

# HPLC法测定栀子药材中栀子苷含量的能力验证研究



郭晓晗, 常 艳, 张佳婷, 余坤子, 杨建波, 李明华, 麻思宇, 陆以云, 项新华, 程显隆, 魏 锋

中国食品药品检定研究院 (北京 102629)

**【摘要】目的** 开展栀子药材中栀子苷含量测定的能力验证研究, 评价药品相关领域检验检测实验室开展中药材中指标成分含量测定的能力, 提高相关实验室含量测定的质控能力。**方法** 依据 CNAS-RL02《能力验证规则》和国际标准 ISO/IEC 17043《合格评定能力验证的通用要求》进行实验室能力验证活动。根据 CNAS-GL003《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》对自制样品均匀性和稳定性试验结果进行分析, 试验结果合格后作为能力验证样品, 随机分发给参加者, 回收结果, 并对测定结果进行稳健统计分析, 以 Z 比分数对各实验室结果进行判定, 评价结果分为满意、可疑、不满意。**结果** 共有 403 家实验室提交试验结果, 其中能力验证结果为满意的有 367 家, 满意率为 91.07%; 可疑的有 17 家, 占 4.22%; 不满意的有 19 家, 不满意率为 4.71%。**结论** 403 家实验室中, 大多数具备 HPLC 法测定栀子中栀子苷含量的能力, 其中药品监管系统实验室检测能力和质量管理水平较高。本次能力验证为了解我国药品检验检测实验室的技术储备能力、管理水平提供依据, 为今后的政府监管提供技术支撑。

**【关键词】** 高效液相色谱法; 栀子; 栀子苷; 含量; 均匀性; 稳定性; 能力验证; 稳健统计

## Proficiency testing on determination of the content of geniposide in *Gardeniae fructus* by HPLC

GUO Xiaohan, CHANG Yan, ZHANG Jiating, YU Kunzi, YANG Jianbo, LI Minghua, MA Siyu, LU Yiyun, XIANG Xinhua, CHENG Xianlong, WEI Feng

National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 102629, China

Corresponding authors: CHENG Xianlong, Email: cxl@nifdc.org.cn; WEI Feng, Email: weifeng@nifdc.org.cn

**【Abstract】Objective** To carry out a proficiency testing of content determination of geniposide in *Gardeniae fructus*, evaluate the content determination ability of index components in traditional Chinese medicine in the laboratory of inspection and detection in drug-related fields, and improve the quality control ability of content determination of related laboratories. **Methods** The laboratory's capability-verification activities were conducted based on the CNAS-RL02 *Rules for Proficiency Testing* and ISO/IEC 17043 *Conformity*

DOI: 10.12173/j.issn.1005-0698.202403246

通信作者: 程显隆, 博士, 研究员, Email: cxl@nifdc.org.cn

魏锋, 博士, 研究员, Email: weifeng@nifdc.org.cn

<https://ywlxhx.whuzhmedj.com/>

*Assessment-General Requirements for Proficiency Testing*. After preparing the sample, the results of homogeneity and stability tests were analyzed according to CNAS-GL003 *Guidance on Evaluating the Homogeneity and Stability of Samples Used for Proficiency Testing*. After the test results were qualified, they were used as proficiency testing samples and randomly distributed to participants. The results were collected, and the robust statistical method and the Z scores were used to analyze the results of these laboratories' reports. **Results** 403 laboratories in this proficiency testing program reported the results, of which 367 results were acceptable, accounting for 91.07%, 17 (4.22%) laboratories obtained suspicious results, and 19 laboratories gave unsatisfactory results, with the dissatisfaction rate of 4.71%. **Conclusion** The majority of the 403 participant laboratories have the ability to determine the content of geniposide in *Gardeniae fructus* by HPLC and the laboratory testing ability and quality management level of the drug monitoring system are high. This proficiency testing provides a basis for understanding the technical reserve capacity and management level of China's pharmaceutical inspection and testing laboratories, and provides technical support for future government supervision.

**【Keywords】** HPLC; *Gardeniae fructus*; Geniposide; Content; Homogeneity; Stability; Proficiency testing; Robust statistical method

能力验证是利用实验室间比对,按照预先制定的准则评价参加者的能力<sup>[1]</sup>,作为国际通行的外部质量控制与保证手段,能够客观反映检验机构的能力<sup>[2]</sup>。作为检验机构能力评价的重要技术手段,与现场检查互为补充,为科学监管提供坚实的技术支撑,可加强管理部门对检验检测机构的监管。同时,实验室通过参加能力验证活动,可以提升组织管理水平、技术水平和质量控制能力,提高实验室检测和质量保证能力<sup>[3-8]</sup>。

中国食品药品检定研究院近年来开展了一系列实验室能力验证计划<sup>[9-14]</sup>。其中含量测定是中药质量标准中一个重要的检验项目,HPLC法具有高效、高准确度、高灵敏度等特点<sup>[15]</sup>,《中国药典》2020年版一部和二部中,检验方法采用HPLC法的品种分别占总数的66%和72%,因此HPLC法已成为《中国药典》中最常用的检测方法<sup>[16-17]</sup>。该方法用于测定中药指标成分的含量,影响因素涉及人员的技术水平、样品的前处理、色谱柱的选择<sup>[18]</sup>等,对测定结果的影响不容忽视。

