

Nama Obat Ikan: <u>MIACID</u> Nama Pelaku Usaha: <u>PT. Masindo Jaya Sentosa</u>	Formulir E Pemeriksaan Stabilitas	Lembar ke: 1
---	--	---------------------

5.1 Cara Pemeriksaan Stabilitas

Dilakukan pemeriksaan stabilitas untuk menentukan masa simpan produk dengan mengukur kondisi fisik dan bahan aktif dalam produk. Pemeriksaan stabilitas dilakukan terhadap 3 batch yang berbeda.

Uji stabilitas jangka panjang

Masukkan sampel dalam jumlah tertentu ke dalam kemasan yang sama dengan kemasan produk penjualan (kantong luar polipropilena, kantong dalam polietilen disegel). Simpan pada suhu ruang ($25 \pm 2^\circ\text{C}$, kelembapan $60 \pm 5\%$) selama 36 bulan, ambil dan uji sampel pada bulan ke- 0, 3, 6, 9, 12, 18, 24 dan 36, lalu analisis dan bandingkan dengan data awal.

Uji Stabilitas Dipercepat

Masukkan sampel dalam jumlah tertentu ke dalam kemasan yang sama dengan kemasan produk penjualan (kantong dalam polietilen dan kantong luar polipropilen). Simpan pada suhu ruang ($40 \pm 2^\circ\text{C}$, kelembapan $75 \pm 5\%$) selama 6 bulan, ambil dan uji sampel pada bulan ke-0, 1, 2, 3, dan 6 bulan, lalu analisis dan bandingkan dengan hasil awal.

5.2 Kriteria pemeriksaan stabilitas

Parameter	Spesifikasi
Propionic acid	40.00 % min.
pH (1% aqueous solution)	2.0-7.0
Pb	10ppm max
As	5ppm max
F	150ppm max
Kelembapan	13% max
Ukuran partikel	95% minimal lebih kecil 0.59mm
Bentuk dan warna	Serbuk warna abu keputihan

5.3 Metode pengujian stabilitas

5.3.1 Determination method of ammonium propionate

Timbang 0,5 g sampel dengan ketelitian 0,0002, tempatkan dalam gelas kimia berbentuk kerucut 150 ml, tambahkan 40 ml asam asetat glasial, aduk hingga larut, tambahkan 2-3 tetes indikator kristal violet, dan titrasi dengan larutan standar asam perat 0,1 mol/L untuk pengujian Ketika sampel cair biru-hijau, itu adalah titik akhir, dan percobaan kosong dilakukan pada saat yang bersamaan.

Presentasi and perhitungan hasil: Pesentasi ammonium propionateX2(%):

$$X2(\%) = [C \times (V1 - V2) \times 0.09111] / m \times 100$$

Inside:

C-----Kelarutan larutan standar asam perklorat, mol/L.

V1 --- Kelarutan larutan standar asam perklorat saat mengukur sampel, ml.

V2 --- Kelarutan larutan standar asam perklorat selama percobaan blanko, ml.

0.09111 1 ml Kelarutan larutan standar asam perklorat [$c(\text{HClO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$] sama dengan kualitas ammonium propionate, g.

M Beratan sampel, g.

Presisi:

Selisih antara hasil pengukuran paralel tidak lebih dari 0,5%, dan rata-rata aritmatika dari hasil pengukuran paraleldiambil sebagai hasil laporan pengukuran.

5.3.2 Metode pengujian Asem Propionat (Standart No.:GB1886.210—201 Standar nasional PR.China.2016-08-31)

Prinsip

Reagen dan air yang digunakan dalam standar ini mengacu pada reagen analitis dan air kelas tiga yang ditentukan dalam GB/T6682, kecuali persyaratan lain ditentukan.

Larutan standar yang digunakan dalam pengujian, larutan standar untuk penentuan pengotor, preparat dan produk, sesuai dengan GB/T601 dan GB/T602 kecuali persyaratan lain ditentukan

Disiapkan sesuai ketentuan GB/T603. Larutan yang digunakan dalam pengujian mengacu pada larutan berairketika pelarut yang digunakan untuk persiapan tidak ditunjukkan.

