

PERENCANAAN PENGAWASAN MUTU II

Dr. Slamet Ibrahim

KK FARMAKOKIMIA
SEKOLAH FARMASI ITB

PENGAWASAN MUTU

1. **Bahan baku** : meliputi pemeriksaan

- Identifikasi
- Kemurnian
- Penetapan tetapan fisika
- Penetapan kadar atau potensi

2 **Sediaan Farmasi** meliputi pemeriksaan

- Identifikasi
- Kemurnian (bila perlu)
- Penetapan kadar
- Penetapan kinerja (disolusi, pelepasan obat dll)

INFORMASI YANG DIPERLUKAN

1. Nama, struktur molekul dan rumus kimia bahan aktif dan senyawa pembantu (eksipien)
2. Sifat-sifat fisik dan fisikokimia
 - ✓ Kelarutan
 - ✓ Keasaman dan kebasaan (pKa)
 - ✓ Stabilitas
 - ✓ Spektra UV dalam pelarut (air, HCl atau H₂SO₄, NaOH, pelarut organik), IR, fluoresensi
3. Gugus fungsi, ion, unsur pembentuk dan rangka molekul yang dapat digunakan untuk analisis.
4. Rute /alur pengadaan bahan (isolasi sintetik & dan pemurnia)
5. Metode analisis yang telah digunakan :
 - ✓ Volumetri
 - ✓ Spektrofotometri
 - ✓ Kromatografi
7. Komposisi formula sediaan
 - ✓ Kadar bahan aktif
 - ✓ Eksipien yang digunakan
 - ✓ Data stabilitas dan kompleksibilitas eksipien
8. Jenis sediaan lain yang mengandung bahan aktif yang sama dan metode pengujiannya
9. Pustaka dan acuan yang digunakan
10. Preparasi sampel dari metode yang telah digunakan

KRITERIA KINERJA METODE

Untuk seleksi metode diperlukan kriteria (level yang baik yang harus dicapai) Kriteria tergantung pada tujuan analisis yang dilakukan (kualitatif, pemisahan atau kuantitatif). Kriteria harus ditentukan oleh eksperimenter sebelum percobaan dimulai

- a. Secara umum, kriteria yang dipakai :
 - Waktu analisis
 - Jumlah sampel
 - Biaya analisis
 - Kualitas data = kecermatan, keseksamaan, kepekaan
 - Kemudahan dan kepraktisan metode (dapat dikerjakan oleh siapa saja)
 - Kualitas data/informasi yang dihasilkan setara dengan metode baku
- b. Dalam kromatografi :
 - α (faktor pemisah)
 - K' (faktor kapasitas)
 - R_s (resolusi)
 - Reprodusibilitas
- c. Dalam spektrofotometri/kolorimetri adalah nilai ε (absorptivitas molar) atau absorban pada λ_{max}

d. Kriteria numerik kinerja metode

Kriteria

Figure of merit

- | | |
|-------------------------------|--|
| 1. Kecermatan | galat sistem |
| 2. Keseksamaan | simpangan baku, simpangan baku nisbi, koefisien variasi, |
| 3. Kepekaan | kepekaan kalibrasi, kepekaan analitik |
| 4. Kekhasan (Rs) | koefisien selektivitas, daya resolusi |
| 5. Batas deteksi & kuantisasi | LOD dan LOQ |

SELEKSI METODE ANALISIS

Pendekatan :

