

检验记录编号：TR 01-004-01.04
检验记录前编号：TR 01-004-01.03

检验原始记录

品 名*****
规 格原料药
起草人 / 日期
审核人 / 日期
QA 批准 / 日期
执行日期

XXXX 检验记录

检验编号: _____

检品名称	XXXX	规格		取样日期	
批号		检品数量		检验日期	
检验项目	理化检验			完成日期	
检验依据					

【性 状】

外观

操作方法：取本品适量置白瓷盘中，在自然光下观察。

本品为_____。

标准规定：本品为白色或类白色粉末或块状物。

结论：

☐符合规定

☐不符合规定

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

溶解度

电子天平型号: _____ 编号: _____

电热恒温水浴锅型号: _____ 编号: _____

二氯甲烷批号: _____ 来源: _____ 甲醇批号_____ 来源: _____

乙醇批号: _____ 来源: _____ 乙腈批号_____ 来源: _____

纯化水批号: _____来源: _____

取本品适量置容量器具中，分别加入二氯甲烷、甲醇、乙醇、乙腈及水，在_____℃（应为 25℃±2℃）条件下，每隔 5min 强力振摇 30s，观察 30 分钟内的溶解情况。

溶 剂	供试品重	溶剂加入量	溶解情况	结果判定
二氯甲烷	（略大于 1g）	（应为 1ml）		
甲醇	（略大于 0.1g）	（应为 1ml）		
乙醇	（略大于 0.1g）	（应为 1ml）		
乙腈	（略大于 0.1g）	（应为 3ml）		
水	（略小于 20mg）	（应为 200ml）		

标准规定：本品在二氯甲烷中极易溶解，在甲醇、乙醇中易溶，在乙腈中溶解，在水中几乎不溶。

结论：

☐符合规定

☐不符合规定

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

批号: _____

【鉴别】

红外鉴别

电子天平型号: _____ 编号: _____

红外分光光度计型号: _____ 编号: _____

鼓风干燥箱型号: _____ 编号: _____

溴化钾批号: _____ 来源: _____

XXXX 对照品批号: _____ 来源: _____ 含量: _____, 水分 _____;

操作方法:

干燥的溴化钾: 取溴化钾适量于 _____℃ (应为 120℃), 干燥 _____ 小时 (4 小时以上)。

取干燥的溴化钾细粉, 充分研磨均匀, 置玛瑙研钵中; 移至直径为 13mm 压模中, 使铺展均匀, 加压至 10~15Mpa, 抽真空, 保持 2~5min, 除去真空, 取出制成的溴化钾片, 用目视检查应均匀, 无明显颗粒, 作为空白片。

取干燥的 XXXX 对照品 _____ (1~1.5mg), 置玛瑙研钵中, 取干燥的溴化钾细粉 _____ (200~300mg), 混合, 充分研磨均匀; 移至直径为 13mm 压模中, 使铺展均匀, 加压至 10~15Mpa, 抽真空, 保持 2~5min, 除去真空, 取出制成的溴化钾片, 用目视检查应均匀, 无明显颗粒;

取干燥的供试品 _____ (1~1.5mg), 置玛瑙研钵中, 取干燥的溴化钾细粉约 _____ (200~300mg), 混合, 充分研磨均匀, 移至直径为 13mm 压模中, 使铺展均匀, 加压至 10~15Mpa, 抽真空, 保持 2~5min, 除去真空, 取出制成的溴化钾片, 用目视检查应均匀, 无明显颗粒;

样品测定: 以空气为背景, 录制光谱图; 再以聚苯乙烯标准, 录制光谱图。再以空白片为背景, 录制光谱图。再分别以对照品、供试品录制光谱图。

结果:

本品红外吸收图谱与对照品图谱 _____。

标准规定: 本品红外吸收图谱与对照品图谱应一致。

结论:	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

鉴别 2

紫外鉴别

电子天平型号: _____ 编号: _____

紫外可见分光光度计型号: _____ 编号: _____

0.01mol/L 盐酸溶液批号: _____

操作方法:

(1) 供试品溶液制备: 取本品_____ (应为 40mg), 精密称定, 置 100ml 容量瓶中, 用 0.01mol/L 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀即得。

(2) 波长校正: 调用 486nm 和 656nm 波长校正方法, 扫描光谱图, 记录最大吸收处的波长;

(3) 样品测定: 在样品室放入两个装有 0.01mol/L 盐酸溶液的空白溶剂的石英比色皿进行基线扫描, 取出其中一个石英比色皿将空白溶剂倒掉, 装入供试品溶液在 200~400nm 范围内扫描, 记录最大吸收处的波长。

结果:

(1) 波长校正正在_____和_____波长处有最大吸收;

(2) 该供试品溶液在_____波长处有最大吸收。

标准规定: 波长校正正在 486nm±2nm 和 656nm±2nm 波长处有最大吸收;

在 263nm±2nm 与 271nm±2nm 波长处有最大吸收。

结论: ☐ 符合规定☐ 不符合规定

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

鉴别 3

薄层色谱法

电子天平型号: _____ 编号: _____

硅胶 G 板批号: _____ 来源: _____

XXXX 对照品批号: _____ 来源: _____ 含量: _____, 水分 _____,

甲醇批号: _____ 来源: _____

氨水: 甲醇 (0.1:100) 批号: _____ 稀碘化铋钾试液批号: _____

操作方法:

取本品_____ (应为 25mg) mg, 至 5ml 容量瓶中, 加入甲醇溶解并稀释至刻度线, 制成每 1mL 约含 5mg 的供试品溶液; 另取_____ (应为 25mg) mgXXXX 对照, 至 5ml 容量瓶中, 加入甲醇溶解并稀释至刻度线, 制成每 1mL 约含 5mg 的对照品溶液, 吸取上述两种溶液各 5μL 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以氨水: 甲醇 (0.1:100) 为展开剂, 展距约 10cm, 晾干, 喷以稀碘化铋钾试液使显色。并照相附图。

结果: _____。

标准规定: 供试品溶液所显主斑点的位置、颜色与对照品溶液的主斑点相同, R_f 在 0.2~0.8 之间。

结论:	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

【检 查】

旋光度

自动旋光仪型号: _____ 编号: _____

电子天平型号: _____ 编号: _____

甲醇批号: _____ 来源: _____

操作方法:

取本品 1#_____、2#_____（应为 1.0g），精密称定（称取供试品两份，平行测定），分别置 20ml 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度。

