

标准操作规程

# HP 8453 紫外 - 可见光谱 系统操作认证/性能验证

© 惠普公司版权所有  
1997.

未经书面许可，不得翻  
印、转载、改写。

HP部件号 G1115-90006

1997年8月,第二版

1997年12月中国印刷

### 声明

本书内容如有变更，恕  
不另行通知。

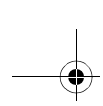
*HP公司不对本材料，  
及由此引出的任何商  
务和特种用途承担责  
任。*

惠普公司不对本手册  
中可能有的错误或与  
装置、性能及材料使  
用有关内容而带来的  
意外伤害和问题负任  
何法律责任。

### 警告

有关具体的安全注意事  
项请阅读*HP 8453参考手  
册*。

中国惠普有限公司化学分析部  
北京建国门外大街1号  
中国国际贸易中心西办公楼  
电话：010-65053888转化学分析部  
传真：010-65050407



---

# 标准操作规程



---

## HP 8453 紫外 - 可见光谱系统 操作认证/性能验证



## 概述

本书是为科技人员提供操作规程，以完成HP 8453紫外-可见分光光度计、HP化学工作站软件和可选组件的操作认证或性能验证（OQ/PV）。

本书阐述了这些规程的目的，并提供了关于OQ/PV测试步骤的准备、启动、和评价的指导说明。本书还配有相应的电子文件，可用于开发适合用户实验室环境和需要的标准化操作规程。

本书列出了仪器的技术指标，以及验证与之相应的仪器性能所需要的规程。这些为缺乏经验的用户而写的详细规程描述了如何处理各种化学试剂、比色槽、流通池和消耗品。为了确保成功地对仪器性能进行验证，需要严格遵守这些规程。本书还包括了从惠普及其他公司订购备件所需的部件号和订货信息。

有关系统硬件的安装，包括分光光度计、计算机和外加组件，参见*安装您的紫外-可见光谱系统*说明书。有关维修信息以及仪器和部件号，参见您的HP化学工作站软件中的在线帮助或*HP 8453参考手册*。

概述

附表 1

认可协议

用户认可协议

我同意本书中的OQ/PV规程适用于目录中所列的设备.

<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
----------------------	----------------------	----------------------

姓名

签名

日期

<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
----------------------	----------------------	----------------------

姓名

签名

日期

惠普公司认可协议

我认为惠普分析部建立的这些OQ/PV规程适用于目录中所列的设备.

<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
----------------------	----------------------	----------------------

姓名

签名

日期

<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
----------------------	----------------------	----------------------

姓名

签名

日期

评注

由...完成

## 概述

### 安装电子版

按照下列步骤将参考手册安装在您的硬盘上:

- 1 将本书附带的OQ/PV的CD-ROM盘插入您的CD-ROM驱动器。
- 2 用Windows文件管理器或Windows95 Explorer安装Adobe Acrobat Reader, 选择\oqpv\setup.exe程序安装说明书。
- 3 系统重新启动后, 在您的HP化学工作站程序组中将出现新的图标。选择HP 8453 OQ/PV手册在Adobe Acrobat Reader中打开 d:\oqpv\oqpvbookpdf文件。用此程序可打印这本参考手册。此外, Adobe Acrobat Reader 具有 Windows 兼容的复制和粘贴功能。.

### 概述

### 特殊情况

本协议履行过程中所遇到的任何特殊情况将由惠普工作人员在当场记录并检查。将对特殊情况进行调查，并确定采取相应的措施，例如，如果仪器在合同规定范围内出现故障，将进行维修。

附表 2

### 维修过程记录

维修号	内容	日期	首次认证	第二次认证	最终认证
-----	----	----	------	-------	------


评注

由...完成

概述

附表 3

实验室场所系统测试

本协议执行之日起，采用本书中OQ/PV规程的仪器安装在以下特定的场所。

[Empty text box for location details]

单位名称

[Empty text box for unit name]

地点

[Empty text box for location]

部门

楼号 #

房间号

[Empty text box for department, building, and room]

本OQ/PV最后执行的日期

[Empty text box for OQ/PV execution date]

检验者 (签名)

日期

[Empty text box for inspector signature and date]

评注 [Empty text box] 由...完成 [Empty text box]

概述

当您完成了HP 8453光谱系统操作认证的全部测试后，使用附表 4。

附表 4

操作认证完成证书

本协议证明在规定的日期内，在下列指定的设备上进行了操作适应性测试。

<b>惠普公司HP 8453 光谱系统</b>			
仪器名称			
初始	再认证	是	否
是否合格?		仪器上是否贴标签?	
姓名	签字	日期	
维修工程师			
姓名	签字	日期	
实验室负责人			

评注	由...完成
----	--------

## 概述

### 本书介绍

第一章描述了操作认证和性能验证测试的目的、测试的前提、各测试概述，并列出了所需的备件和材料。

第二章描述了管路、化学试剂、流通池、标准品、软件的处理和准备，以及性能验证的完成。

第三章描述了使用蠕动泵系统或蠕动泵/自动进样器系统时，如何检查和设定最大许可交叉污染的泵时间。

第四章描述了多池传输组件各位置调节的测试和优化。

第五章描述了用外加的温度测量仪测试帕尔帖可控温池架的温度准确性。

第六章描述了软件部分的再验证。

第七章描述了溶出度测试中不同在线进样系统的再验证。

第八章帮助您确定备件及其相应的部件号。

---

## 目录

### 1 引言

- 目的 15
- 规程概述 18
- 验收标准 25
- OQ/PV 证书 27

### 2 分光光度计性能验证

- 用HP 8453 紫外-可见软件中的性能验证规程 32**
  - 流通池和管路的准备 33
  - 测试准备 35
  - HP 8453 分光光度计性能验证 38
- 性能测试规程 42**
  - 重铬酸钾溶液测试 43
  - 氧化钬溶液测试 46
  - 亚硝酸钠漫射光测试 49
  - 碘化钠漫射光测试 52
  - 氯化钾漫射光测试 55
  - 甲苯分辨率测试 58
  - 流通池和管路的保管 60
  - 分光光度计OQ/PV附表 61

## 目录

- 3 蠕动泵/自动进样器性能验证**
  - 蠕动泵/自动进样器泵时间测试 65
  - 蠕动泵/自动进样器OQ/PV附表 68
  
- 4 多池传输性能验证**
  - 多池传输重复性测试 73
  - 多池传输OQ/PV附表 76
  
- 5 帕尔帖可控温池架性能验证**
  - 帕尔帖可控温池架测试 81
  - 帕尔帖可控温池架OQ/PV附表 84
  
- 6 软件功能验证**
  - 普通扫描HP化学工作站软件再验证 89
  - 普通扫描软件OQ/PV附表 94
  - 高级HP化学工作站软件再验证 96
  - 高级软件OQ/PV附表 100
  - 生化分析HP化学工作站软件再验证 101
  - 生化分析软件OQ/PV附表 105

## 目录

### 7 溶出度测试系统性能验证

#### 脱机进样系统溶出度测试性能验证 110

脱机进样系统性能验证 111

准备用于测试的脱机进样系统 113

脱机进样系统性能验证规程 115

脱机进样系统 OQ/PV 附表 118

#### 联机进样系统溶出度测试性能验证 120

多池传输进样系统的性能验证 121

准备用于测试的多池传输进样系统 123

多池传输进样系统的性能验证规程 128

多池传输进样系统 OQ/PV 附表 132

阀进样系统的性能验证 137

准备用于测试的阀进样系统 139

阀进样系统的性能验证规程 143

阀进样系统 OQ/PV 附表 147

多通路采样系统的性能验证 152

准备用于测试的多通路采样系统中的多池传输 154

多通路采样系统的性能验证规程 159

多通路采样系统 OQ/PV 附表 – 池1 164

多通路采样系统 OQ/PV 附表 – 池 2 169

多通路采样系统 OQ/PV 附表 – 池 3 174

## 目录

多通路采样系统 OQ/PV 附表 – 池 4 179

**溶出度测试软件的性能验证 184**

溶出度测试紫外 – 可见化学工作站软件再验证 185

溶出度测试软件 OQ/PV 附表 188

**池驱动器的DDE 接口性能验证 190**

溶出度测试软件的DDE 接口再验证 191

溶出度测试溶出度测试软件的DDE 接口再验证

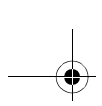
OQ/PV 附表 196

## **8 备件和材料**

备件表 201

非来自惠普公司的标准品 202

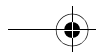
惠普液体标准的名称和化学式 203

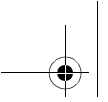


1



# 引言



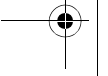
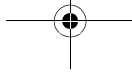


---

# 引言



本章描述了操作认证和性能验证测试的目的、测试的前提、各测试概述，并列出了所需的备件和材料。



## 引言 目的

---

### 目的

优良实验室规范（GLP）和优良生产规范（GMP）要求所有的实验室仪器都必须经过充分检验、保养和维修。用于数据收集、测量、和评价的仪器也应经过适当的测试、校正和标准化。按照仪器的用途和所公布的性能，本书制定了HP8453光谱系统的操作规程和认证证书。成功地完成本操作规程可以确证，HP 8453光谱系统的性能符合技术指标。

### 范围

本书阐述了HP 8453光谱系统操作认证和性能验证的规程。这一规程用于以下设备：

- HP 8453分光光度计
- 包含蠕动泵和管路的蠕动泵系统
- 包含蠕动泵和管路的自动进样器系统
- 多池传输
- 帕尔帖可控温池架
- HP化学工作站一般软件
- HP化学工作站高级软件
- HP化学工作站生化软件
- HP化学工作站溶出度测试软件
- 溶出度测试硬件

---

### 注意

本规程不适用于经过改造而不再符合惠普设计指标的任何光谱系统。

## 引言 目的

### 前提条件

建议您在进行OQ/PV操作之前，先做仪器的常规使用维护。维护包括下列步骤：

- HP 8453分光光度计：按照*参考手册*和在线帮助系统中的规程，清洗光源透镜和分光透镜。
- 分光光度计的灯必须打开至少45分钟以保证系统稳定。为了得到更稳定的结果，建议在测试开始前预热2小时。
- 蠕动泵和自动进样器：检查泵的管路，必要时进行更换。
- 用多池传输调节工具（89075—23800）调节多池传输机械系统，或将最佳位置储存在软件中。
- 对帕尔帖可控温池架不需要进行特殊的维护。
- 溶出度测试系统：断开分光光度计与池的连接，从池上取下探头，更换所有泵管线和探头滤片。

### 测试间隔

OQ/PV测试应至少每年安排一次，或在仪器大修后进行。您应根据实验室的具体操作环境安排测试的间隔。

### 维修/校正的合同和保修

*HP 8453参考手册*中有一份保修声明。如果仪器在进行OQ/PV测试过程中出现故障，则将停止使用，直到进行适当维修。维修完成后，维修的原因和证明维修解决了存在问题的适当数据应当根据现行实验室规程进行记录。仪器将由HP专业维修人员进行检修。

简单的维修可由有经验的分析工作者参照参考手册或在线帮助系统完成。惠普拥有受过专业培训的维修人员，他们将在接到求助电话后前来进行维修。

## 引言 目的

各参考手册中都列有备件表。随仪器带有一些备件，另一些可由惠普的维修人员提供。

## 改变控制系统声明

为了保证验证过程的进行。有时需要对控制方法作适当改变。仪器硬件、计算机硬件或软件的任何变化都必须明确记录。控制系统将根据变化的大小确定需要再验证的程度。变化的全部细节，以及作过的测试与结果都将被完整地记录下来。

## OQ/PV记录

对于HP 8453分光光度计的大部分测试，其测试结果将在规程完成时被自动打印在报告中。必要时每个测试还可填写相应的附表。

## 引言

### 规程概述

## 规程概述

OQ/PV规程是将仪器本身的功能与分析规程（用标准样品）相结合，对仪器的性能进行评价，并证明仪器的操作符合您与惠普公司认定的性能指标。紫外—可见化学工作站软件为HP 8453 分光光度计提供了半自动化的 OQ/PV 软件。

您可选择由本单位合格的工作人员、惠普的专业工程师，或其他机构的人员来操作这些规程。OQ/PV的全部测试一般可在3小时内完成。

## 测试

OQ/PV规程包括表1中所列的测试。

表 1

OQ/PV测试

仪器	测试类型	测试材料	所需时间
分光光度计	光度计准确度测试	NIST 930e 固体标样	2 分钟
		重铬酸钾溶液	5 分钟
	波长准确度测试	NIST 2034 氧化钽标样	2 分钟
		氧化钽溶液	5 分钟
	散射光测试	亚硝酸钠溶液	5 分钟
		碘化钠溶液	5 分钟
		氯化钾溶液	5 分钟
	分辨率测试	甲苯—己烷溶液	5 分钟
	基线平稳性测试	用软件	1 分钟
	光度计噪音测试	用软件	2 分钟
光度计稳定性测试	用软件	60分钟	

## 引言

### 规程概述

**表 1** **OQ/PV测试, continued**

仪器	测试类型	测试材料	所需时间
Peltier温度控制器	温度准确度	QuaT 100温度测量仪	15 分钟
蠕动泵系统	流量测试	用软件/咖啡因样品	5 分钟
进样系统	流量测试	用软件/咖啡因样品	5 分钟
多池传输	位置重现性	用软件和多池调节工具	5 分钟
普通软件再验证	使用光盘中的规程和数据以及本书中的结果报告	用软件	5 分钟
高级紫外/可见化学工作站软件再验证	使用光盘中的规程和数据以及本书中的结果报告	用软件	5 分钟
生化分析软件再验证	使用光盘中的规程和数据以及本书中的结果报告	用软件	5 分钟
多池传输的单池溶出度测试系统	分光光度计测试、多池传输测试、流量测试、流速测试、交叉污染测试	用软件/咖啡因样品	210 分钟
8孔阀的单池溶出度测试系统	分光光度计测试、阀测试、流量测试、流速测试、交叉污染测试	用软件/咖啡因样品	210分钟
多通道采样系统溶出度测试	分光光度计测试、多池传输测试、阀测试、流量测试、流速测试、交叉污染测试	用软件/咖啡因样品	225 分钟
溶出度测试软件	使用光盘中的规程和数据以及本书中的结果报告	用软件	5 分钟
DDE 接口	使用光盘中的规程和数据	用软件	5 分钟

### 分光光度计

下列HP 8453 分光光度计的所有测试均由紫外—可见化学工作站软件中的规程支持。

## 引言 规程概述

### 光度计准确度测试

光度计准确度可用下列两种规程测试:

- NIST的SRM930e中性密度玻璃滤光片, 或
- 惠普提供的封在安瓿中的重铬酸钾溶液, 或按欧洲药典(EP)配制的溶液。使用带PTFE管的流通池, 用注射器把溶液送入光路。

可根据得到的标样和所测试的波长范围决定使用哪一种规程, 或两种方法都用。SRM930e滤光片在一个吸收单位时的使用波长在440.0、465.0、546.1、590.0和635.0nm, 而重铬酸钾标样适用于235、257、313、350nm波长。

### 波长准确度测试

波长准确度可由两种规程测试, 即

- 用NIST的SRM2034氧化钬标样, 这是一个装有氧化钬高氯酸溶液的密封比色槽, 或
- 用惠普公司提供的封在安瓿中的氧化钬溶液, 或按欧洲药典(EP)配置的溶液。使用带PTFE管的流通池, 用注射器把溶液送入光路。

使用哪种标样可视情况而定。

### 散射光测试

散射光测试可使用下列一种或几种溶液:

- 亚硝酸钠溶液 (ASTM)
- 碘化钠溶液 (ASTM)
- 氯化钾溶液 (EP)

惠普可提供封在安瓿中的标样, 也可按照欧洲药典(EP)或ASTM配制标准溶液。用带聚四氟乙烯管的流通池, 由注射器将溶液送入光路。

## 引言 规程概述

### 分辨率测试

按照欧洲药典测试分辨率:

- 甲苯—己烷溶液

惠普可提供封在安瓿中的标样，也可按照欧洲药典（EP）配制标准溶液。用带聚四氟乙烯管的流通池，用注射器将溶液送入光路。

### 基线平稳性测试

本测试只使用软件完成。对空气进行扫描，全光谱的噪音水平应低于0.001AU rms。

### 光度计噪音测试

本测试只用软件完成。连续扫描空气60次，观察每次扫描340nm处的噪音水平，应低于0.0002AU rms。

### 光度计稳定性测试

本测试只用软件完成。至少预热1小时之后，在1小时内每60s扫描空气一次，观察340nm处的噪音水平，应低于0.001AU/h。

## 帕尔帖可控温池架的测试

### 温度准确度

温度准确度测试是由一台经过校正的外部测量仪来确定流通池支架的温度准确性的。所需的其他工具可以从惠普公司得到。

## 引言 规程概述

### 蠕动泵/自动进样器泵时间测试

#### 流量测定

流量测定可以检查进样系统的操作是否正确，并指示当前流量、限制可能造成测量错误的漏气、低流速或高死体积。本测试所用的测试溶液由惠普公司提供，也可按本规程的方法配制溶液。

#### 多池传输重复性测试

本测试使用紫外—可见化学工作站软件的诊断部分，检查多池传输系统中样品池位置的重复性。首先测试样品池的位置，然后随意移动多池传输系统的位置5分钟。再次进行一秒钟测试，并与初次测试的结果比较，以检查定位的重复性。所需要的测试工具由惠普公司提供。

#### 普通软件再验证

使用光盘上的规程、数据及本书中的打印结果进行验证，以检查文件贮存、计算和打印的正确性。

#### 高级软件再验证

使用光盘上的规程、数据及本书中的打印结果进行验证，以检查文件贮存、计算和打印的正确性。

#### 生化分析软件再验证

使用光盘上的规程、数据及本书中的打印结果进行验证，以检查文件贮存、计算和打印的正确性。

## 引言 规程概述

### 溶出度测试软件再验证

使用光盘上的规程、数据及本书中的打印结果进行验证，以检查文件贮存、计算和打印的正确性。

### 单池分辨率测试系统在多池传输进样系统的测试

#### 流量测试 (蠕动泵 8VS / 多池传输)

流量测试要检查进样系统的每个通道操作是否正常，并指示流量、漏气限制以及可能引起测量误差的低流速和高的死体积。该测试采用惠普提供的测试溶液，或者按照规程配置的溶液。

#### 流速测试

流速测试要检查进样系统的每个通道操作是否正常，并指示流量、漏气限制以及可能引起测量误差的低流速和高的死体积。该测试采用蒸馏水和烧杯测量流经每个通道的水量。

#### 交叉污染测试

交叉污染测试要检查进样系统的每个通道操作是否正常，并指示连续抽吸事件产生的存量。该测试采用惠普提供的测试溶液，或者按照规程配置的溶液。

### 单池溶出度测试系统在阀进样系统上的测试

#### 流量测试 (8-孔阀 / 蠕动泵)

流量测试要检查进样系统的每个通道操作是否正常，并指示流量、漏气限制以及可能引起测量误差的低流速和高的死体积。该测试采用惠普提供的测试溶液，或者按照规程配置的溶液。

