

附件 1:

天津市中药配方颗粒质量控制与标准制定 技术要求（试行）

为满足我市中药配方颗粒的临床使用要求，规范中药配方颗粒的质量控制与标准研究，按照国家药品监督管理局《中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求》及中药配方颗粒质量控制的特点，结合我市实际，制定本技术要求。

一、基本要求

中药配方颗粒需要建立的标准主要包括作为初始原料的中药材标准、作为提取用原料的中药饮片标准、作为制剂用原料的中间体标准和作为最终产品的成品标准。

（一）具备汤剂的基本属性

中药配方颗粒的制备，除成型工艺外，其余应与传统汤剂基本一致，即以水为溶媒提取，采用物理方法固液分离、浓缩、干燥、颗粒成型等工艺生产。中药配方颗粒药效物质应与中药饮片水煎汤剂保持基本一致。

（二）符合颗粒剂通则有关要求

除另有规定外，中药配方颗粒应符合现行版《中国药典》制剂通则颗粒剂项下的有关规定。根据各品种的性质，可使用颗粒成型必要的辅料，辅料用量以最少化为原则。除另有规定外，辅料与中间体（以干燥品计）之比一般不超过 1:1。

（三）符合质量一致性原则

应按照质量一致性原则，建立从原料、生产到使用的全产业链质量控制体系，以标准汤剂为基准进行批与批之间质量一致性的合理评价，并建立生产工艺标准规程和相应控制方法。作为原料的中药材和中药饮片应符合《中国药典》、其他国家药品标准、中药饮片炮制规范的相关要求，为保证批间质量一致性及可追溯，应在工艺规程中建立投料方案，规定原料混批调配投料方法。原料、中间体、成品三者药效物质的指纹或特征图谱和含量测定的成分均应以标准汤剂为基准进行合理评价，并应有确定的量值传递相关性和转移率范围。

（四）符合品种适用性原则

中药配方颗粒是对传统中药饮片的补充，对于不适宜制成中药配方颗粒的品种，原则上不应制成中药配方颗粒。

二、研究用样品及对照物质的要求

（一）研究用样品

研究用样品应具有代表性，应覆盖品种上市拟采用药材的道地产地或主产区，每个药材产地不少于 3 批，并对样品批次数量从产地环境条件、质量水平等方面的代表性进行合理评价，至少应收集 15 批以上药材样品，依法制成饮片和标准汤剂。其中至少有 3 批应达到生产规模的量，以满足备案用样品的要求。样品保存应符合各品种项下的贮藏要求。

所有样品均应按要求留样。

(二) 对照物质

标准制定应使用国家法定部门认可的对照物质（包括对照品、对照提取物和对照药材）。若使用的对照物质是自行研制或外购的，应按照相关要求向复核单位报送相应的对照物质研究资料和销售公司相关资料。

三、原辅料要求

(一) 中药材

1.供饮片生产用中药材应符合现行版《中国药典》、其他国家标准、地方药材标准等相关标准的规定，应固定基原、采收时间、产地加工方法、药用部位等并说明选择依据。企业应结合中药材实际质量水平和资源可供应水平以及工艺控制水平制定企业内控中药材标准及关键控制指标，并提供三批检验报告书。

2. 产地、资源与生产。生产企业应当对所用原料药材进行资源评估并实行完全追溯。对栽培、养殖或野生采集的药用动植物，应准确鉴定其物种，不同种的中药材不可相互混用。提倡使用道地药材。

凡是能人工种植/养殖的，其原料药材应来源于符合GAP要求的规范化种植/养殖基地。应固定产地，落实具体生产地点、种植/养殖企业、合作社或农户，说明药材规范化栽培情况、栽培面积、年产量、采收时间（包括采收期、采

收年限)和方法、产地加工、药材供需状况及预计产品生产所需药材量,还应说明良种繁育、农药及化肥使用情况以及保证药材质量的措施和方法,并提供相应资料;剧毒、高毒农药不得用于中药材种植。

