

## TOC检测的质量控制

作为分析仪器制造商，客户往往希望我们针对其TOC分析仪的质量控制和验证问题予以指导。本文提供与校准、确效、系统适用性以及实验室对照样品相关的多个兴趣领域的知识。内容源自我们低含量的TOC测量经验，以及诸如Greenberg等人的《水和废水检验的标准方法》，第18版（美国公共卫生协会，Washington D.C, 1992）和Taylor编著的《化学测量质量保证》（Lewis Publishers, Chelsea, MI, 1987）等行业标准参考资料。

### 校准基础

Sievers\* 900系列TOC分析仪提供众多的校准和确效选项，因此对某些客户来说，可能难于选择适合应用的正确方式。以下是一些简单的提示：

#### 1. 单点校准时，务必选择高于水样 TOC范围的校准标准。

务必确保您的最高校准标准大于您水样中的TOC含量。这样您可确保您的样品处于该仪器所示的线性范围内。对于未知样品范围宽的用户，Sievers 900还可使用1 mg C/L和50 mg C/L之间设置的五点校准组合进行校准。

#### 2. 定期使用线性范围内的一个或多个标准样确效校准。

优良实验室规范（GLP）建议在感兴趣的范围内确效。此篇应用文献中将会有更多这方面的详细信息。

#### 3. 不要使用实验室对照标准样，使用单独配制的校准标准样。

此独立确效概念是用于显示您的仪器中任何重大偏差的重要相互校验。例如，许多客户使用KHP标样进行校准，而使用单独的蔗糖标准确效性能。Sievers分析仪提供多种用于校准、确效和实验室控制的标准溶液，以满足此需求。

### 校准准确度与校准偏差

校准是所有仪器系统的基础步骤。其目的是使测量过程中的偏差最小化。优良实验室规范（GLP）要求确效步骤以确认在校准过程中没有引入偏差。校准确效具有两个明显的功能：1) 测量校准步骤的准确度；或 2) 指示校准偏差。

在有效校准之后即刻进行准确度确效，以提供校准曲线准确度的简单度量。用于确效准确度的标样，不应使用校准用标样，应单独配制，或使用不同的化合物。这种情况下，确效标样起到完全独立的校准对照标样的作用。与之不同，如果在迟些时候（例如校准后六个月）进行确效，其主要目的是提供校准偏差的指示。用于确效校准偏差的标样应该与校准时使用的标样浓度相同。

使用 Sievers 900 系列的客户具有实行确效方案的选项，以匹配上述任意一种或两种情况。Sievers 900 系列 TOC 校准标样使用范围从 1 至 50 mg C/L 的 NIST 可追踪 KHP 进行制备。对应的确效标样使用范围从 0.5 mg C/L 至 50 mg C/L 的 NIST 蔗糖进行制备。我们的许多分析纯化水（PW）或注射用水（WFI）的客户选择以 1 mg C/L 进行校准，而以 0.5 mg C/L 确效准确度。这种方案使得客户在感兴趣的范围以上进行校准，并在兴趣点确效准确度。如果校准偏差的指示超出容许差，这种情况我们建议在 1 mg C/L 进行确效。

### 测试系统适用性的周期是多久？

要生成有效的分析数据，所要求的不仅仅是一台高质量仪器。实际上，它需要一个控制良好的测量系统，其包括以下所有四个因素：

- 称职并受过很好培训的人员
- 遵循标准操作步骤（SOP）
- 有效并维护良好的仪器
- 可追踪的参考材料

最新的USP <643>章和EP <2.2.44>方法中的TOC法规要求各TOC分析仪按照制造厂商的建议校准，并且定期证明各分析仪的适用性。但USP和EP法规没有解释系统适用性测试（SST）的进行周期。答案涉及两个基本又对立的考虑：

- 系统超出容许差的相关风险
- 证明系统在容许差之内的成本

应该对这两方面考虑的多个构成因素进行评估，因为它们适用于您自己的设备。

1. SST不合格相关的风险是什么？  
不合格对设备有什么影响？
2. 进行测量人员的经验水平如何？操作人员是否有足够的技术并受过充分的培训，以延长SST之间的周期？
3. 测量系统是否始终如一地通过测试？测量系统在延长的时间周期内是否稳定可靠？
4. 是否有可遵循的行业趋势或公司指南？审计员是否接受与规范不同的计划？
5. 进行SST的成本是多少？

## 如何测试系统适用性？

通过测试三种溶液确定TOC分析仪的适用性：空白溶液（Rw）、0.5 mg C/L蔗糖（Rs）以及0.5 mg C/L的1,4-苯醌。响应效率（RE）按以下计算：

$$RE = 100[(R_{ss}-R_w)/(R_s-R_w)]$$

如果85%<RE<115%，则确定该分析仪适用。当TOC分析仪第一次安装时，我们建议经常进行SST，以记录整个测量系统的性能（即人员、工艺、仪器和标样）。许多客户选择在半年或更长的时间内每日或每周进行SST。经常根据实际数据，使用控制图表，以确立平均性能、警告限值和控制在限值。在初始评估期之后的某些时候，管理人员可对采集的数据进行评测，然后对以后的SST选择适当的频度。这种方法可以有信心，即所做出的决定，在进行周期性SST的成本和出现容许差之外的风险之间保持良好的平衡。

## 实验室对照标样的重要性

实验室对照标样（LCS）是显示测量系统处于控制的常用方法，对于诸如医药和民用饮用水等高度控制的行业尤其如此。LCS通常使用每批样品进行分析。对照标样的浓度范围应与实际样品一致或位于感兴趣的特定范围内（如WFI测试为0.5 mg C/L）。

最好使用外部供应商提供的经认证的NIST可追溯标样，因为他们会提供最严格的手段来评测测量系统。如果内部制备的标样用于日常的质量控制，我们建议周期性使用外供的经认证的参考材料用于确效。例如，某些客户选择制备自己的溶液作为日常检查标样，但依靠Sievers提供认证的参考材料进行每周的系统适用性测试。当预算有限时，类似这种双级方法是很好的平衡。



扫二维码，  
关注 Sievers 分析仪官方微信。

请访问以下网站并点击“联系我们”，查询当地代理：[cn.sieversinstruments.com](http://cn.sieversinstruments.com)。

300 00110 CS Rev B

\*苏伊士的商标，在一个或多个国家注册。

©2018 年苏伊士。版权所有。