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	目
产品批号:	数量: 刀	5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	目
有效期:1.5 年	报告书编号:		报告日期:	年	月	目
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-xxxx						

检测环境:温度:	$^{\circ}\mathrm{C}$	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①g,②	_g(约相当于氨茶碱 0.1 g),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 $C_7H_8N_4O_2$ 的吸收系数($E_{lem}^{1\%}$)为650计算,即得。

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

式中 A——供试品溶液的吸收度;

E——吸收系数;

C_#——供试品溶液的浓度。

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%。

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(技	 で C ₁₉ H ₁₉ N ₃ O ₅ S 汁)	请验日期:	年	月	目
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	剂型:片剂		检验日期:	年	日	II
霉素车间	加垒:开加	1923年日 797:	+)1		
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-xxxx						

检测环境:温度:%
[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:°C 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
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),①mg,②mg,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①mg,②mg,置mL量瓶中
(对照品由
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。

测定法:取系统适用性溶液___µL注入液相色谱仪,统适用性溶液色谱图中,杂质 B1、杂质 B2、杂质 D、氯唑西林的相对保留时间分别为 0.4、0.5、0.9、和 1.45,杂质 D 峰与苯唑西林峰之间的分离度应符合要求,苯唑西林峰与氯唑西林峰之间的分离度应大于 2.5。精密量取供试品溶液与对照品溶液___µL注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算供试品 $C_{19}H_{19}N_3O_5S$ 的含量。

対照品称 量/mg	浓度 M _r / (mg·mL ⁻¹)	峰面积A _r	RSD值	RSD值	$K = \frac{M_{\rm r}}{A_{\rm r}}$	平均K值
			_			

计算公式:

含量(%)=
$$\frac{A_x \times 平均片重}{M_x \times 规格} \times K \times 100\%$$

式中 A_{*} ——供试品溶液峰面积;

 M_x ——供试品溶液的浓度;

 A_{\cdot} — 对照品溶液峰面积;

 $M_{\rm r}$ 一对照品溶液浓度。

供试品
$$M_x$$
: ① $\frac{\text{mg}}{\text{mL}} \times \frac{\text{mL}}{\text{mL}} = \underline{\text{mg/mL}}$ A_{x1} : ① ______ ② _____

平均: 。

平均:____。

标准规定:本品含苯唑西林钠按苯唑西林计算,应为标示量的90.0%~110.0%。 内控规定:本品含苯唑西林钠按苯唑西林计算,应为标示量的93.0%~108.0%。

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-xxxx						

	检测环境:温度:℃ 相对湿	过度:%				
[含量	量测定]					
	吗啡:照高效液相色谱法(通则05	512)测定。				
	电子天平型号:	编号:Q0	CSB			
	色谱条件与系统适用性试验:					
	高效液相色谱仪型号:	编号:QCSI	3	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	:nn	1
	流动相的配制:取0.05 mol/L磷酸	三氢钾溶液	mL(称取磷	蜂酸二氢钾_	g,加z	水稀
释至	mL);取 0.002 5 mol/L 庚烷码	黄酸钠溶液	_mL(称取庚	烷磺酸钠_	g,加7	水稀
释至	mL);量取乙腈mL;	;按比例为0.05 m	ol/L 磷酸二氢	钾溶液-0.0	02 5 mol/	L庚
烷磺	酸钠溶液-乙腈(5:5:2)配制流动	ɪ相mL。				
	固相萃取柱的前处理、系统适用性	生试验与要求:				
	取固相萃取柱1支(用十八烷基码	挂烷键合硅胶为填	充剂),依次月	月甲醇-水(3	3:1)15 m	L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	EpH值为9)冲洗至	 危出
液 pl	H值约为9,待用。					
	精密称取吗啡对照品mg	g(对照品由		是供,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	习(或直接领)	用对照品溶	液配制组	扁号
为:_),精密量取该溶剂	夜mL,置处珰	l后的固相萃I	取柱上,以供	共试品溶液	夜中
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	固相苯取杜	E系统适应	並性
溶液	。精密量取该溶液与对照品溶液	各µL,分别注	主人液相色谱	仪,记录色语	普图 。	
	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 _☉		
	系统适应性试验结果 (f_s) $\frac{A_s/C_s}{A_t/C_r}$ =	=				

