

质量标准中药质量标准分析方法验证指导原则2 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/458/2021_2022__E8_B4_A8_E9_87_8F_E6_A0_87_E5_c23_458879.htm

三、专属性 专属性系指在其他成分可能存在下，采用的方法能正确测定出被测成分的特性。鉴别、限量检查、含量测定等方法，均应考察其专属性。

- 1.鉴别 应能与可能共存的物质或结构相似化合物区分。不含被测成分的供试品，以及结构相似或组分中的有关化合物，均不得干扰测定，显微鉴别、色谱光谱鉴别等应附相应的代表性图象或图谱。
- 2.含量测定和限量检查 色谱法和其他分析方法，应附代表性图谱，以不含被测成分的供试品（除去含待测成分药材或不含待测成分的模拟复方）试验说明方法的专属性。并标明相关成分在图中的位置，色谱法中的分离度应符合要求。必要时可采用二极管阵列检测或质谱检测进行验证。

四、检测限 检测限系指供试品中被测物能被检测出的最低量。确定检测限常用的方法如下。

- 1.直观法 可用于非仪器分析方法，也可用于仪器分析方法。用一系列已知浓度的供试品进行分析，试验出能被可靠地检测出的最低浓度或量。
- 2.信噪比法 仅适用于能显示基线噪音的分析方法，即把已知低浓度供试品测出的信号与空白样品测出的信号进行比较，算出能被可靠地检测出的最低浓度或量。一般以信噪比为3:1或2:1时相应浓度或注入仪器的量确定检测限。
- 3.数据要求 应附测试图谱，说明测试过程和检测限结果。

五、定量限 定量限系指供试品中被测成分能被定量测定的最低量，其测定结果应具有一定准确度和精密度。用于定量测定的分析方法均应确定定量限。常用信噪比法确定定量限。一

般以信噪比为10 : 1时相应的浓度或注入仪器的量进行确定。

六、线性 线性系指在设计的范围内，测试结果与供试品中被测物浓度直接呈正比关系的程度。应在规定的范围内测定线性关系。可用一贮备液经精密稀释，或分别精密称样，制备一系列供试样品的方法进行测定，至少制备5个浓度的样品。以测得的响应信号作为被测物浓度的函数作图，观察是否呈线性，再用最小二乘法进行线性回归。必要时，响应信号可经数学转换，再进行线性回归计算。数据要求：应列出回归方程、相关系数和线性图。

七、范围 范围系指能达到一定精密度、准确度和线性，测试方法适用的高低限浓度或量的区间。范围应根据分析方法的具体应用和线性、准确度、精密度结果及要求确定。中药由于含量差异大，对于有毒的、特殊功效或药理作用的成分，其范围应大于被限定含量的区间。溶出度或释放度中的溶出量测定，范围应为限度的 $\pm 20\%$ 。

八、耐用性 耐用性系指在测定条件有小的变动时，测定结果不受影响的承受程度，为把方法用于常规检验提供依据。开始研究分析方法时，就应考虑其耐用性。如果测试条件要求苛刻，则应在方法中写明。典型的变动因素有：被测溶液的稳定性，样品提取次数、时间等。液相色谱法中典型的变动因素有：流动相的组成和pH值，不同厂牌或不同批号的同类型色谱柱，柱温，流速等。气相色谱法变动因素有：不同厂牌或批号的色谱柱、固定相，不同类型的担体、柱温，进样口和检测器温度等。薄层色谱的变动因素有：不同厂牌的薄层板，点样方式及薄层展开时温度及相对湿度的变化等。经试验，应说明小的变动能否通过设计的系统适用性试验，以确保方法有效。附表检验项目和验证内容项目内容鉴别限量

检查含量测定及溶出量测定定量限度准确度重复性中间精密度重现性 专属性 检测限定量限线性范围耐用性--- ---- -
---- ---- 已有重现性验证，不需验证中间精密度。 重现性只有在该分析方法将被法定标准采用时做。 如一种方法不够专属，可用其他分析方法予以补充。 上表中列举了在不同类型的分析方法验证中被认为是最重要的项目，“-”表示通常不需要验证的项目，“ ”表示通常需要验证的项目，如遇特殊情况，仍应根据具体分析对象和情况而定。 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