梔子是用量较大的一类中药材,《中国药典》2020年版一部中,梔子的【含量测定】项下规定检测梔子苷的含量。梔子苷是梔子的主要活性成分,是梔子质量控制的重要指标<sup>[17,19]</sup>,该指标具有较强的代表性。基于此,本研究组织进行了该项目的能力验证(NIFDC-PT-408)以考察相关实验室的基本检验能力。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要仪器

Waters Alliance e2695 高效液相色谱仪(美国沃特世科技有限公司),XPE105 电子天平(梅特勒-托利多仪器公司),KQ-500DE 超声仪(昆山市超声仪器有限公司),DGG-9070A 电热鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司)。

### 1.2 主要药品与试剂

梔子苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号:110749-202320,含量98.1%);乙腈(质谱纯,DiKMA公司,批号:R142428),甲醇(分析纯,国药集团化学试剂有限公司,批号:20230220),水为Mili-Q纯水(实验室自制);两组梔子样品均购自江西樟树天齐堂中药饮片有限公司,由中国食品药品检定研究院中药民族药检定所魏锋研究员鉴定,符合《中国药典》2020年版一部<sup>[17]</sup>标准。

### 1.3 样品的制备

能力验证样品分为梔子A组和梔子B组样品。将梔子药材粉碎过四号筛,充分混合均匀(每粉碎完1组样品均进行清场)。将粉碎好的样品采用塑料瓶塑封包装,每瓶约15g,分装后置阴凉干燥处保存。

### 1.4 试验方法

本次能力验证要求实验室按照《中国药典》

2020 年版一部“栀子”项下【含量测定】方法<sup>[17]</sup>进行试验，测定结果以样品（按干燥品计）中栀子苷的含量（%）报告，即含量 /（1-水分 %）作为按干燥品计算栀子中栀子苷的含量。

### 1.5 均匀性和稳定性检验

依据 CNAS-GL003《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》<sup>[20]</sup>对样品进行均匀性、稳定性评价，待均匀性和稳定性评价合格后，分发样品。给每个实验室随机发放 A 组或 B 组样品 1 瓶。

#### 1.5.1 均匀性检验

每组样品随机抽取 10 瓶，分别编号 1~10。按“1.4”项下方法进行测定，每瓶样品称样 3 份，每份样品测定 1 次。检测数据采用单因素方差（*F* 检验）进行分析，以栀子苷的含量（%）为统计指标，若  $F < F_{\alpha}(f_1, f_2)$  [自由度为 ( $f_1, f_2$ ),  $\alpha=0.05$ ]，表明样品之间差异无统计学意义。在能力验证结果回收后，以指定值为基础计算能力评定标准差（ $\sigma$ ），并将均匀性标准差（ $S_s$ ）与  $\sigma$  相比较，在  $F \geq 1$  时， $S_s$  按公式（1）进行计算如下：

$$S_s = \sqrt{\frac{MS_1 - MS_2}{n}} \quad (1)$$

式中， $MS_1$  与  $MS_2$  分别为组间均方和组内均方， $n$  为全部均匀性评估样品的综合重复测试次数。若  $S_s \leq 0.3\sigma$ ，表明样品在本能力验证计划中是均匀的。

#### 1.5.2 稳定性检验

本次能力验证分别进行了短期运输稳定性和长期稳定性检测。

**短期运输稳定性：**为防止寄送中包装损坏以及高温、高湿等环境对样品的影响，选择南部地区（海南省）寄送 A、B 两组栀子样品各 3 瓶，对方机构在接收样品后不开封直接寄回样品。对返回的样品进行测试，每瓶取样 3 份，按“1.4”项下方法进行测定，每份样品测试 1 次。以未寄送的样品测定值（0 d）为对照，评价运输后的样品的稳定性。

**长期稳定性：**在回收完所有实验数据后，每组随机抽取包装好的样品 3 瓶，每瓶取样 3 份，按“1.4”项下方法进行测定，每份样品测试 1 次。以刚制备好的样品（0 d）测定值为对照，评价制备 5 个月后的样品稳定性。

**评价方法：**采用 *t* 检验方法，计算每个稳定性

条件下检测结果的平均值，并以样品（0 d）栀子苷含量检测结果的平均值为基准（零点） $\bar{y}_0$ ，计算其他条件下检测结果平均值  $\bar{y}_i$  与  $\bar{y}_0$  之间的绝对差值，当  $\max|\bar{y}_i - \bar{y}_0| \leq 0.3\sigma$  时，且  $t < t_{0.05}$ （自由度），则认为样品在该条件下稳定，满足要求。

