



PT. PHAROS INDONESIA

**PROTOKOL VERIFIKASI METODA ANALISIS PENETAPAN KADAR
DALAM MICONAZOLE NITRATE**

No. Dokumen : PV/AD/BB/2025/019.1.00

Disusun Oleh :

Nama	Jabatan	Tanda Tangan
Rini Astuti	<i>R&D Analytical Development Supervisor</i>	

Diperiksa Oleh :

Nama	Jabatan	Tanda Tangan
Iin Agreeani Sitohang	<i>R&D Analytical Development Manager</i>	



PT. PHAROS INDONESIA

**PROTOKOL VERIFIKASI METODE
ANALISIS PENETAPAN KADAR
DALAM MICONAZOLE NITRATE**

No. : PV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

18 NOV 2025

1. TUJUAN

Untuk melakukan penyesuaian spesifikasi dan metode analisis penetapan kadar Miconazole nitrate terhadap monografi terbaru dan sesuai dengan tujuan penerapannya.

2. RUANG LINGKUP

Protokol ini ditujukan untuk verifikasi metode analisis penetapan kadar bahan baku Miconazole nitrate

3. REFERENSI

Farmakope Indonesia VI Tahun 2020 "Mikonazol Nitrat" Halaman 1176 - 1177.

4. TANGGUNG JAWAB

R&D Analytical Development Scientist bertanggung jawab melaksanakan verifikasi metode analisis sesuai dengan protokol verifikasi metode analisis, mencatat semua informasi/data dan hasil yang diperoleh dari pelaksanaan verifikasi metode analisis.

R&D Analytical Development Supervisor bertanggung jawab merencanakan verifikasi metode analisis, membuat protokol metode analisis, mengawasi kinerja dan memastikan kelengkapan catatan analisis.

R&D Analytical Development Manager bertanggung jawab mengkaji dan menyetujui protokol sebelum dilaksanakan verifikasi metode analisis, menilai data dan memberikan persetujuan dalam laporan verifikasi metode analisis.

5. PARAMETER VERIFIKASI

Akan dilakukan verifikasi terhadap analisis kadar mencakup parameter sebagai berikut :

5.1. Uji Kesesuaian Sistem

5.2. Akurasi

5.3. Presisi

5.3.1 Ripitabilitas

5.3.2 Presisi antara



PT. PHAROS INDONESIA

**PROTOKOL VERIFIKASI METODE
ANALISIS PENETAPAN KADAR
DALAM MICONAZOLE NITRATE**

No. : PV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

18 NOV 2025

6. REAGEN DAN MATERIAL

Reagen

No	Nama Reagen	Grade
1	<i>Anhydrous acetic acid</i>	<i>Analysis</i>
2	<i>Perchloric acid</i>	<i>Analysis</i>
3	<i>Potassium hydrogen phthalate</i>	<i>Analysis</i>
4	<i>Glacial acetic acid</i>	<i>Analysis</i>

Material

1. Sampel Miconazole nitrate

7. PROSEDUR

7.1. Sistem Autotitrator

Alat	: Autotitrator 916 Ti-Touch
Dosing	: 20 mL
Elektroda	: Pt Titrode (Elektroda Pt)
Titran	: <i>Perchloric acid</i> 0,1 N
Det U	<i>Titration rate</i> : Optimal
	Temperatur : 25°C
	<i>Ep criterion</i> : 5
	<i>Ep recognition</i> : <i>Greatest</i>

7.2. Uji Kesesuaian Sistem

Pembuatan Larutan Asam Perklorat 0,1 N

Pipet 8,5 mL *Perchloric acid* ke dalam 900 mL *glacial acetic acid*, tambahkan 30 mL *Anhydrous acetic acid*, dinginkan dan tambahkan *glacial acetic acid* hingga 1000 mL. Biarkan selama 24 jam.



PT. PHAROS INDONESIA

**PROTOKOL VERIFIKASI METODE
ANALISIS PENETAPAN KADAR
DALAM MICONAZOLE NITRATE**

No. : PV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

18 NOV 2025

Pembakuan

Timbang saksama lebih kurang 170 mg *Potassium hydrogen phthalate* larutkan dalam 50 mL *Anhydrous acetic acid* dalam *beaker glass* 250 mL. Tambahkan 0,05 mL kristal violet dan titrasi dengan larutan *Perchloric acid* sampai warna ungu berubah menjadi hijau biru. Lakukan penetapan blangko. Hitung normalitas larutan.

$$\text{Normalitas} = \frac{\text{Massa KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 \text{ (g)}}{0,20422 \times \text{Volume HClO}_4 \text{ terkoreksi (mL)}}$$

7.3. Akurasi

Tiga rentang akurasi yang digunakan pada parameter Akurasi yaitu 80%, 100% dan 120%.

Larutan Blangko

Lakukan penetapan blangko dengan 50 mL larutan *glacial acetic acid*. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Larutan Akurasi 80%

1. Timbang dengan seksama 280 mg sampel Miconazole nitrate, masukkan ke dalam gelas beaker.
2. Larutkan dengan 50 mL *glacial acetic acid*, kemudian kocok hingga homogen.
3. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Catatan : Setiap mL *perchloric acid* 0,1 N setara dengan 47,92 mg Miconazole nitrate

Larutan Akurasi 100%

1. Timbang dengan seksama 350 mg sampel Miconazole nitrate, masukkan ke dalam gelas beaker.
2. Larutkan dengan 50 mL *glacial acetic acid*, kemudian kocok hingga homogen.
3. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Catatan : Setiap mL *perchloric acid* 0,1 N setara dengan 47,92 mg Miconazole nitrate.

Larutan Akurasi 120%

1. Timbang dengan seksama 420 mg sampel Miconazole nitrate, masukkan ke dalam gelas beaker.
2. Larutkan dengan 50 mL *glacial acetic acid*, kemudian kocok hingga homogen.



PT. PHAROS INDONESIA

**PROTOKOL VERIFIKASI METODE
ANALISIS PENETAPAN KADAR
DALAM MICONAZOLE NITRATE**

No. : PV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

18 NOV 2025

3. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Catatan : Setiap mL *perchloric acid* 0,1 N setara dengan 47,92 mg Miconazole nitrate.

Pengukuran

Titrasi larutan dengan urutan sebagai berikut:

Komponen	Replikasi Preparasi	Replikasi Titrasi
Larutan Blangko	2	1
Larutan akurasi 80%	3	1
Larutan akurasi 100%	3	1
Larutan akurasi 120%	3	1

Perhitungan

Hitung bobot *Recovery* dari Miconazole nitrate:

$$\text{Bobot Recovery} = \frac{(V_s - V_b) \times 47,92 \times N \text{ perchloric acid}}{0,1 \times K}$$

Keterangan:

V_s : Volume titran untuk titrasi sampel (mL)

V_b : Volume titran untuk titrasi blanko (mL)

N : Normalitas *perchloric acid* (N)

K : Rata-rata kadar presisi (mg/mL)

Hitung % *Recovery* dari Miconazole nitrate:

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{Bobot Recovery}}{\text{Bobot Teoritis}} \times 100\%$$

Kriteria Penerimaan

Parameter	Kriteria penerimaan
Rata-rata % <i>Recovery</i> larutan akurasi	(98,0 – 102,0)%

7.4.Presisi

7.4.1 Presisi Ripitabilitas

Ripitabilitas dilakukan bersama dengan akurasi pada replikasi 3x. Ripitabilitas dievaluasi dari %RSD dari setiap konsentrasi.

Kriteria Penerimaan

Parameter	Kriteria penerimaan
Rata-rata %RSD	$\leq 2,0\%$

7.4.2 Presisi Antara

Presisi antara dilakukan dengan analisis berbeda pada hari yang berbeda.

Larutan Blangko

Lakukan penetapan blangko dengan 50 mL *glacial acetic acid*. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Larutan Sampel

1. Timbang dengan seksama 350 mg sampel Miconazole nitrate, masukan ke dalam gelas beaker.
2. Larutkan dalam 50 mL *glacial acetic acid*, kemudian kocok hingga homogen.
3. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Catatan : Setiap mL *perchloric acid* 0,1 N setara dengan 47,92 mg Miconazole nitrate. Lakukan preparasi larutan sampel dan larutan blangko sebanyak 6 replikasi. Hitung % kadar

Perhitungan :

$$\text{Kadar (\%)} = \frac{(V_s - V_b) \times 47,92 \times N \text{ perchloric acid}}{0,1 \times W_{spl}} \times 100$$

Keterangan :

- V_s : Volume titran yang digunakan untuk titrasi sampel (mL)
 V_b : Volume titran yang digunakan untuk titrasi blangko (mL)
 N : Normalitas *perchloric acid* (N)
 W_{spl} : Bobot sampel (mg)



PT. PHAROS INDONESIA

**PROTOKOL VERIFIKASI METODE
ANALISIS PENETAPAN KADAR
DALAM MICONAZOLE NITRATE**

No. : PV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

18 NOV 2025

Kriteria Penerimaan

Parameter	Kriteria penerimaan
% Kadar	(98,0 – 102,0)% <i>on the dried basis</i>
% RSD antar analisis	$\leq 2,0\%$

7.5. Dokumentasi

Data penimbangan dan dokumentasi gambar hasil analisis dicatat pada lembar *raw data* verifikasi metode analisis.

8. REVALIDASI

Revalidasi dilakukan apabila terdapat perubahan monografi acuan atau konsentrasi larutan. Pengujian revalidasi dapat dilakukan validasi penuh atau validasi parsial sesuai justifikasi.



PT. PHAROS INDONESIA

**PROTOKOL VERIFIKASI METODE
ANALISIS PENETAPAN KADAR
DALAM MICONAZOLE NITRATE**

No. : PV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

18 NOV 2025

SEJARAH PERUBAHAN

No.	No. Dokumen	Tgl. berlaku	Menggantikan		Keterangan
			Dokumen No.	Tgl. Berlaku	
1.	PV/AD/BB/2025/019 .1.00	18 NOV 2025	NA	NA	Dokumen baru berdasarkan Farmakope Indonesia VI Tahun 2020 "Mikonazol Nitrat" Halaman 1176 - 1177.



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE ANALISIS
KADAR DALAM BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No. Dokumen : LV/AD/BB/2025/019.1.00

Disusun Oleh :

Nama	Jabatan	Tanda Tangan
Rini Astuti	<i>R&D Analytical Development Supervisor</i>	

Diperiksa Oleh :

Nama	Jabatan	Tanda Tangan
Iin Agreeani Sitohang	<i>R&D Analytical Development Manager</i>	



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2026

1. TUJUAN

Untuk melakukan penyesuaian spesifikasi dan metode analisis kadar dalam bahan baku *Miconazole Nitrate* terhadap monografi terbaru dan sesuai dengan tujuan penerapannya.

2. RUANG LINGKUP

Verifikasi ini dilakukan terhadap metode analisis penetapan kadar dalam bahan baku *Miconazole Nitrate* dengan menggunakan metode titrasi.

3. REFERENSI

Farmakope Indonesia VI Tahun 2020 “Mikonazol Nitrat” Halaman 1176 -1177.

4. PERSONIL

R&D Analytical Development Scientist : Anggi Joy Lawrence dan Fabyoke Arasy Fortunata

R&D Analytical Development Supervisor : Rini Astuti

R&D Analytical Development Manager : Iin Agreeani Sitohang

5. INFORMASI INSTRUMEN

Tabel 1. Instrumen

No.	Instrumen	Brand/Type	No. Instrumen	Tanggal Re-Kalibrasi
1	<i>Autotitrator</i>	Metrohm/916 Ti-Touch	PI-AD-ATR-083	06 November 2026
2	Timbangan	Sartorius/BCE224I-1S	PI-AD-TBG-028	22 September 2026
3	Timbangan	Sartorius/BCE224I-1S	PI-AD-TBG-066	10 September 2026
4	Sonikator	Daihan/LUC-420	PI-AD-UTR-056	NA
5	<i>Ultrapure Water System</i>	Sartorius/ Arium Comfort	PI-AD-ARC-049	NA



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

06 JAN 2026

6. INFORMASI REAGEN DAN MATERIAL

Tabel 2. Reagen

No.	Reagen	Grade	Manufacturer	No. Batch/Lot	Expired Date
1.	Anhydrous Acetic Acid	Analytical	Merck	K55494042404	30 September 2026
2.	Potassium Hydrogen Phtalate	Analytical	Merck	K56207974440	30 September 2029
3.	Perchloric Acid	Analytical	Smart Lab	A012404003	01 April 2027
4.	Glacial Acetic Acid	Analytical	Merck	K56414363502	31 Desember 2029

Tabel 3. Material

No.	Material	Manufacturer	Formula/ Batch No.	Manufacturing Date	Expired Date
1.	Miconazole Nitrate	Gufic Biosciences Limited	AG240076E	Mei 2024	April 2029

7. DEVIASI

Tidak ada deviasi dari protokol.



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2026

8. HASIL

8.1 Uji Kesesuaian Sistem

Tabel 4. Pembakuan Larutan *Perchloric Acid* 0,1 N

No.	Bobot <i>Potassium Hydrogen Phthalate</i> (mg)	Volume <i>Perchloric Acid</i> Terkoreksi (mL)	Normalitas <i>Perchloric Acid</i> (N)
1	170,0	8,3162	0,1001
2	170,0	8,3378	0,0998
Rata-rata			0,0999

8.2 Akurasi

Tabel 5. Pembakuan Larutan *Perchloric Acid* 0,1 N

No.	Bobot <i>Potassium Hydrogen Phthalate</i> (mg)	Volume <i>Perchloric Acid</i> Terkoreksi (mL)	Normalitas <i>Perchloric Acid</i> (N)
1	170,0	8,3162	0,1001
2	170,0	8,3378	0,0998
Rata-rata			0,0999



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2025

Tabel 6. Larutan Akurasi

Konsentrasi (%)	Bobot Sampel (mg)	Volume Titran (mL)	Bobot <i>Recovery</i> (mg)	<i>Recovery</i> (%)	Rata-rata <i>Recovery</i> (%)
80	280,0	5,82	276,8	98,8	98,9
	280,0	5,81	276,4	98,7	
	280,0	5,84	277,8	99,2	
100	350,0	7,36	351,2	100,3	100,8
	350,0	7,39	352,6	100,7	
	350,0	7,44	355,1	101,5	
120	420,0	8,80	420,4	100,1	100,3
	420,0	8,79	420,0	100,0	
	420,0	8,87	423,8	100,9	
Minimum				98,7	
Maksimum				101,5	
Rata-rata				100,0	

Catatan: Volume blanko = 0,0790 mL

Tabel 7. Kriteria Penerimaan

Parameter	Hasil	Kriteria Penerimaan
Rata-rata <i>Recovery</i> larutan akurasi (%)	100,0%	98,0 – 102,0%

Kesimpulan : Akurasi memenuhi syarat.

