



УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Провайдера МСИ

ФГУП «Московский эндокринный завод»

Т.Ю. Самсонова



2025 год

ОТЧЕТ № МЭЗ-ПлАре-1-25
по результатам межлабораторных сличительных испытаний
образцов для контроля ОК-МЭЗ-ПлАре-1-25
«Определение плотности ареометрическим методом»

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 (x_{pt}).....	4
3.2. Стандартная неопределенность приписанного значения ($u(X_{pt})$).....	4
3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ_{pt}).....	5
3.4. Оценка функционирования.....	5
3.5. Однородность и стабильность ОК	6
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: 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): определение плотности ареометрическим методом.

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

1.8. В МСИ приняли 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-ПлАре-1-25.

- Объект испытаний: вещество хлорид натрия, из которого участники готовят имитацию лекарственного средства в виде водного раствора в соответствии с инструкцией по использованию ОК.

- Определяемый показатель: плотность (ареометрический метод).

- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.1.0014, метод 3, Инструкция по использованию ОК.

- Критерий оценки квалификации лаборатории: количественный – z' -индекс.

2.2. Внешний вид

ОК представляет собой флакон из стекла, закупоренный пробкой резиновой с обжимным колпачком или завинчивающейся крышкой, дополнительно крышка оборачивается уплотняющей лентой «Parafilm», содержащий 25 г порошка субстанции с маркировкой «ОК-МЭЗ-ПлАре-1-25».

ОК сопровождается инструкцией по использованию.

Для проведения измерений из материала ОК готовят водный раствор с массовой концентрацией субстанции $0,1 \text{ г/см}^3$. Для этого $(20,0 \pm 0,2)$ г материала ОК помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , мерную колбу заполняют водой очищенной по ФС.2.2.0020, не доливая до метки 5-10 см по высоте, взбалтывают содержимое мерной колбы до полного растворения навески материала, термостатируют мерную колбу в течение 30 минут при температуре $(20,0 \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$, доводят объем раствора в колбе до метки водой очищенной, колбу закрывают пробкой и перемешивают ее содержимое.

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 ОК.

Участники проводили исследование ОК по определению плотности ареометрическим методом.

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

Статистическая обработка проводилась в соответствии с ГОСТ ISO 13528-2024.

3.1. Приписанное значение (x_{pt}).

В связи с малым количеством участников x_{pt} устанавливалось в соответствии с пунктом D.1.3.2 приложения D ГОСТ ISO 13528-2024 – медиана результатов участников: $x_{pt}=1,067 \text{ г/см}^3$.

3.2. Стандартная неопределенность приписанного значения ($u(x_{pt})$).

В связи с тем, что приписанное значение устанавливается на основании медианы результатов участников, то $u(x_{pt})$ определяют с учётом стандартного отклонения полученных результатов, количества участников и коэффициента 1,25 в соответствии с примечанием 2 п. 7.7.3 ГОСТ ISO 13528-2024 и рассчитывают по формуле:

$$u(x_{pt}) = \frac{1.25 \times s^*}{\sqrt{p_x}}, \text{ где}$$

- s^* - стандартное отклонение результатов, вычисленное с использованием близкого эквивалента алгоритма А без итерации в соответствии с примечанием 3 для $p=3$ и примечанием 4 п. D.1.4.2 Приложения D ГОСТ ISO 13528-2024;

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

$$u(x_{pt}) = 0,001 \text{ г/см}^3.$$

Провайдер МСИ провёл оценку и установил, что $u(x_{pt})$ влияет на оценку функционирования участников, в связи с чем $u(x_{pt})$ будет учитываться в оценке.

3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ_{pt}).

В связи с малым количеством участников стандартное отклонение оценки компетентности σ_{pt} устанавливалось на основе стандартного отклонения абсолютного значения разности результата участника и медианы (приписанного значения) в соответствии с пунктом D.1.4.2 примечания 4 приложения D ГОСТ ISO 13528-2024 по формуле:

$$s^* = \frac{1}{0.798 \cdot p} \sum_{i=1}^p |x_i - med(x)|,$$

где p – количество участников

$$\sigma_{pt} = s^* = 0,002 \text{ г/см}^3$$

3.4. Оценка функционирования.