### 1.6 统计学方法

依据 CNAS-GL002《能力验证结果的统计处理和评价指南》<sup>[21]</sup>。运用 JMP 10 软件，采用稳健统计方法，对本次能力验证数据进行了统计。以中位值作为指定值，标准化四分位距（normalization interquartile range, NIQR）作为能力评定标准差， $NIQR=0.7413 \times IQR$ ， $IQR=Q_3-Q_1$ ，式中 *IQR* 是四分位距，是指高四分位数和低四分位数的差值。 $Q_1$  为居于下四分之一位置的数据，即下四分位数或低四分位数； $Q_3$  为居于上四分之一位置的数据，即上四分位数或高四分位数；并依据这些统计结果计算，以公式（2）计算 *Z* 比分数。

$$Z_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}} \quad (2)$$

式中  $x_i$  为各参加实验室的测定结果， $x_{pt}$  为指定值，即稳健统计的中位值， $\sigma_{pt}$  为能力评定标准差，即 NIQR。

**评定标准：**以 *Z* 比分数评价参加实验室结果的满意情况。 $|Z| \leq 2$  表明“满意”； $2 < |Z| < 3$  表明“可疑”； $|Z| \geq 3$  表明“不满意”。指定值标准不确定度  $u$  根据公式（3）计算。 $p$  为参与统计结果数， $s^*$  为稳健标准差。

$$u(x_{pt}) = 1.25 \times \frac{s^*}{\sqrt{p}} \quad (3)$$

## 2 结果

### 2.1 参加实验室情况

参加本次能力验证的实验室涉及 30 个省（自治区）、直辖市，共计 406 家实验室报名，其中有 3 家退出并退回样品，共回收 403 家实验结果，实验室所在地区的分布情况见表 1。403 家实验室类型主要包括：省级食品药品检验机构 23 家（占比 5.71%）；地市（县、区）级食品药品检验机构 178 家（占比 44.17%）；药品生产企业及检验检测企业 190 家（占比 47.15%）；其他科研单位及检测机构 12 家（占比 2.98%）。具体情况见图 1。

表1 实验室分布情况

Table 1. Distribution of laboratories

顺序	省(自治区)、 直辖市	省级食品药品 检验机构	地市(县、区)级食 品药品检验机构	药品生产企业及检 验检测企业	其他科研单位及 检测机构	合计
1	云南	1	6	85	0	92
2	广东	0	7	18	3	28
3	四川	1	16	8	0	25
4	江苏	0	9	8	2	19
5	北京	0	9	8	1	18
6	河北	0	9	8	1	18
7	陕西	1	9	5	0	15
8	河南	1	11	1	0	13
9	山东	0	7	5	1	13
10	新疆维吾尔自治区	1	12	0	0	13
11	吉林	1	7	3	1	12
12	广西壮族自治区	2	6	3	0	11
13	江西	1	7	3	0	11
14	天津	0	6	4	1	11
15	湖北	0	5	4	1	10
16	贵州	1	6	2	0	9
17	浙江	1	3	5	0	9
18	上海	0	3	5	1	9
19	安徽	1	3	4	0	8
20	辽宁	1	7	0	0	8
21	内蒙古自治区	1	7	0	0	8
22	重庆	0	4	4	0	8
23	甘肃	3	2	2	0	7
24	福建	1	3	2	0	6
25	山西	1	3	2	0	6
26	海南	0	4	0	0	4
27	湖南	1	2	1	0	4
28	青海	1	3	0	0	4
29	黑龙江	1	2	0	0	3
30	西藏自治区	1	0	0	0	1
总计		23	178	190	12	403

## 2.2 均匀性检测评估结果

以样品中栀子苷的含量(%)为统计指标, A、B两组样品的 $F$ 值分别为2.257和2.334,均小于 $F$ 临界值: $F < F_{0.05(9,20)}=2.393$ ,表明在 $\alpha = 0.05$ 水平上,两组样品是均匀的。回收实验室检测数据,对样品的均匀性进行确认。结果表明: $S_s \leq 0.3\sigma$ ,样品不均匀性标准偏差不影响实验室的能力评价,在随后的能力评定中可忽略不计。样品均匀性的检测结果见表2。

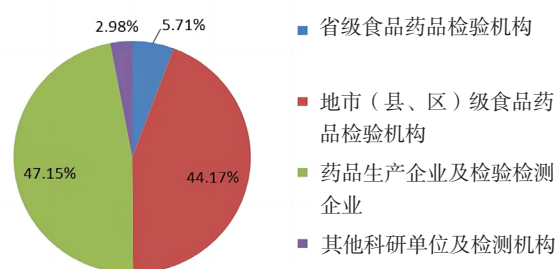


图1 参加实验室类型比例分布

Figure 1. The proportion of the involved laboratory types

### 2.3 稳定性检测评估结果

短期运输稳定性考察，返回的样品未出现破损情况。经统计分析，短期运输稳定性和长期稳定性的  $t$  值均小于  $t$  临界值，即  $t < t_{0.05}$ ，说明稳定性符合要求。

