

紫外-可见分光光度计

验证文件

Validation

编号：VD-YQ-002

紫外-可见分光光度计验证方案审批

方案起草	签名	日期
卢磊		

方案审核	签名	日期
张锐		
何艳芬		

方案批准	签名	日期
吴华		

紫外-可见分光光度计

验证方案

编号：VD-YQ-002

紫外-可见分光光度计验证方案目录

一、验证方案概述

- 1、引言
- 2、验证目的
- 3、仪器简介
- 4、相关文件
- 5、验证组织及分工
- 6、再验证与回顾性验证
- 7、验证条件

二、验证方案实施

(一)、安装确认

- 1、文件资料
- 2、仪器安装

(二)、运行确认

- 1、波长校正
- 2、吸收度的准确度
- 3、功能试验

(三)、性能确认

- 1、系统适用性试验

三、验证报告

- 1、验证结果及评价
- 2、验证批准

四、附件

1. 引言

本仪器为紫外-可见分光光度计, 是用以检测被测物质在紫外区或可见区的特定波长或在一定波长范围内对光的吸收度, 对物质进行定性和定量分析。本仪

器可进行光度扫描、光度测量，主要用于测定原料和成品的含量、鉴别、溶出度等检查项目。

2. 验证目的

本验证方案的目的在于对仪器的安装、性能、运行进行确认，保证仪器能正常稳定的工作，确保检测数据的可信度。

3. 仪器简介

本仪器型号为 UV-1800，编号为 MQ141002-016。

4. 相关文件

紫外-可见分光光度计标准操作规程。

紫外-可见分光光度法标准操作规程。

5. 验证组织与分工

姓名	职务/职称	部门	验证分工
卢磊	QC 主管	质量管理部	验证文件起草、验证组织及负责
何艳芬	质量管理部经理	质量管理部	验证监督
周飞霞	QC 化验员	质量管理部	仪器操作
张锐	质量管理员	质量管理部	验证文件审核

6. 再验证与回顾性验证

6.1 仪器正常稳定工作情况下，再验证周期为一年；

6.2 仪器大修或关键、精密部件维修、更换，应随时进行再验证，合格后方可使用；

6.3 再验证与回顾性验证程序与第一次验证相同。

7、验证条件

7.1 环境温度为 15~30℃，相对湿度≤65%。周围没有腐蚀性气体产生。

7.2 验证所需设备

7.2.1 分析天平 最大称量 200g，最小分度值 0.1mg；

7.2.2 容量瓶

7.2.3 标准物质和试剂 标准滤光片，重铬酸钾、硫酸等

紫外-可见分光光度计

验证方案实施

紫外-可见分光光度计

安装确认

Installation Qualification

1、文件资料

1.1 资料档案

仪器名称	紫外可见分光光度计	型号规格	UV-1800
仪器编号	MQ141002-016	生产厂家	上海美析仪器有限公司
检查人	邢伟翠	检查日期	2015.03.05
复核人	陈萌	复核日期	2015.03.08

1.2 检查下列文件资料是否齐全、符合 GMP 要求

资料名称	存放地点
采购合同	设备柜 1
产品使用说明书	设备柜 1
操作规程	设备柜 1
开箱验收单	设备柜 1
产品合格证	设备柜 1
检查人：邢伟翠	检查日期：2015.03.05
复核人：陈萌	复核日期：2015.03.08

2、仪器安装

2.1 检查仪器各部件型号、材质符合要求。

部 件	要 求	实 际 安 装	
主 机	紫外、可见检测器	合格	
电 脑	奔腾III	合格	
检 查 人	邢伟翠	检查日期	2015.03.05
复 核 人	陈萌	复核日期	2015.03.08

2.2 检查仪器外观及安装

项 目	标 准 要 求	实 际 情 况
外观检查	仪器外观应光洁、平整无缺陷、损坏	仪器外观应光洁、平整无缺陷、损坏

安装环境	本仪器安装在精密仪器室，室温 15~30℃；相对湿度≤65%；且没有腐蚀性气体产生。仪器置于平稳的工作台上，安放处无强振动源。供电电源：电压为 AC（220±22）V，频率为（50±0.5）Hz	本仪器安装在精密仪器室，室温 15~30℃；相对湿度≤65%；且没有腐蚀性气体产生。仪器置于平稳的工作台上，安放处无强振动源。供电电源：电压为 AC（220±22）V，频率为（50±0.5）Hz	
检查人	邢伟翠	检查日期	2015.03.05
复核人	陈萌	复核日期	2015.03.08

2.3 消耗性备品

品名	生产厂家及型号	数量	存放地点
比色皿	江苏精科仪器公司	2	实验室
氙灯	日本滨松公司	1	实验室
检查人	邢伟翠	检查日期	2015.03.05
复核人	陈萌	复核日期	2015.03.08

