

UV 530 紫外-可见分光光度计验证方案

Qualification Protocol for UV/VIS Spectrophotometer

**** UV 530

F/QC/EQP-010-01

本文件须经过 **XXXX** 药业股份有限公司授权方能复印！

This document cannot be duplicated without a **XXXX Pharm.Co.Ltd. Authorization**

REVIEW AND APPROVAL PAGE OF VALIDATION PROTOCOL

REVIEW AND APPROVAL OF VALIDATION PROTOCOL			
Prepared by 起草人	Title 职务	Sig nature 签名	Date 日期
Reviewed by 审核人	Title 职务	Sig nature 签名	Date 日期
Approved by 批准人	Title 职务	Sig nature 签名	Date 日期

REVIEW AND APPROVAL PAGE OF VALIDATION PROTOCOL

--	--	--	--

目 录

TABLE OF CONTENTS

1. 验证目的 (Purpose)	5. .
2. 引用标准 (Reference Documentation)	. 5. .
3. 系统描述 (System Description)	. 5.
4. 职责 (Responsibilities)	. 6. .
4. 1 检查者 (Operator)	. 6. .
4. 2 审核者 (Reviewer)	. 6. .
4. 3 负责人 (Manager)	. 6.
5. 验证的管理 (Qualification Management)	. 7.
5. 1 人员 (Personnel)	. 7.
5. 2 记录和数据 (Data Assembly)	. 7.
5. 3 文件要求 (Documentation Requirements)	. 7. .
5. 4 偏差处理 (Deviations)	7. .
5. 5 再验证 (Requalification)	. 7. .
6. 验证检查和测试 (Qualification & Tests)	. 8.
6. 1 安装确认 (Installation Qualification, IQ)	. 8.
6. 1. 1 仪器的组成信息 (Composition of the Equipment)	8. .
6. 1. 2 紫外 -可见分光光度计的性能描述 (Description of the Specifications of the Equipment)	
.....	
8	
.....	

6. 1. 3售后服务(Service)	8
6. 1. 4文件的确认和保管(Documents Verification & Storage)	8
6. 1. 5安装环境确认(Verification of Installation Environment)	9
6. 1. 6设备信息(Equipment Information)	9
6. 1. 8安装确认的结果及结论(Result & Conclusion of installation Qualification)	10
6. 2 运行确认(Operation Qualification, OQ)	11
6. 2. 1测试项目和认可标准(Test items and Acceptance Criteria)	11
6. 2. 2备件与材料(Materials & Reagents)	11

6.2.3 软件系统安全性确认 (Verification of the Safety of Software)	. 1. . 1.
6.2.4 波长准确度 (Wavelength accuracy)	1. .
6.2.5 吸收度准确度 (Absorption accuracy)	1. .
	2. .
6.2.6 杂散光检查 (Stray Light)	1. .
	2. .
6.2.7 吸收度线性 (Absorption Linearity)	. 1. .
	2. .
6.2.8 吸收池配对试验 (Absorption cell match)	. 1. .
	3. .
6.2.9 运行确认的结果及结论 (Result & Conclusion of Operation Qualification)	. 1. .
	3. .
6.3 性能确认 (Performance Qualification, PQ)	. 1. .
	4. .
6.3.1 目的	1. .
	4. .
6.3.2 图谱扫描	. 1. .
	4. .
6.3.3 吸收度测定和绘制标准曲线	1. .
	4. .
6.3.4 评价标准	. 1. .
	4. .
6.3.5 性能确认的结果及结论 (Result & Conclusion of Performance Qualification)	. 1. .
	4. .
7. 验证执行的评价和概要 (Qualification Executive Summary)	1. .
	5. .
附件 A - Q	1. .
	6. .

1. 验证目的（ Purpose ）

日本 JASCO Corporation V-530 型双光束紫外 -可见分光光度计主要用于样品的定量分析如含量测定和 定性分析如紫外吸收图谱的扫描等分析测试。

按照 GMP 的要求，需要对该仪器进行安装确认（ IQ ）、运行确认（ OQ ）和性能确认（ PQ ），以确定该仪器的备件、资料文件化工作是否完整，实验室环境能否满足该仪器的正常操作和使用，仪器的性能是否 满足验证可接受标准和我们日常分析检验工作的需要。

2. 引用标准（ Reference Documentation ）

2.1 中华人民共和国国家计量检定规程：单光束紫外 -可见分光光度计 JJG375-1996
双光束紫外可见分光光度计 JJG 682-1990

22 UV 内部校验规程： XXXX /curr. ed.

2.3 UV 530 紫外分光光度计使用和维护规程： XXXX /curr. ed

3. 系统描述（ System Description ）

日本 JASCO Corporation V-530 型双光束紫外 -可见分光光度计，是根据质量控制的目的和要求，在充分调研的基础上，公司于 2006 年 8 月购置的精密分析仪器，其生产厂家为 JASCO 日本分光株式会社。该仪器属于光栅型的紫外 -可见分光光度计，由光栅型紫外光度计主机、数据处理工作站组成。应用软件为 V Series English Version 紫外软件，版本号 Revision 19 。经评价，仪器的配置和性能满足实验室质量检测和 控制的要求。

