

药物分析实验数据处理 PDF转换可能丢失图片或格式，建议
阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/17/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_17919.htm 实验数据中各变量的关系可表示为列表式，图示式和函数式。列表式：将实验数据制成表格。它显示了各变量间的对应关系，反映出变量之间的变化规律。它是标绘曲线的基础。图示式：将实验数据绘制成曲线。它直观地反映出变量之间的关系。在报告与论文中几乎都能看到，而且为整理成数学模型（方程式）提供了必要的函数形式。函数式：借助于数学方法将实验数据按一定函数形式整理成方程即数学模型。熟悉相关和回归的定义，相关系数的定义，直线回归的最小二乘法。熟悉药品质量标准分析方法验证中各项指标的定义和考察方法。含量测定方法的评价(效能指标分析品质因数)：一般常用的分析效能评价指标包括：精密度、准确度、检测限、定量限、选择性、线性与范围、重现性、耐用性等；测定法的效能指标可评价分析测定方法,也可作为建立新的测定方法的实验研究依据。

1.精密度 系指用该法测定同一匀质样品的一组测量值彼此符合的程度。它们越接近就越精密。在药物分析中，常用标准(偏)差(SD或S)；相对标准(偏)差(RSD)，也称变异系数(CV)，表示。生物样品分析时，常用RSD表示精密度，并可细分为批内(或日内)精密度及批间(或日间)精密度。批内精密度：是同一次测定的精密度。通常采用高、中、低三种浓度的同一样品各7-10份，每种浓度的样品按所拟定的分析方法操作，一次开机后，一一测定。计算每种浓度样品的SD值及RSD值。批内精密度也可视为日内精密度。所得RSD应

争取达到5%以内，但不能超过10%。批间精密度：是不同次测定的精密度。通常采用高、中、低三种浓度的同一样品，每种浓度配制7-10份，置冰箱冷冻。自配制样品之日开始，按所拟定的分析方法操作，每天取出一份测定，计算每种浓度样品的SD值及RSD值。批间精密度也可视为日间精密度。所得RSD应控制在15%以内。

2.准确度是指测得结果与真实值接近的程度，表示分析方法测量的正确性。由于“真实值”无法准确知道，因此，通常采用回收率试验来表示。制剂的含量测定时，采用在空白辅料中加入原料药对照品的方法作回收试验及计算RSD，还应作单独辅料的空白测定。每份均应自配制模拟制剂开始，要求至少测定高、中、低三个浓度，每个浓度测定三次，共提供9个数据进行评价。回收率 = (平均测定值M - 空白值B) / 加入量A × 100%

回收率的RSD一般应为2%以内。

3.检测限(LOD)是指分析方法能够从背景信号中区分出药物时，所需样品中药物的最低浓度，无需定量测定。LOD是一种限度检验效能指标，它既反映方法与仪器的灵敏度和噪音的大小，也表明样品经处理后空白(本底)值的高低。要根据采用的方法来确定检测限。当用仪器分析方法时，可用已知浓度的样品与空白试验对照，记录测得的被测药物信号强度S与噪音(或背景信号)强度N，以能达到 $S / N = 2$ 或 $S / N = 3$ 时的样品最低药浓为LOD；也可通过多次空白试验，求得其背景响应的标准差，将三倍空白标准差(即 $3 \sigma_{空}$ 或 $3S_{空}$)作为检测限的估计值。为使计算得到的LOD值与实际测得的LOD值一致，可应用校正系数(f)来校正，然后依之制备相应检测限浓度的样品，反复测试来确定LOD。如用非仪器分析方法时，即通过已知浓度的样品分析来确定

可检出的最低水平作为检测限。 4.定量限 (LOQ) 是指在保证具有一定可*性(一定准确度和精密度)的前提下，分析方法能够测定出的样品中药物的最低浓度。 它反映了分析方法测定低药物浓度样品时具有的可*性。它与上述的检测限的差别在于：定量限要定量测定某一药物在样品介质中的最低浓度，且定量限规定的最低浓度应该符合一定的精密度和准确度的要求。确定定量限的方法也因所用方法不同而异。当用非仪器分析方法时，与上述检测限的确定方法相同；如用仪器分析方法时，则往往将多次空白试验测得的背景响应的标准差(即空白标准差)乘以10，作为定量限的估计值，继之，再通过分析适当数量已知接近定量限或以定量限制备的样品来验证。

100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com