



GE Power & Water
Water & Process Technologies

CheckPoint Pharma および CheckPoint^e ポータブル型/オンライン型 TOC センサー 標準操作プロトコル

ファームウェア バージョン 1.04 以上

ユーザー手順:

- 設置適格性確認プロトコル
- 稼働性能適格性確認プロトコル
- 稼働時適格性確認プロトコル

GE Analytical Instruments
6060 Spine Road
Boulder, CO 80301-3687 USA
電話+1 800 255 6964
電話+1 303 444 2009
Fax +1 303 444 9543
geai@ge.com

欧州
Unit 3, Mercury Way
Urmston, Manchester, M41 7LY
United Kingdom
電話+44 (0) 161 864 6800
Fax +44 (0) 161 864 6829
generaluk.instruments@ge.com

中国
7/F, Building 1, No. 1 Hua Tuo Rd,
Seat No. 001
ZhangJiang Hi-Tech Park, Pudong
Shanghai China 201203
電話+(8621) 38777735
Fax +(8621) 38777469
geai.china@ge.com

techsupport@geinstruments.com
www.geinstruments.com

DVL 97230-01 A
米国印刷©2010

目次

改訂履歴	4
商標および特許権	5
CheckPoint 標準操作プロトコル概要	6
ISO 9001 登録	6
ライセンス契約	7
適格性確認の推奨順序	8
CheckPoint TOC センサー用 SOP チェックリスト	10
設置適格性確認プロトコル	12
CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー用のセンサーとファームウェアの 設置プロトコル	14
CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー用のセンサーおよびファームウェア設置 チェックリスト	16
4-20 mA 出力稼働検証プロトコル (オプション)	19
4-20 mA 出力稼働検証ワークシート	21
稼働性能適格性確認プロトコル	23
サンプル流量校正プロトコル	25
サンプル流量校正ワークシート	27
導電率校正および検証プロトコル	29
導電率校正ワークシート	31
導電率検証ワークシート	32
TOC 校正および検証プロトコル	34
TOC 校正ワークシート	37
TOC 検証ワークシート	38
システム適合性 (反応効率) 検証プロトコル	40
システム適合性ワークシート	42
稼働時適格性確認プロトコル	44
直線性検証プロトコル	46
直線性ワークシート	48
外挿を使用した検出限界および定量限界検証プロトコル	49
外挿を使用した LOD/LOQ ワークシート	52
繰り返しオンライン測定を使用した検出限界および定量限界検証プロトコル	53
LOD/LOQ 繰り返し法ワークシート	55

改訂履歴

ドキュメント バージョン	ソフトウェア バージョン/拡張	日付
DVL 97100-01 Rev. A	1.00	2008 年 4 月
DVL 97200-01 Rev. A	1.03	2008 年 8 月
DVL 97200-01 Rev. B	1.03	2008 年 10 月
DVL 97200-02 Rev. A	1.03	2009 年 6 月
DVL 97200-03 Rev. A	1.04	2010 年 6 月
DVL 97200-04 Rev A	製品名の更新	2010 年 10 月

翻訳免責事項

この GE Analytical Instruments の書類の正式版は英語版 DVL 97200-04 Rev A です。この言語の翻訳は、ユーザーの便宜のために提供されています。翻訳が正確であるように細心の注意を払いましたが、GE Analytical Instruments はその正確さについては保証しません。

用語集や選択に関する記録をお持ちの場合、これらの要請は、弊社が行うすべての翻訳に適用されます。

商標および特許権

CheckPoint* は General Electric Company の商標であり、一部の国では登録されています。

本マニュアルで記述されているセンサーは、General Electric Company が出願し所有している特許、または申請中の 1 つ以上の特許によって保護されています。

*General Electric Company の商標：一部の国々では登録されています。

CheckPoint 標準操作プロトコル概要

CheckPoint 標準操作プロトコル (SOPs) パッケージには、ユーザーが製造プロセスに用いる CheckPoint Pharma または CheckPoint® ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの適格性を簡単に確認できるようにする、プロトコル、ワークシート、その他の情報が含まれます。本パッケージは、文書の作成やテストにおいて、主として製薬業界のお客様を支援することを目的としており、センサーが仕様通りに動作して、その用途の据付、操作、性能要件を満たすことを保証します。お客様は、ライセンス契約に従って、お客様の会社特有または他の業界特有の要件に適合するように、これらのプロトコルを修正できます。SOP の構成内容は、目次に記載されています。

本文書を通じて、他に特に規定がなければ、CheckPoint への言及は CheckPoint Pharma と CheckPoint® 両方のポータブル型/オンライン型 TOC センサーに適用されます。

ISO 9001 登録

GE Analytical Instruments は ISO 9001 に登録しております。詳細および当社の ISO 9001 証明書とファイル番号については、当社ウェブサイト <http://www.geinstruments.com> をご覧ください。(Company タブの次に ISO 9001 Certification オプションをクリックすると、「ISO 9001 Certification」のウェブページが表示されます。)

ライセンス契約

これはユーザーと GE Analytical Instruments の間の法的な契約です。この契約により、ユーザーに対して、SOP パッケージの情報および文書を使用する限定された権利を与えます。ユーザーがすべての情報および文書の所有者になることはなく、GE Analytical Instruments がその所有権を留保します。本ライセンスで具体的に承認されていないすべての権利は、GE Analytical Instruments に明示的に留保されます。ユーザーが本契約の条項で拘束されることに同意しない場合は、全額払い戻しのために本 SOP パッケージを受領後 3 日以内に GE Analytical Instruments に返却してください。

ライセンスの許諾: GE Analytical Instruments は、1 台の CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの検証においてユーザーを支援するために本パッケージを利用する権利をユーザーに与えます。本パッケージは同センサーと関連付けられており、他の追加機器を支援するために使用することはできません。

ユーザーに許可されている内容:

- いずれかの用途に対してセンサーを検証するために、必要に応じてチェックリスト、ワークシート、プロトコルをコピーすること。
- 文書を変更すること。SOP の電子版は、プロトコルとワークシートの修正の修正のための手段として提供されます。ただし、このように変更された文書には、GE Analytical Instruments の文書を元に修正したものであること、オリジナル文書が変更されたことを明記する必要があります。

ユーザーに許可されていない内容:

- GE の機器であるかにかかわらず、対象外の機器を適格性確認または検証することに、本文書を使用すること。
- 上記以外の目的で紙媒体または電子版の文書をコピーまたは修正すること。
- 著作権表示を削除したり、不明瞭にすること。

適格性確認の推奨順序

1. 設置適格性確認

- センサーとファームウェアの設置プロトコルおよびチェックリスト
- (オプション) 4-20 mA 出力動作検証プロトコルおよびワークシート

2. 稼働性能適格性確認

- 流量校正プロトコルおよびワークシート
- 導電率校正/検証プロトコルおよびワークシート
- TOC 校正/検証プロトコルおよびワークシート
- システム適合性 (反応効率) プロトコルおよびワークシート

