



PT. PHAROS INDONESIA

Nomor Metoda Analisa Produk Jadi : AD.PJ.01.124.01

Judul Metoda Analisa Produk Jadi : Metoda Analisa Produk Jadi Polysilane Kapsul

Tanggal Berlaku : 21 MAY 2021

Nomor Metoda Analisa Produk Jadi Edisi Sebelumnya : AD.PJ.01.124.00

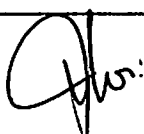
Tanggal Berlaku Edisi Sebelumnya : 16 Februari 2021

Jumlah Halaman : 11 Halaman (diluar halaman lembar pengesahan ini dan sejarah perubahan)

Referensi :

1. USP 42, 2019, United States Pharmacopeial Convention, Inc. 12601, Twinbrook Parkway, Rockville, MD 20852.
2. *Internal Procedures.*
3. *Internal Specifications.*

Pengesahan Dokumen

	Nama	Jabatan	Tanda Tangan	Tanggal
Disusun Oleh	Putri Wulan Sari	AD Staff		18/05/21
Diperiksa Oleh	Agung Dimas Jatmiko	AD Manager		19/05/21
	Siswati Ika Daliana	QC Manager		20/05/21
Disahkan Oleh	Kristin Yunita	QA Manager		21/05/21

SEJARAH PERUBAHAN

No. Dokumen	Alasan Perubahan
AD.PJ.01.124.00	1. Perubahan format dan penomoran dokumen 2. <i>Update</i> kompendial dari USP 38 menjadi USP 42 3. Penyederhanaan perhitungan kadar
AD.PJ.01.124.01	Penambahan pemeriksaan Identifikasi DMPS

Catatan Khusus :

Metode analisa ini dapat digunakan untuk kode produk berikut ini :

- | | |
|----------------------|--------|
| 1. Polysilane Kapsul | 000399 |
| 2. Polysilane Kapsul | 021420 |
| 3. Polysilane Kapsul | 026381 |

Metode Analisa
(MoA)

METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00

Tgl: 16 Februari 2021

Hal 1 dari 11

1. TUJUAN

Sebagai acuan dalam melakukan pemeriksaan Produk Jadi sehingga mengurangi kelalaian maupun kesalahan dalam bekerja.

2. PENANGGUNG JAWAB

2.1 *Staff* dan *Supervisor Departemen Analytical Development (AD)* dan *Quality Control (QC)*, bertanggung jawab dalam melaksanakan metoda analisa ini.

2.2 *Analytical Development (AD)* dan *Quality Control (QC)* dan *Manager* bertanggung jawab atas pelaksanaan Metode Analisa ini.

3. TATA LAKSANA

3.1. KOMPOSISI³

Tiap kapsul gelatin keras mengandung :

Dimethylpolysiloxane 40 mg

3.2. PEMERIKSAAN PARAMETER FISIKA KIMIA

3.2.1 *Final Bulk Mixing*3.2.1.1. Pemeriksaan Pemerian²

1. Siapkan cawan petri berdiameter 15 cm.
2. Pindahkan 1,0 g sampel granul dan amati pemerian sampel.

3.2.1.2. Pemeriksaan Identifikasi

Identifikasi DMPS^{1,2}

Metode Spektrofotometri IR³

Lakukan preparasi larutan standar dan sampel seperti pemeriksaan kadar.

3.2.1.3. Pemeriksaan Kadar dan Keseragaman Massa

Catatan : Pemeriksaan dilakukan terhadap sampel granul atas kanan, atas kiri, tengah, bawah kanan dan bawah kiri

Metode Spektrofotometer IR^{1,2}

Sistem kromatografi

Alat : Spektrofotometer IR

Panjang Gelombang : 7,9 μm (1265,8 cm^{-1})

Cell : Fixed Thickness Cell 0,5 mm (with KBr windows) type 202-32002-28

Blanko : Larutan blanko



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00
Tgl: 16 Februari 2021

Hal 2 dari 11

PERINGATAN :

PROSES ANALISA INI HARUS BENAR-BENAR TERBEBAS DARI AIR, KARENA JIKA ADA KANDUNGAN AIR MAKA AKAN MERUSAK *FIXED THICKNESS*.

Larutan blanko

1. Isi tabung sentrifuga dengan 2,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
2. Masukkan 10 mL toluene ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat, tutup dengan parafilm.
3. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich.
4. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Larutan pencuci

1. Isi tabung sentrifuga dengan 2,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
2. Masukkan 10 mL kloroform ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat, tutup dengan parafilm.
3. Vortex selama 30 detik, sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich.