目前尚不能规模化种植/养殖的,如使用市售野生药材,应说明供需状况、预计产品生产所需药材量、是否源于濒危物种,中药配方颗粒的生产是否对资源及生态环境产生不利影响等,并提供保障药材资源可持续利用的措施。此外,还应提供药材产地、生长环境、生长年限、采收期、产地加工和保存方法及条件等方面的资料,明确包装、运输、贮藏等情况。

(二) 中药饮片

1. 供中药配方颗粒生产用饮片应符合现行版《中国药典》、其他国家药品标准、中药饮片炮制规范中饮片相关要求及炮制通则的规定,企业应结合中药材实际质量水平和工艺控制水平制定企业内控标准及关键控制指标,并提供三批检验报告书。

2. 应明确中药饮片炮制方法及条件,明确关键生产设备、规模、收率及包装、贮藏条件等,说明相应的生产过程质量控制方法。

(三) 提取用溶媒

中药饮片提取用溶媒为制药用水,不得使用酸碱和有机

溶媒。

（四）药用辅料

供中药配方颗粒生产用辅料应符合药用要求，并提供与批准相关的证明性文件、来源、质量标准、检验报告书及选用依据。

（五）直接接触药品的包装材料和容器

直接接触药品的包装材料或容器应符合有关法规要求，并提供与批准相关的证明性文件、来源、质量标准、检验报告书及选用依据，必要时应进行相容性研究。

四、标准汤剂要求

标准汤剂系遵循中医药理论，按照临床汤剂煎煮方法规范化煎煮，固液分离，经适当浓缩制得或经适宜方法干燥制得，作为衡量中药配方颗粒是否与临床汤剂基本一致的标准参照物。标准汤剂系由不少于 15 批原料分别制得，计算相关均值，并规定其变异可接受的范围。中药配方颗粒的所有药学研究均须与标准汤剂进行对比，以保证与标准汤剂质量的一致性。制备标准汤剂的原料应符合上述“研究用样品”的要求，经炮制加工制得。

（一）制备标准汤剂用原料

供研究和制备标准汤剂的原料包括中药材及其饮片，除应符合上述“研究用样品”和“原辅料要求”外，其饮片规格应与《中国药典》一致。

（二）标准汤剂的制备

标准汤剂的制备包括煎煮、固液分离、浓缩和干燥等步骤，应固定方法、设备、工艺参数和操作规程。

1. 煎煮

在充分研究古今文献的基础上，考虑中药药性、药用部位、质地等因素，并参照卫生部、国家中医药管理局《医疗机构中药煎药室管理规范》（国中医药发〔2009〕3号），给出以下前处理方法、煎煮次数、加水量、煎煮时间等相关参数的参考值。煎煮用设备不做统一规定（但不得使用连续回流提取设备），但实验报告和申报资料中必须注明。建议每煎使用饮片量一般为 100-200 克，花、叶类等饮片可酌减。

（1）前处理：待煎饮片除应符合临床汤剂的规格外，还应视饮片质地按中药调剂“逢壳必捣，逢籽必破”等传统经验对饮片进行必要的处理。

（2）浸泡：待煎饮片应当先行浸泡，浸泡时间应根据饮片的质地确定，一般不少于 30 分钟。

（3）煎煮次数：每剂药一般煎煮两次。

（4）加水量：由于中药饮片的质地和吸水率相差较大，应根据不同的饮片确定加水量。加水量一般以浸过药面 2-5 厘米为宜，花、草类饮片或煎煮时间较长的饮片应当酌量加水。

第一煎：根及根茎类中药材一般加入饮片量 9 倍的水，

果实种子类中药材一般加入饮片量 8 倍的水，茎干枝皮类中药材一般加入饮片量 10 倍的水，花叶全草类中药材一般加入饮片量 12 倍的水。

第二煎：根及根茎类中药材一般加入饮片量 7 倍的水，果实种子类中药材一般加入饮片量 6 倍的水，茎干枝皮类中药材一般加入饮片量 8 倍的水，花叶全草类中药材一般加入饮片量 10 倍的水。