3. 稼働時適格性確認

- (オプション) 直線性検証プロトコルおよびワークシート
- 検出限界および定量限界外挿検証プロトコルおよびワークシート (直線性検証プロトコルを実行している必要があります)

または

- 検出限界および定量限界繰り返し測定検証プロトコルおよびワークシート



CheckPoint TOC センサー用 SOP チェックリスト

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____

プロトコル、チェックリスト、またはワークシートの名前	結果: 合格/不合格、 完了/未完了、 または適用外	日付	イニシャル
センサーとファームウェアの設置プロトコルおよびチェックリスト			
(オプション) 4-20 mA 出力動作検証プロトコルおよびワークシート			
流量校正プロトコルおよびワークシート			
(オプション) 導電率校正/検証プロトコルおよびワークシート			
TOC 校正/検証プロトコルおよびワークシート			
システム適合性 (反応効率) プロトコルおよびワークシート			
(オプション) 直線性検証プロトコルおよびワークシート			
検出限界および定量限界外挿プロトコルおよびワークシート (直線性検証プロトコルを実行している必要があります)			
または			
検出限界および定量限界繰り返し測定プロトコルおよびワークシート			



実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____



設置適格性確認プロトコル

- センサーおよびファームウェアの設置プロトコルおよびチェックリスト
- (オプション) 4-20 mA 出力動作検証プロトコルおよびワークシート



CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー用のセンサーとファームウェアの設置プロトコル

1. **目的**： CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの設置を検証すること。
2. **適用範囲**： 本プロトコルは、検証のために CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの設置を文書化することを目的としています。 チェックリストは、設置を支援するために提供されています。 詳しい設置方法および図解は、センサーの『ユーザー ガイド』に記載されています。
3. **機材**
 - 3.1 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの輸送用箱および内容物
 - 3.2 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー用センサーおよびファームウェア設置チェックリストおよびワークシート (Error! Bookmark not defined. ページを参照)
 - 3.3 センサーの『ユーザー ガイド』
 - 3.4 CheckPoint Pharma および CheckPoint® SOP パッケージ
4. **定義**： なし
5. **手順**
 - 5.1 発送箱を開梱して、以下の品目のすべてが揃っているかを確認します。 **設置チェックリスト**の該当する項目には**はい**、**いいえ**、または**適用外**および**イニシャル**と日付を記入します。
 - 5.1.1 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー。
 - 5.1.2 センサーの『ユーザー ガイド』。
 - 5.1.3 CheckPoint 標準操作プロトコル。
 - 5.1.4 校正証明書
 - 5.1.5 アクセサリ。 内容物がセンサーの『ユーザー ガイド』の「設置」の章に記載されているリストに一致しているかを確認します。
 - 5.1.6 (オプション) バイアル サンプリング キット
 - 5.1.7 (オプション) バッテリーと充電器
 - 5.1.8 (オプション) 低圧サンプリング キット
 - 5.1.9 (オプション) サンプル インライン フィルター
 - 5.2 ワークシートに、センサーの製造番号（センサーの左側に記載）および受領日を記録します。 センサーの『ユーザー ガイド』を印刷した場合、2 ページの「識別情報」の項を記入します。



5.3 設置場所がセンサーの環境要件を満たしているかを確認します。センサーを取り付ける場合、センサーの『ユーザー ガイド』の「設置」の章の手順 1 「取り付けブラケットの設置」の項に記載されている通りに、取り付けブラケットを設置します。

5.4 電源オプションを設置します。

5.4.4 センサーは、バッテリー、電源コード、または電力管を用いて使用できます。センサーの『ユーザー ガイド』の手順 2 「電源オプションの設置」の項に記載の通りに、電源オプションを接続します。

5.5 ネットワークおよび I/O ケーブル（オプション）の設置

5.5.1 お客様のネットワークに、またはコンピュータに直接、CheckPoint を接続する場合、センサーの『ユーザー ガイド』の手順 3 「I/O ケーブルの設置」の項に記載の通りに、イーサネット ケーブルを接続します。

5.5.2 センサーが I/O ボードを用いるように設定されている場合、センサーの『ユーザー ガイド』の手順 3 「I/O ケーブルの設置」の項に記載の通りに、4-20 mA 出力、パイナリ出力、および警報の配線を接続します。


5.6 サンプル注入口と廃液出口を接続します。『ユーザー ガイド』の「設置」の章、手順 4 「サンプル注入口および廃液出口の設置」の項の説明に従ってください。


5.7 センサーにサンプル水が流れるようにします。


5.8 センサーの電源を入れます。

5.9 日付と時刻を設定します。

5.9.1  ボタンを押し、F3 を押して、**セットアップ** (Setup) 画面を選択します。


5.9.2 スクロール バーを使用して、**時計** (Clock) を強調表示させて、 ボタンを押します。

5.9.3 F1 を押して、スクロール バーを使用して日付を指定します。  を押して、日付を設定します。


5.9.4 F2 を押して、スクロール バーを使用して時刻を指定します。  を押して、時刻を設定します。

5.9.5 F4 を押して、前の画面に戻ります。

5.10 ファームウェア バージョン番号を記録します。

5.10.1 **システム情報** (System Info) 画面が表示されるまで、 ボタンを押します。

5.10.2 **バージョン** (Ver) フィールドには、ファームウェア バージョン番号が記載されています。ワークシート上部のフィールドに、この番号を記録します。

5.11 センサーをすすぎ洗います。  ボタンを押し、センサーを 6 時間運転させます。

CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー用のセンサーおよびファームウェア設置チェックリスト

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____ 受領日 _____

プロトコル 手順番号	項目	はい/いいえ、または適用外 イニシャルおよび 日付
5.1.1	CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーを受領した	
5.1.2	センサーの『ユーザー ガイド』CD-ROM を受領した	
5.1.3	『CheckPoint 標準操作プロトコル』を受領した	
5.1.4	『校正証明書』を受領した	
5.1.5	(オプション) すべてのアクセサリを受領した	
5.2	センサー製造番号および受領日をワークシートに記録した	
5.3	設置場所がセンサーの環境要件を満たし、センサーを取り付けた (オプション)	
5.4.1	電源を設置した	
5.5.1	(オプション) イーサネット ケーブルを接続した	
5.5.2	(オプション) 4-20 mA 出力、バイナリ出力、および警報を接続した	
5.6	サンプル注入口と廃液出口を設置した	
5.7	センサーにサンプル水が流れるようにした	

プロトコル 手順番号	項目	はい/いいえ、また は適用外 イニシャルおよび 日付
5.8	センサーの電源を入れた	
5.9	日付および時刻を設定した	
5.10	ファームウェア バージョン番号がワークシートに記録された	
5.11	センサーを 6 時間すぎ洗いした	






実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____




検証担当者: _____ 日付: _____



4-20 mA 出力稼働検証プロトコル (オプション)