Pembuatan Larutan Standar

1. Timbang dengan seksama 40,0 mg DMPS standar. Tambahkan 40 mL NaOH 0,1 N, goyang- goyangkan hingga terdispersi.
2. Tambahkan 20 mL toluen, tutup botol dan kocok selama 30 menit tepat dengan shaker skala 8.
3. Pindahkan ke dalam labu kocok dan biarkan memisah.
4. Isi tabung sentrifuga dengan 1 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
5. Pipet 5,0 mL lapisan *toluene* (hati - hati, pastikan yang terambil adalah lapisan paling atas) kemudian masukkan ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat.
6. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Pembuatan Larutan Sampel

1. Gerus granul dengan mortir stamper hingga halus.
2. Timbang dengan seksama serbuk setara dengan 40 mg DMPS (1 x bobot teoritis kapsul), masukkan ke dalam erlemeyer asah 100 mL.

METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00

Tgl: 16 Februari 2021

Hal 3 dari 11

3. Tambahkan 40 mL NaOH 0,1 N, goyang-goyangkan hingga terdispersi.
4. Tambahkan 20 mL toluen, tutup botol dan kocok selama 30 menit tepat dengan shaker skala 8.
5. Pindahkan ke dalam labu kocok dan biarkan memisah.
6. Isi tabung Sentrifuga dengan 1,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
7. Pipet 5,0 mL lapisan toluene (hati-hati, pastikan yang terambil adalah lapisan paling atas) kemudian masukkan ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat.
8. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Cara memasukkan sampel ke dalam *fixed thickness*

1. Ambil *fixed thickness*.
2. Bungkus *cell* dan daerah sekitarnya dengan tissue untuk menghindari tetesan cairan ketika ditetaskan ke *fixed thickness*.
3. Ambil larutan blanko menggunakan spuit 2 mL tanpa jarum.
4. Masukkan larutan blanko ke dalam salah satu lubang *fixed thickness* untuk membilas *cell*, buang larutan blanko melalui lubang yang lain.
5. Ambil larutan blanko menggunakan spuit 2 mL tanpa jarum.
6. Masukkan larutan blanko ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan blanko melalui lubang yang lain.
7. Ambil larutan standar dengan spuit 2 mL tanpa jarum.
8. Masukkan larutan standar ke dalam salah satu lubang *fixed thickness* untuk membilas *cell*, buang larutan standar melalui lubang yang lain.
9. Ambil larutan standar dengan spuit 2 mL tanpa jarum.
10. Masukkan larutan standar ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan standar melalui lubang yang lain.
11. Ambil sampel dengan spuit 2 mL tanpa jarum.
12. Masukkan larutan sampel ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, untuk membilas *cell*, buang larutan sampel melalui lubang yang lain.
13. Ambil larutan sampel dengan spuit 2 mL tanpa jarum.
14. Masukkan larutan sampel ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan sampel melalui lubang yang lain.



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00

Tgl: 16 Februari 2021

Hal 4 dari 11

15. Cuci *fixed thickness* menggunakan larutan pencuci. Pastikan pada saat pencucian, *thickness cell* benar-benar bersih.

NB : Proses pencucian dilakukan untuk setiap ganti sampel atau ganti batch.

Perhitungan :

Hitung kadar DMPS (%) dalam kapsul dengan rumus :

$$\frac{\text{Absorbansi sampel}}{\text{Absorbansi standar}} \times \text{Potensi standar DMPS}$$

3.2.2 Produk Jadi

3.2.2.1 Pemeriksaan Pemerian ²

1. Siapkan cawan petri berdiameter 15 cm.
2. Pindahkan 10 kapsul dan amati pemerian sampel.

3.2.2.2 Pemeriksaan Variasi Bobot ²

1. Ambil secara acak 10 kapsul dari 30 sampel kapsul.
2. Timbang masing-masing kapsul. Catat hasil penimbangan.
3. Keluarkan isi tiap kapsul dengan hati – hati sampai cangkang bersih dari serbuk.
4. Timbang tiap cangkang kapsul kosong dan hitung bobot isi dari tiap kapsul. Catat hasil penimbangan.
5. Hitung bobot rata – rata isi kapsul dengan rumus :

$$\frac{\text{Bobot 10 kapsul terisi} - \text{Bobot cangkang 10 kapsul}}{10} \text{ mg}$$

Catatan : Gunakan data bobot masing-masing dari 10 kapsul dan bobot teoritis, yang diperoleh dalam pemeriksaan bobot rata-rata.