控制溶液温度为 20℃±0.5℃。取甲醇润洗 1dm 旋光管后，缓缓注入，勿产生气泡或将气泡转至凸出处，盖上盖玻片，旋紧外盖，放入样品室。读取空白溶剂的旋光度。

同法注入供试品溶液，读取读数。重复测定两次。测定完后再用甲醇测一次以确定零点无偏移。

组别	溶液温度（℃）	旋光度（°）	平均值（°）
空白溶剂			N/A
供试品 1			
供试品 2			
空白溶剂			N/A

旋光度为:

标准规定：本品旋光度应在-0.10°至+0.10°

结论：

☐符合规定

☐不符合规定

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

批号: _____

甲醇溶液的澄清度和颜色

澄明度检测仪型号: _____ 编号: _____

电子天平型号: _____ 编号: _____

甲醇批号: _____ 来源: _____

操作方法:

a) 颜色检查: 取本品_____ (应为 1.0g) 置纳氏比色管中, 加甲醇 50mL 溶解。另取一支纳氏比色管加入甲醇 50mL, 于白色背景下平视观察供试品溶液和空白溶剂颜色, 观察结果: _____。

b) 澄清度检查: 取上述供试品溶液, 在澄明度检测仪中照度为 1000lx 观察供试品溶液和空白溶剂的澄清度, 观察结果: _____。

标准规定: 本品的甲醇溶液应澄清无色。

结论:	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

水分

电子天平型号: _____

编号: _____

水分自动滴定仪型号: _____

编号: _____

无水甲醇批号: _____

来源: _____

卡尔费休试剂批号: _____

来源: _____

a)卡尔·费休氏试剂的标定:

取纯化水约 20mg，精密称定，置于预先平衡好的滴定杯中，用卡尔费休试剂进行滴定，连续测定三次，记录 F 值:

1#

2#

3#

F₁=

F₂=

F₃=

F_{平均}=

RSD=

(应≤1.0%)

b) 供试品的水分测定:

取供试品 0.5g，精密称定，迅速置于预先平衡好的滴定杯中，用卡尔费休试剂进行滴定，平行测定两份样品:

样品称量: 1#

2#

水分测定结果: 1#

2#

平均值:

标准规定: 水分应不得过 0.5%。

结论:

☐符合规定

☐不符合规定

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

炽灼残渣

高温电阻炉型号: _____ 编号: _____

电子天平型号: _____ 编号: _____

硫酸批号: _____ 来源: _____

称取供试品 (W) _____、_____ (应为1.0g), 精密称定, 置已恒重的空坩埚中, 缓缓炽灼至完全炭化, 放冷加硫酸_____ml (应为0.5~1ml) 使湿润, 低温加热至硫酸蒸气除尽后, 在550℃炽灼至完全灰化, 移至干燥器中冷却, 称量; 再在550℃炽灼至恒重。称两份样品, 平行测定。

名 称	恒重起止时间	称量 时间	空坩埚编号 ()/样品 1	重量 差异	空坩埚编号 ()/样品 2	重量 差异
空坩埚 恒重 W ₁						
样品+ 空坩埚 恒重 W ₂						

计算公式: 炽灼残渣 (%) = $\frac{W_2 - W_1}{W} \times 100\%$

1#:

2#:

平均:

标准规定: 本品炽灼残渣应不得过 0.1%。

结论: ☐符合规定 ☐不符合规定

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

氯化物

电子天平（十万分之一）型号: _____ 编号: _____

甲醇批号: _____ 来源: _____

硝酸批号: _____ 来源: _____

硝酸银试液批号: _____ 0.02mol/L 盐酸溶液批号: _____

操作方法:

供试品溶液的制备: 取供试品_____（应为 0.36g），精密称定，置 50mL 比色管中，加 2mL 甲醇溶解，再加水稀释至 40mL，必要时加硝酸中和至中性（用 PH 试纸蘸取观察）；

对照品溶液的制备: 取 0.02mol/L 的盐酸溶液_____（应为 0.5mL）置 50mL 比色管中，加 2mL 甲醇溶解，再加水稀释至 40mL，必要时加硝酸中和至中性（用 PH 试纸蘸取观察）；

空白溶液的制备（空白溶液不干扰供试品及对照品溶液的测定）: 向 50mL 比色管加入 2mL 甲醇，再加水稀释至 40mL，必要时加硝酸中和至中性（用 PH 试纸蘸取观察）；

向供试品溶液、对照品溶液、空白溶液均先加入 2mL 硝酸，再加入硝酸银试液_____（应为 1.0mL），加水至 50mL，混匀，在暗处放置 5min，置黑色背景上，从比色管上方向下观察供试品溶液与对照品溶液。

结果: 供试品溶液_____对照品溶液。

标准规定: 供试品溶液与对照品溶液比较不得更浓（不得过 0.1%）。

结论:	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

溴化物

电子天平（十万分之一）型号: _____ 编号: _____

甲醇批号: _____ 来源: _____

硝酸批号: _____ 来源: _____

1mg/mL 溴化钾标准贮备液批号: _____ 硝酸银试液批号: _____

操作方法:

0.1mg/mL 溴化钾标准溶液: 精密移取 1mg/mL 溴化钾标准贮备液_____（应为 10.0mL），置 100mL 量瓶，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液的制备: 取供试品_____（应为 0.4g），精密称定，置 50mL 具塞比色管，加 2mL 甲醇溶解，加入 2mL 硝酸，再加水稀释至 25mL；

对照品溶液的制备: 精密移取 0.1mg/mL 溴化钾标准溶液_____（应为 4.0mL），置 50mL 具塞比色管，加 2mL 甲醇溶解，加入 2mL 硝酸，再加水稀释至 25mL；

空白溶液的制备（空白溶液不干扰供试品及对照品溶液的测定）: 向 50mL 比色管加入 2mL 甲醇，加入 2mL 硝酸，再加水稀释至 25mL；

向供试品溶液、对照品溶液、空白溶液均加入硝酸银试液_____（应为 2.0mL），混匀，立即加热至沸腾加水至 50mL，置黑色背景上，从比色管上方向下观察供试品溶液与对照品溶液。

结果: 供试品溶液_____ 对照品溶液。

标准规定: 供试品溶液与对照品溶液比较不得更浓（不得过 0.1%）。

结论:	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

重金属

醋酸盐缓冲液（pH3.5）批号: _____ 酚酞指示液批号: _____

硫代乙酰胺溶液批号: _____ 甘油混合试液批号: _____

标准铅贮备液批号: _____ 氨试液批号: _____

盐酸批号: _____ 来源: _____

硝酸批号: _____ 来源: _____

操作方法

标准铅溶液的制备：精密量取贮备液_____ml（应为 10.0ml），置_____ml（应为 100ml）量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