1. **目的:** CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの 4-20 mA 出力の稼働を検証すること。
2. **適用範囲:** 本プロトコルは、オプションの I/O ボードを搭載した CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーに適用されます。本プロトコルは、4-20 mA 出力の機能、およびデジタル マルチメーターなどの補助ツールの機能をユーザーが熟知していると想定しています。マルチメーターの精度が本プロトコルの結果に影響を及ぼすことに注意してください。本プロトコルは、センサーの稼働検証のオプション部分です。
3. **機材:**
 - 3.1 4-20 mA 出力検証ワークシート (Error! Bookmark not defined. ページを参照)
 - 3.2 デジタル マルチメーター、または 4-20 mA からの電流を測定可能なその他のデバイス
4. **定義:** なし
5. **手順:**
 - 5.1 センサーの電源を切ります。
 - 5.2 蝶ネジを緩めて、I/O ボード カバーを開きます。
 - 5.3 マルチメーターに 4-20 mA 出力からの配線を接続します。4-20 mA 出力に配線を接続する手順については、センサーの『操作および保守マニュアル』の「設置」の章を参照してください。手順の間にカバーを閉じることができるように、I/O カバーの貫通ポートの中にマルチメーターの配線を通します。
 - 5.4 センサーへの電源を再投入します。
 - 5.5  ボタンを押します。
 - 5.6 アナログ出力が有効であるかを確認します。
 - 5.6.1 F2 を押して、I/O 画面を選択します。
 - 5.6.2  ボタンを使用して、**アナログ出力** (Analog Output) を強調表示して、 ボタンを押します。
 - 5.6.3 5.3 の項でどの出力を配線したかに応じて、F1 を押して**アナログ出力 1** (Analog output 1) を選択するか、F2 を押して**アナログ出力 2** (Analog output 2) を選択するか、F3 を押して**アナログ出力 3** (Analog output 3) を選択します。
 - 5.6.4  ボタンを押して、アナログ出力のオン/オフに切り替えます。アナログ出力がオンに設定されているかを確認します。
 - 5.7  と F4 を押して、**保守** (Maintenance) 画面を選択します。
 - 5.8 F1 を押して、**診断** (Diagnostics) 画面を選択します。



- 5.9  ボタンを使用して、**4-20 mA 出力** (4-20 mA Output) を強調表示して、 ボタンを押します。
- 5.10 5.3 の項でどの出力を配線したかに応じて、F1 を押して**アナログ出力 1** (Analog output 1) をテストするか、F2 を押して**アナログ出力 2** (Analog output 2) をテストするか、F3 を押して**アナログ出力 3** (Analog output 3) をテストします。
- 5.11 F1 を押して、出力は開始します。
- 5.12 F1 ボタンを押して、4 mA か 20 mA の値を切り替えます。
- 5.13 センサーがアナログ出力に電流を送り、マルチメーターは測定値を表示します。
- 5.14 合否基準: マルチメーターの測定値と手順 5.12 で選択された値の差が $\pm 3\%$ であること。
- 5.15 F4 を 3 回押して、選択したメイン画面に戻るまで、 ボタンを複数回押します。
- 5.16 メニュー オプションを設定するには、センサーの『ユーザー ガイド』の「基本操作およびメニュー オプション」の章を参照してください。



4-20 mA 出力稼働検証ワークシート

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____

使用したアナログ出力 (1、2、または 3) _____

選択した電流 (4 または 20 mA) _____

マルチメーターに表示された電流 _____

予想電流と実測電流の差異率 _____

合否基準: 差異率が $\pm 3\%$ 以下である。 ____合格 ____不合格

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____





稼働性能適格性確認プロトコル

- 流量校正プロトコルおよびワークシート
- 導電率校正/検証プロトコルおよびワークシート
- TOC 校正/検証プロトコルおよびワークシート
- システム適合性（反応効率）プロトコルおよびワークシート



サンプル流量校正プロトコル

1. **目的:** CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー中のサンプル流量を校正した後に、検証すること。

2. **適用範囲:** 本プロトコルは CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーに適用されます。本プロトコルは、センサーの稼働検証のオプション部分です。ポンプヘッドを交換した時は、流量校正を必ず実行してください。この手順では、CheckPoint が加圧水システムに設置されていると仮定します。


3. **機材:**


3.1 流量校正ワークシート

3.2 センサーのアクセサリ キットに含まれる流量校正キット コンポーネント (チューブと 10 mL メスシリンダー)

4. **定義:** なし

5. **手順:**


5.1 センサーが測定中の場合、 ボタンと F1 を押します。

5.2 将来、再読み込みまたは参照する必要がある場合に備えて、センサーの USB ポートに USB フラッシュ メモリを取り付けた後、 ボタンを押して、現在のシステム設定を保存します。

5.3 サンプル供給ラインを遮断します。センサーの**廃液** (Waste) ポートからチューブを外します。ご使用のセンサーに**バイパス** (Bypass) ポートがある場合、**バイパス** (Bypass) ポートに栓を接続します。(廃液ラインから他の長さのチューブと継ぎ手を取り外します。)

5.4 アクセサリ キットに含まれる短い長さの廃液チューブを**廃液** (Waste) ポートに接続します。

5.5 チューブの他端をアクセサリ キットに含まれる 10 mL メスシリンダーに入れます。

5.6  ボタンを押します。

5.7 F1 を押して、**モード** (Mode) 画面を選択します。

5.8 F1 を押して、**校正** (Calibration) を選択します。

5.9 F3 を押して、**流量** (Flow Rate) を選択します。

5.10 センサーが給水源に接続されているかを確認し、F1 を押して、センサーの流量校正を準備します。センサーは約 20 秒間でポンプ チューブを水で満たします。処理前に、メスシリンダーに集めた水を排水して空にします。

廃液ラインが割り当てられた時間で満たされなかった場合、F4 を押してキャンセルします。流路が満たされるまで、手順 5.9 から繰り返します。



5.11 F1 を押して、流量校正処理を開始します。ポンプは 5 分間通常の 2 倍の速度で運転します。

5.12 5 分後、メスシリンダー内の水量を 0.1 mL の位まで測定します。ほぼ 5 mL のはずです。センサーがプロンプトで入力を促すとこの量を入力して、ワークシートのライン 2 にもこの量を記録します。F1 を押して、新しい設定値を仮に適用します。

5.13 新しい流量校正を検証するには、シリンダを空にして、シリンダに流量校正排水チューブを戻します。F1 を押して続けます。センサーは約 5 分間、水をポンプで再び送水します。

5.14 5 分後、メスシリンダー内の水量を 0.1 mL の位まで測定します。この値をワークシートのライン 3 に記録します。

5.15 以下の合否基準が満たされれば、校正を適用します。

合否基準: 2 回目の 5 分間の試験の間に収集された水量が 4.8 ~ 5.2 mL である。

この条件が満たされている場合は、F1 を押して新しい流量校正を適用して、作業を続けます。

この条件が満たされない場合、サンプル流量校正手順を再び実行する必要があるかもしれません。しかし、まずサンプルチューブが正しく取り付けられているかを確認します。また、センサー内に漏れがないかを確認して修正します。センサーの『操作および保守のマニュアル』の「トラブルシューティング」の章を参照して、センサーに別の問題がないかを判断してください。

5.16 流量校正が完了した後、**廃液** (Waste) ポートからチューブを外して、標準の廃液チューブとバイパスラインを再び接続します。



サンプル流量校正ワークシート

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____

サンプル流量校正前にサンプル ポンプ ヘッドを交換しましたか?

