa GC-MS (Gas Chromatography – Mass Spectrometer)

1. Preparasi Sampel:

a. Metode Ekstraksi Cair-Ca

- 5 mL urin dibasakan dengan 0,5 mL KOH 10 M (7 tetes) dikocok perlahan selama 5 menit, kemudian diinkubasi pada suhu 60 °C selama 30 menit dan didinginkan.
- Larutan di-adjust pada pH 5-6 menggunakan Asam Asetat (1 mL) dikocok perlahan selama 5 menit.
- Larutan pengekstrak (n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 100 : 1) dimasukkan sebanyak 3 mL, dikocok perlahan selama 5 menit dan disentrifugasi selama 5 menit dengan kecepatan 3000 rpm.
- Cairan organik diambil dan dikeringkan.
- Derivatisasi menggunakan 100 μ L MSTFA, divorteks selama 1 menit, kemudian diinkubasi pada suhu 60 °C selama 30 menit, didinginkan pada suhu ruang dan diinjeksi ke dalam GC-MS.
- Kontrol positif menggunakan urin negatif ditambahkan baku pembanding 11-Nor-9-carboxy-delta-9-THC (THC-COOH) dan kontrol negatif menggunakan urin negatif (blank).

Dibuat oleh :
Asisten Penata Laboratorium
Narkotika Mahir

Diperiksa oleh :
Penata Laboratorium
Narkotika Ahli Muda

Disahkan oleh :
Penata Laboratorium
Narkotika Ahli Madya

MASTER

Pusat Laboratorium Narkotika BNN



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKS 03**

Identifikasi
11-Nor-9-carboxy-delta9-THC
(THC-COOH) dalam Urin

Tgl : 05-06-2026
Ed : 03
Rev : 04
Hal : 2 dari 4

b. Metode Ekstraksi Fase Padat

- 1) 3 mL urin dibasakan dengan 0,5 mL KOH 10 N (7 tetes) kemudian diinkubasi pada suhu 60 °C selama 30 menit dan didinginkan pada suhu ruang.
- 2) Larutan di-adjust pada pH 5-6 menggunakan asam asetat.
- 3) Larutan dilewatkan pada kolom Extrelute® NT-3 dan didiamkan selama ± 15 menit.
- 4) Elusi menggunakan 10 ml campuran n-heksana : etil asetat (9 : 1), dikeringkan dengan gas N₂ pada suhu 40 °C.
- 5) Derivatisasi dengan menggunakan 100µl MSTFA, kemudian diinkubasi pada suhu 60 °C selama 30 menit. Hasil derivatisasi dinginkan pada suhu ruang, kemudian di injeksikan ke dalam GC-MS.
- 6) Kontrol positif menggunakan urin negatif ditambahkan baku *pembanding* 11-Nor-9-carboxy-delta-9-THC (THC-COOH) dan kontrol negatif menggunakan urin negatif (*blank*).

c. Metode SPE

- 1) 2 mL sampel urin ditambahkan dengan 0,5 mL buffer CH₃COONa 0,1 N pH 4, kemudian divorteks.
- 2) Sampel campuran diekstraksi menggunakan metode SPE sebagai berikut :

Conditioning column	6 mL akuades, 6 mL metanol dan 2 mL larutan buffer CH ₃ COONa 0,1 N pH4 dilewatkan pada kolom SPE secara berturut-turut (<i>solvent</i> yang keluar dari SPE dibuang). Kemudian ditunggu hingga SPE mengering.
Loading Sampel	Sampel yang telah disiapkan pada point 1) dilewatkan pada kolom SPE, kemudian 2 mL asam asetat 0,1 M dan 4 mL campuran asetonitril : akuades dengan perbandingan 40:60 (sampel dan <i>solvent</i> yang keluar dari kolom dibuang). Kolom ditunggu hingga kering.
Elution	3,6 mL asetonitril dilewatkan pada kolom dan ditampung menggunakan tabung reaksi.
Derivatisasi	Hasil elusi kemudian dikeringkan menggunakan gas nitrogen pada temperatur 40 °C. setelah kering ditambahkan dengan 50 µL MSTFA, divorteks dan didiamkan pada temperatur ruang selama 30 menit.