式中 A _x	系统适用性溶	液中吗啡峰面	ī积;			
$A_{\rm r}$	对照品溶液中	吗啡峰面积;				
C_{x}	系统适用性溶	逐浓度;				
$C_{\rm r}$	对照品溶液浓	:度。				
对照品溶	液的配制:精	密称取吗啡对	照品①n	ng,②	_mg(对照品F	由
提供,批号	, î	含量:9	%)于n	L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	1,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)。
供试品溶	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,	$1_{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline{\underline$	mg,置磨	口锥形瓶中,精	情密加水	_mL,超声处	理min
精密加稀盐酸	हे(6→10)	mL,摇匀,超声	与处理min(吏吗啡溶解	,取出,放冷,	滤过;精密
量取续滤液_	mL,置处理	11后的固相萃取	文柱上,滴加氨记	式液适量使物	生内溶液的 _F	H值约为9
(上样前,另取	双同体积的续测	虑液预先调试,	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量拼	瓦收集洗脱液	至刻度,摇
匀,即得。						
对照品称	浓度 M _r /	TRACTOR A	nan H	pap #	$M_{\rm r}$	Ti lb rr H
量/mg	$(mg \cdot mL^{-1})$	峰面积 $A_{\rm r}$	RSD值	RSD值	$K = \frac{M_{\rm r}}{A_{\rm r}}$	平均K值
			_			
计算公式	`. ·					
		含量(%)= <u>A</u>	x 平均片重(r M _x	$\frac{\log }{2} \times K$		
式中 A _x	-供试品溶液型	马啡峰面积;				
$A_{\rm r}$	-对照品溶液吗	马啡峰面积;				
$M_{ m r}$	-对照品溶液。	马啡浓度;				
$M_{\rm x}$	一供试品溶液液	农度。				
供试品溶	※液① M_x:──	$\frac{\text{mg}}{\text{mL}} \times$	<u>mL</u> =	_mg/mL		
			2			

含量% =× ×=mg/片	
供试品溶液② M_x : $\frac{\text{mg}}{\text{mL}} \times \frac{\text{mL}}{\text{mL}} = \frac{\text{mg/mL}}{\text{mL}}$	
供试品②峰面积 A_x :①	
含量% =	
平均:mg/片	
修约: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: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
分离度:	
流动相的配制:取0.025 mol/L磷酸二氢钾溶液mL(称)	取磷酸二氢钾g,加
水稀释至mL),0.002 5 mol/L 庚烷磺酸钠溶液mL(称取	又庚烷磺酸钠g,加
水稀释至mL),量取乙腈mL,按比例为0.025 mol/L磷酶	竣二氢钾-0.002 5 mol/L 庚
烷磺酸钠水溶液-乙腈(33:33:44)配制流动相mL。	
溶剂:量取甲醇mL,量取水mL,配制溶剂m	L,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①mg,②	mg(对照品由
提供,批号:,含量:%),置mL量瓶	瓦中,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,
②) _°	
供试品溶液的配制:取本品片,精密称定g,	平均片重mg,研
细,精密称取约1片量,①mg,②mg,置mL量瓶	瓦中,加溶剂适量
,超声处理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, 特宓量取供过品滚滴与对昭品滚滴タ 山 分别注	: 入海相角谱仪 记录角谱

图。按外标法以峰面积计算,并将结果乘以0.9797。

对照品称	浓度 M _r / (mg·mL ⁻¹)	峰面积A _r	RSD值	RSD值	$K = \frac{M_{\rm r}}{A_{\rm r}}$	平均K值
量/mg	(mg•mL ⁻¹)	□ 車 国 7六 A _r	KSD IE.	INSD IE.	$A_{\rm r}$	一一切八田
			_			