(はい/いいえ): _____ (ライン 1)

最初の 5 分間に収集された水量: _____ (ライン 2)

2 回目の 5 分間に収集された水量: _____ (ライン 3)

流量校正合否基準:

- 2 回目の 5 分間の試験の間に収集された水量が 4.8 ~ 5.2 mL である

校正の措置: ____ 適用 ____ キャンセル

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____



導電率校正および検証プロトコル

1. **目的:** CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの導電率校正を実行すること。
2. **適用範囲:** 本プロトコルはすべての CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーに適用されます。本プロトコルを実行するためにはバイアル サンプリング キットが必要なことに注意してください。

センサーが導電率または比抵抗用を使用される場合、ポンプ ヘッドの交換後に導電率校正を実行してください。導電率校正は、導電率または比抵抗の値が使用されていない低濃度アプリケーションには必要ありません。

標準液は GE Analytical Instruments から直接購入してください。本プロトコルを実行する分析担当者は、センサーの用語や操作を熟知している必要があります。

注記: CheckPoint は、本プロトコルを実行している間、**セットアップ** (Setup) メニューの測定単位の設定に関係なく、温度補正済み導電率値を報告します。

3. 機材:


- 3.1 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー
- 3.2 バイアル サンプリング キット
- 3.3 **導電率校正ワークシート** (30 ページを参照)
- 3.4 GE Analytical Instruments の導電率校正標準液。標準液には以下のものが含まれています。
 - 25 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 導電率標準液 (HCl として) のバイアル 1 本すべての標準液を、使用前に室温まで温めてください。
使用前に標準液バイアルを 10 ~ 30 秒間振ってください。


4. 定義:

- DI - 脱イオン
- TOC - 全有機炭素

5. 手順:

- 5.1 センサーが測定中の場合、**■** ボタンを押します。
- 5.2 センサーの『ユーザー ガイド』に記載の説明通りに、バイアル サンプリング キットが接続されているかを確認します。

5.3 将来、再読み込みまたは参照する必要がある場合に備えて、センサーの USB ポートに USB フラッシュ メモリを取り付けた後、 ボタンを押して、現在のシステム設定を保存します。

5.4  ボタンを押します。

5.5 F1 を押して、**モード** (Mode) 画面を選択します。

5.6 F1 を押して、**校正** (Calibration) を選択します。

5.7 F2 を押して、**導電率** (Conductivity) を選択します。

5.8 F1 を押して、**導電率校正** (Conductivity Calibration) を選択します。

5.9 バイアル ポートに 25 $\mu\text{S}/\text{cm}$ HCl 標準液を挿入します。

5.10 F1 を押して、導電率校正を開始します。センサーの中をサンプルが流され、HCl 溶液の測定が始まります。

測定が完了すると、センサーは両方のセルの測定平均値と調整された温度補正済み導電率値、そしてセル 1 の予想導電率を表示します。F1 を押して校正を受け入れるか、F4 を押してキャンセルします。

プリンタが設置されていると、測定完了時に CheckPoint が各測定結果を印刷します。

導電率校正には正式な合格/不合格の基準はありませんが、GE Analytical Instruments では、平均値が 24 ~ 26 $\mu\text{S}/\text{cm}$ で、相対標準偏差が 0.5% 以下の場合に校正を受け入れることをお勧めします。

5.11 校正検証も実行する場合、以下の手順を続けてください。

5.12 F1 を押して、**校正**を選択します。(メイン (Main) メニューから開始する場合)

5.13 F2 を押して、**導電率** (Conductivity) を選択します。(校正 (Cal) メニューから開始する場合)

5.14 F1 を押して、導電率校正 (Conductivity Calibration) を選択します。(導電率 (Gond) メニューから開始する場合)

5.15 25 $\mu\text{S}/\text{cm}$ HCl 標準液がバイアル ポートにあることを確認します。F1 を押します。

5.16 測定が完了すれば、ワークシートに値を記録します。校正を適用しないでください。

以下の計算式によって差異率を計算します。

$$\text{差異率} = [(\text{測定濃度} - \text{標準液の予想濃度}) / (\text{標準液の予想濃度})] \times 100\%$$

合否基準は以下の通りです。

- 相対標準偏差が 0.5% 以下である
- 差異率が $\pm 2\%$ 以内である



導電率校正ワークシート

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____ 標準液の使用期限 _____

標準液セットのロット番号 (オプション) _____

	値	セル 1	セル 2
予想値	_____	_____	_____
実測値	_____	_____	_____
相対標準偏差	_____	_____	_____
調整後	_____	_____	_____

推奨合否基準:

- 平均値が 24 ~ 26 $\mu\text{S}/\text{cm}$ である
- セル 1 とセル 2 の相対標準偏差値が 0.5% 以下である

校正結果: _____ 合格 _____ 不合格

校正の措置: _____ 受け入れ _____ キャンセル

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____



導電率検証ワークシート

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____ 標準液の使用期限 _____

標準液セットのロット番号 (オプション) _____

値	セル 1	セル 2
予想値	_____ (ライン 1)	_____ (ライン 2)
実測値	_____ (ライン 3)	_____ (ライン 4)
相対標準偏差	_____	_____
調整後	_____	_____

推奨合否基準:

以下の計算式によって差異率を計算します。

$$\text{差異率} = [(\text{測定濃度} - \text{標準液の予想濃度}) / (\text{標準液の予想濃度})] \times 100\%$$

$$\text{セル 1 の差異率} = [[\text{_____ (ライン 3)} - \text{_____ (ライン 1)}] / [\text{_____ (ライン 1)}]] \times 100\% = \text{_____}$$

$$\text{セル 2 の差異率} = [[\text{_____ (ライン 4)} - \text{_____ (ライン 2)}] / [\text{_____ (ライン 2)}]] \times 100\% = \text{_____}$$

合否基準は以下の通りです。

- セル 1 とセル 2 の相対標準偏差値が 0.5% 以下である
- セル 1 とセル 2 の差異率が ± 2% 以内である

検証結果: ___合格 ___不合格



実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____

TOC 校正および検証プロトコル

1. **目的:** CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの TOC 校正を実行すること。
2. **適用範囲:** 本プロトコルはすべての CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーに適用されます。本プロトコルを実行するためにはバイアル サンプリング キットが必要なことに注意してください。

ポンプ ヘッドの交換した後は、TOC 校正を実行してください。校正を開始する前に、TOC 校正標準液を冷蔵庫から出し、温度が室温と同じになるまで置いてください (1 時間程度)。標準液は GE Analytical Instruments から直接購入してください。本プロトコルを実行する分析担当者は、センサーの用語や操作を熟知している必要があります。