稳定性评估，各条件下：A 组栀子样品中栀子苷含量的最大绝对差值为 0.02%，远小于 A 组

样品  $\sigma$  (0.237 2%) 的 0.3 倍，B 组栀子样品中栀子苷含量的最大绝对差值为 0.05%，也小于 B 组样品  $\sigma$  (0.237 2%) 的 0.3 倍，因此，A 组和 B 组栀子样品在上述储存及运输条件下是稳定的，在随后的能力评定中可忽略不计。A 组和 B 组样品稳定性检测结果见表 3 和表 4。

表 2 均匀性检测统计结果

Table 2. The results of homogeneity determination

组别	指标	平方和	自由度	均方	F	P
栀子 A组	组间	$4.47 \times 10^{-6}$	9	$4.96 \times 10^{-7}$ (MS <sub>1</sub> )	2.257	0.062
	组内	$4.40 \times 10^{-6}$	20	$2.20 \times 10^{-7}$ (MS <sub>2</sub> )		
	总计	$8.88 \times 10^{-7}$	29			
$S_s/\sigma=0.13 < 0.3, S_s < \sigma$ (0.237 2%)						
栀子 B组	组间	$6.20 \times 10^{-6}$	9	$6.89 \times 10^{-7}$ (MS <sub>1</sub> )	2.334	0.055
	组内	$5.90 \times 10^{-6}$	20	$2.95 \times 10^{-7}$ (MS <sub>2</sub> )		
	总计	$8.88 \times 10^{-7}$	29			
$S_s/\sigma=0.20 < 0.3, S_s < \sigma$ (0.185 3%)						

表 3 栀子A组样品稳定性检测结果及评估

Table 3. Evaluation of the stability of group A samples of Gardeniae fructus

储存和运输情况	样品编号	含量1 (%)	含量2 (%)	含量3 (%)	平均含量 (%)	各条件下平均值 (%)	绝对差值 (%)
对照	26	4.76	4.73	4.84	4.78	4.77	-
	200	4.73	4.74	4.74	4.74		
	327	4.79	4.80	4.77	4.79		
运输稳定性 (模拟运输条件)	401	4.67	4.71	4.83	4.74	4.76	0.01
	403	4.75	4.72	4.82	4.76		
	406	4.79	4.77	4.81	4.79		
长期稳定性 (样品回收后)	36	4.75	4.78	4.75	4.76	4.79	0.02
	165	4.80	4.78	4.82	4.80		
	177	4.82	4.84	4.74	4.80		

表 4 栀子B组样品稳定性检测结果及评估

Table 4. Evaluation of the stability of group B samples of Gardeniae fructus

储存和运输情况	样品编号	含量1 (%)	含量2 (%)	含量3 (%)	平均含量 (%)	各条件下平均值 (%)	绝对差值 (%)
对照	162	5.06	5.27	5.25	5.19	5.15	-
	183	5.20	5.11	5.08	5.13		
	271	5.16	5.06	5.19	5.14		
运输稳定性 (模拟运输条件)	301	5.19	5.17	5.20	5.19	5.20	0.05
	302	5.19	5.21	5.25	5.22		
	303	5.17	5.24	5.21	5.21		
长期稳定性 (样品回收后)	44	5.19	5.25	5.19	5.21	5.18	0.03
	251	5.20	5.18	5.08	5.15		
	297	5.17	5.24	5.13	5.18		



## 2.4 参加实验室统计结果与评价

回收的 403 家实验数据中, 有 4 家实验室数据为无效结果, 直接判定为“不满意”, 不再计入统计分析。其余 399 家实验数据用于统计分析本次能力验证。A 组和 B 组样品检验结果统计量汇总见表 5。

以 Z 比分数评价参加实验室结果的满意情况, Z 值的大小反映实验室结果与中位值的偏离程度, Z 的正负表征了实验室结果相对于中位值的偏离方向。将 Z 比分数按其大小顺序排列并作柱状图, 每一个柱状图标有该实验室代码。A 组和 B 组样品的 Z 值分布分别见图 2 和图 3。

A 组样品  $\sigma=0.237\ 2\%$ , 有 200 家实验结果参与统计, 其指定值不确定度为  $0.000\ 209\ 66 \leq 0.3\sigma$ , 可忽略不计, 200 家实验室中, 有 190 家实验室结果为满意 ( $|Z| \leq 2$ ), 满意率为 95.0%; 8 家实验室结果为可疑 ( $2 < |Z| < 3$ ), 占比 4.0%;

不满意实验室有 2 家, 占比为 1.0%。B 组样品  $\sigma=0.185\ 3\%$ , 有 199 家实验结果参与统计, 其指定值不确定度为  $0.000\ 164\ 2 \leq 0.3\sigma$ , 可忽略不计, 199 家实验室中, 有 177 家实验室结果为满意 ( $|Z| \leq 2$ ), 满意率为 88.94%; 9 家实验室结果为可疑 ( $2 < |Z| < 3$ ), 占比 4.52%; 不满意实验室有 13 家, 占比为 6.53%。