8.3 Presisi Rিপিতাৰিতা

Tabel 8. Pembakuan Larutan *Perchloric Acid* 0,1 N

No.	Bobot <i>Potassium Hydrogen Phthalate</i> (mg)	Volume <i>Perchloric Acid</i> Terkoreksi (mL)	Normalitas <i>Perchloric Acid</i> (N)
1	170,0	8,3162	0,1001
2	170,0	8,3378	0,0998
Rata-rata			0,0999



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2026

Tabel 9. Larutan Presisi Rিপিতাৰিতা

Konsentrasi (%)	Bobot Sampel (mg)	Volume Titran (mL)	Bobot Recovery (mg)	Recovery (%)	Rata-rata Recovery (%)	RSD Rata-rata Recovery (%)	Rata-rata RSD Seluruh Recovery (%)	
80	280,0	5,82	276,8	98,8	98,9	0,3	0,4	
	280,0	5,81	276,4	98,7				
	280,0	5,84	277,8	99,2				
100	350,0	7,36	351,2	100,3	100,8	0,6		
	350,0	7,39	352,6	100,7				
	350,0	7,44	355,1	101,5				
120	420,0	8,80	420,4	100,1	100,3	0,5		
	420,0	8,79	420,0	100,0				
	420,0	8,87	423,8	100,9				
Minimum				98,7				
Maksimum				101,5				
Rata-rata				100,0				

Catatan : Volume blanko = 0,0790 mL

Keterangan :

RSD (Relative Standard Deviation)

Tabel 10. Kriteria Penerimaan

Parameter	Hasil	Kriteria Penerimaan
Rata-rata RSD Seluruh Recovery (%)	0,4%	$\leq 2,0\%$

Kesimpulan : Presisi ripitabilitas memenuhi syarat.



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2026

8.4 Presisi Antara

Tabel 11. Informasi Analis dan Sampel

	Presisi Antara 1	Presisi Antara 2
Nama Analis	Anggi Joy Lawrence	Fabyoke Arasy Fortunata
Tanggal Analisa	01 Desember 2025	03 Desember 2025
Autotitrator	Autotitrator Metrohm 916 Ti-Touch (PI-AD-ATR-083)	
Nama Bahan Baku	Miconazole Nitrate	
Batch No.	AG240076E	
Manuf Date	Mei 2024	
Expiry Date	April 2029	

8.4.1 Presisi Antara Analis 1

Tabel 12. Pembakuan Larutan *Perchloric Acid* 0,1 N

No.	Bobot <i>Potassium Hydrogen Phthalate</i> (mg)	Volume <i>Perchloric Acid</i> Terkoreksi (mL)	Normalitas <i>Perchloric Acid</i> (N)
1	170,0	8,3162	0,1001
2	170,0	8,3378	0,0998
Rata-rata			0,0999



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2025

Tabel 13. Larutan Sampel

Sampel	Bobot Sampel (mg)	Molaritas Titran (N)	Volume Titran Analisa Sampel (mL)	Volume Titran Analisa Larutan Blangko (mL)	Kadar <i>Miconazole Nitrate as is</i> (%)	Kadar <i>Miconazole Nitrate as dried basis</i> (%)
1	350,0	0,0999	7,2743	0,0790	98,4	98,5
2	350,0		7,3826		99,9	100,0
3	350,0		7,3497		99,4	99,5
4	350,0		7,3758		99,8	99,9
5	350,0		7,3123		98,9	99,0
6	350,0		7,3405		99,3	99,4
Rata-rata					99,3	99,4

Catatan : *Loss on Drying* = 0,1%

Tabel 14. Kriteria Penerimaan

Parameter	Hasil	Kriteria Penerimaan
Kadar <i>Miconazole Nitrate</i> (%)	99,4%	98,0% - 102,0% <i>on dried basis</i>

Kesimpulan : Presisi antara analisis 1 memenuhi syarat.

8.4.2 Presisi Antara Analisis 2

Tabel 15. Pembakuan Larutan *Perchloric Acid* 0,1 N

No.	Bobot <i>Potassium Hydrogen Phthalate</i> (mg)	Volume <i>Perchloric Acid</i> Terkoreksi (mL)	Normalitas <i>Perchloric Acid</i> (N)
1	170,0	8,3166	0,1001
2	170,0	8,3520	0,0997
Rata-rata			0,0999



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2025

Tabel 16. Larutan Sampel

Sampel	Bobot Sampel (mg)	Molaritas Titran (N)	Volume Titran Analisa Sampel (mL)	Volume Titran Analisa Larutan Blangko (mL)	Kadar <i>Miconazole Nitrate as is</i> (%)	Kadar <i>Miconazole Nitrate as dried basis</i> (%)
1	350,0	0,0999	7,2738	0,0790	98,4	98,5
2	350,0		7,3085		98,9	99,0
3	350,0		7,3128		98,9	99,0
4	350,0		7,2640		98,3	98,4
5	350,0		7,2858		98,6	98,7
6	350,0		7,2846		98,6	98,7
Rata-rata					98,6	98,7

Catatan : *Loss on Drying* = 0,1%

Tabel 17. Kriteria Penerimaan

Parameter	Hasil	Kriteria Penerimaan
Kadar <i>Miconazole Nitrate</i> (%)	98,7%	98,0% - 102,0% on dried basis

Kesimpulan : Presisi antara analisis 2 memenuhi syarat.



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2026

8.4.3 Komparasi Antara Presisi Analisis 1 dan Analisis 2

Tabel 18. Larutan Sampel

Analisis	Anggi Joy Lawrence	Fabyoke Arasy Fortunata
No.	Presisi Antara 1 (%)	Presisi Antara 2 (%)
1	98,5	98,5
2	100,0	99,0
3	99,5	99,0
4	99,9	98,4
5	99,0	98,7
6	99,4	98,7
Rata-rata	99,4	98,7
%RSD	0,6	0,3
Rata-rata 12 data (%)	99,1	
%RSD 12 data (%)	0,5	

Keterangan :

RSD (Relative Standard Deviation)

Tabel 19. Kriteria Penerimaan

Parameter	Hasil	Kriteria Penerimaan
Rata-rata kadar <i>Miconazole Nitrate</i>	99,1%	98,0% - 102,0% <i>on dried basis</i>
%RSD presisi antara kadar <i>Miconazole Nitrate</i>	0,5%	≤ 2,0%

Kesimpulan : Komparasi presisi antara 1 dan presisi antara 2 (antar analisis) memenuhi syarat.

 PT. PHAROS INDONESIA	LAPORAN VERIFIKASI METODE ANALISIS KADAR DALAM BAHAN BAKU <i>MICONAZOLE NITRATE</i>	No : LV/AD/BB/2025/019.1.00 Tanggal Berlaku : 08 JAN 2026
9. DISKUSI Telah dilakukan verifikasi metode analisis kadar bahan baku <i>Miconazole Nitrate</i> dimana akurasi dilakukan untuk melihat <i>recovery</i> dari konsentrasi zat aktif yang telah diketahui dengan 3 level konsentrasi 80%, 100% dan 120%. %<i>Recovery</i> dari masing-masing level konsentrasi telah dievaluasi dengan hasil memenuhi syarat sesuai Tabel 7. Presisi ripitabilitas dilakukan untuk memastikan %<i>RSD</i> dari <i>recovery</i> larutan akurasi dengan 3 level konsentrasi mendapatkan hasil memenuhi syarat sesuai Tabel 10. Presisi antara dievaluasi untuk memverifikasi kadar bahan baku <i>Miconazole Nitrate</i> oleh 2 analis sesuai acuan monografi Farmakope Indonesia VI Tahun 2020 “Mikonazol Nitrat” Halaman 1176 -1177, dengan hasil memenuhi syarat sesuai Tabel 14 untuk hasil % kadar presisi antara analis 1, Tabel 17 untuk hasil % kadar presisi antara analis 2, dan Tabel 19 untuk hasil %<i>RSD</i> antar analis presisi antara 1 dan presisi antara 2. 10. KESIMPULAN Metode analisis kadar bahan baku <i>Miconazole Nitrate</i> dinyatakan valid sesuai tujuannya. 11. REVALIDASI Revalidasi dilakukan apabila terdapat perubahan pada monografi acuan, sistem kromatografi dan konsentrasi larutan. Pengujian revalidasi dapat dilakukan validasi penuh atau validasi parsial sesuai justifikasi.		



PT. PHAROS INDONESIA

LAPORAN VERIFIKASI METODE
ANALISIS KADAR DALAM
BAHAN BAKU

MICONAZOLE NITRATE

No :
LV/AD/BB/2025/019.1.00

Tanggal Berlaku :

08 JAN 2025

RIWAYAT PERUBAHAN

No.	No. Dokumen	Tgl. Berlaku	Menggantikan		Keterangan
			Dokumen No.	Tgl. Berlaku	
1.	LV/AD/BB/2025/019.1.00	08 JAN 2025	NA	NA	Dokumen perdana mengacu pada Farmakope Indonesia VI Tahun 2020 "Mikonazol Nitrat" Halaman 1176 -1177.

LAPORAN VERIFIKASI METODE ANALISIS
PENETAPAN KADAR DALAM BAHAN BAKU MICONAZOLE NITRATE

Nama Bahan Baku / Produk : Miconazole Nitrate
 No LSA / Batch : AG240076E
 Tanggal mulai : 01 Desember 2025
 Tanggal selesai : 02 Desember 2025

Verifikasi Kadar Miconazole Nitrate
Pembakuan Asam Perklorat

No	Berat Sampel (mg)	Volume HClO ₄ terkoreksi (mL)	Normalitas HClO ₄ (N)
1	170	8,3162	0,1001
2	170	8,3378	0,0998
Rata-rata			0,0999

$$\text{Normalitas HClO}_4 = \frac{\text{gram Kalium Biftalat}}{0,20422 \times \text{mL HClO}_4 \text{ terkoreksi}}$$

AKURASI

Akurasi (%)	Bobot Spl (mg)	V Titran (mL)	Bobot Recovery (mg)	Kadar Recovery (%)	Rata-rata Recovery (%)	RSD rata-rata (%)
80	280	5,82	276,8	98,8	98,9	0,3
	280	5,81	276,4	98,7		
	280	5,84	277,8	99,2		
100	350	7,36	351,2	100,3	100,8	0,6
	350	7,39	352,6	100,7		
	350	7,44	355,1	101,5		
120	420	8,80	420,4	100,1	100,3	0,5
	420	8,79	420,0	100,0		
	420	8,87	423,8	100,9		
Rata-rata seluruh recovery (%)					100,0	
Rata-rata seluruh RSD (%)						0,4

Parameter	Kriteria penerimaan	Hasil
Rata-rata % recovery	98,0% - 102,0%	100,0%

Kesimpulan: Akurasi memenuhi syarat

PRESISI RIPITABILITAS

Parameter	Kriteria penerimaan	Hasil
Rata-rata % RSD	≤ 2,0 %	0,4%

Kesimpulan: Presisi Ripitabilitas memenuhi syarat

PRESISI ANTARA 1

Sampel 350 mg dalam 50 mL asam asetat glasial --> Titrasi Secara Potensiometri dengan Asam Perklorat 0,1 N

Analisa	1	2	3	4	5	6		
V sampel (mL)	7,2743	7,3826	7,3497	7,3758	7,3123	7,3405		
V Blanko (mL)	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790		
M Asam Perklorat	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999		
W Spl (mg)	350	350	350	350	350	350		
LOD (%)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	Rata-rata	RSD
Kadar (%)	98,4	99,9	99,4	99,8	98,9	99,3	99,3	0,01
Kadar on dried basis (%)	98,5	100,0	99,5	99,9	99,0	99,4	99,4	0,01

$$\text{Kadar Miconazole Nitrate} = \frac{(V_s - V_b) \times M \text{ HClO}_4 \times 47,92}{0,1 \times W \text{ spl}} \times 100\%$$

Keterangan:

Vs : Volume Sampel (mL)
 Vb : Volume Blanko (mL)
 M HClO₄ : Normalitas Asam Perklorat (mEq/mL)
 Wspl : Bobot Sampel (mg)
 47,92 : Ekuivalen 1 mL Asam Perklorat dalam Miconazole Nitrate

Parameter	Kriteria penerimaan	Hasil (%)
% Kadar Miconazole Nitrate	98,0% - 102,0% on dried basis	99,4

Kesimpulan: Presisi memenuhi syarat

Analisis	Verifikator	Menyetujui
<i>Cryp</i> 05/12 AJL	<i>Alfians</i> 05/12 2026	<i>Alfians</i> 05 Jan 2026 193

LABORATORY WORKSHEET

Nama Bahan Baku / Produk
No LSA / Batch
Tanggal mulai
Tanggal selesai

: Miconazole Nitrate
: AG240076E
: 01 Desember 2025
: 02 Desember 2025

Miconazole Nitrat
AG240076E
Akurasi 80

02-Dec-2025 07:59
Sartorius
Mod. BCE224I-1S
Ser. no. 43707852
APC 01-76-05.03.03
BAC 00-59-05.03.03
ID PI-AD-TBG-028

Comp01+ 280.0 mg
Comp02+ 280.0 mg
Comp03+ 280.0 mg

n 3
x + 280.00 mg
s 0.00 mg
sRel 0.00 %
Sum + 840.0 mg
Min + 280.0 mg
Max + 280.0 mg
Diff 0.0 mg

02-Dec-2025 07:59
Name: *Ortiz AL*

Miconazole Nitrat
AG240076E
Akurasi 100

01-Dec-2025 07:52
Sartorius
Mod. BCE224I-1S
Ser. no. 43707852
APC 01-76-05.03.03
BAC 00-59-05.03.03
ID PI-AD-TBG-028

Comp01+ 350.0 mg
Comp02+ 350.0 mg
Comp03+ 350.0 mg

n 3
x + 350.00 mg
s 0.00 mg
sRel 0.00 %
Sum + 1050.0 mg
Min + 350.0 mg
Max + 350.0 mg
Diff 0.0 mg

01-Dec-2025 07:52
Name: *Ortiz AL*

Miconazole Nitrat
AG240076E
Akurasi 120

02-Dec-2025 08:01
Sartorius
Mod. BCE224I-1S
Ser. no. 43707852
APC 01-76-05.03.03
BAC 00-59-05.03.03
ID PI-AD-TBG-028

Comp01+ 420.0 mg
Comp02+ 420.0 mg
Comp03+ 420.0 mg

n 3
x + 420.00 mg
s 0.00 mg
sRel 0.00 %
Sum + 1260.0 mg
Min + 420.0 mg
Max + 420.0 mg
Diff 0.0 mg

02-Dec-2025 08:01
Name: *Ortiz AL*

Miconazole Nitrat
AG240076E
Presisi

01-Dec-2025 07:50
Sartorius
Mod. BCE224I-1S
Ser. no. 43707852
APC 01-76-05.03.03
BAC 00-59-05.03.03
ID PI-AD-TBG-028

Comp01+ 350.0 mg
Comp02+ 350.0 mg
Comp03+ 350.0 mg
Comp04+ 350.0 mg
Comp05+ 350.0 mg
Comp06+ 350.0 mg

n 6
x + 350.00 mg
s 0.00 mg
sRel 0.00 %
Sum + 2100.0 mg
Min + 350.0 mg
Max + 350.0 mg
Diff 0.0 mg

01-Dec-2025 07:51
Name: *Ortiz AL*

Analisis	Verifikator
<i>Ortiz AL</i> 03/25 12	<i>24 PAS</i> 04/25 10

Result report

Determination Method **Blanko Miconazole**
Last saved on 2025-12-01 09:50:33 version 3
Method status saved
Determ. time 2025-12-01 09:52:12
Status of deter. original
Sample number 5
User AJL
Full name ANGGI