3. 機材:

- 3.1 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー
- 3.2 バイアル サンプリング キット
- 3.3 **TOC 校正ワークシート** (36 ページを参照)
- 3.4 GE Analytical Instruments の TOC 校正標準液。標準液には以下のものが含まれています。
 - TOC 校正ブランクのバイアル 2 本
 - 500 ppb TOC (ショ糖) のバイアル 1 本

注記: 1 ppm = 1 mg C/L、1 ppb = 1 µg C/L



すべての標準液を、使用前に室温まで温めてください。

使用前に標準液バイアルを 10 ~ 30 秒間振ってください。

4. 定義:

TOC - 全有機炭素

5. 手順:

- 5.1 センサーが測定中の場合、 ボタンを押します。
- 5.2 センサーの『ユーザー ガイド』に記載の説明通りに、バイアル サンプリング キットが接続されているかを確認します。
- 5.3  ボタンを押します。
- 5.4 F1 を押して、**モード** (Mode) 画面を選択します。
- 5.5 F1 を押して、**校正** (Calibration) を選択します。



- 5.6 F1 を押して、TOC を選択します。
- 5.7 F1 を押して、TOC 校正 (TOC Calibration) を選択します。
- 5.8 バイアル ポートに試薬水ブランクを挿入します。
- 5.9 F1 を押して、TOC 校正を開始します。 センサーの中を試薬水が流され、ブランクの測定が始まります。
- 5.10 プロンプトが表示されたら、試薬水ブランクを取り出し、500 ppb ショ糖校正標準液をバイアル ポートに挿入します。
- 5.11 F1 を押します。
- 5.12 センサーの中を標準液が流され、標準液の測定が始まります。
- 5.13 測定が終了すれば、センサーには、ブランクと 500 ppb ショ糖標準液 (実測) の平均 TOC 値および予測値 (500 ppb プラス ブランク) と、500 ppb ショ糖標準液繰り返し測定の相対標準偏差を含む校正結果が表示されます。 F1 を押して校正を受け入れるか、F4 を押してキャンセルします。



ボタンを使用して、校正結果全体をスクロールします。

プリンタが設置されていると、CheckPoint が各測定結果を印刷します。

TOC 校正に具体的な合格/不合格基準はありませんが、GE Analytical Instruments では、ブランクの TOC が ≤ 60 ppb、500 ppb 標準液の実測 TOC が 300 ~ 750 ppb、繰り返し測定の相対標準偏差が $\leq 3\%$ であれば、校正を適用することをお勧めします。

ブランクの TOC が高い場合、バイアル サンプリング キット汚染が原因である可能性があります。この場合、グラブ モードを使用して低 TOC 値が確認されるまで、キットに低 TOC 水 (試薬水ブランクなど) を流します。その後、校正を繰り返してください。

TOC 校正はいくらか室温に左右されますので、センサーが通常動作している時と同じ室温で校正を実行することを推奨します。

標準偏差および相対標準偏差は次のように計算します。

$$\text{標準偏差} = \sqrt{\frac{n\sum x^2 - (\sum x)^2}{n(n-1)}}$$

Σ = 合計

x = 各結果

n = 一連の測定における測定回数 (繰り返し回数 - 棄却回数)

$$\text{相対標準偏差 (RSD)} = (\text{標準偏差} / \text{実測 TOC 濃度}) \times 100$$

- 5.14 校正検証も実行する場合、以下の手順を続けてください。
- 5.15 モード (Mode) 画面が表示されるまで、F4 を押します。
- 5.16 F2 を押して、グラブ サンプル (Grab Sample) を選択します。
- 5.17 バイアル ポートに未使用の試薬水ブランクを挿入します。



- 5.18 F1 を押して分析を開始します。
- 5.19 バイアルを測定した後、**結果** (Result) 画面が表示されます。 ブランクとして平均値と相対標準偏差を記録します。
- 5.20 F4 を押して続けます。
- 5.21 F2 を押して、**グラフ サンプル** (Grab Sample) を選択します。
- 5.22 バイアル ポートに 500 ppb ショ糖校正標準液を挿入します。
- 5.23 F1 を押して分析を開始します。
- 5.24 バイアルを測定した後、**結果** (Result) 画面が表示されます。 実測値として平均値と相対標準偏差を記録します。
- 5.25 500 ppb + (試薬水ブランクの平均値) として予測値を計算して、値を記録します。
- 5.26 以下の計算式によって差異率を計算します。

$$\text{差異率} = [(\text{測定濃度} - \text{標準液の予想濃度}) / (\text{標準液の予想濃度})] \times 100\%$$

合否基準は以下の通りです。

- 500 ppb 標準液の繰り返し測定の RSD が 3% 以下である
- 差異率が $\pm 10\%$ 以内である



TOC 校正ワークシート

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____ 標準液の使用期限 _____

標準液セットのロット番号 (オプション) _____

	値
ブランク	_____
予想値	_____
実測値	_____
実測 RSD	_____
調整後	_____

推奨合否基準:

- ブランクの TOC が 60 ppb 以下である
- 500 ppb 標準液の実測 TOC が 300 ~ 750 ppb である
- 500 ppb 標準液の繰り返し測定の実測 RSD が 3% 以下である

校正結果: ___合格 ___不合格

校正の措置: ___受け入れ ___キャンセル

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____



TOC 検証ワークシート

会社名 _____ 日付 _____
 分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____
 センサー製造番号 _____ 標準液の使用期限 _____
 標準液セットのロット番号 (オプション) _____

	値	RSD (%)
ブランク	_____ (ライン 1)	_____
予想値	_____ (ライン 2)	_____
実測値	_____ (ライン 3)	_____

500 ppb + (試薬水ブランクの平均値) として予測値を計算して、値を記録します。

予想値 = 500ppb + _____ (ライン 1) = _____ (ライン 2)

以下の計算式によって差異率を計算します。

差異率 = [(測定濃度 - 標準液の予想濃度) / (標準液の予想濃度)] x 100%

差異率 = { [_____ (ライン 3) - _____ (ライン 2)] / [_____ (ライン 2)] } x 100 = _____

推奨合否基準は以下の通りです。

- 500 ppb 標準液の繰り返し測定の RSD が 3% 以下である
- 差異率が ± 10% 以内である

検証結果: _____ 合格 _____ 不合格

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____



システム適合性（反応効率）検証プロトコル

1. **目的:** CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーのシステム適合性検証を実行すること。
2. **適用範囲:** 本プロトコルはすべての CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーに適用されます。本プロトコルを実行するためにはバイアル サンプリング キットが必要です。

標準液は GE Analytical Instruments から直接購入してください。本プロトコルを実行する分析担当者は、センサーの用語や操作を熟知する必要があります。

3. 機材:

