

Рыкунова И. П., Сим Г. С.

**КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО КОЛИЧЕСТВЕННОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРЕПТОЦИДА РАСТВОРИМОГО**

Адрес статьи: www.gramota.net/materials/1/2008/11/39.html

Статья опубликована в авторской редакции и отражает точку зрения автора(ов) по данному вопросу.

Источник

Альманах современной науки и образования

Тамбов: Грамота, 2008. № 11 (18). С. 105-107. ISSN 1993-5552.

Адрес журнала: www.gramota.net/editions/1.html

Содержание данного номера журнала: www.gramota.net/materials/1/2008/11/

© Издательство "Грамота"

Информация о возможности публикации статей в журнале размещена на Интернет сайте издательства: www.gramota.net

Вопросы, связанные с публикациями научных материалов, редакция просит направлять на адрес: almanac@gramota.net

12. Прокопьев А. Н. Золотое сечение диафизарной части берцовых костей у юношей // Морфология. - 2008. – Т. 133. - № 3. - С. 93.
13. Прокопьев А. Н. Лечение больных с закрытыми диафизарными переломами костей голени в зависимости от тяжести травмы и соматотипа: Монография. – М.: Изд-во «Академическая книга», 2008. - 248 с.
14. Прокопьев А. Н. Пропорции «золотого сечения» большой и малой берцовых костей при их переломах у мужчин периода первого зрелого возраста с вальгусной установкой оси нижней конечности // Гений ортопедии. - 2008. - № 1. - С. 57-59.
15. Zeising A. Aesthetische Forschungen. - Leipzig, 1855.

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРЕПТОЦИДА РАСТВОРИМОГО

Рыкунова И. П., Сим Г. С.

ГОУ ВПО «Дальневосточный государственный медицинский университет»

Создание национальных стандартов качества ЛС на основе объективных методов - гарантия эффективности и безопасности ЛС. Установление соответствия качества ЛС регламентируемым нормам предполагает применение различных аналитических методов. При этом окончательный вывод о качестве ЛС в значительной степени зависит от качества самого метода, который должен отвечать определенным требованиям.

В данной работе мы предложили применение спектрофотометрического метода в УФ- области для количественного определения субстанции стрептоцида растворимого.

Действующая ФСП регламентирует определять субстанцию стрептоцида растворимого нитритометрическим методом. Данные этого определения представлены в Табл. 1.

Табл. 1. *Метрологические характеристики метода - нитритометрии*

μ	f	x	S ²	S	P	t (P, f)	t выч.	Δx	ε	δ
100	8	99,76	0,86	0,93	95	2,36	0,7742	2,19	2,2	0,24

Нитритометрический метод обладает рядом недостатков: он трудоемкий, требует точного соблюдения определенных условий (значение рН=3-4, t =15°C, медленное титрование), продолжительность эксперимента.

Спектрофотометрические измерения проводились на приборе спектрофотометре SHIMADZU UV - 1700.

По полученным данным были рассчитаны метрологические характеристики метода, которые отражены в Таблице 2.

Для того, чтобы аналитическая методика заняла достойное место в системе обеспечения качества, соответствовала своему значению, т.е. гарантировала достоверные и точные результаты анализа, предусмотрена процедура валидации аналитических методик.

Валидационную оценку разработанной спектрофотометрической методики количественного анализа стрептоцида растворимого проводили по показателям: правильность, сходимость, воспроизводимость, специфичность, линейность результатов

Табл. 2. *Метрологические характеристики метода - спектрофотометрии на SHIMADZU UV-1700*

μ	f	x	S ²	S	P	t (P, f)	t выч.	Δx	ε	δ
100	8	100,5	0,0306	0,175	95	2,36	4,45	0,613	0,61	0,26

Для валидационной оценки использовали однородные выборки с нормальным распределением вариантов, прошедших тест на статистическую однородность по методу расчета контрольного критерия.

Правильность и специфичность были определены на начальной стадии разработки методики.

Правильность аналитической методики была определена:

1) Путем применения аналитического метода к анализируемому объекту с использованием стандарта известной степени чистоты. Данные определений приведены в Табл. 2. Относительная погрешность (ε) СФ-метода составила 0,61%, что подтверждает правильность данной методики определения.