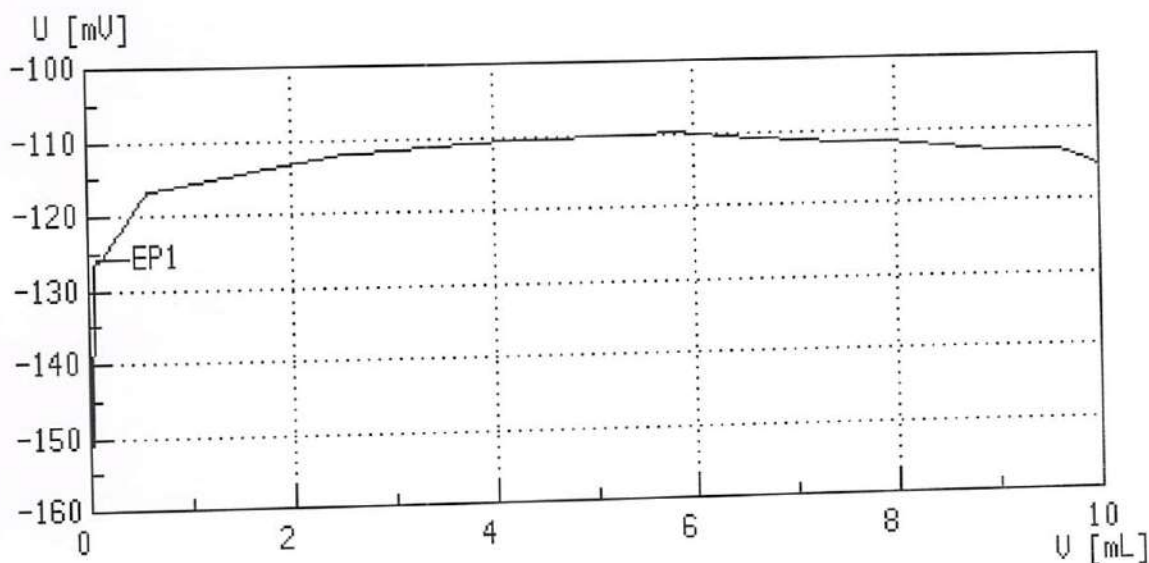
Sample data Sample size 1.0 g

01 DET U Dynamic U titration
Titration EP1 -125.9 mV 0.0790 mL
Stop volume reached

Results **Blanko** 0.0790 mL

Curve

01 DET U Dynamic U titration



Handwritten signature 03/12

Result report

Determination

Method **Blanko Miconazole**
Last saved on 2025-12-01 09:50:33 version 3
Method status saved
Determ. time 2025-12-01 09:57:19
Status of deter original
Sample number5
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Sample size 1.0 g

01 DET U

Titration

Dynamic U titration
EP1 -125.8 mV 0.0790 mL
Stop volume reached

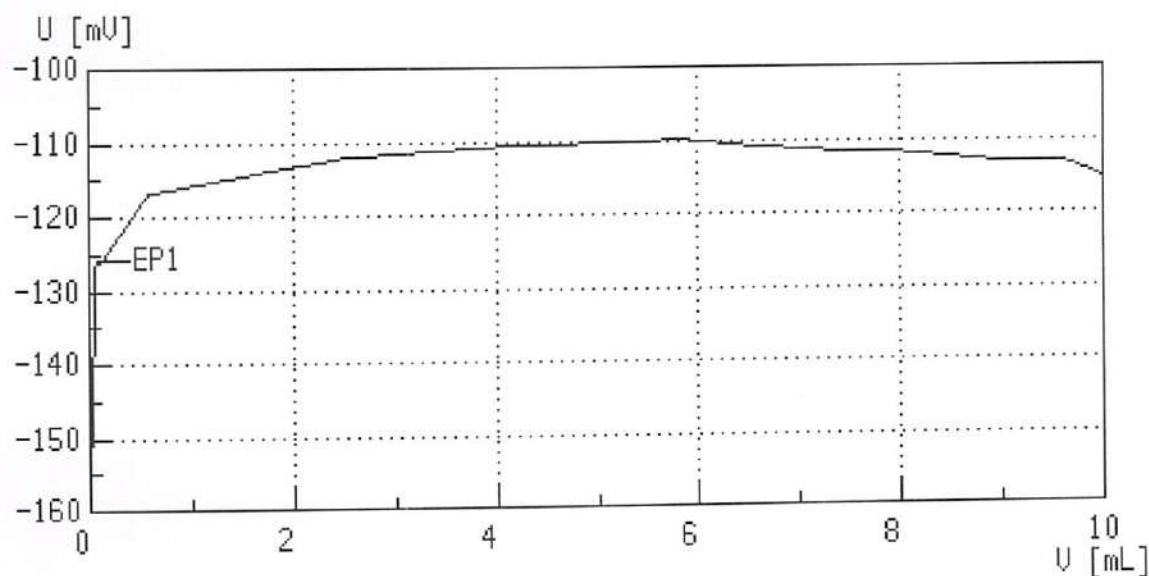
Results

Blanko 0.0790 mL

Curve

01 DET U

Dynamic U titration



03/12
AJL

Result report**Determination**

Method PEMBAKUAN HClO₄ 0,1M
Last saved on 2025-12-01 08:47:19 version 7
Method status saved
Determ. time 2025-12-01 09:00:09
Status of deter. original
Sample number 2
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

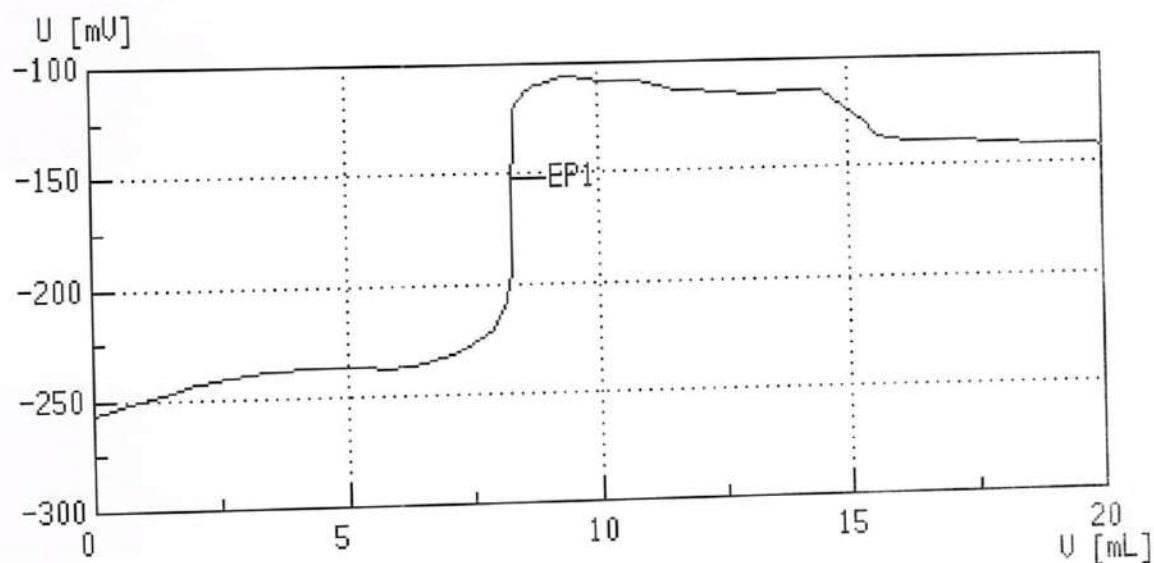
Sample size 0.17 g

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -151.7 mV 8.3162 mL
Stop volume reached

Results

HClO₄ 0.1001 N

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

09/12/25
AJL

Result report**Determination**

Method PEMBAKUAN HClO₄ 0,1M
Last saved on 2025-12-01 08:47:19 version 7
Method status saved
Determin. time 2025-12-01 08:47:51
Status of deter. original
Sample number 1
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Sample size 0.17 g

01 DET U**Titration**

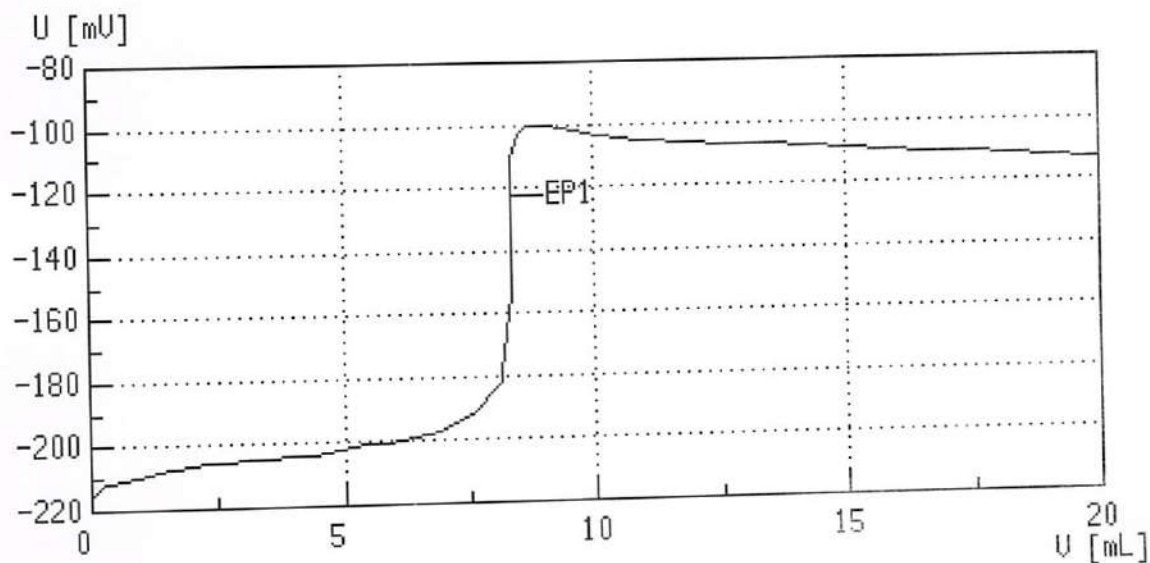
Dynamic U titration
EP1 -122.6 mV 8.3378 mL
Stop volume reached

Results

HClO₄ 0.0998 N

Curve**01 DET U**

Dynamic U titration



Anggi
08/12/25

Result report**Determination**

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 15:17:56 version 8
Method status saved
Determ. time 2025-12-02 09:47:27
Status of deter. original
Sample number 3
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

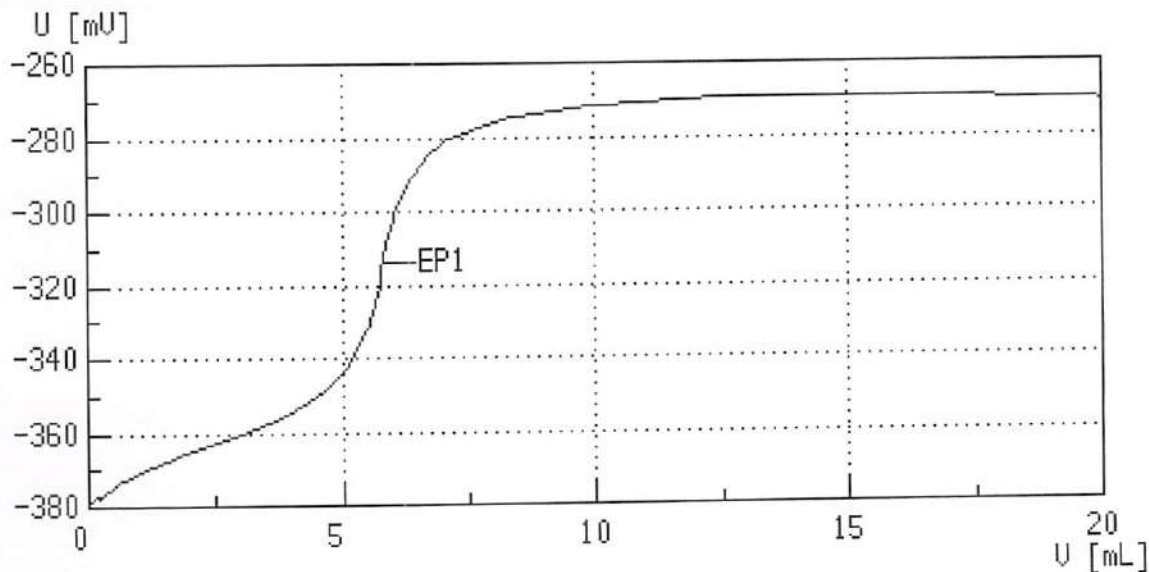
Identification 1 Akurasi 80
Sample size 280 mg

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -313.9 mV 5.8201 mL
Stop volume reached

Results

%Recovery 98.8 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

03/25
AJL

Result report**Determination**

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 15:17:56 version 8
Method status saved
Determ. time 2025-12-02 09:15:59
Status of deter. original
Sample number 2
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Identification 1 Akurasi 80
Sample size 280 mg

01 DET U**Titration**

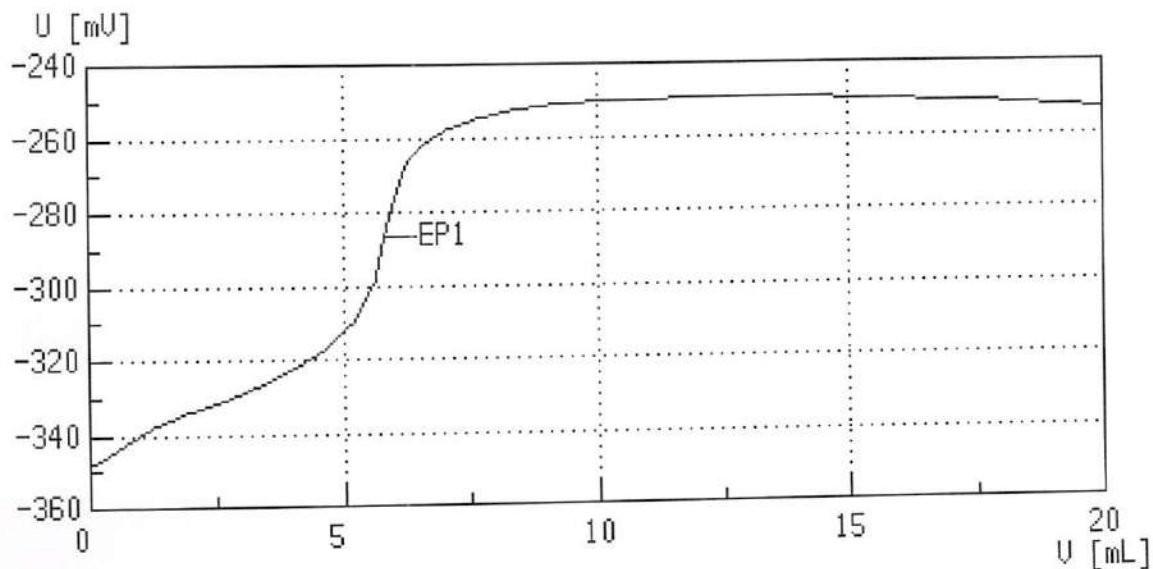
Dynamic U titration
EP1 -286.6 mV 5.8117 mL
Stop volume reached

Results

%Recovery 98.7 %

Curve**01 DET U**

Dynamic U titration



Handwritten signature: 03/15
AJL

Result report**Determination**

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 15:17:56 version 8
Method status saved
Determ. time 2025-12-02 14:00:43
Status of deter. original
Sample number 3
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

