

Xx 公司 检验仪器确认报告			页 码: 1/9
			文件编码:
			版 本 号: 01
题 目: 气相色谱仪性能确认报告			
制 定 人		制定日期	
验证小组会审			
姓 名	部 门	验证工作职责	签字日期
	质量部	化验员	
	质量部	化验员	
	质量部	QA	
	质量部	质量负责人	
批准人		批准日期	

目 录

1. 确认目的

2

2. 确认范围

2

3. 方案说明

2

4. 验证职责

2

5. 仪器概述

2

6. 确认步骤

2

7. 偏差处理

7

8. 风险评估

7

9. 确认总结

7

10. 再验证周期

8

11. 验证证书

9

XX 公司 检验仪器确认报告	页 码: 2/9
	文件编码:
	版 本 号: 01
题 目: 气相色谱仪性能确认报告	

一、确认目的

此验证是为确认气相色谱仪的运行和各种性能指标是否满足规定要求。

二、确认范围

证明并保证本仪器确认后, 经本仪器检验的数据真实可靠。

三、方案说明

1. 尽可能详细地填写本方案中的所有表格。用墨水笔填写。完成表格的人员应签上姓名和日期。如果由一个以上的人填写, 那么每一个人都应签上姓名和日期。
2. 方案执行时可能会发现偏差。一旦这种情况发生, 应将一份“异常情况报告”送交验证领导小组进行处理。
3. 验证小组最终做出验证报告, 该报告由公司验证负责人批准。

四、验证职责

1. 验证领导小组

负责验证工作的组织和协调。负责验证数据及结果的审批。负责验证报告的审批。

2. 质量部

负责验证的检验工作。负责保管验证文件。

五、设备概述

1、设备概述: 本仪器由安捷伦科技有限公司生产, 主要用于实验的检测, 存放于气液相室。该仪器更快的柱箱降温速率和更强的反吹功能, 使您的分析时间更短, 样品的分析成本更低。第五代电子气路控制 (EPC) 和数字电路为压力设定和保留时间锁定 (RTL) 的精度 (0.001psi) 设置了新的标准, 使安捷伦 GC7820A 具有前所未有的可靠性。

2、设备名称: 气相色谱仪

3、设备型号: GC7820A

4、制造商: 安捷伦仪器有限公司

六、确认步骤

1、人员培训确认

进行测试的人员必须接受足够的培训并将培训计划和考核结果存档 (培训是现行 GMP 所要求的), 熟悉检验仪器的操作原则, 理解人员安全要求, 全面理解仪器及检验的标准操作规程。

确认:

A. 已建立适当的培训计划。

是: _____ 否: _____

B. 操作人员已接受正常的指导。

XX 公司 检验仪器确认报告	页 码: 3/9
	文件编码:
	版 本 号: 01
题 目: 气相色谱仪性能确认报告	

是: _____ 否: _____

C. 记录并定期审阅操作人员的培训情况。

是: _____ 否: _____

检查人: _____ 时间: _____ 年 _____ 月 _____ 日 审核人: _____ 时间: _____ 年 _____ 月 _____ 日

2、运行确认

2.1 基线噪音与漂移

FID : 实验条件:

色谱柱: 极性或中等极性毛细管柱, 柱温 50℃, 进样口: 220℃, 检测器: 250℃, 流速 1.0ml/min, 不分流进样, 载气: 氮气, 平衡时间: 20min。

基线稳定后, 记录基线 30min。(附图)

根据图谱测量计算噪音与漂移值: 1.噪音: _____ 要求: ≤1pA
2.漂移值: _____ 要求: ≤10pA/30min

检验人: _____ 审核人: _____

ECD : 实验条件:

色谱柱: 极性或中等极性毛细管柱, 柱温 210℃, 进样口: 230℃, 检测器: 320℃, 流速 1.0ml/min, 不分流进样, 载气: 氮气, 平衡时间: 20min。

基线稳定后, 记录基线 30min。(附图)