Langkah-langkah analisis

Timbang 1,5 g sampel, akurat hingga 0,0002 g, tambahkan 100 mL air yang baru direbus dan didinginkan kedalam labu berbentuk kerucut 250 mL, tambahkan 2 tetes fenol

Untuk indikator phthalein, gunakan larutan titrasi standar natrium hidroksida hingga warna merah tidak memudar selama 30 detik sebagai titik akhir.

Hitung hasil uji.

Persiapan larutan sampel

Timbang 1g sampel (akurat hingga 0,0001g), masukkan ke dalam labu volumetrik 100mL, tambahkan 60mL air, ekstrak ultrasonik dalam penangas air 50 ° C selama 20 menit, dinginkan hingga suhu kamar, encerkan dengan air sampai tanda, kocok baik, dan filter. Ambil 1 ml filtrat, encerkan ke dalam labu ukur 10 ml, ambil bagian dari larutan encer dan lewati melalui membran filter 0,45um, dan gunakan filtrat sebagai larutan sampel.

Penentuan Kromatografi Cair Ambil masing-masing larutan kerja standar dan larutan sampel, dan lakukan analisis dan penentuan kromatografi cair sesuai dengan kondisi yang tercantum dalam C.3.1. Lakukan kalibrasi multi-titik dengan larutan kerja standar, dan gunakan nilai terintegrasi dari area puncak kromatografi untuk kuantifikasi. Selama penentuan, konsentrasi larutan sampel harus disesuaikan sehingga nilai integral asam asetat berada dalam kisaran kurva standar yang sesuai.

Presentasi dan perhitungan hasil

Kandungan X asam asetat (asam propionat) dalam sampel, dinyatakan dalam fraksi massa:

$$X = \frac{c \times V \times n \times 100\%}{m \times 1000.000}$$

Di dalamnya:

- C----- Konsentrasi asam asetat (asam propionat) dalam larutan sampel diperoleh dari kurva standar, dalam mikrogram per mililiter (ug/mL)
- V ----- Volume total larutan sampel, dalam mililiter. (mL)
- n ----- Faktor pengenceran
- m----- Massa sampel, dalam gram (g).

Hasil pengukuran diwakili oleh rata-rata aritmatika penentuan paralel, dengan dua digit setelah titik desimal.

Pengulangan

Dalam kondisi pengulangan, deviasi relatif dari dua hasil penentuan paralel tidak lebih dari 5%.

Penyimpanan

Simpan di ruangan sejuk dan kering. Hindari tempat yang terpapar sinar matahari dan suhu tinggi. Disarankan: suhu tempat penyimpanan <40°C sedangkan kelembaban < 85%.

5.3.3 Metode pengujian Silikon digunakan cara uji Nilai penyerapan dibutil ftalat(Standart No.:HG/T3072-2008 Standar nasional PR, China,2008-10-01)

Prinsip:

Tambahkan dibutil ftalat(DBP) tetes demi tetes ke sampel dalam tangki pencampur meteran penyerapan minyak dengan perangkat titrasi laju konstan. Saat sampel menyerap DBP, campuran berubah dari keadaan mengalir bebas menjadi semi-plastik dengan peningkatan viskositas secara bertahap. Viskositas yang meningkat ditransmisikan ke sistem penginderaan torsi dari pengukur penyerapan oli, dan ketika torsi yang telah ditentukan tercapai, percobaan dihentikan. Nilai DBP yang diserap oleh sampel satuan massa adalah nilai penyerapan DBP dari silika terhidrasi yang diendapkan.

Langkah-langkah analisis

Nilai penyerapan dibutil ftalat(DBP) silika terhidrasi yang diendapkan dihitung dengan fraksi volume F, dan nilainya diwakili oleh $10^{-5} \text{m}^3/\text{kg} (\text{m}^3/100\text{g})$, dihitung sesuai dengan rumus(1)

$$F = A \times \frac{100}{100 - X} \text{-----}(1)$$

Dalam rumus:

A = Volume larutan DBP yang dikonsumsi oleh 100g sampel, dalam sentimeter kubik per 100 gram ($\text{cm}^3/100\text{g}$);

X = Kehilangan pemanasan sampel, satuannya adalah pesentasi (%)

5.3.4 Spesifikasi mutu produk

Acuan normatif:

Dokumen-dokumen berikut sangat diperlukan untuk penerapan dokumen ini. Untuk referensi bertanggung, hanya versi bertanggung yang berlaku untuk dokumen ini. Untuk dokumen referensi yang tidak bertanggung, versi terbaru (termasuk semua amandemen) berlaku untuk dokumen ini.