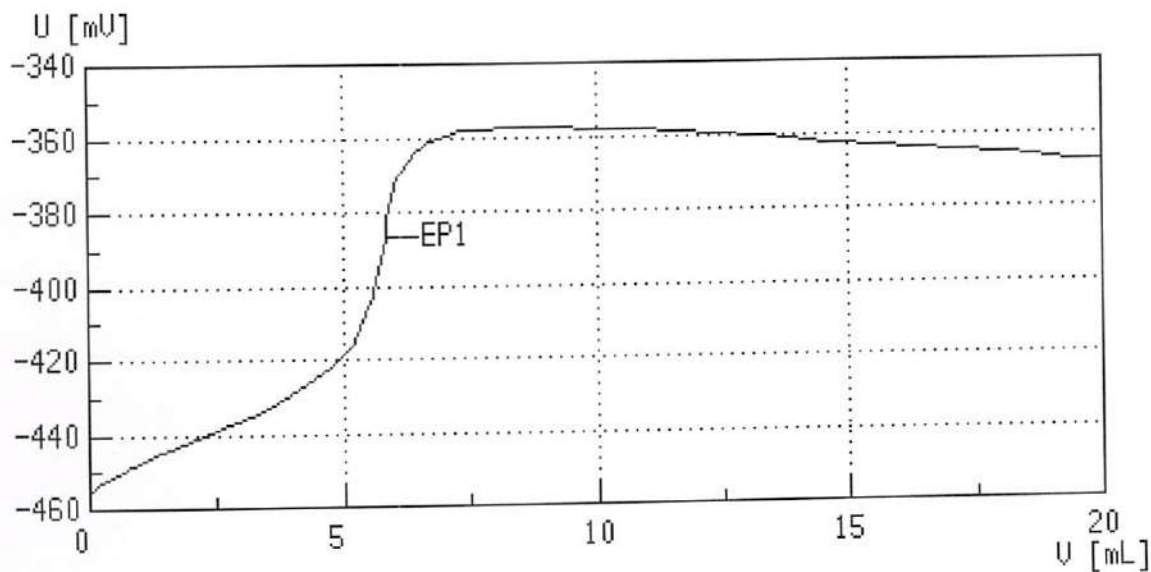
Identification 1 Akurasi 80
Sample size 280 mg

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -386.8 mV 5.8404 mL
Stop volume reached

Results

%Recovery 99.2 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

Anggi 03/25
2025

Result report**Determination**

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 15:17:56 version 8
Method status saved
Determ. time 2025-12-01 15:58:42
Status of deter. original
Sample number 17
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

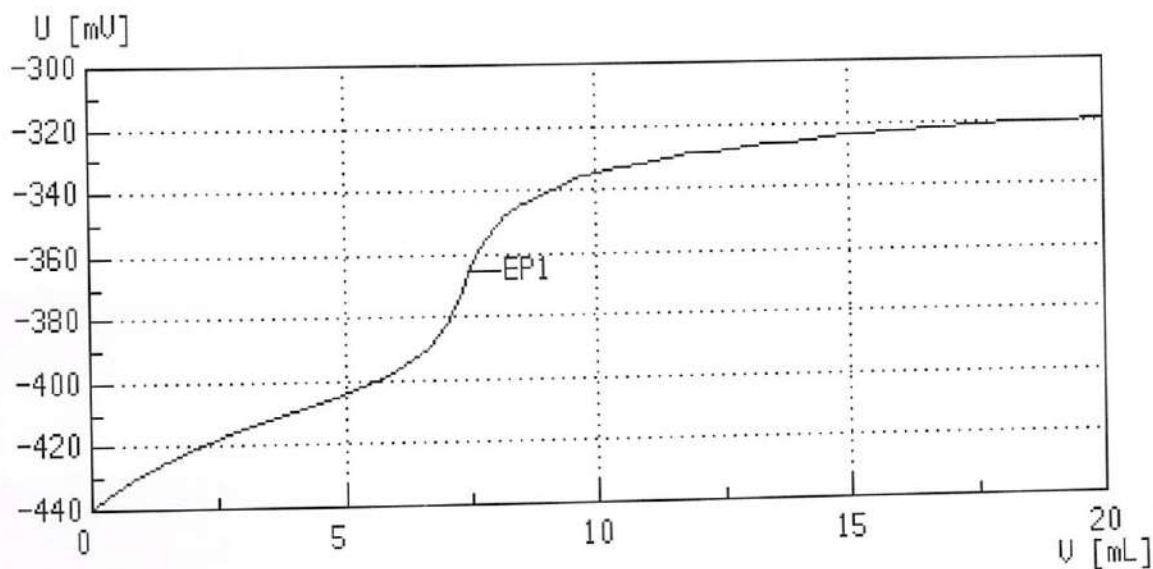
Identification 1 Akurasi 100%
Sample size 350 mg

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -365.7 mV 7.4448 mL
Stop volume reached

Results

%Recovery 101.5 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

Anggi 03/11
AJL

Result report**Determination**

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 15:17:56 version 8
Method status saved
Determ. time 2025-12-01 15:37:27
Status of deter. original
Sample number 16
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

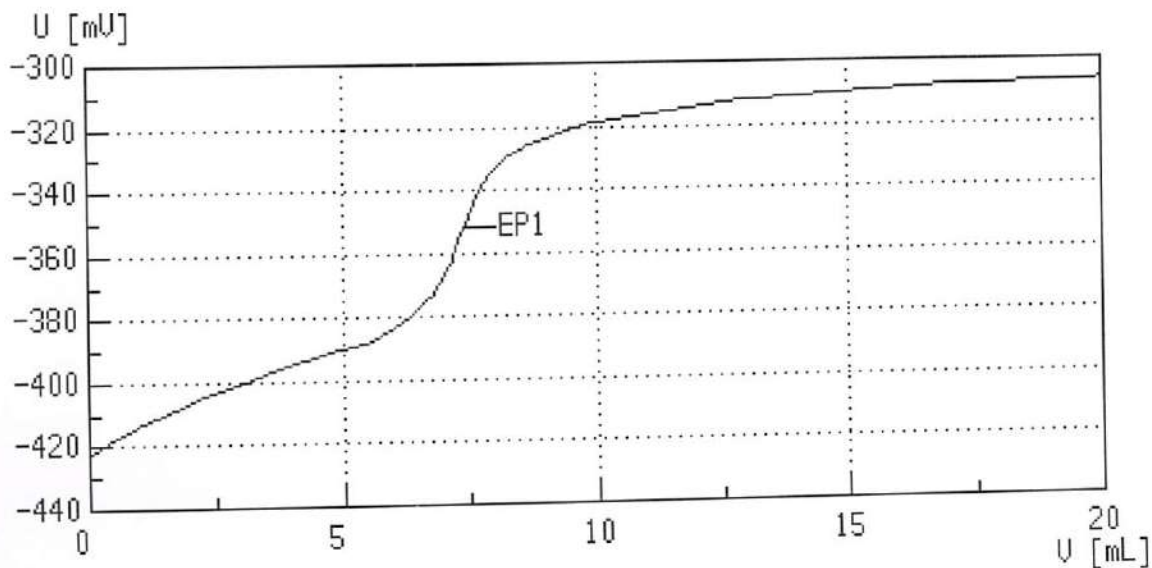
Identification 1 Akurasi 100%
Sample size 350 mg

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -351.9 mV 7.3928 mL
Stop volume reached

Results

%Recovery 100.7 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

03/15
112
AJL

Result report**Determination**

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 14:45:06 version 7
Method status saved
Determ. time 2025-12-01 15:14:57
Status of deter. original
Sample number 15
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

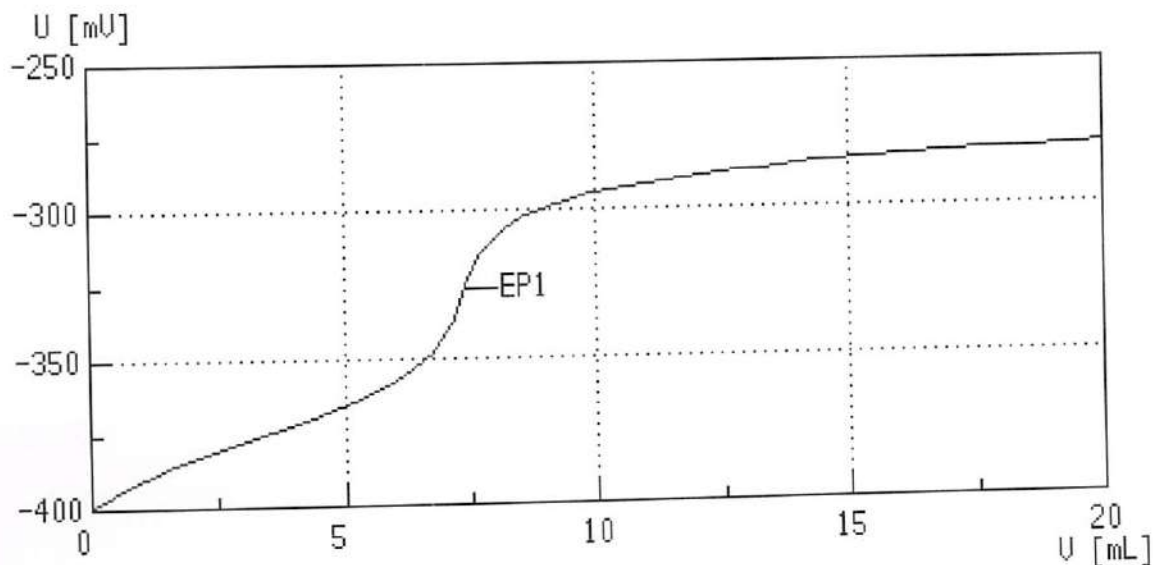
Identification 1 Akurasi 100%
Sample size 1.0 g

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -326.5 mV 7.3632 mL
Stop volume reached

Results

%Recovery 100.3 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

03/25
AJL

Result report**Determination**

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 15:17:56 version 8
Method status saved
Determ. time 2025-12-02 13:23:35
Status of deter. original
Sample number 2
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

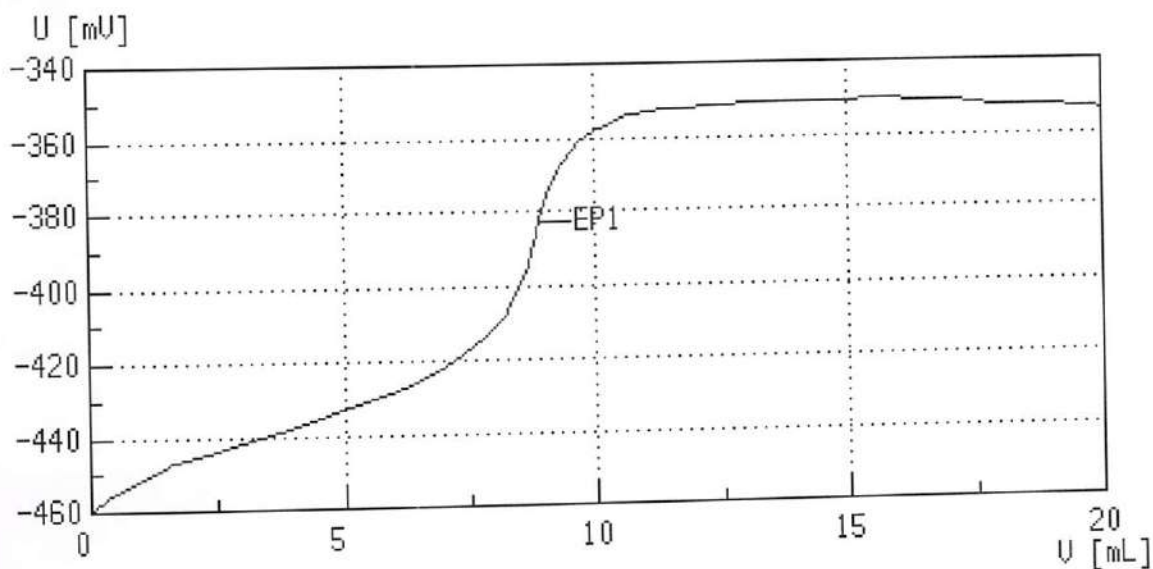
Identification 1 Akurasi 120
Sample size 420 mg

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -383.2 mV 8.8689 mL
Stop volume reached

Results

%Recovery 100.9 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

Signature
AJL
03/12/25

Result report**Determination**

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 15:17:56 version 8
Method status saved
Determ. time 2025-12-02 13:00:36
Status of deter. original
Sample number 1
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Identification 1 Akurasi 120
Sample size 420 mg

01 DET U**Titration**

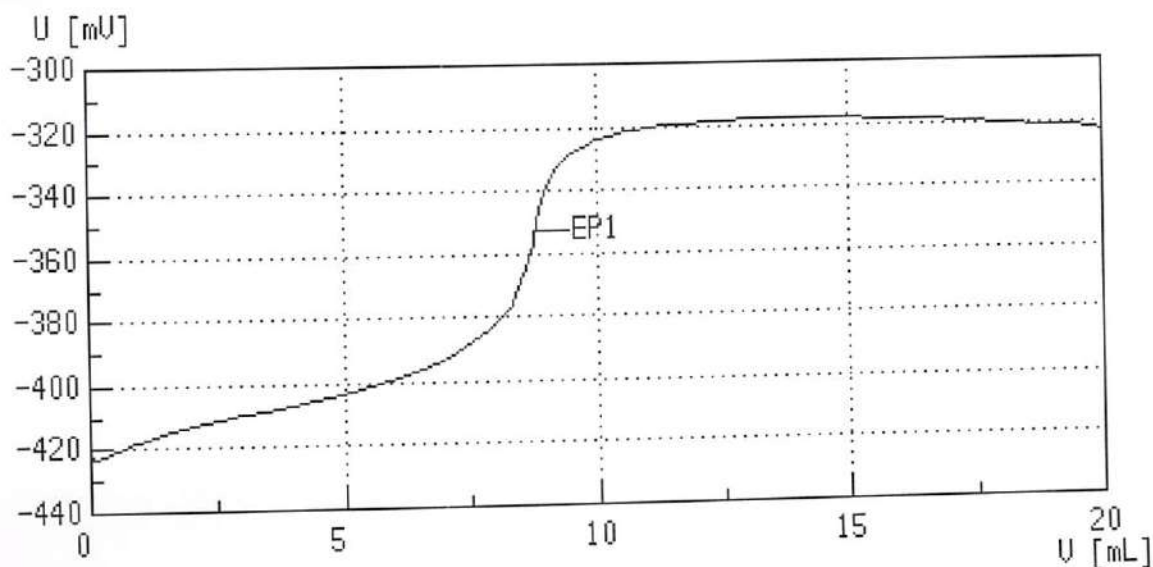
Dynamic U titration
EP1 -352.7 mV 8.7902 mL
Stop volume reached

Results

%Recovery 100.0 %

Curve**01 DET U**

Dynamic U titration



03/25
AJL

Result report

Determination

Method Akurasi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 15:17:56 version 8
Method status saved
Determ. time 2025-12-02 10:19:12
Status of deter. original
Sample number 5
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Identification 1 Akurasi 120
Sample size 420 mg