- 3.1 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー
- 3.2 バイアル サンプリング キット
- 3.3 システム適合性ワークシート (Error! Bookmark not defined. ページを参照)
- 3.4 GE Analytical Instruments のシステム適合性標準液セット。標準液セットには以下のものが含まれています。
 - 試薬水のバイアル 1 本 - Rw
 - 500 ppb TOC (USP ショ糖) のバイアル 1 本 - Rs
 - 500 ppb TOC (USP 1、4 -ベンゾキノン) のバイアル 1 本 - Rss

注記: 1 ppm = 1 mg C/L、1 ppb = 1 µg C/L

すべての標準液を、使用前に室温まで温めてください。



使用前に標準液バイアルを 10 ~ 30 秒間振ってください。

4. 定義:

DI - 脱イオン

TOC - 全有機炭素

5. 手順:

- 5.1 センサーの『ユーザー ガイド』に記載の説明通りに、バイアル サンプリング キットが接続されているかを確認します。
- 5.2 センサーが測定中の場合、 ボタンを押します。
- 5.3  ボタンを押します。
- 5.4 F1 を押して、モード (Mode) 画面を選択します。



- 5.5 F2 を押して、**Grab サンプル** (Grab Sample) を選択します。
- 5.6 バイアル ポートに Rw バイアルをセットします。
- 5.7 F1 を押して分析を開始します。
- 5.8 バイアルを測定した後、**結果** (Result) 画面が表示されます。ワークシートに 3 回の繰り返し測定値と平均値を記録します。F4 を押します。
- 5.9 バイアル ポートから Rw バイアルを取り出した後、バイアル ポートに Rs バイアルを挿入します。
- 5.10 F2 を押して、**Grab サンプル** (Grab Sample) を選択します。F1 を押して分析を開始します。
- 5.11 バイアルを測定した後、**結果** (Result) 画面が表示されます。ワークシートに 3 回の繰り返し測定値と平均値を記録します。F4 を押します。
- 5.12 バイアル ポートから Rs バイアルを取り出して、バイアル ポートに Rss バイアルを挿入します。
- 5.13 F2 を押して、**Grab サンプル** (Grab Sample) を選択します。F1 を押して分析を開始します。
- 5.14 バイアルを測定した後、**結果** (Result) 画面が表示されます。ワークシートに 3 回の繰り返し測定値を記録します。
- 5.15 バイアル ポートから Rss バイアルを取り出します。
- 5.16 USP システム適合性の合格基準は、反応効率が 85 ~ 115 % であることです。
反応効率は以下のように計算されます。
$$RE = (R_{ss} - R_w) / (R_s - R_w) \times 100$$

反応限界値は以下のように計算されます。
反応限界値 = $R_s - R_w$
- 5.17 **システム適合性ワークシート**を記入します。
 - 5.17.1 反応効率を計算して、ワークシートに値を記録します。
 - 5.17.2 反応限界値を計算して、ワークシートに値を記録します。
 - 5.17.3 結果を基に、合格または不合格のチェックボックスにチェックを入れます。
- 5.18 センサーをオンライン モードに戻して、通常操作を再開します。

システム適合性ワークシート

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____ 標準液の使用期限 _____

標準液セットのロット番号 (オプション) _____

	RW	Rs (ショ糖)	Rss (ベンゾキノン)
繰り返し測定 1	_____	_____	_____
繰り返し測定 2	_____	_____	_____
繰り返し測定 3	_____	_____	_____

試薬水の平均 TOC (Rw) _____ (ライン 1)

500 ppb ショ糖標準液の平均 TOC (Rs) _____ (ライン 2)

500 ppb ベンゾキノン標準液の平均 TOC (Rss) _____ (ライン 3)

反応効率 _____ (ライン 4)

反応限界値 _____ (ライン 5)

$$\text{反応効率} = [(Rss - Rw) / (Rs - Rw)] \times 100$$

$$\text{反応限界値} = Rs - Rw$$

USP システム適合性の合否基準は、反応効率が 85 ~ 115% であることです。

_____合格 _____不合格

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____





稼働時適格性確認プロトコル

- (オプション) 直線性検証プロトコルおよびワークシート
 - 検出限界および定量限界外挿法検証プロトコルおよびワークシート
- または
- 検出限界および定量限界繰り返し測定検証プロトコルおよびワークシート



直線性検証プロトコル

1. **目的:** CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの直線性を実証すること。
2. **適用範囲:** 本プロトコルはすべての CheckPoint センサーに適用されます。センサーは校正済みであると想定しています。標準液は GE Analytical Instruments から直接購入してください。このプロトコルで使われる試験用化合物は、TOC 濃度が 250、375、500 ppb のショ糖です。このプロトコルを多少変更すれば他の化合物を使用しても直線性を立証できます。本プロトコルを実行する分析担当者は、センサーの用語や操作を熟知している必要があります。本プロトコルは完了するまで約1時間かかります。

3. 機材:

- 3.1 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー
- 3.2 直線性ワークシート (48 ページを参照)
- 3.3 GE Analytical Instruments の直線性標準液。標準液には以下のものが含まれています。
 - 高濃度直線性標準液 (500 ppb ショ糖) のバイアル 1 本
 - 中濃度直線性標準液 (375 ppb ショ糖) のバイアル 1 本
 - 低濃度直線性標準液 (250 ppb ショ糖) のバイアル 1 本
 - 直線性ブランクのバイアル 1 本


注記: 1 ppm = 1 mg C/L、1 ppb = 1 µg C/L

すべての標準液を、使用前に室温まで温めてください。

4. 定義:

TOC – 全有機炭素

5. 手順:

- 5.1 センサーの『ユーザー ガイド』に記載の説明通りに、バイアル サンプルング キットが接続されているかを確認します。
- 5.2 センサーが測定中の場合、■ ボタンを押します。
- 5.3  ボタンを押します。
- 5.4 F1 を押して、モード (Mode) 画面を選択します。
- 5.5 F2 を押して、**グラブ サンプル** (Grab Sample) を選択します。
- 5.6 バイアル ポートに CheckPoint 直線性ブランク バイアルをセットします。
- 5.7 F1 を押して分析を開始します。



- 5.8 バイアルを測定した後、**結果 (Result)** 画面が表示されます。ワークシートに 3 回の繰り返し測定値と平均値を記録します。
- 5.9 バイアル ポートから直線性ブランク バイアルを取り出します。F4 を押します。バイアルポートに低濃度直線性標準液バイアルを挿入します。
- 5.10 F2 を押して、**Grab サンプル (Grab Sample)** モードを開始します。F1 を押して分析を開始します。
- 5.11 バイアルを測定した後、**結果 (Result)** 画面が表示されます。ワークシートに 3 回の繰り返し測定値と平均値を記録します。
- 5.12 バイアル ポートから低濃度直線性標準液バイアルを取り出します。F4 を押します。バイアルポートに中濃度直線性標準液バイアルを挿入します。
- 5.13 F2 を押して、**Grab サンプル (Grab Sample)** モードを開始します。F1 を押して分析を開始します。
- 5.14 バイアルを測定した後、**結果 (Result)** 画面が表示されます。ワークシートに 3 回の繰り返し測定値と平均値を記録します。
- 5.15 バイアル ポートから中濃度直線性標準液バイアルを取り出します。F4 を押します。バイアルポートに高濃度直線性標準液バイアルを挿入します。
- 5.16 F2 を押します。F1 を押して分析を開始します。
- 5.17 バイアルを測定した後、**結果 (Result)** 画面が表示されます。ワークシートに 3 回の繰り返し測定値と平均値を記録します。
- 5.18 バイアル ポートから高濃度直線性標準液バイアルを取り出します。
- 5.19 **直線性ワークシート**を記入します。