Hitung simpangan bobot isi kapsul dengan bobot terendah (-) dengan rumus :

$$\frac{|(\text{Bobot teoritis isi kapsul}) - (\text{bobot isi kapsul terendah})|}{\text{bobot teoritis isi kapsul}} \times 100\%$$

Hitung simpangan bobot isi kapsul dengan bobot tertinggi (+) dengan rumus :

$$\frac{|(\text{Bobot isi kapsul tertinggi}) - (\text{bobot teoritis isi kapsul})|}{\text{bobot teoritis isi kapsul}} \times 100\%$$



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00

Tgl: 16 Februari 2021

Hal 5 dari 11

3.2.2.3 Pemeriksaan Identifikasi

Identifikasi DMPS^{1,2}Metode Spektrofotometri IR³

Lakukan preparasi larutan standard an sampel seperti pemeriksaan kadar.

3.2.2.4 Pemeriksaan Kadar¹Metode Spektrofotometer IR^{1,2}

Sistem kromatografi

Alat : Spektrofotometer IR

Panjang Gelombang : 7,9 μm (1265,8 cm^{-1})

Cell : Fixed Thickness Cell 0,5 mm (with KBr windows) type 202-32002-28

Blanko : Larutan blanko

PERINGATAN :

PROSES ANALISA INI HARUS BENAR-BENAR TERBEBAS DARI AIR, KARENA JIKA ADA KANDUNGAN AIR MAKA AKAN MERUSAK FIXED THICKNESS.

Larutan blanko

1. Isi tabung sentrifuga dengan 2,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
2. Masukkan 10 mL toluene ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat, tutup dengan parafilm.
3. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich.
4. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Larutan pencuci

1. Isi tabung sentrifuga dengan 2,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
2. Masukkan 10 mL kloroform ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat, tutup dengan parafilm.
3. Vortex selama 30 detik, sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich.



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00
Tgl: 16 Februari 2021

Hal 7 dari 11

5. Ambil larutan blanko menggunakan spuit 2 mL tanpa jarum.
6. Masukkan larutan blanko ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan blanko melalui lubang yang lain.
7. Ambil larutan standar dengan spuit 2 mL tanpa jarum
8. Masukkan larutan standar ke dalam salah satu lubang *fixed thickness* untuk membilas *cell*, buang larutan standar melalui lubang yang lain.
9. Ambil larutan standar dengan spuit 2 mL tanpa jarum
10. Masukkan larutan standar ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan standar melalui lubang yang lain.
11. Ambil sampel dengan spuit 2 mL tanpa jarum
12. Masukkan larutan sampel ke dalam salah satu lubang *fixed thickness* untuk membilas *cell*, buang larutan sampel melalui lubang yang lain.
13. Ambil larutan sampel dengan spuit 2 mL tanpa jarum
14. Masukkan larutan sampel ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan sampel melalui lubang yang lain.
15. Cuci *fixed thickness* menggunakan larutan pencuci. Pastikan pada saat pencucian, *thickness cell* benar-benar bersih.

NB : Proses pencucian dilakukan untuk setiap ganti sampel atau ganti batch.

Perhitungan :

Hitung kadar DMPS (%) dalam kapsul dengan rumus :

$$\frac{\text{Absorbansi sampel}}{\text{Absorbansi standa}} \times \text{Potensi standar DMPS base}$$

3.2.2.5 Pemeriksaan Keseragaman Sediaan ¹Keseragaman Kandungan ^{1,2}Metode Spektrofotometer IR ^{1,2}

Sistem kromatografi

Alat : Spektrofotometer IR

Panjang Gelombang : 7,9 μm (1265,8 cm^{-1})Cell : Fixed Thickness Cell 0,5 mm (with KBr windows) type
202-32002-28

Blanko : Larutan blanko



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00
Tgl: 16 Februari 2021

Hal 6 dari 11

Pembuatan Larutan Standar

1. Timbang dengan seksama 40,0 mg DMPS standar. Tambahkan 40 mL NaOH 0,1 N, goyang- goyangkan hingga terdispersi.
2. Tambahkan 20 mL toluen, tutup botol dan kocok selama 30 menit tepat dengan shaker skala 8.
3. Pindahkan ke dalam labu kocok dan biarkan memisah.
4. Isi tabung sentrifuga dengan 1,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
5. Pipet 5,0 mL lapisan *toluene* (hati - hati, pastikan yang terambil adalah lapisan paling atas) kemudian masukkan ke dalam tabung Sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat.
6. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga *Hettich*. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Pembuatan Larutan Sampel