01 DET U

Titration

Dynamic U titration
EP1 -199.8 mV 8.8002 mL
Stop volume reached

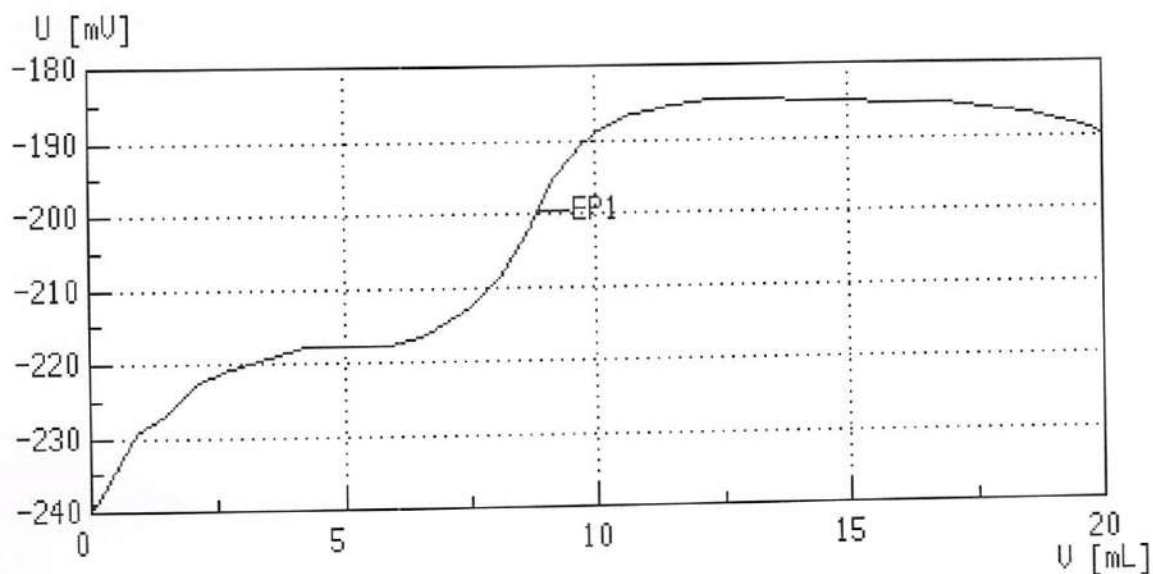
Results

%Recovery 100.1 %

Curve

01 DET U

Dynamic U titration



03/25
AJL

Result report**Determination**

Method **Kadar Miconazole**
Last saved on 2025-12-01 11:17:52 version 6
Method status saved
Determ. time 2025-12-01 11:21:15
Status of deter. original
Sample number 8
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Identification 1 Presisi Miconazole
Sample size 350 mg

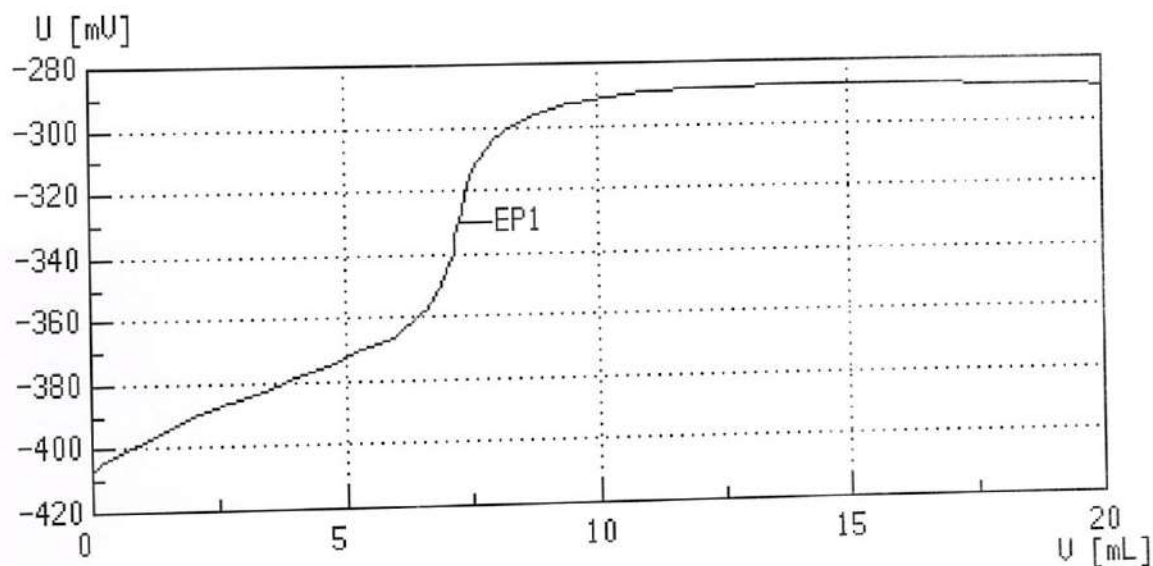
01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -330.2 mV 7.2743 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 98.5 %

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	1	98.5 %		

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

Anggi 03/15
AJL 12

Result report

Determination Method **Kadar Miconazole**
Last saved on 2025-12-01 11:17:52 version 6
Method status saved
Determ. time 2025-12-01 11:49:48
Status of deter. original
Sample number 9
User AJL
Full name ANGGI

Sample data Identification 1 Presisi Miconazole
Sample size 350 mg

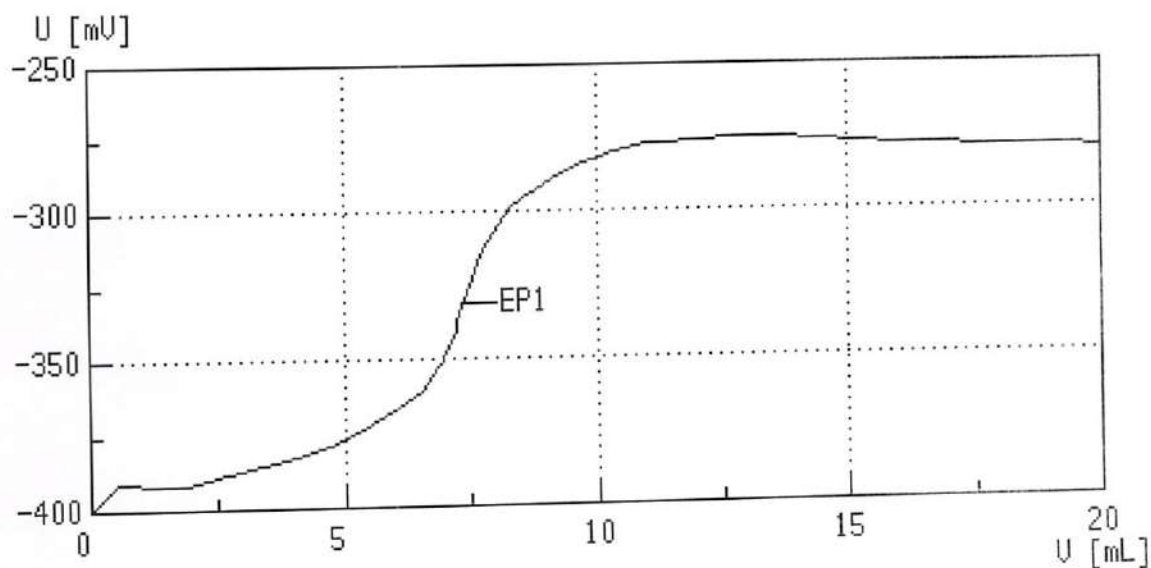
01 DET U Dynamic U titration
Titration EP1 -330.6 mV 7.3826 mL
Stop volume reached

Results Presisi Miconazole **100.0 %**

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	2	99.3 %	1.06 %	1.07 %

Curve

01 DET U Dynamic U titration



03/25
Anggi AJL

Result report**Determination**

Method Kadar Miconazole
Last saved on 2025-12-01 11:17:52 version 6
Method status modified
Determ. time 2025-12-01 12:55:17
Status of deter. original
Sample number 11
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Identification 1 Presisi Miconazole
Sample size 350 mg

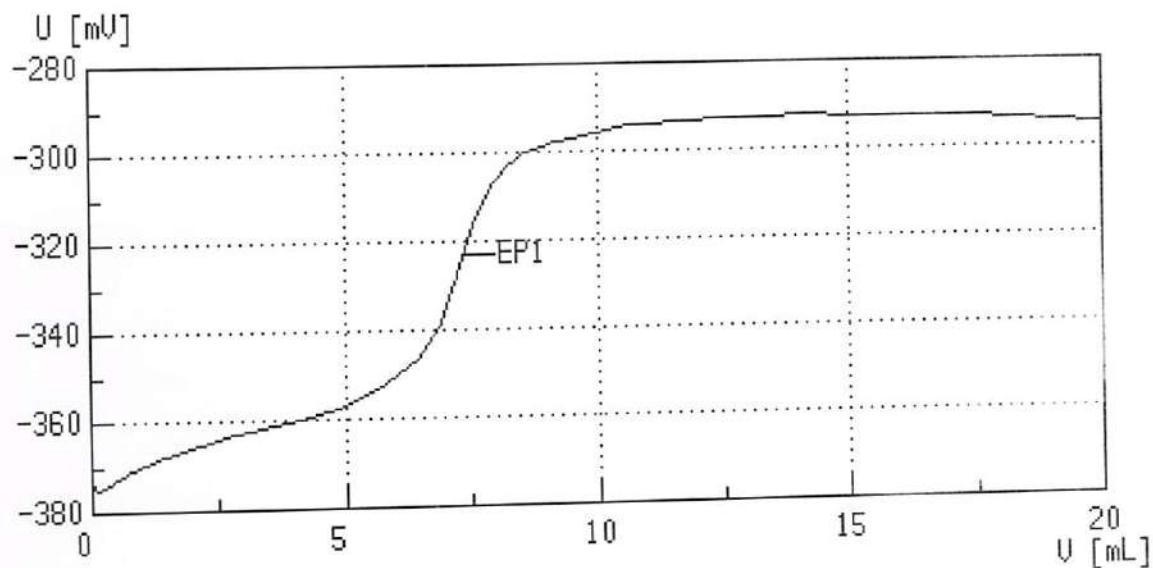
01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -323.1 mV 7.3497 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 99.5 %

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	4	98.6 %	1.59 %	1.61 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

01/12
Anggi
ADU

Result report**Determination**

Method Kadar Miconazole
Last saved on 2025-12-01 11:17:52 version 6
Method status modified
Determ. time 2025-12-01 13:18:59
Status of deter. original
Sample number 12
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Identification 1 Presisi Miconazole
Sample size 350 mg

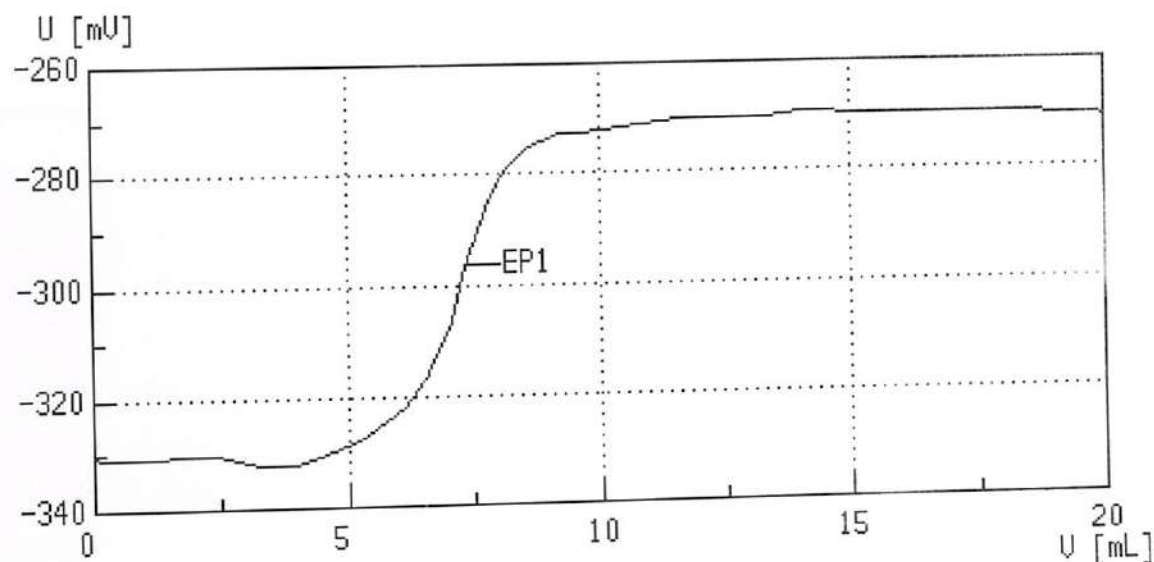
01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -296.3 mV 7.3758 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 99.9 %

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	5	98.9 %	1.50 %	1.52 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

03/25
h2
AJL

Result report**Determination**

Method Kadar Miconazole
Last saved on 2025-12-01 11:17:52 version 6
Method status modified
Determ. time 2025-12-01 13:56:35
Status of deter. original
Sample number 13
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Identification 1 Presisi Miconazole
Sample size 350 mg

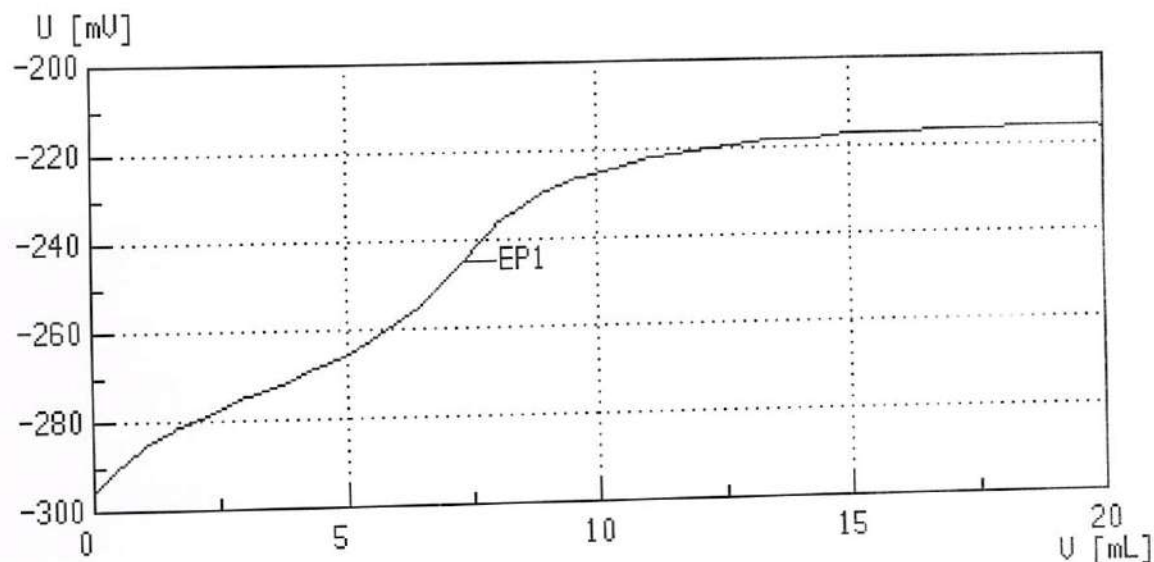
01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -244.7 mV 7.3123 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 99.0 %

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	5	99.4 %	0.63 %	0.63 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

03/25
12
AJL

Result report

Determination

Method Kadar Miconazole
Last saved on 2025-12-01 11:17:52 version 6
Method status modified
Determ. time 2025-12-01 14:23:00
Status of deter. original
Sample number 14
User AJL
Full name ANGGI

