



УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Провайдера МСИ
ФГУП «Московский эндокринный завод»


Т.Ю. Самсонова



»  2025 год

ОТЧЕТ № МЭЗ-Титр-1-25
по результатам межлабораторных сличительных испытаний
образцов для контроля ОК-МЭЗ-Титр-1-25
«Количественное определение массовой доли основного вещества
методом неводного титрования»

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 (uX_{pt}).....	4
3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).	5
3.4. Оценка функционирования.....	5
3.5. Однородность и стабильность ОК	5
4. Результаты МСИ	5
5. Обозначения	6

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): количественное определение массовой доли основного вещества методом неводного титрования.

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 2 лаборатории.

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-Титр-1-25.
- Объект испытаний: лекарственное средство - субстанция.
- Определяемый показатель: массовая доля основного вещества.

- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.3.0029 «Титриметрия (титриметрические методы анализа)», ОФС.1.2.3.0032 «Потенциометрическое титрование», Инструкция по использованию ОК.

- Критерии оценки квалификации лаборатории: количественный – E_n -индекс.

2.2. Внешний вид

ОК представляет собой флакон из темного стекла, закупоренный пробкой резиновой, с обжимным колпачком, содержащий 500 мг мельдония дигидрата с маркировкой «ОК-МЭЗ-Титр-1-25».

ОК сопровождается инструкцией по использованию.

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 массовой доли основного вещества методом неводного титрования.

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}).

X_{pt} устанавливалось в соответствии с п.7.4 ГОСТ ISO 13528-2024 – сертифицированное (аттестованное) значение стандартного образца используется в качестве приписанного значения образца для контроля. Образцом для контроля является материал стандартного образца ГСО 11923-2022 Мельдония дигидрата (МЭЗ-035) партия № 003, сертифицированное (аттестованное) значение массовой доли мельдония: $X_{CRM} = 80,1 \%$.

Приписанное значение образца для контроля $X_{pt}=80,1 \%$.

3.2. Расширенная неопределенность приписанного значения ($U_{X_{pt}}$).

В соответствии с п.7.4 ГОСТ ISO 13528-2024 неопределённость сертифицированного (аттестованного) значения стандартного образца используется в качестве неопределённости приписанного значения образца для контроля. Так как, образцом для контроля является материал стандартного образца ГСО 11923-2022 Мельдония дигидрата (МЭЗ-035) партия № 003, неопределённость сертифицированного (аттестованного) значения массовой доли мельдония $U=1,5 \%$ отн при $P=0,95$, $k=2$.

Таким образом, $U_{X_{pt}}=1,2 \%$ (абс).

3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).

В связи с тем, что оценка функционирования участников проводится по E_n -критерию, то отсутствует необходимость определения стандартного отклонения оценки компетентности σ .

3.4. Оценка функционирования.

В связи с тем, что данная ППК является количественной, то для оценки функционирования участников используется E_n -индекс, который рассчитывают для каждого участника по формуле:

$$(E_n)_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{U^2(x_i) + U^2(x_{pt})}}, \text{ где}$$

- x_i – результат измерений, предоставленный участником;
- x_{pt} – приписанное значение;
- U_{x_i} – расширенная неопределённость результата участника;
- $U_{x_{pt}}$ – расширенная неопределённость приписанного значения.

Интерпретация E_n -индекса следующая:

$|E_n| < 1$ – «УДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНО», лаборатория предоставила удовлетворительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по количественному определению массовой доли основного вещества методом неводного титрования, не требуется выполнения каких-либо действий;

$|E_n| \geq 1$ – «СД», «СИГНАЛ ДЕЙСТВИЯ», лаборатория предоставила неудовлетворительные результаты, участник не подтвердил свою квалификацию по количественному определению массовой доли основного вещества методом неводного титрования, требуется выполнение анализа оценок неопределенности или коррекции выполнения измерений, 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 ISO 13528-2024.

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

4. Результаты МСИ

В МСИ по количественному определению массовой доли основного вещества методом неводного титрования приняли участие 2 лаборатории. Результаты участников и оценки функционирования участников представлены ниже в виде таблицы.

Массовая доля воды				
Ед.измерения	%			
x_{pt}	80,1			
$U_{x_{pt}}$	1,2			
НД на метод испытания	ОФС.1.2.3.0029 «Титриметрия (титриметрические методы анализа)», ОФС.1.2.3.0032 «Потенциометрическое титрование», Инструкция по использованию ОК.			
Результаты				
Код ИЛ	x_i	U_{x_i}	E_p -индекс	Заключение
014	80,2	0,8	0,08	Удовлетворительно
031	80,5	1,2	0,29	Удовлетворительно

По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-Титр-1-25 по количественному определению массовой доли основного вещества методом неводного титрования все участники подтвердили свою компетентность.

5. Обозначения

ППК – Программа проверки квалификации.

МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

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

x_{pt} – приписанное значение.

$U_{x_{pt}}$ – расширенная неопределенность приписанного значения.

x_i – результат измерений, предоставленный участником.

U_{x_i} – расширенная неопределенность результата участника.

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

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