

	ФГУП «Московский эндокринный завод»	
	Провайдер межлабораторных сличительных испытаний	
	Отчет по результатам МСИ ОК-МЭЗ-ВЭЖХ-1-24	Издание № 1 стр. 1 из 7

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Провайдера МСИ

ФГУП «Московский эндокринный завод»



Т.Ю.Самсонова

« 10 » сентября 2024 год



ОТЧЕТ № МЭЗ-ВЭЖХ-1-24

по результатам межлабораторных сличительных испытаний
образцов для контроля ОК-МЭЗ-ВЭЖХ-1-24

«Определение методом ВЭЖХ массовой доли кофеина в готовой
лекарственной форме (таблетка)»

Статус отчёта: окончательный

Москва
2024

СОДЕРЖАНИЕ

1.	Введение	3
2.	Образцы для контроля (ОК)	3
2.1.	Описание ОК	3
2.2.	Внешний вид	4
2.3.	Сроки	4
3.	Статистическая обработка	4
3.1.	Приписанное значение (X).	4
3.2.	Стандартная неопределенность приписанного значения (u_x).	4
3.3.	Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).	4
3.4.	Оценка функционирования.	4
3.5.	Однородность и стабильность ОК	5
3.6.	Метрологическая прослеживаемость	5
4.	Результаты МСИ	6
5.	Обозначения	7

1. Введение

1.1. Провайдер межлабораторных сличительных испытаний: Федеральное государственное унитарное предприятие «Московский эндокринный завод» (Провайдер МСИ ФГУП «ЭНДОФАРМ»).

1.2. Юридический адрес: 109052, Москва, вн.тер.г. муниципальный округ Нижегородский, Новохохловская ул., д. 25, стр. 1.

1.3. Адрес места осуществления деятельности: 111024, Москва, вн.тер.г. муниципальный округ Соколиная Гора, Лабораторная ул., д. 23, стр. 2.

1.4. Контакты: тел. (495) 234-61-92, e-mail: ru-rs@endopharm.ru.

1.5. Фамилия, имя, отчество, контактные данные координатора МСИ:

- Давыдов Сергей Юрьевич;
- 8 (495) 234-61-92 доб.2730;
- e-mail: ru-rs@endopharm.ru.

1.6. Программа проверки квалификации (ППК): определение методом ВЭЖХ массовой доли кофеина в готовой лекарственной форме (таблетка).

1.7. Цель ППК: проверка уровня квалификации лабораторий посредством организации и проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) готовой лекарственной формы (таблетка).

1.8. В МСИ приняло участие 15 лабораторий.

1.9. Степень конфиденциальности.

Лабораториям-участникам присваивается регистрационный номер – индивидуальный шифр, который сообщается каждому участнику отдельно в форме уведомления о присвоении регистрационного номера участника и разглашению не подлежит. В отчёте сведения об участниках предоставляются в виде индивидуальных шифров.

Результаты испытаний, полученные лабораторией при участии в МСИ и оценка качества этих результатов является конфиденциальной информацией и без согласия лаборатории-участника не подлежит разглашению или передаче третьим лицам.

1.10. Работы по субподряду: не выполнялись.

2. Образцы для контроля (ОК)

2.1. Описание ОК

- Маркировка ОК: ОК-МЭЗ-ВЭЖХ-1-24.
- Объект испытаний: готовое лекарственное средство таблетка.
- Определяемый показатель: массовая доля кофеина.
- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.1.2.0005 «Высокоэффективная жидкостная хроматография».

- Критерии оценки квалификации лаборатории: количественный – *z-индекс*.

2.2. Внешний вид

ОК представляет собой комплект, включающий:

- стандартный образец (СО) кофеина RM-COF-150 партии № 001 – 1шт;
- пробирка Эппендорфа, вместимостью 1,5 мл с крышкой, содержащая 3 таблетки, с маркировкой «ОК-МЭЗ-ВЭЖХ-1-24» – 1шт;
- инструкция по использованию ОК.