Sample data

Identification 1 Presisi Miconazole
Sample size 350 mg

01 DET U

Titration

Dynamic U titration
EP1 -311.7 mV 7.3405 mL
Stop volume reached

Results

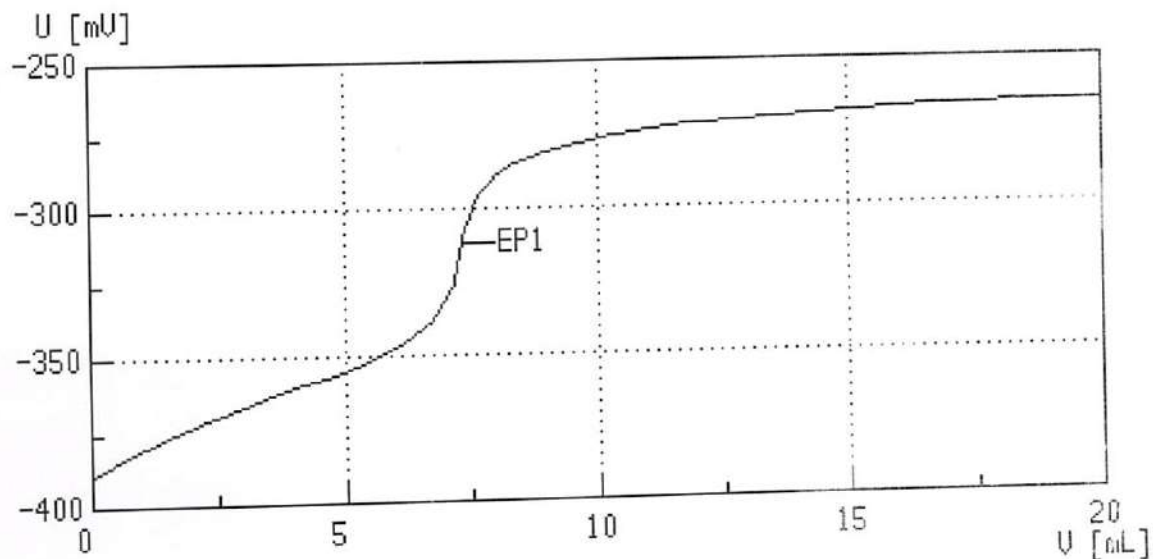
Presisi Miconazole 99.4 %

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	6	99.4 %	0.56 %	0.56 %

Curve

01 DET U

Dynamic U titration



03/25
AJL

LAPORAN VERIFIKASI METODE ANALISIS
PRESISI ANTARA PENETAPAN KADAR DALAM BAHAN BAKU MICONAZOLE NITRATE

Nama Bahan Baku / Produk : Miconazole Nitrate
 No LSA / Batch : AG240076E
 Tanggal mulai : 03 Desember 2025
 Tanggal selesai : 03 Desember 2025

Verifikasi Kadar Miconazole Nitrate

Pembakuan Asam Perklorat

No	Berat Sampel (mg)	Volume HClO ₄ terkoreksi (mL)	Normalitas HClO ₄ (N)
1	170	8,3166	0,1001
2	170	8,3520	0,0997
Rata-rata			0,0999

Normalitas HClO₄ = $\frac{\text{gram Kalium Biftalat}}{0,20422 \times \text{mL HClO}_4 \text{ terkoreksi}}$

PRESISI ANTARA 2

Sampel 350 mg dalam 50 mL asam asetat glasial --> Titrisasi Secara Potensiometri dengan Asam Perklorat 0,1 N

Analisa	1	2	3	4	5	6		
V sampel (mL)	7,2738	7,3085	7,3128	7,2640	7,2858	7,2846		
V Blanko (mL)	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790		
M Asam Perklorat	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999		
W Spl (mg)	350	350	350	350	350	350		
LOD (%)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	Rata-rata	RSD
Kadar (%)	98,4	98,9	98,9	98,3	98,6	98,6	98,6	0,003
Kadar on dried basis (%)	98,5	99,0	99,0	98,4	98,7	98,7	98,7	0,003

PRESISI ANTARA 1

Sampel 350 mg dalam 50 mL asam asetat glasial --> Titrisasi Secara Potensiometri dengan Asam Perklorat 0,1 N

Analisa	1	2	3	4	5	6		
V sampel (mL)	7,2743	7,3826	7,3497	7,3758	7,3123	7,3405		
V Blanko (mL)	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790	0,0790		
M Asam Perklorat	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999	0,0999		
W Spl (mg)	350	350	350	350	350	350		
LOD (%)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	Rata-rata	RSD
Kadar (%)	98,4	99,9	99,4	99,8	98,9	99,3	99,3	0,01
Kadar on dried basis (%)	98,5	100,0	99,5	99,9	99,0	99,4	99,4	0,01

%RSD Antar Analisis		
No	Presisi Antara 1 (% kadar on dried basis)	Presisi Antara 2 (% kadar on dried basis)
1	98,5	98,5
2	100,0	99,0
3	99,5	99,0
4	99,9	98,4
5	99,0	98,7
6	99,4	98,7
Rata-rata (%)		99,1
SD		0,5
RSD (%)		0,5

$$\text{Kadar Miconazole Nitrate} = \frac{(V_s - V_b) \times M \text{ HClO}_4 \times 47,92}{0,1 \times W \text{ spl}} \times 100\%$$

Keterangan:

Vs : Volume Sampel (mL)
 Vb : Volume Blanko (mL)
 M HClO₄ : Normalitas Asam Perklorat (mEq/mL)
 Wspl : Bobot Sampel (mg)
 48 : Ekuivalen 1 mL Asam Perklorat dalam Miconazole Nitrate

Parameter	Kriteria penerimaan	Hasil (%)
% Kadar Miconazole Nitrate	98,0% - 102,0% on dried basis	98,7
% RSD antar analis	≤ 2,0%	0,5

Kesimpulan: Presisi Antara 2 memenuhi syarat

Analisis	Verifikator	Menyetujui
<i>AF FAF</i> 03/12/25	<i>24PAS</i> 05/12/25	<i>AF-2</i> 05 Dec 2025 <i>IAS</i>

LABORATORY WORKSHEET

Nama Bahan Baku / Produk : Miconazole Nitrate
 No LSA / Batch : AG240076E
 Tanggal mulai : 03 Desember 2025
 Tanggal selesai : 03 Desember 2025

Miconazole Nitrate
 AG240076E
 Presisi

03-Dec-2025 07:15

Sartorius

Mod. BCE224I-1S

Ser. no. 44705292

AFC 01-76-05.06.01

BAC 00-59-05.06.01

ID PI-AD-TBG-066

Comp01+ 350.0 mg

Comp02+ 350.0 mg

Comp03+ 350.0 mg

Comp04+ 350.0 mg

Comp05+ 350.0 mg

Comp06+ 350.0 mg

n 6

x + 350.00 mg

s 0.00 mg

sRel 0.00 %

Sum + 2100.0 mg

Min + 350.0 mg

Max + 350.0 mg

Diff 0.0 mg

03-Dec-2025 07:20

Name: JMF PAF

Analisis	Verifikator
JMF PAF 03/12/25	JMF PAF 04/12/2025

Result report

Determination Method PEMBAKUAN HClO₄ 0,1M
Last saved on 2025-12-01 08:47:19 version 7
Method status saved
Determ. time 2025-12-03 07:20:47
Status of deter. original
Sample number 2
User FAF
Full name YOKE

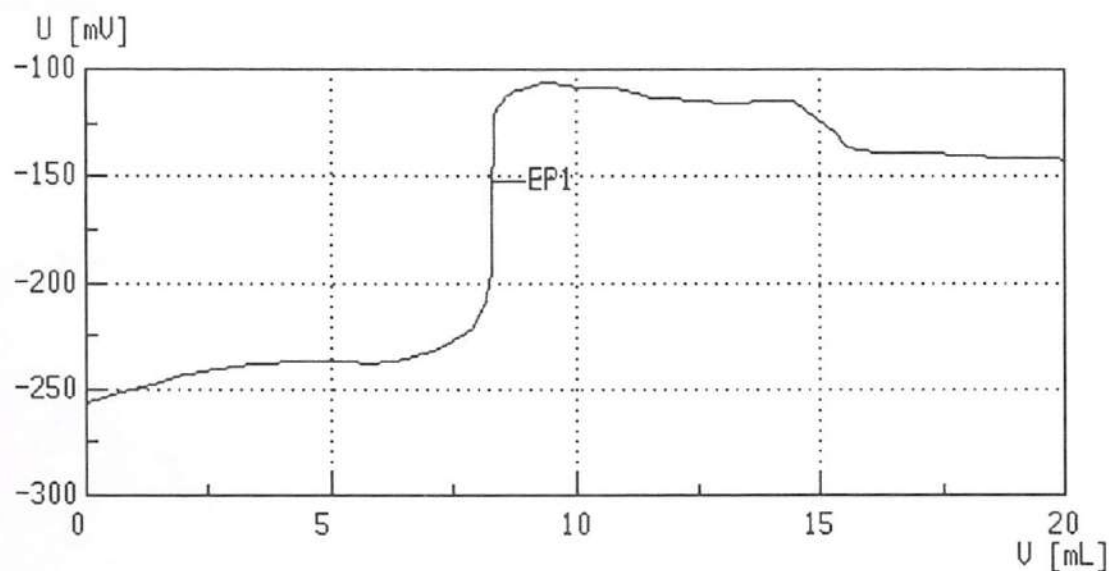
Sample data Sample size 0.17 g

01 DET U Dynamic U titration
Titration EP1 -151.7 mV 8.3250 mL
Stop volume reached

Results HClO₄ 0.0997 N

Curve

01 DET U Dynamic U titration



FAF
03/12/25

Result report

Determination

Method PEMBAKUAN HClO₄ 0,1M
Last saved on 2025-12-01 08:47:19 version 7
Method status saved
Determ. time 2025-12-03 07:14:18
Status of deter. original
Sample number 1
User FAF
Full name YOKE

Sample data

Sample size 0.17 g

01 DET U

Titration

Dynamic U titration
EP1 -151.7 mV 8.3166 mL
Stop volume reached

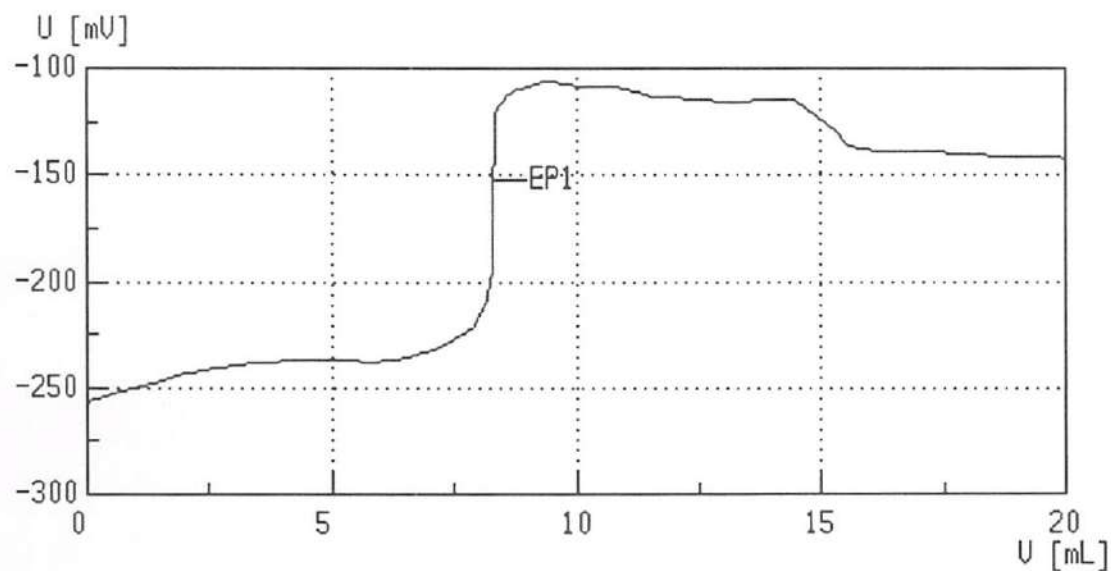
Results

HClO₄ 0.1000 N

Curve

01 DET U

Dynamic U titration



FAF
03/12/25

Result report

Determination

Method	Blanko Miconazole
Last saved on	2025-12-01 09:50:33 version 3
Method status	saved
Determ. time	2025-12-03 07:45:02
Status of deter.	original
Sample number	1
User	FAF
Full name	YOKE

Sample data

Sample size	1.0 g
-------------	-------

01 DET U

Dynamic U titration	
EP1	-125.9 mV 0.0789 mL
Stop volume reached	

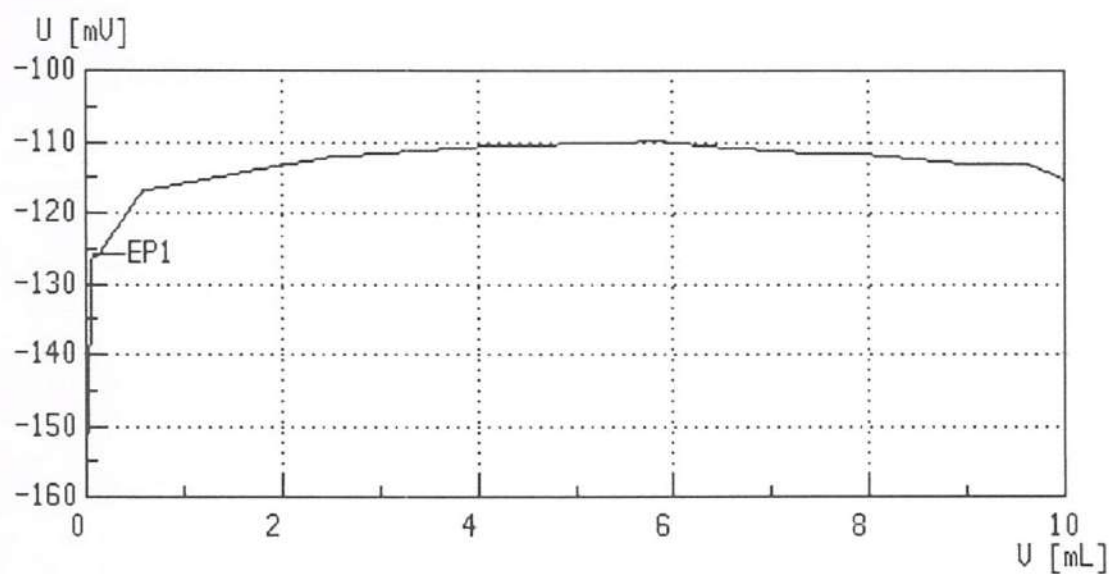
Results

Blanko	0.0789 mL
--------	-----------

Curve

01 DET U

Dynamic U titration	
---------------------	--



FAF
oshtur

Result report

Determination Method **Blanko Miconazole**
Last saved on 2025-12-01 09:50:33 version 3
Method status saved
Determ. time 2025-12-03 07:50:10
Status of deter. original
Sample number 2
User FAF
Full name YOKE