根据图谱测量计算噪音与漂移值: 1.噪音: _____ 要求: ≤1Hz
2.漂移值: _____ 要求: ≤5Hz/30min

检验人: _____ 审核人: _____

2.2 灵敏度测试

2.2.1 检测条件: 样品 0.05%的苯/CS₂, 汽化室 120℃, 柱温 80℃, 检测室 120℃; 载气(N₂)50kPa, H₂50 kPa, 空气 50 kPa; 进样量 0.5ul; 附图谱;

根据下面的计算公式计算出灵敏度为_____;

计算公式:

$$Dt = \frac{2N \cdot W}{1.65 \cdot h \cdot W_{1/2} \cdot K}$$

式中: N—实测噪音 (mV)

W—苯的进样量

h—峰高

W_{1/2}—苯的半峰宽

XX 公司 检验仪器确认报告		页 码: 4/9
		文件编码:
		版 本 号: 01
题 目: 气相色谱仪性能确认报告		

K—记录色谱峰时的输出衰减和记录基线时的输出衰减之比

检查人/日期:

复核人/日期:

2.3 定量重复性试验

标准平均偏差(RSD): 照 2.2 测试条件取 0.05%的苯连续进行 5 次, 峰面积标准平均偏差应 $\leq 2.0\%$, 试验结果如下:

样品名称	序号	图谱文件名	峰面积(A)	平均峰面积(M)	RSD
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				

注: $M=(A_1+A_2+\cdots+A_n)/n$

$$RSD = \frac{\sqrt{\frac{\sum (A - M)^2}{n - 1}}}{M}$$

附原始记录及图谱

2.4 总结

总结人: 时间: 年 月 日 审核人: 时间: 年 月 日

3、性能确认

3.1 方法概述

气相色谱仪属于精密仪器, 所以要定期做系统适应性验证。主要进行理论踏板、重复性、拖尾因子、回收率的测定, 本确认是在各种计量器具校正已完成的情况下进行。

3.2 验证依据

3.2.1 《中华人民共和国药典》二〇一〇年版一部附录“气相色谱法”

3.2.2 气相色谱仪标准操作规程

3.3 验证范围

本方案适用于气相色谱仪系统适应性的确认。

3.4 验证目的

XX 公司 检验仪器确认报告	页 码: 5/9
	文件编码:
	版 本 号: 01
题 目: 气相色谱仪性能确认报告	

通过对气相色谱仪的系统适应性进行验证, 保证该仪器的各项性能指标正常。

3.5 验证内容

3.5.1 实验环境确认

检查项目	检测数据	认可标准
温度		15-25℃
相对湿度		45-75%

检查人: 时间: 年 月 日 审核人: 时间: 年 月 日

3.5.2 试验步骤:

(1) 色谱柱的理论板数 (n) 用于评价色谱柱的分离效能。选择丁香酚进行测定。

色谱条件与系统适用性试验 以聚乙二醇 20000(PEG-20M)为固定相, 涂布浓度为 10%; 柱温 190℃。

理论板数按丁香酚峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备 取丁香酚对照品适量, 精密称定, 加正己烷制成每 1ml 含 2mg 的溶液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液, 注入气相色谱仪, 测定, 即得。

记录色谱图, 量出丁香酚的保留时间 t_R (以分钟计) 和峰宽 (W), 按 $n=16(t_R / W_{h/2})^2$ 计算色谱柱的理论板数。记录如下表:

实际浓度 c	保留时间 t_R	峰宽 (W)	图谱理论板数	计算理论板数	平均理论板数	结果

(2) 分离度 (R) 用于评价待测组分与相邻共存物或难分离物质之间的分离程度, 是衡量色谱系统效能的关键指标。除另有规定外, 待测组分与相邻共存物之间的分离度应大于>>。分离度的计算公式为:

$$R = \frac{2(t_{R_2} - t_{R_1})}{W_1 + W_2}$$

式中 t_{R2} 为相邻两峰中后一峰的保留时间,

t_{R1} 为相邻两峰中前一峰的保留时间;