## 引言 规程概述

### 流速测试

流速测试要检查进样系统的每个通道操作是否正常，并指示流量、漏气限制以及可能引起测量误差的低流速和高的死体积。该测试采用蒸馏水和烧杯测量流经每个通道的水量。

### 交叉污染测试

交叉污染测试要检查进样系统的每个通道操作是否正常，并指示连续抽吸事件产生的存量。该测试采用惠普提供的测试溶液，或者按照规程配置的溶液。

## 多池溶出度测试系统的测试

### 每个池的流速测试

流速测试要检查进样系统的每个通道操作是否正常，并指示流量、漏气限制以及可能引起测量误差的低流速和高的死体积。该测试采用蒸馏水和烧杯测量流经每个通道的水量。

### 每个池交叉污染测试

交叉污染测试要检查进样系统的每个通道操作是否正常，并指示连续抽吸事件产生的存量。该测试采用惠普提供的测试溶液，或者按照规程配置的溶液。

## 引言 验收标准

---

### 验收标准

软件和本书中给出了测试结果的范围和验收标准。

---

#### 注意

本书和紫外-可见化学工作站在线帮助系统中所限定的范围，适用于新仪器和经过维修确保其符合HP技术指标的仪器。常规使用很长时间的仪器可能不再符合HP的全部性能指标。因此，验收标准可以根据分析需要制定，并经您本人和当地的惠普公司代表认可。

性能验证应在冷启动或开灯至少45分钟后进行，无特别指明时不加样品池和滤光片。本书中的冷启动是指分光光度计在室温下已放置数小时后再启动。

---

#### 注意

验证仪器性能的详细步骤，请参阅第二章“分光光度计性能验证”到第五章“帕尔帖可控温池架性能验证”。所需标样和部件，请参阅第八章“备件和材料”。

引言  
验收标准

表 2 HP 8453 分光光度计验收标准的范围

类型	指标	备注
分辨率	> 1.6	在269nm和266nm附近的峰/谷吸收值之比应大于1.5, 空白为已烷; 使用9点仿样函数; 0.5s积分时间; (EP方法*)
散射光	< 1.0%	在200nm处, 1.2%KCl溶液, 以空气为空白, 5s积分时间; (EP方法**) *
	< 0.05%	在220nm处, 10g/L NaI溶液, 以空气为空白, 5s积分时间; (ASTM方法)
	< 0.03%	在340nm处, 50g/L NaNO <sub>2</sub> 溶液, 以空气为空白, 5s积分时间; (ASTM方法)
波长准确度	< ± 0.5 nm	NIST2034标准, 用透射光最小值; NIST中的波长定在2nm和 1nm 带宽的给定值中插入了1.5nm带宽; NIST检验的不确定性 (通常为 1nm) 已考虑在内; 用99点仿样函数; 0.5s积分时间
波长重现性	< ± 0.02 nm	十次连续扫描NIST2034标样; 0.5s积分时间
光度计准确度	± 0.005 AU	NIST930e标准, 1AU, 440.0、465.0、546.1、590.0、635.0nm, 已将NIST检验的不确定性考虑在内; 0.5s积分时间
光度计准确度	± 0.01 AU	重铬酸钾的0.01N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 溶液, 235, 257, 313, 350 nm; 0.01 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 为空白; 0.5s积分时间; 空气为空白 (EP方法)
光度计噪音	< 0.0002 AU rms	在0AU、500nm处六次连续扫描空气, 0.5s积分时间; 11点流动平均数: 所用公式: 噪音 (rms)=SQRT((SUM(X-x) <sup>2</sup> )/n), x为测试值, X是11流动平均数, n为点数
光度计稳定性	< 0.001 AU/h	1小时预热后, 恒定室温下, 在0AU、340nm处扫描空气, 1小时中每隔60s扫描一次, 积分时间5s; 将最大值与最小值之差与仪器指标相比较
基线平稳性	< 0.001 AU rms	在0AU、340nm处扫描空气, 积分时间0.5s

\* EP为欧洲药典。

\*\*表观吸光度受溶解的氧气影响很大, 按照ASTM, 用前应将高纯氮通过液体中几分钟。只能用新制蒸馏水 (非软化水)。

Comments	Completed by

引言  
OQ/PV认证

---

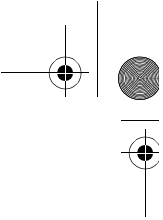
## OQ/PV认证

本书提供了验证及记录惠普分析仪器配置和操作的方法。它是由最有经验的惠普用户参与制定，并证明能够满足各种实验室的配置操作认证和性能验证的需要。

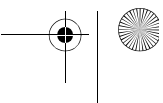
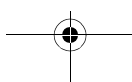
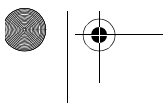
---

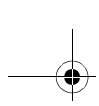
### 注意

认证取决于很多因素，仅靠本书并不能确保证，而且惠普并不承诺该规程适用于任何特殊的认证要求。



引言  
OQ/PV认证





2



## 分光光度计性能验证

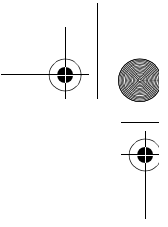


---

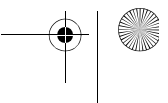
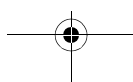
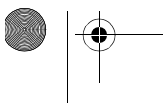
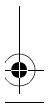
## 分光光度计性能验证

本章描述了管路、化学试剂、流通池、标样、软件的处理和准备，以及性能验证的完成。本章有两部分：

- 32页上的“使用HP 8453 紫外—可见软件中的性能验证规程”，及
- 42页上的“性能测试规程”



# 分光光度计性能验证



---

## 使用 **HP 8453** 紫外 – 可见软件的性能验证程序

下面将指导您按照规程准备流通池、联接管路、配制标样及调出性能验证软件。性能验证规程解释了如何使用普通软件和分光光度计。有关处理标样和化学试剂的其他所需资料，参见42页上的“性能测试规程”。

## 分光光度计性能验证 流通池和管路的准备

### 流通池和管路的准备

如果您使用液体氧化钛、重铬酸钾、散射光和分辨率标样，结合惠普提供的OQ/PV硬件工具包，请阅读本节。

#### OQ/PV硬件工具包组成

OQ/PV硬件工具包中的各部件见表3。有两组流通池、管路和注射器，一组用于有机相（甲苯—己烷试验），另一组用于水相。此外，还提供了两个工具，一个用于多池传输的验证，另一个在用外加温度测量仪测试帕尔帖可控温池架的温度时使用。

表3

#### 紫外—可见OQ/PV硬件工具包（5063—6523）组成

备件数	说明
2	流通池，口径3.5 X 11 mm，体积 360 $\mu$ L
1	管路，40cm长，接头一端黑色，一端橙色
1	管路，40cm长，接头一端黑色，一端白色
1	管路，40cm长，一端黑色接头带橙色环
1	管路，40cm长，一端黑色接头带白色环
2	接螺旋接头的Luer塞
2	注射器,20mL
1	样品池钝化清洗液，1000mL
1	多池传输调节工具
1	温度传感器支架
1	性能验证规程手册（包括3.5寸盘）

## 分光光度计性能验证 流通池和管路的准备

### 联接管路

#### 警告

为了避免污染，有机相测试所用的流通池和管路不得用于水相测试。同样，水相测试所用的流通池和管路也不能用于有机相测试。

- 1 带橙色接头的一组用于有机相（橙色=有机相），带白色接头的一组用于水相（白色=水相）
- 2 用不同接头的长管任意一端，将黑色手拧接头接在流通池出口。流通池入口端在石英窗上标有箭头，另一端就是出口。
- 3 将管路的另一端与Luer塞接头联接，并将接头固定在注射器上。
- 4 将一端开口的短管接在流通池的入口处。（入口端在石英窗上标有箭头）
- 5 检查流通池的石英窗是否清洗，如果不干净，用无绒毛的镜头纸擦拭。
- 6 将流通池放在分光光度计的池架上。

当您安装完管路、流通池和注射器后，请将它们放在一起，以免弄混。

## 分光光度计性能验证 测试的准备

### 测试的准备

验证用标样试剂盒的组成部分见表4和表5。

表4

紫外-可见OQ/PV标样（1）试剂盒（5063—6503）组成

安瓿数	溶液
2	0.01 N 硫酸
2	重铬酸钾溶液
1	亚硝酸钠溶液
1	碘化钠溶液
1	氯化钾溶液
2	己烷
1	甲苯溶液

表5

紫外-可见OQ/PV标样（2）试剂盒（5063—6521）组成

安瓿数	溶液
1	10 %高氯酸
1	氧化钬溶液

- 1 用一个小烧杯使安瓿直立，以防取出样品时洒落。把这个烧杯放在流通池入口管的旁边。
- 2 准备一个500ml的废液瓶。
- 3 准备一个烧杯装约250mlHPLC级蒸馏水。

## 分光光度计性能验证 测试的准备

### 4 按照验证规程中的使用顺序将安瓿放在测试台上:

硫酸,  
重铬酸钾溶液,  
高氯酸,  
氧化钽溶液,  
亚硝酸钠溶液,  
碘化钠溶液,  
氯化钾溶液,  
己烷,  
甲苯溶液,

## 清洗流通池和管路

请在每次做验证测试前进行以下规程, 以确保水相流通池清洗, 且无气泡。

**注意** 以下规程仅适用于水相的流通池和管路。不可用于己烷—甲苯测试用的流通池和管路。后者无需清洁。

取 *50 ml* 钝化清洗液  
清洗 流通池。

- 1 至少准备50ml5%钝化清洗液（部件号：5062—8529）水溶液。
- 2 将管子的入口端插入装有5%钝化清洗液的烧杯中，用注射器使50ml液体通过流通池。

**注意** 由于溶液中含有表面活性剂，您可能观察到大量气泡通过流通池。

## 分光光度计性能验证 测试的准备

*排空注射器。*

- 3 将管的入口端留在装水的烧杯中，从注射器上松开Luer塞接头。确保断开的管子与入口端在同一水平上，以避免放空管路。
- 4 将注射器在废液瓶中排空，然后再通过Luer塞接头联在管路上。
- 5 重复2、3、4步，直到将50ml钝化清洁液全部通过流通池和管路。若要进行更彻底的清洗，可让液体在流通池和管路中多留一段时间。

*取100 ml 水清洗  
流通池。*

- 6 将管路入口端放入装水的烧杯中，用注射器使100ml水通过流通池。
- 7 将注射器在废液瓶中排空，然后再通过Luer塞接头联在管路上。
- 8 重复第6、7步，直到100ml水全部通过流通池和管路。

分光光度计性能验证  
**HP 8453 分光光度计性能验证**

---

## HP 8453 分光光度计性能验证

### 范围

以下规程描述了如何在HP 8453 紫外—可见光谱系统的紫外—可见化学工作站上进行性能验证。

### 测试间隔

遵循下列原则：

- 当您的HP 8453 光谱系统首次安装时，
- 至少间隔6个月定期验证，
- 您将另一台HP 8453 分光光度计接在您的紫外—可见工作站上时。

### 仪器和软件

本SOP用于HP 8453 光谱系统包括HP 8453 分光光度计和普通紫外—可见化学工作站。

### 前提条件

根据NIST和各国药典的规定，不同的测试需要不同的环境温度条件。环境温度在20 ~ 21℃能够满足本书中所列的所有性能测试要求。

所有液体标样应该在环境温度条件下先放置大约3小时。仪器应当打开至少45分钟，最好2小时。

在接下来的性能验证中，您可能需要下列NIST标样或装在安瓿中的惠普液体标样。

## 分光光度计性能验证

### HP 8453 分光光度计性能验证

关于标样的来源，请参见202页上的“备件和材料”。

- 光度计准确度：NIST930e或重铬酸钾溶液
- 波长准确度：NIST2034或内置氘灯发射线测试或氧化钛溶液
- 散射光：液体氯化钾、亚硝酸钠、碘化钠溶液
- 分辨率：甲苯溶液
- 光度计噪音：仅用软件，无需标样
- 基线平稳性：仅用软件，无需标样
- 光度计稳定性：仅用软件，无需标样

930eNIST标样需要进行校正，使用两年之内还要再校正。每一种标样都必须贴好标签，以便识别。

## 步骤

- 1 如果HP 8453 分光光度计还没有开机，请接通电源开关。
- 2 启动紫外—可见化学工作站。
- 3 从模式菜单或工具栏中选择验证和诊断模式(Verification&Diagnostics Mode)
- 4 从图形界面或用任务菜单选择验证任务(Verification task)。
- 5 在进样系统下选择Setup，并确定光程设定为1cm。选OK结束这一对话框。
- 6 选择验证任务Setup。屏幕显示一个进行测试的表格。
- 7 根据您的验证需要，选出您要进行的测试，在适当的地方用Setup按钮输入您要用的标样信息。

## 分光光度计性能验证

### HP 8453 分光光度计性能验证

由于所列出测试的复杂性和所用时间不同，建议分下列两组进行验证测试：

所有需要外标的测试，如，波长准确度、散射光、重铬酸钾等，和

1小时光度计稳定性测试、噪音测试、基线平稳性测试、吸光度稳定性测试和氙灯发射线测试等。

- 8 数据输入后，选择OK。
- 9 检查环境温度是否在20到21℃之间，液体标样是否已在这一温度下放置了3小时左右。
- 10 确定分光光度计是否已开机至少45分钟 – 最好2小时。
- 11 按图形界面中的Start按钮，开始进行验证。
- 12 对照屏幕所显示的细目，检查您使用的标样是否与之相符。

当使用软件中的性能验证规程时，下列每个测试应使用相应的标样：

**光度计准确度测试** 光度计准确度测试用43页上的“重铬酸钾溶液”测试规程，或按软件中提示的步骤进行NIST 930e光度计准确度测试。

**波长准确度测试** 波长准确度用46页上的“氧化钬溶液”测试规程，或按软件提示的步骤进行NIST2034氧化钬测试，或按软件提示的步骤做氙灯发射线测试。做这一测试时别忘记取出流通池或比色槽。

**散射光测试** 散射光测试方法用47页上的“亚硝酸钠散射光测试”，52页上的“碘化钠散射光测试”，或55页上的“氯化钾散射光测试”。

**分辨率测试** 分辨率测试用58页上的“甲苯分辨率测试”测试规程。

**噪音测试**

**基线平稳性测试**

**吸光度稳定性测试** 这些测试按照软件提示进行。

## 分光光度计性能验证

### HP 8453 分光光度计性能验证

- 13 打印报告并签名。
- 14 如果您想将验证配置作为仪器配置的一部分加以保存，请从文件菜单中选择退出（Exit），关闭紫外—可见化学工作站软件，然后选取存储配置框（Save Configuration）。
- 15 清洗流通池和管路，按照55页上的“在您保存流通池和管路之前”所述进行操作。

### 验收

如果报告显示每个测试都获得了通过，仪器就通过了验证测试。用本章后的附表记录您的测试结果。

### 排除故障

如果HP 8453没有通过验证测试，请参考与普通软件一起带来的附加光盘子目录上的标准操作规程（SOPs）。运行仪器强度光谱诊断，如果强度较低，请按照SOP“HP 8453 灯的更换”步骤换灯，或按照SOP“HP 8453 光源透镜的清洗”清洗光源透镜，然后重复验证规程。

如果完成了上面的工作，仪器仍然没有通过验证测试，请与惠普联系。

## 性能测试步骤

本部分列出了正确处理化学试剂、流通池和标样的方法。要想性能验证获得成功，就必须严格按照这些方法去做。标样、流通池或化学试剂的轻微污染都可能导致测试的失败。由于化学试剂的浓度较高，为了避免用过的试剂间发生化学反应，还提出了对处理废液的建议。

分光光度计性能验证  
重铬酸钾溶液测试

---

## 重铬酸钾溶液测试

本标样使用水相的流通池和管路（白色接头）。废液的处理应遵照当地的安全规章。

---

### 警告

打开安瓿时应戴眼镜和手套，以防碎玻璃迸出。注意安瓿和包装材料上的警告符号和标签，按要求操作。

---

### 小心

在空白测定和样品测定中间，不要从池架上取出流通池，以免导致得出错误的结果。

## 空白测定

提示：

验证测试2：光度计准确度

用水冲洗流通池或比色槽，加入0.01N硫酸进行空白测定。

按以下步骤操作：

取15 ml 水通过  
流通池。

排空注射器。

- 1 将管子的入口放入盛水的烧杯中，用注射器吸15ml水进入流通池。
- 2 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子放空而使流通池中出现气泡。在废液瓶中放空注射器。

### 分光光度计性能验证 重铬酸钾溶液测试

重新连接注射器。

- 3 再将注射器接在管路的Luer塞接头上。
- 4 为观察流通池中是否有气泡，可将其从分光光度计的池架上取出。如果流通池中还有气泡，并很难除去时，抬高管子的出口端，用水冲洗。

打开装有硫酸的安瓿

- 5 拿出装有0.01N硫酸的安瓿，确保安瓿上部将要切掉的部分没有液体。如上部有液体，可先将安瓿倒置，使上端完全充满液体，然后慢慢翻转，在上面的液体就会流下来。
- 6 打开安瓿，把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。

取9 ml 硫酸通过  
流通池。

- 7 从盛水的烧杯中取出入口管，用滤纸擦干管口液体。
- 8 将管路的入口放在安瓿内，用注射器吸取9ml 0.01N硫酸通过流通池。
- 9 确定流通池在池架上，且拉杆已锁定（向下）。

开始空白测试

- 10 在空白测定开始之前，先作好空白测定后立即进行样品测定的准备。

小心

空白测定后，您只有4分钟进行样品测定。如果4分钟过去了，您就得重新进行空白测定。

- 11 选择OK，开始空白测定。

## 分光光度计性能验证 重铬酸钾溶液测试

### 重铬酸钾测定

#### 打开装有重铬酸钾溶液的安瓿

- 1 打开含重铬酸钾0.01N硫酸溶液的安瓿。把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。

#### 取9 ml 样品通过流通池

- 2 持管路的入口端，用滤纸擦干上面的液体。在管子内部形成1mm到10mm的空气栓，以防止将其放入安瓿时污染标样。
- 3 将管子的入口放在安瓿里，用注射器吸9ml样品。

#### 开始测量

- 4 选择OK，用软件开始测定。

#### 取3-5 ml 水通过流通池

- 5 测定结束时，从安瓿中取出进口管，用滤纸擦干管口液体。
- 6 将进口管放进盛水的烧杯中，吸3 - 5ml水冲洗管路。

#### 排空注射器

- 7 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子排空而使流通池中出气泡。在废液瓶中放空注射器。

#### 重新连接注射器

- 8 再将注射器接管路上的Luer塞接头。

如果这是您测试安排中的最后一项测试，请清洗流通池，参见60页上的“在您保存流通池和管路之前”。

分光光度计性能验证  
氧化钬溶液测试

---

## 氧化钬溶液测试

本标样使用水相的流通池和管路（白色接头）。废液的处理应遵照当地的安全规章。

---

### 警告

打开安瓿时应戴眼镜和手套，以防碎玻璃迸出。注意安瓿和包装材料上的警告符号和标签，按要求操作。

---

### 小心

在空白测定和样品测定中间，不要从池架上取出流通池，以免导致得出错误的结果。

## 空白测定

提示：

验证测试：波长准确度

用水冲洗流通池或比色槽，加入10%高氯酸进行空白测定。

按以下步骤操作：

取15 ml 水通过  
流通池。

1 将管子的入口放入盛水的烧杯中，用注射器吸15ml水进入流通池。

排空注射器。

2 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子放空而使流通池中出现气泡。在废液瓶中放空注射器。

## 分光光度计性能验证 氧化钛溶液测试

*重新连接注射器。*

- 3 再将注射器接在管路的Luer塞接头上。
- 4 为观察流通池中是否有气泡，可将其从分光光度计的池架上取出。如果流通池中还有气泡，并很难除去时，抬高管子的出口端，用水冲洗。