GB/T 601 Chemical reagents Preparation of standard titration solutions

GB/T 606 Chemical reagents General method for determination of moisture Karl Fischer method

GB/T 5917.1 Determination of Feed Grinding Particle Size Two-layer sieve screening method GB/T

6920 Kualitas water Determination of PH value glass electrode method

GB 10648 Feed label

BG/T 36863 Mixed Feed Additives General Requirements for Antifungal

AgentsGB/T 13079 Determination of total arsenic in feed

GB/T 13080 Determination of lead in feed - Atomic absorption
spectrometryGB/T 14699.1 Feed Sampling

GB 1886.210 Food additive Propionic acid

JJF 1070 Quantitative Packaged Commodity Net Content Measurement and Inspection Rules

Order No. 75 of the General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China Measures for the Supervision and Administration of Quantitatively Packaged Commodities.

Announcement No. 2045 of the Ministry of Agriculture of the People's Republic of China-----

Catalog of Feed Additives (2013)

Announcement No. 2625 of the Ministry of Agriculture of the People's Republic of China-----

Specifications for Safe Use of Feed Additives.

5.4 Faktor yang mempengaruhi stabilitas dari produk

Faktor- factor yang mempengaruhi stabilitas produk yaitu: kelembapan ruangan penyimpanan, karena konsentrasi asam dapat menurun jika semakin banyak air yang mengencerkan asam.

Nama Obat Ikan: **MIACID**
Nama Pelaku Usaha:
PT. Masindo Jaya Sentosa

Formulir E
Pemeriksaan Stabilitas

Lembar ke: 15

5.5 Data stabilitas metode diperpanjang

nuacid
for flourishing life

Laporan Uji Stabilitas Miacid

1. Uji Stabilitas Jangka Panjang

Masukkan sampel secukupnya ke dalam kemasan yang sama dengan kemasan produk yang akan dijual (kantong luar polipropilen dengan kantong dalam polietilena yang disegel) Simpan sampel dalam kondisi ruangan (suhu $25 \pm 2^\circ\text{C}$, kelembapan $60 \pm 5\%$) selama 36 bulan. Dan mengambil sampel pada akhir bulan ke-0, ke-3, ke-6, ke-9, ke-12, ke-18, ke-24 dan ke-36, kemudian menganalisis dan membandingkannya dengan hasil awal..

2. Uji Stabilitas Dipercepat

Masukkan sampel secukupnya ke dalam kemasan yang sama dengan kemasan produk yang akan dijual (kantong luar Polypropylene dengan kantong dalam polietilen bersegel). Simpan sampel dalam kondisi ruangan (suhu $40 \pm 2^\circ\text{C}$, kelembapan $75 \pm 5\%$) selama 6 bulan. Dan mengambil sampel pada akhir bulan ke-0, ke-1, ke-2, ke-3, dan ke-6, kemudian menganalisis dan membandingkannya dengan hasil awal..

3. Kehasilan

3.1 Kehasilan Uji stabilitas jangka panjang

Ambil sampel dari 3 batch Miacid dengan nomor batch P2018030901, P2018030902 dan P2018030903. Menganalisis hasil pada akhir bulan 0, 3, 6, 9, 12, 18, 24 dan 36. Bahannya stabil.



nuacid
for flourishing life

Batch No: P2018030901

Uji Stabilitas jangka panjang

Item	Spec 要求	0	3M	6M	9M	12M	18M	24M	36M
Test date 日期	/	2018/3/9	2018/6/9	2018/9/9	2018/12/9	2019/3/9	2019/9/9	2020/3/9	2021/3/9
Appearance 外观	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus
Propionic acid 丙酸	40.00% min	40.90%	40.91%	40.89%	40.85%	40.83%	40.82%	40.76%	40.69%
Moisture 水分	13.00% max	3.24%	3.29%	3.29%	3.30%	3.31%	3.32%	3.34%	3.38%