记录仪器的安装信息，如型号、生产厂家、系列号、所在部门、安装地点填入 附件 E 的 Table 3-1 。

4. 职责(Responsibilities)

4.1 检查者(Operator)

4.1.1 检查者是独立完成仪器检查和评价工作的人。检查者是经过相关的验证培训，具有完成设备确认工作所必须的经验
和技能，并且由部门负责人指定的技术人员。

4.1.2 检查者要按照草案的条款完成全部的检查工作。确认验证符合 GLP/GMP 的相关要求。

4.2 审核者(Reviewer)

4.2.1 审核者是由部门负责人指定的负责监督设备确认过程、审核验证方案和报告、确认验证的效果、审核数据的人员。
审核者可由部门负责人兼任。

4.2.2 审核者首先检查本文档的条款，签名并注明日期。在每项工作完成后，检查完成情况。

4.3 负责人(Manager)

4.3.1 负责人管理整个设备确认的过程，并审核批准验证方案和报告。

4.3.2 负责人首先检查本文档的条款，签名并注明日期。

5. 验证的管理(Qualification Management)

5.1 人员(Personnel)

5.2.1 将参与方案起草、审核、批准和执行该方案的验证团队人员的姓名、职务记录在 附件 E 的 Table 5.1 。对他们的资格进行确认。

5.2.2 培训：由部门负责人组织对参加验证的人员进行全面性的培训，并记录。检查人经过系统的 IQ/OQ/PQ 培训后，可以在验证过程中进行操作及记录工作。

5.2 记录和数据(Data Assembly)

该方案中必须包括来自确认和测试中的原始数据，以及其它系统相关的文件。在验证执行中产生的原始数据，包括收集的附加数据单，计算机建立和打印的数据、系统产生的数据、扫描图谱等，必须作为报告的附件。这些附加的数据单必须附加编号、日期和执行者的签名。

5.3 文件要求(Documentation Requirements) 书写或打印应清晰。

所有的工作只使用不退色的笔记录。修改时要求在错处划单线，签名、日期和必要时的说明。该方案相关的数据单，用于填写数据前必须由验证团队确定。所有的数据单必须用不褪色的笔手写。

5.4 偏差处理(Deviations) 一旦验证的可接受标准不能满足，一个偏差调查表应记录，立即传递给 QA 部门，以作正确的处理。QA 经理将对偏差进行认定，根据具体情况决定是否继续进行确认活动。任何时候，在验证结束时，每个偏差的都应给出明确的结论，所有的可接受标准是否满足要求。

5.5 再验证(Re-qualification)

初次验证后，每年定期进行校验，每次测定时填写仪器使用记录以监控仪器的状态。通过对校验结果和仪器使用情况进行评估，如没有发现明显偏移或变差的趋势，不需要定期的再验证。如果该仪器经过大修或长途的运输，则需要按照本方案的要求进行相关部分的再验证。

(Qualification & Tests)

6. 1 安装确认 (Installation Qualification, IQ)

6. 1. 1 仪器的组成信息(Composition of the Equipment)

将紫外 -可见分光光度计的主要组成以及它们的型号、系列号填入 附件 F 的 Table 6.1.1 。

6. 1. 2 紫外 -可见分光光度计的性能描述 (Description of the Specifications of the Equipment)

在附件 F Table 6.1.2 记录紫外 -可见分光光度计主要性能参数

6. 1. 3 售后服务(Service)

在附件 F 的 Table 6.1.3 记录提供紫外 -可见分光光度计维护服务的服务商名称、地址和联系电话。

6. 1. 4 文件的确认和保管(Documents Verification & Storage)

A. 开箱验收

对照合同书或装箱单对到货的仪器及备件的名称、型号及数量进行检查， 并在合同书或装箱单上签名 确认，并将复印件作为验证报告的附件保存。

B. 仪器手册

将紫外 -可见分光光度计主要的操作手册的名称、对应部件的型号、系列号或编号、存放地点记录在附件 G 的 Table 6.1.4-1 。

C. 证书

将紫外 -可见分光光度计主要组成的合格证名称、数量记录在 附件 G 的 Table 6.1.4-2 。

D. 备件/备品清单

将紫外-可见分光光度计一些备件的名称、型号 /部件号、生产厂家和数量记录在 附件 G 的 Table 6. 1. 4-3 方便以后的采购。

E. 软件清单

该紫外-可见分光光度计配置的软件为 Spectra Man age 软件，提供仪器的控制、 数据处理和报告功能。

公司和广大客户的验证和确认，无需再验证。 需要记录软件名称、系列号、版本号
和存放地点。记录在 附件 G 的 Table 6.1.4-4 。

6. 1. 5 安装环境确认(Verification of Installation Environment)