硫代乙酰胺试液：临用前按 5:1 的比例取甘油混合试液_____ml 和硫代乙酰胺溶液_____ml，混合均匀后，置水浴上加热 20 秒，冷却，立即使用。

供试品溶液的制备：炽灼残渣项下遗留的残渣，加硝酸_____ml（应为 0.5ml）蒸干，至氧化氮蒸汽除尽后，放冷，加盐酸_____ml（应为 2ml），置水浴锅上蒸干后加水_____ml（应为 15ml），加酚酞指示液 1 滴，然后滴加氨试液至酚酞指示液显微粉红色，再加醋酸盐缓冲液（pH3.5）_____ml（应为 2ml），微热溶解后移置 25ml 比色管中，加水稀释至_____ml（应为 25ml）；

对照品溶液的制备：取空白坩埚加配制供试品的试剂蒸干后，加醋酸盐缓冲液（pH3.5）_____ml（应为 2ml），与水_____ml（应为 15ml）微热溶解后移至纳氏比色管中，加标准铅溶液_____ml（应为 1.0ml），再用水稀释成_____ml（应为 25ml），作为对照品溶液。

在对照溶液和供试品溶液中分别加入硫代乙酰胺试液各_____ml（应为 2ml），摇匀，放置 2 分钟，同置白纸上，自上向下透视，供试品溶液管颜色_____对照溶液管。

标准规定：供试品溶液管颜色应不深于对照溶液管（不得过 10ppm）。

结论：	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

批号: _____

【含量测定】

电位滴定仪型号: _____ 编号: _____

电子天平型号: _____ 编号: _____

冰醋酸批号: _____ 来源: _____

高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 批号: _____ 浓度: _____

操作方法:

a)空白溶剂的滴定: 量取冰醋酸 40ml, 用电位滴定仪滴定至终点, 记录消耗体积 V_0 。

b)样品测定: 称取供试品 0.2g, 精密称定 (称取供试品两份, 平行测定), 置于滴定杯中, 加冰醋酸 40ml 溶解, 将盛有供试品溶液的滴定杯置磁力搅拌器上, 浸入电极, 搅拌, 用高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 滴定至终点, 记录消耗的高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 体积 V 。每 1ml 高氯酸滴定液 (0.1mol/L) 相当于 28.84mg 的 $C_{18}H_{28}N_2O$ 。

 V_0 : W_1 : V_1 : W_2 : V_2 :

按无水物计算: 含量 % = $\frac{(V - V_0) \times C \times 28.84}{W \times 0.1 \times (1 - \text{水分})} \times 100\%$ (此式中 W 的单位为 mg)

平均值:

含量为:

标准规定: 按无水物计, 含 $C_{18}H_{28}N_2O$ 应为 98.5%-101.0%。

结论: <input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

结论: 经检验所检项目

注: 本次试验异常情况。

有 ☐ 无 ☐

XXXX 检验记录

检验编号:

检品名称	XXXX	规格		取样日期	
批号		检品数量		检验日期	
检验项目	仪器检验			完成日期	
检验依据					

【检查】

有关物质 1

1. 仪器:

电子天平型号: 编号:

气相色谱仪型号: 编号:

色谱柱: 编号:

2. 试剂及试液

N,N 二甲基甲酰胺: 来源:

乙腈: 来源:

XXXX 对照品: 来源: 含量: , 水分: ;

杂质 C: 来源: 含量: , 水分: ;

3. 色谱条件:

升温程序: 起始温度为 120℃, 以 10℃/min 的速率升温至 200℃, 维持 15 分钟, 以 5℃/min 的速率升温至 230℃, 以 20℃/min 的速率升温至 280℃, 维持 14 分钟;

进样口温度: 280℃

检测器 (FID) 温度: 300℃

分流比: 15:1

恒定压力: 25psi

氢气流速: 30ml/min

空气流速: 300ml/min

稀释液: N,N 二甲基甲酰胺-乙腈 (20:80) 批号:

进样量: 1µl

4. 溶液制备

供试品溶液制备: 分别取本品 1# 、 2# (约 300mg) mg, 精密称定, 分别置 10ml 量瓶中,

批号: _____

加稀释液溶解并稀释至刻度，摇匀，即得浓度约为 30mg/ml 的供试品溶液。

对照品溶液制备：分别取 XXXX 对照品 1#_____、2#_____（约 30mg）mg，精密称定，置 20ml 量瓶中，加稀释液溶解并稀释至刻度，摇匀；精密量取上述溶液_____（1ml）ml 至 50ml 量瓶中，加稀释液稀释至刻度，摇匀，即得浓度约为 30μg /ml 的对照品溶液。

系统适用性溶液：取杂质 C_____（约 3mg）mg 精密称定，置 100ml 量瓶中，加稀释液溶解并稀释至刻度，摇匀，再移取上述溶液_____（1ml）置称有 XXXX 对照品_____（约 30mg）mg 的进样小瓶中，溶解，摇匀，即得含 XXXX 约为 30mg/ml、含杂质 C 30μg/ml 的系统适用性溶液。

5. 样品测定：

精密量取稀释液（作为空白溶剂）、对照溶液、系统适用性溶液、供试品溶液分别进样，记录色谱图。

序号	样品	进样针数	合格标准
1	空针	1	N/A
2	空白（稀释液）	1	空白应对样品无干扰。否则应重新进空白，至多进 3 针空白。
3	对照品溶液 1	6	同一份对照品溶液 1 分别倒入六个进样小瓶中，六针对照品溶液 1 RSD≤10.0%
4	对照品溶液 2	1	回收率：95.0%~105.0%
5	系统适用性	1	主峰与杂质 C 的分离度应大于 2.0
6	供试品 1	1	N/A
7	供试品 2	1	
8	对照品溶液 1	1	7 针对照品溶液 1 RSD≤10.0%

6. 结果

计算公式：
$$\text{杂质}\% = \frac{f \times A_{\text{供杂}} \times C_{\text{对}}}{A_{\text{对}} \times C_{\text{供}} \times 1000} \times 100\%$$

式中：A_{供杂}：供试液中杂质的峰面积；
C_对：对照品溶液的浓度，μg/ml；

A_对：对照品溶液的峰面积；
C_供：供试品溶液的浓度，mg/ml

批号: _____

f : 校正因子 (见下表)