综合上述结果, 提交的 403 家实验结果中, 满意 367 家, 满意率为 91.07%; 可疑 17 家, 占 4.22%; 不满意 19 家, 不满意率为 4.71%。见图 4。

## 3 讨论

### 3.1 无效数据

在回收的 403 家实验结果中, 有 4 家实验室原始记录中未发现水分数据, 未按照干燥品计算最终的结果, 视为未按照作业指导书进行操作, 其结果以“不满意”计。建议相关实验室严格遵

表5 栀子A组和B组样品的检验结果及统计量

Table 5. The test results and statistics of group A and B of Gardeniae fructus

组别	稳健均值 (%, g/g)	NIQR (%)	中位值 (%)	变异系数CV	最大值 (%, g/g)	最小值 (%, g/g)	极差 (%, g/g)
A组	4.97	0.237 2	4.96	8.046 3	9.54	4.15	5.39
B组	5.37	0.185 3	5.36	4.502 6	6.05	4.38	1.67

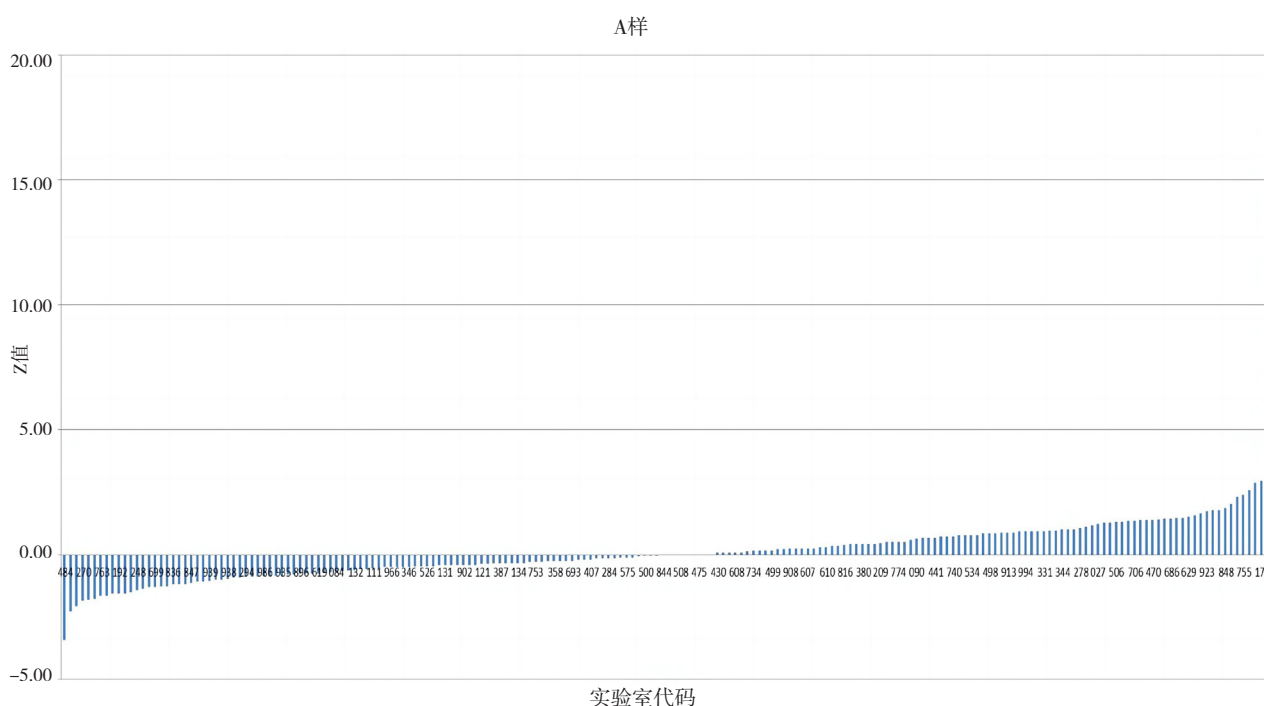


图2 栀子A组样品检测结果的Z值分布

Figure 2. Distribution of Z values of the results of group A of Gardeniae fructus