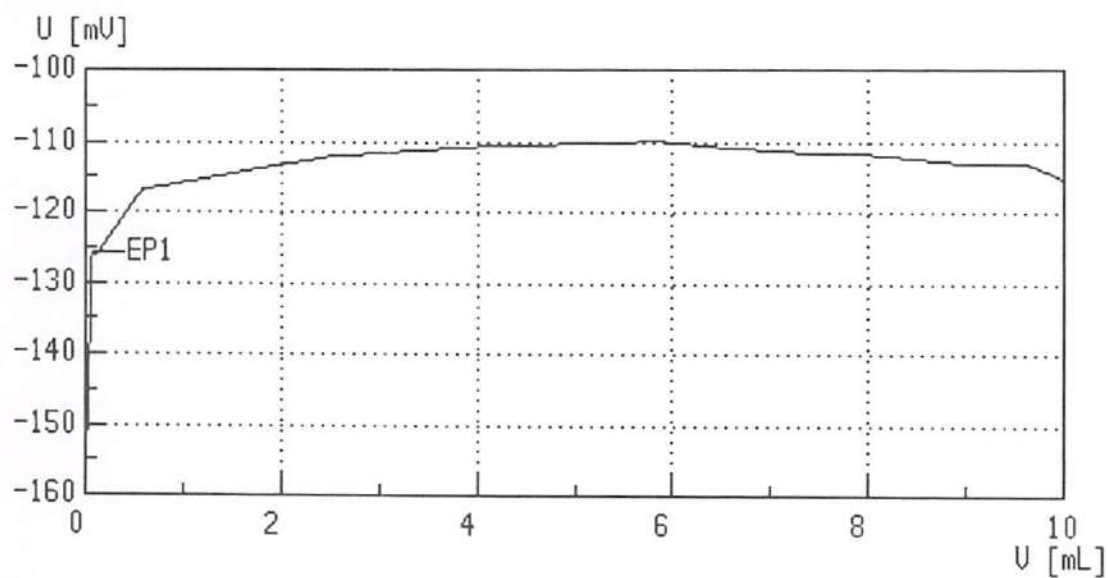
Sample data Sample size 1.0 g

01 DET U Dynamic U titration
Titration EP1 -125.9 mV 0.0791 mL
Stop volume reached

Results Blanko 0.0791 mL

Curve

01 DET U Dynamic U titration



FAF
05/12/24

Result report**Determination**

Method Presisi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 10:28:18 version 2
Method status modified
Determ. time 2025-12-03 08:10:16
Status of deter. original
Sample number 2
User FAF
Full name YOKE

Sample data

Identification 1 PRESISI ANTARA 2
Identification 2 SAMPEL 1
Sample size 350 mg

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -278.8 mV 7.2738 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 98.5 %

Statistics

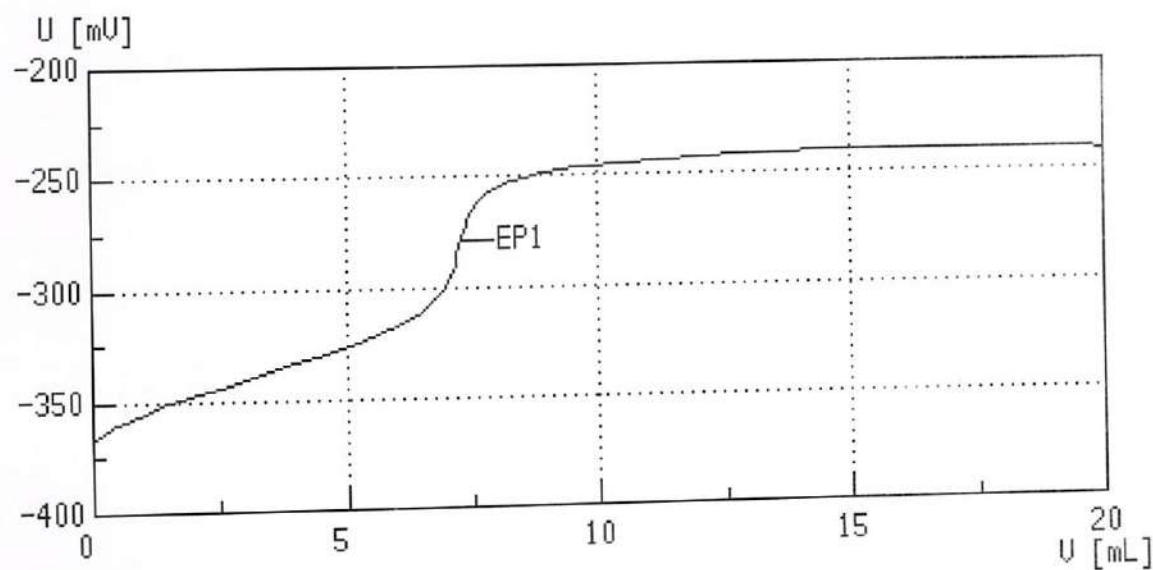
n

Mean value

s abs

s rel

Presisi Miconazole 1 98.5 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

FAF
03/12/25

Result report**Determination**

Method Presisi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 10:28:18 version 2
Method status modified
Determ. time 2025-12-03 08:20:32
Status of deter. original
Sample number 3
User FAF
Full name YOKE

Sample data

Identification 1 PRESISI ANTARA 2
Identification 2 SAMPEL 2
Sample size 350 mg

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -255.6 mV 7.3085 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 99.0 %

Statistics

n

Mean value

s abs

s rel

Presisi Miconazole

2

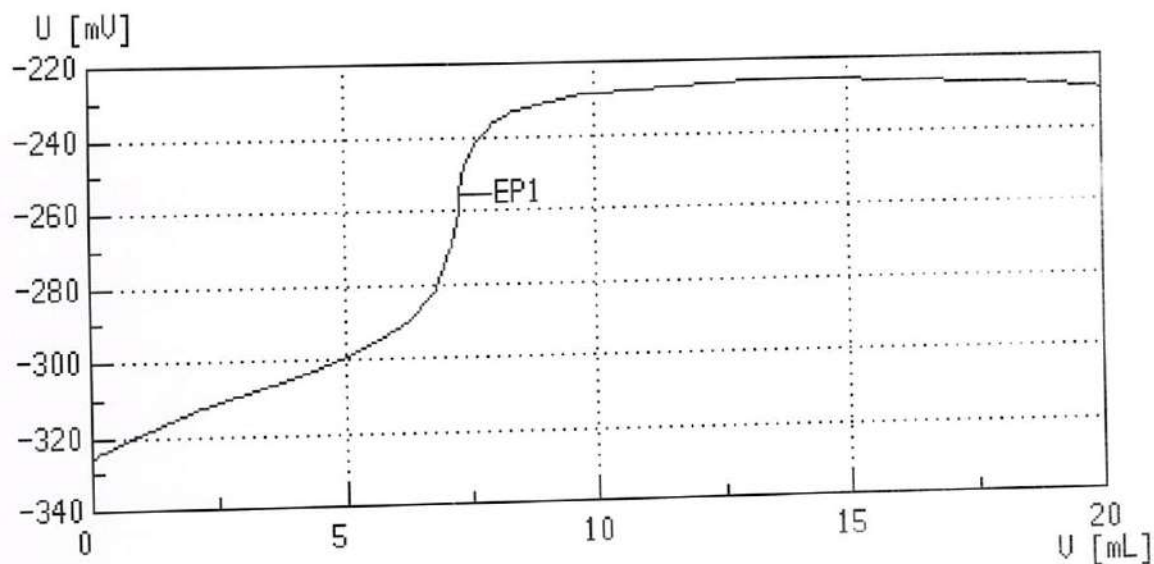
98.8 %

0.35 %

0.35 %

Curve**01 DET U**

Dynamic U titration



FAF
03/12/25

Result report**Determination**

Method Presisi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 10:28:18 version 2
Method status modified
Determ. time 2025-12-03 08:26:40
Status of deter. original
Sample number 4
User FAF
Full name YOKE

Sample data

Identification 1 PRESISI ANTARA 2
Identification 2 SAMPEL 3
Sample size 350 mg

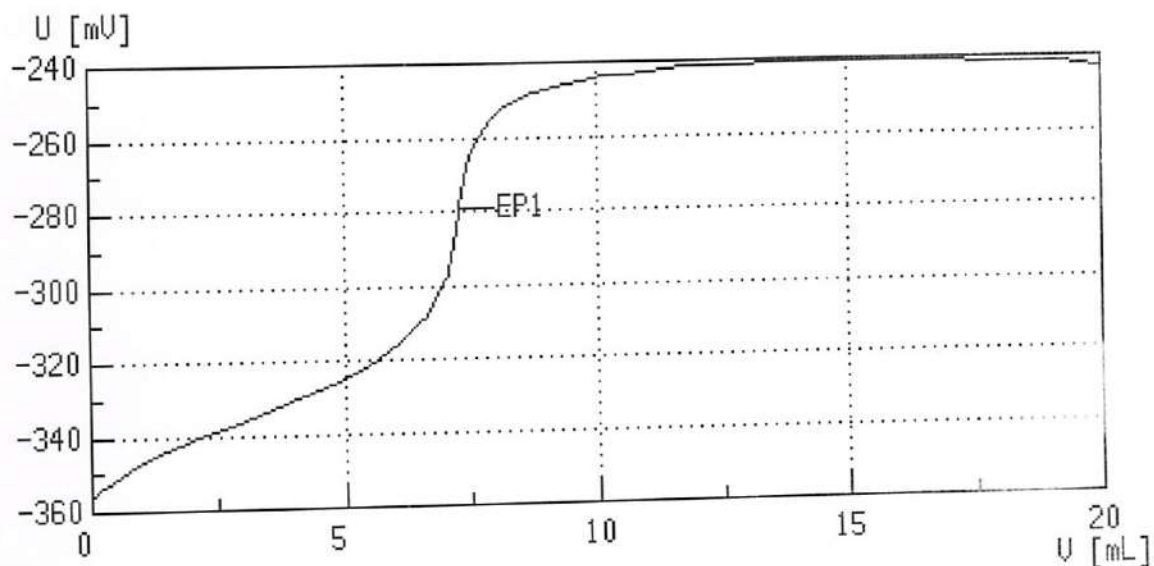
01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -279.5 mV 7.3128 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 99.0 %

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	3	98.8 %	0.29 %	0.29 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

FAF
03/12/25

Result report**Determination**

Method Presisi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 10:28:18 version 2
Method status modified
Determ. time 2025-12-03 08:31:44
Status of deter. original
Sample number 5
User FAF
Full name YOKE

Sample data

Identification 1 PRESISI ANTARA 2
Identification 2 SAMPEL 4
Sample size 350 mg

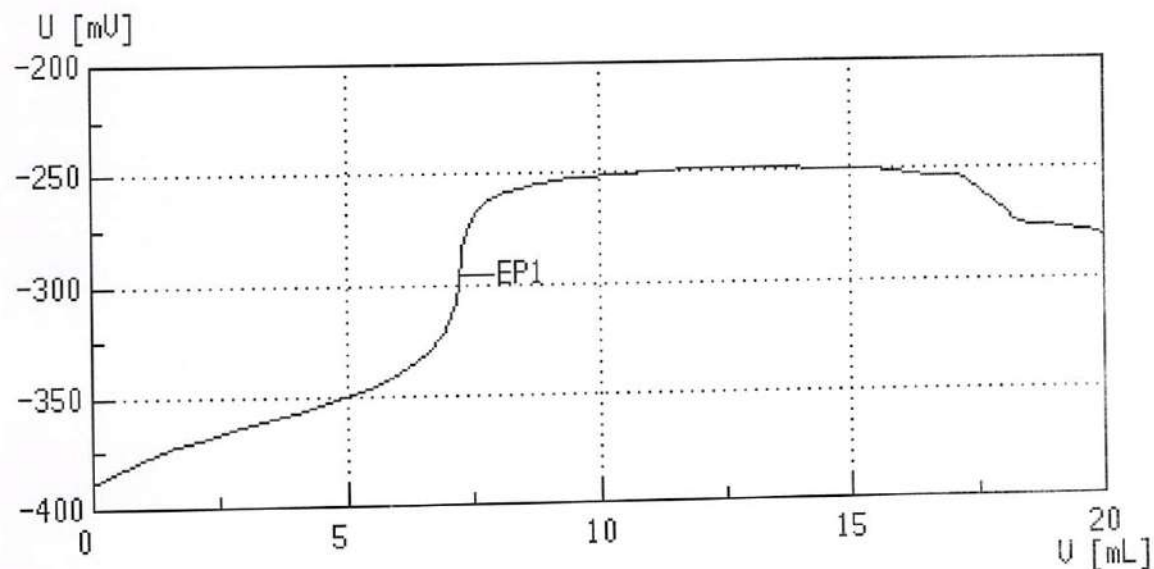
01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -295.4 mV 7.2640 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 98.4 %

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	4	98.7 %	0.32 %	0.32 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

FAF
03/12/25

Result report**Determination**

Method **Presisi Miconazole**
Last saved on 2025-12-01 10:28:18 version 2
Method status modified
Determ. time 2025-12-03 08:36:02
Status of deter. original
Sample number 6
User FAF
Full name YOKE

Sample data

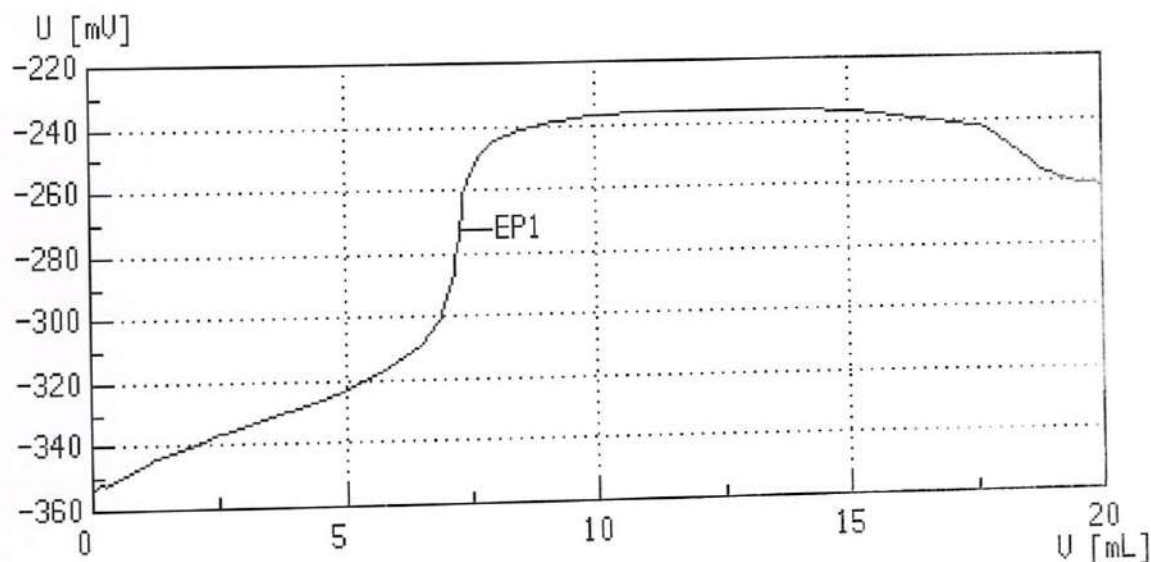
Identification 1 PRESISI ANTARA 2
Identification 2 SAMPEL 5
Sample size 350 mg

01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -272.7 mV 7.2858 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 98.7 %

Statistics**n****Mean value****s abs****s rel****Presisi Miconazole****5****98.7 %****0.28 %****0.28 %****Curve****01 DET U****Dynamic U titration**

tw FAF
03/12/25

Result report**Determination**

Method Presisi Miconazole
Last saved on 2025-12-01 10:28:18 version 2
Method status modified
Determ. time 2025-12-03 08:40:07
Status of deter. original
Sample number 7
User FAF
Full name YOKE

