

第三节 分析仪器的校准和文件备案

分析仪器的校准程序和数据的备案也是美国现行药品生产质量管理规范的现场检查的一个重要方面。测试结果是否正确,不仅需要有效的分析方法,也要求精确的分析仪器。随着科学技术的发展,分析实验室采用了大量先进的分析仪器和设备。实验数据的准确性在很大程度上取决于分析仪器的可靠性。这就要求制药企业制定专门计划来定期检测和校准所使用的各类分析仪器。

根据企业制定的标准操作规程,所有仪器都应有各自的校准文件档案。最典型的分析仪器的验证和校准过程可分为以下几个步骤:

一、设计合格测试 (Design Qualification)

在购买任何仪器之前,企业可通过设计合格测试来制定其仪器的功能和运行指标和规范,从而作出确切的最佳的选择。

二、安装合格测试 (Installation Qualification)

企业通过安装合格测试来保证每台仪器的安装或迁移都经过有计划的筹备,检测和审批过程。安装合格测试包括:

- (1) 验收所有部件,附属装置,及计算机软件;
- (2) 整理所有文件,包括操作规程手册,管理指导,以及有关证书等等;
- (3) 安装仪器和所有附带部件;
- (4) 启动仪器,保证运转正常。

三、操作合格测试 (Operational Qualification)

操作合格测试是针对每台仪器的性能不同而选择的特定的测试过程。其目的是检测仪器在所选择的条件下是否达到预期的功能和运行标准。

四、性能合格测试 (Performance Qualification)

性能合格测试的目的是检测仪器是否持续地根据日常已定的功能和运行标准正常运转。性能合格测试可以采用系统合适性测试 (System Suitability Testing),即将每次得到的结果与预定的合格标准作比较。性能合格测试过程通常包括:

- (1) 确定每台仪器性能测试的方法和合格标准;
- (2) 选择有关的测试指标;
- (3) 确定测试的时间周期,例如,24小时,每周,每月或每年。
- (4) 制定纠正方案,即决定在仪器性能测试不能满足预订标准的情况下所应采取的措施。

对每台仪器都应进行上述的验证和校准,而且每一步骤都应有详细的记录。其中,操作合格测试和性能合格测试是定期的校准过程。根据仪器的性能不同,校准周期可以是一个月,半年,或一年。各企业应以标准操作规程的形式明确规定各种仪器的校准周期,严格地实行并保留每一次的校准记录。每台分析仪器只有在通过了这些严格测试的情况下才能被用于正式的药物产品检验。如果某台仪器在校准时发现不能达到标准,那么这台仪器就不能用于分析测试。假如使用了这台仪器,其测试结果也是无效的。