杂质名称	相对保留时间	校正因子	限度
杂质 J	0.16	/	0.10%
杂质 I	0.25	/	0.10%
杂质 D	0.29	/	0.10%
杂质 P	0.33	1.3	0.10%
杂质 E	0.45	/	0.10%
杂质 A	0.50	/	0.10%
杂质 W	0.57	/	0.20%
杂质 B	0.77	1.3	0.10%
杂质 C	1.09	/	0.10%
杂质 H	1.14	/	0.10%
杂质 K-2	1.44	1.3	0.10%
杂质 K	1.54	/	0.10%

主峰与杂质 C 的分离度为_____色谱图号_____

对照品峰面积表如下:

序号	对照品 1 称量 mg	对照品 1 稀释倍 数	色谱图号	A _S	
1-1					
1-2					
1-3					
1-4					
1-5					
1-6					
1-7					
A _{S1-6 平均} = A _{S 1-6} RSD = (应≤10.0%)					
A _{S1-7 平均} = A _{S 1-7} RSD = (应≤10.0%)					
序号	对照品 2 称量 mg	对照品 2 稀释 倍数	A _S	色谱图号	Q _{回收率}
2-1					

批号: _____

供试品杂质计算结果如下表:

序号	色谱图号	稀释倍数	杂质名称	峰面积	杂质%	平均含量%
样品 1			杂质 J			$\overline{Q}_{\text{杂质 J}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 I}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 D}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 P}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 A}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 W}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 B}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 C}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 H}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 K-2}}=$ $\overline{Q}_{\text{杂质 K}}=$ $\overline{Q}_{\text{最大未知单杂}}=$ $\overline{Q}_{\text{总杂}}=$
			杂质 I			
			杂质 D			
			杂质 P			
			杂质 E			
			杂质 A			
			杂质 W			
			杂质 B			
			杂质 C			
			杂质 H			
			杂质 K-2			
			杂质 K			
			最大未知单杂			
			未知总杂			
			总杂			

批号: _____

样 品 2			杂质 J			
			杂质 I			
			杂质 D			
			杂质 P			
			杂质 E			
			杂质 A			
			杂质 W			
			杂质 B			
			杂质 C			
			杂质 H			
			杂质 K-2			
			杂质 K			
			最大未知 单杂			
			未知总杂			
			总杂			

标准规定：供试品溶液中，单个杂质按加校正因子的主成分外标方法计算，各杂质应符合下表要求。

杂质名称	杂质 J	杂质 I	杂质 D	杂质 P	杂质 E	杂质 A	杂质 W
限度	0.10%	0.10%	0.10%	0.10%	0.10%	0.10%	0.20%
杂质名称	杂质 B	杂质 C	杂质 H	杂质 K-2	杂质 K	单个杂质	总杂
限度	0.10%	0.10%	0.10%	0.10%	0.10%	0.10%	1.0%

批号: _____

结论:	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号_____

有关物质 2

1. 仪器:

电子天平型号: _____ 编号: _____

高效液相色谱仪型号: _____ 编号: _____

PH 计型号: _____ 编号: _____

色谱柱: _____ 编号: _____

2. 试剂及试液

乙腈: _____ 来源: _____

纯化水: _____ 来源: _____

杂质 W: _____ 来源: _____ 含量: _____, 水分: _____;

杂质 O: _____ 来源: _____ 含量: _____, 水分: _____;

磷酸二氢钾: _____ 来源: _____

氢氧化钠: _____ 来源: _____

磷酸: _____ 来源: _____

XXXX 对照品: _____ 来源: _____, 含量: _____, 水分: _____;

3. 色谱条件:

检测波长: 220nm

流速: 1.0ml/min

柱温: 40℃

进样量: 50ul

稀释液: 乙腈: 水=40:60

流动相: 流动相 A: 磷酸盐缓冲液 (pH=7.0) (取磷酸二氢钾 6.8g, 氢氧化钠 1.3g, 加水 1000ml 溶解后, 用氢氧化钠或磷酸调节 pH 值至 7.0) 批号: _____

流动相 B: 乙腈

梯度洗脱:

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	55	45
40	55	45
42	20	80

批号			
	47	20	80
	47.1	55	45
	60	55	45

4. 溶液制备

供试品溶液制备：本品 1#_____、2#_____（约 25mg），精密称定，置 25ml 量瓶中，加 10ml 乙腈使溶解，加纯化水稀释至刻度，摇匀，即得浓度约为 1mg/ml 的供试品溶液。

对照品溶液制备：取 XXXX 对照品_____（约 25mg），精密称定，置 25ml 容量瓶中，用稀释液溶解并稀释定容至刻度，即得对照品储备液，再精密移取对照品储备液_____（1ml）至 50ml 容量瓶中加稀释液稀释并定容至刻度，摇匀，再精密移取上述溶液_____（1ml）至 20ml 容量瓶中加稀释液稀释并定容至刻度，摇匀，即得浓度约为 1µg/ml 的对照品溶液。

系统适用性溶液：取杂质 W_____（约 4mg）、杂质 O_____（约 4mg），精密称定，置 20ml 容量瓶中用稀释液溶解并稀释定容至刻度，精密移取上述溶液_____（1ml）至 10ml 容量瓶中加稀释液稀释并定容至刻度，摇匀，再精密移取_____（0.5ml）至 10ml 容量瓶中加对照品储备液稀释并定容至刻度，摇匀，即得每 1ml 中含 XXXX 对照品 1.0mg、杂质 W 和杂质 O 各约 1.0µg 的系统适用性溶液。

5. 样品测定：

取空白溶液、系统适用性溶液、对照品溶液和供试品溶液分别进样，记录色谱图。

序号	样品	进样针数	合格标准
1	空白（稀释液）	1	空白应对样品无干扰。否则应重新进空白，至多进 3 针空白。
2	系统适用性	1	杂质 W 和杂质 O 之间分离度应不低于 2.0
3	对照品溶液	6	六针对照品溶液 RSD≤5.0%
4	供试品溶液 1	1	N/A
5	供试品溶液 2	1	N/A
6	对照品溶液	1	七针对照品溶液 RSD≤5.0%

6. 结果: 含量（%）= $\frac{A_{供杂} \times C_{对}}{A_{对} \times C_{供} \times 1000} \times 100\%$

式中：A_{供杂}：供试液中杂质的峰面积；A_{样对}：对照品溶液的峰面积；

批号: _____

$C_{\text{样对}}$: 对照品溶液的浓度, $\mu\text{g/ml}$; $C_{\text{供}}$: 供试品溶液的浓度, mg/ml
杂质 W 与杂质 O 峰分离度为_____色谱图号_____