1. Siapkan 20 kapsul timbang satu per satu dan hitung bobot rata-rata 20:kapsul.
2. Keluarkan isi kapsul dari cangkang.
3. Timbang sejumlah bobot rata-rata isi kapsul yang setara dengan 40 mg, masukkan ke dalam erlemeyer asah 100 mL.
4. Tambahkan 40 mL NaOH 0,1 N, goyang-goyangkan hingga terdispersi.
5. Tambahkan 20 mL toluen, tutup botol dan kocok selama 30 menit tepat dengan shaker skala 8.
6. Pindahkan ke dalam labu kocok dan biarkan memisah.
7. Isi tabung Sentrifuga dengan 1 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
8. Pipet 5,0 mL lapisan toluene (hati- hati, pastikan yang terambil adalah lapisan paling atas) kemudian masukkan ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat.
9. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga *Hettich*. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Cara memasukkan sampel ke dalam *fixed thickness*

1. Ambil *fixed thickness*.
2. Bungkus *cell* dan daerah sekitarnya dengan tissue untuk menghindari tetesan cairan ketika ditetaskan ke *fixed thickness*.
3. Ambil larutan blanko menggunakan spuit 2 mL tanpa jarum.
4. Masukkan larutan blanko ke dalam salah satu lubang *fixed thickness* untuk membilas *cell*, buang larutan blanko melalui lubang yang lain.



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00
Tgl: 16 Februari 2021

Hal 8 dari 11

PERINGATAN :

**PROSES ANALISA INI HARUS BENAR-BENAR TERBEBAS DARI AIR, KARENA JIKA ADA KANDUNGAN AIR MAKA AKAN MERUSAK-
FIXED THICKNESS.**

Larutan blanko

1. Isi tabung sentrifuga dengan 2,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
2. Masukkan 10 mL toluene ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat, tutup dengan parafilm.
3. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich.
4. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Larutan pencuci

1. Isi tabung sentrifuga dengan 2,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
2. Masukkan 10 mL kloroform ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat, tutup dengan parafilm.
3. Vortex selama 30 detik, sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich.

Pembuatan Larutan Standar

1. Timbang dengan seksama 40,0 mg DMPS standar. Tambahkan 40 mL NaOH 0,1 N, goyang- goyangkan hingga terdispersi.
2. Tambahkan 20 mL toluen, tutup botol dan kocok selama 30 menit tepat dengan shaker skala 8.
3. Pindahkan ke dalam labu kocok dan biarkan memisah.
4. Isi tabung sentrifuga dengan 1,0 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
5. Pipet 5,0 mL lapisan toluene (hati - hati, pastikan yang terambil adalah lapisan paling atas) kemudian masukkan ke dalam tabung Sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat.
6. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Pembuatan Larutan Sampel

1. Siapkan 10 kapsul dan 10 erlemeyer asah 100 mL, timbang satu per satu tepat
2. Keluarkan isi kapsul dari cangkang.
3. Masukkan isi kapsul yang setara dengan 40 mg ke dalam erlemeyer asah 100 mL.



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00
Tgl: 16 Februari 2021

Hal 9 dari 11

4. Tambahkan 40 mL NaOH 0,1 N, goyang-goyangkan hingga terdispersi.
5. Tambahkan 20 mL toluen, tutup botol dan kocok selama 30 menit tepat dengan shaker skala 8.
6. Pindahkan ke dalam labu kocok dan biarkan memisah.
7. Isi tabung Sentrifuga dengan 1 g sodium sulfat anhidrat yang telah dipanaskan di oven pada 105 °C selama 3 jam.
8. Pipet 5,0 mL lapisan toluene (hati-hati, pastikan yang terambil adalah lapisan paling atas) kemudian masukkan ke dalam tabung sentrifuga yang berisi sodium sulfat anhidrat.
9. Vortex selama 30 detik. Sentrifugasi selama 5 menit menggunakan Sentrifuga Hettich. Supernatan digunakan untuk pemeriksaan.