Berdasarkan sifat fisika dan kimia analit dan sampel

Kepekaan, kecermatan dan keseksamaan metode analisis

Pengalaman dan ketersediaan alat/pereaksi

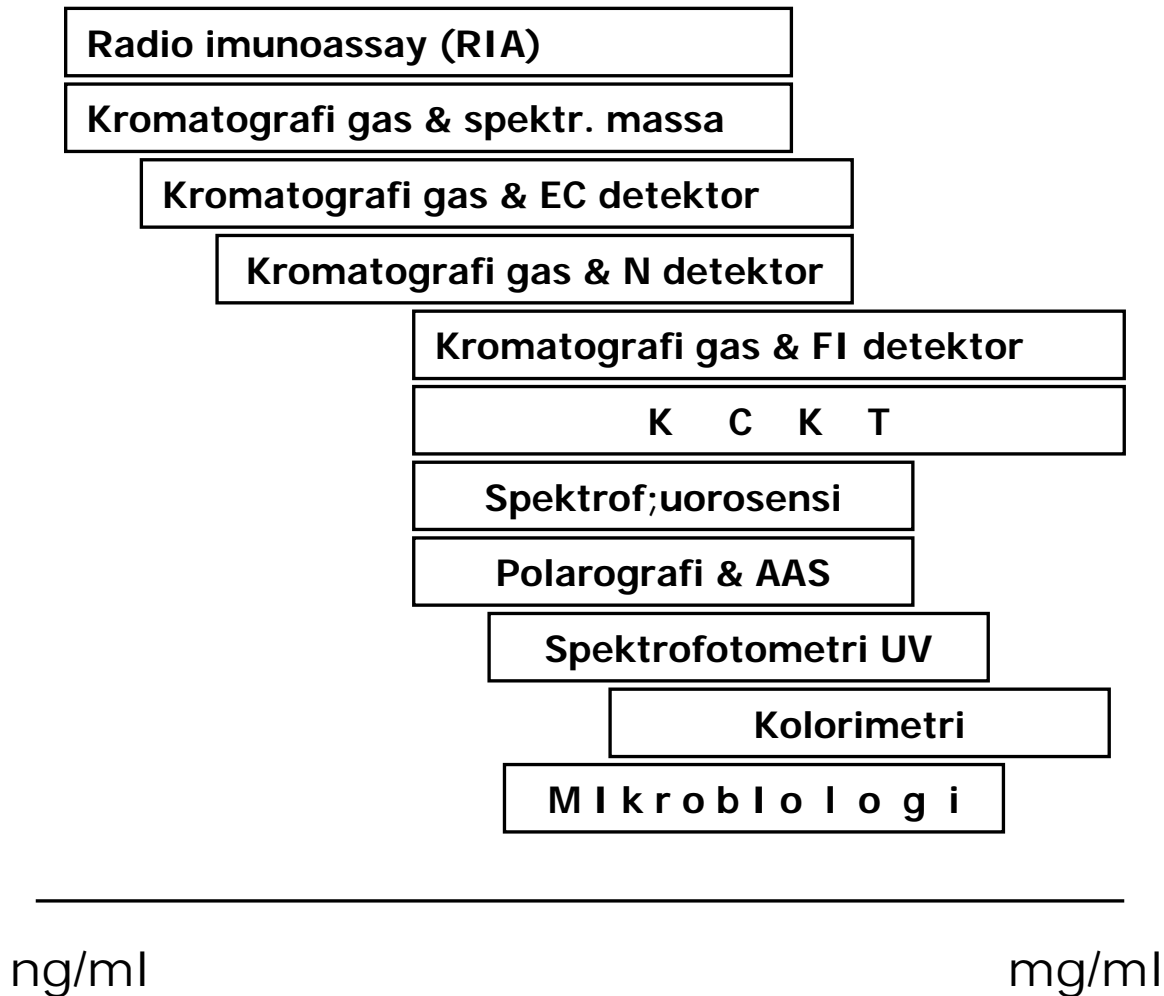
Golongan masalah

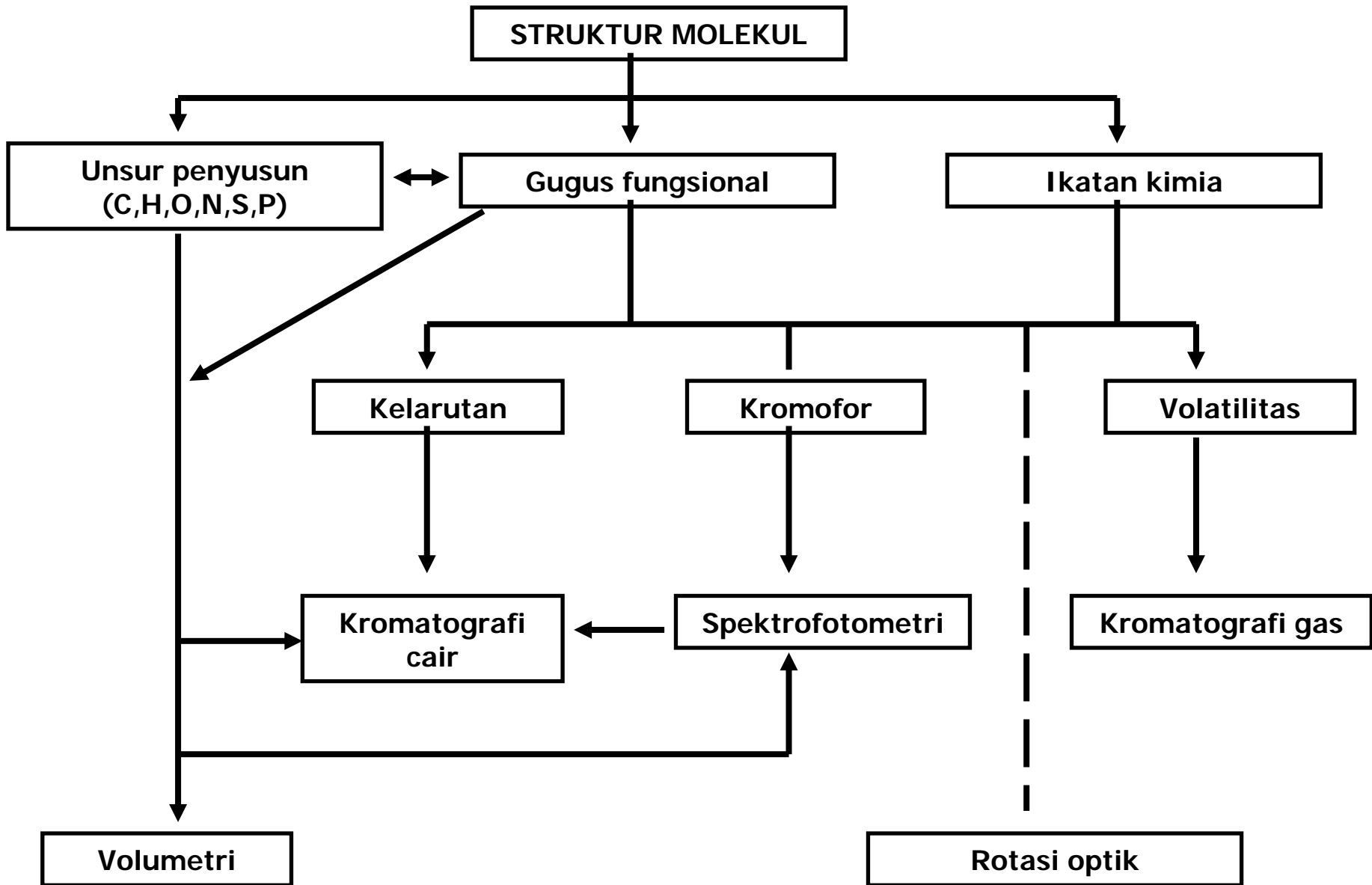
1. Problem analitik sama dengan problem analitik senyawa sebelumnya maka metode analisis yang ada dapat digunakan (transfer/adopsi)
2. Problem analitik hampir sama, hanya perlu modifikasi sebelum diterapkan
3. Problem analitik sama sekali baru dan belum ada sebelumnya maka perlu membuat prosedur baru, pengembangan metode

Pertanyaan sebagai pemandu

- a. Apakah MA mempunyai kepekaan tertentu ?
- b. Apakah MA mempunyai selektivitas tinggi ?
- c. Apakah instrumen/pereaksi tersedia ?
- d. Apakah persyaratan keseksamaan dan kecermatan dapat tercapai dengan metode ini ?
- e. Berapa waktu/biaya yang diperlukan

METODE ANALISIS BERDASARKAN KONSENTRASI ANALIT DALAM SAMPEL





Pemilihan metode

1. Metode/prosedur yang sudah ada/digunakan sebelumnya
2. Metode/prosedur lain yang dapat diperkirakan dari unsur penyusun, gugus fungsi dan ikatan
