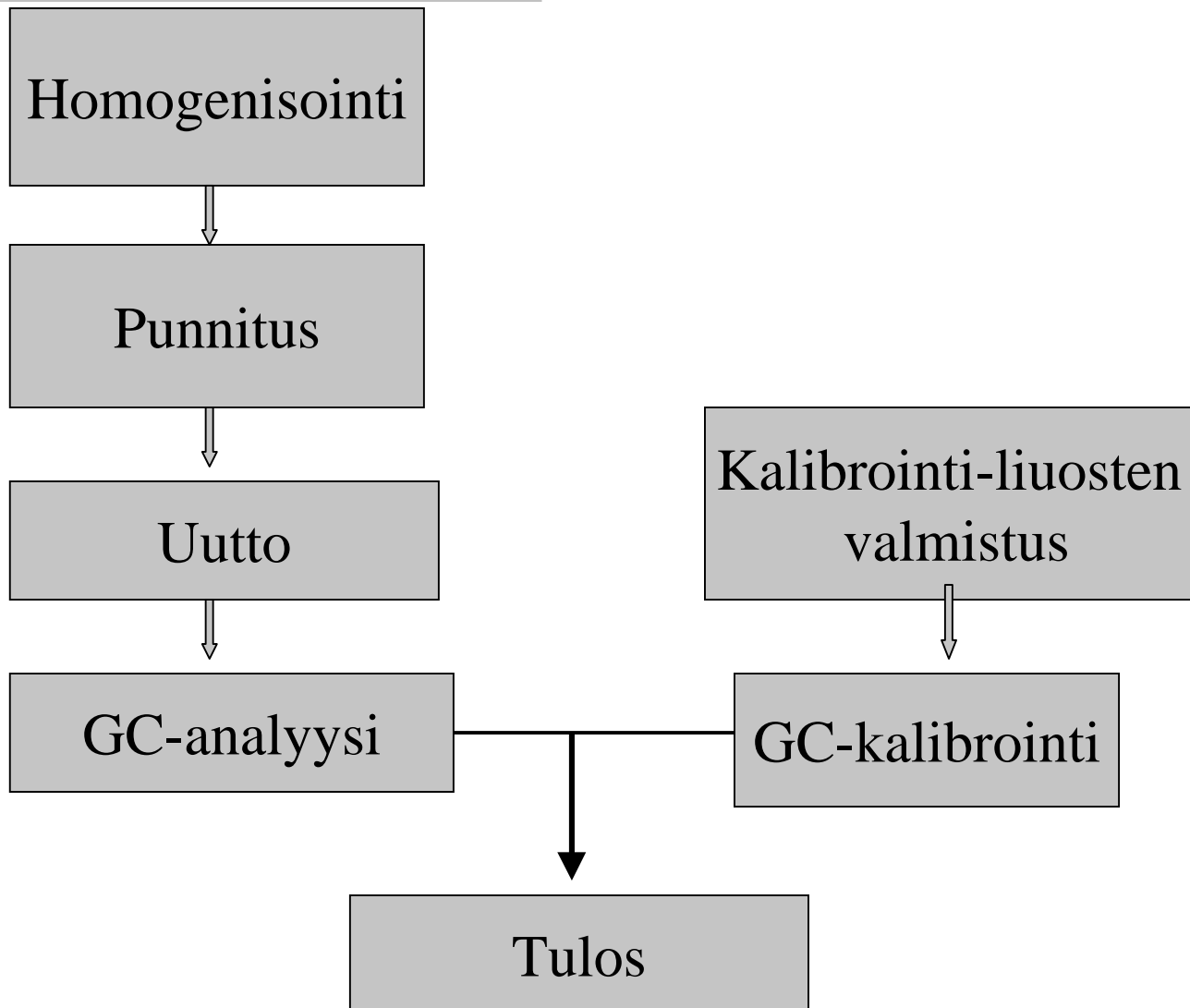


Mittausepävarmuuden arviointi heroinin GC- analyysille takavarikko- näytteistä

12.11.2001

Ulla-Maija Laakkonen, KRP

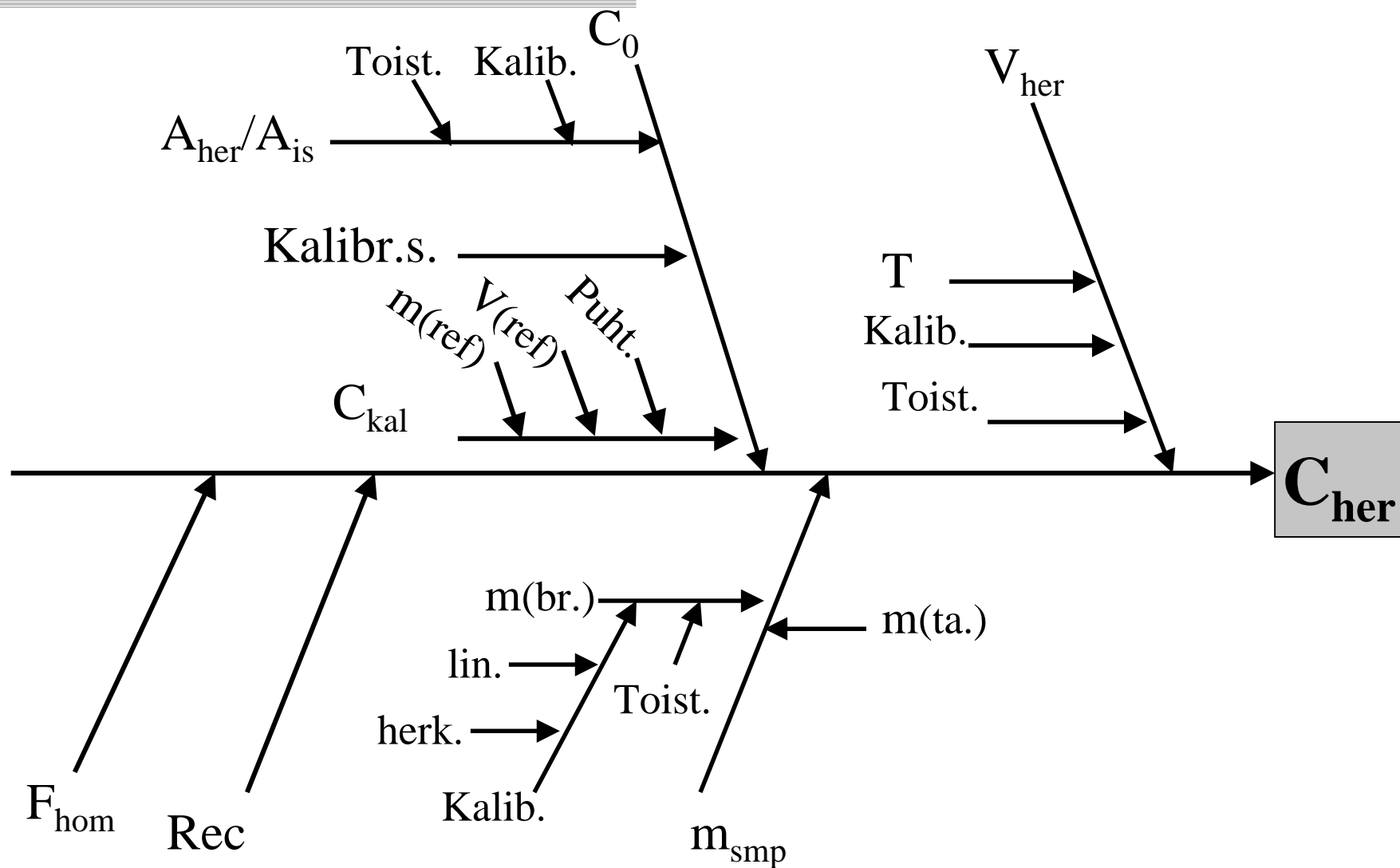
Määrityksen vaiheet



$$C_{\text{her}} = F_{\text{hom}} * \frac{(A_{\text{her}} / A_{\text{is}} - B_0)}{B_1 * \text{Rec} * m_{\text{smp}}} * V_{\text{her}} * 10$$