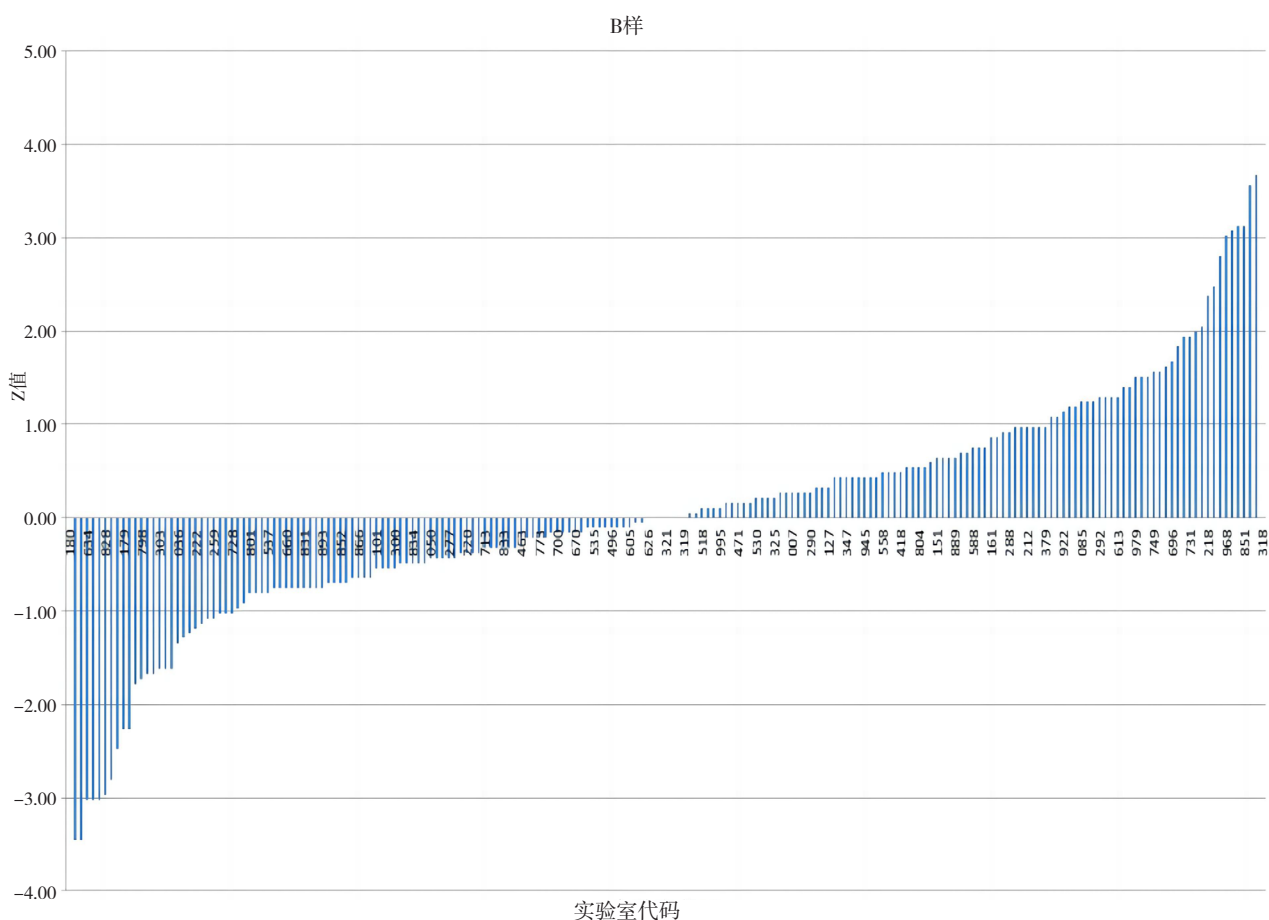


图3 栀子B组样品检测结果的Z值分布

Figure 3. Distribution of Z values of the results of group B of Gardeniae fructus

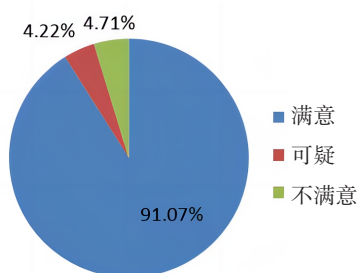


图4 参加实验室结果的满意情况

Figure 4. The results satisfaction of the laboratories

循作业指导书要求，测定样品的水分含量，扣除水分含量，按照干燥品计算样品中成分的含量。

### 3.2 计算错误

本次能力验证，有 2 家实验室在扣除水分时，计算公式有误，将含量 × (1- 水分%) 作为按干燥品计算栀子中栀子苷的含量，导致试验结果出现偏差，为不满意。建议相关实验室整改单位内部质量体系文件，加强实验室人员的相关培训，重视检测结果的复核，避免此类失误发生。

### 3.3 样品处理

样品提取过程中，首先是超声过程：实验室超声仪功率、频率以及超声的时间，可能引入误差，建议定期对实验室的超声仪器进行检查；其次是过滤，稀释定容过程，可能由于操作不当引入误差，造成结果偏离，建议对相关实验人员的实验技能进行考核对比，增强实验室整体的检测能力。

### 3.4 对照品称量

在回收的 403 家实验结果中，有 12 家实验室均仅称取 1 份对照品，无平行称样，导致无法评估对照品称量的准确性，造成测量结果可能存在偶然误差。建议采用双样双针进样，以减小仪器误差或者称样失误带来的偏差。对照品的称样量为 mg 级，多个实验室在检测中虽然使用十万分之一天平，但称样量却远低于 10 mg，不满足精密称量的要求，引入了较大的操作误差，导致结果不合格。即使有些单位检测结果为满意，但是应该注意称量对试验造成的误差，建议加强检验