确认仪器的安装地点和环境是否符合仪器说明书及供应商的要求。 检查项目和可接受标准、检查结果、结论记录在 附件 H 的 Table 6.1.5 。

6. 1. 6 设备信息(Equipment Information)

确认仪器各主要部件的性能参数。

A. 主机：紫外-可见分光光度计相关信息按照 附件 I 的 Table 6.1.6-1 要求记录。

B. 软件

该紫外工作站软件为 V Series English Version, 为紫外-可见分光光度计标准配置的软件，为国内外广泛使用的商业标准版软件。只需要在 附件 I 的 Table 6.1.6-2 记录它的供应商和版本号。

C. 个人电脑 为保证紫外软件的正常运行,需要检查确认采购的电脑的配置是否高于推荐的配置。按照 附件 I 的 Table 6.1.6-3 规定的项目检查并记录。

(Verification of Installation)

目的：确保仪器的每个部件、线路、电子插件及设备各个部分之间正确连接和安装。同时检查软件 安装是否正常。

A. 紫外 -可见分光光度计的安装

- 1)

仪器的外观检查：确认没有划痕，污点，或其他异常。
- 2)

仪器的安装检查：确保电源线路，连接管线等按照安装操作手册进行了正确安装。
- 3)

仪器自检检查：电源开通，仪器自检自动运行、正常。
- 4)

检查主机的编号。

按照附件 J 的 Table 6.1.7-1 检查及记录检查结果。

B. 软件安装

按照附件 J 的 Table 6.1.7-2 检查及记录电脑主要软件的安装情况。

C. 电脑时钟

确认电脑的时间和日期与标准时间是否一致，否则进行调整。记录至 附件 K 的 Table 6.1.7-3 。

D. 设备通讯 这个过程检查主机与数据处理系统的连接通讯情况。 打开主机和电脑的电源，确保均正常启动。

进入工作站界面。按照 附件 K 的 Table 6.1.7-4 检查。

6. 1. 8 安装确认的结果及结论 (Result & Conclusion of installation Qualification)

按照附件 B Table 6.1.8 IQ 检查项目和可接受标准， 对 IQ 项下每个项目的检查结果进行确认， 安装确认的 并给出结论，填入 附件 B。

(Operation Qualification, OQ)

6. 2. 1 测试项目和认可标准 (Test items and Acceptance Criteria)

见附件 C Table 6.2.9b

6. 2. 2 备件与材料 (Materials & Reagent®)

试剂标准

记录校验用标准试剂的批号和有效期。

重铬酸钾基准试剂	批号 _____	有效期: _____
碘化钠 (A.R.)	批号 _____	有效期: _____
亚硝酸钠 (A.R.)	;	有效期: _____

6. 2. 3软件系统安全性确认 (Verification of the Safety of Software)

打开计算机开关，待屏幕运行 Windows 系列操作系统以后，授权操作该仪器的检验员设定登陆用户

名、密码，重新启动系统。再让其他不知被授权人员登陆，尝试输入用户名和密码，尝试能否进入计算机系统，连续尝试 5 次。5 次以后，系统拒绝进一步操作。没有授权的用户名应无法登陆计算机系统。

检查结果记录在附件 M。

6. 2. 4 波长准确度 (Wavelength accuracy)

A. D₂灯发射光检查

按仪器操作规程，依次在 484nm ~488nm,654nm~658nm 范围内扫描 D₂灯特征谱线，比较它们最大吸收波长与规定波长 486.0nm 与 656.1 nm 之差。测试数据和结果记录至 附件 M 中，表格参考 附件 N。

B.重铬酸钾标准溶液法

1) 标准溶液：吸收度准确度项下的重铬酸钾标准溶液 B

(2) 测定：取重铬酸钾标准溶液 B，以 0.005 mol/L 硫酸溶液为空白，在 220nm ~ 400 nm 范围内，

进行紫外图谱扫描，并确定各吸收峰波长，与参考最大波长 257.5nm , 350.0nm 和最小波长

234.5nm, 313nm 进行比较。测试数据和结果 附件 M 中，表格参考附件 N 中 6. 2. 4

(Absorption accuracy)

