

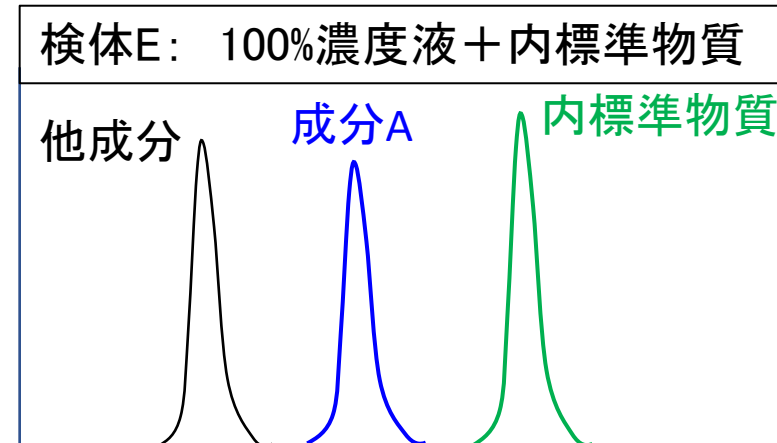
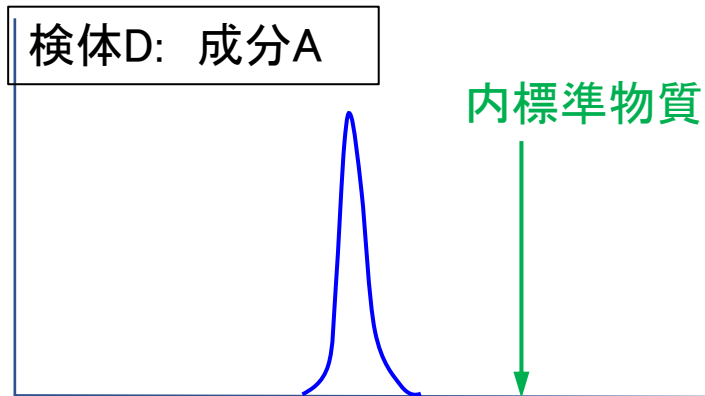
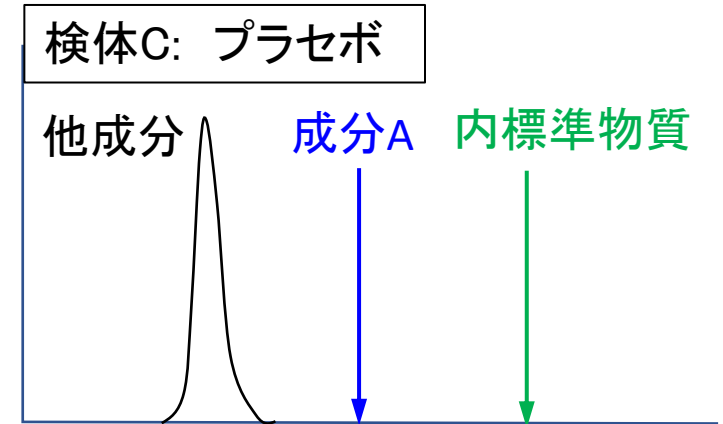
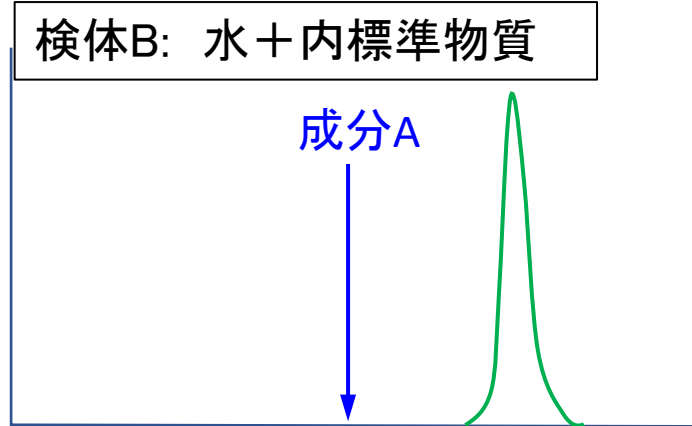
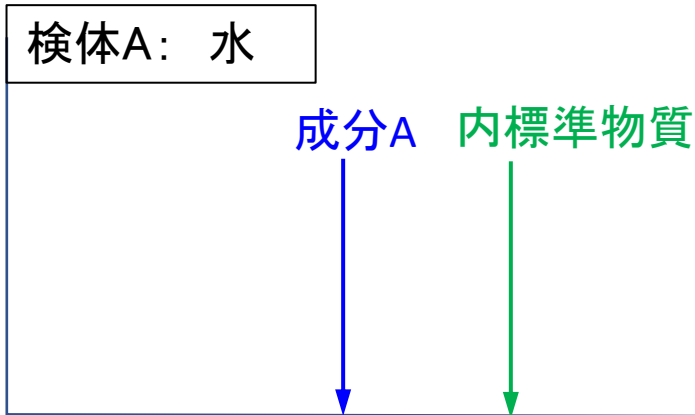
# 分析バリデーション 評価項目例