人员对天平操作规范性的认识。对照品的称量误差对测定结果影响会比较大,这是造成测定结果偏差的重要因素之一。

### 3.5 数据采集及处理

对回收的实验报告进行分析发现,部分结果不满意的实验室,在样品数据采集之前,系统适应性考察不严谨,相关色谱图峰形较差,分离度不符合要求。应及时优化试验条件和筛选色谱柱并注意采集空白样品考察系统等,确保实验数据的质量。

### 3.6 结论

本次能力验证满意率达 91.07%,说明药品领域检验检测实验室具备 HPLC 法对中药进行含量测定的能力和水平。

从参加者的类别分析,省级食品药品检验机构 23 家全部满意,满意率高达 100%;178 家地市(县、区)级食品药品检验机构中 5 家不满意,8 家可疑,满意率达 92.70%;总体而言,药品监管系统实验室检验结果满意率最高,这也体现了其较高的检验技术水平,作为监管部门的技术支撑部门,彰显了较强的公信力。药品生产企业及检验检测企业共计 190 家,满意率为 88.95%,其他科研单位及检测机构共计 12 家,满意率为 83.33%,满意率略低于药监系统实验室,分析原因主要是未按照作业指导书的要求进行操作、试验数据不完善等。相关实验室要积极主动参加能力验证或者测量审核等项目,发现问题、完善质量体系文件、重视检测人员技术培训、加强能力建设。

本次能力验证通过大数据分析,有助于国家药品监督管理局了解各级药检机构、药品生产企业、科研单位等的检验检测能力和质量管理水平,有助于国家药检机构有针对性的开设各类培训班,提升药品行业的业务水平,增强药品检验公信力,为今后的监管提供技术支撑,促进国家医药产业的健康高质量发展。

### 参考文献

- 1 ISO/IEC17025. 2017 General requirements for the Competence of Testing and Calibration laboratories[S]. 2017.
- 2 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-CL03. 能力验证规则[S]. 2010.
- 3 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-RL01. 2018 实

验室认可规则[S]. 2018.

- 4 刘雅丹,王菲菲,赵萌,等. 我国药品领域能力验证活动的现状研究及建议[J]. 中国药事, 2021, 35(8): 899-907. [Liu YD, Wang FF, Zhao M, et al. Study on proficiency testing development in Chinese pharmaceutical sector[J]. Chinese Pharmaceutical Affairs, 2021, 35(8): 899-907.] DOI: [10.16153/j.1002-7777.2021.08.008](https://doi.org/10.16153/j.1002-7777.2021.08.008).
- 5 李玲,朱爱丽,荆知敏. 从实验室间比对和能力验证分析基层药检机构的发展[J]. 中国药事, 2022, 36(11): 1239-1245. [Li L, Zhu AL, Jing ZM. Analysis of the development of primary drug testing institutions from interlaboratory comparisons and proficiency testing[J]. Chinese Pharmaceutical Affairs, 2022, 36(11): 1239-1245.] DOI: [10.16153/j.1002-7777.2022.11.005](https://doi.org/10.16153/j.1002-7777.2022.11.005).
- 6 李曦,陈燕,谢华,等. 对乙酰氨基酚片含量测定能力验证的结果与分析[J]. 中国药学杂志, 2022, 57(17): 1478-1481. [Li X, Chen Y, Xie H, et al. Results of the proficiency test of the proficiency test of content determination of acetaminophen tablets and related analysis[J]. Chinese Pharmaceutical Journal, 2022, 57(17): 1478-1481.] DOI: [10.11669/cpj.2022.17.011](https://doi.org/10.11669/cpj.2022.17.011).
- 7 刘莉莎,李京,廖海明,等. 半微量法测定氮含量能力验证及新评价方法的应用[J]. 中国药学杂志, 2023, 58(11): 1026-1030. [Li LS, Li J, Liao HM, et al. Application of a new evaluation method to the proficiency testing project of nitrogen determination by semimicro method[J]. Chinese Pharmaceutical Journal, 2023, 58(11): 1026-1030.] DOI: [10.11669/cpj.2023.11.0100](https://doi.org/10.11669/cpj.2023.11.0100).
- 8 余坤子,程显隆,常艳,等. 2022 年度中药显微鉴别能力验证项目的结果分析[J]. 中国药事, 2023, 37(12): 1416-1420. [Yu KZ, Cheng XL, Chang Y, et al. Analysis of traditional Chinese medicine inspection from the proficiency test of the microscopic identification of TCM in 2022[J]. Chinese Pharmaceutical Affairs, 2023, 37(12): 1416-1420.] DOI: [10.16153/j.1002-7777.2023.12.011](https://doi.org/10.16153/j.1002-7777.2023.12.011).
- 9 刘雅丹,张河战,于欣,等. 2013—2018 年全国药品检验机构能力验证的回顾性研究[J]. 中国药师, 2020, 23(7): 1401-1403. [Liu YD, Zhang HZ, Yu X, et al. Retrospective study on the proficiency testing progress of medicines control laboratories in China[J]. China Pharmacist, 2020, 23(7): 1401-1403.] DOI: [10.3969/j.issn.1008-049X.2020.07.038](https://doi.org/10.3969/j.issn.1008-049X.2020.07.038).
- 10 李红霞,宁霄,金绍明,等. 食品中苯甲酸含量测



