



УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Провайдера МСИ

ФГУП «Московский эндокринный завод»

Т.Ю. Самсонова



» _____ 2025 год

ОТЧЕТ № МЭЗ-УФ-1-25
по результатам межлабораторных сличительных испытаний
образцов для контроля ОК-МЭЗ-УФ-1-25
«Подтверждение подлинности методом УФ-спектрометрии»

Статус отчёта: окончательный

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	5
3.2. Оценка функционирования (критерии оценивания).....	7
3.3. Однородность ОК	8
3.4. Стабильность ОК	8
3.5. Метрологическая прослеживаемость.....	8
4. Результаты МСИ	8
5. Обозначения	10

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, Новохоловская ул., д. 25, стр. 1.

1.3. Адрес места осуществления деятельности: 111025, Москва, вн.тер.г. муниципальный округ Соколиная Гора, Лабораторная ул., д. 12, 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): подтверждение подлинности методом спектрометрии в ультрафиолетовой области (УФ-спектрометрии), соответствие спектру стандартного образца.

1.7. Цель ППК: проверка уровня квалификации лабораторий посредством организации и проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) лекарственного средства (ЛС) - субстанции.

1.8. В МСИ приняло участие 6 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, являются конфиденциальной информацией и без согласия лаборатории-участника не подлежат 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-УФ-1-25.

- Объект испытаний: лекарственное средство - субстанция;

- Определяемый показатель: подтверждение подлинности методом УФ-спектрометрии – идентификация субстанции по заданному значению максимума

поглощения при длине волны 276 ± 2 нм в заданном диапазоне длин волн от 220 нм до 450 нм.

- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.1.1.0003 «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях».

- Критерии оценки квалификации лаборатории: качественный – подлинность подтверждена / подлинность не подтверждена.

2.2. Внешний вид

ОК представляет собой комплект, включающий:

- флакон из темного стекла с обжимным колпачком, содержащий от 100 до 150 мг порошка субстанции диклофенака натрия, с маркировкой «Субстанция №1» – 1 шт.;

- флакон из темного стекла с обжимным колпачком, содержащий от 100 до 150 мг порошка субстанции парацетамола, с маркировкой «Субстанция №2» – 1 шт.;

- флакон из темного стекла с обжимным колпачком, содержащий от 100 до 150 мг порошка субстанции мелоксикам, с маркировкой «Субстанция №3» – 1 шт.;

- инструкция по использованию ОК.

2.3. Сроки

ОК были направлены участникам в период с 01.04.2025 по 30.04.2025.

Срок предоставления результатов - не позднее 30.06.2025.

3. Статистическая обработка

Каждому участнику направлено по одному комплекту ОК.

Участник в каждом экземпляре ОК определял максимум поглощения в диапазоне длин волн от 220 нм до 450 нм после соответствующей подготовки пробы:

- Субстанция №1. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 мг субстанции, растворяют в 0,1 М растворе гидроксида натрия и доводят объём раствора тем же растворителем до метки. В мерную колбу вместимостью 10 см^3 помещают $1,0 \text{ см}^3$ полученного раствора и доводят объём раствора до метки 0,1 М раствором гидроксида натрия. Спектр поглощения испытуемого раствора снимают сразу после приготовления раствора.

- Субстанция №2. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50,0 мг субстанции, растворяют в спирте этиловом 96 % и доводят объём раствора до метки. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают $1,0 \text{ см}^3$ полученного раствора, прибавляют $1,0 \text{ см}^3$ 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты и доводят объём раствора спиртом этиловым 96 % до метки. Спектр поглощения испытуемого раствора снимают сразу после приготовления раствора.

- Субстанция №3. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1,5 мг субстанции, растворяют в метаноле и доводят объём раствора тем же растворителем

до метки. Спектр поглощения испытуемого раствора снимают сразу после приготовления раствора.

По результатам сравнения УФ-спектров принимали решения:

- спектр материала из флакона с маркировкой «Субстанция №1» имеет или не имеет максимум поглощения при длине волны 276 ± 2 нм.

- спектр материала из флакона с маркировкой «Субстанция №2» имеет или не имеет максимум поглощения при длине волны 276 ± 2 нм.

- спектр материала из флакона с маркировкой «Субстанция №3» имеет или не имеет максимум поглощения при длине волны 276 ± 2 нм.

При получении результата «имеет максимум поглощения при длине волны 276 ± 2 нм» подлинность материала из флаконов с маркировкой «Субстанция №1» или «Субстанция №2» или «Субстанция №3» считают подтвержденной, при получении результата «не имеет максимум поглощения при длине волны 276 ± 2 нм» – не подтвержденной.

