

质量标准中药质量标准分析方法验证指导原则1 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/452/2021_2022__E8_B4_A8_E9_87_8F_E6_A0_87_E5_c23_452237.htm

中药质量标准分析方法验证的目的是证明采用的方法是否适合于相应检测要求。

在建立中药质量标准时，分析方法需经验证；在处方、工艺等变更或改变原分析方法时，也需对分析方法进行验证。方法验证过程和结果均应记载在药品标准起草说明或修订说明中。需验证的分析项目有：鉴别试验、限量检查和含量测定，以及其他需控制成分（如残留物、添加剂等）的测定。中药制剂溶出度、释放度等检查中，其溶出量等检测方法也应作必要验证。验证内容有：准确度、精密度（包括重复性、中间精密度和重现性）、专属性、检测限、定量限、线性、范围和耐用性。应视具体方法拟订验证的内容。附表中列出的分析项目和相应的验证内容可供参考。方法验证内容如下。

一、准确度 准确度系指用该方法测定的结果与真实值或参考值接近的程度，一般用回收率（%）表示。准确度应在规定的范围内测试。用于定量测定的分析方法均需做准确度验证

1.测定方法的准确度 可用已知纯度的对照品做加样回收测定，即于已知被测成分含量的供试品中再精密加入一定量的已知纯度的被测成分对照品，依法测定。用实测值与供试品中含有量之差，除以加入对照品量计算回收率。在加样回收试验中须注意对照品的加入量与供试品中被测成分含有量之和必须在标准曲线线性范围之内；加入的对照品的量要适当，过小则引起较大的相对误差，过大则干扰成分相对减少，真实性差。

$$C - A \text{ 回收率} \% = \frac{C - A}{A} \times 100\%$$
 A：供试品所含被测成

分量B：加入对照品量C：实测值 2.数据要求 在规定范围内，用6~9个测定结果进行评价，设3个不同浓度，每个浓度分别制备2~3份供试品溶液进行测定，一般中间浓度加入量与所取供试品含量之比控制在1:1左右。应报告供试品中含有量、对照品加入量、测定结果和回收率(%)计算值，以及回收率(%)的相对标准偏差(RSD%)或可信限。

二、精密度

精密度系指在规定的测试条件下，同一个均匀供试品，经多次取样测定所得结果之间的接近程度。精密度一般用偏差、标准偏差或相对标准偏差表示。精密度包含重复性、中间精密度和重现性。在相同操作条件下，由同一个分析人员在较短的间隔时间内测定所得结果的精密度称为重复性。在同一个实验室，不同时间由不同分析人员用不同设备测定结果之间的精密度，称为中间精密度。在不同实验室由不同分析人员测定结果之间的精密度，称为重现性。用于定量测定的分析方法均应考察方法的精密度。

- 1.重复性 实验要求在规定范围内，取同一浓度的样品，用6个测定结果进行评价；或制备3个不同浓度的样品，每个浓度分别制备3份供试品溶液进行测定，用9个测定结果进行评价。
- 2.中间精密度 为考察随机变动因素对精密度的影响，应进行中间精密度试验。变动因素为不同日期、不同分析人员、不同设备等。
- 3.重现性 当分析方法将被法定标准采用时，应进行重现性试验。例如建立药典分析方法时通过不同实验室的复核检验得出重现性结果。复核检验的目的、过程、重现性结果均应记载在起草说明中。应注意重现性试验用的样品本身的质量均匀性和贮存运输中的环境影响因素，以免影响重现性结果
- 4.数据要求 均应报告标准偏差、相对标准偏差或可信限。

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