Cara memasukkan sampel ke dalam *fixed thickness*

1. Ambil *fixed thickness*.
2. Bungkus *cell* dan daerah sekitarnya dengan *tissue* untuk menghindari tetesan cairan ketika ditetaskan ke *fixed thickness*.
3. Ambil larutan blanko menggunakan spuit 2 mL tanpa jarum.
4. Masukkan larutan blanko ke dalam salah satu lubang *fixed thickness* untuk membilas *cell*, buang larutan blanko melalui lubang yang lain.
5. Ambil larutan blanko menggunakan spuit 2 mL tanpa jarum.
6. Masukkan larutan blanko ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan blanko melalui lubang yang lain.
7. Ambil larutan standar dengan spuit 2 mL tanpa jarum.
8. Masukkan larutan standar ke dalam salah satu lubang *fixed thickness* untuk membilas *cell*, buang larutan standar melalui lubang yang lain.
9. Ambil larutan standar dengan spuit 2 mL tanpa jarum.
10. Masukkan larutan standar ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan standar melalui lubang yang lain.
11. Ambil sampel dengan spuit 2 mL tanpa jarum.
12. Masukkan larutan sampel ke dalam salah satu lubang *fixed thickness* untuk membilas *cell*, buang larutan sampel melalui lubang yang lain.
13. Ambil larutan sampel dengan spuit 2 mL tanpa jarum.
14. Masukkan larutan sampel ke dalam salah satu lubang *fixed thickness*, tutup kedua lubang *fixed thickness* dengan tutup plastik berwarna putih, baca absorbansinya. Buang larutan sampel melalui lubang yang lain.



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00

Tgl: 16 Februari 2021

Hal 10 dari 11

15. Cuci *fixed thickness* menggunakan larutan pencuci. Pastikan pada saat pencucian, *thickness cell* benar-benar bersih.

NB : Proses pencucian dilakukan untuk setiap ganti sampel atau ganti batch.

Perhitungan :

Hitung kadar DMPS (%) dalam kapsul dengan rumus :

$$\frac{\text{Absorbansi sampel}}{\text{Absorbansi standar}} \times \text{Potensi standar DMPS}$$

Perhitungan *Acceptance Value*

Hitung *Acceptance Value* (AV) dengan rumus:

$$AV = [M - \bar{X}] + k.s$$

$$AV \leq L1$$

Keterangan :

a. Hitung nilai $\bar{X}$ dan s

b. Tentukan nilai M menggunakan tabel berikut :

Variabel	Definisi	Kondisi	Nilai
M (kasus 1) yang digunakan $T \leq 101,5$	Nilai rujukan	Jika $98,5\% \leq \bar{X} \leq 101,5\%$ maka $M = \bar{X}$	$AV = ks$
		Jika $\bar{X} < 98,5\%$ maka $M = 98,5\%$	$AV = 98,5\% - \bar{X} + ks$
		Jika $\bar{X} > 101,5\%$ maka $M = 101,5\%$	$AV = \bar{X} - 101,5\% + ks$

Keterangan :

M = Nilai rujukan sesuai Kandungan rata-rata

$\bar{X}$ = Kandungan rata-rata (%)

k = Konstanta penerimaan (2,4 jika sampel 10, 2,0 jika sampel 30)

s = Simpangan baku sampel

L1 = Nilai penerimaan maksimum, (15)

T = Kandungan yang diklaim. (%)

3.3 CARA PEMBUATAN LARUTAN

HCl encer

Masukkan 71,43 mL HCl P dan masukkan ke dalam labu ukur 250 mL. Encerkan dengan *purified water* hingga tanda batas.



METODA ANALISA PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

No : AD.PJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No: AD.PJ.01.124.00

Tgl: 16 Februari 2021

Hal 11 dari 11

3.4 KETERANGAN

Metode Analisa dibuat berdasarkan validasi metode analisa kadar yang telah divalidasi.

No.	Metode Analisa Kadar	No. dan Tanggal Laporan Validasi
1	Spektrofotometri IR	LVAR026381 (01 Maret 2017)

4 JADWAL PENILAIAN KEMBALI

Metoda analisa ditinjau setiap 2 tahun, jika ada perubahan *new version* dari acuan monografi namun tidak ada perubahan isi maka cukup ditambahkan *addendum* yang berisi hasil *review* tidak ada perubahan tersebut.

Tanggal	Nama	Usulan	TTD

5 DISTRIBUSI

NO	DEPARTEMEN
1	AD PT. Pharos Indonesia
2	QC PT. Pharos Indonesia
3	QC PT. Prima Medika Laboratories

6. AKHIR DARI METODA ANALISA INI



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN PEMERIKSAAN
PRODUK JADI

POLYSILANE KAPSUL

NO : LPJ.01.124.01

Tanggal Berlaku :

21 MAY 2021

Mengganti No : LPJ.01.124.00

Tgl : 16 Februari 2021

Hal 1 dari ...

