

2 《中国药典》2020年版含量测定检验记录模板举例

2.1 氨茶碱缓释片

成品检验记录

产品名称:氨茶碱缓释片	规格:0.1 g	请验日期: 年 月 日
产品批号:	数量: 万片	取样日期: 年 月 日
请验单位:口服固体制剂车间	剂型:片剂	检验日期: 年 月 日
有效期:1.5 年	报告书编号:	报告日期: 年 月 日
检验依据:《中国药典》2020年版二部P1378		
检验操作程序:氨茶碱缓释片检验操作程序SOP-xxxxxx		

检测环境:温度:____℃ 相对湿度:____%

[含量测定]

无水茶碱:照紫外-可见分光光度法(通则0401)测定。

仪器:电子天平型号: _____ 编号:QCSB _____

紫外-可见分光光度仪型号: _____ 编号:QCSB _____

供试品溶液的配制:取本品____片,精密称定____g,平均片重____g,研细,精密称取①____g,②____g(约相当于氨茶碱0.1g),置____mL量瓶中,加0.1 mol/L氢氧化钠溶液____mL与水____mL,振摇使氨茶碱溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液____mL,置____mL量瓶中,用0.01 mol/L氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。作为供试品溶液。

测定法:取供试品溶液适量,照紫外-可见分光光度法,在____nm的波长处测定吸光度,按C₇H₈N₄O₂的吸收系数(E_{1cm}^{1%})为650计算,即得。

$$\text{计算公式: 含量(\%)} = \frac{A \times \text{平均片重}}{C_{\text{供}} \times E \times 100 \times \text{规格}} \times 100\%$$

式中 A——供试品溶液的吸光度;

E——吸收系数;

C_供——供试品溶液的浓度。

$$A_{1\text{平均}} = \frac{\quad \times \quad}{\quad / \quad \times \quad / \quad \times \quad \times \quad \times} \quad A_{2\text{平均}} = \frac{\quad \times \quad}{\quad / \quad \times \quad / \quad \times \quad \times \quad \times}$$

$$\text{①} \frac{\quad \times \quad}{\quad / \quad \times \quad / \quad \times \quad \times \quad \times} \times 100\% = \quad \%$$

$$\text{②} \frac{\quad \times \quad}{\quad / \quad \times \quad / \quad \times \quad \times \quad \times} \times 100\% = \quad \%$$

平均:____%

修约:____%

标准规定:含无水茶碱应为氨茶碱标示量的74.0%~84.0%。

内控规定:含无水茶碱应为氨茶碱标示量的75.0%~83.0%。

复核人:

检验人:

2.2 苯唑西林钠片

成品检验记录

产品名称:苯唑西林钠片	规格:0.25 g(按 C ₁₉ H ₁₉ N ₃ O ₅ S 计)	请验日期: 年 月 日
产品批号:	数量: 万片	取样日期: 年 月 日
请验单位:口服固体制剂青霉素车间	剂型:片剂	检验日期: 年 月 日
有效期:2年	报告书编号:	报告日期: 年 月 日
检验依据:《中国药典》2020年版二部 P756		
检验操作程序:苯唑西林钠片检验操作程序 SOP-xxxxxx		

检测环境:温度:____℃ 相对湿度:____%

[含量测定]

照高效液相色谱法(通则0512)测定。

吗啡:

电子天平型号:_____ 编号:QCSB_____

色谱条件与系统适用性试验:

高效液相色谱仪型号:_____ 编号:QCSB_____ 流速:_____ mL/min 检测器:_____

高效液相色谱柱类型:_____ 编号:_____ 杂质D峰与苯唑西林峰的分离度:_____

柱温:____℃ 波长:____nm 苯唑西林峰与氯唑西林峰的分离度:_____

流动相的配制:称取磷酸二氢钾____g,加水____mL使溶解,(调节pH值至5.0),量取乙腈____mL,配制流动相____mL,比例为磷酸二氢钾溶液-乙腈(75:25)(或_____)。

系统适用性溶液的配制:取本品____mg,置____mL量瓶中,加0.05 mol/L氢氧化钠溶液____mL使溶解,放置____min后,用流动相稀释至刻度,摇匀,得每1 mL中约含0.25 mg的苯唑西林与其降解杂质的混合溶液(1),另取氯唑西林对照品____mg(对照品由_____提供,批号:_____,含量:____%)置____mL量瓶中,加混合溶液(1)溶解并稀释制成每1 mL中约含氯唑西林0.1 mg的混合溶液,作为系统适用性溶液。