溶液中に溶解している  
物質濃度を分析する  
分析法Aから分析法Bに  
変更する際に行う  
分析バリデーション事例

項目	実施方法	評価方法	評価水準
直進性	最小二乗法 横軸: 含量5点 縦軸: ピーク面積比	相関係数	0.99以上
		検量線の式 y切片の絶対値	100%溶液のレスポンス値の4%以下
真度	添加回収実験 3濃度 3回繰返し	個々の回収率	97~103%
		真度の信頼区間	0が真度の信頼区間に含まれる
併行精度	3濃度3回繰返し 1濃度2回繰返し6日間	相対標準偏差	2.0%以下
		相対標準偏差	2.0%以下
室内再現性	1濃度2回繰返し6日間 [変動要因] 試験日(6日) 試験者(2名) 試験装置(2装置) 試薬(2ロット)	相対標準偏差 一元配置分散分析	2.0%以下
特異性	検体A: 水 検体B: 水+内標準物質 検体C: プラセボ 検体D: 当該物質 検体E: 100%濃度液+内標準物質  1回	クロマトグラムの比較	分析対象物(当該物質)を確認でき、 妨害ピークと重ならない
システム適合性 性能	1濃度(100%)	分離度	2.0以上
再現性	6回繰返し	相対標準偏差	1.0%以下
範囲	直線性、真度及び精度の 試験結果より評価する	直線性: 相関係数	80~120%の範囲内で評価水準適合 r=0.99以上
		真度 : 回収率	97~103%
		併行精度: 相対標準偏差	2.0%以下
変更前後の 試験法の比較	製品3ロット 3回繰返し 変動要因 ロット 試験方法	二元配置分散分析による 有意差検定	有意水準(0.05)
		ロット間の分散比FA	FA=3.89以下
		試験間の分散比FB	FB=4.75以下

# 特異性

項目	実施方法	評価方法	評価水準
特異性	検体A: 水 検体B: 水+内標準物質 検体C: プラセボ 検体D: 当該物質 検体E: 100%濃度液+内標準物質 1回ずつ	クロマトグラムの比較	分析対象物(当該物質)を確認でき、 妨害ピークと重ならない