Blanko dapat digunakan untuk kode produk berikut : 000399 / 021420 / 026381 * coret yang tidak perlu

No. Batch / Lot produksi :

Jumlah sampel : - Bulk Final Mixing :
: - Produk Jadi :Titik
Kapsul

JENIS PEMERIKSAAN	HASIL	SYARAT
-------------------	-------	--------

1. Produk Antara (Granul)

1. Pemerian ²	1.	1. Sampel harus berupa granul berwarna putih, tidak berbau.
2. Identifikasi ¹	2.	2. Profil absorbansi infra red pada larutan sampel harus sama dengan larutan standar.
3. Kadar dan Homogenitas ^{1,2}	3. Titik Atas = % Titik Tengah = % Titik Bawah = % RSD = %	3. 85,0 – 115,0 % ; RSD ≤ 6,0 %

2. Produk Jadi

1. Pemerian ²	1.	1. Sampel harus berupa kapsul gelatin keras no.0, kapsul transparan, isi granul berwarna putih dan tidak berbau.
2. Variasi Bobot ²	2. a. (-) % b. (+) %	2. ± 10,0 % (Berat teoritis = 400,0 mg)
3. Identifikasi ¹	3.	3. Profil absorbansi infra red pada larutan sampel harus sama dengan larutan standar.
4. Kadar ¹	4. Kadar = %	4. 85,0 – 115,0 %
5. Keseragaman Sediaan ¹	5. Keseragaman Kandungan (1) % (6) % (2) % (7) % (3) % (8) % (4) % (9) % (5) % (10) % $\bar{X}$: % k : 2,4 s : % M : % AV =	5. Keseragaman Kandungan AV ≤ L1, L1 = 15 Catatan : Jika acceptance value > 15 lakukan pengujian dengan tambahan 20 kapsul. Syarat : Acceptance value ≤ 15, tidak ada satupun kadar kapsul yang kurang dari 0,75M dan tidak satupun kadar kapsul yang lebih besar dari 1,25M

3. Produk Setelah Kemasan Primer

1. Kebocoran ^{2*}	1.	1. Tidak bocor
----------------------------	----	----------------

Catatan:

*Diambil dari data pemeriksaan IPC

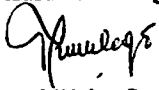
Jika dibutuhkan halaman tambahan maka digunakan halaman di balik LPJ ini.

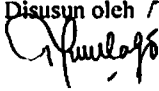
Referensi :

1. USP 42, 2019, The United States Pharmacopoeial Convention, Inc. 12601, Twinbrook Parkway, Rockville, MD 20852

2. Internal specifications.

ANALIS	DITERIMA	DITOLAK
Nama :	Nama :	Nama :
Paraf :	Paraf :	Paraf :
Tgl :	Tgl :	Tgl :

PT. PHAROS INDONESIA  Pharos	Spesifikasi Produk Jadi POLYSILANE KAPSUL	No. : SPJ.01.124.01 Tanggal Berlaku : 21 MAY 2021 Mengganti No : SPJ.01.124.00 Tgl : 16 Feb 2021
Disusun oleh /Tgl  (Putri Wulan Sari) Analytical Development Staff	Disetujui oleh /Tgl  (Agung Dimes Jatmiko) Analytical Development Manager	Hal 1 dari 2
1. SPESIFIKASI BERLAKU UNTUK KODE PRODUK BERIKUT : 000399 / 021420 / 026381		
2. KOMPOSISI Tiap kapsul gelatin keras mengandung : Dimethylpolysiloxane 40 mg		
3. PUSTAKA 1. USP 42, 2019, United States Pharmacopoeial Convention, Inc. 12601, Twinbrook Parkway, Rockville, MD 20852 2. Internal specifications.		
4. ANALISIS		
4.1. Bulk Final Mixing		
Jenis Pengujian	Satuan	Persyaratan
Pemerian ²	-	Sampel harus berupa granul berwarna putih, tidak berbau.
Identifikasi ¹	-	Profil absorbansi infra red pada larutan sampel harus sama dengan larutan standar.
Kadar dan Homogenitas ^{1,2}	-	85,0 – 115,0 % ; RSD ≤ 6,0 %
4.2. Produk Jadi		
Pemerian ²	-	Sampel harus berupa kapsul gelatin keras no.0, kapsul transparan, isi granul berwarna putih dan tidak berbau.
Variasi Bobot ²	mg	± 10,0 % (Berat teoritis = 400,0 mg)
Identifikasi ¹	-	Profil absorbansi infra red pada larutan sampel harus sama dengan larutan standar.
Kadar ¹	%	85,0 – 115,0
Keseragaman Sediaan ¹	-	Keseragaman Kandungan AV ≤ L1, L1 = 15
4.3. Produk Setelah Kemas Primer		
Kebocoran ^{2 **}	-	Tidak Bocor

