



**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

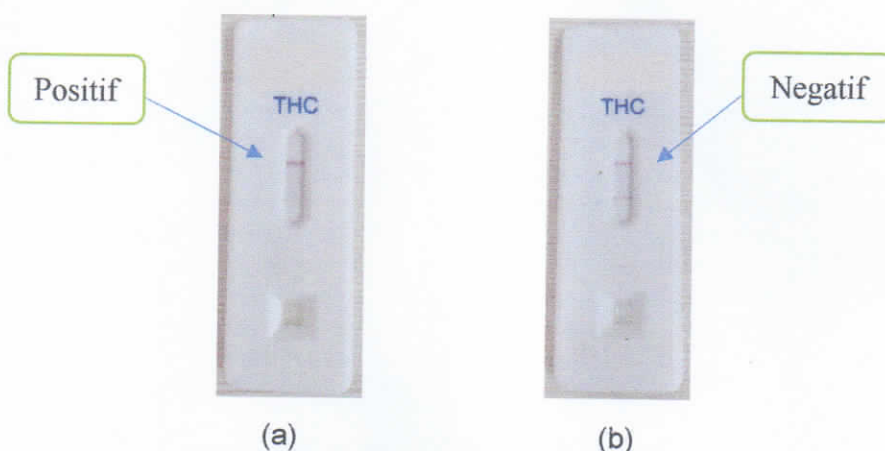
A. Prosedur Skrining dengan menggunakan Rapid Test THC

1. Tahapan

- Urin dimasukkan ke dalam pot plastik.
- Urin diteteskan ke lubang Rapid Test THC sebanyak $\pm$ 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 pengestrak (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

[Signature]

Diperiksa oleh :
Penata Laboratorium
Narkotika Ahli Muda

[Signature]

Disahkan oleh :
Penata Laboratorium
Narkotika Ahli Madya

[Signature]

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 diinjeksikan 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 :

<i>Conditioning column</i>	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.
<i>Loading Sampel</i>	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.
<i>Elution</i>	3,6 mL asetonitril dilewatkan pada kolom dan ditampung menggunakan tabung reaksi.
<i>Derivatisasi</i>	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

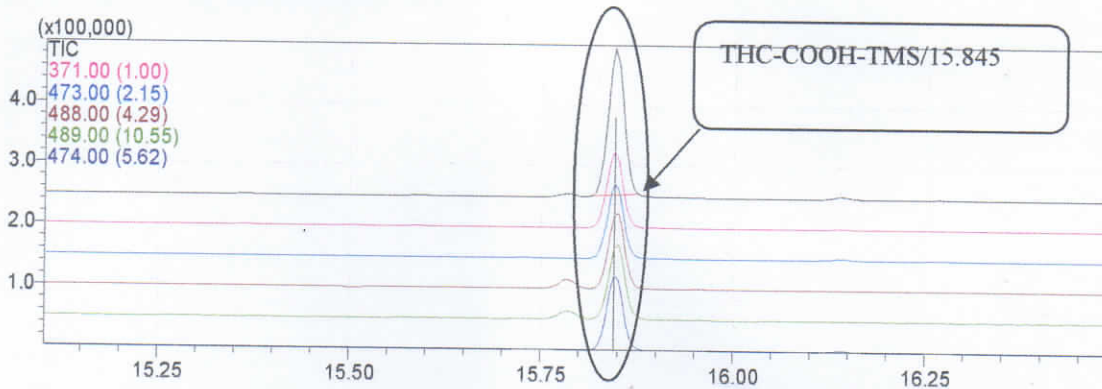
Hal : 3 dari 4

4. Kriteria keberterimaan

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

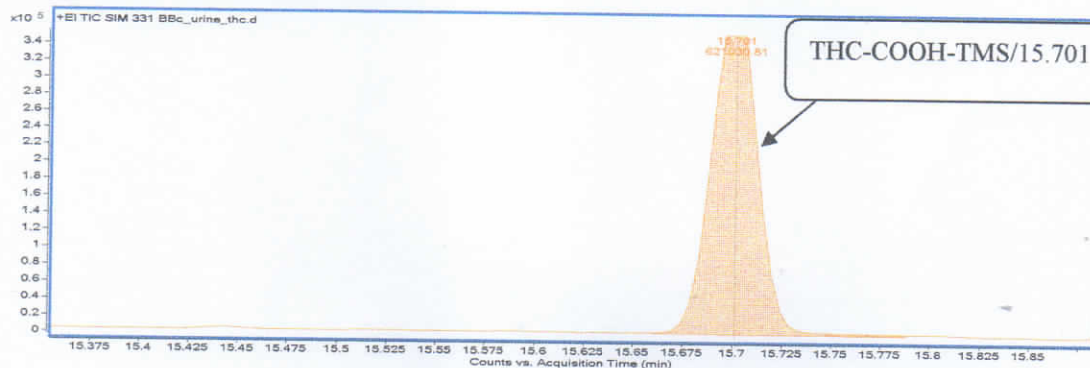
a. Nilai Rt untuk kontrol positif THC-COOH-TMS dan sampel sama, dengan rentang keberterimaan $\pm 0,5$ menit.

1) GCMS Shimadzu QP 2010 Ultra



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

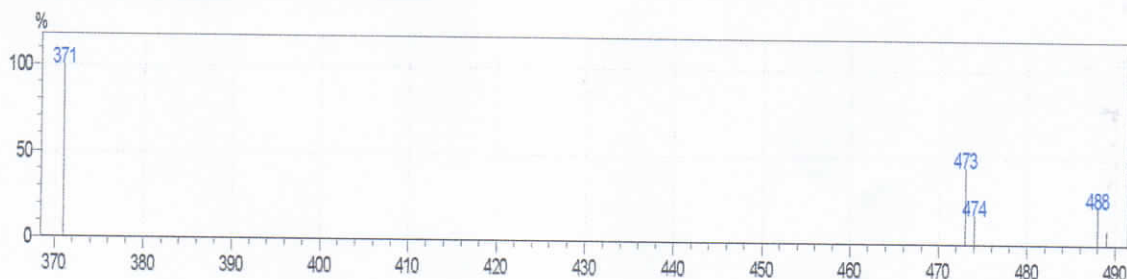
2) GCMS Agilent 7890B-5977B MSD



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

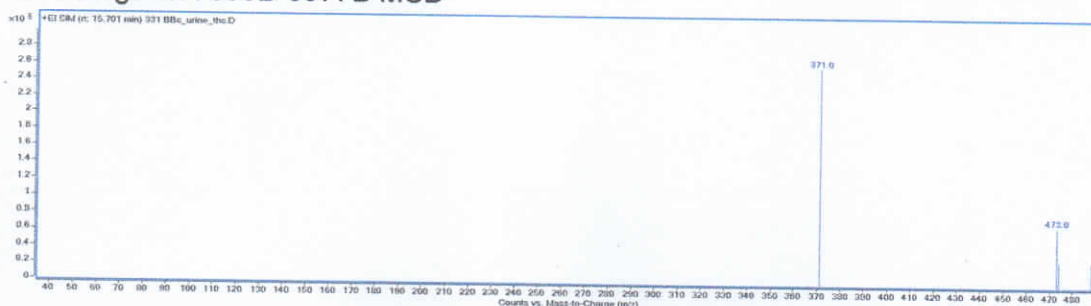
Tgl : 05-06-2026

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.