|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | УТВЕРЖДАЮ |
|  |  | Директор по качеству ООО «УХК»  \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ И.О. Фамилия |
|  |  | «\_\_\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 2019 г. |
|  |  |  |

**ПРОТОКОЛ ВЕРИФИКАЦИИ**

«Методики определения массовой доли толуола в бензоле»

в лаборатории цеха № 2

# Объект и цель верификации

1.1 Объект верификации – методика определения массовой доли бензола в толуоле М-УХК-015-19. Методика предназначена для определения массовой доли толуола в технологическом полупродукте «раствор толуола в бензоле».

1.2 Цель верификации – подтверждение способности лаборатории цеха №2 получать достоверные результаты анализа по валидированной методике М-УХК-015-19 в диапазоне от 0,1 % до 10%.

# Сведения о валидации методики

Методика прошла валидацию в ЦЗЛ ООО «УХК» (отчет о валидации О-В-УХК-016-19).

# Место проведения верификации (лаборатория)

Лаборатория цеха № 2, г. Ульпинск, ул. Химиков, 37, корп. 19 стр. 2

# Порядок верификации

4.1 Верификация проводится путем анализа образцов, приведенных в п. 5 с последующим расчетом верификационных критериев. Верификация считается успешной, при выполнении критериев приемлемости, приведенных в разделе 6.

4.2 Первичные данные (массы навесок и др.) фиксируются в рабочих журналах специалистов-аналитиков. Электронные файлы хроматограмм прикладываются к протоколу на CD-диске вместе со сканами страниц рабочих журналов.

4.3 Специалисты-аналитики, участвующие в верификации должны иметь опыт самостоятельной работы на ГХ не менее 3 месяцев, изучить методику анализа, предварительно воспроизвести методику анализа, выполнив предусмотренные методикой критерии пригодности хроматографической системы.

4.4 Аналитическое оборудование, задействованное в верификации должно быть поверено и квалифицировано (OQ).

# Образцы для верификации и стандартные образцы

*Образцы для верификации*

* Модельные растворы бензола в толуоле, с известной массовой долей бензола:
  + Раствор с массовой долей толуола 10,0 % (0,1023 г толуола + 0,9234 г бензола)
  + Раствор с массовой долей толуола 1,0 % (0,0994 г раствора толуола 10,0% + 0,9014 г бензола)
  + Раствор с массовой долей толуола 0,11 % (0,1125 г раствора толуола 1,0% + 0,9123 г бензола)
* Образец технологического полупродукта «Раствор бензола в толуоле 11.10.2019» в герметичной емкости объемом 500 мл.

*Стандартные образцы / реактивы для приготовления модельных образцов*

* Бензол х.ч. по ГОСТ 9555-75
* Толуол ГСО 7814-2000 (массовая доля основного вещества 99,9%, серия 001-19)

# Критерии приемлемости при верификации

| № | Показатель (параметр) | Критерий пригодности методики | Комментарий |
| --- | --- | --- | --- |
| 1 | Селективность (специфичность) | - **отсутствие пиков со временем удерживания толуола** на хроматограмме растворителя и чистого бензола; |  |
| - разрешение *R*S между пиками толуола и бензола **не менее 5,0** |
| 2 | Повторяемость | - относительное СКО повторяемости  **не более 10,0 %** для диапазона от 2,0 до 10,0%  **не более 15,0 %** для диапазона от 0,1 до 2,0% | Проверяется на модельных растворах с концентрациями ~ 0,1%, 1% и 10%, а так же на реальной пробе с фактической концентрацией (проводят 3 серии измерений, по 3 параллельных определения в серии) |
| 3 | Промежуточная прецизионность | - отсносительное СКО промежуточной прецизионности  **не более 10,0 %** для диапазона от 2,0 до 10,0%  **не более 20,0 %** для диапазона от 0,1 до 2,0% |
| 4 | Правильность | - относительное смещение (расхождение)  **не более 10,0 %** для диапазона от 2,0 до 10,0%  **не более 20,0 %** для диапазона от 0,1 до 2,0% | Проверяется на модельных растворах с концентрациями ~ 0,1%, 1% и 10%  (проводят 3 серии измерений, по 3 параллельных определения в серии) |

# Оборудование, используемое при верификации

|  |  |
| --- | --- |
| Наименование прибора, зав. № | Сведения о поверке и квалификации (OQ/PQ) |
| Газовый хроматограф «Хроматэк 5000.2», зав. № 3500000283 | свид-во о поверке № 3423/15 от 29.03.2019 г. до 28.03.2020 г., акт OQ/PQ от 01.10.2019 |
| Весы лабораторные электронные AX120, зав. № L435103 | свид-во о поверке № 3423/16 от 16.03.2019 г. до 15.03.2020 г. |