（5）煎煮时间：煎煮时间应当根据药性及功能主治确定。一般煮沸后再煎煮 30 分钟；解表类、清热类、芳香类药物不宜久煎，煮沸后再煎煮 20 分钟为宜；滋补类药物先用武火煮沸后 改用文火慢煎约 60 分钟。第二煎时间可适当缩短。

中药材药性、功效、质地及吸水性差异较大，当上述参数无法满足《医疗机构中药煎药室管理规范》中溶剂用量“浸过药面 2-5cm”、煎煮时间等的要求时，应酌情加减，并提供数据。

2. 固液分离

（1）分离：应趁热进行固液分离，滤材目数应在 100 目以上，要固定方法、设备、耗材和条件。

（2）冷却：冷却滤液，以抑制成分的热分解。

（3）混合：将两煎药液混合，备用。

3. 浓缩和干燥

上述煎煮混合液，一般经浓缩制成规定量的浸膏或经适宜的干燥方法制成干燥品。

（1）浓缩：可采用减压浓缩方法进行低温浓缩，温度不超过 50℃。

（2）干燥：标准汤剂的干燥应保证其质量的稳定和易于溶解及免加辅料。

（三）标准汤剂的应用

标准汤剂作为衡量中药配方颗粒的标准参照物，用以下 3 个参数来表征。

1. 出膏率：计算浸膏得率及标准偏差（SD）。均值加减 3 倍 SD（或均值的 70% - 130%）为出膏率的允许范围。

2. 有效（或指标）成分的含量测定及转移率：制定有效（或指标）成分的含量测定方法，测得各批次标准汤剂中有效（或指标）成分的含量，计算转移率和标准偏差（SD）。转移率可接受的范围为均值加减 3 倍 SD（或均值的 70% - 130%），根据含量测定得到的有效（或指标）成分的含量，确定含量限度及范围。

对于中药饮片标准中规定有挥发油含量测定项目的以及中药临床处方规定“后下”的含挥发油成分的中药饮片，其煎煮液应采用适宜的挥发油含量测定方法测定煎煮液中挥发油含量。

3. 指纹图谱或特征图谱：建议采用 HPLC 或 GC 法，比

较各批次标准汤剂指纹图谱的相似度，确定终产品指纹图谱相似度的可接受范围；或比较主要成分色谱峰的个数，规定其相对保留时间及峰面积的比例。用相似度评价软件生成标准汤剂对照指纹或特征图谱，并标注其样品浓度。（每毫升相当于多少克饮片）。

所有药学研究，包括工艺参数确定、质控方法和指标选择、限度制定，均应与标准汤剂进行对比研究。当对照特征图谱相对保留时间难以满足要求时，可用对照药材、对照提取物或多个对照品为随行对照，规定应与随行对照的保留时间一致。

六、生产工艺要求

（一）生产工艺研究

1.工艺合理的评价指标

中药配方颗粒生产工艺研究应以标准汤剂为对照，以出膏率、指纹图谱或特征图谱、主要成分含量的一致性为考察指标，对原料、中间体及成品制备过程中的量值传递和物料平衡进行全面研究，确定各项工艺参数。工艺研究的最终目的是为了保证制成品中药配方颗粒与标准汤剂的质量一致性。