# システム適合性

項目		実施方法	評価方法	評価水準
システム適合性	性能	1濃度(100%)	分離度	2.0以上
	再現性	6回繰返し	相対標準偏差	1.0%以下

ピーク面積比

繰返し	室内再現条件																	
	1			2			3			4			5			6		
	成分Aピーク面積	内標準成分ピーク面積	ピーク面積比	成分Aピーク面積	内標準成分ピーク面積	ピーク面積比	成分Aピーク面積	内標準成分ピーク面積	ピーク面積比	成分Aピーク面積	内標準成分ピーク面積	ピーク面積比	成分Aピーク面積	内標準成分ピーク面積	ピーク面積比	成分Aピーク面積	内標準成分ピーク面積	ピーク面積比
1	953568	1111439	0.8580	1017769	1167293	0.8719	958075	1108072	0.8646	1022735	1169020	0.8749	950451	1103345	0.8614	1017545	1162471	0.8753
2	964813	1118620	0.8625	1017289	1166979	0.8717	956716	1106895	0.8643	1021638	1168671	0.8742	953009	1106815	0.8610	1016759	1165702	0.8722
3	964734	1117375	0.8634	1018734	1167789	0.8724	957811	1107447	0.8649	1020598	1171336	0.8713	955113	1108234	0.8618	1016917	1164881	0.8730
4	966234	1117979	0.8643	1018701	1167576	0.8725	956271	1104440	0.8658	1021763	1171369	0.8723	950607	1104278	0.8608	1017816	1167245	0.8720
5	966549	1116625	0.8656	1018284	1168406	0.8715	958459	1105230	0.8672	1021523	1170837	0.8725	952606	1101211	0.8651	1016573	1166076	0.8718
6	968217	1119980	0.8645	1019454	1167851	0.8729	957030	1104548	0.8664	1021332	1171086	0.8721	958730	1110949	0.8630	1016369	1166129	0.8716
平均			0.8630			0.8722			0.8656			0.8729			0.8622			0.8726
標準偏差			0.0027			0.0005			0.0011			0.0014			0.0016			0.0014
相対標準偏差(%)			0.31			0.06			0.13			0.16			0.18			0.16

≦ 1.0%



適合

分離度

繰返し	室内再現条件					
	1	2	3	4	5	6
1	3.0	3.2	2.7	3.3	2.8	3.2
2	3.0	3.2	2.7	3.3	2.8	3.2
3	3.0	3.2	2.7	3.3	2.8	3.2
4	3.0	3.2	2.7	3.3	2.8	3.2
5	3.0	3.2	2.7	3.2	2.8	3.2
6	3.0	3.2	2.7	3.2	2.8	3.2

分離度2.0以上 → 適合

# 範囲

項目	実施方法	評価方法	評価水準	結果	判定
範囲	直線性、真度及び精度の試験結果より評価する	直線性：相関係数	$r=0.99$ 以上	相関係数：1.000 (80, 90, 100, 110及び120%)	適合
		真度：回収率	97～103%	80%の回収率：100.0 100%の回収率：99.7 120%の回収率：100.1 真度の信頼区間 $-0.3563 \leq \delta \leq 0.1563$	適合
		併行精度：相対標準偏差	2.0%以下	併行精度：0.20 信頼区間 $0.1381 \leq \delta \leq 0.3831$	適合



表示量80%～120%の範囲内で定量可能である

# 変更前後

項目	実施方法	評価方法	評価水準	結果	判定
変更前後の試験法の比較	製品3ロット 3回繰返し 変動要因 ロット 試験方法	二元配置分散分析による 有意差検定 ロット間の分散比FA 試験間の分散比FB	有意水準(0.05) FA=3.89以下 FB=4.75以下	有意水準(0.05) FA=0.02以下 FB=0.13以下	適合

	変更前の試験方法	変更後の試験方法
050621AF1	99.2	99.3
	99.7	99.3
	99.2	99.3
050621AF2	99.2	99.3
	99.2	99.3
	99.7	99.4
050622AF1	99.7	99.4
	99.2	99.3
	99.2	99.4



## 二元配置分散分析

分散分析表

変動要因	平方和	自由度	不偏分散	分散比	P-値	F 境界値
要因A	0.0021	2	0.0010	0.024	0.977	3.89
要因B	0.0055	1	0.0055	0.126	0.729	4.75
要因A × B	0.0021	2	0.0010	0.024	0.977	3.89
誤差e	0.5253	12	0.0438			
合計	0.5350	17				

概要	変更前の試験方法	変更後の試験方法	合計
050621AF1			
標本数	3	3	6
合計	298.1	297.9	596.0
平均	99.37	99.30	99.33
分散	0.0833	0.0011	0.0350
050621AF2			
標本数	3	3	6
合計	298.1	298.0	596.1
平均	99.37	99.34	99.35
分散	0.0833	0.0053	0.0357
050622AF1			
標本数	3	3	6
合計	298.1	298.1	596.2
平均	99.37	99.35	99.36
分散	0.0833	0.0062	0.0359
合計			
標本数	9	9	
合計	894.3	894.0	
平均	99.37	99.33	
分散	0.0625	0.0037	

有意差があるとは言えない