3.1. Приписанное значение

В связи с тем, что данная ППК предписывает определение качественного показателя, то приписанное значение определялось в соответствии с п.11.3.1 с) ГОСТ ISO 13528-2024 (ИСО 13528:2015). Для установления приписанного значения было проведено:

- установлена подлинность используемых веществ спектральными методами, отличными от спектрофотометрии в ультрафиолетовой области;

- использованы справочные данные о максимуме поглощения при определённой длине волны для каждого вещества, а именно:

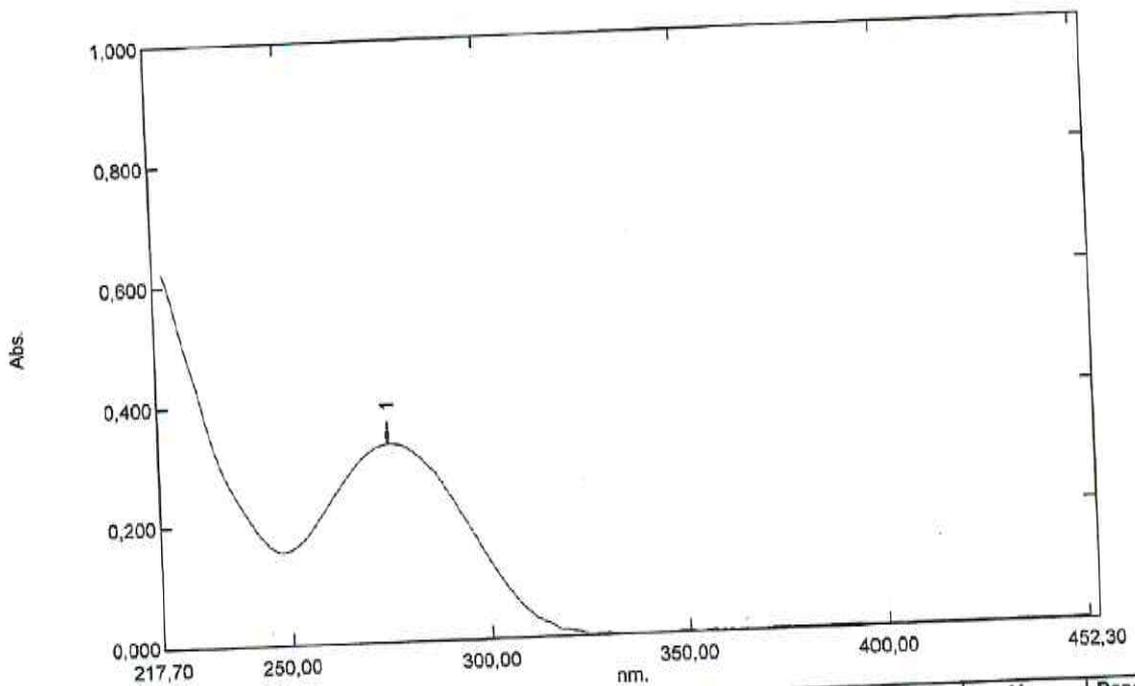
Экземпляр ОК	Вещество	Максимум поглощения в УФ-области спектра	Источник данных
Субстанция №1	диклофенак натрия	276 ± 2 нм	ФС.2.1.0094
Субстанция №2	парацетамол	249 ± 2 нм	ФС.2.1.0154
Субстанция №3	мелоксикам	354 ± 2 нм	ФС.2.1.0025

В качестве приписанного значения для содержимого флакона с маркировкой «Субстанция №1» является **«Подлинность подтверждена»**.

В качестве приписанного значения для содержимого флакона с маркировкой «Субстанция №2» является **«Подлинность не подтверждена»**.

В качестве приписанного значения для содержимого флакона с маркировкой «Субстанция №3» является **«Подлинность не подтверждена»**.