PT. PHAROS INDONESIA  Pharos	Spesifikasi Produk Jadi POLYSILANE KAPSUL	No. : SPJ.01.124.01 Tanggal Berlaku : 21 MAY 2021 Mengganti No : SPJ.01.124.00 Tgl : 16 Feb 2021
Disusun oleh /Tgl  (Putri Wulan Sari) Analytical Development Staff	Disetujui oleh /Tgl  (Agung Dimas Jatmiko) Analytical Development Manager	Hal 2 dari 2
* Data diambil dari produk ruahan ** Data diambil dari pemeriksaan IPC		
5. Riwayat Perubahan		
No. Dokumen	Perubahan	
SPJ.01.124.00	Spesifikasi pertama kali dibuat	
SPJ.01.124.01	Penambahan spesifikasi identifikasi DMPS	

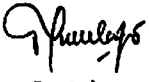
PERHITUNGAN BIAYA PENGGUNAAN REAGEN ANALISA

Nama Produk : POLYSILANE KAPSUL
 No. MOA : AD.PJ.01.124.01

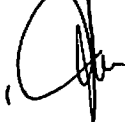
No	Nama Reagen	Kode Item	Ukuran Kemasan		Harga per kemasan	Total Kebutuhan	Total Harga
1	Sodium Sulfat Anhidrat	1101508	1000	gr	Rp 392,371.00	25 gr	Rp 9,809
2	Toluene	1102827	4000	ml	Rp 1,285,979.00	445 ml	Rp 143,065
3	Kloroform	1101285	2500	ml	Rp 418,453.00	20 ml	Rp 3,348
4	HCL	1102799	2500	gr	Rp 601,484.00	285.72 gr	Rp 68,742
Total Biaya penggunaan reagen analisa							Rp 224,964

*Biaya tersebut dihitung berdasarkan analisa sesuai standar MoA, biaya dapat berbeda untuk kebutuhan validasi proses dan lain-lain.

Dibuat oleh


 (Putri Wulan Sari)

Diperiksa



Total Harga	
Rp	9,809
Rp	143,065
Rp	3,348
Rp	68,742
Rp	224,964

Total Harga	
Rp	9,809
Rp	143,065
Rp	3,348
Rp	68,742
Rp	224,964

Total Harga	
Rp	9,809
Rp	143,065
Rp	3,348
Rp	68,742
Rp	224,964

June 4 19
2007 2:19

Simethicone Capsules

DEFINITION

Simethicone Capsules contain an amount of polydimethylsiloxane $((-\text{CH}_3)_2\text{SiO}-)_n$ that is NLT 85.0% and NMT 115.0% of the labeled amount of simethicone.

IDENTIFICATION

- **A. INFRARED ABSORPTION (197S)**
Standard solution, Sample solution, and Blank: Prepare as directed in the Assay.
Cell: 0.5 mm
Acceptance criteria: Meet the requirements

ASSAY

- **PROCEDURE**

Perform this procedure on at least 3 individual Capsules. The mean of the assay values obtained is the assay value.

Standard solution: Prepare similarly to the *Sample solution*, except use 2.5 mg/mL of USP Polydimethylsiloxane RS in toluene.

Sample solution: Transfer 1 Capsule to a round, narrow-mouth, screw-capped, 120-mL bottle. Add 20 mL of 6 N hydrochloric acid, and allow to stand, with frequent swirling, until the Capsule has dissolved. Add 10.0 mL of toluene for each 25 mg of the labeled amount of simethicone in the Capsule, close the bottle securely with a cap having an inert liner, and shake by mechanical means for 5 min. Allow the phases to separate, draw off 10 mL of the upper organic (toluene) layer to a test tube containing 0.5 g of anhydrous sodium sulfate, agitate vigorously for 30 s, and allow the mixture to settle. If necessary, centrifuge the mixture to obtain a clear solution.

Blank: Prepare similarly to the *Sample solution*, except use 10 mL of toluene.