含量计算式= $\frac{A_x \times \text{平均片重 (mg)} \times 0.9797}{M_x} \times K$	
式中 4、——供试品溶液峰面积;	
A_r — 对照品溶液峰面积;	
M.——对照品溶液浓度;	
<i>M</i> _x ——供试品溶液浓度。	
供试品溶液 $\mathbb{I}M_x$: ————— $\operatorname{mg} =$ ————— $\operatorname{mg} / \operatorname{mL}$ 峰面积 A_{x1} : ①	
平均:。	
含量% =× × 0.979 7 ×=mg/片	
供试品溶液 $2M_x$: $\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ = $\frac{\text{mg}}{\text{mL}}$ 峰面积 A_{x2} :①	
平均:。	
含量% =x × 0.979 7 ×=mg/片	
平均:mg/片	
修约:mg/片	
标准规定:本品每片含甘草酸不得少于7.3 mg。	
内控规定:本品每片含甘草酸不得少于7.4 mg。	

复核人:

检验人:

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-××××							

「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	°C
滴定管编号		滴定温度	°C
标定人		复标人	

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

式中 $V_{\#}$ ——样品消耗的高氯酸滴定液的毫升数;

 V_{ga} ——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。

修约:____%

标准规定:含枸橼酸喷托维林 $(C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_5H_8O_7)$ 应为标示量的90.0%~110.0%。 内控规定:含枸橼酸喷托维林 $(C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_5H_8O_7)$ 应为标示量的93.0%~108.0%。

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-××××							

检测	环境:温度:_	°C	相对湿度:	:%				
[含量测定	ŧ]							
照高	效液相色谱法	(通则051	12)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:Q	CSB		检测器:	
高效	液相色谱柱类	型:		_编号:			_ 流速:	_mL/min
分离	度:			_柱温:	°C		波长:	_nm
流动	相的配制:							
量取	、磷酸m	L,加水_	mL	,用三乙川	胺调节]	pH 值至((3.0±0.1),量	取乙腈
mL,	比例为:0.025	mol/L磷酸	滚溶液-乙腈	青(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	5量使溶	解,用流	流动相定	量稀释制成年	每1 mL中含
诺氟沙星	. 25 μg、环丙沙	星和依诺	沙星各5μ	g的混合	溶液。			
对照	品溶液的配制]:精密称]	取诺氟沙星	上对照品(D	_mg,	mg(对:	照品由
提供	供,批号:		,含量:	:%)),置	mL <u> </u>	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mI	二,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	量,精密称	定①	1	ng,②	mg(约相
当于诺氟	〔沙星 125 mg)	,置r	mL量瓶中,	加 0.1 m	ol/L盐酶	逡溶液	mL使溶解	居,用水稀
释至刻度	,摇匀,精密量	比取续滤液	₹mL,∄	置	mL量瓶	直中,用流	元 动相稀释至	刻度,摇匀,
作为供试	品溶液。							
测定	法:精密量取	系统适用的	性溶液、对	照品溶液	友、供试 。	品溶液名	·μL,注.	人液相色谱
仪,记录6	色谱图,按外标	法以峰面	积计算,即	得。				

对照品称	浓度 M _r / (mg·mL ⁻¹)	峰面积A _r	RSD值	RSD值	$K = \frac{M_{\rm r}}{A_{\rm r}}$	平均K值
量/mg	(mg•mL ⁻¹)	□ 車 国 7六 A _r	KSD IE.	INSD IE.	$A_{\rm r}$	
			_			

含量(%)=
$$\frac{A_x \times \text{平均每粒}}{M_x \times \text{规格}} \times K \times 100\%$$

式中 A_x ——供试品溶液峰面积:

 M_{\star} ——供试品溶液的浓度;

 A_{\cdot} — 对照品溶液峰面积;

M_r——对照品溶液浓度。

平均:

平均:

平均:___%

修约:___%

标准规定:本品含诺氟沙星应为标示量的90.0%~110.0%。

内控规定:本品含诺氟沙星应为标示量的93.0%~108.0%。

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/48814203305 0006026