

	ФГУП «Московский эндокринный завод»	
	Провайдер межлабораторных сличительных испытаний	
	Отчет по результатам МСИ ОК-МЭЗ-ГХ-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-ГХ-1-24

**по результатам межлабораторных сличительных испытаний
образцов для контроля ОК-МЭЗ-ГХ-1-24
«Определение методом газовой хроматографии
массовой доли метанола, 2-пропанола»**

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.	5
3.5. Однородность и стабильность ОК	5
4. Результаты МСИ	5
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 ГХ массовой доли метанола, 2-пропанола.

1.7. Цель ППК: проверка уровня квалификации лабораторий посредством организации и проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) имитации готовой лекарственной формы (водно-этанольного раствора).

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-ГХ-1-24.
- Объект испытаний: имитация готового лекарственного средства в форме водно-этанольного раствора с добавленным определённым количеством метанола и 2-пропанола.
- Определяемый показатель: массовая доля метанола, 2-пропанола.

- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.2.2.0021 «Метанол и 2-пропанол», метод 2.

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

2.2. Внешний вид

ОК представляет собой стеклянный флакон с завинчивающейся крышкой с септой, дополнительно обмотан уплотняющей гидрофобной плёнкой PARAFILM, содержащий около 30 мл бесцветной жидкости, упакованный в фольгированный zip-пакет с маркировкой «ОК-МЭЗ-ГХ-1-24». В пакет вложена 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 ГХ массовой доли метанола, 2-пропанола.

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 данная ППК является количественной, то для оценки функционирования участников используется *z-индекс*, который рассчитывают по формуле:

$$z = \frac{x-X}{\sigma}, \text{ где}$$

- x – результат измерений, предоставленный участником;
- X – приписанное значение;
- σ – стандартное отклонение оценки компетентности.

Интерпретация *z-индекса* следующая:

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

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

$|Z| > 3$ – лаборатория предоставила неудовлетворительные результаты, участник не подтвердил свою квалификацию по определению массовой доли метанола, 2-пропанола методом ГХ, требуется выполнение корректирующих действий.

3.5. Однородность и стабильность ОК

Однородность ОК подтверждается природой материала ОК – раствор и способом изготовления ОК – раствор из одной ёмкости разливается во флаконы ОК.

Выбранные случайным образом ОК были исследованы Провайдером МСИ в целях подтверждения стабильности. Оценка стабильности ОК проводилась согласно Приложения В ГОСТ Р 50779.60-2017.

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

4. Результаты МСИ

В МСИ по определению массовой доли метанола, 2-пропанола методом ГХ приняли участие 15 лабораторий. Результаты участников и оценки функционирования участников представлены ниже в виде таблицы.

Массовая доля метанола

Ед.измерения	%		
X	0,032		
u _x	0,001		
σ	0,003		
p	15		
p _x	15		
НД на метод испытания	ОФС.1.2.2.2.0021 «Метанол и 2-пропанол», метод 2		
Результаты			
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
001	0,038	1,7	Удовлетворительно
002	0,032	-0,1	Удовлетворительно
003	0,029	-1,1	Удовлетворительно
004	0,035	0,8	Удовлетворительно
005	0,039	2,0	Удовлетворительно
006	0,030	-0,8	Удовлетворительно
011	0,030	-0,8	Удовлетворительно
014	0,028	-1,4	Удовлетворительно
015	0,032	-0,1	Удовлетворительно
016	0,036	1,1	Удовлетворительно
017	0,031	-0,4	Удовлетворительно
018	0,030	-0,8	Удовлетворительно
019	0,034	0,5	Удовлетворительно
020	0,029	-1,1	Удовлетворительно
021	0,030	-0,8	Удовлетворительно

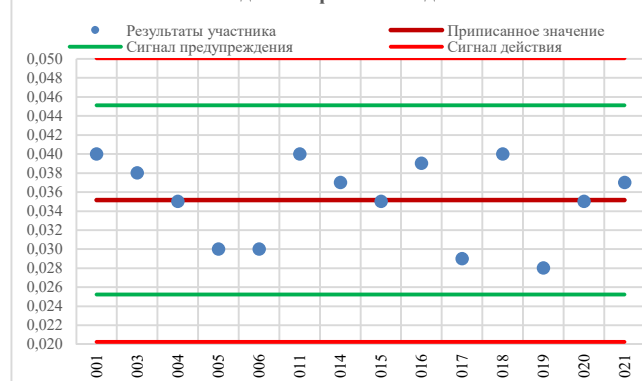
Массовая доля 2-пропанола

Ед.измерения	%		
X	0,036		
u _x	0,001		
σ	0,004		
p	14		
p _x	14		
НД на метод испытания	ОФС.1.2.2.2.0021 «Метанол и 2-пропанол», метод 2		
Результаты			
Код ИЛ	РИ	z-индекс	Заключение
001	0,040	1,0	Удовлетворительно
003	0,038	0,6	Удовлетворительно
004	0,035	-0,2	Удовлетворительно
005	0,030	-1,4	Удовлетворительно
006	0,030	-1,4	Удовлетворительно
011	0,040	1,0	Удовлетворительно
014	0,037	0,3	Удовлетворительно
015	0,035	-0,2	Удовлетворительно
016	0,039	0,8	Удовлетворительно
017	0,031	-1,1	Удовлетворительно
018	0,040	1,0	Удовлетворительно
019	0,033	-0,7	Удовлетворительно
020	0,035	-0,2	Удовлетворительно
021	0,037	0,3	Удовлетворительно

Результаты участников МСИ по определению массовой доли метанола методом ГХ



Результаты участников МСИ по определению массовой доли кофеина методом ВЭЖХ



z-индекс (массовая доля метанола методом ГХ)



z-индекс (массовая доля 2пропанола методом ГХ)



По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-ГХ-1-24 по определению массовой доли метанола, 2-пропанола методом ГХ 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.

r – количество лабораторий, принявших участие в МСИ.

r_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