供试品溶液的配制:取本品__片,除去包衣后,精密称定____g,平均片重____g,研细,精密称取适量(约相当于苯唑西林0.25 g),①____mg,②____mg,置____mL量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液____mL,置____mL量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

对照品溶液的配制:取苯唑西林对照品①____mg,②____mg,置____mL量瓶中(对照品由_____提供,批号:_____,含量:____%),加流动相溶解并定量制成每1 mL中约含苯唑西林0.1 mg的溶液作为对照品溶液。

2.3 复方甘草片

成品检验记录

产品名称:复方甘草片	规格:复方	请验日期: 年 月 日
产品批号:	数量: 万片	取样日期: 年 月 日
请验单位:口服固体制剂车间	剂型:片剂	检验日期: 年 月 日
有效期:2年	报告书编号:	报告日期: 年 月 日
检验依据:《中国药典》2020年版二部P960		
检验操作程序:复方甘草片检验操作程序SOP-xxxxxx		

检测环境:温度:____℃ 相对湿度:____%

[含量测定]

吗啡:照高效液相色谱法(通则0512)测定。

电子天平型号:_____ 编号:QCSB_____

色谱条件与系统适用性试验:

高效液相色谱仪型号:_____ 编号:QCSB_____ 流速:____mL/min 柱温:____℃ 理论板数:

高效液相色谱柱型号:_____ 编号:_____ 检测器:_____ 波长:____nm

流动相的配制:取0.05 mol/L磷酸二氢钾溶液____mL(称取磷酸二氢钾____g,加水稀释至____mL);取0.002 5 mol/L庚烷磺酸钠溶液____mL(称取庚烷磺酸钠____g,加水稀释至____mL);量取乙腈____mL;按比例为0.05 mol/L磷酸二氢钾溶液-0.002 5 mol/L庚烷磺酸钠溶液-乙腈(5:5:2)配制流动相____mL。

固相萃取柱的前处理、系统适用性试验与要求:

取固相萃取柱1支(用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂),依次用甲醇-水(3:1)15 mL与水5 mL冲洗,再用pH值约为9的氨水溶液(取水适量,滴加氨试液至pH值为9)冲洗至流出液pH值约为9,待用。

精密称取吗啡对照品____mg(对照品由_____提供,批号:_____含量:____%)于____mL容量瓶中,用5%醋酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,再取____mL置____mL量瓶中,用5%醋酸溶液稀释至刻度,摇匀(或直接领用对照品溶液配制编号为:_____),精密量取该溶液____mL,置处理后的固相萃取柱上,以供试品溶液中相同的洗脱条件洗脱,用____mL量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀,作为固相萃取柱系统适应性溶液。精密量取该溶液与对照品溶液各____μL,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。

固相萃取柱系统适应性试验结果(f_s)按下列公式计算,应为0.97~1.03。

$$\text{系统适应性试验结果}(f_s) \frac{A_s/C_s}{A_r/C_r} = \frac{/}{/} = \underline{\hspace{2cm}}$$

式中 A_x ——系统适用性溶液中吗啡峰面积；

A_r ——对照品溶液中吗啡峰面积；

C_x ——系统适用性溶液浓度；

C_r ——对照品溶液浓度。

对照品溶液的配制:精密称取吗啡对照品①_____mg,②_____mg(对照品由_____提供,批号_____,含量:_____%)于_____mL容量瓶中,用含2%甲醇的5%醋酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,取_____mL到_____mL量瓶中,用含2%甲醇的5%醋酸溶液稀释至刻度(或直接领用对照品溶液配制编号为:①_____,②_____)。

供试品溶液的配制:取本品__片,精密称定为_____g,平均片重_____mg,研细,精密称取约10片量,①_____mg,②_____mg,置磨口锥形瓶中,精密加水_____mL,超声处理_____min精密加稀盐酸(6→10)_____mL,摇匀,超声处理_____min使吗啡溶解,取出,放冷,滤过;精密量取续滤液_____mL,置处理后的固相萃取柱上,滴加氨试液适量使柱内溶液的pH值约为9(上样前,另取同体积的续滤液预先调试,以确定滴加氨试液的量),摇匀,待溶剂滴尽后,用水约_____mL冲洗,用含2%甲醇的5%醋酸溶液洗脱,用_____mL量瓶收集洗脱液至刻度,摇匀,即得。