*取 9 ml 10%高氯酸  
通过流通池*

- 5 拿出装有10%高氯酸的安瓿。确保安瓿上部将要切掉的部分没有液体。如上部有液体，可先将安瓿倒置，使上端完全充满液体，然后慢慢翻转，在上面的液体就会流下来。
- 6 打开安瓿，把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。
- 7 将管路的入口放在安瓿内，用注射器吸取9ml 10%高氯酸通过流通池。
- 8 确定流通池在池架上，且拉杆已锁定（向下）。

*开始空白测试*

- 9 选择OK，开始空白测定。

## 氧化钛溶液测定

*打开装有氧化钛  
溶液的安瓿*

- 1 拿出含有氧化钛的10%高氯酸溶液的安瓿。确保安瓿上部将要切掉的部分没有液体。若上部有液体，可先将安瓿倒置，使上端完全充满液体，然后慢慢翻转，在上面的液体就会流下来。
- 2 打开安瓿。把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。

## 分光光度计性能验证 氧化钛溶液测试

### 取 9 ml 样品通过 流通池

- 3 持管路的入口端，用滤纸擦干上面的液体。在管子内部形成1mm到10mm的空气栓，以防止将其放入安瓿时污染标样。
- 4 将管子的入口放在安瓿里，用注射器吸9ml样品。

### 开始测量

- 5 选择OK，用软件开始测定。

### 取 3-5 ml 水通过 流通池

- 6 测定结束时，从安瓿中取出进口管，用滤纸擦干管口液体。
- 7 将进口管放进盛水的烧杯中，吸3 ~ 5ml水冲洗管路。

### 排空注射器

- 8 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子排空而使流通池中出气泡。在废液瓶中放空注射器。

### 重新连接注射器

- 9 再将注射器接管路上的Luer塞接头。

如果这是您测试安排中的最后一项测试，请清洗流通池，参见60页上的“在您保存流通池和管路之前”。

分光光度计性能验证  
亚硝酸钠散射光测试

## 亚硝酸钠散射光测试

本标样使用水相的流通池和管路（白色接头）。废液的处理应遵照当地的安全规章。

### 警告

打开安瓿时应戴眼镜和手套，以防碎玻璃迸出。注意安瓿和包装材料上的警告符号和标签，按要求操作。

### 小心

在空白测定和样品测定中间，不要从池架上取出流通池，以免导致得出错误的结果。

## 空白测定

提示：

验证测试3： 散射光

流通池或比色槽，加水进行空白测定。

按以下步骤操作：

取20 ml 水通过  
流通池。

排空注射器。

- 1 将管子的入口放入盛水的烧杯中，用注射器吸20ml水进入流通池。
- 2 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子放空而使流通池中出现气泡。在废液瓶中放空注射器。

## 分光光度计性能验证 亚硝酸钠散射光测试

重新连接注射器。

- 3 再将注射器接在管路的Luer塞接头上。
- 4 为观察流通池中是否有气泡，可将其从分光光度计的池架上取出。如果流通池中还有气泡，并很难除去时，抬高管子的出口端，用水冲洗。
- 5 确定流通池在池架上，且拉杆已锁定（向下）。

开始空白测试

- 6 选择OK，开始空白测定。

## 亚硝酸钠测定

打开装有散射光标样的安瓿

- 1 选出装有亚硝酸钠水溶液的安瓿。
- 2 确保安瓿上部将要切掉的部分没有液体。若上部有液体，可先将安瓿倒置，使上端完全充满液体，然后慢慢翻转，在上面的液体就会流下来。
- 3 打开安瓿。把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。

取9 ml 样品通过  
流通池

- 4 持管路的入口端，用滤纸擦干上面的液体。在管子内部形成1mm到10mm的空气栓，以防止将其放入安瓿时污染标样。
- 5 将管子的入口放在安瓿里，用注射器吸9ml样品。

开始测量

- 6 选择OK，用软件开始测定。

## 分光光度计性能验证 亚硝酸钠散射光测试

取 3-5 ml 水通过  
流通池

- 7 测定结束时，从安瓿中取进出口管，用滤纸擦干管口液体。
- 8 将进口管放进盛水的烧杯中，吸3 ~ 5ml水冲洗管路。

排空注射器

- 9 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子排空而使流通池中出气泡。在废液瓶中放空注射器。

重新连接注射器

- 10 再将注射器接管路上的Luer塞接头。

如果这是您测试安排中的最后一项测试，请清洗流通池，参见60页上的“在您保存流通池和管路之前”。

## 分光光度计性能验证 碘化钠散射光测试

### 碘化钠散射光测试

本标样使用水相的流通池和管路（白色接头）。废液的处理应遵照当地的安全规章。

#### 警告

打开安瓿时应戴眼镜和手套，以防碎玻璃迸出。注意安瓿和包装材料上的警告符号和标签，按要求操作。

#### 小心

在空白测定和样品测定中间，不要从池架上取出流通池，以免导致得出错误的结果。

### 空白测定

提示：

验证测试3： 散射光

流通池或比色槽，加水进行空白测定。

按以下步骤操作：

取20 ml 水通过  
流通池。

排空注射器。

- 1 将管子的入口放入盛水的烧杯中，用注射器吸20ml水进入流通池。
- 2 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子放空而使流通池中出现气泡。在废液瓶中放空注射器。

## 分光光度计性能验证 碘化钠散射光测试

重新连接注射器。

- 3 再将注射器接在管路的Luer塞接头上。
- 4 为观察流通池中是否有气泡，可将其从分光光度计的池架上取出。如果流通池中还有气泡，并很难除去时，抬高管子的出口端，用水冲洗。
- 5 确定流通池在池架上，且拉杆已锁定（向下）。

开始空白测试

- 6 选择OK，开始空白测定。

## 碘化钠测定

打开装有散射光标样的安瓿

- 1 选出装有碘化钠水溶液的安瓿。
- 2 确保安瓿上部将要切掉的部分没有液体。若上部有液体，可先将安瓿倒置，使上端完全充满液体，然后慢慢翻转，在上面的液体就会流下来。
- 3 打开安瓿。把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。

取9 ml 样品通过流通池

- 4 持管路的入口端，用滤纸擦干上面的液体。在管子内部形成1mm到10mm的空气栓，以防止将其放入安瓿时污染标样。
- 5 将管子的入口放在安瓿里，用注射器吸9ml样品。

开始测量

- 6 选择OK，用软件开始测定。

## 分光光度计性能验证 碘化钠散射光测试

取 3-5 ml 水通过  
流通池

- 7 测定结束时，从安瓿中取进出口管，用滤纸擦干管口液体。
- 8 将进口管放进盛水的烧杯中，吸3 ~ 5ml水冲洗管路。

排空注射器

- 9 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子排空而使流通池中出气泡。在废液瓶中放空注射器。

重新连接注射器

- 10 再将注射器接管路上的Luer塞接头。

如果这是您测试安排中的最后一项测试，请清洗流通池，参见60页上的“在您保存流通池和管路之前”。

分光光度计性能验证  
氯化钾散射光测试

---

## 氯化钾散射光测试

本标样使用水相的流通池和管路（白色接头）。废液的处理应遵照当地的安全规章。

---

### 警告

打开安瓿时应戴眼镜和手套，以防碎玻璃迸出。注意安瓿和包装材料上的警告符号和标签，按要求操作。

---

### 小心

在空白测定和样品测定中间，不要从池架上取出流通池，以免导致得出错误的结果。

## 空白测定

提示：

验证测试3： 散射光

流通池或比色槽，加水进行空白测定。

按以下步骤操作：

取20 ml 水通过  
流通池。

排空注射器。

- 1 将管子的入口放入盛水的烧杯中，用注射器吸20ml水进入流通池。
- 2 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子放空而使流通池中出现气泡。在废液瓶中放空注射器。

## 分光光度计性能验证 氯化钾散射光测试

重新连接注射器。

- 3 再将注射器接在管路的Luer塞接头上。
- 4 为观察流通池中是否有气泡，可将其从分光光度计的池架上取出。如果流通池中还有气泡，并很难除去时，抬高管子的出口端，用水冲洗。
- 5 确定流通池在池架上，且拉杆已锁定（向下）。

开始空白测试

- 6 选择OK，开始空白测定。

## 氯化钾测定

打开装有散射光标样的安瓿

- 1 选出装有氯化钾水溶液的安瓿。确保安瓿上部将要切掉的部分没有液体。若上部有液体，可先将安瓿倒置，使上端完全充满液体，然后慢慢翻转，在上面的液体就会流下来。
- 2 打开安瓿。把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。

取9 ml 样品通过流通池

- 3 持管路的入口端，用滤纸擦干上面的液体。在管子内部形成1mm到10mm的空气栓，以防止将其放入安瓿时污染标样。
- 4 将管子的入口放在安瓿里，用注射器吸9ml样品。

开始测量

- 5 选择OK，用软件开始测定。

分光光度计性能验证  
氯化钾散射光测试

取 3-5 ml 水通过  
流通池

- 6 测定结束时，从安瓿中取进出口管，用滤纸擦干管口液体。
- 7 将进口管放进盛水的烧杯中，吸3 ~ 5ml水冲洗管路。

排空注射器

- 8 管子的进口端留在盛水的烧杯中，从注射器上断开Luer塞接头，确保管子和入口在同一水平上，防止管子排空而使流通池中出气泡。在废液瓶中放空注射器。

重新连接注射器

- 9 再将注射器接管路上的Luer塞接头。

如果这是您测试安排中的最后一项测试，请清洗流通池，参见60页上的“在您保存流通池和管路之前”。

分光光度计性能验证  
甲苯分辨率测试

---

## 甲苯分辨率测试

本标样使用水相的流通池和管路（白色接头）。废液的处理应遵照当地的安全规章。

---

### 警告

打开安瓿时应戴眼镜和手套，以防碎玻璃迸出。注意安瓿和包装材料上的警告符号和标签，按要求操作。

---

### 小心

在空白测定和样品测定中间，不要从池架上取出流通池，以免导致得出错误的结果。

## 空白测定

提示：

清洗样品区，以便进行空白测定。

按以下步骤操作：

*打开装有散射光标样的安瓿*

- 1 选出装有甲苯的安瓿。确保安瓿上部将要切掉的部分没有液体。若上部有液体，可先将安瓿倒置，使上端完全充满液体，然后慢慢翻转，在上面的液体就会流下来。
- 2 打开安瓿。把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。

*取 9 ml 样品通过流通池*

- 3 将管子的入口放在安瓿里，用注射器吸9ml样品。

## 分光光度计性能验证 甲苯分辨率测试

- 4 为观察流通池中有无气泡，可将其从分光光度计的池架上取出。如果流通池中还有气泡，并很难除去时，抬高管子的出口端，用水冲洗。
- 5 空白测定完成之前，不要将入口管移出安瓿，以免空气进入管路。
- 6 确定流通池在池架上，且拉杆已锁定（向下）。

### 开始空白测试

- 7 选择OK，开始空白测定。

## 甲苯测定

### 打开装有甲苯-己烷 的安瓿

- 1 打开装有甲苯溶液的安瓿。把敞开的安瓿放在仪器旁边的烧杯中，防止其倒下。

### 取 9 ml 样品通过 流通池

- 2 持管路的入口端，用滤纸擦干上面的液体。在管子内部形成1mm到10mm的空气栓，以防止将其放入安瓿时污染标样。
- 3 将管子的入口放在安瓿里，用注射器吸9ml样品。

### 开始测量

- 4 选择OK，用软件开始测定。

### 排空注射器

- 5 在废液瓶中放空注射器。
- 6 在保存流通池之前，请清洗流通池，参见60页上的“在您保存流通池和管路之前”。

分光光度计性能验证  
在您保存流通池和管路之前

---

## 在您保存流通池和管路之前

### 保存水相流通池和管路

---

**小心**

本方法不可用于有机相流通池和管路（橙色标记）。

- 1 当您最后一个测试完成后，从烧杯中抽20ml水冲洗流通池。
- 2 将流通池放在一块滤纸上，通过流通池尽量将空气吸入注射器。将流通池倒置，以排干里面的液体。
- 3 如有必要，在废液瓶中放空注射器。重复这一步及前一步3~4次。
- 4 断开注射器Luer塞接头，保存所有部件。

### 保存有机相流通池和管路

---

**小心**

本方法不可用于水相的流通池和管路（白色标记）。

- 1 甲苯溶液测试后，将空气吸入流通池，使其排空。
- 2 打开含有己烷的第二个安瓿，将己烷吸入流通池。
- 3 将流通池放在滤纸上，通过流通池尽量将空气吸入注射器。流通池倒置，以排干里面的液体。
- 4 如果需要，在废液瓶中排空注射器。重复这一步及前几步3~4次。
- 5 断开注射器Luer塞接头，保存所有部件。

分光光度计性能验证  
分光光度计OQ/PV附表


### 分光光度计OQ/PV附表

用附表5记录分光光度计性能验证结果。

附表5

#### 分光光度计型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

		G1103A
		型号#
厂商		
系列#	资产#	系统#

用软件打印您的详细测试结果。下列表格为全部测试结果的总结。

如果哪个测试不适用于您的特殊情况，请您标记n/a。

评注	由...完成
----	--------

分光光度计性能验证  
分光光度计OQ/PV附表

附表6

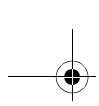
分光光度计测试结果记录

测试#	测试规程	n/a	成功	失败
<b>光度计准确度测试:</b>				
1	重铬酸钾溶液实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2	NIST 930e 光度计准确度实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<b>波长准确度测试:</b>				
3	氧化钬溶液实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4	NIST 2034 氧化钬实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5	氘灯发射线实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<b>散射光测试:</b>				
6	亚硝酸钠散射光实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7	碘化钠散射光实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8	氯化钾散射光实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<b>分辨率散射测试:</b>				
9	甲苯溶液实验	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<b>其他测试:</b>				
10	噪音测试	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
11	基线平稳度测试	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
12	吸光度值稳定性测试	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

测试 以上n/a的原因


评注

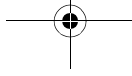
由...完成

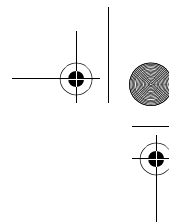


2



## 蠕动泵/自动进样器性能验证

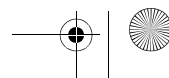




---

## 蠕动泵/自动进样器性能验证

本章包括当使用蠕动泵系统（HP 89068D）或蠕动泵/自动进样器系统（HP 订货号89068 D和 89072A，或89068D和Gilson 221/222/223）时，检查和设定最大许可交叉污染的泵时间的标准操作规程。



蠕动泵/自动进样器性能验证  
蠕动泵/自动进样器泵时间测试

---

## 蠕动泵/自动进样器泵时间测试

### 范围

下列规程描述了在使用 HP 8453 紫外-可见光谱系统的蠕动泵或自动进样器时，怎样测定连续进样之间达到许可的交叉污染所需要的泵时间。

### 测定间隔

应依照以下原则：

- 当您的蠕动泵系统初次安装或再次安装时，及
- 每日测定

### 仪器和软件

本SOP用于由安装了蠕动泵系统（HP 89068D）和普通紫外-可见化学工作站组成的HP 8453 紫外-可见光谱系统。蠕动泵系统可单独使用或与自动进样器配合使用。

### 前提条件

进行本SOP操作，需要：

- 约50ml样品溶液，含0.01mg/ml的咖啡因。这个浓度的咖啡因在205nm的吸光度值为1.4AU，在273nm为0.5AU（也可用其他在您所用的分析波长有吸收的样品代替，样品的吸光度值应在1AU左右），以及
- 100ml配制样品溶液的溶剂。

蠕动泵/自动进样器性能验证  
蠕动泵/自动进样器泵时间测试

### 规程

- 1 蠕动泵系统必须按照说明书正确安装。
- 2 打开HP 8453 紫外—可见分光光度计，应预热至少20分钟再进行测定。
- 3 启动紫外—可见化学工作站软件。
- 4 用工具栏（或用模式菜单）选择验证和诊断模式Verification and Diagnostics Mode。
- 5 在图形用户界面中（或用任务菜单）选择流量测定任务（Flow Test Task）。
- 6 用图形用户界面的进样（Sampling）平台确定系统与蠕动泵附件配置正确。
- 7 选择图形界面中的参数设定（Setup and Parameter）设定蠕动泵的操作参数（或用仪器菜单，设定进样系统（Setup Sampling System）.参数设定（Parameter）），输入参数如下：  
泵时间： 20 s  
泵方向： CW  
等待时间： 3 s  
样品回流： 0 %  
清洗时间： 0 s  
空气分隔： 0 s
- 8 用图形用户界面中的Flow Test窗口中的Setup，设定测试样品所需的波长和要求的纯度水平。
- 9 将蠕动泵导管的末端（或自动进样器针头的末端）插入溶剂瓶中。

## 蠕动泵/自动进样器性能验证

### 蠕动泵/自动进样器泵时间测试

- 10 按图形用户界面中仪器面板上的泵图标，启动泵，冲洗系统约两倍设定的泵时间。再按泵图标关上泵。
- 11 将蠕动泵导管的末端（或自动进样器针头的末端）插入装测试样品的瓶中，用Flow Test窗口中的Run开始测定。测定所需时间为输入泵时间的1.5倍。您可观察到图形显示吸光度对时间的变化曲线，及以秒显示的达到输入纯度%的泵时间。
- 12 如果计算出的泵时间与您开始时输入的时间相差20%以上，则按照第七步输入计算出的泵时间，然后重复9到11步。重复测定，直到得到结果连续在10%或1秒以内，两个值均需在此范围内。

## 验收

当流量测试显示得到的结果连续在10%或1秒以内时，最佳泵时间的设定就已完成。用附表7到附表10，将您的结果记录下来。如果测试失败，参考第67页的“排除故障”。

## 排除故障

如果得不到好的结果：

- 检查流通池里是否有气泡，如果有，轻轻敲打流通池赶出气泡。
- 检查泵的流速，如有必要，更换泵的管路。
- 检查接头处是否吸进了气泡。
- 检查泵的速度，如有必要，更换泵的管路。

蠕动泵/自动进样器性能验证  
蠕动泵/自动进样器OQ/PV附表


### 蠕动泵/自动进样器OQ/PV附表

用附表7和附表8记录蠕动泵/自动进样器性能验证结果。

附表5

#### 蠕动泵型号


本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

	89068C	
	型号#	
厂商		
泵系列#	资产#	系统#

附表6

#### 自动进样器型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

	89072A	
	型号#	
厂商		
自动进样器系列#	资产#	系统#

评注	由...完成
----	--------

蠕动泵/自动进样器性能验证  
蠕动泵/自动进样器OQ/PV附表

附表9和附表10为所有测试的总结。

附表7

蠕动泵测试结果

	设定点	上限	下限	测量值
泵时间				
	成功		失败	

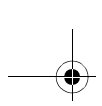
附表8

自动进样器测试结果

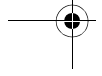
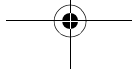
	设定点	上限	下限	测量值
泵时间				
	成功		失败	

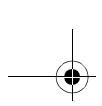
评注

由...完成



蠕动泵/自动进样器性能验证  
蠕动泵/自动进样器OQ/PV附表





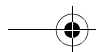
---

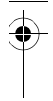
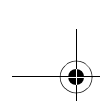
3



