

[illegible]

分析方法验证

分析测试中心 陈晓丽

2013. 10. 25

JOYUN 家园

检验项目	检验结果	检验日期	检验人	检验地点
1. 外观检查	合格	2023.10.10	张三	实验室
2. 尺寸测量	合格	2023.10.10	张三	实验室
3. 重量测量	合格	2023.10.10	张三	实验室
4. 硬度测试	合格	2023.10.10	张三	实验室
5. 冲击测试	合格	2023.10.10	张三	实验室
6. 拉伸测试	合格	2023.10.10	张三	实验室
7. 弯曲测试	合格	2023.10.10	张三	实验室
8. 疲劳测试	合格	2023.10.10	张三	实验室
9. 腐蚀测试	合格	2023.10.10	张三	实验室
10. 老化测试	合格	2023.10.10	张三	实验室

分析方法验证

一、概述

1、分析方法验证的定义：

分析方法验证是证明一个分析方法适合于特定产品的某种分析需要的过程。

2、验证的目的：

为了得到准确、精密、可靠的数据。

JOYUN 家园

Table 1: 100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass
100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass	100% Pass

3、分析方法验证相关的常用指导原则

- 各国药典附录：

如**USP 〈1225〉** 方法验证，中国药典 2010年版二部附录 **XIX A**药品质量标准分析方法验证指导原则。

- **FDA**：分析方法验证指南

- **SFDA**：化学药物质量控制分析方法验证技术指导原则

- **ICH**：Q2（R1）分析方法验证

JOYUN 家园

药品名称	规格	剂型	生产厂家	批号
阿司匹林片	0.3g	片剂	上海医药	20170101
布洛芬片	0.2g	片剂	上海医药	20170101
对乙酰氨基酚片	0.5g	片剂	上海医药	20170101
阿司匹林肠溶片	0.3g	片剂	上海医药	20170101
布洛芬缓释片	0.2g	片剂	上海医药	20170101
对乙酰氨基酚缓释片	0.5g	片剂	上海医药	20170101
阿司匹林分散片	0.3g	片剂	上海医药	20170101
布洛芬咀嚼片	0.2g	片剂	上海医药	20170101
对乙酰氨基酚咀嚼片	0.5g	片剂	上海医药	20170101
阿司匹林泡腾片	0.3g	片剂	上海医药	20170101
布洛芬泡腾片	0.2g	片剂	上海医药	20170101
对乙酰氨基酚泡腾片	0.5g	片剂	上海医药	20170101

4、适用范围：

- 新建立的分析方法；
- 分析方法出现变更时；
- 采用药典及其它法定标准未收载的分析方法；
- 药品生产工艺变更，可能引入新的杂质时。

5、不适用范围：

对于仅需按照实验室日常测试操作步骤即可测定的分析项目不需要进行验证，如外观、崩解时限、密度、重量、pH值、干燥失重、灰分、装量等等。

JOYCN 家园

NAME: 1000-1000-1000	NAME: 1000-1000-1000	NAME: 1000-1000-1000	NAME: 1000-1000-1000	NAME: 1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000
1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000	1000-1000-1000