2.3. Сроки

ОК были отосланы участникам в период с 01.07.2024 по 02.08.2024.

Срок предоставления результатов был установлен не позднее 30.08.2024.

3. Статистическая обработка

Каждому участнику направлено по одному ОК.

Участники проводили исследование ОК по определению методом ВЭЖХ массовой доли кофеина в готовой лекарственной форме (таблетка), условия хроматографирования и проведения исследований приведены в инструкции по использованию ОК.

Полученные результаты участники предоставляли по своей форме на электронную почту Провайдера МСИ.

Статистическая обработка проводилась в соответствии с ГОСТ Р 50779.60-2017. При статистической обработке проводился анализ на выбросы по критерию Граббса.

3.1. Приписанное значение ($\bar{X}$).

$\bar{X}$ рассчитывалось как робастное среднее результатов, фиксируемых всеми участниками МСИ, вычисленным при использовании алгоритма А в соответствии с Приложением С.3 ГОСТ Р 50779.60-2017.

3.2. Стандартная неопределенность приписанного значения (u_x).

u_x рассчитывают по формуле:

$$u_x = \frac{1.25 \times s^*}{\sqrt{p_x}}, \text{ где}$$

- s^* - робастное стандартное отклонение результатов, вычисленное с использованием алгоритма А Приложения С.3 ГОСТ Р 50779.60-2017;
- p_x – количество результатов, которые участвуют в определении приписанного значения и его неопределенности.

3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).

Стандартное отклонение оценки компетентности σ соответствует робастному стандартному отклонению результатов, представленных всеми участниками, полученному согласно алгоритма А Приложения С.3 ГОСТ Р 50779.60-2017

3.4. Оценка функционирования.

В связи с тем, что установленная стандартная неопределённость приписанного значения является значимой при интерпретации результатов МСИ, т.е. $u_x > 0,3\sigma$, то неопределённость приписанного значения учитывается при интерпретации результатов участников, в соответствии с п.9.5.1 ГОСТ Р 50779.60, и для оценки функционирования участников используется z' -индекс, который рассчитывают по формуле:

$$z' = \frac{x-X}{\sqrt{\sigma^2+u_x^2}}, \text{ где}$$

- x – результат измерений, предоставленный участником;
- X – приписанное значение;
- σ – стандартное отклонение оценки компетентности;
- u_x – стандартная неопределенность приписанного значения.

Интерпретация z' -индекса следующая:

$|Z'| \leq 2$ – лаборатория предоставила удовлетворительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по определению массовой доли кофеина методом ВЭЖХ, не требуется выполнения каких-либо действий;

$2 < |Z'| < 3$ – лаборатория предоставила сомнительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по определению массовой доли кофеина методом ВЭЖХ, требуется выполнение процедур по выявлению и управлению рисками;

$|Z'| > 3$ – лаборатория предоставила неудовлетворительные результаты, участник не подтвердил свою квалификацию по определению массовой доли кофеина методом ВЭЖХ, требуется выполнение корректирующих действий.

3.5. Однородность и стабильность ОК

Выбранные случайным образом ОК были исследованы Провайдером МСИ в целях подтверждения однородности и стабильности.

Оценка однородности и стабильности ОК проводилась согласно Приложения В ГОСТ Р 50779.60-2017.

Полученные результаты позволяют сделать однозначный вывод о стабильности и однородности ОК.

3.6. Метрологическая прослеживаемость

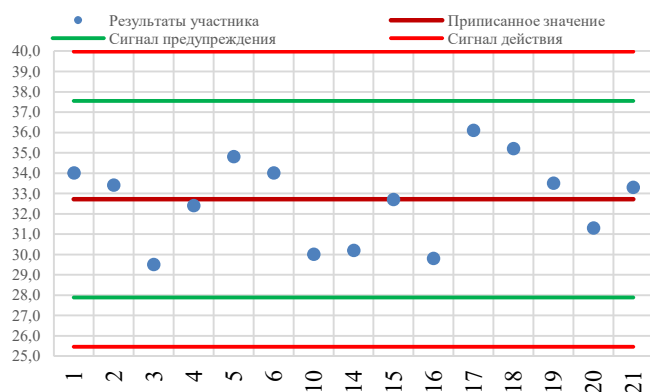
Метрологическая прослеживаемость обеспечивается применением участниками МСИ поверенных средств измерений и стандартного образца кофеина, входящего в комплект ОК.