对照品峰面积表如下:

序号	对照品称量 mg	稀释倍数	色谱图号	A _S
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
A _{S1-6} 平均 = A _{S1-6} RSD =				
A _{S1-7} 平均 = A _{S1-7} RSD = (应≤5.0%)				

供试品杂质计算结果如下表:

序号	色谱图号	稀释倍数	杂质名称	峰面积	含量%	平均含量%
样品 1			杂质 O			$\bar{Q}_{\text{杂质 O}} =$
样品 2			杂质 O			

标准规定: 系统溶液中杂质 W、O 依次出峰, 供试品溶液中如果有杂质 O 峰, 按主成分外标法计算含量, 应不得过 0.10%。

结论:

☐符合规定 ☐不符合规定

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

批号: _____

有关物质 3

1. 仪器:

电子天平型号: _____ 编号: _____

高效液相色谱仪型号: _____ 编号: _____

PH 计型号: _____ 编号: _____

色谱柱: _____ 编号: _____

2. 试剂及试液

乙腈: _____ 来源: _____

纯化水: _____ 来源: _____

盐 酸: _____ 来源: _____

杂 质 SM2: _____ 来源: _____ 含量: _____, 水分: _____;

磷酸二氢钾: _____ 来源: _____

磷 酸: _____ 来源: _____

氢氧化钠: _____ 来源: _____

3. 色谱条件:

检测波长: 210nm

流速: 1.0ml/min

柱温: 40℃

进样量: 50ul

进样盘温度: 15℃

稀释液: 乙腈-0.01mol/L 盐酸 (20:80) 批号_____ 0.01mol/L 盐酸: 批号: _____

流动相: 流动相 A: 磷酸盐缓冲液 (pH=7.0) (取磷酸二氢钾 6.8g, 氢氧化钠 1.3g, 加水 1000ml 溶解后, 用氢氧化钠或磷酸调节 pH 值至 7.0) 批号: _____

流动相 B: 乙腈

梯度洗脱:

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	80	20
5	80	20

批号: _____

5.5	20	80
18	20	80
18.5	80	20
30	80	20

4. 溶液配制:

供试品溶液制备: 分别取本品 1#_____、2# _____ (约 50mg), 精密称定, 置 25ml 量瓶中, 加 5ml 乙腈使溶解, 加 0.01mol/L 盐酸稀释至刻度, 摇匀, 即得浓度约为 2mg/ml 的供试品溶液。

对照品溶液制备: 取杂质 SM2 对照品_____(约 25mg), 精密称定, 置 25ml 容量瓶中, 用稀释液溶解并稀释定容至刻度, 精密量取上述溶液_____(1ml)至 50ml 容量瓶中加稀释液稀释并定容至刻度, 在从中精密量取 (1ml)ml 至 10ml 容量瓶中,加稀释液定容至刻度,摇匀, 即得浓度约为 2µg/ml 的对照品溶液。

5. 样品测定:

精密量取稀释液 (作为空白), 对照品溶液、供试品溶液各 50µl 分别进样, 记录色谱图。

序号	样品	进样针数	合格标准
1	空白 (稀释液)	1	空白应对样品无干扰。否则应重新进空白, 至多进 3 针空白。
2	对照品溶液	6	六针对照品溶液 RSD≤5.0%
3	供试品溶液 1	1	N/A
4	供试品溶液 2	1	N/A
5	对照品溶液	1	七针对照品溶液 RSD≤5.0%

6. 结果

含量 (%) = $\frac{A_{供杂} \times C_{对}}{A_{对} \times C_{供} \times 1000} \times 100\%$

式中: A_{供杂}: 供试液中杂质的峰面积; A_对: 对照品溶液的峰面积;

C_对: 对照品溶液的浓度, µg/ml; C_供: 供试品溶液的浓度, mg/ml

对照品峰面积表如下:

序号	对照品称量 mg	稀释倍数	色谱图号	A _S
1				

批号: _____

2				
3				
4				
5				
6				
7				
<div><div>A_{S1-6} 平均 =</div><div>A_{S1-7} 平均 =</div></div> <div><div>A_{S1-6} RSD =</div><div>A_{S1-7} RSD =</div><div>(应≤5.0%)</div></div>				

供试品杂质计算结果如下表：

序号	色谱图号	稀释 倍数	杂质名称	峰面积	含量%	平均含量%
样品 1			SM2			\bar{Q}_{SM2} =
样品 2						

标准规定：供试品溶液中如果有杂质 SM2 峰，按杂质对照品外标法计算，应不得过 0.10%。

结论：

☐符合规定

☐不符合规定

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

批号: _____

残留溶剂 1

1. 仪器:

电子天平型号: _____ 编号: _____

气相色谱仪型号: _____ 编号: _____

色谱柱: _____ 编号: _____

2. 试剂及试液

N, N-二甲基甲酰胺: _____ 来源: _____

乙醇: _____ 来源: _____

二氯甲烷: _____ 来源: _____

异丙醇: _____ 来源: _____

乙酸乙酯: _____ 来源: _____

三乙胺: _____ 来源: _____

3. 色谱条件:

升温程序: 起始温度为 40℃, 维持 5 分钟, 以每分钟 10℃ 的升温速率升温至 200℃, 维持 5 分钟

进样口温度: 200℃

检测器温度: 250℃

顶空平衡温度: 80℃

定量环温度: 90℃

传输线温度: 100℃

平衡时间: 30min

分流比: 10:1

柱流速: 1.0mL/min

载气: 氮气

稀释剂: N, N-二甲基甲酰胺

4. 溶液配制:

供试品溶液制备: 分别取本品 1#_____, 2#_____ (约 100mg) mg, 精密称定, 置顶空进样瓶中, 精密加入稀释剂 2.0ml, 迅速密封, 即得浓度约为 50mg/ml 的供试品溶液。

对照品溶液制备: 取二氯甲烷_____(约 300mg) mg、三乙胺_____(约 160mg) mg 精密称定, 置 10ml 容量瓶中, 用稀释液溶解并稀释定容至刻度, 精密移取上述溶液_____(1ml)至称有乙醇约_____ (250mg) mg、

批号: _____

异丙醇约_____（250mg）mg、乙酸乙酯约_____（250mg）mg 的 20ml 容量瓶中，加稀释剂稀释并定容至刻度，摇匀，再精密移取_____(1ml)至 50ml 容量瓶中，加稀释剂稀释并定容至刻度，摇匀，即得浓度分别约为 250µg/ml 的乙醇、30µg/ml 的二氯甲烷、250µg/ml 的异丙醇、250µg/ml 的乙酸乙酯、16µg/ml 的三乙胺的混合对照品溶液。精密量取 2ml 混合对照品溶液置 20ml 顶空瓶中并迅速密封，作为对照品溶液。