2.提取

参照标准汤剂制备工艺放大至生产规模。为了保证提取效率及质量一致性，应对影响质量的主要工艺参数进行研究

与评价。明确提取用饮片切制（破碎）规格、提取方法、提取温度、加水量、提取次数等主要参数。

对于中医临床属于解表类、清热类、芳香类含挥发油的中药材，大生产时可先行提取挥发油，然后按相同品种标准汤剂中挥发油含量成比例重新加入。

3.固液分离

对所选用固液分离方法、设备参数进行考察，确定技术参数。

4.浓缩

对所选用浓缩方法、温度、真空度等进行考察，明确对考察指标的影响，确定技术参数。

5.干燥

对所选用干燥方法、设备及其工艺参数进行考察，明确对考察指标的影响，确定技术参数。若干燥过程中使用了辅料，应明确辅料的种类、用途和用量。

6.成型

应进行制剂处方和成型工艺研究，包括辅料的种类和用量、制粒方法、干燥方法、设备及其技术参数、成品得率、包装材料等，明确辅料的种类、用量和各项工艺参数以及包装材料。

制剂处方可适当加入辅料进行调整，以保证建立统一固定的颗粒与饮片折算关系，方便临床调剂。并考虑辅料使

用量最少化，除另有规定外，辅料与中间体（以干燥品计）之比一般不超过 1:1。

7. 生产工艺的确立

根据提取、固液分离、浓缩、干燥和成型工艺研究结果，建立中药配方颗粒生产工艺，明确各项工艺参数，制定放大生产方案。

（二）生产试验与过程控制

根据放大生产方案，利用企业的生产设备进行 3 批以上中药配方颗粒生产试验，根据生产规模试验或验证批次数据，结合研发试验批次数据综合评价，确定各项生产工艺参数，明确生产过程质控点及控制方法，建立生产工艺规程。

（三）中间体要求

在制备中药配方颗粒过程中，符合要求的中药材制成中药饮片后，根据中药配方颗粒生产工艺要求，应在工艺规程中建立投料方案。可制定混批调配等处理方法，以解决原料质量波动问题；然后按照规定的工艺，经提取、分离、浓缩后得到中间体，并制定适宜的生产工艺规程。

应制定中间体标准，并须与标准汤剂进行对比。以表征标准汤剂的参数作为商业规模中间体的各项指标理论值，通过生产放大后，确定生产的实际工艺参数，制定中间体出膏率、含量上下限范围、特征图谱或指纹图谱。

（四）量质传递要求

通过中药材质量考察、中药饮片炮制、标准汤剂、制备工艺等项研究，明确关键质量属性。以出膏率、含量及含量转移率、特征图谱或指纹图谱、浸出物等的值为表征，详细说明生产全过程的量质传递情况，设定可接受的变异范围及理由，从原料到中间体到成品生产全过程的量质传递应具相关性、可行性和合理性。

（五）清洁工艺

应按照《药品生产质量管理规范》（GMP）要求进行清洁。同品种连续批次投料生产，生产期间应进行必要的清洗以保证工艺可稳定运行，使用完毕后应进行清洁至目视无残留。

若更换品种生产，特别是生产含有毒性成分的中药配方颗粒后，更换品种生产前应进行清洁至目视无残留，确保在下一品种提取物中不得检出前一品种的成份，并对其适用性进行评价或优化研究。

七、标准制定的要求

为了有效控制中药配方颗粒生产各环节的质量，应分别建立中药材、中药饮片、中间体（浸膏或干膏粉）和成品的标准，实现全过程质量控制。标准研究应符合《中国药典》中“中药质量标准研究制定技术要求”的有关规定。

根据中药配方颗粒的特点，加强专属性鉴别和多成分、整体质量控制。应建立与药效相关的活性成份或指标成份的

含量测定项，并采用指纹图谱或特征图谱等方法进行整体质量评价，必要时可建立生物活性评价方法。

标准研究中，应进行原料、中间体、成品与“标准汤剂”的比对研究，以说明生产全过程量值传递和各项指标设定的合理性。中药材、中药饮片的标准应参照《国家药品标准工作手册》中相关技术要求制定。对于来源复杂的原料药材，必要时采用 DNA 分子鉴别技术进行物种真伪鉴别。中间体标准参照中药配方颗粒的标准制定。