紫外-可见分光光度计

运行确认

Operation Qualification

1、波长校正

认可标准：波长准确度 $\leq\pm 1.0\text{nm}$ ；波长重复性 $\leq 0.5\text{nm}$ 。

方法：用仪器本身光源氙灯检查氙灯的两条谱线 656.1 和 486.0nm。点亮氙灯，用单光束能量测定采用波长扫描方式，在 480~670nm 范围内单向扫描。重复三次，取三次平均值与 486.0 和 656.1nm 比较，即为波长准确度的误差。三次测定值与平均值的最大差值，即为波长重复性的误差。计算波长准确度和波长重复性误差，应以两条谱线最大差值表示。

实测结果：

规定波长	实测波长			
	1	2	3	平均
656.1	656.2	656.3	656.2	656.2
486.0	485.8	485.8	485.9	485.8
波长准确度	0.2			
波长重现性	0.1			
检查人：周飞侠		检查日期：2015.05.05		
复核人：何艳芬		复核日期：2015.0506		

2. 吸收度的准确度

认可标准：透光率的相对偏差 $\leq\pm 1.0\%$ 。

方法：在 546.0nm 处，以样品和参比光路均为空气进行基线校正，然后依次放入三只透光率不同的标准滤光片进行透光率检测。

实测结果：

标准透光率 T%		10.1940	20.1662	30.7629
实测吸收系数 T%	1	10.17	20.25	30.85
	2	10.17	20.25	30.86
	3	10.16	20.25	30.86
	4	10.17	20.25	30.85
	5	10.17	20.25	30.86
	平均	10.17	20.25	30.86

误差	-0.024	+0.0838	+0.0971
检查人：周飞侠		检查日期：2015.05.05	
复核人：何艳芬		复核日期：2015.0506	

3、功能试验

3.1 百分透光率-吸收度转换

认可标准:波长约为 400nm, 在 T 为 100%时, 转换为 ABS 表示, 读数应为 0.000。

实测结果:

序 号	实 际 读 数
1	+0.000
2	0.000
3	+0.000
检查人：周飞侠	
检查日期：2015.05.05	
复核人：何艳芬	
复核日期：2015.0506	

3.2 基线平直度

认可标准: ≤2%。

方法:将仪器波长范围置于 800~200nm, 狭缝 2nm, 样品和参比光路均为空气, 先进行空白校正, 然后以适当的扫描速度扫描仪器的基线, 检查透光率变化情况并与规定值比较。

实测结果:

标准透光率 T	100%	
实测透光率	T _{max}	T _{min}
	0.5	0.5
误差	0	0
检查人：周飞侠		检查日期：2015.05.05
复核人：何艳芬		复核日期：2015.0506

3.3 吸收池配对

认可标准： $\leq 0.5\%$ 。

方法：在 220nm 处，以样品和参比光路均为空气进行基线校正，然后取洗净的石英吸收池盛水，分别放入样品和参比光路，测其的透光率，凡误差在规定范围内的，再分别装入 0.006%重铬酸钾 0.005mol/L 硫酸溶液，在 350nm 处，同法测其透光率，凡透光率均在规定的范围以内的即为配对的吸收池。

测定结果：

测定波长	220.0nm	350.0nm
实测透光率	84.5	91.2
误差	0.2	0.3
检查人	周飞侠	检查日期：2015.05.05
复核人	何艳芬	复核日期：2015.0506

3.4 杂散光检查

认可标准：透光率 $\leq 0.8\%$ 。

方法：取标准滤光片，以空气为空白，在 220nm 的波长处（用氙灯）测定其透光率，记录其测定值并与规定值比较

测定前应将挡块插入样品池，校正仪器零点。其透光率应为 0.0%。

实测结果：

标准透光率 T	0.04	
实测透光率	0.07	
检查人：周飞侠	检查日期：2015.05.05	
复核人：何艳芬	复核日期：2015.0506	

紫外-可见分光光度计

性能确认

Performance Qualification

1、系统适用性试验

采用现有生产品种中采用对照品进行含量测定的方法进行。

以测定氧氟沙星胶囊颗粒为例，检测波长 293nm。

检测相对误差 < 2.0%

对照品含量：99.5%

已知样品含量：47.1%

分别将称取的样品和对照品置于 100ml 的容量瓶，用 0.1mol/L 的盐酸溶液溶解并稀释至刻度，滤过，取续滤液 1ml 于 10ml 容量瓶，加 0.1mol/L 的盐酸溶液稀释至刻度。即得样品和对照品溶液，在 293nm 处测定其吸收度。

实测结果：

	样 品	对 照 品	
称样量	10ml	5ml	
测定波长	293nm	293nm	
计算公式	CONC=11.584ABS+0.0698. R=0.999(n=5)		
相对误差	回收率为 99.05%。RSD 为 0.22%		
检查人	邢伟翠		
复核人	陈萌	检查日期	2015.0508

紫外-可见分光光度计

验证报告

一、验证结果及评价

本方法简便、快速，适用于生产企业的质量控制

评价人：

日期：

验证小组成员签名：

日期：

二、验证报告批准

验证报告合格

批准人	签名	日期
吴华		