- 样品

有质量合格的样品，经过准用的合适的各种对照品。（包括工作对照品、各杂质对照品）

2、严格按照批准的验证方案进行验证工作。如出现异常或需进行适当调整时，应先经过批准。

3、验证结束后：

对所得图谱和数据进行分析评价；
得出验证结论，出具验证报告。

JOYUN 家园

分析项目	分析方法	验证项目	验证结果	验证日期
1. 分析项目	2. 分析方法	3. 验证项目	4. 验证结果	5. 验证日期
6. 分析项目	7. 分析方法	8. 验证项目	9. 验证结果	10. 验证日期
11. 分析项目	12. 分析方法	13. 验证项目	14. 验证结果	15. 验证日期
16. 分析项目	17. 分析方法	18. 验证项目	19. 验证结果	20. 验证日期
21. 分析项目	22. 分析方法	23. 验证项目	24. 验证结果	25. 验证日期
26. 分析项目	27. 分析方法	28. 验证项目	29. 验证结果	30. 验证日期
31. 分析项目	32. 分析方法	33. 验证项目	34. 验证结果	35. 验证日期
36. 分析项目	37. 分析方法	38. 验证项目	39. 验证结果	40. 验证日期
41. 分析项目	42. 分析方法	43. 验证项目	44. 验证结果	45. 验证日期
46. 分析项目	47. 分析方法	48. 验证项目	49. 验证结果	50. 验证日期
51. 分析项目	52. 分析方法	53. 验证项目	54. 验证结果	55. 验证日期
56. 分析项目	57. 分析方法	58. 验证项目	59. 验证结果	60. 验证日期
61. 分析项目	62. 分析方法	63. 验证项目	64. 验证结果	65. 验证日期
66. 分析项目	67. 分析方法	68. 验证项目	69. 验证结果	70. 验证日期
71. 分析项目	72. 分析方法	73. 验证项目	74. 验证结果	75. 验证日期
76. 分析项目	77. 分析方法	78. 验证项目	79. 验证结果	80. 验证日期
81. 分析项目	82. 分析方法	83. 验证项目	84. 验证结果	85. 验证日期
86. 分析项目	87. 分析方法	88. 验证项目	89. 验证结果	90. 验证日期
91. 分析项目	92. 分析方法	93. 验证项目	94. 验证结果	95. 验证日期
96. 分析项目	97. 分析方法	98. 验证项目	99. 验证结果	100. 验证日期

三、分析方法验证的内容

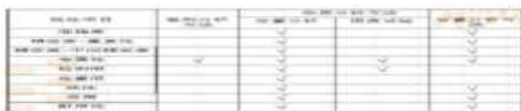
- 根据不同的分析方法的特性及用途确定不同的验证项目和内容。

下表所列是通常情况下不同类型分析方法应该进行验证的项目：

JOYUN 家园

[illegible]

No
Image



1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
51	52	53	54	55	56	57	58	59	60
61	62	63	64	65	66	67	68	69	70
71	72	73	74	75	76	77	78	79	80
81	82	83	84	85	86	87	88	89	90
91	92	93	94	95	96	97	98	99	100

1、专属性

- 专属性是指在其他成分（如杂质、降解物、辅料等）可能存在的情况下，采用的分析方法能够正确鉴定、检出被分析物质的特性。
- 一般方法都应该证明它的专属性。如果一个方法的专属性不强，应该用其它方法进行补充。

JOYUN 家园

样品名称: 101-101-101	规格: 101-101-101	批号: 101-101-101	生产日期: 101-101-101	有效期至: 101-101-101
检验项目: 101-101-101	检验结果: 101-101-101	检验日期: 101-101-101	检验人: 101-101-101	审核人: 101-101-101
检验方法: 101-101-101	检验地点: 101-101-101	检验设备: 101-101-101	检验环境: 101-101-101	检验备注: 101-101-101
检验结论: 101-101-101	检验日期: 101-101-101	检验人: 101-101-101	审核人: 101-101-101	检验备注: 101-101-101

- 证明专属性的方式有3种:
 - (1) 在杂质可以得到的情况下, 向样品中加入一定量的杂质, 证明杂质与样品能够得到分离和检出。
 - (2) 将样品用强光照射, 高温, 高湿, 酸、碱水解及氧化的方法进行破坏, 比较破坏前后检出的杂质个数和量。
 - (3) 在杂质或降解产物不能获得的情况下, 可以通过与另一种已证明合理但分离或检测原理不同、或具较强分辨能力的方法进行结果比较来确定。

样品名称	检测日期	检测人员	检测仪器	检测结果
1. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
2. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
3. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
4. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
5. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
6. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
7. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
8. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
9. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345
10. 样品名称	2023.10.10	张三	GC-1234	1.2345

2、系统精密度

- 系统精密度是指同一个样品溶液在连续进样的情况下获得的结果之间的接近程度。
- 目的：证明在该分析方法的运用上当天仪器的性能。（这也常是系统适应性的要求之一）
- 一般情况下，本项验证采用的样品溶液会是100%的杂质加标样品溶液。
- 采用连续进样6针后得到的各杂质及样品的峰面积的RSD作为评价标准。