Для оценки функционирования участников используется z' -индекс, который отражает способность участника получать результаты близкие к приписанному значению в пределах заявленной им расширенной неопределённости. z' -индекс рассчитывается по формуле:

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}, \text{ где}$$

- x_i – результат измерений, предоставленный участником;
- x_{pt} – приписанное значение;
- $u(x_{pt})$ – стандартная неопределенность приписанного значения;
- σ_{pt} – стандартное отклонение оценки компетентности;

Интерпретация z' -индекса следующая:

$|Z'| \leq 2$ – «УДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНО», лаборатория предоставила удовлетворительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по определению плотности ареометрическим методом, не требуется выполнения каких-либо действий;

$2 < |Z'| < 3$ – «СП», «СИГНАЛ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЯ», лаборатория предоставила сомнительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по определению плотности ареометрическим методом, требуется выполнение процедур по выявлению и управлению рисками;

$|Z'| > 3$ – «СД», «СИГНАЛ ДЕЙСТВИЯ», лаборатория предоставила неудовлетворительные результаты, участник не подтвердил свою квалификацию по определению плотности ареометрическим методом, требуется выполнение корректирующих действий.

3.5. Однородность и стабильность ОК

Однородность материала ОК и экземпляров ОК гарантируется способом их изготовления – приготовлением истинного раствора и розливом во флаконы из одной ёмкости.

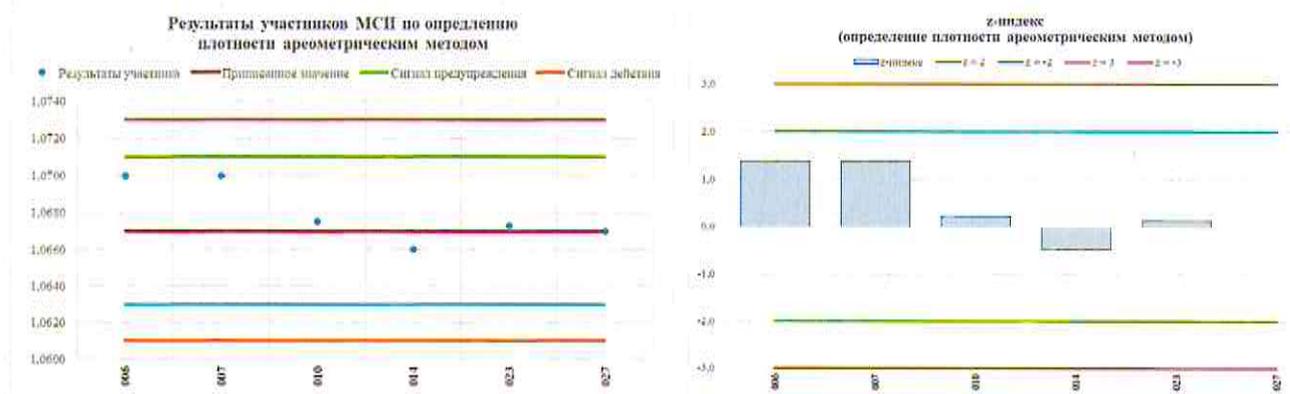
Стабильность ОК гарантируется соблюдением условий транспортирования и хранения (20 ± 5) °С. Оценка стабильности ОК проводилась согласно Приложения В ГОСТ ISO 13528-2024.

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

4. Результаты МСИ

В МСИ по определению плотности ареометрическим методом приняли участие 6 лабораторий. Результаты участников и оценки функционирования участников представлены ниже в виде таблицы.

Плотность ареометрическим методом			
Ед.измерения	г/см ³		
x_{pl}	1,067		
u_x	0,001		
σ_{pl}	0,002		
p	6		
p_x	6		
НД на метод испытания	ОФС.1.2.1.0014 «Плотность», метод 3		
Результаты			
Код ИЛ	РН (x_i)	z' -индекс	Заключение
006	1,07	1,4	Удовлетворительно
007	1,07	1,4	Удовлетворительно
010	1,0675	0,2	Удовлетворительно
014	1,066	-0,5	Удовлетворительно
023	1,0673	0,1	Удовлетворительно
027	1,067	0,0	Удовлетворительно



По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-ПлАре-1-25 по определению плотности ареометрическим методом все участники подтвердили свою компетентность.

5. Обозначения

ППК – Программа проверки квалификации.

МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

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

x_{pl} – приписанное значение.

$u(x_{pl})$ – стандартная неопределенность приписанного значения.

x_i – результат измерений, предоставленный участником.

σ_{pl} – 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.

Руководитель
Провайдера МСИ
ФГУП «Эндофарм»

должность

подпись

Т.Ю. Самсонова
ФИО

Координатор Провайдера
МСИ ФГУП «Эндофарм»

должность

подпись

С.Ю. Давыдов
ФИО