- (1)重铬酸钾标准溶液 (60 μg/ml)的配制：重铬酸钾标准溶液A :精密称取在 130℃干燥至恒重量的重铬酸钾基准品约 60.0 ± 2mg, 用 0.005mol/L 硫酸溶液稀释至 100.0 ml 。取 5.0 ml 用 0.005mol/L 硫酸溶液稀释至 50.0 ml, 浓度为 60 μg/ml，为重铬酸钾标准溶液 B。
- (2)测定：在每个规定波长下，以 0.005mol/L 硫酸溶液为空白，用 1cm 的比色池，测定重铬酸钾标准溶液 B 的吸收度，按照公式计算吸收系数，是否在标准范围之内，

见公式

$$E_{1cm}^{1\%} = \frac{A}{b \times c}$$

$E_{1cm}^{1\%}$ 为吸收系数

A 吸收度

b 比色池厚度，1cm

c 重铬酸钾标准溶液 B 的浓度

数据和统计结果记录至附件 M 中，表格参考附件 N 中 6.2.5。

6.2.6 杂散光检查 (Stray Light)

- (1)溶液配制
- 碘化钠溶液：称取 0.25g 碘化钠(分析纯)至 25ml 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，混合均匀。溶液浓度为 1.00%(g/ml)。
- 亚硝酸钠溶液：称取 1.25g 亚硝酸钠(分析纯)至 25ml 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，混合均匀。溶液浓度为 5.00%(g/ml)
- (2)测定：以水为空白，于 1cm 石英吸收池，在 220nm 波长条件下测定碘化钠溶液的吸收度。
- 以水为空白，于 1cm 石英吸收池，在 340nm 波长条件下测定亚硝酸钠的吸收度。
- 见公式 透光率 $T=10^{-A} \times 100\%$
- 数据和统计结果记录至附件 M 中，表格参考附件 N 中 6.2.6。

6.2.7 吸收度线性 (Absorption Linearity)

- (1)标准溶液配制
- 精密量取吸收度准确度项下重铬酸钾标准溶液 A 1.0ml，2.0ml，3.0ml，4.0ml，5.0ml，6.0ml，用 0.005mol/L 硫酸溶液稀释至 50.0ml ,混合均匀，得到 No.1 ~ No.6 重铬酸钾标准溶液。
- (2)测定

硫酸溶液为空白，取 No.1 ~ No.6 重铬酸钾标准溶液，分别在波长 235nm,257nm 和 350nm 下测定它们的吸收度 A。

(3) 线性回归

以标准溶液的吸收度 A，对它们的浓度，作每个波长下吸收度 A 对浓度的线性回归，得到它们的线性方程、吸收度范围及相关系数 R。

数据和统计结果记录至 附件 M 中，表格参考 附件 O 中 6.2.7。

6.2.8 吸收池配对试验 (Absorption cell match)

选择正常使用的两个比色池，以 1# 为空白，在通常使用的波长范围或波长下，测定 2# 比色池的吸收度。

配对标准：两个比色池的吸收度之差应符合标准 $< \pm 0.003$ 。

数据和统计结果列入附件 L。

6.2.9 运行确认的结果及结论 (Result & Conclusion of Operation Qualification)

按照 Table 6.2.9 OQ 检查项目和可接受标准，对 OQ 项下每个项目的检查结果进行确认，并给出运行确认的结论，填入 附件 C。

6.3 性能确认 (Performance Qualification, PQ)

6.3.1 目的

按照 XXXX 中蛋白质的检验操作规程，进行标准溶液的图谱扫描、吸收度测定和绘制标准曲线的 试验，评价仪器的性能是否满足日常分析的要求。

6.3.2 图谱扫描

取牛血清蛋白标准溶液(40 ug/ml)，以空白为参比，在 400~800 nm 波长范围内扫描，能得到完整的 图谱。测定数据和结果记录在 附件 M。

6.3.3 吸收度测定和绘制标准曲线

取 4 个牛血清蛋白标准溶液，浓度分别约为 10， 20， 30， 40 ug/ml ，以空白为参比，在 750 nm 波长 测定每个标准溶液的吸收度，测定完毕，能进行线性回归，得到标准曲线和回归数据。测定数据和结果 记录在 附件 M。

6.3.4 评价标准

- A. 图谱扫描，能得到完整的吸收图谱，最大吸收峰在 750 nm 附近；
- B. 能进行线性回归，相关系数不小于 0.999。

6.3.5 性能确认的结果及结论 (Result & Conclusion of Performance Qualification)

按照附件 D Table 6.3 PQ 检查项目和可接受标准， 对 PQ 项下每个项目的检查结果进行确认， 并给出性能确认的结论，填入 附件 D。

7. 验证执行的评价和概要 (Qualification Executive Summary) y

按照附件 A 对安装确认 (IQ)、运行确认 (OQ)、性能确认 (PQ) 进行检查, 每个项目均应符合它们的验证可接受标准, 验证应通过。并检查验证过程有无偏差产生。以此给出气相色谱仪确认是否通过的结论。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/848022123033006126>