

Нумерички вежби

1. Содржината на триметоприм во ветеринарен лек Hemosul P е определен спектрофотометриски со две методи: класична УВ спектрофотометрија (преку вредности за апсорбанца на 618 nm и деривативна спектрофотометрија (преку вредности на деривативниот сигнал на 647 nm). Дали постои статистички значајна разлика во точноста и прецизноста на двете методи?

$m(\text{TMP})/\text{mg}$ во 1 g прашок Hemosul P	
A/618 nm	$^1D_{647}$
18.63	17.45
18.22	17.55
18.27	17.61
18.43	17.75
18.87	18.29
19.01	17.73

2. Таблета од 500 mg која содржи сулфаметоксазол (SMX) е растворена во колба од 100 mL. Работниот раствор е направен така што 0,1 mL од првиот раствор се пренесени во колба од 25 mL. Снимен е UV спектарот на добиениот раствор. Постапката е повторена 6 пати. Одредете го уделот на SMX во таблетата според податоците за апсорбанци на 268 nm дадени во табелите и соодветно претставете го вкупниот резултат од мерењето. Резултатот претставете го со вклучена мерна неодреденост. Направете проценка за прецизноста на методот врз основа на критериумот на Horwitz од 4 %.

стандарди		проби	
$\gamma(\text{SMX})/\mu\text{g mL}^{-1}$	A/268 nm		A/268
1	0.062	проба 1	0.937
2	0.129	проба 2	0.948
5	0.315	проба 3	0.953
8	0.510	проба 4	0.943
10	0.637	проба 5	0.930
15	0.917	проба 6	0.958
20	1.244		
30	1.745		

3. Направете проценка за точноста на методот за определување на содржина на SMX преку вредноста на аналитичкиот принос – Recovery, а врз основа на податоците за апсорбанцата на неспајкувани и спајкувани проби (дадени во табела) и калибрациона права од претходна задача:

Додадено $\gamma(\text{SMX})/\mu\text{g mL}^{-1}$	A/268 nm
	1.003
15	2.007
	1.032
15	2.003
	1.039
15	1.923

4. Преку податоците во долната табела определете ја комбинираната, како и проширената мерна неодреденост, за ниво на веродостојност од 95 %:

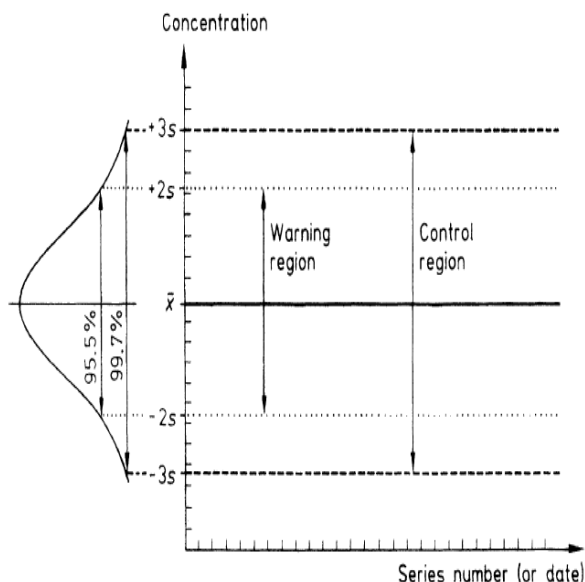
Извор	квантифицирана вредност	Делител	број на контрибуции
Репродуцибилност (Тип А)	0,38 %	1	1
калибрација на ваги (Тип В)	0,30 %	2	1
неопределеност на пипета (Тип В)	0,44 %	$\sqrt{3}$	2
чистота на реагенс (Тип В)	0,20 %	$\sqrt{3}$	1

5. Shewart - дијаграм

Примената на контрола на дијаграмите во обезбедувањето на квалитет е базирана на претпоставката дека добиените резултати се нормално дистрибуирани.

Прво се поставува координатен систем во кој резултатите (нпр. единици на концентрација) се пишуваат на ординатата (у-оска). Апсцисата (х-оска) е временска оска на која серијата броеви или денови на пример се прикажуваат во хронолошка форма.

По n денови или серии, се пресметуваат средната вредност и стандардната девијација кои служат за конструирање на Shewart-овиот дијаграм. (Слика 1).



Слика 1. Конструкција на контролен дијаграм

Со помош на стандардната девијација, се цртаат предупредувачките и контролни лимити како $\bar{x} \pm 2s$ и $\bar{x} \pm 3s$, соодветно (у-оската треба секогаш приближно да го покрива рангот $\pm 4s$). На овој начин, сигурно ќе има слободен простор за дел вредности за кои велиме дека се “надвор од контрола”.

Резултатите од прелиминарниот период потоа се вметнуваат во подготвен дијаграм и дијаграмот се проверува според контролните критериуми.

Контролните и предупредувачки граници се $\bar{x} \pm 3s$ и $\bar{x} \pm 2s$ ранговите, односно:

- Горна граница на контрола, $UCL = \bar{x} + 3s$
- Долна граница на контрола, $LCL = \bar{x} - 3s$
- Горна граница на предупредување, $UWL = \bar{x} + 2s$

- Долна граница на предупредување, $LWL = \bar{x} - 2s$

Опсегот на $2s$ од двете страни од централната линија покрива 95,5% од површината под кривата, т.е. веројатноста на “лажна тревога” во оваа област е 4,5% и еден престап на оваа граница се толерира. Веројатноста за вредност повисока од $3s$ границата е 0,3% и ако се случи тоа, тогаш тоа е одредено како ситуација која е надвор од контрола и мора да се преземат корективни мерки.

При оцената на податоци од прелиминарниот период, откривањето на ситуација која е надвор од контрола и која е веќе присутна во овој период покажува дека корективните мерки се итно потребни пред да започне рутинската анализа.

Пример (од задача1)

	m(TMP)/mg 1D647	LWL	UWL	LCL	UCL
1	17.45	17.14	18.32	16.84	18.62
2	17.55	17.14	18.32	16.84	18.62
3	17.61	17.14	18.32	16.84	18.62
4	17.75	17.14	18.32	16.84	18.62
5	18.29	17.14	18.32	16.84	18.62
6	17.73	17.14	18.32	16.84	18.62
M(TMP) _{sr}	17.73				
SD	0.30				
2s	0.59				
3s	0.89				