5. 样品测定：

精密量取稀释液（作为空白），对照品溶液、供试品溶液分别进样，记录色谱图。

序号	样品	进样针数	合格标准
1	空气	1	N/A
2	空白（稀释液）	1	空白应对样品无干扰。
3	对照品溶液	6	六针对照品溶液 RSD≤10.0%
4	供试品 1	1	N/A
5	供试品 2	1	N/A
6	对照品溶液	1	七针对照品溶液 RSD≤10.0%

6. 结果

计算公式：含量（%）= $\frac{A_{\text{供杂}} \times C_{\text{对}}}{A_{\text{对}} \times C_{\text{供}}} \times 100\%$

式中：A_{供杂}：供试液中杂质的峰面积； A_对：对照品溶液的峰面积；

C_对：对照品溶液的浓度，µg/ml； C_供：供试品溶液的浓度，mg/ml

第一针对照溶液中各残留溶剂峰之间的分离度依次为：_____、_____、_____、_____（应不小于 1.5）；

批号: _____
对照品峰面积表如下:

序号	乙醇对照品称 量 mg	稀释倍数	色谱图号	A _S
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
A _{S1-6} 平均 = A _{S 1-6} RSD =				
A _{S1-7} 平均 = A _{S 1-7} RSD = (应≤10.0%)				

序号	异丙醇对照 品称量 mg	异丙醇对照 品稀释倍数	色谱图号	A _S
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
A _{S1-6} 平均 = A _{S 1-6} RSD=				
A _{S1-7} 平均 = A _{S 1-7} RSD = (应≤10.0%)				

批号: _____

序号	二氯甲烷对照品称量 mg	二氯甲烷对照品稀释倍数	色谱图号	A _S
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
A _{S1-6 平均} = A _{S 1-6} RSD=				
A _{S1-7 平均} = A _{S 1-7} RSD = (应≤10.0%)				

序号	乙酸乙酯对照品称量 mg	乙酸乙酯对照品稀释倍数	色谱图号	A _S
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
A _{S1-6 平均} = A _{S 1-6} RSD=				
A _{S1-7 平均} = A _{S 1-7} RSD = (应≤10.0%)				

序号	三乙胺对照品称量 mg	三乙胺对照品稀释倍数	色谱图号	A _S
1				
2				
3				

批号: _____

4				
5				
6				
7				
<div><div>A_{S1-6} 平均 =</div><div>A_{S1-7} 平均 =</div></div> <div><div>A_{S1-6} RSD=</div><div>A_{S1-7} RSD =</div></div> <div>(应≤10.0%)</div>				

供试品杂质计算结果如下表:

序号	色谱图号	稀释倍数	杂质名称	峰面积	含量%	平均含量
样品 1			乙醇			<div>$\bar{Q}_{乙醇}$ =</div> <div>$\bar{Q}_{异丙醇}$ =</div> <div>$\bar{Q}_{二氯甲烷}$ =</div> <div>$\bar{Q}_{乙酸乙酯}$ =</div> <div>$\bar{Q}_{三乙胺}$ =</div>

批号: _____

标准规定：乙醇、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、三乙胺依次出峰，各成分色谱峰之间的分离度应不小于 1.5；供试品溶液，按外标法以峰面积计算，乙醇、异丙醇、乙酸乙酯分别应不得过 0.5%，二氯甲烷不得过 0.06%，三乙胺分别应不得过 0.032%。

结论：	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

批号: _____

残留溶剂 2

1. 仪器:

电子天平型号: _____ 编号: _____

气相色谱仪型号: _____ 编号: _____

色谱柱: _____ 编号: _____

2. 试剂及试液

N, N-二甲基甲酰胺: _____ 来源: _____

甲 醇: _____ 来源: _____

正庚烷: _____ 来源: _____

3. 色谱条件:

进样口温度: 180℃

检测器温度: 250℃

分流比:10:1

初始柱流速:1.0mL/min, 恒压模式

载气: 氮气

进样体积: 1μl

稀释剂: 甲醇

升温程序: 起始温度为 40℃, 维持 5 分钟, 以每分钟 10℃ 的升温速率升温至 180℃;

4. 溶液配制:

供试品溶液制备: 分别取本品 1#____、2#____ (约 200mg) mg, 精密称定, 置 10ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 即得浓度约为 20mg/ml 的供试品溶液。

对照品溶液制备: 分别取 N, N-二甲基甲酰胺____ (约 176mg)mg、正庚烷____ (约 1000mg) 置 100ml 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释定容至刻度, 精密量取上述溶液____(1ml)至 100ml 容量瓶中加甲醇稀释并定容至刻度, 摇匀, 即得含 N,N-二甲基甲酰胺 17.6 ug /ml、含正庚烷 100ug/ml 的混合对照品溶液。

5. 样品测定:

取空气、稀释液 (作为空白), 对照品溶液、供试品溶液分别进样, 记录色谱图。

序号	样品	进样针数	合格标准
1	空气	1	N/A

批号: _____

2	空白（稀释液）	1	空白应对样品无干扰。否则应重新进空白，至多进 3 针空白。
3	对照品溶液	6	六针对照品溶液 RSD≤10.0%
4	供试品 1	1	N/A
5	供试品 2	1	
6	对照品溶液	1	七针对照品溶液 RSD≤10.0%

6. 结果

含量 (%) = $\frac{A_{\text{供杂}} \times C_{\text{对}}}{A_{\text{对}} \times C_{\text{供}}} \times 100\%$

式中：A_{供杂}：供试液中杂质的峰面积；A_{样对}：对照品溶液的峰面积；

C_{样对}：对照品溶液的浓度，μg/ml；C_供：供试品溶液的浓度，mg/ml

以第一针对照品溶液计，待测色谱峰与其相邻色谱峰间的分离度_____色谱图号_____

对照品峰面积表如下：

序号	N,N 二甲基 甲酰胺对照 品称量 mg	N,N 二甲基 甲酰胺对照 品稀释倍数	色谱图号	A _S
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
A _{S1-6 平均} = A _{S 1-6} RSD=				
A _{S1-7 平均} = A _{S 1-7} RSD = (应≤10.0%)				