4. Результаты МСИ

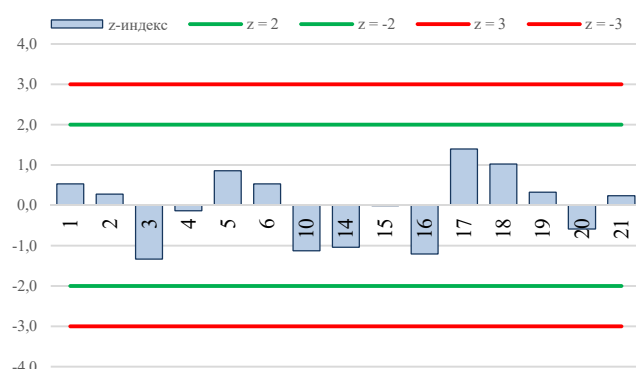
В МСИ по определению массовой доли кофеина методом ВЭЖХ приняли участие 15 лабораторий. Результаты участников и оценки функционирования участников представлены ниже в виде таблицы.

Массовая доля кофеина			
Ед.измерения		%	
X		32,7	
u _x		0,7	
σ		2,3	
p		15	
p _x		15	
НД на метод испытания		ОФС.1.2.1.2.0005 «Высокоэффективная жидкостная хроматография»	
Результаты			
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
1	34,0	0,5	Удовлетворительно
2	33,4	0,3	Удовлетворительно
3	29,5	-1,3	Удовлетворительно
4	32,4	-0,1	Удовлетворительно
5	34,8	0,9	Удовлетворительно
6	34,0	0,5	Удовлетворительно
10	30,0	-1,1	Удовлетворительно
14	30,2	-1,0	Удовлетворительно
15	32,7	0,0	Удовлетворительно
16	29,8	-1,2	Удовлетворительно
17	36,1	1,4	Удовлетворительно
18	35,2	1,0	Удовлетворительно
19	33,5	0,3	Удовлетворительно
20	31,3	-0,6	Удовлетворительно
21	33,3	0,2	Удовлетворительно

Результаты участников МСИ по определению массовой доли кофеина методом ВЭЖХ



z'-индекс
(массовая доля кофеина методом ВЭЖХ)



По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-ВЭЖХ-1-24 по определению массовой доли кофеина методом ВЭЖХ все участники подтвердили свою компетентность.

5. Обозначения

ППК – Программа проверки квалификации.

МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

Участник – лаборатория, принявшая участие в ППК (МСИ).

X – приписанное значение.

u_x – стандартная неопределенность приписанного значения.

x – результат измерений, предоставленный участником.

σ – стандартное отклонение оценки компетентности.

p – количество лабораторий, принявших участие в МСИ.

p_x – количество результатов, которые участвуют в определении приписанного значения и его неопределенности.

РИ – результат испытаний участника.

Удовлетворительно – участник подтвердил свою компетентность, не требуется выполнения каких-либо действий.

Сомнительно – участник подтвердил свою компетентность, но требуется выполнение процедур по выявлению и управлению рисками.

Не удовлетворительно – участник не подтвердил свою компетентность, требуется выполнение корректирующих действий.

Руководитель

Провайдера МСИ

ФГУП «ЭНДОФАРМ»

должность



подпись

Т.Ю. Самсонова

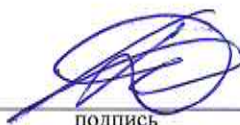
ФИО

Координатор

Провайдера МСИ

ФГУП «ЭНДОФАРМ»

должность



подпись

С.Ю. Давыдов

ФИО