- 3) Kontrol positif menggunakan urin negatif ditambahkan baku *pembanding* 11-Nor-9-carboxy-delta-9-THC (THC-COOH) dan kontrol negatif menggunakan urin negatif (*blank*)

2. Analisis dengan GC-MS

- a. Injeksi sampel pada GCMS Shimadzu QP 2010 Ultra mengikuti kaidah pada LU-IKA 01.2 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Shimadzu QP 2010 Ultra, LU-IKA 01.6 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Agilent 7890B dan LU-IKA 01.5 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Shimadzu QP2020NX-2030Nexis.
- b. Metode GC-MS yang digunakan adalah **Puslab_13** (metode SIM) dan **Puslab_23** (metode Scan).

3. Identifikasi Kromatogram dan Spektra Sampel

- a. Buka kromatogram pada lokasi penyimpanan.
- b. Munculkan pecahan spektra pada *peak* yang muncul dengan cara mengklik dua kali pada tengah-tengah *peak*.
- c. Analisis dilakukan berdasarkan nilai Rt, pecahan spektra terbanyak dan *similarity* dengan pustaka (jika diperlukan) dan area terendah sesuai kriteria keberterimaan yang telah ditetapkan.
- d. Rekaman hasil identifikasi dituangkan dalam Formulir Pengujian Sampel (LU-FRM 10) dan Formulir Analisa Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) LU-FRM 20.



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKS 03**

Identifikasi
11-Nor-9-carboxy-delta9-THC
(THC-COOH) dalam Urin

Tgl : 05-06-2026

Ed : 03

Rev : 04

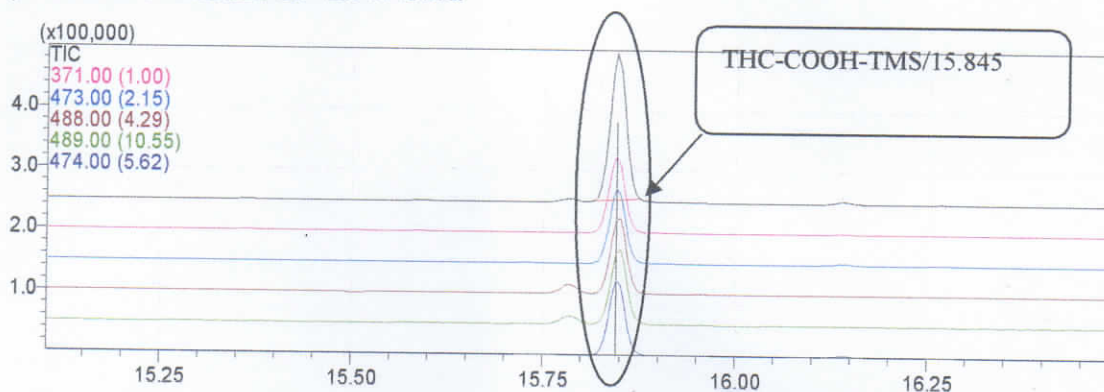
Hal : 3 dari 4

4. Kriteria keberterimaan

Sampel urin dinyatakan Positif mengandung 11-Nor-9-carboxy-delta9-THC (THC-COOH) jika terpenuhi ketentuan sebagai berikut :

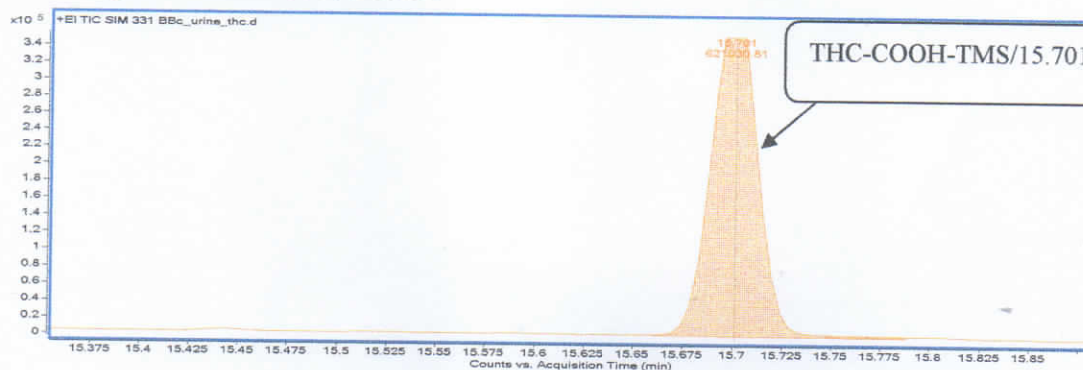
a. Nilai Rt untuk kontrol positif THC-COOH-TMS dan sampel sama, dengan rentang keberterimaan $\pm 0,5$ menit.