2) Путем сравнения с другой независимой методикой, правильность которой известна (*сравнивали относительные погрешности (ε) спектрофотометрии с нитритометрией*) (Табл. 3). Относительная погрешность (ε) нитритометрии составила 2,2%. В сравнении с ним спектрофотометрический метод определения имел меньшую ε , что указало на правильность разработанной новой методики.

Прецизионность (точность) аналитической методики была выражена величиной стандартного отклонения. Показатели прецизионности являлись сходимость и воспроизводимость.

Внутрилабораторная сходимость заключалась в проведении количественного анализа 4 модельных проб на 3-х уровнях концентрации в диапазоне 80,100,120% от количества стрептоцида, принятого за 100%. Предварительно было установлено число параллельных определений, оно оказалось = 4. Установленные характеристики сходимости метода при P = 95, n = 4 отражены в Табл. 4.

Результаты сравнения дисперсий 3 полученных выборок по Фишеру свидетельствуют о статистической однородности последних, отражая равную воспроизводимость методики в диапазоне концентраций стрептоцида растворимого 80-120%. Оценка сходимости также была определена по фактору Пирсона, которая показала правильность определения данного критерия.

Табл. 3. Сравнительная метрологическая оценка 2-х методов: нитритометрии и спектрофотометрии

	μ	f	x	S ²	S	P	t (P, f)	t выч.	Δx	ε	δ	F таб.	F выч.
нитритометрия	100	8	99,76	0,93	0,93	95	2,36	0,774	2,194	2,2	0,24	6,03	28,24
СФ-метод	100	8	100,26	0,031	0,175	95	2,36	4,45	0,613	0,61	0,26		

Для определения межлабораторной воспроизводимости параллельно было проведено определение субстанции стрептоцида в тех же концентрациях на другом приборе - СФ-26, другим химиком-аналитиком в других условиях эксперимента. Результаты определений представлены в Табл. 5.

μ	f	x	S ²	S	P %	t (P, f)	t выч.	Δx	ε	δ
80	3	100,15	0,0024	0,04899	95	3,18	6,1237	0,1558	0,1556	0,15
100	3	100,11	0,0089	0,09434	95	3,18	2,2259	0,3000	0,2997	0,105
120	3	99,87	0,0195	0,1396	95	3,18	1,8625	0,4439	0,4445	0,13

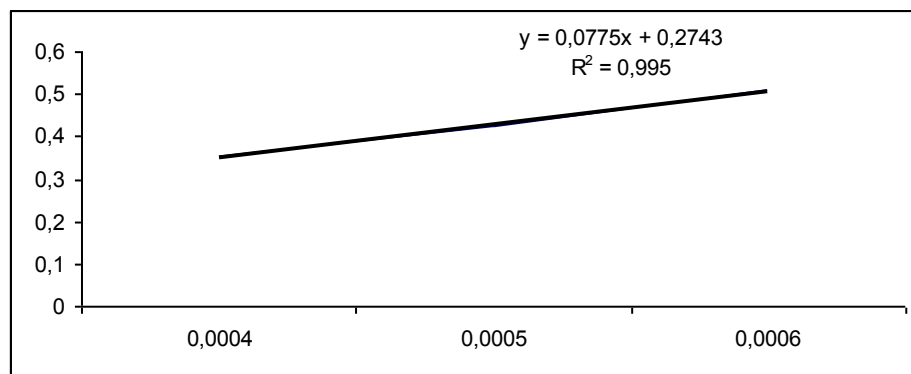
Табл. 4. Метрологические характеристики метода - спектрофотометрии на 3-х уровнях концентраций

Значения параметров воспроизводимости (стандартные отклонения, доверительные интервалы среднего результата и единичного определения, относительной погрешности результатов) показывают удовлетворительную прецизионность методики. Результаты сравнения дисперсий 2-х полученных выборок по Фишеру показывают статистическую однородность. Следовательно, данная предлагаемая аналитическая методика валидна по показателю воспроизводимости в рекомендованной аналитической области.

Табл. 5. Метрологические характеристики метода - спектрофотометрии (СФ-26)

μ	f	x	S ²	S	P	t (P, f)	t выч.	Δx	ε	δ
100	8	99,99	0,01169	0,1081	95	2,36	0,2775	0,2551	0,2551	0,01

Для установления линейной зависимости осуществляли статистическую обработку выборки, полученной в результате количественного анализа 4 модельных проб на 3-х уровнях концентрации, путем расчета коэффициента корреляции (Рис. 1).