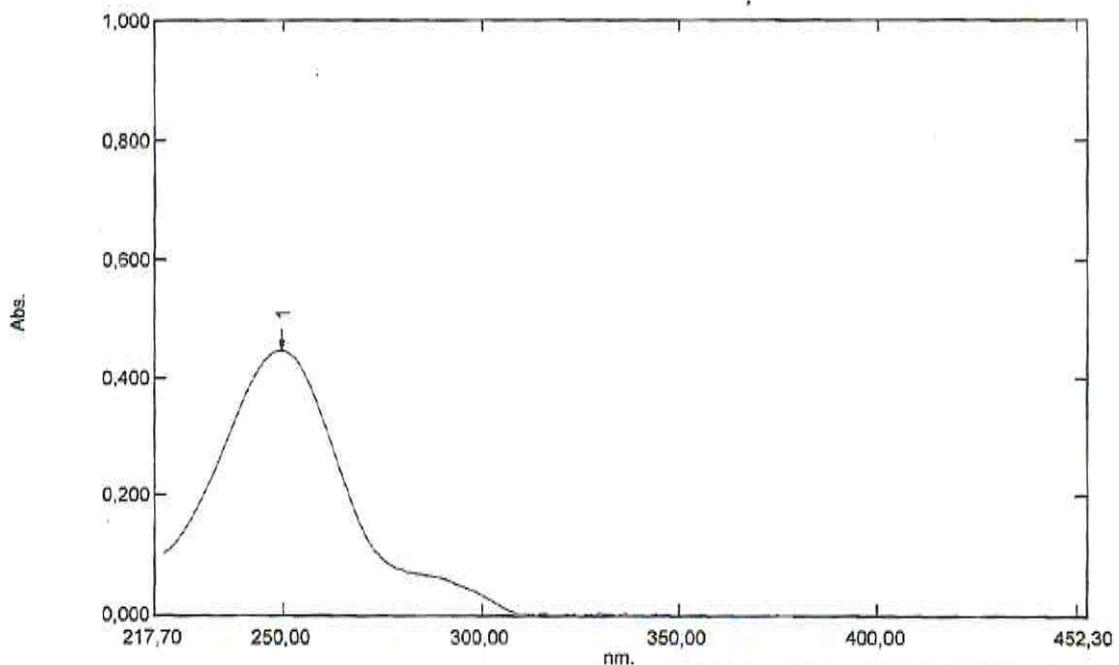
Максимумы поглощения УФ-спектров веществ из флаконов экземпляров ОК приведены ниже:



Measurement Properties
Wavelength Range (nm.): 220,00 to 450,00
Scan Speed: Medium
Sampling Interval: 0,5
Auto Sampling Interval: Disabled
Scan Mode: Auto

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	275,50	0,330	

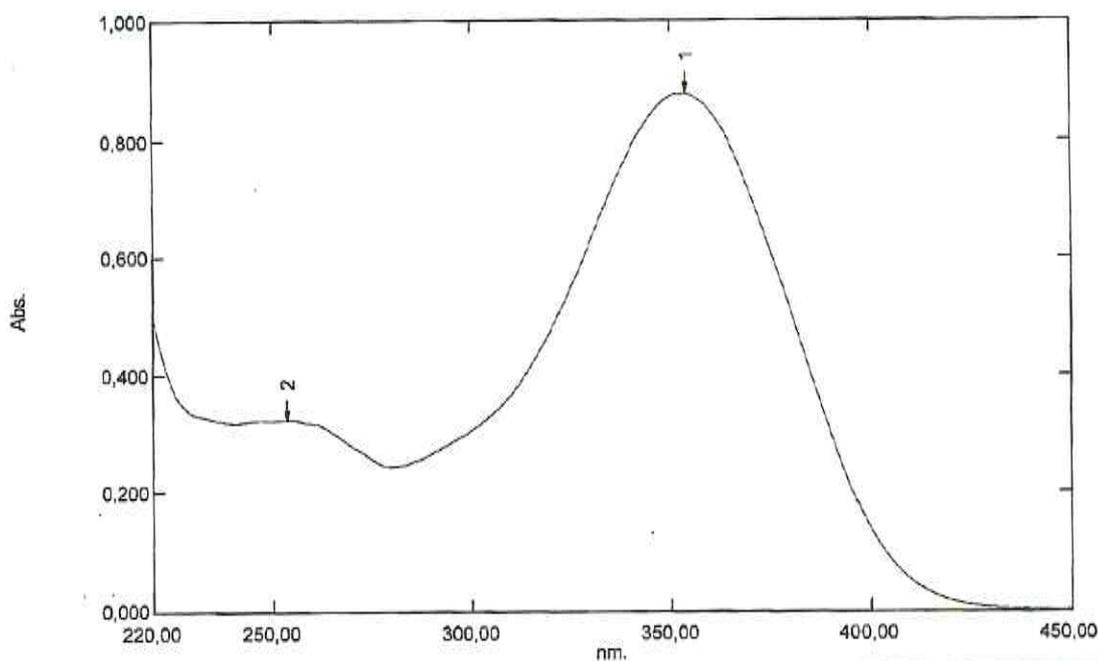
УФ-спектр вещества из флакона «Субстанция №1» - диклофенак натрия



Measurement Properties
Wavelength Range (nm.): 220,00 to 450,00
Scan Speed: Medium
Sampling Interval: 0,5
Auto Sampling Interval: Disabled
Scan Mode: Auto

