

附件 1:

水杨酸理化检验原始记录 (样板)

品名	水杨酸	记录编号	H150114
包装规格	25Kg/桶	批号	201512101
数量	250Kg	进厂编码	Y037-1309-02
件数	10.0 件	取样日期	2015 年 12 月 10 日
生产厂家	湖北兴银河化工有限公司	检验日期	2015 年 11 月 14 日
检验依据	《中国药典》(2015 年版) 二部		
检验项目	检验结果		
【性状】	本品为 <u>白色细微的针状结晶</u> (应为白色细微的针状结晶或白色结晶性粉末)。 结论: <u>符合规定</u> 熔点: <u>159~160 °C</u> (应为 158~161 °C)。 熔点仪型号: <u>WRS-1B</u> 编号: <u>YQ101</u> 本品依药典通则 0612 第一法测定, 初熔温度: <u>158.6°C</u> ; 终熔温度: <u>159.8°C</u> 结论: <u>符合规定</u> (1) 取本品的水溶液, 加三氯化铁试液 (批号: <u>20131013</u>) 1 滴, 溶液显 <u>紫堇色</u> (应为紫堇色)。 【鉴别】 结论: <u>符合规定</u> (2) 本品的红外光吸收图谱与对照图谱 <u>一致</u> (应一致)。(见附图) 结论: <u>符合规定</u> 炽灼残渣: <u>0.05%</u> (应不得过 0.1%) 马弗炉型号: <u>SRJX-2-9</u> 编号: <u>YQ201</u> 【检查】 天平型号: <u>AQ204</u> 编号: <u>YQ104</u> 取本品, 精密称定 $W_1 = \underline{2.0014g}$, 置已炽灼至恒重的坩锅 ($W_0 = \underline{55.5433g}$) 中, 精密称定 $W_2 = \underline{57.5447g}$ 后, 加硫酸 1ml 使湿润, 低温加热至硫酸蒸汽除尽后, 在 700°C 炽灼使完全灰化, 移置干燥器内, 放冷, 精密称定 $W_3 = \underline{55.5445g}$ 后, 再在 700°C 炽灼至恒重 ($W_4 = \underline{55.5443g}$), 计算炽灼残渣百分率: $\text{炽灼残渣}\% = \frac{W_4 - W_0}{W_1} \times 100\% = \frac{55.5443 - 55.5433}{2.0014} \times 100\% = 0.049\% = 0.05\%$ 结论: <u>符合规定</u>		
检验人: (签名)	复核人: (签名)		

检验项目	检验结果
【检查】 重金属： 采用方法：《中国药典》2015 版四部通则 0821 第<u>一</u>法 标准铅溶液的制备：精密量取标准铅贮备液（批号：<u>20130908</u>）10ml，置 100ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（每 1ml 相当于 10μg 的 Pb）。本液仅供当日使用。 取 25 ml 比色管 3 支，甲管为对照管，乙管为供试管，丙管为对照比较管。甲管中加入标准铅溶液 1 ml 与醋酸盐缓冲液（pH3.5）（批号：<u>20131114</u>）2 ml 后，加水稀释成 25 ml；乙管中加入本品 1.0g（W=<u>1.0209g</u>），加水适量溶解后，加醋酸盐缓冲液（PH3.5）（批号：<u>20131114</u>）2 ml 后，加水稀释至 25 ml；丙管加入本品 1.0g（W=<u>1.0201g</u>），加水适量溶解后，再加标准铅溶液 1 ml 与醋酸盐缓冲液（pH3.5）2 ml，加水稀释至 25 ml。在甲乙丙三管中分别加入硫代乙酰胺试液（批号：<u>20131114</u>）各 2 ml，摇匀，放置 2 分钟，同置白纸上，自上向下透视，丙管比甲管所显示颜色<u>深</u>，乙管比甲管所显示颜色<u>浅</u>（不得更深）。 【含量测定】 含量测定：<u>100.1%</u>（应不得小于 99.5%） 天平型号：<u>AQ204</u> 编号：<u>YQ104</u> 滴定管编号：<u>D214</u> 取本品约 0.3g，精密称定，W₁=：<u>0.3005</u> g；W₂=：<u>0.3010</u> g，加中性乙醇（对酚酞指示液显中性）25ml 溶解后，加酚酞指示液（批号：<u>20131008</u>）用氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)C=：<u>0.9619</u>mol/L 滴定，滴定至溶液显粉红色并持续 30 秒钟不褪，消耗氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)的体积：V₁=：<u>21.45</u> ml；V₂=：<u>21.50</u> ml。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1 mol/L)相当于 13.81mg 的 C₇H₆O₃。①② $\textcircled{1}P_1\% = \frac{V_1 \times T \times F}{W_1} \times 100\% = \frac{21.45 \times 13.81 \times 1.015}{0.3005 \times 1000} \times 100\% = 100.06\% ;$ $\textcircled{2}P_2\% = \frac{V_2 \times T \times F}{W_2} \times 100\% = \frac{21.50 \times 13.81 \times 1.015}{0.3010 \times 1000} \times 100\% = 100.12\% ;$ 平均值：$\frac{\textcircled{1} + \textcircled{2}}{2} = \frac{100.06\% + 100.12\%}{2} = 100.09\% = 100.1\%$ 相对偏差：$\frac{ \textcircled{1} - \textcircled{2} }{ \textcircled{1} + \textcircled{2} } \times 100\% = \frac{ 100.12\% - 100.06\% }{ 100.12\% + 100.06\% } \times 100\% = 0.03\%$ 结论：<u>符合规定</u>	
检验人：（签名）	复核人：（签名）