生产用中药材和中药饮片的质量标准，当原标准发布机构对质量标准进行更新后，配方颗粒的生产单位应及时按照更新后的标准开展研究。除上述情形，变更生产用中药材和中药饮片质量标准的，应按新的中药配方颗粒品种重新开展研究。

中药配方颗粒的质量标准内容主要包括：名称、来源、制法、性状、鉴别、检查、浸出物、指纹图谱或特征图谱、含量测定、规格、贮藏等。应提供相应的质量标准与起草说明。标准正文应按《中国药典》中“中药质量标准正文各论编写细则”的要求编写；标准起草说明应按《中国药典》中“中药质量标准起草说明编写细则”的要求编写。

（一）名称

包括中文名和汉语拼音。命名以饮片名加“配方颗粒”构成，饮片名称按照药典命名。对于不同基原品种、或临床习

用需区分特定产地的品种，在 XXX 配方颗粒名称后加括号标注其植物的中文名，如“黄芪（蒙古黄芪）配方颗粒”“黄芪（膜荚黄芪）配方颗粒”“党参（潞党参）配方颗粒”。

（二）来源

本品为 XXX 经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的中药配方颗粒。来源如为多基原药材，应明确中药材基原，不同基原的药材不可相互混用。

（三）制法

根据“生产工艺要求”项下记载的制备工艺进行简要描述，包括投料量、制备过程、主要参数、出膏率范围、辅料及其用量范围、制成量等。

（四）性状

包括颜色、形态、气味等特征。

（五）鉴别

根据中药配方颗粒各品种及其原料的性质可采用理化鉴别、色谱鉴别等方法，建立的方法应符合重现性、专属性和耐用性的验证要求。

理化鉴别应根据所含成分的化学性质选择适宜的专属性方法。对于不易达到专属性要求的一般理化鉴别、荧光鉴别及光谱鉴别，一般不宜采用。色谱鉴别，包括薄层色谱法、高效液相色谱法、气相色谱法，具有直观、承载信息大、专属性强、快速、经济、操作简便等优点，可作为中药配方颗

粒鉴别的主要方法。

(六) 检查

中药配方颗粒应符合现行版《中国药典》制剂通则颗粒剂项下的有关规定，另应根据原料中可能存在的有毒有害物质、生产过程中可能造成的污染、剂型要求、贮藏条件等建立检查项目。检查项目应能真实反映中药配方颗粒质量，并保证安全与有效。所有中药配方颗粒都应进行有毒有害物质的检查研究。以栽培中药材为原料生产的中药配方颗粒，农药残留检查可根据可能使用农药的种类进行研究；以易于霉变的中药材如种子类、果实类中药材等为原料生产的中药配方颗粒，应进行真菌毒素的检查研究。根据研究结果制订合理限度，列入标准正文。

(七) 浸出物

应根据该品种所含主要成分类别，选择适宜的溶剂进行测定，根据测定结果制定合理限度。由于中药配方颗粒均以水为溶剂进行提取，同时其辅料多为水溶性辅料，因此，浸出物检查所用的溶剂一般选择乙醇等为宜。

(八) 特征图谱/指纹图谱

由于中药配方颗粒已经不具备饮片性状鉴别的特征，应建立以对照药材、对照提取物或多个对照品为随行对照的特征图谱或指纹图谱。特征图谱可采用色谱峰保留时间、峰面积比值等进行结果评价。指纹图谱可采用中药指纹图谱相似

度评价系统对供试品图谱的整体信息（包括其色谱峰的峰数、峰位、峰与峰之间的比例等）进行分析，得到相似度值进行结果评价。主要成分在特征或指纹图谱中应尽可能得到指认。

应重点考察主要工艺过程中图谱的变化；在对中药材产地、采收期、基原调查基础上建立作为初始原料的药材特征或指纹图谱。中药材、中药饮片、中间体、中药配方颗粒特征或指纹图谱应具相关性，并具有明确的量值传递规律。