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	249,50	0,447	

УФ-спектр вещества из флакона «Субстанция №2» - парацетамол



Measurement Properties
 Wavelength Range (nm.): 220,00 to 450,00
 Scan Speed: Medium
 Sampling Interval: 0,5
 Auto Sampling Interval: Disabled
 Scan Mode: Auto

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	354,00	0,879	
2	●	253,50	0,323	

УФ-спектр вещества из флакона «Субстанция №3» - мелоксикам

3.2. Оценка функционирования (критерии оценивания)

Оценка функционирования определена на основании п.11.4.3 а) ГОСТ ISO 13528-2024: результаты, точно совпадающие с приписанным значением, считают приемлемыми, и им присваивают соответствующий индекс, результатам, не точно совпадающим с приписанным значением, присваивают индекс, который зависит от особенностей несоответствия. Такая система должна присваивать более низкие индексы более хорошей работе.

Провайдером МСИ приняты следующие правила присвоения *у-индексов*:

В случае получения приемлемого результата по каждому экземпляру ОК присваивают значение *у-индекса* 0.

В случае получения неприемлемого результата по каждому экземпляру ОК присваивают значение *у-индекса* 1.

Все полученные *у-индексы* суммируются.

Заключение о качестве проверки квалификации лаборатории выдавалось на основании следующих критериев:

- при получении суммарного *у-индекса* 0 – лаборатория предоставила удовлетворительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по исследованию вещества на наличие хлорид-ионов, не требуется выполнения каких-либо действий;

- при получении суммарного *у-индекса* 1 или 2 – лаборатория предоставила сомнительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по

исследованию вещества на наличие хлорид-ионов, требуется выполнение процедур по выявлению и управлению рисками.

- при получении суммарного *у-индекса* 3 – лаборатория предоставила неудовлетворительные результаты, участник не подтвердил свою квалификацию по исследованию вещества на наличие хлорид-ионов, требуется выполнение корректирующих действий.

3.3. Однородность ОК

Однородность материалов ОК гарантируется их производителями. Однородность экземпляров ОК гарантируется способом их изготовления.

3.4. Стабильность ОК

Стабильность используемых материалов для изготовления ОК гарантируется соблюдением условий транспортирования и хранения (20 ± 5) °С и действующими сроками их годности:

- субстанция диклофенака натрия – до 14.08.2025;
- субстанция парацетамола – до 31.03.2026;
- субстанция мелоксикама – до 24.08.2025.

Установленные сроки годности охватывают период проведения ППК.

3.5. Метрологическая прослеживаемость

Метрологическая прослеживаемость обеспечивается применением поверенных средств измерений при определении подлинности веществ.

4. Результаты МСИ

В МСИ по подтверждению подлинности вещества методом УФ-спектрометрии приняли участие 6 лабораторий. Результаты участников и оценки функционирования участников представлены ниже в виде таблицы.



ФГУП «Московский эндокринный завод»

Провайдер межлабораторных сличительных испытаний

Издание № 1

стр. 9 из 10

Отчет по результатам МСИ ОК-МЭЗ-УФ-1-25

Сводная таблица результатов по программе МСИ МЭЗ-УФ-1-25.

НД на метод испытаний: ОФС.1.2.1.1.0003 «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях».

Шифр участника	№ субстанции	Результат участника	Заданное значение	у-индекс	Суммарный у-индекс	Заключение
001	№1	+	+	0	0	Удовлетворительно
	№2	-	-	0		
	№3	-	-	0		
003	№1	+	+	0	0	Удовлетворительно
	№2	-	-	0		
	№3	-	-	0		
010	№1	+	+	0	0	Удовлетворительно
	№2	-	-	0		
	№3	-	-	0		
023	№1	+	+	0	0	Удовлетворительно
	№2	-	-	0		
	№3	-	-	0		
025	№1	+	+	0	0	Удовлетворительно
	№2	-	-	0		
	№3	-	-	0		
031	№1	+	+	0	0	Удовлетворительно
	№2	-	-	0		
	№3	-	-	0		

По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-УФ-1-25 по подтверждению подлинности вещества методом УФ-спектрометрии все участники подтвердили свою компетентность.



5. Обозначения

ППК – Программа проверки квалификации.

МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

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

⊕ - подлинность подтверждена.

— - подлинность не подтверждена.

Удовлетворительно – участник подтвердил свою квалификацию использования метода спектрофотометрии в ультрафиолетовой области, не требуется выполнения каких-либо действий.

Не удовлетворительно – участник не подтвердил свою квалификацию использования метода УФ-спектрометрии, 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