---

## 多池传输性能验证

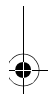




---

## 多池传输性能验证

本章包括多池传输系统（HP订货号 89075D或G1120A）每个位置优化调整和测试的标准操作规程。



## 多池传输性能验证 多池传输重复性测试

### 多池传输重复性测试

#### 范围

下列规程阐述了如何实现 HP 8453 紫外 - 可见光谱系统多池传输附件的优化调节。

#### 测定间隔

应遵循以下原则:

- 当多池传输附件初次安装和再次安装时,
- 多池传输附件维修后,
- 每一个月。

#### 仪器和软件

本SOP用于HP 8453 紫外 - 可见光谱系统, 该系统包括HP 8453 分光光度计, 并安装了多池传输附件 (HP 89075D) 和普通紫外 - 可见化学工作站。多池传输附件使用时代替单流通池架。

#### 前提条件

进行本SOP需要:

- MCT调节工具, 部件号89075 - 23800, 用于多池传输的检查调节。

#### 规程

- 1 多池传输附件必须按照说明书正确安装。
- 2 所有流通池或比色槽应从多池传输附件中取出。

### 多池传输性能验证 多池传输重复性测试

- 3 启动HP 8453 分光光度计，在调节多池传输附件之前至少预热20分钟。
- 4 启动紫外—可见化学工作站软件。用工具栏模式(或用模式菜单)选择验证与诊断模式(Verification and Diagnostics Mode)。
- 5 从图形用户界面任务面板上(或用任务菜单)选择维护任务(Maintenance Task)。
- 6 用仪器/选择进样系统菜单(Instrument/Select Sampling System menu)将进样系统设置为多池传输。
- 7 从图形用户界面任务面板上选择MCT测试/再校准(Test/Recalibration)功能。
- 8 打开多池传输附件上的锁定杆。
- 9 将多池调节工具插入多池传输的2号位置。把多池调节工具上面的指示器指向光源方向。关上锁定杆。进行这一步时，1号位置必须是空的，并且应无任何障碍物妨碍空白测定。
- 10 在多池传输调节测试面板上，只选所有流通池位置中的2号位置。
- 11 开始测定。
- 12 测定完成后，选择重新校正，再重复测定。结果应显示目前的流通池位置已调节到了最佳。
- 13 3、4、5、6、7、8号位置(当安装了G1120A型多池传输是)和1号位置重复8到11步，保证多池  
涓郊 忻扛鑫恢枚嫉玫搅俗累训鹞淞£

### 验收

当多池传输调节测试显示所有的池位都不再需要调整时，即需要调整的圈数低于0.2圈，多池传输附件89075C/D的最佳化调节就完成了。用第77页的附表12记录您的结果。多池传输 G1120A用光度计硬件重新校正，不需进行机械调整。如果测试失败，参考第75页的“排除故障”。

## 多池传输性能验证 多池传输重复性测试

### 排除故障

如果没有得到好的结果:

- 检查进样系统是否与多池传输正确配置。
- 检查多池传输附件是否正确地固定在样品槽上。
- 检查多池传输调节工具是否正确地插入多池传输附件中。
- 对于多池传输附件89075D, 在4号位置上用MCT调节工具完成8到9步, 以确保MCT的调节。用1.5mm六棱改锥(部件号8710—0909), 转动原位传感器开关调节螺丝至推荐的圈数。重复多池传输重复性测试。
- 检查确定多池传输附件没有出故障。
- 与当地惠普公司维修部联系。

多池传输性能验证  
多池传输OQ/PV附表


### 多池传输OQ/PV附表

用附表11记录进行多池传输性能验证的硬件。

附表 9

#### 多池传输型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89075C/D或 G1120A	
	型号 #	
厂商		
MCT系列#	资产 #	系统 #

评注

由...完成

多池传输性能验证  
多池传输OQ/PV附表

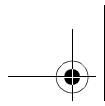
用附表12记录多池传输性能验证结果。

附表 10

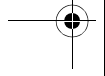
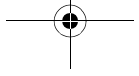
多池传输测试结果 (仅用于89075C/D)

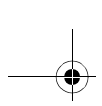
	极限		需要的圈数	
	成功	失败	成功	失败
池 1	成功		失败	
需要的圈数 (仅用于 89075C/D)	< 0.2 圈			
池 2	成功		失败	
需要的圈数 (仅用于 89075C/D)	< 0.2 圈			
池 3	成功		失败	
需要的圈数 (仅用于 89075C/D)	< 0.2 圈			
池 4	成功		失败	
需要的圈数 (仅用于 89075C/D)	< 0.2 圈			
池 5	成功		失败	
需要的圈数 (仅用于 89075C/D)	< 0.2 圈			
池 6	成功		失败	
需要的圈数 (仅用于 89075C/D)	< 0.2 圈			
池 7	成功		失败	
需要的圈数 (仅用于 89075C/D)	< 0.2 圈			
池 8 (仅用于 G1120A)	成功		失败	

评注	由...完成



多池传输性能验证  
多池传输OQ/PV附表





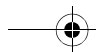
---

# 4



---

## 帕尔帖可控温池架性能验证



---

# 帕尔帖可控温池架性能验证

本章包括采用外加温度测量仪检查帕尔帖可控温池架（定货号89090A）温度准确度的标准操作规程。

## 帕尔帖可控温池架性能验证 帕尔帖可控温池架温度准确度测试

### 帕尔帖可控温池架温度准确度测试

#### 范围

下列规程阐述了在使用HP 8453 紫外—可见光谱系统的帕尔帖可控温池架（定货号89090A）时，如何验证其温度的准确度。

#### 测试间隔

遵循以下原则：

- 帕尔帖可控温池架维修后，以及
- 定期测试，建议每隔6个月一次。

#### 仪器和软件

本SOP用于HP 8453紫外—可见光谱系统，包括HP 8453分光光度计，并安装了帕尔帖可控温池架（HP 89090A）和普通紫外—可见化学工作站。帕尔帖可控温池架代替单个池架。

#### 前提条件

进行本SOP需要：

- 温度传感器支撑工具，部件号89090—84700，用以在帕尔帖可控温池架上固定温度传感器。
- Heraeus QuaT100手握式温度测量仪。
- Heraeus QuaT340外加温度传感器，温度准确度为0.1K。

## 帕尔帖可控温池架性能验证 帕尔帖可控温池架温度准确度测试

### 规程

- 1 帕尔帖可控温池架应按照说明书正确安装。
- 2 用紫外—可见化学工作站的ConfigurationEditor，在系统上设置使用帕尔帖可控温池架，并贮存这一配置。
- 3 启动HP 8453 分光光度计，在对帕尔帖可控温池架温度准确度进行验证之前，至少预热20分钟。
- 4 启动帕尔帖可控温池架，验证温度准确度之前至少预热20分钟。
- 5 打开帕尔帖可控温池架上的锁定杆。
- 6 将QuaT340外加温度传感器插入温度传感器支撑工具，传感器的平面对着工具的中心。
- 7 将温度传感器支撑工具和传感器插入池架。确保与池架完全契合。关闭锁定杆。
- 8 启动紫外—可见化学工作站软件。
- 9 用紫外—可见化学工作站软件中的任务面板，将帕尔帖可控温池架的温度设为15℃。让池架、工具和传感器平衡5分钟。
- 10 根据进样任务面板上的显示，记录流通池的温度。
- 11 根据Heraeus QuaT100温度测量仪上的显示，记录流通池温度。
- 12 再将温度设定在35℃和50℃，重复第9到11步。

### 验收

如果三个温度的两个记录值之差不超过摄氏0.3度，说明帕尔帖可控温池架的验证取得了成功。用第85页的附表14记录您的结果。如果测试失败，请参考第83页的“排除故障”。

## 帕尔帖可控温池架性能验证 帕尔帖可控温池架温度准确度测试

### 排除故障

如果没有得到好的结果:

- 检查帕尔帖可控温池架和外接温度传感器是否安装正确。
- 检查帕尔帖可控温池架是否起动, 温度设定是否合适。
- 检查温度传感器支撑工具和QuaT340外接温度传感器是否正确地安装在帕尔帖可控温池架上。
- 确证Heraeus100/340手握式温度测量仪近期用NIST标准校正过。测量仪随机带有这方面的测试证明。
- 检查确定帕尔帖可控温池架无故障。
- 与当地的惠普公司维修部联系。

帕尔帖可控温池架性能验证  
帕尔帖可控温池架OQ/PV附表


### 帕尔帖可控温池架OQ/PV附表

用附表13记录进行帕尔帖可控温池架性能验证的硬件。

附表11

#### 帕尔帖可控温池架型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89090A	
	型号 #	
厂商		
系列1#	资产 #	系统 #

评注

由...完成

帕尔帖可控温池架性能验证  
帕尔帖可控温池架OQ/PV附表

用附表14记录帕尔帖可控温池架性能验证结果。

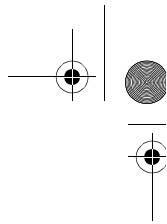
附表12

帕尔帖可控温池架测量结果

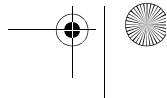
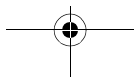
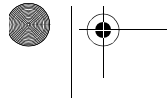
温度	最大偏差 QuaT + 池架	测量值		OK	
15 °C	$0.1 + 0.3 = 0.4^{\circ}\text{C}$				
35 °Ct	$0.1 + 0.2 = 0.3^{\circ}\text{C}$				
50 °C	$0.1 + 0.3 = 0.4^{\circ}\text{C}$				
	成功		失败		

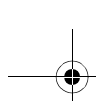
评注

由...完成



帕尔帖可控温池架性能验证  
帕尔帖可控温池架OQ/PV附表





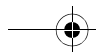
---

5



---

## 软件性能验证



---

# 软件性能验证

本章包括软件性能再验证的标准操作规程:

- 普通扫描软件
- 高级软件
- 生化分析软件

溶出度测试软件的验证规程在第107页的“溶出度测试系统性能验证”中叙述。

软件性能验证  
**HP**化学工作站普通扫描软件再验证

---

## HP化学工作站普通扫描软件再验证

### 范围

以下方法阐述了如何对HP 8453 紫外—可见光谱系统计算机上的HP化学工作站普通扫描软件进行验证。

### 验证间隔

遇如下情况时，按规程验证。

- 软件初次或再次安装
- 软件升级为新的版本
- 软件或系统出现故障后

### 仪器和软件

- 本SOP适用于包括HP 8453 分光光度计和HP化学工作站普通扫描软件（订货号G1115AA）的HP 8453 紫外—可见光谱系统。
- 普通扫描软件的光盘。
- 与系统联接的打印机。

### 规程

- 1 启动 Windows。
- 2 通过激活HP 紫外—可见化学工作站组中的Instrument# Online图标启动紫外—可见化学工作站软件，#代表您在配置过程中选择的仪器号。
- 3 在磁盘驱动器中插入光盘。

### 软件性能验证

#### HP化学工作站普通扫描软件再验证

- 4 在文件菜单下的support\uv\sops\data子目录下，调用svalid.sd数据文件中样品数据。

#### 固定波长任务

- 5 用文件菜单，或工具栏中的调用方法（Load Method）图标，调用软盘上support\uv\sops\8453子目录下的fvalid.m方法文件。
- 6 用文件菜单或工具栏中的打印机图标打印报告。
- 7 将打印出的报告与91页上的报告“样本A：普通扫描软件验证结果—固定波长”进行比较。除操作者、报告日期和时间不同外，两份报告应该是一致的。

#### 光谱/峰任务

- 8 用文件菜单，或工具栏中的调用方法（Load Method）图标，调用软盘上support\uv\sops\8453子目录下的svalid.m方法文件。
- 9 用文件菜单或工具栏中的打印机图标打印报告。
- 10 将打印出的报告与92页上的报告“样本B：普通扫描软件验证结果—光谱/峰”进行比较。除操作者、报告日期和时间不同外，两份报告应该是一致的。

#### 比率/公式任务

- 11 用文件菜单，或工具栏中的调用方法（Load Method）图标，调用软盘上support\uv\sops\8453子目录下的rvalid.m方法文件。
- 12 用文件菜单或工具栏中的打印机图标打印报告。
- 13 将打印出的报告与92页上的报告“样本C：普通扫描软件验证结果—比率/公式”进行比较。除操作者、报告日期和时间不同外，两份报告应该是一致的。

## 软件性能验证

### HP化学工作站普通扫描软件再验证

#### 定量任务

- 14 用文件菜单，或工具栏中的调用方法（Load Method）图标，调用软盘上support\uv\sops\8453子目录下的qvalid.m方法文件。
- 15 用文件菜单或工具栏中的打印机图标打印报告。
- 16 将打印出的报告与93页上的报告“样本D：普通扫描软件验证结果—定量”进行比较。除操作者、报告日期和时间不同外，两份报告应该是一致的。

#### 验收

检查打印报告中的结果，应与91页上的“样本A：普通扫描软件验证结果—固定波长”到93页上的“样本D：普通扫描软件验证结果—定量”相一致。用第95页的附表16记录结果。如果测试失败，请参考第91页的“排除故障”。

#### 排除故障

如果结果不符，重新安装软件，再重复进行再验证。如果结果还是不一致，请与惠普联系。

#### 样本A：普通扫描软件验证结果—固定波长

```
Method file : FVALID.M      Last update: Date 05/15/95 Time 14:30:49
Information : Fixed Wavelengths task validation method
Data File   : D:\SUPPORT\UV\SOPS\DATA\SVALID.SD
Created     : 7-Jun-93 10:36:22
```

Overlaid Spectra:

[Spectral Graphic]

#	Name	Abs<300nm>
1	300_40	1.00080
2	300_40+offset	1.04980
3	300_40+scatter	1.16190

Report generated by : HP      Signature: .....

\*\*\* End Fixed Wavelength Report \*\*\*

软件性能验证

HP化学工作站普通扫描软件再验证

样本B: 普通扫描软件验证结果—光谱/峰

Method file : SVALID.M Last update: Date 05/15/95 Time 14:29:00  
 Information : Spectrum/Peaks task validation method  
 Data File : D:\SUPPORT\UV\SOPS\DATA\SVALID.SD  
 Created : 7-Jun-93 10:36:22  
 Overlaid Spectra:

[Spectral Graphic]

#	Name	Peaks (nm)	d1 (Abs) (AU)	Valleys (nm)	d1 (Abs) (AU)
1	300_40	280.0	3.0390E-2	320.0	-3.0226E-2
2	300_40+offset	280.0	3.0396E-2	320.0	-3.0307E-2
3	300_40+scatter	280.0	2.7231E-2	320.0	-3.2040E-2

Report generated by : HP Signature: .....

\*\*\* End Spectrum/Peak Report \*\*\*

样本C: 普通扫描软件验证结果—比率/公式

Method file : RVALID.M Last update: Date 05/15/95 Time 14:26:45  
 Information : Ratio/Equation task validation method  
 Data File : D:\SUPPORT\UV\SOPS\DATA\SVALID.SD  
 Created : 7-Jun-93 10:36:22  
 Overlaid Spectra:

[Spectral Graphic]

Equation : Ratio = WL1/WL2  
 Where : WL1 = Abs(252nm), WL2 = Abs(300nm), Wt = Weight, V = Volume

#	Name	Dilut. Factor	Weight	Volume	Ratio	Abs<252nm>	Abs<300nm>
1	300_40	1.00000	10.00000	1.00000	5.7114E-2	5.7159E-2	1.00080
2	300_40+offset	1.00000	5.00000	1.00000	0.10123	0.10628	1.04980
3	300_40+scatter	1.00000	1.00000	1.00000	0.32712	0.38009	1.16190

Report generated by : HP Signature: .....

\*\*\* End Ratio/Equation Report \*\*\*

软件性能验证  
HP化学工作站普通扫描软件再验证

样本D: 普通扫描软件验证结果一定量

Method file : QVALID.M Last update: Date 05/15/95 Time 14:24:40  
Information : Quantification task validation method  
Data File : D:\SUPPORT\UV\SOPS\DATA\SVALID.SD  
Created : 7-Jun-93 10:36:22  
Overlaid Sample Spectra

[Spectra Graphic]

Analyte name : 300\_40  
Calibration equation: Conc. = -32.48500 A \* d2(Abs)  
Calibrated at : Date 05/15/95 Time 14:24:40 Operator: Tony Owen

#	Name	Dilut. Factor	300_40 (A)	d2 (Abs) <300nm>
1	300_40	1.00000	7.9399E-2	-2.4442E-3
2	300_40+offset	1.00000	8.0633E-2	-2.4822E-3
3	300_40+scatter	1.00000	8.0937E-2	-2.4915E-3

Report generated by : HP Signature: .....