中药配方颗粒特征图谱/指纹图谱的测定一般采用色谱法，如采用高效液相色谱法，根据中药配方颗粒品种多批次多检验量大的特点，亦可考虑采用超高效液相色谱法。

（九）含量测定

应选择与功能主治及活性相关的专属性成分作为含量测定的指标，并尽可能建立多成分含量测定方法。应选择样品中原型成分作为测定指标，避免选择水解、降解等产物或无专属性的指标成分及微量成分作为指标，对于被测成分含量低于 0.01%者，可增加有效组分的含量测定，如总黄酮、总生物碱、总皂苷等。

中药配方颗粒含量测定应选择具有专属性的方法，否则应采用其他方法进行补充，以达到整体的专属性。选用的分析方法必须按照现行版《中国药典》“分析方法验证指导原则”的要求进行验证。应根据实验数据制定限度范围，一般规定上下限，以“本品每 1g 含 XXX 应为 XXXmg—XXXmg”表示。

由于中药配方颗粒的品种多、批次多、检验数据量大，在选择测定方法时，可优先考虑采用超高效液相色谱方法。高效液相色谱方法与超高效液相色谱方法转换应进行必要的方法学验证，包括分离度、峰纯度和重现性。如果转换前后待测成分色谱峰顺序及个数不一致、检测结果明显不一致，或涉及不合格情况，应放弃方法转换。

（十）规格

根据制法项下投料量和制成总量计算规格，以每 1g 配方颗粒相当于 XXX 克饮片来表示，如规格不是整数，一般保留不多于两位的小数。

八、稳定性试验要求

中药配方颗粒的稳定性试验应按照现行版《中国药典》四部“原料药物与制剂稳定性试验指导原则”进行研究。长期稳定性试验一般考察 12-18 个月，可根据实际情况适当延长，根据考察结果确定中药配方颗粒的有效期（不列入标准）。申报国家药典委员会统一标准时可提供 6 个月的室温稳定性试验数据。

九、标准复核技术要求

为保证中药配方颗粒标准中检测方法的科学性、准确性、重复性和可行性，规范标准复核的试验工作，中药配方颗粒标准复核为验证性检验复核，具体要求如下：

（一）实验室条件的要求

1.从事中药配方颗粒标准复核检验的实验室，应为省级药品检验机构（含副省级）。

2.具有完善的中药检验仪器设备和必要的设施，符合药品检验的质量保证体系和技术要求。

3.曾经承担过药品标准复核等相关工作。

（二）标准复核人员要求

1.承担标准复核的检验机构应指定标准复核负责人专门负责复核工作，应对复核实验过程进行监督，及时处理和解决实验中出现的問題，并对实验结果进行审查和负责。标准复核负责人应具有高级技术职称（或相应技术水平），具有较丰富的药品标准研究和起草经验，能指导标准复核承担人员进行实验复核。

2.标准复核承担人员应具有中级及以上技术职称（或具备相应技术水平），具有一定的药品标准起草、复核经验。

（三）复核资料、样品、对照物质要求

1.实验复核负责人和承担人员应首先审阅起草单位提供的技术资料（申请复核公文、中药配方颗粒标准草案、起草说明、复核用样品检验报告书、复核用样品、复核用对照物质等），确认上述资料完整并基本符合起草技术要求后，安排实验复核工作。否则，应向起草单位提出补充资料或退回的要求。

2.复核用样品，应为商业规模生产的 3 个批号样品，样

品量应为一次检验用量的 3 倍。

3.复核用对照物质，由起草单位提供给复核单位，如为新增对照物质，应提供新增对照物质相应的技术资料。

（四）复核试验技术要求

承担复核任务的实验室应按照下述要求对起草单位寄送的样品及资料进行复核检验。

1.性状

考察标准草案中描述的性状是否与样品符合。性状中的颜色描述是否规定了一定的幅度范围。气、味规定是否合适。

2.鉴别

考察设立的鉴别项目是否具有专属性和良好的重现性。薄层色谱鉴别，应考察供试品取样量、制备方法是否合理，对照药材用量、制备方法是否合理；对照品配制溶剂、浓度是否适宜；固定相、展开剂、点样量、显色条件和检视方法是否适宜；色谱分离是否良好，斑点是否清晰，供试品和对照物质的色谱特征是否一致，应对方法的专属性（采用阴性对照进行验证）、耐用性进行复核，确定其方法是否符合要求。