Найденный коэффициент корреляции соответствует допустимым значениям, приведенным в Табл. 6.

Табл. 6. Значение показателей параметров валидации

Параметр валидации	Показатель	Допустимые значения	Полученные значения
Правильность	Относительная погрешность ($\epsilon\%$)	0,1- 0,5 мкг 2,03	0,61
Сходимость	Относительное стандартное отклонение (S%)	Менее 1%	$S_1=0,04899$ $S_2=0,175$
Воспроизводимость	Относительное стандартное отклонение (S%)	До 3,0	$S_1=0,1081$ $S_2=0,175$
Линейность	Коэффициент корреляции (r)	Менее - 0,9	-0,989

Т.о., позитивные результаты валидационной оценки разработанного спектрофотометрического метода стрептоцида растворимого позволяют сделать заключение о его приемлемости для соответствующего вида испытаний.

Список использованной литературы

1. **ГОСТ Р. ИСО 5725-1-2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения. - Введ. 23.04.02. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. - 32с.
2. **ГОСТ Р. ИСО 5725-4-2002.** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений. - Введ. 23.04.02. - М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. - 32с.
3. **ГОСТ 8.011-72.** Показатели точности измерения и форм представления результатов измерений.
4. **Носырев, П.** Валидация аналитических методик: теория и практика (Часть I) / П. Носырев, М. Носырева, Т. Расказова [и др.] // Ремедиум. - 2003. - № 10. - С. 69-71.
5. **Носырев, П.** Валидация аналитических методик: теория и практика (Часть I) / П. Носырев, М. Носырева, Т. Расказова [и др.] // Ремедиум. - 2003. - № 11. - С. 62-64.
6. **Проект ОФС «Валидация фармакопейных методов»** // Ведомости научного центра экспертизы и государственного контроля лекарственных средств. - 2001. - № 1. - С. 28.

**ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ КРАЕВЕДЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА
НА УРОКАХ БИОЛОГИИ В 7-ОМ КЛАССЕ**

*Савинова Е. В.
Астраханский государственный университет*

Изучение природы родного края на уроках биологии способствует патриотическому, эстетическому и нравственному воспитанию учащихся, вырабатывает в них стремление к самостоятельному творчеству и раскрывает их творческие возможности.

Цель нашего исследования - разработка методики организации самостоятельной работы учащихся по изучению природы родного края в курсе биологии 7 класса.

Мы провели анализ методической литературы и определили эффективные способы реализации принципа краеведения на уроках биологии. Для реализации принципа краеведения учитель должен проводить экскурсии, при объяснении новой темы использовать демонстрацию живых объектов, муляжей, фотографий. Необходимо также, чтобы учащиеся были активны на уроках: подготавливали сообщения, составляли кроссворды, проводили исследования в природе, составляли коллекции и гербарии, отчеты, демонстрирующие итоги проведенных экскурсий.

Лучше всего понять и усвоить учебный материал школьники могут только в процессе активной познавательной деятельности, то есть самостоятельно проводить исследования, наблюдения, получая ответы на возникающие вопросы.

Мы провели анализ методических разработок темы «Класс Млекопитающие» для определения рекомендуемых методов и методических приемов использования краеведческого материала на уроках биологии. В методическом пособии Шалаева В. Ф., Богорада В. Б., Никишовой А. И. практически нет упоминания о том, что надо использовать краеведческий материал на уроках биологии. В методическом пособии Бровкиной Е. Т., Казьминой Н. И. есть упоминания по использованию краеведческого материала, но не в том объеме, который позволяет данная тема.

После анализа методических пособий мы разработали уроки, направленные на организацию самостоятельной работы учащихся по изучению природы родного края.

Так, при изучении темы «Местообитание и внешнее строение млекопитающих» учащимся было предложено подготовить описания внешнего строения млекопитающих, обитающих в нашем крае, а так же объяснить связь внешнего строения со средой обитания.

При изучении темы «Отряд Насекомоядные и Рукокрылые» ученикам было предложено подготовить сообщения на следующие темы: «Рыжие вечерницы - перелетные рукокрылые», «Выхухоль - зверек Красной книги». Во время заслушивания сообщений ученики демонстрируют фотографии, иллюстрации, компьютерные презентации с изображением рукокрылых и насекомоядных Астраханской области.