Sample data

Identification 1 PRESISI ANTARA 2
Identification 2 SAMPEL 6
Sample size 350 mg

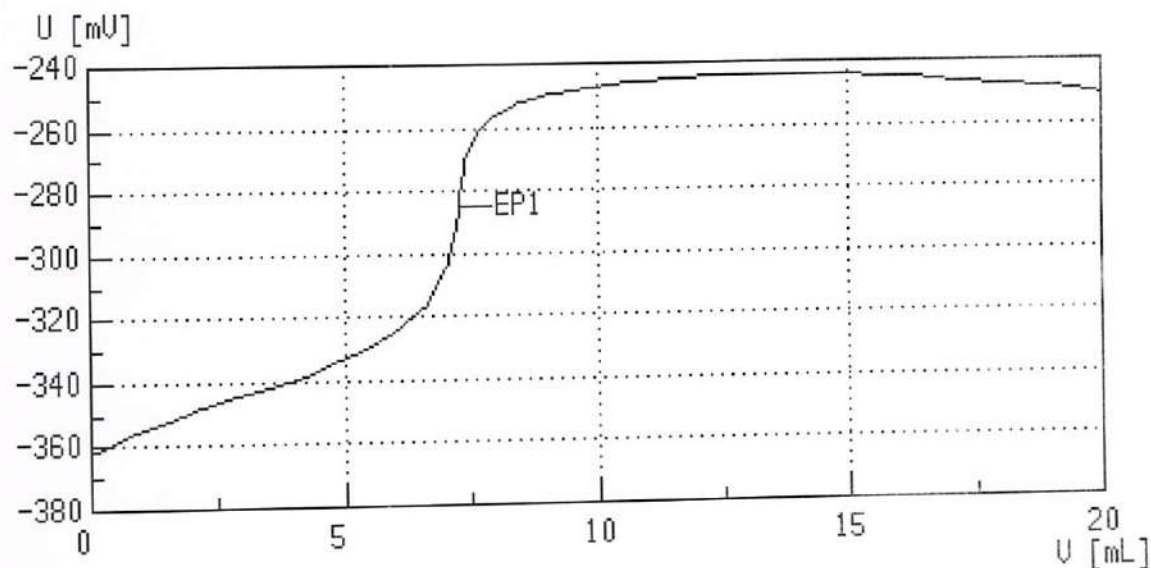
01 DET U**Titration**

Dynamic U titration
EP1 -284.6 mV 7.2846 mL
Stop volume reached

Results

Presisi Miconazole 98.7 %

Statistics	n	Mean value	s abs	s rel
Presisi Miconazole	6	98.7 %	0.25 %	0.25 %

Curve**01 DET U****Dynamic U titration**

FAF
03/12/25

PROSEDUR VERIFIKASI METODE ANALISIS BAHAN BAKU

Nama zat aktif : Miconazole Nitrate

Tanggal Analisis : 01 Desember 2025 – 03 Desember 2025

Andev Scientist : Anggi Joy Lawrence & Fabyoke Arasy Fortunata

Parameter : UKS, Akurasi, Presisi Rিপিতাৰিতা, Presisi antara 1, Presisi antara 2

1. INFORMASI STANDAR DAN SAMPEL

Sampel	Nama	Miconazole Nitrate
	No. Batch/Lot	A6240076 E
	Manufacturing Date	Mei 2024
	Expiry Date	April 2029
	Manufacturer	Eufic

2. REFERENSI PROSEDUR METODE ANALISIS

Pengujian	Referensi
Penetapan Kadar	Farmakope Indonesia VI 2020 "Mikonazol Nitrat" Halaman 1176 – 1177.

3. PARAMETER PENGUJIAN

REAGEN					
Nama	Grade	Manufacturer	No. Batch/Lot	Expiry Date	Open Date
Anhydrous acetic acid	Analisis	Merck	K5549409 2404	30/09/26	21/07/25
Potassium hydrogen phthalate	Analisis	Merck	K5620997440	30/09/29	13/03/25
Perchloric acid	Analisis	SMART LAB	A012404003	01/04/29	30/06/24
Glacial acetic acid	Analisis	Merck	K56414363502	31/12/29	01/12/25

INSTRUMENTASI			
Nama Instrumen	Brand	No. Alat	Tanggal Batas Kalibrasi
Autotitrator	Metrohm 916 Ti-Touch	P1-AD-APP-083	01/11/25
Timbangan	Sartorius	P1-AD-TBG-028	22/03/26
Timbangan	Sartorius	P1-AD-TBG-066	10/09/26
Sonikator	Power Sonic 420	P1-AD-UTR-056	NA
Arium	Sartorius	P1-AD-APL-049	NA

SISTEM AUTOTITRATOR		
	Parameter	Aktual
Instrumen	Autotitrator 916 Ti-Touch	Sesuai/Tidak* Jika Tidak :
Dosing	20 mL	Sesuai/Tidak* Jika Tidak :
Elektroda	Pt Titrode (Elektroda Pt)	Sesuai/Tidak* Jika Tidak :
Titran	Perchloric acid 0,1 N	Sesuai/Tidak* Jika Tidak :
Det U	Titration rate : Optimal	Sesuai/Tidak* Jika Tidak :
	Temperatur : 25°C	Sesuai/Tidak* Jika Tidak :
	Ep criterion : 5	Sesuai/Tidak* Jika Tidak :
	Ep recognition : Greatest	Sesuai/Tidak* Jika Tidak :

*) Lingkari yang sesuai

Jika tidak sesuai, berikan keterangan aktual pengerjaan

PARAMETER VERIFIKASI METODE ANALISA		
UJI KESESUAIAN SISTEM		
Prosedur	Aktual	
Larutan Asam Perklorat 0,1 N Pipet 8,5 mL Perchloric acid ke dalam 900 mL glacial acetic acid, tambahkan 30 mL Anhydrous acetic acid, dinginkan dan tambahkan glacial acetic acid hingga 1000 mL. Biarkan selama 24 jam.	Larutan Asam Perklorat 0,1 N	
	Perchoric Acid	8,5..... mL
	Glacial acetic acid	961,5..... mL
	Anhydrous acetic acid	30..... mL
Pembakuan Timbang saksama lebih kurang 170 mg Potassium hydrogen phthalate larutkan	Pembakuan	
	Potassium hydrogen phthalate	170..... mg

dalam 50 mL <i>Anhydrous acetic acid</i> dalam beaker glass 250 mL. Tambahkan 0,05 mL kristal violet dan titrasi dengan larutan <i>Perchloric acid</i> sampai warna ungu berubah menjadi hijau biru. Lakukan penetapan blangko. Hitung normalitas larutan	<i>Anhdrous acetic acid</i>	50..... mL
	Kristal violet	0,05..... mL
Analisis (Inisial) : <i>AJL</i>		
TTD		Tgl Analisis
<i>nggppg</i>		01/12/25
Diperiksa oleh :		
<i>24/12/25</i> <i>04/2025</i> <i>P</i>		

AKURASI					
Prosedur	Aktual				
Larutan Blangko Lakukan penetapan blangko dengan 50 mL larutan <i>glacial acetic acid</i> . Titrasi dengan <i>perchloric acid</i> 0,1 N secara potensiometri.	Larutan Blangko <table> <tr> <td><i>Glacial acetic acid</i></td><td>.....50..... mL</td></tr> </table>	<i>Glacial acetic acid</i>	50..... mL		
<i>Glacial acetic acid</i>	50..... mL				
Larutan Akurasi 80% 1. Timbang dengan seksama 280 mg sampel Miconazole nitrate, masukkan ke dalam gelas beaker. 2. Larutkan dengan 50 mL <i>glacial acetic acid</i> , kemudian kocok hingga homogen. 3. Titrasi dengan <i>perchloric acid</i> 0,1 N secara potensiometri. Catatan: Setiap mL <i>perchloric acid</i> 0,1 N setara dengan 47,92 mg Miconazole nitrate	Larutan Akurasi 80% <table> <tr> <td>Miconazole Nitrate</td><td>.....280.....mg</td></tr> <tr> <td><i>Glacial acetic acid</i></td><td>.....50.....mL</td></tr> </table>	Miconazole Nitrate	280.....mg	<i>Glacial acetic acid</i>	50.....mL
Miconazole Nitrate	280.....mg				
<i>Glacial acetic acid</i>	50.....mL				
Larutan Akurasi 100% 1. Timbang dengan seksama 350 mg sampel Miconazole nitrate, masukkan ke dalam gelas beaker. 2. Larutkan dengan 50 mL <i>glacial acetic acid</i> , kemudian kocok hingga homogen.	Larutan Akurasi 100% <table> <tr> <td>Miconazole Nitrate</td><td>.....350.....mg</td></tr> <tr> <td><i>Glacial acetic acid</i></td><td>.....50.....mL</td></tr> </table>	Miconazole Nitrate	350.....mg	<i>Glacial acetic acid</i>	50.....mL
Miconazole Nitrate	350.....mg				
<i>Glacial acetic acid</i>	50.....mL				

3. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Catatan: Setiap mL *perchloric acid* 0,1 N setara dengan 47,92 mg Miconazole nitrate.

Larutan Akurasi 120%

1. Timbang dengan seksama 420 mg sampel Miconazole nitrate, masukkan ke dalam gelas beaker.
2. Larutkan dengan 50 mL *glacial acetic acid*, kemudian kocok hingga homogen.
3. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Catatan: Setiap mL *perchloric acid* 0,1 N setara dengan 47,92 mg Miconazole nitrate.

Larutan Akurasi 120%

Miconazole Nitrate	 ⁴²⁰mg
Glacial acetic acid	 ⁵⁰mL

Analisis (Inisial) : *AJL*

TTD	Tgl Analisis
-----	--------------

<i>[Signature]</i>	02/12/25
--------------------	----------

Diperiksa Oleh :

[Signature] 04/12 2025
PAS

PRESISI RIPITABILITAS

Prosedur	Aktual				
Ripitabilitas dilakukan bersama dengan akurasi pada replikasi 3x. Ripitabilitas dievaluasi dari %RSD dari setiap konsentrasi.	Analisis (Inisial) : <i>AJL</i> <table border="1"> <tr> <td>TTD</td><td>Tgl Analisis</td></tr> <tr> <td><i>[Signature]</i></td><td>01/12/25</td></tr> </table> Diperiksa oleh : <i>[Signature]</i> 04/12 2025 PAS	TTD	Tgl Analisis	<i>[Signature]</i>	01/12/25
TTD	Tgl Analisis				
<i>[Signature]</i>	01/12/25				

PRESISI ANTARA (SCIENTIST I)

Larutan Blangko

Lakukan penetapan blangko dengan 50 mL *glacial acetic acid*. Titrasi dengan *perchloric acid* 0,1 N secara potensiometri.

Larutan Sampel 1. Timbang dengan seksama 350 mg sampel Miconazole nitrate, masukan ke dalam gelas beaker. 2. Larutkan dalam 50 mL <i>glacial acetic acid</i>, kemudian kocok hingga homogen. 3. Titrasi dengan <i>perchloric acid</i> 0,1 N secara potensiometri.	<table border="1"> <tr> <th colspan="2">Larutan Sampel</th> </tr> <tr> <td>MiconazoleNitrate</td> <td>.....³⁵⁰..... mg</td> </tr> <tr> <td>Glacial acetic acid</td> <td>.....⁵⁰..... mL</td> </tr> </table> <table border="1"> <tr> <td colspan="2">Analisis (Inisial) : ^{AJL}</td> </tr> <tr> <td>TTD</td> <td>Tgl Analisis</td> </tr> <tr> <td></td> <td>01/12/25</td> </tr> </table> Diperiksa oleh :  ^{04/12} 2025	Larutan Sampel		MiconazoleNitrate	 ³⁵⁰ mg	Glacial acetic acid	 ⁵⁰ mL	Analisis (Inisial) : ^{AJL}		TTD	Tgl Analisis		01/12/25
Larutan Sampel													
MiconazoleNitrate	 ³⁵⁰ mg												
Glacial acetic acid	 ⁵⁰ mL												
Analisis (Inisial) : ^{AJL}													
TTD	Tgl Analisis												
	01/12/25												
PRESISI ANTARA (SCIENTIST 2)													
Larutan Blangko Lakukan penetapan blangko dengan 50 mL <i>glacial acetic acid</i>. Titrasi dengan <i>perchloric acid</i> 0,1 N secara potensiometri. Larutan Sampel 1. Timbang dengan seksama 350 mg sampel Miconazole nitrate, masukan ke dalam gelas beaker. 2. Larutkan dalam 50 mL <i>glacial acetic acid</i>, kemudian kocok hingga homogen. 3. Titrasi dengan <i>perchloric acid</i> 0,1 N secara potensiometri.	<table border="1"> <tr> <th colspan="2">Larutan Sampel</th> </tr> <tr> <td>MiconazoleNitrate</td> <td>.....³⁵⁰..... mg</td> </tr> <tr> <td>Glacial acetic acid</td> <td>.....⁵⁰..... mL</td> </tr> </table> <table border="1"> <tr> <td colspan="2">Analisis (Inisial) : ^{FAF}</td> </tr> <tr> <td>TTD</td> <td>Tgl Analisis</td> </tr> <tr> <td></td> <td>03/12/25</td> </tr> </table> Diperiksa oleh :  ^{04/12} 2025	Larutan Sampel		MiconazoleNitrate	 ³⁵⁰ mg	Glacial acetic acid	 ⁵⁰ mL	Analisis (Inisial) : ^{FAF}		TTD	Tgl Analisis		03/12/25
Larutan Sampel													
MiconazoleNitrate	 ³⁵⁰ mg												
Glacial acetic acid	 ⁵⁰ mL												
Analisis (Inisial) : ^{FAF}													
TTD	Tgl Analisis												
	03/12/25												

SEQUENCE DAN KRITERIA PENERIMAAN

A. SEQUENCE

Sequence Presisi antara 1

Komponen	Replikasi Preparasi	Replikasi Injeksi/pengukuran
Larutan UKS	3	1
Blangko	2	1
Akurasi 80%	3	1
Akurasi 100%	3	1
Akurasi 120%	3	1
Presisi antara 1	6	1

Sequence Presisi antara 2

Komponen	Replikasi Preparasi	Replikasi Injeksi/pengukuran
Larutan UKS	3	1
Blangko	2	1
Presisi antara 2	6	1

B. KRITERIA PENERIMAAN

Komponen	Parameter	Kriteria Penerimaan
Akurasi	Rata-rata % recovery	98,0% - 102,0%.....
Presisi Ripitabilitas	Rata-rata % RSD recovery	≤ 2,0%.....
Presisi antara 1	Kadar Miconazole Nitrate	98,0% - 102,0% terhadap zat aktif
Presisi antara 2	Kadar Miconazole Nitrate	98,0% - 102,0% terhadap zat aktif
	% RSD presisi antara kadar Miconazole Nitrate	≤ 2,0%.....

RUMUS PERHITUNGAN

AKURASI

$$\text{Bobot recovery} = \frac{(V_s - V_b) \times 47,92 \times N \text{ Perchloric acid}}{0,1 \times K}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Bobot recovery}}{\text{Bobot teoritis}} \times 100\%$$

Keterangan :

V_s : Volume titran untuk titrasi sampel (mL)

V_b : Volume titran untuk titrasi blanko (mL)

N : Normalitas *perchloric acid* (N)

K : Rata-rata kadar presisi (mg/mL)

PRESISI

Hitung % kadar Miconazole Nitrate dengan rumus:

$$\text{Kadar (\%)} = \frac{(V_s - V_b) \times 47,92 \times N \text{ Perchloric acid}}{0,1 \times W_{spl}} \times 100$$

Keterangan :

V_s : Volume titran yang digunakan untuk titrasi sampel (mL)

V_b : Volume titran yang digunakan untuk titrasi blanko (mL)

N : Normalitas *perchloric acid* (N)

W_{spl} : Bobot sampel (mg)