\*\*\* End Quantification Report \*\*\*

软件性能验证  
普通扫描软件OQ/PV附表

普通扫描软件OQ/PV附表

附表13

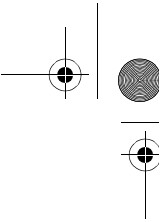
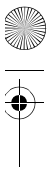
软件版本说明

本章记录了用下列HP化学工作站软件版本（在指定的操作系统下运行）进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>		G1115AA
		产品#
厂商		
普通扫描软件		
HP 化学工作站软件组件		
许可证 #	版本 #	
操作系统		
版本#		

评注

由...完成



软件性能验证  
普通扫描软件**OO/PV**附表

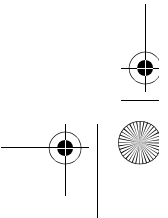
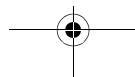
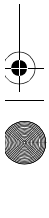
附表14

普通扫描软件

测试类型	标准	报告OK?		
固定波长	标本 A	<input type="checkbox"/>		
光谱/峰	标本 B	<input type="checkbox"/>		
比率/公式	标本 C	<input type="checkbox"/>		
定量	标本 D	<input type="checkbox"/>		
	成功	<input type="checkbox"/>	失败	<input type="checkbox"/>



<input type="text"/>	<input type="text"/>
评注	由...完成



软件性能验证  
**HP**化学工作站高级软件再验证

---

## HP化学工作站高级软件再验证

### 范围

以下方法阐述了如何对HP 8453 紫外—可见光谱系统计算机上的HP化学工作站高级软件进行验证。

### 验证间隔

遇如下情况时，按规程验证。

- 软件初次或再次安装
- 软件升级为新的版本
- 软件或系统出现故障后

### 仪器和软件

- 本SOP适用于包括HP 8453 分光光度计和HP化学工作站高级软件（订货号 G1116AA）的HP 8453 紫外—可见光谱系统。
- 高级软件的光盘。
- 与系统联接的打印机。

### 验证规程

- 1 启动 Windows。
- 2 通过激活HP 紫外—可见化学工作站组中的Instrument# Online图标启动紫外—可见化学工作站软件，#代表您在配置过程中选择的仪器号。
- 3 在磁盘驱动器中插入光盘。

## 软件性能验证

### HP化学工作站高级软件再验证

- 4 用模式菜单选择高级模式（或用工具栏中的模式框）。
- 5 用文件菜单中的调用自动化表格（Load Automation Table），调用光盘中的support\uv\sops\8453子目录下的avalid.a自动制表文件。
- 6 从Automation菜单下选择 Run Automation。
- 7 自动化完成后，信息栏中出现完成信息，并打印出两份报告。

## 验收

检查打印报告中的结果，应与98页上的“样本A：高级软件验证结果—报告1”和99页上的“样本B：高级软件验证结果—报告2”相一致。用第100页的附表18记录结果。

## 排除故障

如果结果不符，重新安装软件，再重复进行再验证。如果结果还是不一致，请与惠普联系。

软件性能验证  
**HP**化学工作站高级软件再验证

样本A: 高级软件验证结果—报告1

\*\*\* Results Report \*\*\*

Method file  
 AGVALID.M  
 Number of Samples 3  
 Operator HP

Results Summary

Sample Name	Analyte	Method	WL Result	Value	Std.Dev.	Unit
300_40	Result	Equation 1	3.6059E-3	100.00000	***	AU
		Equation 2	2.0701E-4	100.00000	***	AU
		Equation 3	3.6059E-3	100.00000	***	AU
		Equation 4	2.0747E-4	100.00000	***	AU
300_40+offset	Result	Equation 1	3.5815E-3	100.00000	***	AU
		Equation 2	1.9839E-4	100.00000	***	AU
		Equation 3	3.5815E-3	100.00000	***	AU
		Equation 4	1.9954E-4	100.00000	***	AU
300_40+scatter	Result	Equation 1	3.5945E-3	100.00000	***	AU
		Equation 2	2.0606E-4	100.00000	***	AU
		Equation 3	3.5945E-3	100.00000	***	AU
		Equation 4	2.0688E-4	100.00000	***	AU

\*\*\* End Results Report \*\*\*

软件性能验证  
**HP**化学工作站高级软件再验证

**样本B: 高级软件验证结果—报告2**

```

*** Results Report ***
Method file
  AQVALID.M
  Number of Samples      2
  Operator                HP
-----
Results Summary
-----
Sample Name      Analyte      Method      WL Result      Value      Std.Dev.      Unit
-----
Mixture          300_40      MCA          ***            1.00030    8.2514E-5     A
                300_40      MCA 1       ***            1.00030    8.2692E-5     A
                300_40      SCA 2 1.00010 1.00040    1.3524E-4     A
                300_40      SCA 3 1.00010 1.00030    7.2487E-5     A
                600_80      MCA          ***            1.00020    5.8871E-5     A
                600_80      MCA 1       ***            1.00030    5.9013E-5     A
Mixture+offset  300_40      MCA          ***            1.00030    8.3452E-5     A
                300_40      MCA 1       ***            1.00040    8.3408E-5     A
                300_40      SCA 2          0.99979    1.00010    1.3522E-4     A
                300_40      SCA 3          0.99979    1.00010    7.2477E-5     A
                600_80      MCA          ***            1.00030    5.9540E-5     A
                600_80      MCA 1       ***            1.00030    5.9524E-5     A
-----
*** End Results Report ***
-----

```

软件性能验证  
高级软件OQ/PV附表

高级软件OQ/PV附表

附表15

软件版本说明

本章记录了用下列HP化学工作站软件版本（在指定的操作系统下运行）进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>		G1116AA
		产品 #
厂商		
高级软件		
HP 化学工作站软件组件		
许可证 #	版本 #	
操作系统		
版本 #		

附表16

高级化学工作站软件

测试类型	标准	报告 OK?	
报告 1	样本 A		
报告 2	样本 B		
	成功		失败

评注	由...完成

软件性能验证  
**HP**化学工作站生化分析软件再验证

---

## HP化学工作站生化分析软件再验证

### 范围

以下方法阐述了如何对HP 8453 紫外—可见光谱系统计算机上的HP化学工作站生化分析软件进行验证。

### 验证间隔

遇如下情况时，按规程验证。

- 软件初次或再次安装
- 软件升级为新的版本
- 软件或系统出现故障后

### 仪器和软件

- 本SOP适用于包括HP 8453 分光光度计和HP化学工作站生化分析软件（订货号G1116AA）的HP 8453 紫外—可见光谱系统。
- 生化分析软件的光盘。
- 与系统联接的打印机。

### 验证规程

- 1 启动 Windows。
- 2 启动HP化学工作站软件。
- 3 在磁盘驱动器中插入光盘。

## 软件性能验证

### HP化学工作站生化分析软件再验证

#### 动力学模式

- 4 用图形面板中模式选择框选择动力学模式（或用模式菜单）
- 5 在仪器面板或仪器菜单中选择进样系统Multicell。
- 6 用文件菜单下的调用数据（Load Data）命令，调用附盘\support\8453子目录下的kinvalid.kd文件。结果将自动计算。
- 7 用工具栏中的打印报告（Print Report）图标打印报告（或用文件菜单下Print Report）。

#### 热变性模式

- 8 用图形面板中模式选择框选择热变性模式（或用模式菜单）
- 9 用工具栏中的调用方法（Load Method）图标，调用附盘support\uv\support\8453子目录下的tdvalid.m文件（或用文件菜单下的Load Method）。
- 10 用文件菜单下的调用数据（Load Data）命令，调用附盘support\uv\support\8453子目录下的tdvalid.sd文件。结果将自动计算。
- 11 用工具栏中的打印报告（Print Report）图标打印报告（或用文件菜单下Print Report）。

## 验收

检查打印报告中的结果，应与103页上的“样本A：生化分析软件验证结果—动力学”和103页上的“样本B：生化分析软件验证结果—热变性”相一致。用第105页的附表20记录结果。

## 排除故障

如果结果不符，重新安装软件，再重复进行再验证。如果结果还是不一致，请与惠普联系。

软件性能验证  
HP化学工作站生化分析软件再验证

样本A: 生化分析软件验证结果—动力学

```

*** Results Report ***
Method file : <untitled>
Information : Default Method of Kinetics Mode
Data File   : D:SUPPORT\UV\SOPS\DATA\KINVALID.KD
Created     : 1/9/95 16:31:54
Used Wavelength : 400 nm
Background correction : subtract average over range from 550 nm to
                      570 nm
Run Time    : 2500.0 s
Start Time  : 0.0 s
Cycle Time  : 125.0 s
Time Trace  : [Graphic Time traces]
Used cell layout:          S S S - - - -
Rate Calculation Type : First order
Calculation Time Range : 0 s to Run Time
Cell #   Name      Factor   Rate(1/s)   Std.Dev   Comment
-----
1       Trace 1    1.0000    1.2743E-3   2.0051E-5
2       Trace 2    1.0000    1.2399E-3   5.8056E-6
3       Trace 3    1.0000    1.2529E-3   5.1011E-6
Report generated by : HP          Signature: .....
*** End Kinetics Results Report ***

```

样本B: 生化分析软件验证结果—热变性

```

*** Results Report ***
Sample Information
Operator      : cg
Sample Name   : DNA
Solvent       : Citrate buffer
Molarity      : 0.0015 mol/l
DNA Length    : ---
File          : TDVALID.TD      Created : 1/24/95 9:45:06
Comment       : 0.01 ml Sample diluted to 1ml
Acquisition Parameters
Instrument     : OFFLINE
Acquisition range : 190 to 1100 nm
Integration Time : 0.5 s
Idle Temperature : 45.0 °C
Used Sensor    : External Sensor
Ramping Speed  : Fast
Stirrer Status : Off

```

软件性能验证  
**HP**化学工作站生化分析软件再验证

Autosave File : dna.td

Temperature Ramp

No.	Start	Stop	Increment	Hold Time
1	45.0 °C	62.0 °C	1.0 °C	1.00 min
2	62.0 °C	77.0 °C	0.5 °C	1.00 min
3	77.0 °C	85.0 °C	1.0 °C	0.50 min
4	85.0 °C	77.0 °C	-1.0 °C	0.50 min
5	77.0 °C	62.0 °C	-0.5 °C	1.00 min
6	62.0 °C	45.0 °C	-1.0 °C	1.00 min

Calculation Parameters

Used Wavelength : 260 nm

Background Correction : Single reference wavelength at 320 nm

Calculation Method : Derivative

Filterlength : 55

Sensitivity : ---

%GC : 2.44\*(TM-81.5-16.66\*log(M))

Volume Correction : ---

Whole Temperature Absorbance Trace  
 [Graphic Whole Temperature Absorbance Trace]

Interpolated Heating Trace 1  
 [Graphic Interpolated Heating Trace 1]

Derivative of Heating Trace 1  
 [Graphic First Derivative of Heating Trace 1]

Results of Heating Trace 1

Operator : HP

Sample Name : DNA

SolventName : Citrate buffer

Molarity (M) : 0.0015 mol/l

DNA Length (K) : ---

Date : 1/24/95

Time : 9:45:06

Calculation Range : From 44.3 °C to 82.9 °C

Delta Absorbance : 42.25 %

Delta Temperature : From 50.2 °C to 73.3 °C

Melting Temperature (1): 58.90 °C

%GC (1) : 59.65 %

Report generated by : HP Signature: .....

\*\*\* End Thermal Denat. Results \*\*\*

软件性能验证  
生化分析软件OQ/PV附表

生化分析软件OQ/PV附表

附表17

软件版本说明

本章记录了用下列HP化学工作站软件版本（在指定的操作系统下运行）进行的OQ/PV测试。

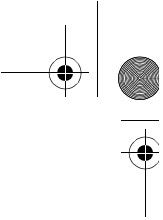
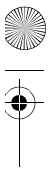
 <b>HEWLETT® PACKARD</b>		G1117AA
		产品 #
厂商		
生化分析软件		
HP 化学工作站软件组件		
许可证 #	版本 #	
操作系统		
版本 #		

附表18

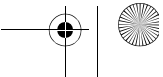
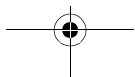
生化分析软件

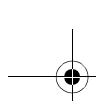
测试类型	标准	报告 OK?	
动力学	样本 A		
热力学	样本 B		
	成功	失败	

评注	由...完成



软件性能验证  
生化分析软件OQ/PV附表





---

# 6



---

## 溶出度测试系统性能验证

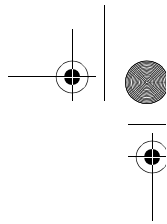


---

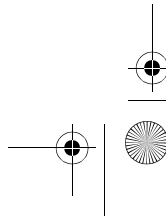
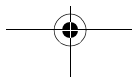
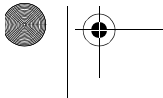
## 溶出度测试系统性能验证

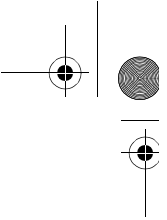
本章分为下列几节:

- 第110页的“脱机进样系统溶出度测试性能验证”，
- 第120页的“联机进样系统溶出度测试性能验证”，
- 第180页的“溶出度测试软件性能验证”，以及
- 第190页的“池驱动器DDE接口性能验证”。



# 溶出度测试系统性能验证

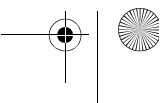
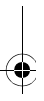
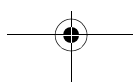
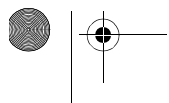
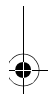




---

## 脱机进样系统溶出度测试性能验证

本节简要介绍如何在不同的脱机进样系统进行溶出度测试性能验证的规程。



## 溶出度测试系统性能验证 脱机进样系统性能验证

### 脱机进样系统性能验证

#### 范围

下列规程介绍如何在HP 8453紫外-可见分光系统的脱机进样系统上进行性能验证。

#### 测试间隔

应依照以下原则:

- 当你首次安装溶出度测试进样系统时,
- 定期测试, 最小间隔为6个月, 以及
- 当你改变或更换了溶出度测试进样系统的任何软件或硬件时。

#### 仪器和软件

本SOP用于HP 8453紫外-可见光谱系统, 包括HP 8453分光光度计、蠕动泵/自动进样器进样系统 (订货号为用于HP 89072A的 89068D, 或者用于 Gilson 221 或 Gilson 222的 89068D)、HP化学工作站普通软件 (订货号 G1115AA) 以及HP 化学工作站溶出度测试软件 (订货号 G1118AA)。

#### 前提条件

根据不同的药典, 不同的测试需要不同的环境温度条件。符合本手册测试的所有指标的环境温度范围是20-21℃。

进行 SOP 需要:

- OQ/PV 标样 (1), (2)*
- OQ/PV 标样 (1)和 (2), 部件号分别为 5063-6503 和 5063-6521,

溶出度测试系统性能验证  
脱机进样系统性能验证

*50 ml 蒸馏水和 50 ml  
咖啡因/水样品*

- 约 50-ml 蒸馏水，HPLC 级，
- 约 50-ml 咖啡因/蒸馏水的混合液，HPLC 级 (部件号 5063-6524，50 ml)。  
也可以在你指定的分析波长处产生吸光的其他样品代替。该样品的吸光度约为 1 AU。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的脱机进样系统

### 准备用于测试的脱机进样系统

本节介绍进行性能验证的脱机进样系统的不同准备步骤。

#### 准备分光光度计和蠕动泵/自动进样器系统

**注意** 各硬件的验证应在安装脱机进样系统时，或在更换/修理硬件时进行。

**注意** 对于已存在或未改变的系統，从OQ/PV第二章“分光光度计性能验证”开始。

*分光光度计和蠕动泵/自动进样器系统的性能验证* 在蠕动泵/自动进样器系统性能验证之前，必须验证 HP 8453 分光光度计和蠕动泵/自动进样器系统。

参考第二章“分光光度计性能验证”，进行分光光度计性能验证。

参考第三章“蠕动泵/自动进样器系统性能验证”，在蠕动泵/自动进样器系统上进行流量测试。

**注意** 本规程对脱机进样系统任何其他硬件的性能不进行验证。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的脱机进样系统

### 准备脱机进样系统

#### 更新泵的管线

- 1 更换新的泵管线 (内径2.06 mm 的泵管线部件号 5041-2166 )。

### 清洗脱机溶出度测试系统的流通池和管线

在每次进行验证之前应进行下列步骤，以确保流通池的清洁，并没有任何气泡。

#### 取 50 ml 池钝化清洗液通过流通池。

- 1 每个池至少准备50 ml 5% 池钝化清洗液 (部件号 5062-8529)。
- 2 将管线/针头插入装有 5% 池钝化清洗液的烧杯中，取 50 ml 池钝化清洗液通过每个流通池。

#### 注意

由于溶液含有清洗剂，你可以观察到大量气泡通过流通池。

#### 取100 ml 水通过流通池

- 3 将管线/针头插入装有水的烧杯中，取 100 ml 水通过流通池。

#### 注意

在进行性能验证之前，管线必须充满蒸馏水。

溶出度测试系统性能验证  
脱机进样系统性能验证规程

## 脱机进样系统性能验证规程

### 规程 I

- 1 如果 HP 8453 分光光度计未打开， 打开分光光度计。
- 2 启动HP化学工作站。
- 3 从模式菜单或工具条中选择验证和诊断(Verification and Diagnostics)。

选择溶出度测试和  
蠕动泵/自动进样器  
系统

- 4 使用任务菜单， 在图形用户界面的任务下拉框内选择溶出度测试(Dissolution Test)。
- 5 在进样系统下拉框内选择使用脱机系统 (蠕动泵, 自动进样器 89072A, 自动进样器 Gilson 221/222)。
- 6 按设置按钮， 检查路径长度的设定值。选择 参数并检查泵的设定值。蠕动泵系统和HP 89072A 自动进样器的缺省设定值为：

为蠕动泵系统和自动  
进样器设定泵参数

泵时间: 20 s  
泵方向: CW  
等待时间: 3 s  
反向时间: 0 s  
样品返回: 0%  
清洗时间: 0 s  
空气部分: 0 s

Gilson 221/222 自动进样器的缺省设定值为:

泵时间: 20 s  
泵方向: CW  
等待时间: 3 s  
样品返回: 0%  
空气部分: 0 s

## 溶出度测试系统性能验证 脱机进样系统性能验证规程

**注意** 本次测试所使用的波长与第63页“蠕动泵/自动进样器性能验证”中确定的波长一致。

将探头放入水中

- 7 将管线/针头插入装有50ml水的烧杯中。
- 8 将泵的出口插入一个容量瓶中，测量流经流通池的水量。
- 9 在进样系统的图形用户界面上按流速按钮：输入下列值设定流速测试参数：

设定流速值

时间: 2 min  
方向: CW  
极限: 6 ml/min, +/- 10%

启动流速测量并  
测量通过池的流量

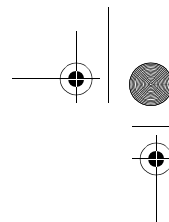
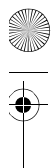
- 10 按OK按钮，启动流速测试。
- 11 测量收集到烧杯中的溶液体积，并在流速测试结束后，以ml为单位输入到编辑框内。
- 12 如果测试成功，检查测试结果表。

### 验收 I

计算的流速必须在确定的极限内。该值在测试结果表的 *结果* 栏中表示。用第119页的附表23记录测试结果。如果测试失败，请参考第117页的“排除故障 I”。

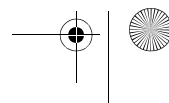
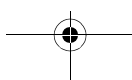
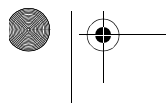
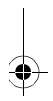
### 排除故障 I

- 检查池和管线是否有气泡。如果流通池中有气泡，轻轻敲动流通池排除气泡。贴壁的气泡只能采用下述清洗流通池的方法去除。



溶出度测试系统性能验证  
脱机进样系统性能验证规程

- 检查泵管线是否已更新，管线夹是否关闭。
- 根据泵出体积的多少，降低或提高蠕动泵 1FS的流速。



溶出度测试系统性能验证  
脱机进样系统 OQ/PV 附表


脱机进样系统 OQ/PV 附表

用附表21和附表22记录进行性能验证的硬件。

附表19

蠕动泵 1FS 型号


本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。..

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	G1103-60004 / G1103-60006	
	型号 #	
厂商		
泵系列1 #	资产 #	系统 #

附表20

自动进样器型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。..

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89072A or Gilson 221/222	
	型号 #	
厂商		
自动进样器系列 #	资产 #	系统 #

评注	由...完成

溶出度测试系统性能验证  
脱机进样系统 OQ/PV 附表

用附表23 记录脱机系统性能验证的结果。

附表21

蠕动泵/自动进样器流速测试结果

	设定点	上限	下限	测量值
流速				
	成功		失败	

评注

由...完成

生效日期08.01.97

版本02.00

119 of 204

## 联机进样系统溶出度测试性能验证

本节简要介绍如何进行下列性能验证的规程:

- 第121页的“多池传输进样系统的性能验证”，
- 第137页的“阀进样系统的性能验证”，
- 第154页的“多通路采样系统的性能验证”。

## 溶出度测试系统性能验证 多池传输进样系统的性能验证

### 多池传输进样系统的性能验证

#### 范围

下列规程介绍如何在HP 8453紫外-可见光谱系统的多池传输系统上(订货号 G1127A) 进行性能验证。

#### 测试间隔

应依照以下原则:

- 当你首次安装溶出度测试进样系统时,
- 定期测试, 最小间隔为6个月, 以及
- 当你改变或更换了溶出度测试进样系统的任何软件或硬件时。

#### 仪器和软件

本SOP用于HP 8453紫外-可见光谱系统, 包括HP 8453分光光度计、多池传输进样系统(订货号G1127A)、HP化学工作站普通软件(订货号 G1115AA) 以及HP 化学工作站溶出度测试软件(订货号 G1118AA)。

#### 前提条件

根据不同的药典, 不同的测试需要不同的环境温度条件。符合本手册测试的所有指标的环境温度范围是20-21℃。

进行 SOP 需要:

- OQ/PV 标样 (1), (2)* • OQ/PV 标样 (1)和 (2), 部件号分别为 5063-6503 和 5063-6521,
- MCT 调节工具* • MCT 调节工具部件号 89075-23800.