- 定能力验证研究[J]. 中国药师, 2022, 25(4): 742-745. [Li HX, Ning X, Jin SM, et al. Proficiency testing of benzoic acid determination in food[J]. China Pharmacist, 2022, 25(4): 742-745.] DOI: [10.19962/j.cnki.issn1008.049X2022.04.035](https://doi.org/10.19962/j.cnki.issn1008.049X2022.04.035).
- 11 王珏, 许凯, 杨洋, 等. 药用辅料二丁基羟基甲苯吸收系数测定的能力验证研究[J]. 中南药学, 2023, 21(8): 2224-2227. [Wang J, Xu K, Yang Y, et al. Proficiency test on the determination of absorption coefficient of pharmaceutical excipient dibutylhydroxytoluene[J]. Central South Pharmacy, 2023, 21(8): 2224-2227.] DOI: [10.7539/j.issn.1672-2981.2023.08.045](https://doi.org/10.7539/j.issn.1672-2981.2023.08.045).
- 12 罗娇依, 李梦怡, 李刚, 等. 保健食品中 *N*-单去甲基西布曲明和 *N,N*-双去甲基西布曲明含量检测的能力验证[J]. 中国药师, 2022, 25(5): 941-945. [Luo JY, Li MY, Li G, et al. Proficiency testing on the determination of *N*-monodemethylsibutramine and *N,N*-didemethylsibutramine in supplements[J]. China Pharmacist, 2022, 25(5):941-945.] DOI: [10.19962/j.cnki.issn1008-049x.2022.05.037](https://doi.org/10.19962/j.cnki.issn1008-049x.2022.05.037).
- 13 杨锐, 许凯, 王珏, 等. 苯甲醇含量测定能力验证研究[J]. 中国药事, 2019, 33(3): 295-301. [Yang R, Xu K, Wang J, et al. The proficiency testing for the determination of benzyl alcohol assay[J]. Chinese Pharmaceutical Affairs, 2019, 33(3): 295-301.] DOI: [10.16153/j.1002-7777.2019.03.010](https://doi.org/10.16153/j.1002-7777.2019.03.010).
- 14 李耀磊, 金红宇, 王丹丹, 等. 金银花中镉元素残留量测定能力验证研究[J]. 中国药事, 2019, 33(5): 568-574. [Li YL, Jin HY, Wang DD, et al. Study on proficiency testing of determination cadmium residues in Honeysuckle[J]. Chinese Pharmaceutical Affairs, 2019, 33(5): 568-574.] DOI: [10.16153/j.1002-7777.2019.05.011](https://doi.org/10.16153/j.1002-7777.2019.05.011).
- 15 梁雨彤, 戴临风, 郭瑞怡, 等. 高效液相色谱法在中药成分定量分析中的研究进展[J]. 化学与粘合, 2022, 44(4): 341-344. [Liang YT, Dai LF, Guo RY, et al. Research progress in quantitative analysis of traditional Chinese medicine components by high performance liquid chromatography[J]. Chemistry and Adhesion, 2022, 44(4): 341-344.] DOI: [10.3969/j.issn.1001-0017.2022.04.017](https://doi.org/10.3969/j.issn.1001-0017.2022.04.017).
- 16 柯颖, 洪小桐. HPLC 法在《中国药典》的应用与展望[J]. 中国合理用药探索, 2021, 18(4): 1-4. [Ke Y, Hong XX. Application and Prospect of HPLC in Chinese Pharmacopoeia[J]. Chinese Journal of Rational Drug Use, 2021, 18(4): 1-4.] DOI: [10.3969/j.issn.2096-3327.2021.4.001](https://doi.org/10.3969/j.issn.2096-3327.2021.4.001).
- 17 中国药典 2020 年版. 一部[S]. 2020: 259-260.
- 18 王明娟, 刘雅丹, 胡晓茹, 等. 色谱柱选择对六味安消胶囊中大黄素和大黄酚含量测定的影响[J]. 色谱, 2016, 34(11): 1077-1083. [Wang MJ, Liu YD, Hu XR, et al. Influence of column selection in assay of emodin and chrysophanol in Liuwei Anxiao capsules[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2016, 34(11): 1077-1083.] DOI: [10.3724/SP.J.1123.2016.08008](https://doi.org/10.3724/SP.J.1123.2016.08008).
- 19 李萍, 刘耀. 梔子的主要药理作用及质量标志物预测研究[J]. 中药材, 2023, 46(12): 3171-3174. DOI: [10.13863/j.issn1001-4454.2023.12.043](https://doi.org/10.13863/j.issn1001-4454.2023.12.043).
- 20 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-GL003. 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南[S]. 2018.
- 21 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-GL002. 能力验证结果的统计处理和评价指南[S]. 2018.

收稿日期: 2024 年 03 月 21 日 修回日期: 2024 年 06 月 09 日  
本文编辑: 周璐敏 洗静怡