

## ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ УГЛЕВОДОРОДНЫХ КОМПОНЕНТОВ В ПАРАКСИЛОЛЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Валидация – это подтверждение посредством экспертизы и представления объективного доказательства того, что выполняются определенные требования для применения конкретной методики выполнения измерений, гарантирующие получение ожидаемых и воспроизводимых результатов, соответствующих поставленной цели [1]. В настоящее время для методики выполнения измерений «UOP 720-08 Методика определения содержания углеводородных компонентов в параксилоле высокой чистоты с применением газовой хроматографии», которая планируется к использованию в ОАО «Нафтан» для контроля качества товарной продукции, не установлены показатели прецизионности.

В эксперименте участвовали четыре лаборатории. Расчёт велся для трёх точек рабочего диапазона: нижний предел содержания параксилола 99,0–99,1% масс. (уровень 1), середина диапазона – 99,4–99,5% масс. (уровень 2) и верхний предел – 99,8–99,9 (уровень 3). Были рассчитаны значения критерия Кохрена, который составил для уровня 1 – 0,521, уровня 2 – 0,658, уровня 3 – 0,395, что меньше критического значения критерия Кохрена. Были рассчитаны значения критерия Граббса, который составил для уровня 1 – 0,968, уровня 2 – 1,351, уровня 3 – 0,595, что меньше критического значения критерия Граббса. Это свидетельствует об отсутствии выбросов и разбросов, полученные данные корректны [2].

Были установлены экспериментально показатели прецизионности: сходимость и воспроизводимость, а также значения расширенной неопределённости, результаты для параксилола представлены в таблице.

Таблица– Значения показателей

Показатель	Уровень 1	Уровень 2	Уровень 3
Сходимость, % масс.	0,01723	0,02284	0,01468
Уравнение сходимости	$r = -0,002x + 0,2159$		
Воспроизводимость, % масс.	0,03611	0,05215	0,03152
Уравнение воспроизводимости	$R = -0,0026x + 0,3028$		
Расширенная неопределённость ( $k=2$ , $P=95\%$ ), % масс.	0,02834	0,04104	0,02476
Уравнение расширенной неопределённости	$U = -0,002x + 0,233$		

Примечание:  $x$  – среднеарифметический результат двух параллельных определений содержания параксилола в смеси, % масс.

Были построены контрольные карты Шухарта: X-карта со значениями средней линии – 99,4588% масс. основного вещества, верхнего предела – 99,9193%, нижнего предела – 98,9982%; R-карта размахов со средней линией – 0,00767, верхним пределом – 0,02507. Были найдены границы зон А, В, С. Для проверки возможности использования контрольных карт на практике были проведены тесты: «6», «14», «одной точки», «9», «3», «5», «8», «15». На основании результатов тестов был сделан вывод об отсутствии системных погрешностей. Процесс находится в статистически управляемом состоянии. Полученные результаты подтверждают приемлемость использования методики UOP 720-08 для контроля качества товарной продукции в ОАО «Нафтан», а также достоверность и точность результатов анализа.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Береговых В.В. Валидация аналитических методик /В.В. Береговых/ 2005 – 216 с.
2. Практические рекомендации по валидации результатов и методов измерений /Е.Н. Кротова [и др.] // Техническое нормирование, стандартизация и сертификация в строительстве – 2013 – №2 – с. 12–17.