3.检查

有特殊限量规定和通则外检查项目的按标准草案方法进行试验，考察可行性和限度的合理性，必要时进行方法学验证。其余按现行版《中国药典》四部通则规定的方法实验

复核，复核结果应在限度范围内。微生物限度方法按要求进行确认。

4.浸出物

按现行版《中国药典》四部通则规定的方法实验复核，限度值是否合理。复核测定两份结果的相对平均偏差不得大于2%。与起草单位数据的相对平均偏差一般不得大于10%。

5.特征图谱

应考察色谱条件是否合适，色谱峰分离是否良好，相对保留时间是否稳定（或与随行对照的匹配性是否良好），重现性是否良好，应对方法的专属性（采用阴性对照进行验证）、重复性、精密度、稳定性等进行方法学验证，确定其方法是否符合要求。要求特征峰不得少于5个，确认结构的特征峰不少于60%，相对保留时间一般不得超过 $\pm 10\%$ ，与对照药材参照物、对照品参照物的相对应的特征峰保留时间偏差在 $\pm 3\%$ 以内。

6.含量测定

应对含量测定方法的专属性、重复性、精密度、稳定性、标准曲线、准确度、耐用性等进行方法学验证。复核测定平行两份结果的相对平均偏差不得大于3%（薄层色谱扫描法等误差相对较大的方法可适当放宽至5%）。与起草单位数据的相对平均偏差不得大于10%。

（1）高效液相色谱法

考察供试品取样量、提取和纯化方法等是否适宜；对照品用量、浓度、溶剂等是否适宜；色谱柱类型、流动相（组成和比例）、洗脱梯度、检测波长（或其他检测器参数）是否合理；色谱分离效果是否良好；理论板数和分离度等规定的数值是否可行；被测成份峰是否被干扰；供试品中的被测成份测定量是否在线性范围内；含量限度是否合理。

（2）气相色谱法

考察供试品取样量、提取和纯化方法等是否适宜；对照品用量、浓度、溶剂等是否适宜；固定液种类、程序升温梯度、柱温、检测器温度、进样口温度等参数设置是否合理；色谱分离效果是否良好；理论板数和分离度等规定的数值是否可行；被测成份峰是否被干扰；供试品中的被测成份测定量是否在线性范围内；含量限度是否合理。

（3）紫外-可见分光光度法

采用对照品比较法时，应考察供试品取样量、提取和纯化方法、稀释倍数是否适宜；测定用溶剂、对照品浓度、测定波长、吸光度值（应在 0.3—0.7 之间）等是否合理；含量限度是否合理。

采用比色法测定时，考察供试品取样量、提取和纯化方法、稀释倍数、显色剂的用量等是否适宜；显色条件如温度、时间等是否合理；供试品溶液中被测成份测定量是否在标准曲线测定范围；重现性是否良好；含量限度是否合理。

(五) 复核资料要求

1. 复核单位应提供如下资料

- (1) 复核结果（意见）回复公文
- (2) 三批复核检验报告
- (3) 复核总结报告

复核总结报告应当对复核过程和结果进行总结。内容包括对起草单位提供的技术资料的审核情况、实验复核工作过程（包括数据、彩色照片、图谱等）及结果（包括与起草单位数据比对结果等），并根据复核结果，对标准草案中各项内容提出复核意见及复核结论等。特别是根据复核结果对起草标准作出的修改，应在总结报告中详尽说明。

2. 起草单位应根据复核意见作出相应的说明。