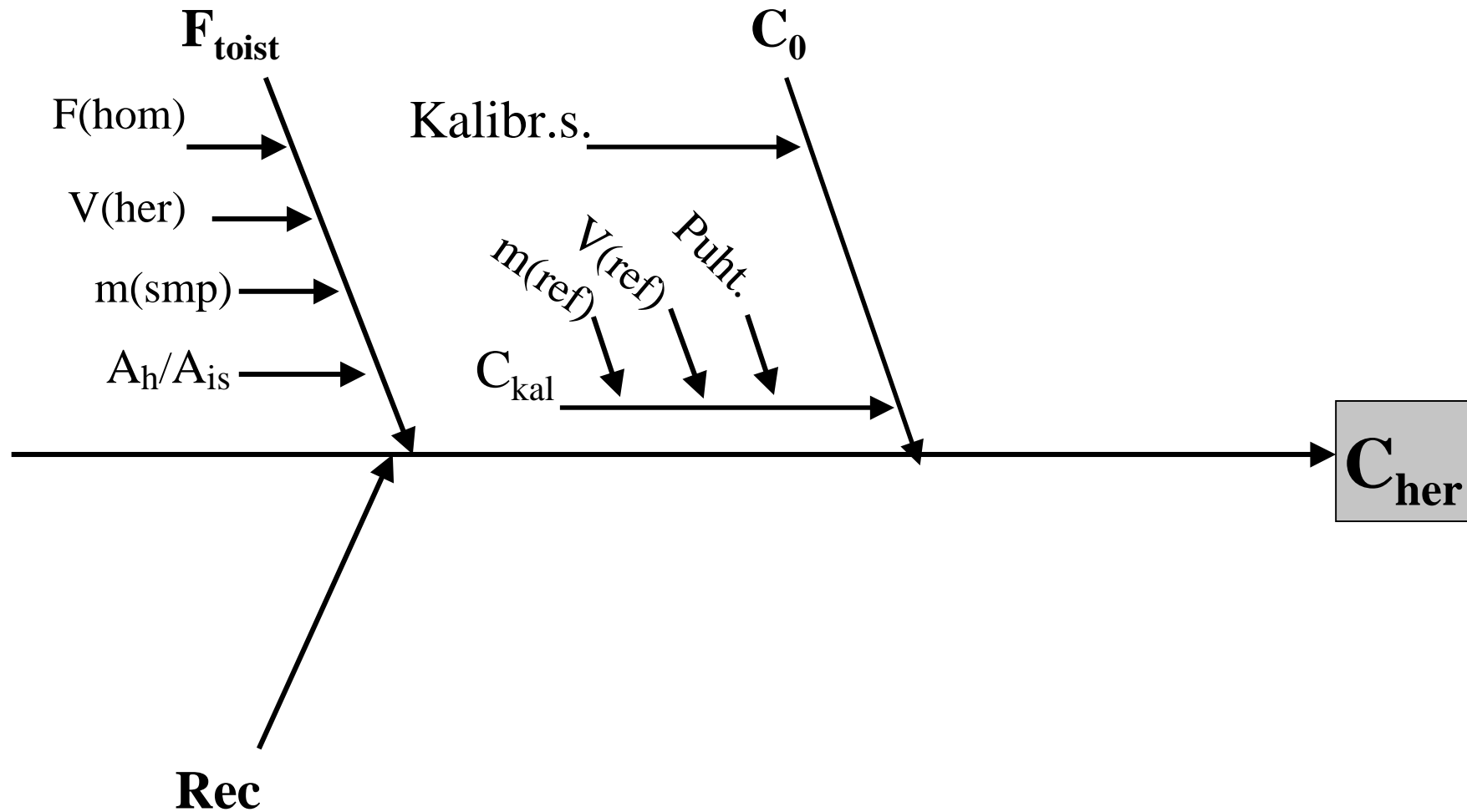
- C_{her} heroiinin pitoisuus tutk. näytteessä (p-%)
- B_0 kalibrointisuoran leikkauspiste
- B_1 kalibrointisuoran kulmakerroin
- A_{her} näytteen heroiinipiikin pinta-ala
- A_{is} sisäisen std piikin pinta-ala
- Rec saanto
- m_{smp} näytteen massa (mg)
- V_{her} näytteen lopullinen tilavuus (ml)
- 10 kerroin, jolla tulokset saadaan muotoon p-%
- F_{hom} näytteen homogeenisuus