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统的性能验证

600 ml 蒸馏水和 200 ml 咖啡因/水样品

- 3 个装有 200 ml 蒸馏水的烧杯, HPLC 级。
- 2 个装有 200 ml 咖啡因/蒸馏水混合液的烧杯, HPLC 级 (部件号 5063-6524 50 ml)。也可以在你指定的分析波长处产生吸光的其他样品代替。该样品的吸光度约为 1 AU。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的多池传输进样系统

### 准备用于测试的多池传输进样系统

本节介绍准备用于性能验证的多池传输系统的不同步骤。

#### 准备多池溶出度进样系统

*断开池并将探头从池上取下*

- 1 为避免溶出度池本身引起的故障，拔出池与PC连接的电缆。
- 2 从溶解池中取出探头。

#### 注意

性能验证测试最好在使用HP 探头(溶解探头工具，部件号 5062-8537)时进行。如果可能的话，更换所有溶出度测试进样系统的非HP探头。如果验证时使用非HP探头，根据硬件调节泵时间。

*更新探头滤片*

- 3 更新所有探头滤片（部件号 5181-1246）。

*更新泵管线*

- 4 更新所有泵管线(内径2.06mm 管线的部件号为5041-2166)。

#### 清洗多池溶出度测试系统的流通池和管线

在每次进行验证之前应进行下列步骤，以确保流通池的清洁，并没有任何气泡。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的多池传输进样系统

取 50 ml 池钝化清洗液通过流通池。

- 1 每个池至少准备50 ml 5% 池钝化清洗液 (部件号 5062-8529)。
- 2 将所有探头(带滤片)放入装有400ml 5% 池钝化清洗液的烧杯中，取 50 ml 池钝化清洗液通过每个流通池。

### 注意

由于溶液含有清洗剂，你可以观察到大量气泡通过流通池。

取100 ml 水通过流通池

- 3 将所有探头（带滤片）插入装有800ml水的烧杯中，取 100 ml 水通过流通池。

### 注意

在进行性能验证之前，所有通道必须充满蒸馏水。

## 准备分光光度计、多池传输和蠕动泵8VS

### 注意

单个硬件的验证必须在多池传输进样系统安装时，或者更换/修理硬件时，或者至少6个月进行一次。

### 注意

对于已存在或未改变的系統，在每天或每周检查的基础上，开始第125页的 OQ/PV “规程1”。

分光光度计和多池传输的性能验证

在进行多池传输进样系统性能验证之前，HP 8453 分光光度计、多池传输和蠕动泵 8VS 的性能必须先进行验证。

进行分光光度计性能验证，请参考第二章“分光光度计性能验证”。

进行多池传输性能验证，请参考第六章“软件性能验证”。

溶出度测试系统性能验证  
准备用于测试的多池传输进样系统

**规程 I**

- 1 蠕动泵 8VS 和多池传输应按手册要求安装好。
- 2 在进行测试之前，打开分光光度计预热20分钟。
- 3 启动HP化学工作站软件。
- 4 使用工具条Mode（或使用Mode菜单）选择 验证和 诊断模式。
- 5 在图形用户界面上（或使用Task菜单）选择Flow Test 任务项。
- 6 用图形用户界面Flow Test窗口中的Setup按钮，设定测试样品的波长和纯度。缺省值为：

波长: 273 nm

百分比: 99.5%

- 7 在进样系统下拉框中选择联机多池传输 (7 池) 或联机多池传输 (8 池)。
- 8 通过选择图形界面的Setup和Parameter（或使用Instrument 菜单、Setup Sampling System、Parameter）设定泵操作参数，并输入下列值：

泵时间: 40 s

泵方向: CW

等待时间: 3 s

样品返回: 0%

清洗时间: 0 s

空气部分: 0 s

- 9 在图形用户界面的 Flow Test 窗口选择你要测试的池。
- 10 将你要测试通道的探头末端插入装有溶剂的储液池中。
- 11 在图形用户界面的仪器平台上单击泵图标启动泵，用设定的泵时间约两倍的时间冲洗系统。再单击泵图标关闭泵。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的多池传输进样系统

- 12 进行空白测试。
- 13 将你要测试通道的探头末端插入装有测试样品的储液池中。用 Flow Test窗口的Run按钮启动测试。测试时间是你输入的泵时间的 50%。你应该得到一个吸光度与时间关系的图形显示和每个通道达到设定纯度需泵时间的显示（以秒计）。
- 14 如果估算泵时间与初始泵时间的偏差大于20%，在第 8步输入估算泵时间并重复第10到第13步，直到你得到的连续结果在 10% 或1 秒范围内。
- 15 对使用的每个池重复第9到第14步。

### 验收 I

当流量测试表明得到的连续结果在10%或1秒范围内，就达到了最佳泵时间。用第134页的附表26 记录测试结果。如果测试失败，请参考第127页的“排除故障I”。

溶出度测试系统性能验证  
准备用于测试的多池传输进样系统

**排除故障I**

如果没有得到好结果:

- 检查流通池内是否有气泡。如果有，轻轻敲打流通池将气泡赶掉。
- 检查泵流速，如果有必要，更换泵管线。
- 检查是否有气泡吸附在附件上。

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统性能验证规程

## 多池传输进样系统性能验证规程

### 规程 II

- 1 如果 HP 8453 分光光度计未打开，打开分光光度计。
- 2 启动 HP 化学工作站。
- 3 从Mode菜单或工具条选择 Verification and Diagnostics。

#### 选择溶出度测试和多池作为进样系统

- 4 在图形用户界面的Task下拉框内或通过Task菜单，选择 Dissolution Test。
- 5 根据多池传输，在 *Sampling* 系统下拉框内选择 Online Multicell (7-池) 或 Online Multicell (8-池)。

#### 注意

对于本测试，使用的波长与第四章“多池传输性能验证”中确定的波长相同。

#### 将探头放入蒸馏水中

- 6 将探头 1 放入装有 200 ml 蒸馏水的烧杯中，在图形用户界面上按顺序选择池。
- 7 将探头 1 容量瓶中，测量通过流通池的水量。
- 8 在进样系统的图形用户界面上按 *Flow Rate*-按钮，设定流速测试的参数：

#### 设定流速值

时间: 2 min  
方向: CW  
极限: 6 ml/min, +/- 10%

## 溶出度测试系统性能验证 多池传输进样系统性能验证规程

*启动流速测量，并测量通过每个池的液体量*

- 9 按 OK按钮，启动流速测试。
- 10 测量在容量瓶中收集的体积，并在流速测试结束时，以 ml为单位输入编辑框。
- 11 检查测试结果表，观察测试是否通过。
- 12 对多池传输的每个池重复第6到第11步。

### 验收 II

计算的流速必须在确定的限度之内。这可以从测试结果表中的Result栏中看出。用第134页的附表27记录测试结果结果，如果测试失败，请参考第128页的“排除故障 II”。

### 排除故障 II

- 检查池和管线是否有气泡。如果流通池中有气泡，轻轻敲动流通池排除气泡。粘壁的气泡只能采用第123页“清洗多池溶出度测试系统的流通池和管线”介绍的方法去除。
- 检查泵管线是否已更新，管线夹是否关闭。
- 根据泵出体积的高低，降低或提高蠕动泵的流速。

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统性能验证规程

### 规程 III

- 1 在图形用户界面中按 Cross Contamination按钮。设定交叉污染测试的参数:

---

**注意**

---

当使用咖啡因样品（部件号 5063 – 6524）时，测试的缺省波长为273 nm，  
路径为 10 mm。对于路径为1 mm的池，缺省波长为205 nm。

波长: 273 nm

下限: 99.5%

上限: 0.5%

标记所有要验证的池位置。

- 2 按 OK按钮，启动交叉污染测试。

*将所有探头放入蒸馏  
水中*

- 3 将所有探头放入装有约 200 ml 蒸馏水 (HPLC 级)的烧杯中，或者空白介质中，然后按OK。
- 4 将所有探头放入装有约 200 ml 咖啡因/蒸馏水混合液（ HPLC级，部件号 5063-6524， 50 ml)的烧杯中，或样品介质中，然后按 *OK*。
- 5 用软件重复第3和第4步。

### 验收 III

对于每个池，测试表的结果栏中应显示 *成功*。使用第136页的附表28记录测试结果。如果哪个池测试失败，参考第131页的“排除故障III”。

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统性能验证规程

**排除故障 III**

- 检查池和管线是否有气泡。如果流通池中有气泡，轻轻敲动流通池排除气泡。粘壁的气泡只能采用第123页“清洗多池溶出度测试系统的流通池和管线”介绍的方法去除。
- 检查泵管线是否已更新，管线夹是否关闭。
- 返回Flow Task测试，检查泵时间。根据泵出体积的高低，降低或提高蠕动泵的流速。

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统OQ/PV附表


### 多池传输进样系统OQ/PV附表

使用附表24和附表25记录进行性能验证的硬件。

附表22

#### 蠕动泵 8VS 型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89092A	
	型号 #	
厂商		
泵系列 #	资产 #	系统#

评注


由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统OQ/PV附表

附表23

多池传输型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>		HP 89075C/D 或 G1120A
		型号 #
厂商		
MCT 系列 #	资产 #	系统 #

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统OQ/PV附表

使用附表24到附表28记录多池传输性能验证结果。

附表24

蠕动泵 8VS / 多池传输流量测试结果 (规程 I)

	设定值	上限	下限	测量值
泵时间 通道 1				
	成功		失败	
泵时间 通道 2				
	成功		失败	
泵时间 通道 3				
	成功		失败	
泵时间 通道 4				
	成功		失败	
泵时间 通道 5				
	成功		失败	
泵时间 通道 6				
	成功		失败	
泵时间 通道 7				
	成功		失败	
泵时间 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统OQ/PV附表

附表25

蠕动泵 8VS / 多池传输流速测试结果 (规程 II)

	设定值	上限	下限	测量值
流速 通道 1				
	成功		失败	
流速 通道 2				
	成功		失败	
流速 通道 3				
	成功		失败	
流速 通道 4				
	成功		失败	
流速 通道 5				
	成功		失败	
流速 通道 6				
	成功		失败	
流速 通道 7				
	成功		失败	
流速 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多池传输进样系统OQ/PV附表

附表26

蠕动泵 8VS / 多池传输  
交叉污染 测试结果 (规程 III)

	最小值		最大值	
	100% 吸光度	测量值	0% 吸光度	测量值
相对吸光度% 通道 1				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 2				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 3				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 4				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 5				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 6				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 7				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 8				
	成功		失败	

评注	由...完成

## 溶出度测试系统性能验证 阀进样系统性能验证

### 阀进样系统性能验证

#### 范围

下列规程介绍如何在HP 8453紫外-可见分光系统的阀进样系统（订货号G1128A）上进行性能验证。

#### 测试间隔

应依照以下原则：

- 当你首次安装溶出度测试进样系统时，
- 定期测试，最小间隔为6个月，以及
- 当你改变或更换了溶出度测试进样系统的任何软件或硬件时。

#### 仪器和软件

本SOP用于HP 8453紫外-可见光谱系统，包括HP 8453分光光度计、阀进样系统（订货号G1128A）、HP化学工作站普通软件（订货号G1115AA）以及HP化学工作站溶出度测试软件（订货号G1118AA）。

#### 前提条件

根据不同的药典，不同的测试需要不同的环境温度条件。符合本手册测试的所有指标的环境温度范围是20-21℃。

要进行SOP需要：

- OQ/PV 标样 (1), (2)* • OQ/PV 标样 (1)和 (2)， 部件号分别为 5063-6503 和 5063-6521，
- 600 ml 蒸馏水和 200 ml 咖啡因/水样品* • 3 个装有 200 ml 蒸馏水的烧杯, HPLC 级。

溶出度测试系统性能验证  
阀进样系统性能验证

- 2个装有200 ml咖啡因/蒸馏水混合液的烧杯，HPLC级(部件号 5063-6524 50 ml)。也可以在你指定的分析波长处产生吸光的其他样品代替。该样品的吸光度约为 1 AU。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的阀进样系统

### 准备用于测试的阀进样系统

本节介绍准备用于性能验证的阀进样系统的不同步骤。

#### 准备阀溶出度测试系统

*断开池并将探头从池  
上取下*

- 1 为避免溶解池本身引起的故障，拔出池与PC连接的电缆。
- 2 从溶解池中取出探头。

#### 注意

性能验证测试最好在使用HP 探头(溶解探头工具，部件号 5062-8537)时进行。如果可能的话，更换所有溶出度测试进样系统的非HP探头。如果验证时使用非HP探头，根据硬件调节泵时间。

*更新探头滤片*

- 3 更新所有探头滤片（部件号 5181-1246）。

*更新泵管线*

- 4 更新所有泵管线 (2.06mm id管线的部件号为5041-2166)。

#### 清洗阀溶出度测试系统的流通池和管线

在每次进行验证之前应进行下列步骤，以确保流通池的清洁，并没有任何气泡。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的阀进样系统

取 50 ml 池钝化清洗液通过流通池。

- 1 每个池至少准备50 ml 5% 池钝化清洗液 (部件号 5062-8529)。
- 2 将所有探头(带滤片)放入装有400ml 5% 池钝化清洗液的烧杯中，取 50 ml 池钝化清洗液通过每个流通池。

### 注意

由于溶液含有清洗剂，你可以观察到大量气泡通过流通池。

- 3 每个通道重复第1和第2步。

取100 ml 水通过流通池

- 4 将所有探头（带滤片）插入装有800ml水的烧杯中，取 100 ml 水通过流通池。
- 5 每个通道重复第4步。

### 注意

在进行性能验证之前，所有通道必须充满蒸馏水。

## 准备分光光度计、八孔阀和蠕动泵1VS

### 注意

单个硬件的验证必须在阀进样系统安装时，或者更换/修理硬件时，或者至少6个月进行一次。

### 注意

对于已存在或未改变的系統，在每天或每周检查的基础上，开始第141页的OQ/PV “规程1”。

分光光度计和阀的性能验证

在进行阀进样系统性能验证之前，HP 8453 分光光度计、八孔阀和蠕动泵1VS的性能必须先进行验证。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的阀进样系统

进行分光光度计性能验证，请参考第二章“分光光度计性能验证”。

### 规程 I

- 1 八孔阀和蠕动泵 1VS 和多池传输应按手册要求安装好。
- 2 在进行测试之前，打开分光光度计预热20分钟。
- 3 启动HP化学工作站软件。
- 4 使用工具条Mode（或使用Mode菜单）选择 验证和 诊断模式。
- 5 在图形用户界面上（或使用Task菜单）选择Flow Test 任务项。
- 6 用图形用户界面Flow Test窗口中的Setup按钮，设定测试样品的波长和纯度。缺省值为：

波长: 273 nm

百分比: 99.5%

- 7 在进样系统下拉框中选择 Online Valve System。
- 8 通过选择图形界面的Setup和Parameter（或使用Instrument 菜单、Setup Sampling System、Parameter）设定泵操作参数，并输入下列值：

泵时间: 47 s

（固定值，取决于溶出度模式调用的方法）

泵方向: CW

#### 注意

当循环时间选择为7.5分钟时，泵时间固定在47秒。当循环时间为5分钟时，泵时间为29秒，当循环时间为10分钟时，泵时间将为58秒。

- 9 在图形用户界面的 Flow Test 窗口选择你要测试的池。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的阀进样系统

- 10 将你要测试通道的探头末端插入装有溶剂的储液池中。
- 11 在图形用户界面的仪器平台上单击泵图标启动泵，用设定的泵时间约两倍的时间冲洗系统。再单击泵图标关闭泵。
- 12 进行空白测试。
- 13 将你要测试通道的探头末端插入装有测试样品的储液池中。用 Flow Test窗口的Run按钮启动测试。测试时间是你输入的泵时间的 50%。你应该得到一个吸光度与时间关系的图形显示和每个通道达到设定纯度需泵时间的显示（以秒计）。
- 14 对每个通道重复测试。

### 验收 I

当流量测试表明得到的连续结果在10%或1秒范围内，就达到了最佳泵时间。用第149页的附表31记录测试结果。如果测试失败，请参考第142页的“排除故障I”。

### 排除故障I

如果没有得到好结果:

- 检查流通池内是否有气泡。如果有，轻轻敲打流通池将气泡赶掉。
- 检查泵流速，如果有必要，更换泵管线。
- 检查是否有气泡吸附在附件上。
- 检查泵速度，如果有必要，更换泵管线。

溶出度测试系统性能验证  
阀进样系统性能验证规程

## 阀进样系统性能验证规程

### 规程 II

- 1 如果 HP 8453 分光光度计未打开，打开分光光度计。
- 2 启动 HP 化学工作站。
- 3 从Mode菜单或工具条选择 Verification 和 Diagnostics。

#### 选择溶出度测试和多池作为进样系统

- 4 在图形用户界面的Task下拉框内或通过Task菜单，选择 Dissolution Test。
- 5 在 *Sampling* 系统下拉框内选择 Online Valve System。
- 6 按Setup按钮，检查泵参数，其缺省值为：

#### 设定泵参数

泵时间: 47 s

(固定值，取决于溶解模式调用的方法)

泵方向: CW

等待时间: 3s

反向时间: 0s

#### 注意

当循环时间选择为7.5分钟时，泵时间固定在47秒。当循环时间为5分钟时，泵时间为29秒，当循环时间为10分钟时，泵时间将为58秒。

#### 将探头放入蒸馏水中

- 7 将探头 1 放入装有 200 ml 蒸馏水的烧杯中，在图形用户界面上按顺序选择池。

## 溶出度测试系统性能验证 阀进样系统性能验证规程

- 8 将探头 1 烧杯中，测量通过流通池的水量。
- 9 在进样系统的图形用户界面上按 *Flow Rate*-按钮， 设定流速测试的参数：

### 设定流速值

时间: 2 min  
方向: CW  
极限: 6 ml/min, +/- 10%

### 启动流速测量，并测量 通过每个池的液体 量

- 10 按 OK按钮，启动流速测试。
- 11 测量烧杯中收集的体积，并在流速测试结束时，以 ml为单位输入编辑框。
- 12 检查测试结果表，观察测试是否通过。
- 13 对多池传输的每个池重复第7到第12步。

## 验收 II

计算的流速必须在确定的限度之内。这可以从测试结果表中的Result栏中看出。如果测试失败，请参考第144页的“排除故障 II”。

## 排除故障 II

- 检查池和管线是否有气泡。如果流通池中有气泡，轻轻敲动流通池排除气泡。粘壁的气泡只能采用第139页“清洗阀溶出度测试系统的流通池和管线”介绍的方法去除。
- 检查泵管线是否已更新，管线夹是否关闭。
- 根据泵出体积的高低，降低或提高蠕动泵的流速。

## 溶出度测试系统性能验证 阀进样系统性能验证规程

### 规程 III

- 1 在图形用户界面中按 Cross Contamination按钮。设定交叉污染测试的参数：  
波长: 273 nm  
下限: 99.5%  
上限: 0.5%

#### 注意

当使用咖啡因样品（部件号 5063 – 6524）时，测试的缺省波长为273 nm，  
路径为 10 mm。对于路径为1 mm的池，缺省波长为205 nm。

- 2 按 OK按钮，启动交叉污染测试。
- 3 将探头1放入装有蒸馏水或者空白介质的烧杯中，然后按OK。
- 4 将探头1放入装有 咖啡因/蒸馏水混合液（HPLC级，部件号 5063-6524， 50 ml)的烧杯中，或样品介质中，然后按 OK。