Analysis

Samples: *Standard solution* and *Sample solution* Concomitantly determine the absorbances of the *Standard solution* and the *Sample solution* in 0.5-mm cells at the wavelength of maximum absorbance at about 7.9 μm , with a suitable IR spectrophotometer, using the *Blank* to set the instrument.

Calculate the percentage of polydimethylsiloxane $((-\text{CH}_3)_2\text{SiO}-)_n$ in the Capsule taken:

$$\text{Result} = (A_U/A_S) \times C_S \times V \times (1/L) \times 100$$

- A_U = absorbance of the *Sample solution*
 A_S = absorbance of the *Standard solution*
 C_S = concentration of USP Polydimethylsiloxane RS in the *Standard solution* (mg/mL)
 V = volume of toluene used to prepare the *Sample solution* (mL)
 L = labeled amount of simethicone (mg/Capsule)

Acceptance criteria: 85.0%–115.0%

PERFORMANCE TESTS

• DISINTEGRATION (701)

For hard gelatin capsules

Time: 30 min, determined using water

For soft gelatin capsules

Time: 30 min, determined using 1.0% octoxynol-9 (w/w) in water, using disks

Acceptance criteria: Meet the requirements

- **UNIFORMITY OF DOSAGE UNITS (905):** Meet the requirements

ADDITIONAL REQUIREMENTS

- **PACKAGING AND STORAGE:** Preserve in well-closed containers.
- **USP REFERENCE STANDARDS (11)**
USP Polydimethylsiloxane RS

Simethicone Emulsion

DEFINITION

Simethicone Emulsion is a water-dispersible form of Simethicone composed of Simethicone, suitable emulsifiers, preservatives, and water. It may contain suitable viscosity-increasing agents. It contains an amount of polydimethylsiloxane $((-\text{CH}_3)_2\text{SiO}-)_n$ that is NLT 85.0% and NMT 110.0% of the labeled amount of simethicone.

IDENTIFICATION

- **A. INFRARED ABSORPTION (197)**

Standard solution and Sample solution: Prepare as directed in the Assay.

Analysis: Place a suitable amount of the *Sample solution* in a suitable container, and dry it with a stream of nitrogen or other appropriate means to evaporate the solvent. Similarly proceed with the *Standard solution*. Record the spectra of the residues using (197A) or (197F), and examine the spectra in the range between 1400 cm^{-1} and 700 cm^{-1} .

Acceptance criteria

For spectra obtained using (197A): The spectrum from the *Sample solution* shows strong bands at $1260 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$, $1015 \pm 15 \text{ cm}^{-1}$, and $795 \pm 15 \text{ cm}^{-1}$, and a broad shoulder at $1085 \pm 15 \text{ cm}^{-1}$, similar to the spectrum from the *Standard solution*. [NOTE—The exact maxima of the broad shoulder near 1085 cm^{-1} may differ by up to 15 cm^{-1} for the spectra from the *Sample solution* and the *Standard solution*.]

For spectra obtained using (197F): The spectrum from the *Sample solution* shows a strong band at $1260 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$ and partially resolved bands near $1095 \pm 15 \text{ cm}^{-1}$, $1020 \pm 15 \text{ cm}^{-1}$, and $800 \pm 15 \text{ cm}^{-1}$, similar to the spectrum from the *Standard solution*.

ASSAY

- **PROCEDURE**

Use glass apparatus only; avoid use of plasticware. Proper mixing of the Emulsion before sampling and testing is crucial.

Standard solution: 2 mg/mL of USP Polydimethylsiloxane RS in toluene. Treat a 25.0-mL aliquot of this solution in the same manner as the *Blank*, beginning with "add 50 mL of dilute hydrochloric acid (2 in 5)..."

Sample: Equivalent to 50 mg of simethicone from the Emulsion

Sample solution: To the *Sample* add 25.0 mL of toluene. Treat in the same manner as the *Blank*, beginning with "add 50 mL of dilute hydrochloric acid (2 in 5)..."

Instrumental conditions

(See *Mid-Infrared Spectroscopy* (854).)

Mode: Infrared

Cell: 0.5 mm

Analytical wavelength: Maximum absorbance at about 7.9 μm (1259 cm^{-1})

Blank: To 25.0 mL of toluene add 50 mL of dilute hydrochloric acid (2 in 5), close the bottle securely with a cap having an inert liner, vigorously shake by hand for 5 s, then shake for 5–20 min on a suitable shaker.

Side note: The following shakers were found suitable for a