JOYUN 家园

样品名称: 100% 乙醇	测定日期: 2023.10.10	测定人: 张三	测定地点: 实验室
1. 称取 10.00g 样品	2. 测定结果: 10.00g	3. 测定结果: 10.00g	4. 测定结果: 10.00g
2. 称取 20.00g 样品	2. 测定结果: 20.00g	3. 测定结果: 20.00g	4. 测定结果: 20.00g
3. 称取 30.00g 样品	2. 测定结果: 30.00g	3. 测定结果: 30.00g	4. 测定结果: 30.00g
4. 称取 40.00g 样品	2. 测定结果: 40.00g	3. 测定结果: 40.00g	4. 测定结果: 40.00g
5. 称取 50.00g 样品	2. 测定结果: 50.00g	3. 测定结果: 50.00g	4. 测定结果: 50.00g
6. 称取 60.00g 样品	2. 测定结果: 60.00g	3. 测定结果: 60.00g	4. 测定结果: 60.00g
7. 称取 70.00g 样品	2. 测定结果: 70.00g	3. 测定结果: 70.00g	4. 测定结果: 70.00g
8. 称取 80.00g 样品	2. 测定结果: 80.00g	3. 测定结果: 80.00g	4. 测定结果: 80.00g
9. 称取 90.00g 样品	2. 测定结果: 90.00g	3. 测定结果: 90.00g	4. 测定结果: 90.00g
10. 称取 100.00g 样品	2. 测定结果: 100.00g	3. 测定结果: 100.00g	4. 测定结果: 100.00g

3、方法精密度

- 方法精密度是指在同样的操作条件下，在较短的时间间隔内，对同一批样品，由同一分析人员称取数份样品，平行测定所得结果之间的接近程度。

- 证明方法精密度的方式有两种：

- (1) 制备6份100%浓度的试样，用各自测得的结果进行评价；

- (2) 制备3个不同浓度的试样，用各测定3次的结果进行评价。

JOYUN 家园

日期: 2017-01-10	检测项目: 水质检测	检测地点: 实验室	检测人员: 张三
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10
检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10	检测时间: 2017-01-10

4、中间精密度

- 中间精密度是指在同一实验室，由于实验室内部条件改变时测定结果的接近程度。
- 验证设计方案中的变动因素一般为日期、分析人员、设备。
- 中间精密度的验证方式及评价标准和方法精密度完全相同。

JOYUN 家园

[illegible]

5、检测限和定量限

- 检测限是指样品中的被分析物能够被检测到的最低量，但不一定要准确定量。检测限是为了考察分析方法是否具备灵敏的检测能力。
- 定量限是指样品中的被分析物能够被定量测定的最低量，其测定结果应具有一定的准确度和精密度。定量限体现了分析方法是否具备灵敏的定量检测能力。

- 定量限是指样品中的被分析物能够被定量测定的最低量，其测定结果应具有一定的准确度和精密度。定量限体现了分析方法是否具备灵敏的定量检测能力。

[illegible]

6、线性和范围

- 线性是指在设计的测定范围内，检测结果与样品中被分析物的浓度（量）直接呈线性关系的程度。
- 范围是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。
- 线性是定量测定的基础，涉及定量测定的项目，如杂质定量试验和含量测定均需验证线性。

样品名称: 100% 乙醇	样品编号: 100% 乙醇	样品重量: 100% 乙醇	样品体积: 100% 乙醇	样品浓度: 100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇
100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇	100% 乙醇

- 验证方式: 可用一贮备液经精密稀释, 或分别精密称样, 制备一系列被测物质浓度系列进行测定, 至少制备**5**个浓度。以测得的响应信号（如峰面积、吸光值等）作为被测物浓度的函数作图, 观察是否呈线性, 计算线性回归方程。
- 线性验证范围:

含量: 80~120%

杂质: LOQ ~ 150%

JOYUN 家园

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/048003043006006023>