#### 注意

保证选择波长处样品的吸光度约为1AU。

#### 将探头1、3、5、7放 入空白中

- 5 将探头1、3、5、7放入装有约200ml蒸馏水（HPLC级）或者空白介质的烧杯中，然后按OK。

#### 将探头2、4、6、8放 入样品中

- 6 将探头2、4、6、8放入装有约200ml咖啡因/蒸馏水混合液（HPLC级，部件号 5063-6524， 50 ml)的烧杯中，或样品介质中，然后按 OK。

## 溶出度测试系统性能验证 阀进样系统性能验证规程

将探头2、4、6、8放  
入空白中

- 7 将探头2、4、6、8放入装有约200ml蒸馏水（HPLC级）或者空白介质的烧杯中，然后按OK。

将探头1、3、5、7放  
入样品中

- 8 将探头1、3、5、7放入装有约200ml咖啡因/蒸馏水混合液（HPLC级，部件号5063-6524，50 ml)的烧杯中，或样品介质中，然后按OK。

### 验收 III

对于每个通道，测试表的结果栏中应显示 *Passed(成功)*。如果哪个通道测试失败，参考第146页的“排除故障III”。

### 排除故障 III

- 检查池和管线是否有气泡。如果流通池中有气泡，轻轻敲动流通池排除气泡。粘壁的气泡只能采用下面介绍的方法去除。
- 检查泵管线是否已更新，管线夹是否关闭。
- 返回Flow Task测试，检查泵时间。根据泵出体积的高低，降低或提高蠕动泵的流速。
- 检查阀接口是否拧紧。安装时，用阀进样系统专用扳手轻轻地拧紧接口。

溶出度测试系统性能验证  
阀进样系统OQ/PV附表


阀进样系统OQ/PV附表

使用附表29和附表30记录进行性能验证的硬件。

附表27

蠕动泵 1VS 型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。


 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	G1103-60004/G1103-60006	
	型号 #	
厂商		
泵系列 #	资产 #	系统#

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
阀进样系统OQ/PV附表

附表28

阀型号		
本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。.		
 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89079A	
	型号 #	
厂商		
阀系列 #	资产 #	系统 #

评注	由...完成
----	--------

溶出度测试系统性能验证  
 阀进样系统OQ/PV附表

使用附表31到 附表33 记录阀系统性能验证结果。

附表29

八孔阀/蠕动泵 1VS流量测试结果 (规程 I)

	设定值	上限	下限	测量值
泵时间 通道 1				
	成功		失败	
泵时间 通道 2				
	成功		失败	
泵时间 通道 3				
	成功		失败	
泵时间 通道 4				
	成功		失败	
泵时间 通道 5				
	成功		失败	
泵时间 通道 6				
	成功		失败	
泵时间 通道 7				
	成功		失败	
泵时间 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
 阀进样系统OQ/PV附表

附表30

八孔阀/蠕动泵 1VS流速测试结果 (规程 II)

	设定值	上限	下限	测量值
流速 通道 1				
	成功		失败	
流速 通道 2				
	成功		失败	
流速 通道 3				
	成功		失败	
流速 通道 4				
	成功		失败	
流速 通道 5				
	成功		失败	
流速 通道 6				
	成功		失败	
流速 通道 7				
	成功		失败	
流速 通道 8				
	成功		失败	

评注	由...完成

溶出度测试系统性能验证  
 阀进样系统OQ/PV附表

附表31

八孔阀/蠕动泵 1VS  
 交叉污染 测试结果 (规程 III)

	最小值		最大值	
	100% 吸光度	测量值	0% 吸光度	测量值
相对吸光度% 通道 1				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 2				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 3				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 4				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 5				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 6				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 7				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 8				
	成功		失败	

评注  由...完成

## 溶出度测试系统性能验证 多通路采样系统的性能验证

### 多通路采样系统的性能验证

#### 范围

下列规程介绍如何在HP 8453紫外-可见分光系统的多通路采样系统上(订货号 G1130A) 进行性能验证。

#### 测试间隔

应依照以下原则:

- 当你首次安装溶出度测试进样系统时,
- 定期测试, 最小间隔为6个月, 以及
- 当你改变或更换了溶出度测试进样系统的任何软件或硬件时。

#### 仪器和软件

本SOP用于HP 8453紫外-可见光谱系统, 包括HP 8453分光光度计、多池进样系统(订货号G1129A或G1130A)、HP化学工作站普通软件(订货号G1115AA) 以及HP化学工作站溶出度测试软件(订货号 G1118AA)。

#### 前提条件

根据不同的药典, 不同的测试需要不同的环境温度条件。符合本手册测试的所有指标的环境温度范围是20-21℃。

要进行 SOP 需要:

*OQ/PV 标样 (1), (2)*

- OQ/PV 标样 (1)和 (2), 部件号分别为 5063-6503 和 5063-6521,

*MCT 调节工具*

- MCT 调节工具部件号 89075-23800.

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统的性能验证

600 ml 蒸馏水和 200 ml 咖啡因/水样品

- 3 个装有 200 ml 蒸馏水的烧杯, HPLC 级。
- 2 个装有 200 ml 咖啡因/蒸馏水混合液的烧杯, HPLC 级 (部件号 5063-6524 50 ml)。也可以在你指定的分析波长处产生吸光的其他样品代替。该样品的吸光度约为 1 AU。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的多通路采样系统的多池传输

### 准备用于测试的多通路采样系统的多池传输

本节介绍准备用于性能验证的多通路采样系统（部件号G1129A或G1130A） $\mu$ Ä不同步骤。

#### 准备多通路溶出度测试系统

断开池并将探头从池上取下

- 1 为避免溶解池本身引起的故障，拔出池与PC连接的电缆。
- 2 从溶解池中取出探头。

#### 注意

性能验证测试最好在使用HP 探头(溶解探头工具，部件号 5062-8537)时进行。更换所有溶出度测试进样系统的非HP探头。

#### 更新探头滤片

- 3 更新所有探头滤片（部件号 5181-1246）。

#### 更新泵管线

- 4 更新所有泵管线 (2.06mm id管线的部件号为5041-2166)。

#### 清洗多通路溶出度测试系统的流通池和管线

在每次进行验证之前应进行下列步骤，以确保流通池的清洁，并没有任何气泡。

### 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的多通路采样系统的多池传输

取 50 ml 池钝化清洗液通过流通池。

- 1 每个池至少准备50 ml 5% 池钝化清洗液 (部件号 5062-8529)。
- 2 将所有探头(带滤片)放入装有400ml 5% 池钝化清洗液的烧杯中, 取 50 ml 池钝化清洗液通过每个流通池。
- 3 每个通道重复第1和第2步。

**注意** 由于溶液含有清洗剂, 你可以观察到大量气泡通过流通池。

取100 ml 水通过流通池

- 4 将所有探头(带滤片)插入装有800ml水的烧杯中, 取 100 ml 水通过流通池。
- 5 每个通道重复第4步。

**注意** 在进行性能验证之前, 所有通道必须充满蒸馏水。

### 准备分光光度计、多池传输、八孔阀和蠕动泵1VS

**注意** 单个硬件的验证必须在多池传输进样系统安装时, 或者更换修理硬件时, 或者至少6个月进行一次。

**注意** 对于已存在或未改变的系統, 在每天或每周检查的基础上, 开始第156页的 OQ/PV “规程1”。

**分光光度计和多池传输的性能验证** 在进行阀进样系统性能验证之前, HP 8453 分光光度计和多池传输的性能必须先进行验证。

## 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的多通路采样系统的多池传输

进行分光光度计性能验证，请参考第二章“分光光度计性能验证”。

**注意** 下列规程必须在每个使用的阀系统中进行。

### 规程 I

- 1 八孔阀和蠕动泵 1VS 和多池传输应按手册要求安装好。
- 2 在进行测试之前，打开分光光度计预热20分钟。
- 3 启动HP化学工作站软件。
- 4 使用工具条Mode（或使用Mode菜单）选择 验证和诊断模式。
- 5 在图形用户界面上（或使用Task菜单）选择Flow Test 任务项。
- 6 用图形用户界面Flow Test窗口中的Setup按钮，设定测试样品的波长和纯度。缺省值为：  
波长: 273 nm  
百分比: 99.5%
- 7 在进样系统下拉框中选择 Online Valve System。
- 8 通过选择图形界面的Setup和Parameter（或使用Instrument 菜单、Setup Sampling System、Parameter）设定泵操作参数，并输入下列值：  
泵时间: 47 s  
（固定值，取决于溶出度模式调用的方法）  
泵方向: CW

**注意** 当循环时间选择为7.5分钟时，泵时间固定在47秒。当循环时间为5分钟时，泵时间为29秒，当循环时间为10分钟时，泵时间将为58秒。

### 溶出度测试系统性能验证 准备用于测试的多通路采样系统的多池传输

- 9 在图形用户界面的 Flow Test 窗口选择你要测试的池。
- 10 将你要测试通道的探头末端插入装有溶剂的储液池中。
- 11 在图形用户界面的仪器平台上单击泵图标启动泵，用设定的泵时间约两倍的时间冲洗系统。再单击泵图标关闭泵。
- 12 进行空白测试。
- 13 将你要测试通道的探头末端插入装有测试样品的储液池中。用 Flow Test窗口的Run按钮启动测试。测试时间是你输入的泵时间的 50%。你应该得到一个吸光度与时间关系的图形显示和每个通道达到设定纯度需泵时间的显示（以秒计）。
- 14 对每个通道重复测试。

### 验收 I

当流量测试表明得到的连续结果在10%或1秒范围内，就达到了最佳泵时间。用第166页的附表37记录测试结果。如果测试失败，请参考第158页的“排除故障I”。

溶出度测试系统性能验证  
准备用于测试的多通路采样系统的多池传输

**排除故障I**

如果没有得到好结果:

- 检查流通池内是否有气泡。如果有，轻轻敲打流通池将气泡赶掉。
- 检查泵流速，如果有必要，更换泵管线。
- 检查是否有气泡吸附在附件上。
- 检查泵速度，如果有必要，更换泵管线。

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统性能验证规程

---

## 多通路采样系统性能验证规程

---

### 注意

每个池必须进行下列规程，从而彻底验证多通路系统。

### 规程 II

- 1 如果 HP 8453 分光光度计未打开，打开分光光度计。
- 2 启动 HP 化学工作站。
- 3 从Mode菜单或工具条选择 Verification and Diagnostics。

### 选择溶出度测试和多池作为进样系统

- 4 在图形用户界面的Task下拉框内或通过Task菜单，选择 Dissolution Test。
- 5 在 *Sampling* 系统下拉框内选择 Online Valve System。
- 6 按Setup按钮，检查泵参数，其缺省值为：

### 设定泵参数

泵时间: 47 s

(固定值，取决于溶解模式调用的方法)

泵方向: CW

---

### 注意

当循环时间选择为7.5分钟时，泵时间固定在47秒。当循环时间为5分钟时，泵时间为29秒，当循环时间为10分钟时，泵时间将为58秒。

### 将探头放入蒸馏水中

- 7 将探头 1 放入装有 200 ml 蒸馏水的烧杯中，在图形用户界面上按顺序选择池。

## 溶出度测试系统性能验证 多通路采样系统性能验证规程

- 8 将探头 1 烧杯中，测量通过流通池的水量。
- 9 在进样系统的图形用户界面上按 *Flow Rate*-按钮并选择要验证的池。
- 10 设定流速测试的参数:

### 设定流速值

时间: 2 min  
方向: CW  
极限: 6 ml/min, +/- 10%

### 启动流速测量，并测量通过每个池的液体量

- 11 按 OK 按钮，启动流速测试。
- 12 测量烧杯中收集的体积，并在流速测试结束时，以 ml 为单位输入编辑框。
- 13 检查测试结果表，观察测试是否通过。
- 14 对多池传输的每个池重复第7到第13步。

## 验收 II

计算的流速必须在确定的限度之内。这可以从测试结果表中的Result栏中看出。用第167页的附表38记录测试结果。如果测试失败，请参考第160页的“排除故障 II”。

## 排除故障 II

- 检查池和管线是否有气泡。如果流通池中有气泡，轻轻敲动流通池排除气泡。粘壁的气泡只能采用第139页“清洗阀溶出度测试系统的流通池和管线”介绍的方法去除。
- 检查泵管线是否已更新，管线夹是否关闭。

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统性能验证规程

- 根据泵出体积的高低，降低或提高蠕动泵的流速。

**规程 III**

- 1 在图形用户界面中按 Cross Contamination按钮。设定交叉污染测试的参数：  
波长: 273 nm  
下限: 99.5%  
上限: 0.5%

**注意**

当使用咖啡因样品（部件号 5063 – 6524）时，测试的缺省波长为273 nm，  
路径为 10 mm。对于路径为1 mm的池，缺省波长为205 nm。

- 2 按OK并通过激活顺序按钮选择要验证的池。
- 3 按 OK按钮，启动交叉污染测试。
- 4 将探头1放入装有蒸馏水或者空白介质的烧杯中，然后按OK。
- 5 将探头1放入装有 咖啡因/蒸馏水混合液（HPLC级，部件号 5063-6524，50 ml)的烧杯中，或样品介质中，然后按 OK。

**注意**

保证选择波长处样品的吸光度约为1AU。

## 溶出度测试系统性能验证 多通路采样系统性能验证规程

将探头1、3、5、7放入空白中

- 1 将探头1、3、5、7放入装有约200ml蒸馏水（HPLC级）或者空白介质的烧杯中，然后按OK。

将探头2、4、6、8放入样品中

- 2 将探头2、4、6、8放入装有约200ml咖啡因/蒸馏水混合液（HPLC级，部件号5063-6524，50 ml)的烧杯中，或样品介质中，然后按 OK。

将探头2、4、6、8放入空白中

- 3 将探头2、4、6、8放入装有约200ml蒸馏水（HPLC级）或者空白介质的烧杯中，然后按OK。

将探头1、3、5、7放入样品中

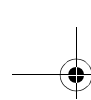
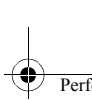
- 4 将探头1、3、5、7放入装有约200ml咖啡因/蒸馏水混合液（HPLC级，部件号5063-6524，50 ml)的烧杯中，或样品介质中，然后按 OK。

### 验收 III

对于每个通道，测试表的结果栏中应显示 *Passed(成功)*。用第168页的附表39记录测试结果。如果哪个通道测试失败，参考第162页的“排除故障 III”。

### 排除故障 III

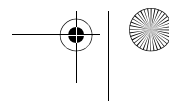
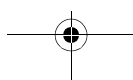
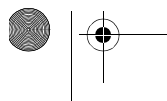
- 检查池和管线是否有气泡。如果流通池中有气泡，轻轻敲动流通池排除气泡。粘壁的气泡只能采用下面介绍的方法去除。
- 检查泵管线是否已更新，管线夹是否关闭。
- 返回Flow Task测试，检查泵时间。根据泵出体积的高低，降低或提高蠕



溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统性能验证规程

动泵的流速。

- 检查阀接口是否拧紧。安装时，用阀进样系统专用扳手轻轻地拧紧接口。



溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池1


### 多通路采样系统OQ/PV附表-池1

使用附表34、附表35和附表36记录进行性能验证的硬件。

附表32

#### 蠕动泵 1VS 型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	G1103-60004/G1103-60006	
	型号 #	
厂商		
泵系列 #	资产 #	系统#

评注


由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池1

附表33

八孔阀型号


本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89079A	
	型号 #	
厂商		
阀系列 #	资产 #	系统 #

附表34

多池传输型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89075C/D或G1120A	
	型号 #	
厂商		
MCT系列 #	资产 #	系统 #

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池1

使用附表37、附表38和附表39记录阀系统性能验证结果。

附表35

八孔阀/蠕动泵 1VS流量测试结果 (规程 I)

	设定值	上限	下限	测量值
泵时间 通道 1				
	成功		失败	
泵时间 通道 2				
	成功		失败	
泵时间 通道 3				
	成功		失败	
泵时间 通道 4				
	成功		失败	
泵时间 通道 5				
	成功		失败	
泵时间 通道 6				
	成功		失败	
泵时间 通道 7				
	成功		失败	
泵时间 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池1

附表36

八孔阀/蠕动泵 1VS流速测试结果 (规程 II)

	设定值	上限	下限	测量值
流速 通道 1				
	成功		失败	
流速 通道 2				
	成功		失败	
流速 通道 3				
	成功		失败	
流速 通道 4				
	成功		失败	
流速 通道 5				
	成功		失败	
流速 通道 6				
	成功		失败	
流速 通道 7				
	成功		失败	
流速 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统 OQ/PV 附表 - 池1

附表37

八孔阀/蠕动泵 1VS 交叉污染测试结果 (规程 III)

	最小值		最大值	
	100% 吸光度	测量值	0% 吸光度	测量值
相对吸光度% 通道 1				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 2				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 3				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 4				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 5				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 6				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 7				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 8				
	成功		失败	

评注  由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池2


## 多通路采样系统OQ/PV附表-池2

使用附表40、附表41和附表42记录进行性能验证的硬件。

附表38

### 蠕动泵 1VS 型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	G1103-60004/G1103-60006	
	型号 #	
厂商		
泵系列 #	资产 #	系统#

评注

由...完成


生效日期08.01.97

版本02.00


169 of 204

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统 **OQ/PV** 附表 - 池2

附表39

八孔阀型号		
本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。.		
 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89079A	
	型号 #	
厂商		
阀系列 #	资产 #	系统 #

附表40

多池传输型号		
本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。.		
 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	89075C/D或G1120A	
	型号 #	
厂商		
MCT系列 #	资产 #	系统 #

评注	由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统 OQ/PV 附表 - 池2

使用附表43、附表44和 附表45 记录阀系统性能验证结果。

附表41

八孔阀/蠕动泵 1VS流量测试结果 (规程 I)

	设定值	上限	下限	测量值
泵时间 通道 1				
	成功		失败	
泵时间 通道 2				
	成功		失败	
泵时间 通道 3				
	成功		失败	
泵时间 通道 4				
	成功		失败	
泵时间 通道 5				
	成功		失败	
泵时间 通道 6				
	成功		失败	
泵时间 通道 7				
	成功		失败	
泵时间 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池2

附表42

八孔阀/蠕动泵 1VS流速测试结果 (规程 II)

	设定值	上限	下限	测量值
流速 通道 1				
	成功		失败	
流速 通道 2				
	成功		失败	
流速 通道 3				
	成功		失败	
流速 通道 4				
	成功		失败	
流速 通道 5				
	成功		失败	
流速 通道 6				
	成功		失败	
流速 通道 7				
	成功		失败	
流速 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池2

附表43

八孔阀/蠕动泵 1VS 交叉污染测试结果

	最小值		最大值	
	100% 吸光度	测量值	0% 吸光度	测量值
相对吸光度% 通道 1				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 2				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 3				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 4				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 5				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 6				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 7				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 8				
	成功		失败	

评注 \_\_\_\_\_ 由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池3


多通路采样系统OQ/PV附表-池3

使用附表46、附表47和附表48记录进行性能验证的硬件。

附表44

蠕动泵 1VS 型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	G1103-60004/G1103-60006	
	型号 #	
厂商		
泵系列 #	资产 #	系统#

评注


由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池3

附表45

八孔阀型号


本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。.

	89079A	
	型号 #	
厂商		
阀系列 #	资产 #	系统 #

附表46

多池传输型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。.