对照品称量 /mg	浓度 $M_r / (\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	峰面积 A_r	RSD 值	RSD 值	$K = \frac{M_r}{A_r}$	平均 K 值

计算公式:

$$\text{含量}(\%) = \frac{A_x \times \text{平均片重}(\text{mg})}{M_x} \times K$$

式中 A_x ——供试品溶液吗啡峰面积；

A_r ——对照品溶液吗啡峰面积；

M_r ——对照品溶液吗啡浓度；

M_x ——供试品溶液浓度。

供试品溶液① M_x : _____ $\frac{\text{mg}}{\text{mL}} \times$ _____ $\frac{\text{mL}}{\text{mL}} =$ _____ mg/mL

供试品①峰面积 A_x : ① _____ ② _____ 平均: _____

含量% = $\frac{\quad \times}{\quad} \times \quad = \quad \text{mg/片}$

供试品溶液② M_x : $\frac{\text{mg}}{\text{mL}} \times \frac{\text{mL}}{\text{mL}} = \quad \text{mg/mL}$

供试品②峰面积 A_x : ① \quad ② \quad 平均: \quad

含量% = $\frac{\quad \times}{\quad} \times \quad = \quad \text{mg/片}$

平均: $\quad \text{mg/片}$

修约: $\quad \text{mg/片}$

标准规定:本品每片含无水吗啡应为 0.36 ~ 0.44 mg。

内控规定:本品每片含无水吗啡应为 0.368 ~ 0.432 mg。

复核人:

检验人:

[含量测定]

甘草酸:照高效液相色谱法(通则0512)测定。

电子天平型号: \quad 编号:QCSB \quad

色谱条件与系统适用性试验:

高效液相色谱仪型号: \quad 编号:QCSB \quad 流速: $\quad \text{mL/min}$ 柱温: $\quad ^\circ\text{C}$

理论板数: \quad

高效液相色谱柱型号: \quad 编号: \quad 检测器: \quad 波长: $\quad \text{nm}$

分离度: \quad

流动相的配制:取 0.025 mol/L 磷酸二氢钾溶液 $\quad \text{mL}$ (称取磷酸二氢钾 $\quad \text{g}$, 加水稀释至 $\quad \text{mL}$), 0.002 5 mol/L 庚烷磺酸钠溶液 $\quad \text{mL}$ (称取庚烷磺酸钠 $\quad \text{g}$, 加水稀释至 $\quad \text{mL}$), 量取乙腈 $\quad \text{mL}$, 按比例为 0.025 mol/L 磷酸二氢钾-0.002 5 mol/L 庚烷磺酸钠水溶液-乙腈 (33:33:44) 配制流动相 $\quad \text{mL}$ 。

溶剂:量取甲醇 $\quad \text{mL}$, 量取水 $\quad \text{mL}$, 配制溶剂 $\quad \text{mL}$, 比例为甲醇-水(1:1)。

对照品溶液的配制:称取甘草酸铵对照品① $\quad \text{mg}$, ② $\quad \text{mg}$ (对照品由 \quad 提供, 批号: \quad , 含量: $\quad \%$), 置 $\quad \text{mL}$ 量瓶中, 加溶剂溶解并稀释至刻度, 作为对照品溶液 (或直接领用甘草酸铵对照品溶液配制编号为: ① \quad , ② \quad)。

供试品溶液的配制:取本品 \quad 片, 精密称定 $\quad \text{g}$, 平均片重 $\quad \text{mg}$, 研细, 精密称取约 1 片量, ① $\quad \text{mg}$, ② $\quad \text{mg}$, 置 $\quad \text{mL}$ 量瓶中, 加溶剂适量 \quad , 超声处理 $\quad \text{min}$ 使甘草酸溶解, 取出, 放冷, 用溶剂稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取滤液作为供试品溶液。

测定法:精密量取供试品溶液与对照品溶液各 $\quad \mu\text{L}$, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算, 并将结果乘以 0.979 7。

2.4 枸橼酸喷托维林滴丸

成品检验记录

产品名称:枸橼酸喷托维林滴丸	规格:25 mg	请验日期:____年__月__日
产品批号:	数量: 万粒	取样日期:____年__月__日
请验单位:口服固体制剂车间	剂型:丸剂	检验日期:____年__月__日
有效期:2年	报告书编号:	报告日期:____年__月__日
检验依据:《中国药典》2020年版二部P895		
检验操作程序:枸橼酸喷托维林滴丸检验操作程序SOP-xxxxxx		