李海云

Batch No: P2018030902

Uji Stabilitas jangka panjang

Item	Spec	0	3M	6M	9M	12M	18M	24M	36M
Test date	/	2018/3/9	2018/6/9	2018/9/9	2018/12/9	2019/3/9	2019/9/9	2020/3/9	2021/3/9
Appearance	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus
Propionic acid	40.00% min	40.91%	40.88%	40.87%	40.87%	40.84%	40.81%	40.77%	40.75%
Moisture	13.00% max	3.21%	3.26%	3.25%	3.23%	3.27%	3.29%	3.32%	3.36%

MANAGER QC
Li HaiYun
质检章



Batch No: P2018030903

Uji Stabilitas jangka panjang

Item	Spec	0	3M	6M	9M	12M	18M	24M	36M
Test date	/	2018/3/9	2018/6/9	2018/9/9	2018/12/9	2019/3/9	2019/9/9	2020/3/9	2021/3/9
Appearance	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus
Propionic acid	40.00% min	40.90%	40.30%	40.27%	40.33%	40.29%	40.28%	40.27%	40.25%
Moisture	13.00% max	3.20%	3.22%	3.23%	3.24%	3.22%	3.25%	3.29%	3.32%

MANAGER QC
Li HaiYun
质检章



5.6 Data stabilitas metode dipercepat

3.2 Kehasilan Uji stabilitas dicepat

Ambil sampel dari 3 batch Miacid dengan nomor batch P2018030901, P2018030902 dan P2018030903. Menganalisis hasil pada akhir bulan 0, 1st, 2nd, 3rd, 6th. Bahannya stabil.

Batch No: P2018030901

Uji stabilitas dicepat

Item	Spec	0	1M	2M	3M	6M
Test date	/	2018/3/9	2018/4/9	2018/5/8	2018/6/9	2018/9/9
Appearance	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus
Propionic acid	40.00% min	40.90%	40.87%	40.86%	40.84%	40.81%
Moisture	13.00% max	3.24%	5.09%	5.11%	5.07%	5.08%



Batch No: P2018030902

Uji stabilitas dicepat

Item	Spec	0	1M	2M	3M	6M
Test date	/	2018/3/9	2018/4/9	2018/5/8	2018/6/9	2018/9/9
Appearance	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus
Propionic acid	40.00% min	40.91%	40.22%	40.20%	40.21%	40.22%
Moisture	13.00% max	3.21%	3.22%	3.24%	3.27%	3.28%



Batch No: P2018030903

Uji stabilitas dicepat

Item	Spec	0	1M	2M	3M	6M
Test date	/	2018/3/9	2018/4/9	2018/5/8	2018/6/9	2018/9/9
Appearance	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus	bubuk putih sampai kuning keabu-abuan atau partikel dengan rasa asam khusus
Propionic acid	40.00% min	40.90%	40.87%	40.83%	40.81%	40.79%
Moisture	13.00% max	3.20%	3.19%	3.21%	3.27%	3.28%

4. kesimpulan

Hasil uji stabilitas menunjukkan bahwa tampilan, kandungan setiap komponen Miacid tidak berbeda nyata dengan sampel awal, dan data tidak berubah secara signifikan, semua item analisis memenuhi standar kualitas.

Data ini dapat mengonfirmasi bahwa umur simpan Miacid pada suhu kamar dan dalam kondisi tertutup dapat mencapai 36 bulan.

Namun kandungan setiap komponen Miacid dapat berubah jika kelembapan stok lebih tinggi dari kondisi pengujian.

Berdasarkan data hasil pengujian stabilitas ini, produk Miacid stabil hingga 36 bulan dengan kondisi penyimpanan yang dianjurkan pada temperatur $<40^{\circ}\text{C}$ dan kelembaban $<85\% \text{RH}$.



5.7 Kesimpulan

Berdasarkan data uji stabilitas menunjukkan bahwa tidak terdapat perubahan terhadap produk (stabil), semua hasil analisa memenuhi standar kualitas. Dari data ini dapat dipastikan bahwa produk stabil dengan masa kadaluarsa produk selama 36 bulan bila produk disimpan pada ruangan dengan suhu $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ dan kelembaban $60\pm 5\%$).