	89075C/D或G1120A	
	型号 #	
厂商		
MCT系列 #	资产 #	系统 #

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统 **QQ/PV** 附表 - 池3

使用附表49、附表50和 附表51 记录阀系统性能验证结果。

附表47

八孔阀/蠕动泵 1VS流量测试结果 (规程 I)

	设定值	上限	下限	测量值
泵时间 通道 1				
	成功		失败	
泵时间 通道 2				
	成功		失败	
泵时间 通道 3				
	成功		失败	
泵时间 通道 4				
	成功		失败	
泵时间 通道 5				
	成功		失败	
泵时间 通道 6				
	成功		失败	
泵时间 通道 7				
	成功		失败	
泵时间 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池3

附表48

八孔阀/蠕动泵 1VS流速测试结果 (规程 II)

	设定值	上限	下限	测量值
流速 通道 1				
	成功		失败	
流速 通道 2				
	成功		失败	
流速 通道 3				
	成功		失败	
流速 通道 4				
	成功		失败	
流速 通道 5				
	成功		失败	
流速 通道 6				
	成功		失败	
流速 通道 7				
	成功		失败	
流速 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池3

附表49

八孔阀/蠕动泵 1VS 交叉污染测试结果

	最小值		最大值	
	100% 吸光度	测量值	0% 吸光度	测量值
相对吸光度% 通道 1				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 2				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 3				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 4				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 5				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 6				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 7				
	成功		失败	
相对吸光度% 通道 8				
	成功		失败	

评注  由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池4


多通路采样系统OQ/PV附表-池4

使用附表52、附表53和附表54记录进行性能验证的硬件。

附表50

蠕动泵 1VS 型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	G1103-60004/G1103-60006	
	型号 #	
厂商		
泵系列 #	资产 #	系统#

评注

由...完成

生效日期08.01.97

版本02.00


179 of 204

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统 OQ/PV 附表 - 池4

附表51

八孔阀型号


本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。 .

		89079A
		型号 #
厂商		
阀系列 #	资产 #	系统 #

附表52

多池传输型号

本章记录了在以下HP 8453 光谱系统组件上进行的OQ/PV测试。 .

		89075C/D或G1120A
		型号 #
厂商		
MCT系列 #	资产 #	系统 #

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统 OQ/PV 附表 - 池4

使用附表55、附表56和 附表57 记录阀系统性能验证结果。

附表53

八孔阀/蠕动泵 1VS流量测试结果 (规程 I)

	设定值	上限	下限	测量值
泵时间 通道 1				
	成功		失败	
泵时间 通道 2				
	成功		失败	
泵时间 通道 3				
	成功		失败	
泵时间 通道 4				
	成功		失败	
泵时间 通道 5				
	成功		失败	
泵时间 通道 6				
	成功		失败	
泵时间 通道 7				
	成功		失败	
泵时间 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池4

附表54

八孔阀/蠕动泵 1VS流速测试结果 (规程 II)

	设定值	上限	下限	测量值
流速 通道 1				
	成功		失败	
流速 通道 2				
	成功		失败	
流速 通道 3				
	成功		失败	
流速 通道 4				
	成功		失败	
流速 通道 5				
	成功		失败	
流速 通道 6				
	成功		失败	
流速 通道 7				
	成功		失败	
流速 通道 8				
	成功		失败	

评注

由...完成

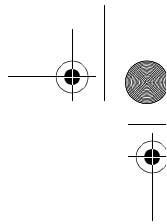
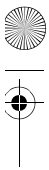
溶出度测试系统性能验证  
多通路采样系统OQ/PV附表-池4

附表55

八孔阀/蠕动泵 1VS 交叉污染测试结果

	最小值		最大值		测量值
	100% 吸光度	测量值	0% 吸光度	测量值	
相对吸光度% 通道 1					
	成功		失败		
相对吸光度% 通道 2					
	成功		失败		
相对吸光度% 通道 3					
	成功		失败		
相对吸光度% 通道 4					
	成功		失败		
相对吸光度% 通道 5					
	成功		失败		
相对吸光度% 通道 6					
	成功		失败		
相对吸光度% 通道 7					
	成功		失败		
相对吸光度% 通道 8					
	成功		失败		

评注 \_\_\_\_\_ 由...完成



---

## 溶出度测试软件的性能验证

本节介绍如何进行溶出度测试软件的性能验证。



## 溶出度测试系统性能验证 溶出度测试紫外—可见化学工作站软件再验证

---

### 溶出度测试紫外—可见化学工作站软件再验证

#### 范围

以下方法阐述了如何对HP 8453 紫外—可见光谱系统计算机上的HP化学工作站溶出度测试软件进行验证。

#### 验证间隔

遇如下情况时，按规程验证。

- 软件初次或再次安装
- 软件升级为新的版本
- 软件或系统出现故障后

#### 仪器和软件

- 本SOP适用于包括HP 8453 分光光度计以及HP化学工作站普通扫描软件（定货号G1115AA）和溶出度测试软件（订货号G1118AA）的HP 8453 紫外—可见光谱系统。
- 装有你需要的方法文件以及普通扫描软件的光盘。
- 与系统联接的打印机。

#### 规程

- 1 启动 Windows。
- 2 通过激活HP 紫外—可见化学工作站组中的Instrument# Online图标启动紫外—可见化学工作站软件，#代表您在配置过程中选择的仪器号。
- 3 从Mode下拉框选择Dissolution Testing Mode。
- 4 在磁盘驱动器中插入光盘。

## 溶出度测试系统性能验证 溶出度测试紫外-可见化学工作站软件再验证

- 5 用文件菜单，从support\uv\sops\data子目录下的salid.sd数据文件中调用样品数据。

### 单通路溶出度测试软件

- 6 用文件菜单，或使用工具栏中的调用方法（Load Method）图标，调用软盘上support\uv\sops\8453子目录下的disvalid.m方法文件。
- 7 用文件菜单或工具栏中的打印机图标打印报告。
- 8 将打印报告的结果与187页上的报告“样本A：溶出度测试软件验证结果”进行比较。除操作者、±  
ù媛掌净褪奔沕煌 猓 椒茶ù嬗Ω檬且恢Â的。

### 多通路溶出度测试软件

- 9 从Mode下拉框选择Multibath Dissolution Testing。
- 10 用文件菜单，或使用工具栏中的调用方法（Load Method）图标，调用软盘上support\uv\sops\8453子目录下的dimvalid.m方法文件。
- 11 用文件菜单或工具栏中的打印机图标打印报告。
- 12 将打印出的报告与187页上的报告“样本A：溶出度测试软件验证结果”进行比较。除操作者、报告日期和时间不同外，两份报告应该是一致的。

## 验收

检查打印报告中的结果，应与187页上的“样本A：溶出度测试软件验证结果”相一致。用本章后的附表记录结果。如果测试失败，请参考第186页的“排除故障”。

## 排除故障

如果结果不符，重新安装软件，再重复进行再验证。如果结果还是不一致，请与惠普联系。

溶出度测试系统性能验证  
 溶出度测试紫外-可见化学工作站软件再验证

样本A: 溶出度测试软件验证结果

Individual Tablet Weights (mg)	Vessel	Weight
	1.00	100.0
	2.00	100.0
	3.00	100.0
	4.00	100.0
	5.00	100.0
	6.00	100.0

Weight of 100% released	Component Name	Weight (mg)
	Comp	900.00

Data Analysis: (routine)

Used Wavelength: 360 nm  
 Process Spectrum as: Absorbance  
 Background correction: none  
 Use Calibration: Yes  
 Analyte name : Comp  
 Calibration curve : Linear  
 Units : mg/mL  
 Do Spectral Match: No

Calibration:

Comp	Standard	Value	Predicted	Error(%)
	Standard	1.00000	1.00000	0.0

Dissolution Table: Comp

Time	V 1	V 2	V 3	V 4	V 5	V 6	Average	Std.Dev	%
0.0	0.0	-0.0	0.0	-0.0	-0.0	-0.0	-0.0	0.0	-118.3
15.0	95.2	93.5	94.1	93.8	95.5	92.2	94.0	1.2	1.3
30.0	102.1	99.6	99.4	99.5	100.7	100.5	100.3	1.0	1.0

Quality Control Requirements:	Time	Minimum	Maximum	Result
	30.0	85.0	115.0	passed

溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件OQ/PV附表

溶出度测试软件OQ/PV附表

附表56

软件版本说明

本章记录了用下列HP化学工作站软件版本（在指定的操作系统下运行）进行的OQ/PV测试。

 <b>HEWLETT® PACKARD</b>	G1118AA
	产品#
厂商	
溶出度测试软件	
HP 化学工作站软件组件	
许可证 #	版本 #
操作系统	
版本#	

评注

由...完成

溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件OQ/PV附表

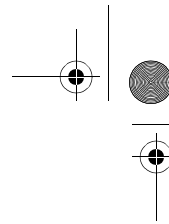
附表57

溶出度测试软件

测试类型	标准	报告OK?	
单池溶出度测试 池1	标本 A		
多池溶出度测试 池1	标本 A		
多池溶出度测试 池2	标本 A		
多池溶出度测试 池3	标本 A		
多池溶出度测试 池4	标本 A		
成功		失败	

评注

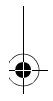
由...完成



---

## 池驱动器DDE接口性能验证

本节介绍如何进行DDE接口性能验证，从而保证池驱动器正确的信息传送。



溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件DDE接口的再验证

---

## 溶出度测试软件DDE接口的再验证

### 范围

以下方法阐述了如何对HP 8453 紫外—可见光谱系统计算机上的HP化学工作站溶出度测试软件进行验证。

### 验证间隔

遇如下情况时，按规程验证。

- 软件初次或再次安装
- 软件升级为新的版本
- 更换了池驱动器，或
- 软件或系统出现故障后

### 仪器和软件

- 本SOP适用于包括HP 8453 分光光度计以及HP化学工作站普通扫描软件（订货号G1115AA）和溶出度测试软件（订货号G1118AA）的HP 8453 紫外—可见光谱系统。
- 装有你需要的方法文件以及普通扫描软件的光盘。
- 与系统联接的打印机。

### 规程

- 1 启动 Windows。
- 2 在磁盘驱动器中插入光盘。
- 3 启动 Windows Explorer.

溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件DDE接口的再验证

- 4 在 CD-ROM 的\uv\sops\bathdrv 子目录中单击setup.exe进入 c:\hpchem\bathdrv 目录安装平衡池驱动器，该目录在安装过程中生成。
- 5 通过激活HP 化学工作站组中的Instrument# Online图标启动HP化学工作站软件，#代表您在配置过程中选择的仪器号。

单通路溶出度测试软件

- 6 从Mode下拉框选择 Dissolution Testing Mode 。
- 7 从File菜单选择 New Method 。
- 8 从Configure 菜单选择 Bath ，并在池驱动器对话框的 Enter 指令行输入指令配置池驱动器：

c:\hpchem\bathdrv\dummy16.exe

按 OK 关闭对话框。

- 9 打开模式开关激活池驱动器。从Mode下拉框选择 Standard Mode 。从Mode下拉框选择 Dissolution Testing Mode 。
- 10 在Method菜单选择 Edit Product Info & Bath Param。单击 Option & Info 激活由化学工作站控制的 Bath Parameter 。按 OK 关闭对话框激活选项。
- 11 从Instrument菜单选择 Dissolution Bath Status 。将溶解池驱动器窗口定位在屏幕下方，以便观察池的当前温度(缺省值为37℃)、当前搅拌速度(缺省值为075)、当前 pH(缺省值为 7.00) 及当前体积(缺省值为 900)。
- 12 在Method菜单中选择 Edit Product Info & Bath Param。单击 Bath 修改下列值：

温度 35.0℃

pH 9.0

体积 800 ml

搅拌速度 100 rpm

溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件DDE接口的再验证

- 13 按OK 关闭对话框，并确认Dummy Bath Status屏幕已反映出参数的变化。

**注意** 单个容器的参数栏可以进一步修改。

- 14 单击 Blank按钮测量空白谱图。
- 15 单击 Dissolution Run启动溶出度运行。当 Consistency 检查屏幕显示结果时，单击 OK继续。
- 16 确认从池驱动器读回的 pH、温度和搅拌速度与设定值一致。

**注意** 体积不能从平衡池驱动器读取。

- 17 按 Cancel关闭对话框，放弃溶出度运行。

多通路溶出度测试软件

- 18 从Mode下拉框选择Multibath Dissolution Testing Mode 。
- 19 从File菜单选择 New Method 。
- 20 从Configure 菜单选择 Bath ，选择所有四个池，并在池驱动器对话框的 Enter 指令行输入指令配置池驱动器：

```
c:\hpchem\bathdrv\dummy16.exe
```

对所有四个池

按 OK 关闭对话框。

- 21 打开模式开关激活池驱动器。从Mode下拉框选择 Standard Mode 。从Mode下拉框选择Multibath Dissolution Testing Mode 。
- 22 从Measure菜单选择 Spectrophotometer Reference测量参比样。

溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件DDE接口的再验证

- 23 按Bath1按钮，切换到池1。
- 24 在Method菜单选择 Edit Product Info & Bath Param。单击 Option & Info 激活由化学工作站控制的 Bath Parameter。按 OK 关闭对话框并激活选项。
- 25 从Instrument菜单选择 Dissolution Bath Status。将溶解池驱动器窗口定位在屏幕下方，以便观察池的当前温度(缺省值为37°C)、当前搅拌速度(缺省值为075)、当前 pH(缺省值为 7.00) 及当前体积(缺省值为 900)。
- 26 在Method菜单中选择 Edit Product Info & Bath Param。单击 Bath 修改下列值:  
温度 35.0°C  
pH 9.0  
体积 800 ml  
搅拌速度 100 rpm
- 27 按OK 关闭对话框，并确认Dummy Bath Status屏幕已反映出参数的变化。

---

**注意** 单个容器的参数栏可以进一步修改。

- 28 单击 Blank按钮测量空白谱图。
- 29 单击 Dissolution Run启动溶出度运行。
- 30 确认从池驱动器读回的 pH、温度和搅拌速度与设定值一致。

---

**注意** 体积不能从平衡池驱动器读取。

- 31 按 Cancel关闭对话框，放弃溶出度运行。
- 32 对池2到池4重复第 23到 31步。

## 溶出度测试系统性能验证 溶出度测试软件DDE接口的再验证

### 验收

检查方法中设定的池参数

pH、温度和搅拌速度是否与溶解池状态屏幕显示的值相一致。检查 pH、温度和搅拌速度的真实值是否溶出度运行参数屏幕设定的池参数相一致，然后启动溶出度运行。

### 排除故障

如果结果不符，重新安装软件，再重复进行再验证。如果结果还是不一致，请与惠普联系。

溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件 DDE 接口 再验证OQ/PV 附表

溶出度测试软件 DDE 接口  
再验证OQ/PV 附表

附表58

软件版本说明

本章记录了用下列HP化学工作站软件版本（在指定的操作系统下运行）进行的OQ/PV测试。

	G1118AA
	产品 #
厂商	
溶出度测试软件	
HP 化学工作站软件模式	
许可证 #	版本 #
操作系统	
版本 #	

评注

由...完成

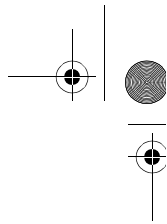
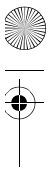
溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件 **DDE** 接口 再验证 **OQ/PV** 附表

附表59 溶出度测试软件

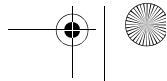
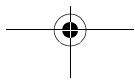
参数	方法	溶解池		溶出度运行参	
		状态	值 OK?	数真实值	值 OK?
温度	35.0				
pH	9.0				
搅拌速度	100				
		成功		失败	

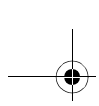
评注

由...完成



溶出度测试系统性能验证  
溶出度测试软件 **DDE** 接口 再验证 **OQ/PV** 附表





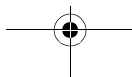
---

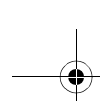
# 7



---

## 备件和材料





---

## 备件和材料



本章给出了性能验证所需的所有惠普备件的部件号，以及不能从惠普得到的其他标准品的来源。



备件和材料  
备件表

## 备件表

表3

### OO/PV 工具包和化学试剂

名称	部件号
紫外—可见OO/PV标准试剂盒（1）（安瓿中的液体标样）*	5063-6503
紫外—可见OO/PV标准试剂盒（2）（安瓿中的液体标样，含所有用高氯酸的标样）*	5063-6521
紫外—可见OO/PV硬件工具包（包括管路、2个流通池、2个注射器、2个Luer塞接头、多池传输调节工具、温度传感器支撑件、3.5寸盘和手册）	5063-6523
咖啡因样品，0.01mg/ml，50ml溶液	5063-6524

\* For names and chemical formulae of the liquid standards, see 表5 on page 203

表4

### 替换备件

名称	部件号
流通池，11 X 3.5 mm 口径，360 $\mu$ l 体积	5061-3398
OO/PV管路工具包	5063-6522
流通池钝化清洗液，1000ml	5062-8529
多池传输调节工具	89075-23800
温度传感器支撑件	89090-84700

备件和材料  
非惠普标准品

---

## 非惠普标准品

以下标准品不能从惠普得到。请用下列订货信息。

### 波长准确度

NIST 2034 氧化钬溶液从以下地址购买：

U.S. Department of Commerce  
National Institute of Standards and Technology  
Standard Reference Materials Program  
Bldg. 202, Room 204  
Gaithersburg  
MD 20899  
USA  
Tel. (301) 975 6776

### 光度计准确度

NIST 930e的购买地址同上。

### 其他标准品

所有其他标准品可按照EP或ASTM方法用规程推荐的适当原材料配制。

### 温度准确度

QuaT100手握式温度测量仪及QUAT340温度探头，从下列地址购买：

Heraeus Sensors GmbH  
Reinhard-Heraeus Ring 23  
63801 Kleinostheim  
Germany  
Tel. (+49) (6027) 503-0

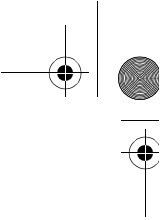
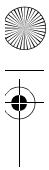
备件和材料  
惠普液体标样的名称和化学式

惠普液体标样的名称和化学式

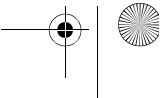
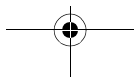
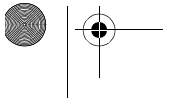
表5

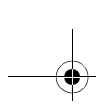
惠普液体标样的名称和化学式

名称	化学式
<b>OQ/PV 标样盒 (1)</b>	
重铬酸钾	$K_2Cr_2O_7$
硫酸	$H_2SO_4$
亚硝酸钠	$NaNO_2$
碘化钠	$NaI$
氯化钾	$KCl$
甲苯	$C_7H_8$
甲苯 / 己烷	$C_7H_8 / C_6H_{14}$
<b>OQ/PV 标样盒 (2)</b>	
氧化钨	$WO_3$
高氯酸	$HClO_4$



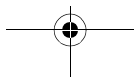
备件和材料  
惠普液体标样的名称和化学式

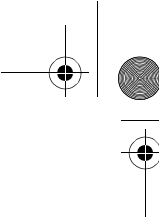




本手册

第二版, 7/97





## 本书提要

本书的对象是需要仪器性能验证操作规程的技术人员。

本书包括仪器性能指标，以及性能验证的规程。对缺乏经验的用户，还详细地列举了有关化学试剂和比色槽的处理方法。严格遵守这些规程是验证成功的保证。书中还包含惠普和其他公司可提供的备件号和订货信息。

有关分光光度计、计算机及各附件的安装请参考紫外-可见系统安装手册。



手册部件号  
G1115-90006