# Результаты измерений и расчет критериев приемлемости

8.1 Селективность

|  |  |
| --- | --- |
| image4  Хроматограмма растворителя | image2  Хроматограмма чистого бензола |
| image3  Хроматограмма чистого толуола | image  Хроматограмма модельного раствора толуола в бензоле |

| Критерий | Результат |
| --- | --- |
| Отсутствие пиков со временем удерживания толуола на хроматограмме растворителя и чистого бензола | На хроматограммах растворителя и чистого бензола отсутствуют пики со временем удерживания толуола |
| Разрешение *R*S между пиками  бензола и толуола не менее 5,0 | *R*S между пиками  бензола и толуола 9,1 |

8.2 Повторяемость, промежуточная прецизионность и правильность на модельных растворах

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Проба | **Модельный раствор 10,0 %** | | | | |
| Серия измерений | 1 | 2 | | 3 | |
| Дата | 01.11.19 | 05.11.19 | | 07.11.19 | |
| Аналитик | Иванов И. | Петров П. | | Иванов И. | |
| Массовая доля толуола, (Xi) ,% масс. | 9,8  10,0  9,7 | 10,1  10,3  10,1 | | 10,2  10,2  10,0 | |
| Массовая доля толуола, ср. знач. ,% масс. | 9,8 | 10,2 | | 10,1 | |
| СКО повторяемости  ,% масс. | 0,15 | 0,12 | | 0,12 | |
| Относительное СКО повторяемости (коэффициент вариации)  , % отн. | 1,6 | 1,1 | | 1,1 | |
| Общее среднее  ,% масс. | 10,0 | | | | |
| Заложенное значение, Xо,% масс. | 10,0 | | | | |
| Смещение, % масс. | 0,2 | | 0,2 | | 0,1 |
| Относительное смещение  , % отн. | 2,0 | | 2,0 | | 1,0 |
| СКО промежуточной прецизионности  ,% масс. | 0,18 | | | | |
| Относительное СКО промежуточной прецизионности  , % отн. | 1,8 | | | | |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Проба | **Модельный раствор 1,0 %** | | | | |
| Серия измерений | 1 | 2 | | 3 | |
| Дата | 01.11.19 | 05.11.19 | | 07.11.19 | |
| Аналитик | Иванов И. | Петров П. | | Иванов И. | |
| Массовая доля толуола, (Xi) ,% масс. | 1,0  0,9  1,0 | 1,1  1,2  1,1 | | 1,1  1,0  1,2 | |
| Массовая доля толуола, ср. знач. ,% масс. | 1,0 | 1,1 | | 1,1 | |
| СКО повторяемости  ,% масс. | 0,06 | 0,06 | | 0,10 | |
| Относительное СКО повторяемости (коэффициент вариации)  , % отн. | 6,0 | 4,9 | | 9,1 | |
| Общее среднее  ,% масс. | 1,1 | | | | |
| Заложенное значение, Xо,% масс. | 1,0 | | | | |
| Смещение, % масс. | < 0,1 | | 0,1 | | 0,1 |
| Относительное смещение  , % отн. | < 10 | | 10 | | 10 |
| СКО промежуточной прецизионности  ,% масс. | 0,10 | | | | |
| Относительное СКО промежуточной прецизионности  , % отн. | 9,4 | | | | |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Проба | **Модельный раствор 0,1 %** | | | | |
| Серия измерений | 1 | 2 | | 3 | |
| Дата | 01.11.19 | 05.11.19 | | 07.11.19 | |
| Аналитик | Иванов И. | Петров П. | | Иванов И. | |
| Массовая доля толуола, (Xi) ,% масс. | 0,12  0,12  0,13 | 0,14  0,12  0,13 | | 0,11  0,11  0,10 | |
| Массовая доля толуола, ср. знач. ,% масс. | 0,12 | 0,13 | | 0,11 | |
| СКО повторяемости  ,% масс. | 0,006 | 0,010 | | 0,006 | |
| Относительное СКО повторяемости (коэффициент вариации)  , % отн. | 4,7 | 7,7 | | 5,4 | |
| Общее среднее  ,% масс. | 0,12 | | | | |
| Заложенное значение, Xо,% масс. | 0,11 | | | | |
| Смещение, % масс. | 0,01 | | 0,02 | | < 0,01 |
| Относительное смещение  , % отн. | 9,1 | | 18,2 | | < 9,1 |
| СКО промежуточной прецизионности  ,% масс. | 0,012 | | | | |
| Относительное СКО промежуточной прецизионности  , % отн. | 10,0 | | | | |