批号: _____

序号	正庚烷对照 品称量 mg	正庚烷对照 品稀释倍数	色谱图号	A _S
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
A _{S1-6 平均} = A _{S 1-6} RSD=				
A _{S1-7 平均} = A _{S 1-7} RSD = (应≤10.0%)				

供试品杂质计算结果如下表：

序号	色谱图号	稀释 倍数	杂质 名称	峰面积	含量%	平均含量%
样品 1			正庚烷			$\bar{Q}_{\text{正庚烷}} =$ $\bar{Q}_{\text{N,N 二甲基甲酰胺}} =$
			N,N 二 甲基甲 酰胺			
样品 2			正庚烷			
			N,N 二 甲基甲 酰胺			

标准规定：正庚烷、N,N-二甲基甲酰胺依次出峰，待测峰色谱峰与其相邻色谱峰之间分离度均应不小于 1.5，按外标法以峰面积计算，N,N 二甲基甲酰胺应不得过 0.088%，正庚烷应不得过 0.5%。

批号: _____

结论:	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

结论: 经检验所检项目 _____

注: 本次试验异常情况。

有 ☐ 无 ☐

XXXX 检验记录

检验编号_____

检品名称	XXXX	规格		取样日期	
批号		检品数量		检验日期	
检验项目	微生物检验			完成日期	
检验依据					

【检查】

微生物限度

所用仪器及用具：

生化培养箱（30～35℃） 型号：_____ 编号：_____

生化培养箱（20～25℃） 型号：_____ 编号：_____

阳性培养箱（30～35℃） 型号：_____ 编号：_____

隔水式培养箱（42～44℃） 型号：_____ 编号：_____

净化工作台 型号：_____ 编号：_____

生物安全柜 型号：_____ 编号：_____

微生物限度检测仪 型号：_____ 编号：_____

精密移液器（1ml） 型号：_____ 编号：_____

精密移液器（5ml） 型号：_____ 编号：_____

电子天平 型号：_____ 编号：_____

一次性无菌培养皿 批号：_____ 来源：_____

微孔滤膜 材质：_____ 批号：_____ 孔径：_____ 来源：_____

所用缓冲液、培养基及菌液：

含 1%吐温 80 的 pH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液 批号：_____

pH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液 批号：_____

胰酪大豆胨琼脂培养基 批号：_____

胰酪大豆胨液体培养基 批号：_____

沙氏葡萄糖琼脂培养基 批号：_____

麦康凯琼脂培养基 批号：_____

麦康凯液体培养基 批号：_____

甘露醇琼脂培养基 批号：_____

溴化十六烷基三甲胺琼脂培养基 批号：_____

大肠埃希菌菌液 批号：_____

批号: _____

金黄色葡萄球菌批号: _____

铜绿假单胞菌批号: _____

称取 XXXX_____g(10g)到无菌匀浆仪中,加入含 1%吐温 80 的 pH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液至 100ml 制成 1: 10 的供试液,充分打浆混匀;静置,取上清液作为 1: 10 供试液,备用。

需氧菌总数检查:

将滤膜及滤杯以无菌方式安放在微生物限度检测仪上,用少量 pH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液润湿滤膜并过滤,吸取供试液 1 ml 与 100mlpH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液混和过滤,后用 200ml pH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液冲洗,每次 100ml。过滤后将滤膜菌面朝上贴在胰酪大豆胨琼脂培养基上,平行制备 2 个平板。取等量稀释剂代替供试品重复上述操作,滤膜贴于胰酪大豆胨琼脂培养基上作为阴性对照;将上述培养皿置于 30~35℃ 下培养 3 天,逐日观察结果。

培养起止时间: _____ 确认人: _____

培养条件	胰酪大豆胨琼脂培养基(30~35℃，3 天)				
项目	需氧菌总数计数 (CFU)		培养温度℃	阴性对照	记录人/日期:
	样 1				
	样 2				
	平均数:				
	结果:				
	样 1				
	样 2				
	平均数:				
	结果:				
	样 1				
	样 2				
	平均数:				
	结果:				
标准规定	每 1g 供试品需氧菌总数不得过 100CFU/g				
结果判定					

霉菌及酵母菌检查:

将滤膜及滤杯以无菌方式安放在微生物过滤系统上,用 pH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液浸泡滤膜,吸取供试液 1 ml 与 100mlpH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液混和过滤,后用 200ml pH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液冲洗,每次 100ml。过滤后将滤膜菌面朝上贴在沙氏葡萄糖琼脂培养基上,平行制备 2 个平板。取等量稀释剂代替供试品重复上述操作,滤膜贴于沙氏葡萄糖琼脂培养基上作为阴性对照;将上述培养皿置于 20~25℃ 下培养 5 天,逐日观察结果。

批号: _____

培养起止时间: _____ 确认人: _____

培养条件	沙氏葡萄糖琼脂培养基(20~25℃，5 天)				
项目	霉菌及酵母菌计数 (CFU/mL)		培养温度℃	阴性对照	记录人/日期:
	样 1				
	样 2				
	平均数:				
	结果:				
	样 1				
	样 2				
	平均数:				
	结果:				
	样 1				
	样 2				
	平均数:				
	结果:				
	样 1				
	样 2				
	平均数:				
	结果:				
	样 1				
	样 2				
	平均数:				
	结果:				
样 1					
样 2					
平均数:					
结果:					
标准规定	每 1g 供试品中霉菌和酵母菌总数不得过 10CFU/g				
结果判定					

控制菌检查：

无菌吸取 10ml 供试液 4 份，分别接种在 100mL 胰酪大豆胨液体培养基中，其中一份中加入<100cfu/mL 的大肠埃希菌 1mL、一份中加入<100cfu/mL 的金黄色葡萄球菌 1mL、一份中加入<100cfu/mL 的铜绿假单胞菌 1mL 作为阳性对照。另取 10mL pH7.0 氯化钠蛋白胨缓冲液加入 100mL 胰酪大豆胨液体培养基中作为阴性对照。将上述胰酪大豆胨液体培养基置于 30~35℃培养 18 小时。

供试液	大肠埃希菌阳性对照	金黄色葡萄球菌阳性对照	铜绿假单胞菌阳性对照	阴性对照
开始培养时间：		结束培养时间：		
备注：浑浊代表阳性，用“+”表示；澄清代表阴性，用“-”表示。				

大肠埃希菌：取上述胰酪大豆胨液体培养物（供试品、阴性对照、大肠埃希菌阳性对照）各 1mL，接种至 100ml 麦康凯液体培养基内，置于 42~44℃培养 24 小时；