5.19.1 各標準液の平均値から平均ブランク値を減算することで、各標準液のブランク補正済み値を計算します。

5.19.2 一般的な表計算プログラムを使用して、予想値に対する実測値をプロットすることで、3 回のブランク補正済み TOC 値の直線性相関係数 R2 を決定します。

$$R^2 \geq 0.96$$

これは、次のように計算されます。

$$R^2 = \left(\frac{n(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)}{\sqrt{[n\sum(x^2) - (\sum x)^2][n\sum(y^2) - (\sum y)^2]}} \right)^2$$

X = TOC 標準液の認証値

Y = TOC 標準液の実測値 (ブランク補正済み)

直線性ワークシート

会社名 _____ 日付 _____
 分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____
 センサー製造番号 _____ 標準液の使用期限 _____
 標準液セットのロット番号 (オプション) _____

	CheckPoint 直線性ブランク	CheckPoint 直線性低濃度標準液	CheckPoint 直線性中濃度標準液	CheckPoint 直線性高濃度標準液
繰り返し測定 1	_____	_____	_____	_____
繰り返し測定 2	_____	_____	_____	_____
繰り返し測定 3	_____	_____	_____	_____
平均値	_____	_____	_____	_____
ここに、ブランクの平均値をコピー	_____	_____	_____	_____
ブランク補正済みの平均値から ブランク値を減算	_____	_____	_____	_____

$$R^2 = \left(\frac{n(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)}{\sqrt{[n\sum(x^2) - (\sum x)^2][n\sum(y^2) - (\sum y)^2]}} \right)^2$$

X = TOC 標準液の認証値

Y = TOC 標準液の実測値 (ブランク補正済み)

相関係数 (R^2) ≥ 0.96

_____ 合格 _____ 不合格

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____

外挿を使用した検出限界および定量限界検証プロトコル

1. **目的:** CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの検出限界 (LOD) および定量限界 (LOQ) の決定方法を実証すること。

2. **適用範囲:** 本プロトコルは、CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの LOD および LOQ を決定する手順を概説します。GE Analytical Instruments は機器の LOD を 0.21 ppb と判定しましたが、本手順はこの値を確認するためのものではありません。この LOD は、管理された条件下で高品質の水を使って求められたものです。この LOD に関する詳細については、GE Analytical Instruments にお問い合わせください。本手順は CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーに適用されます。機器は校正済みであると想定しています。本プロトコルを実行する分析担当者は、センサーの用語や操作を熟知している必要があります。

信号が機器ノイズによるものか、被分析物の反応によるものかを評価するために、LOD が使用されます。エンドユーザーはこれらの値を確認できますが、かなり高品質の水が必要とされます。

定量限界は、意味のない値と比べて意味のある値についての手引きを提供するために、ユーザーが規定した値です。これにはエンドユーザーの現場のあらゆる環境条件を取り入れています。CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーは非常に低濃度で炭素濃度を測定できますが、TOC の測定結果が意味のある値以上である濃度を記録することが重要です。

LOD 以上で得られたデータは、被分析炭素の存在を示しますが、LOQ 未満であればサンプリング方法が一定でないこと汚染などの可能性があります。この範囲内の値が出た場合は疑いの余地があります。ユーザーが決定した LOQ 以上のデータであれば有効です。

GE Analytical Instruments は、2 つの方法に基づいてこの評価を行いました。ここに記載されたプロトコルでは、LOD/LOQ の決定に方法 1 を使用します。

方法 1 には、CheckPoint 直線性標準液一式の測定と、被分析物濃度がゼロの場合の標準偏差の推定を可能にするように、y 切片を通じた測定値の標準偏差の推定を含みます。

方法 2 には、超純水の繰り返し測定と、測定値の標準偏差の計算を含みます。LOD は、この結果の標準偏差の 3 倍と推定されます。

3. 機材:

- 3.1 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー
- 3.2 外挿を使用した LOD/LOQ ワークシート (52 ページを参照)
- 3.3 記入済みの CheckPoint 直線性ワークシート
- 3.4 統計分析を実行する能力を備えたコンピュータ プログラムまたは計算機。

4. 定義:

DI - 脱イオン

LOD - 検出限界。分析機器の最高感度の評価に基づいた値。この値は、ノイズと実信号を区別する指標となります。通常この値は、機器ノイズレベルの標準偏差の3倍と規定されます。

LOQ - 定量限界。測定値が定量的に意味のあるものになる水準（標準偏差の10倍と定義されます）。

TOC - 全有機炭素

5. 手順:

5.1 直線性データを収集します。

5.1.1 本プロトコルを始める前に直線性プロトコルを実行していた場合、直線性データのコピーを入手します。

5.1.2 本プロトコルを始める前に直線性プロトコルを実行していなかった場合、LOD および LOQ を計算する前に直線性検証プロトコルを実行します。直線性検証プロトコルを実行し、該当するワークシートを記入すれば、データのコピーを入手します。

5.2 TOC 直線性検証ワークシートに記録されたデータを利用して、LOD/LOQ 外挿法ワークシートに以下の情報を記入します。

5.2.1 各繰り返し測定番号に対して、低濃度直線性標準液（250 ppb TOC ショ糖）の TOC 実測値を記録します。

5.2.2 各繰り返し測定番号に対して、中濃度直線性標準液（375 ppb TOC ショ糖）の TOC 実測値を記録します。

5.2.3 各繰り返し測定番号に対して、高濃度直線性標準液（500 ppb TOC ショ糖）の TOC 実測値を記録します。

5.2.4 各標準液の TOC 実測値（ブランク補正なし）の平均を記録します。

5.2.5 各標準液の TOC 実測値の標準偏差を計算して、記録します。

5.3 直線性データの外挿を通じて、検出限界および定量限界を計算します。

5.3.1 y 軸に標準偏差をプロットするのに対して、x 軸に平均 TOC 濃度（ブランク補正なし）をプロットします。

5.3.2 標準的な表計算プログラムを使用して、3つのポイントを通る最小二乗法線形回帰の y 切片を決定します。

y 切片は、被分析物濃度がゼロの場合の標準偏差を表します ($y \text{ 切片} = |s_0|$)。ライン 1 に y 切片を記録します。

5.3.3 ライン 2 で検出限界を計算します ($LOD = |y \text{ 切片}| \times 3$)。

5.3.4 ライン 3 で検出限界を計算します ($LOD = |y \text{ 切片}| \times 10$)。



5.4 参考文献

Taylor, John K., Quality Assurance of Chemical Measurements, Lewis Publishers imprint of CRC Press (1987).