8.3 Повторяемость и промежуточная прецизионность на реальной пробе

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Проба | **Образец технологического полупродукта «Раствор бензола в толуоле 11.10.2019»** | | |
| Серия измерений | 1 | 2 | 3 |
| Дата | 01.11.19 | 05.11.19 | 07.11.19 |
| Аналитик | Иванов И. | Петров П. | Иванов И. |
| Массовая доля толуола, (Xi) ,% масс. | 8,1  8,2  8,2 | 8,0  7,9  8,1 | 8,2  8,1  8,3 |
| Массовая доля толуола, ср. знач. ,% масс. | 8,2 | 8,0 | 8,2 |
| СКО повторяемости  ,% масс. | 0,06 | 0,10 | 0,10 |
| Относительное СКО повторяемости (коэффициент вариации)  , % отн. | 0,7 | 1,3 | 1,2 |
| Общее среднее  ,% масс. | 8,1 | | |
| СКО промежуточной прецизионности  ,% масс. | 0,11 | | |
| Относительное СКО промежуточной прецизионности  , % отн. | 1,3 | | |

# Выполнение критериев приемлемости

| № | Показатель (параметр) | Результат | Критерий приемлемости при верификации | Соответствие  критерию  (+ / –) |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | Селективность | На хроматограммах растворителя и чистого бензола **отсутствуют пики** со временем удерживания толуола | **Отсутствие пиков** со временем удерживания толуола на хроматограмме растворителя и чистого бензола | + |
| *R*S между пиками бензола и толуола **9,2** | Разрешение *R*S между пиками бензола и толуола **не менее 5,0** | + |
| 2 | Повторяемость | Относительное СКО повторяемости  - для модельного раствора с содержанием толуола 10,0% масс.: **1.6%, 1.1%, 1.1 %**  - для модельного раствора с содержанием толуола 1,0% масс.: **6.0%, 4.9%, 9.1 %**  - для модельного раствора с содержанием толуола 0,11% масс.: **4.7%, 7.7%, 5.4 %**  - для реальной пробы с содержанием толуола ~ 8% масс.: **0,7%, 1,3%, 1,2%** | Относительное СКО повторяемости:  **не более 10,0 %** для диапазона от 2,0 до 10%  **не более 15,0 %** для диапазона от 0,1 до 2,0% | + |
| 3 | Промежуточная прецизионность | Относительное СКО промежуточной прецизионности  - для модельного раствора с содержанием толуола 10,0% масс.: **1,8%**  - для модельного раствора с содержанием толуола 1,0% масс.: **9,4%**  - для модельного раствора с содержанием толуола 0,11% масс.: **10,0 %**  - для реальной пробы с содержанием толуола ~ 8% масс.: **1,3%** | Относительное СКО промежуточной прецизионности  **не более 10,0 %** для диапазона от 2,0 до 10%  **не более 20,0 %** для диапазона от 0,1 до 2,0% | + |
| 4 | Правильность | Относительное смещение (расхождение)  - для модельного раствора с содержанием толуола 10,0% масс.: **2,0%; 2,0%, 1,0%**  - для модельного раствора с содержанием толуола 1,0% масс.: **<** **10%; 10%, 10%**  - для модельного раствора с содержанием толуола 0,11% масс.: **9,1 %, 18,2%, < 9,1%** | - относительное смещение (расхождение)  **не более 10,0 %** для диапазона от 2,0 до 10%  **не более 20,0 %** для диапазона от 0,1 до 2,0% | + |

# Выводы

10.1 Работы, предусмотренные протоколом выполнены.

10.2 Выполнены  критерии пригодности при верификации методики.

10.3 По результатам верификации признать, что лаборатории цеха № 2 способна получать достоверные результаты анализа массовой доли бензола в толуоле по валидированной и аттестованной методике М-УХК-015-19 в диапазоне от 0,1 % до 10%.

*10.4 (в случае неуспешной верификации) дальнейшие действия, ответст-венные, сроки*

# Подписи ответственных лиц

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Выполнил | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  ФИО | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись |
|  | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  ФИО | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись |
|  | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  ФИО | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись |
|  | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  ФИО | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись |
| Проверил | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  ФИО | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись |
|  | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  ФИО | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись |
| Согласовано | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  ФИО | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись |
|  | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  ФИО | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  подпись |

**Что это?**

Шаблон протокола верификации для аналитической лаборатории химического завода, опубликован на <http://lpcma.tsu.ru/ru/post/verification>

**Я могу его бесплатно использовать, доработать под себя?**

Да

**Есть ли гарантии? Кто утвердил этот шаблон?**

Гарантий нет: cм. «ответы вопросы» на <http://lpcma.tsu.ru/ru/post/verification>

Версия: 26.11.2019

Создано в редакторе WPS Office