

Sievers* M9 導電率測定<USP 645 ステージ1>の 堅牢性の向上とベストプラクティス

背景

TOC計 Sievers M9の導電率測定オプションを使用した導電率測定<USP 645 ステージ1>のベストプラクティスを紹介します。多くのユーザーは、従来の卓上型導電率計による測定手順を簡素化するためにM9を採用しています。

ただし、導電率測定のバラツキの影響により、薬局方の精度要件(±2%)が満たされない場合があります。規格外(OOS)の原因となるバラつきを減らすための方法を紹介します。

データとディスカッション

従来、M9では1.4 mS / cmの1点校正と25 μ S / cm HClの1点検証を実施していました。USPの精度要件(±2%)に従った1点検証の合格基準は24.5~25.5 μ S / cmです。1.4 mS / cmで校正した際のわずかな変動の影響により、25 μ S / cmの検証結果が要件を満たさなくなる可能性があります。また、大気中のCO₂がHCl標準液に混入することで、導電率が高くなる可能性があります。

そこで、堅牢な校正と検証の組み合わせを決定するための実験を行いました。

M9を12台使用して、1.4 mS / cmと100 μ S / cmの1点校正を実施し、さまざまな濃度における精度と工程能力指数(Cpk)を求めました。

複数の機器でさまざまな濃度(5、10、25、50、100 μ S / cm)の標準液を測定したデータを図1に示します。図の上部は1.4mS / cmで校正した場合、下部は100 μ S / cmで校正した場合のデータセットです。点線は精度要件(2%)を表しています。図1の結果から、以下のことが考えられます。

1. 100 μ S / cmで校正した場合に最高の性能が得られます。
2. 検証濃度が100 μ S / cmより小さくなるほど、データがバラつき、OOSのリスクが高まります。
3. 100 μ S / cmで校正すると、1.4 mS / cmと比較して、すべての濃度でCpkが大幅に向上します。1.4 mS / cmで校正した場合、100 μ S / cmで校正した場合よりも多くのOOSが発生します。
4. 25 μ S / cm以下ではCpkは低く、低濃度標準液は大気中のCO₂の影響による変動が大きく、頻繁なOOSが予想されます。

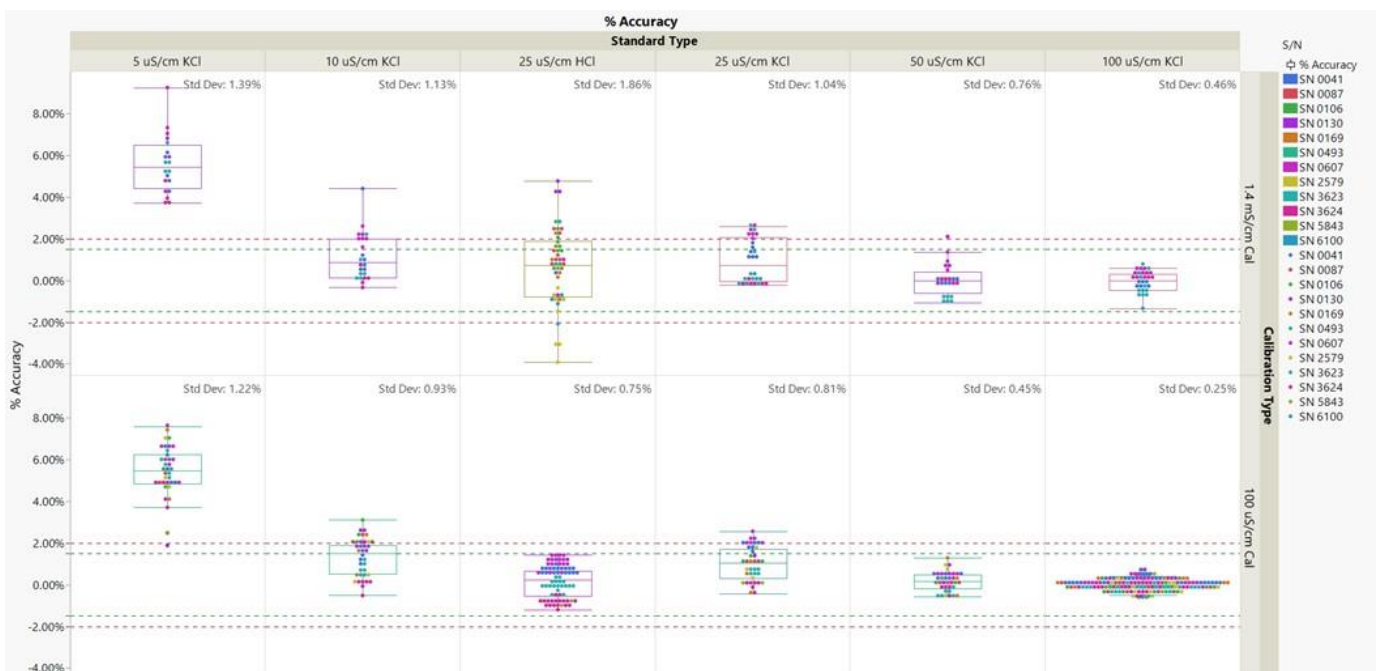


図1. 2つの校正濃度における6つの検証濃度の導電率精度の比較

各校正濃度における各検証濃度のCpkとOOSの発生率を表1に示します。Cpkが1.3以上の場合は、99.99%の信頼水準で精度要件を満たすことができます。この表は、校正濃度(100 µS / cmと1.4 mS / cm)による性能差を数値化したものです。たとえば、1.4 mS / cmで校正し、25 µS / cm HClを使用して検証すると、測定の際のばらつきによるOOSの発生率は最大31%です。100 µS / cmで校正し、25 µS / cm HClを使用して検証すると、OOSの発生率が1%未満に向上します。

表1. さまざまな校正と検証の組み合わせにおける工程能力とOOS発生率の比較

検証標準液濃度										
校正範囲	10 µS / cm KCl		25 µS / cm KCl		25 µS / cm HCl		50 µS / cm KCl		100 µS / cm KCl	
	Cpk	OOS	Cpk	OOS	Cpk	OOS	Cpk	OOS	Cpk	OOS
0~1.4 mS / cm	0.45	21%	0.91	15%	0.52	31%	2.2	0.8%	2.2	0.001%
0~100 µS / cm	0.26	22%	0.42	11%	3.8	0.86%	2.1	0.002%	4.6	0.0001%

推奨事項

ファームウェアとソフトウェアのバージョン2.0以降では、以下のような高い工程能力を持つ校正プロトコルと柔軟な検証プロトコルが使用できます。

1. 100 µS / cm 標準液による校正プロトコル
2. 任意の濃度設定(25~100 µS / cm)が可能な検証プロトコル(100 µS / cm KClを推奨)
3. 低濃度の測定性能を検証するための導電率直線性プロトコル

結論

TOC計 Sievers M9の導電率測定オプションを使用して製薬用水の導電率を測定する場合、100 µS / cmで校正することで測定の際のばらつきを低減し、測定精度を向上させることができます。ユーザーは、既存のCpkとOOSの発生率に応じて、校正濃度や検証濃度を変更することができます。

(翻訳: セントラル科学株式会社)