3. Bahan pembantu/matriks yang digunakan

→ tidak mengganggu

→ mengganggu metode analisis

Bila mengganggu kembangkan pemisahan yang memadai atau pilih metode yang separatif

4. Kadar senyawa aktif dalam sampel
Kecil → pilih yang kepekaannya tinggi
Besar → pilih metode umum
5. Persyaratan hasil analisis yang harus digunakan (kepekaan, ketelitian, ketepatan, dll)

Identifikasi Masalah

Masalah diklasifikasikan dan diidentifikasi berdasarkan pada :

- kadar senyawa aktif dalam sediaan
- matriks atau bahan pembantu terhadap metode analisis
- dengan kompleksitas (kerumitan) metode analisis yang dipilih
- ketersediaan instrumen, alat, dan pereaksi
- preparasi sampel sebelum dianalisis

Pustaka yang diacu

1. Farmakope Indonesia, United States Pharmacopeia, British Pharmacopeia, European Pharmacopeia, etc.
2. Merck Index of Chemicals and Drugs
3. Handbook of Chemistry and Physics
4. Analytical Profiles of Drug Substances
5. Official Methods of Analysis (AOAC)
6. Analysis of Drugs and Poisson (Clarke)
7. Handbook tentang Analisis Kimia dan Analisis Farmasi
8. Jurnal Ilmiah Kefarmasian