

# 与定量限比较看哪个条件高效液相色谱法测定中药含量采用的方法有哪些?-股识吧

## 一、高效液相色谱法测定中药含量采用的方法有哪些?

遵照下面的要求选择合适的方法，HPLC法外标、内标两种，检测器一般UV即可。含量测定分析方法验证的可接受标准简介 摘要：本文介绍了在对含量测定所用的分析方法进行方法学验证时，各项指标的可接受标准，以利于判断该分析方法的可行性。

关键词：含量测定 分析方法验证 可接收标准 在进行质量研究的过程中，一项重要的工作就是要对质量标准中所涉及到的分析方法进行方法学验证，以保证所用的分析方法确实能够用于在研药品的质量控制。

为规范对各种分析方法的验证要求，我国已于2005年颁布了分析方法验证的指导原则。

该指导原则对需要验证的分析方法及验证的具体指标做了比较详细的阐述。

但是文中未涉及各具体指标在验证时的可接受标准，国际上已颁布的指导原则中也未发现相关的要求。

另一方面，大多数药品研发单位在进行质量研究时，已逐步认识到分析方法验证的必要性与重要性，大都也在按照指导原则的要求进行分析方法验证，但验证完后却因没有一个明确的可接受标准，而难以判断该分析方法是否符合要求。

本文结合国外一些大型药品研发企业在此方面的要求，提出了在对含量测定方法进行验证时的可接受标准，供国内的药品研发单位在进行研究时参考。

1. 准确度 该指标主要是通过回收率来反映。

验证时一般要求分别配制浓度为80%、100%和120%的供试品溶液各三份，分别测定其含量，将实测值与理论值比较，计算回收率。

可接受的标准为：各浓度下的平均回收率均应在98.0%-102.0%之间，9个回收率数据的相对标准差（RSD）应不大于2.0%。

2. 线性 线性一般通过线性回归方程的形式来表示。

具体的验证方法为：在80%至120%的浓度范围内配制6份浓度不同的供试液，分别测定其主峰的面积，计算相应的含量。

以含量为横坐标（X），峰面积为纵坐标（Y），进行线性回归分析。

可接受的标准为：回归线的相关系数（R）不得小于0.998，Y轴截距应在100%响应值的2%以内，响应因子的相对标准差应不大于2.0%。

3. 精密度 1) 重复性 配制6份相同浓度的供试品溶液，由一个分析人员在尽可能相同的条件下进行测试，所得6份供试液含量的相对标准差应不大于2.0%。

2) 中间精密度 配制6份相同浓度的供试品溶液，分别由两个分析人员使用不同的仪器与试剂进行测试，所得12个含量数据的相对标准差应不大于2.0%。

4. 专属性 可接受的标准为：空白对照应无干扰，主成分与各有关物质应能完全分离，分离度不得小于2.0。  
以二极管阵列检测器进行纯度分析时，主峰的纯度因子应大于980。
5. 检测限 主峰与噪音峰信号的强度比应不得小于3。
6. 定量限 主峰与噪音峰信号的强度比应不得小于10。  
另外，配制6份最低定量限浓度的溶液，所测6份溶液主峰的保留时间的相对标准差应不大于2.0%。
7. 耐用性 分别考察流动相比例变化  $\pm 5\%$ 、流动相pH值变化  $\pm 0.2$ 、柱温变化  $\pm 5$ 、流速相对值变化  $\pm 20\%$ 时，仪器色谱行为的变化，每个条件下各测试两次。  
可接受的标准为：主峰的拖尾因子不得大于2.0，主峰与杂质峰必须达到基线分离；  
各条件下的含量数据（ $n=6$ ）的相对标准差应不大于2.0%。
8. 系统适应性 配制6份相同浓度的供试品溶液进行分析，主峰峰面积的相对标准差应不大于2.0%，主峰保留时间的相对标准差应不大于1.0%。  
另外，主峰的拖尾因子不得大于2.0，主峰与杂质峰必须达到基线分离，主峰的理论塔板数应符合质量标准的规定。

## 二、液相中检测限和定量限 到怎是怎么样一个单位？

转载：《分析测试百科网》检测限是指试样中被测物质能被检测出的最低浓度或量。

检测限是一种限度检验效能指标，即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。

它无需定量测定，只要指出高于或低于该规定的浓度或量即可。

根据所采用的分析方法来确定检测限。

当用 GC 和 HPLC 法时，可用已知低浓度样品测出的信号与空白样品测出的信号进行比较，计算出能被可靠地检测出的最低浓度或量。

一般以  $S/N = 2$  或  $S/N = 3$  时的相应浓度或注入仪器的量确定检测限。

检测限的报告数据应附图谱，说明测试过程和检测限结果。

定量限定量限是指样品中被测物质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。

常用信噪比法测定定量限。

一般以  $S/N = 10$  时相应的浓度或注入仪器的量进行确定。

朋友可以到行业内专业的网站进行交流学习！分析测试百科网这块做得不错，气相、液相、质谱、光谱、药物分析、化学分析、食品分析。

这方面的专家比较多，基本上问题都能得到解答，有问题可去那提问，网址百度搜

下就有。

### 三、紫外检测时若想知道方法的检测限、定量限、怎么做？

一样可以用信噪比，先测空白，测出仪器A值波动作为噪声，再稀释到相应浓度测出三倍或十倍A值作为检测限或定量限

### 四、如何理解本方法检出限为0.03mmg/kg，定量限0.1mg/kg

仪器检出限说明书里自己有，方法检出限对照计算公式，一般是小数点的倒数第二位，样品检出限和测定下限是一回事，综合仪器检出限和方法检出限，取其高值

### 五、x射线衍射定量分析的检测限一般是多少

定量限比检出限的要求严格些，判断一个峰是目标物和能对它进行准确定量对于峰的要求是不同的（可以近似于定性与定量的差别）。  
一般信噪比的2到3倍为检出限，10倍为定量限。

### 六、高效液相定量限的做法？

定性依据的是保留时间。

定量依据的是与对照品的比对。

hplc中常用的定量方法（主要以峰面积为基础），有：外标一点法，外标两点法，外标标准曲线，内标一点法，内标两点法，内标标准曲线；

归一化法在一定的条件下也可以用作定量。

朋友可以到行业内专业的网站进行交流学习！分析测试百科网这块做得不错，气相、液相、质谱、光谱、这方面的专家比较多，基本上问题都能得到解答，有问题可去那提问，网址百度搜下就有。

## 参考文档

[下载：与定量限比较看哪个条件.pdf](#)

[《今天买的股票多久才能卖》](#)

[《股票涨幅过大停牌核查一般要多久》](#)

[《新股票一般多久可以买》](#)

[《股票停牌多久下市》](#)

[《股票多久才能卖完》](#)

[下载：与定量限比较看哪个条件.doc](#)

[更多关于《与定量限比较看哪个条件》的文档...](#)

声明：

本文来自网络，不代表

【股识吧】立场，转载请注明出处：

<https://www.gupiaozhishiba.com/article/32111473.html>