W_1 、 W_2 分别为此相邻两峰的峰宽。

XX 公司 检验仪器确认报告	页 码: 6/9
	文件编码:
	版 本 号: 01
题 目: 气相色谱仪性能确认报告	

本次实验以丁香样品进行计算，连续进样三次取平均值。实验条件按照理论板数测定条件。

结果为: _____ 平均: _____ 要求为: >1.5

(3) 回收率 用于评价进样中，色谱系统检测的可靠性。已知被测成分含量的供试品中再精密加入一定量的已知纯度的被测成分对照品，依法测定三次，计算平均值。用实测值与供试品中含有量之差，除以加入对照品量计算回收率。实验条件照上述两项设定。

$$P = \frac{C_2 - C_1}{C_3} * 100\%$$

式中: P-----回收率

C₂-----加标试样测定值 (mg/mL)

C₁-----试样测定值 (mg/mL)

C₃-----已知浓度的对照品 (mg/mL)

C ₁ (mg/mL)	C ₃ (mg/mL)	C ₂ (mg/mL)	P (%)	RSD (%)	结果 (95-105%)

(4) 拖尾因子 (T) 用于评价色谱峰的对称性。为保证分离效果和测量精度，应检查待测峰的拖尾因子是否符合各品种项下的规定。拖尾因子计算公式为:

$$T = \frac{W_{0.05h}}{2d_1}$$

式中 W_{0.05h} 为 5% 峰高处的峰宽;

d₁ 为峰顶点至峰前沿之间的距离。

除另有规空外，峰高法定量时 T 应在 0.95~1.05 之间。

峰面积法测定时，若拖尾严重，将影响峰面积的准确测量。必要时，应在各品种项下对拖尾因子作出规定。

选择 **(1)** 丁香酚图谱进行计算拖尾因子

结果为: _____ 要求为: 0.95~1.05

检验人: _____ 时间: _____ 年 月 日 审核人: _____ 时间: _____ 年 月 日

XX 公司 检验仪器确认报告	页 码: 7/9
	文件编码:
	版 本 号: 01
题 目: 气相色谱仪性能确认报告	

3.5.2.2 总结:

总结人: 时间: 年 月 日 审核人: 时间: 年 月 日

七. 偏差处理

详细描述验证过程中发生的偏差,如果有必要,应该列出偏差发生的原因,并对偏差造成的影响给予评价。

总结人: 时间: 年 月 日 审核人: 时间: 年 月 日

八、风险评估

气相色谱进样前需要清洗针头,并用样品溶剂润洗,FID 检测器检测出溶剂峰,另外需进样溶剂做空白对照,溶剂峰一般较大,这对样品检测带来一定风险,检验人一定注意在进样前用溶剂清洗针头。

总结人: 时间: 年 月 日 审核人: 时间: 年 月 日

九、确认总结

总结人: 时间: 年 月 日 审核人: 时间: 年 月 日

XX 公司 检验仪器确认报告	页 码： 8/9
	文件编码：
	版 本 号： 01
题 目：气相色谱仪性能确认报告	

十、再验证周期

有下列情况之一，应进行再验证

仪器更新或大修；

对检验方法获得的结果作趋势分析，发现系统性偏差；

对检验规程进行了修订或检测条件发生变更；

综合上述因素，如果都没有发生重大变化，确定我公司气相色谱仪的再验证周期为一年。

XX 公司 检验仪器确认报告	页 码： 9/9
	文件编码：
	版 本 号： 01
题 目：气相色谱仪性能确认报告	

仪器确认证书

★★

设备编号： YZ-YQ-004

设备名称： 气相色谱

型 号：

上述设备已按验证方案进行验证，各项验证结果符合标准要求，批准投入使用。

验证报告名称： 气相色谱验证报告

验证报告编号：

验证完成日期： 年 月 日

有 效 期： 1 年

验证负责人：

年 月 日

备注：

- 1. 系统应在当前验证条件下使用，使用条件发生变更，应报验证小组审核，必要时重新验证。
- 2. 系统和设备应按批准的标准操作、维护保养程序进行操作、维护和保养。
- 3. 本系统再验证项目及周期作为本证书的附件。