1) GCMS Shimadzu QP 2010 Ultra



Gambar 1. Kromatogram GC-MS Standar THC-COOH-TMS (GCMS Shimadzu QP 2010 Ultra).

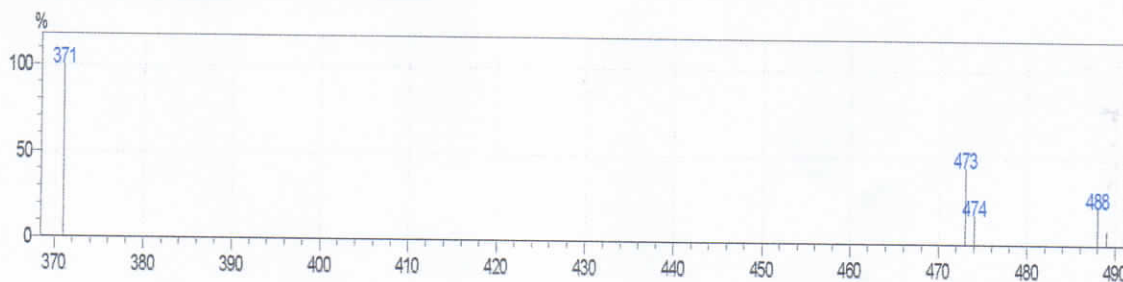
2) GCMS Agilent 7890B-5977B MSD



Gambar 2. Kromatogram GC-MS Standar THC-COOH-TMS (Agilent 7890B-5977B MSD).

b. Fragmen massa untuk THC-COOH-TMS adalah : 371, 473, 488, 489, 474 m/z.

1) GCMS Shimadzu QP 2010 Ultra



Gambar 3. Spektrum massa standar 11-Nor-9-carboxy-delta9-THC-TMS (GCMS Shimadzu QP 2010 Ultra).



**BADAN NARKOTIKA NASIONAL
PUSAT LABORATORIUM NARKOTIKA**

**INSTRUKSI KERJA
LU-IKS 03**

Identifikasi
11-Nor-9-carboxy-delta9-THC
(THC-COOH) dalam Urin

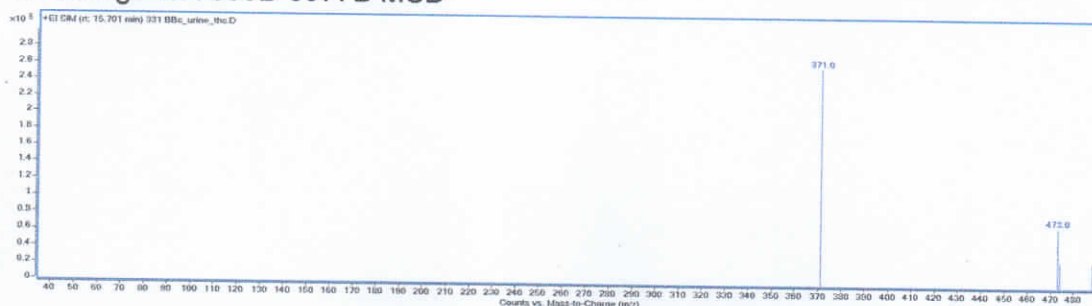
Tgl : 05-06-2026

Ed : 03

Rev : 04

Hal : 4 dari 4

2) GCMS Agilent 7890B-5977B MSD



**Gambar 4. Spektrum massa standar *11-Nor-9-carboxy-delta9-THC-TMS*
(GCMS Shimadzu QP 2010 Ultra).**

C. Literatur

1. Macherey-Nagel, "Extraction of THC and 11-nor- Δ^9 -THC-Carboxylic Acid from Urine.
2. UNODC. *Guidance for the Validation of Analytical Methodology and Calibration of Equipment used for Testing of Illicit Drugs in Seized Materials and Biological Specimens*. UNITED NATIONS. New York, 2009.

D. Dokumen Terkait

1. LU-IKA 01.2 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Shimadzu QP 2010 Ultra.
2. LU-IKA 01.5 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Shimadzu QP2020NX-2030Nexis
3. LU-IKA 01.6 Prosedur Pengoperasian Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS) Agilent 7890B 1-6 dan metode GC-MS.
4. LU-IKM 17 Metode Instrumentasi GC-MS.
5. LU-FRM 10 Formulir Pengujian Sampel.
6. LU-FRM 20 Formulir Analisis GCMS.