批号: _____

供试液	阳性对照	阴性对照
开始培养时间:		结束培养时间:
备注：浑浊代表阳性，用“+”表示；澄清代表阴性，用“-”表示。		

取麦康凯液体培养物划线接种于麦康凯琼脂平板培养基中, 在 30-35℃培养 18 小时;

供试液	阳性对照		阴性对照
开始培养时间：		结束培养时间：	
备注：若有菌生长，注明菌落形态。			

麦康凯琼脂培养基平板上有菌落生长, 应进行分离、纯化及适宜的鉴定试验, 确证是否为大肠埃希菌; 若麦康凯琼脂培养基平板上没有菌落生长, 或虽有菌落生长但鉴定结果为阴性, 判未检出大肠埃希菌。

培养基	菌落形态
麦康凯琼脂培养基	鲜红色或粉红色, 菌落中心呈深桃红色圆形, 扁平或稍凸起, 边缘整齐, 表面光滑, 湿润

检验结果: _____大肠埃希菌。

标准规定: 每 1g 供试品中不得检出大肠埃希菌。

结论:	<input type="checkbox"/> 符合规定	<input type="checkbox"/> 不符合规定
-----	-------------------------------	--------------------------------

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

金黄色葡萄球菌: 取上述胰酪大豆胨液体培养物 (供试品、阴性对照、金黄色葡萄球菌阳性对照), 分别划线至甘露醇氯化钠琼脂培养基平皿上培养,在 30~35℃, 倒置培养 18 小时;

供试液	阳性对照		阴性对照
开始培养时间:		结束培养时间:	
备注: 若有菌生长, 注明菌落形态。			

甘露醇氯化钠琼脂培养基平皿上有菌落生长, 应进行分离、纯化及适宜的鉴定试验, 确证是否为金黄色葡萄球菌; 若甘露醇氯化钠琼脂培养基平皿上没有菌落生长, 或虽有菌落生长但鉴定结果为阴性, 判未检出金黄色葡萄球菌。

培养基	菌落形态
甘露醇氯化钠琼脂培养基	金黄色、圆形凸起, 边缘整齐, 光滑湿润、外围有黄色环。

检验结果: _____金黄色葡萄球菌。

批号: _____

标准规定：每 1g 供试品中不得检出金黄色葡萄球菌。

结论:

☐符合规定

☐不符合规定

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

铜绿假单胞菌：取上述的培养物（供试品、阴性对照、铜绿假单胞菌阳性对照），分别划线至溴化十六烷基三甲胺琼脂培养基平皿上培养，平行制备两个平板，在 30~35℃，倒置培养 18 小时。

供试液	阳性对照		阴性对照
开始培养时间：		结束培养时间：	
备注：若有菌生长，注明菌落形态。			

溴化十六烷基三甲胺琼脂培养基平皿上有菌落生长，应进行分离、纯化及适宜的鉴定试验，确证是否为铜绿假单胞菌；若溴化十六烷基三甲胺琼脂培养基平皿上没有菌落生长，或虽有菌落生长但鉴定结果为阴性，判未检出铜绿假单胞菌。

培养基	菌落形态
溴化十六烷基三甲胺琼脂培养基	扁平，无定形，周边扩散，表面湿润，灰白色，周围有蓝绿色素扩散。

检验结果: _____铜绿假单胞菌。

标准规定：每 1g 供试品中不得检出铜绿假单胞菌。

结论:

☐符合规定

☐不符合规定

检验人/日期: _____ 复核人/日期: _____

结论：经检验所检项目_____

注：本次试验异常情况。

有☐ 无☐

XXXX 检验记录

检验编号_____

检品名称	XXXX	规格		取样日期	
批号		检品数量		检验日期	
检验项目	细菌内毒素检验			完成日期	
检验依据					

【检查】

仪器、试剂：

内毒素凝胶法测定仪 型号：_____ 编号：_____

精密移液器 型号：_____ 编号：_____

电子天平 型号：_____ 编号：_____

秒表 型号：_____ 编号：_____

细菌内毒素工作标准品 批号：_____ 规格：_____ 来源：_____

鲎试剂 批号：_____ 规格：_____ 来源：_____

细菌内毒素检查用水 批号：_____ 规格：_____ 来源：_____

无热源吸头 批号：_____ 规格：_____ 来源：_____

无水乙醇 批号：_____ 规格：_____ 来源：_____

操作方法：

供试品溶液制备：取 XXXX _____ mg（30.0mg）到 10ml 60%乙醇溶液（v/v）中，超声溶解 5 分钟。用细菌内毒素检查用水逐步稀释成每 ml 中含 XXXX0.15mg 的溶液即为试验液。

制备过程：_____

工作标准品溶液的制备（E_{4λ}）：用细菌内毒素检查用水将内毒素工作标准品逐步稀释成每 ml 中含 0.06EU 的溶液。制备过程：_____

供试品阳性溶液制备：取工作标准品（E_{4λ}）溶液同 0.3mg/ml 的供试品溶液 1:1 混合制得。

制备过程：_____

阳性对照溶液制备：取工作标准品（E_{4λ}）溶液同 6%乙醇溶液（v/v）溶液 1:1 混合制得。

制备过程：_____

阴性对照溶液的制备（D 溶液）：用检查用水将 60%乙醇溶液（v/v）进行 1→20 倍稀释即得阴性对照溶液。制

批号: _____

备过程: _____

细菌内毒素检测方法：取鲎试剂 8 支，从安瓿颈部掰开分别加入 0.1 ml 检查用水，然后取两支分别加入供试液 0.1 ml 作为供试品组，两支分别加入 0.1 ml 阳性对照溶液作为阳性对照组，两支分别加入 0.1 ml 供试品阳性对照溶液作为供试品阳性对照组，另两支分别加入 0.1 ml 阴性对照溶液作为阴性对照。置于已设定并预热好的 37.0℃内毒素凝胶测定仪中，按下定时按钮，倒计时 60min 后观察结果。保温和拿取安瓿过程中应避免受到振动造成假阴性结果。

结果判断：阳性反应的特点是坚实的凝胶形成，反转 180°时保持不变，记作（+）。阴性结果的特征是缺乏这种凝胶形成或形成粘性胶状但不能保持完整，结果记作（-），见下表。

样品批号	结果	
阳性对照管		
阳性检品对照管		
阴性对照管		

标准规定：，每 1mg 供试品中细菌内毒素含量不得过 0.1EU。

结论：

☐符合规定

☐不符合规定

检验人/日期: _____

复核人/日期: _____

结论：经检验所检项目_____

注：本次试验异常情况。

有☐ 无☐