

9099 分析方法确认指导原则

分析方法确认(analytical method verification)是指首次使用法定分析方法时,由现有的分析人员或实验室对分析方法中关键的验证指标进行有选择性的考察,以证明方法对所分析样品的适用性,同时证明分析人员有能力使用该法定分析方法。指导原则 9101《分析方法验证指导原则》中提供了建立分析方法需要验证的指标,分析方法的确认并不是重复验证过程。本指导原则不涉及微生物分析方法的确认。

一、确认过程(verification process)

分析方法的确认过程,是指应用法定方法对药物及其制剂进行测定时,评价该方法能否达到预期的分析目的。

分析人员应具备一定的药物分析经验和知识,经培训后能够理解和执行法定方法。分析方法确认应当由上述分析人员开展,以确保法定方法能够按预期顺利实施。

如果法定方法确认失败,并且相关工作人员(或起草人员)未能协助解决失败的问题,也可能是该方法不适用于在该实验室测定待分析的样品。

二、确认要求(verification requirements)

1. 确认原则

分析方法确认一般无需对法定方法进行完整的再验证,但是需要将指导原则 9101《分析方法验证指导原则》表 1 中列出的分析方法验证的指标用于方法的确认。分析方法确认的范围和指标取决于实验人员的培训和经验水平、分析方法种类、相关设备或仪器、具体的操作步骤和分析对象等。分析方法确认的指标和检验项目(鉴别、杂质分析、含量测定等)有关,不同的检验项目,方法确认所需的指标也不同。

2. 考察指标

分析方法确认应包含对影响方法的必要因素的评估。对于化学药,方法确认应考虑原料药的合成路线和制剂的生产工艺等因素;对于中药,方法确认应考虑中药材种类、来源、饮片制法和制剂的生产工艺等因素,从而评价法定方法是否适用于原料药和制剂基质。

在原料药和制剂含量测定时,方法专属性是确认法定分析方法是否适用的关键指标。如:在色谱法中,可以用系统适用性的分离度要求进行专属性确认,但是,不同来源的原料药可能含有不同的杂质谱,同时,不同来源的制剂辅料的差异很大,可能会对分析方法产生干扰,也可能生成法定方法中尚未说明的杂质。此外,药物含有不同的辅料、溶剂组分,这些都可能影响药物在基质中的回收率,对法定方法具有潜在的干扰。针对上述情况,可能需要更加全面的基质效应评估,以证明该法定方法对于特定药物及其制剂的适用性。其他分析方法确认的指标,如杂质分析的检测限、定量限、精密度也有助于说明法定方法在实际使用条件下的适用性。

3. 确认豁免

如果没有特别说明,药典收载的通用检测方法无需确认。这些通用检测方法包括但不限于

限于干燥失重、炽灼残渣、多种化学湿法和简单的仪器测试（如 pH 值测定法）。然而，首次将这些通用检测方法应用于各品种项下时，建议充分考虑不同的样品处理或溶液制备需求。

国家药典
通则