Epävarmuuslähteiden tunnistaminen ja arviointi



Epävarmuuskomponenttien laskeminen

- lisätään toistettavuutta kuvaava tekijä F_{toist}



Toistotarkkuus

- rinnakkaisnäytteiden hajonta

C1	C2	C(ka)	Erotus	Er./ka
88.49	83.65	86.070	4.84	0.05623
73.28	77.68	75.480	-4.40	-0.05829
23.64	22.96	23.300	0.68	0.02918
41.38	43.04	42.210	-1.66	-0.03933
41.12	42.39	41.755	-1.27	-0.03042
20.44	20.00	20.220	0.44	0.02176
19.61	20.11	19.860	-0.50	-0.02518
13.11	13.43	13.270	-0.32	-0.02411
11.92	12.39	12.155	-0.47	-0.03867
42.62	38.88	40.750	3.74	0.09178
79.10	81.95	80.525	-2.85	-0.03539
63.86	65.51	64.685	-1.65	-0.02551
			ka	-0.00649
			sd	0.04562
			sd/SQR2	0.03225

Kalibrointisuora

$$u(x_0, y) = \sqrt{\text{var}(x_0)} = \frac{S}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(x_0 - \bar{x})^2}{S_{xx}}}$$

S **0,000106723**

u(x₀, y) **0,0011514**

B1 **1,073637**

u(x₀, y)/x₀ **0,023979 (2,40 %)**

p **1**

n **5**

x₀ **0,048**

x(ka) **0,9696**

S_{xx} **(n-1)(sd_x)² = 5,98648**

Muut epävarmuus-komponentit

■ Saanto

- ◆ lisätyt näytteet (n = 21) t-testi: ei systemaattista virhettä

■ C_{ref}

- m_{ref} $u(m) = 2 \cdot 0.05 \text{ mg}$ $u(m)/m = 0,66\%$
- V_{ref}
 - kalibrointi $5 \text{ ml} \pm 0.02 \text{ ml}$ $u(kal) = 0.02/\sqrt{6} = 0.008165$
 - lämpötila $\pm 4 \text{ }^\circ\text{C}$ $\pm 0.02546 \text{ ml}$
 $u(T) = 0.02546/\sqrt{3} = 0.014699$
 - toistettavuus $sd 0.02 \text{ ml}$
 - $u(V) = \sqrt{(u(kal))^2 + u(T)^2 + u(toist)} = 0.026129 (0.52\%)$
- ref puhtaus
- Yhdistetty $u(C_{ref})/C_{ref} = 0.008402 (0.84 \%)$

Yhdistetty epävarmuus

- | ■ <u>Epäv. komp.</u> | <u>Arvo x</u> | <u>u(x)</u> | <u>u(x)/x</u> |
|----------------------|---------------|-------------|---------------|
| ■ Toistettavuus | 1,0 | 0,0323 | 0,0323 |
| ■ Kalib.suora | 1,0 | 0,0240 | 0,0240 |
| ■ C _{ref} | 3,0 | 0,0084 | 0,0028 |
-
- Yhdistetty epävarmuus
 - $u(C_{\text{Cher}})/C_{\text{Cher}} = 0,0403$
 - Laajennettu epävarmuus:
 - $U(C_{\text{Cher}}) = 0,0403 * C_{\text{Cher}} * 2 = 0,0806 * C_{\text{Cher}}$