American Chemical Society Committee Report, "Guidelines for Data Acquisition and Data Quality Evaluation in Environmental Chemistry," Anal. Chem. 52:2242 (1980).

ASTM D5997 "On-line Monitoring of Total Carbon, Inorganic Carbon in Water by Ultraviolet, Persulfate Oxidation and Membrane Conductivity Detection."

外挿を使用した LOD/LOQ ワークシート

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____

直線性ワークシートからのデータ（繰り返し測定 1、繰り返し測定 2、繰り返し測定 3、および平均）を、以下の表に追加します。

	CheckPoint 直線性低濃度標準液	CheckPoint 直線性中濃度標準液	CheckPoint 直線性高濃度標準液
繰り返し測定 1	_____	_____	_____
繰り返し測定 2	_____	_____	_____
繰り返し測定 3	_____	_____	_____
平均値	_____	_____	_____
標準偏差	_____	_____	_____

回帰直線の y 切片（濃度ゼロの時の標準偏差、 $|s_0|$): _____ (ライン 1)

検出限界: _____ × 3 = _____ (ライン 2)
|y 切片| LOD

定量限界: _____ × 10 = _____ (ライン 3)
|y 切片| LOQ

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____

繰り返しオンライン測定を使用した検出限界および定量限界検証プロトコル

1. **目的:** CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの検出限界 (LOD) および定量限界 (LOQ) の決定方法を実証すること。

2. **適用範囲:** 本プロトコルは、CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーの LOD および LOQ を決定する手順を概説します。GE Analytical Instruments は機器の LOD を 0.21 ppb と判定しましたが、本手順はこの値を確認するためのものではありません。この LOD は、管理された条件下で高品質の水を使って求められたものです。この LOD に関する詳細については、GE Analytical Instruments にお問い合わせください。本手順は CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーに適用されます。機器は校正済みであると想定しています。本プロトコルを実行する分析担当者は、センサーの用語や操作を熟知している必要があります。

信号が機器ノイズによるものか、被分析物の反応によるものかを評価するために、LOD が使用されます。エンドユーザーはこれらの値を確認できますが、かなり高品質の水が必要とされます。

定量限界は、意味のない値と比べて意味のある値についての手引きを提供するために、ユーザーが規定した値です。これにはエンドユーザーの現場のあらゆる環境条件を取り入れています。CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサーは非常に低濃度で炭素濃度を測定できますが、TOC の測定結果が意味のある値以上である濃度を記録することが重要です。

LOD 以上で得られたデータは、被分析炭素の存在を示しますが、LOQ 未満であればサンプリング方法が一定でないこと汚染などの可能性があります。この範囲内の値が出た場合は疑いの余地があります。ユーザーが決定した LOQ 以上のデータであれば有効です。

GE Analytical Instruments は、2 つの方法に基づいてこの評価を行いました。ここに記載されたプロトコルは、LOD/LOQ 決定法 2 を使用します。

方法 1 には、CheckPoint 直線性標準液一式の測定と、被分析物濃度がゼロの場合の標準偏差の推定を可能にするように、y 切片を通じた測定値の標準偏差の推定を含みます。

方法 2 には、超高純水の繰り返し測定と、測定値の標準偏差の計算を含みます。LOD は、この結果の標準偏差の 3 倍と推定されます。

3. 機材:

- 3.1 CheckPoint ポータブル型/オンライン型 TOC センサー
- 3.2 LOD/LOQ 繰り返し法ワークシート (56 ページを参照)
- 3.3 統計分析機能を装備したコンピュータ プログラムまたは計算機

4. 定義:

DI - 脱イオン

LOD - 検出限界。分析機器の最高感度の評価に基づいた値。この値は、ノイズと実信号を区別する指標となります。通常この値は、機器ノイズレベルの標準偏差の 3 倍と規定されます。

LOQ - 定量限界。測定値が定量的に意味のあるものになる水準（標準偏差の 10 倍と定義されます）。

TOC - 全有機炭素

5. 手順:

5.1 センサーが測定中の場合、 ボタンを押します。


5.2 (オプション) パスワード保護が有効になっている場合、ユーザー ID とパスワードでセンサーにログインします。


5.3 センサーの『ユーザーガイド』の「設置」の章に記載の手順に従って、センサーをオンライン型で設置します。

通常の操作で使用するよう計画したものと同一出力レートを TOC 測定に使用しているかを確認します。

5.4  ボタンを押して、分析を開始します。

5.5 分析を実行します。

5.6 センサーが 30 回の測定を行った後、 ボタンを押します。

5.7  ボタンを押します。

センサーには、収集された最後の 4 回の TOC 測定に対する時刻、TOC 結果、および導電率が表示されます。

5.8 最後の 9 回の TOC 測定値を『LOD/LOQ 繰り返し法ワークシート』に記録します。

5.9 計算を行い、値を『LOD/LOQ 繰り返し法ワークシート』に記録します。

5.9.1 最後の 9 回の TOC 値の平均 TOC (ライン 1) および標準偏差 (ライン 2) を計算します。

5.9.2 ライン 3 で検出限界を計算します ($LOD = \text{標準偏差} \times 3$)。

5.9.3 ライン 4 で定量限界を計算します ($LOQ = \text{標準偏差} \times 10$)。

6. 参考文献:

6.1 Taylor, John K., *Quality Assurance of Chemical Measurements*, Lewis Publishers imprint of CRC Press (1987).

6.2 American Chemical Society Committee Report, "Guidelines for Data Acquisition and Data Quality Evaluation in Environmental Chemistry," *Anal. Chem.* 52:2242 (1980).



6.3 ASTM D5997 “On-line Monitoring of Total Carbon, Inorganic Carbon in Water by Ultraviolet, Persulfate Oxidation and Membrane Conductivity Detection.”

LOD/LOQ 繰り返し法ワークシート

会社名 _____ 日付 _____

分析担当者名 _____ ファームウェア バージョン _____

センサー製造番号 _____

最後 9 回の TOC 測定値:

測定値番号	TOC 測定値	測定値番号	TOC 測定値	測定値番号	TOC 測定値
1		4		7	
2		5		8	
3		6		9	

最後 9 回の平均 TOC 値 _____ (ライン 1)

最後 9 回の測定値の標準偏差: _____ (ライン 2)

$$\text{標準偏差} = \sqrt{\frac{n\sum x^2 - (\sum x)^2}{n(n-1)}}$$

Σ = 合計

x = 各結果

n = 一連の測定における測定回数 (繰り返し回数 - 棄却回数)

検出限界: _____ × 3 = _____ (ライン 3)
標準偏差

定量限界: _____ × 10 = _____ (ライン 4)
標準偏差

実施担当者: _____ 日付: _____

確認担当者: _____ 日付: _____

検証担当者: _____ 日付: _____