检测环境:温度:____℃ 相对湿度:____%

[含量测定]

取本品__粒,加三氯甲烷__mL使枸橼酸喷托维林溶解,加冰醋酸__mL与结晶紫指示液____滴,用高氯酸滴定液(0.1 mol/L)滴定至溶液显____,并将滴定的结果用空白试验校正。每1 mL高氯酸滴定液(0.1 mol/L)相当于52.56 mg的枸橼酸喷托维林。

滴定液	高氯酸	滴定浓度	mol/L
标定日期		标定温度	____℃
滴定管编号		滴定温度	____℃
标定人		复标人	

$$\text{计算公式: 含量(\%)} = \frac{(V_{\text{样}} - V_{\text{空白}}) \times M \times 0.5256}{10 \times \text{规格}} \times 100\%$$

式中 $V_{\text{样}}$ ——样品消耗的高氯酸滴定液的毫升数;

$V_{\text{空白}}$ ——空白消耗的高氯酸滴定液的毫升数;

M ——滴定液高氯酸的摩尔浓度。

$$V_{\text{样1}} = \text{_____ mL} \quad V_{\text{样2}} = \text{_____ mL} \quad V_{\text{空白}} = \text{_____ mL}$$

$$\textcircled{1} \frac{(\text{_____}) \times \text{_____}}{\text{_____}} \times 100\% = \text{_____}\%$$

$$\textcircled{2} \frac{(\text{_____}) \times \text{_____}}{\text{_____}} \times 100\% = \text{_____}\%$$

平均:____%

修约:____%

标准规定:含枸橼酸喷托维林($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_5\text{H}_8\text{O}_7$)应为标示量的90.0%~110.0%。

内控规定:含枸橼酸喷托维林($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_5\text{H}_8\text{O}_7$)应为标示量的93.0%~108.0%。

复核人:

检验人:

2.5 诺氟沙星胶囊

成品检验记录

产品名称:诺氟沙星胶囊	规格:0.1 g	请验日期: 年 月 日
产品批号:	数量: 万粒	取样日期: 年 月 日
请验单位:口服固体制剂车间	剂型:胶囊剂	检验日期: 年 月 日
有效期:2年	报告书编号:	报告日期: 年 月 日
检验依据:《中国药典》2020年版二部P1433		
检验操作程序:诺氟沙星胶囊检验操作程序SOP-xxxxxx		

检测环境:温度:____℃ 相对湿度:____%

[含量测定]

照高效液相色谱法(通则0512)测定。

电子天平型号:

编号:QCSB_____

色谱条件与系统适用性试验:

高效液相色谱仪型号:_____ 编号:QCSB_____ 检测器:

高效液相色谱柱类型:_____ 编号:_____ 流速:_____ mL/min

分离度:_____ 柱温:_____℃ 波长:_____ nm

流动相的配制:

量取磷酸_____ mL,加水_____ mL,用三乙胺调节pH值至(3.0±0.1),量取乙腈_____ mL,比例为:0.025 mol/L磷酸溶液-乙腈(87:13)(或_____)。

系统适用性溶液的配制:称取诺氟沙星对照品_____ mg、环丙沙星对照品_____ mg和依诺沙星对照品_____ mg,加0.1 mol/L盐酸溶液适量使溶解,用流动相定量稀释制成每1 mL中含诺氟沙星25 μg、环丙沙星和依诺沙星各5 μg的混合溶液。

对照品溶液的配制:精密称取诺氟沙星对照品①_____ mg,②_____ mg(对照品由_____ 提供,批号:_____,含量:____%),置_____ mL量瓶中,加0.1 mol/L盐酸溶液适量使溶解后,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取_____ mL,置_____ mL量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。

供试品溶液的配制:取本品的细粉适量,精密称定①_____ mg,②_____ mg(约相当于诺氟沙星125 mg),置_____ mL量瓶中,加0.1 mol/L盐酸溶液_____ mL使溶解后,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取续滤液_____ mL,置_____ mL量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

测定法:精密量取系统适用性溶液、对照品溶液、供试品溶液各_____ μL,注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,即得。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/488142033050006026>