附件 2：水杨酸理化检验报告书（样板）

编码：RD-Q-224-01
H150114

报告编号：

品名	水杨酸		
包装规格	25Kg/桶	批号	201509101
数量	250Kg	进厂编码	Y037-1309-02
件数	10.0 件	取样日期	2015 年 12 月 10 日
生产厂家	湖北兴银河化工有限公司	报告日期	2015 年 12 月 14 日
检验依据	《中国药典》（2015 年版）二部		
检验项目	标准规定	检验结果	
【性状】	本品为白色细微的针状结晶或白色结晶性粉末 熔点为 158～161℃	为白色细微的针状结晶 159～160℃，符合规定	
【鉴别】	(1) 应呈正反应 (2) 红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 57 图）一致。	呈正反应 红外光吸收图谱与对照图谱一致	
【检查】			
炽灼残渣	不得过 0.1%	0.05%，符合规定	
重金属	不得过百万分之十	符合规定	
【含量测定】	含 C ₇ H ₆ O ₃ 不得少于 99.5%。	100.1%，符合规定	
结论	本品按《中国药典》（2015 年版）二部检验，结果符合规定。		
负责人：（签名）	复核人：（签名）	检验人：（签名）	盖章

附件 3:

维生素 C 注射液检验原始记录 (样板)

品名	维生素 C 注射液	记录编号	ZC150102
规格	2ml: 0.5g	批号	201509151
包装规格	10 支/盒, 50 盒/件	检品来源	制剂车间
数量	25, 000.0 支	取样日期	2015 年 12 月 19 日
件数	500.0 件	检验日期	2015 年 12 月 20 日
检验依据	《中国药典》(2015 年版) 二部		
检验项目	检验结果		
【性状】	本品为<u>无色的澄明液体</u>(应为无色至微黄色的澄明液体)。 结论: <u>符合规定</u>		
【含量测定】	含量测定: <u>101.6%</u> (应为标示量的 93.0%~107.0%) 天平型号: <u>AQ204</u> 编号: <u>YQ104</u> 滴定管编号: <u>D214</u> 取维生素 C 注射液适量 (约相当于维生素 C 0.2g), $V_{\text{样}1} = \underline{4.0} \text{ ml}$; $V_{\text{样}2} = \underline{4.0} \text{ ml}$, 加水 15ml 与丙酮 2ml, 摇匀, 放置 5 分钟, 加稀醋酸 4ml 与淀粉指示液 1ml, 用碘滴定液(0.05mol/L) $C = \underline{0.0502} \text{ mol/L}$ 滴定, 滴定至溶液显蓝色并持续 30 秒钟不褪, 消耗碘滴定液(0.05mol/L)的体积: $V_1: \underline{21.45} \text{ ml}$; $V_2: \underline{21.50} \text{ ml}$。 每 1ml 碘滴定液(0.05mol/L)相当于 8.806mg 的 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$。 $\textcircled{1} P_1\% = \frac{V_1 \times T \times F}{V_{\text{样}1} \times C_s} \times 100\% = \frac{11.48 \times 8.806 \times 1.004}{4.0 \times 0.25} \times 100\% = 101.50\%$ $\textcircled{2} P_2\% = \frac{V_2 \times T \times F}{V_{\text{样}2} \times C_s} \times 100\% = \frac{11.50 \times 8.806 \times 1.004}{4.0 \times 0.25} \times 100\% = 101.67\%$ 平均值: $\frac{\textcircled{1} + \textcircled{2}}{2} = \frac{101.50\% + 101.67\%}{2} = 101.58\% = 101.6\%$ 相对偏差: $\frac{ \textcircled{1} - \textcircled{2} }{ \textcircled{1} + \textcircled{2} } \times 100\% = \frac{ 101.50\% - 101.67\% }{ 101.50\% + 101.67\% } \times 100\% = 0.05\%$ 结论: <u>符合规定</u>		
检验人: (签名)	复核人: (签名)		

附件 4: 维生素 C 注射液检验报告书（样板）

编码：SOP-C-4108/R2-00
ZC150102

报告编号：

品名	维生素 C 注射液		
规格	2ml:0.5g	批号	201509151
包装规格	10 支/盒，50 盒/件	取样日期	2015 年 12 月 19 日
数量	25，000.0 支	报告日期	2015 年 12 月 24 日
件数	500.0 件	有效期至	2017 年 10 月 17 日
检验依据	《中国药典》（2015 年版）二部		
检验项目	标准规定	检验结果	
【性状】	应为无色至微黄色的澄明液体	为无色澄明液体	
【含量测定】	含维生素 C(C ₆ H ₈ O ₆)应为标示量的 93.0%～107.0%	101.6%，符合规定	