



УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Провайдера МСИ
ФГУП «Московский эндокринный завод»


Т.Ю. Самсонова



»  2025 год

ОТЧЕТ № МЭЗ-рН-1-25
по результатам межлабораторных сличительных испытаний
образцов для контроля ОК-МЭЗ-рН-1-25
«Кислотность среды (рН)»

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).....	4
3.2. Стандартная неопределенность приписанного значения (u_x).....	4
3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).....	5
3.4. Оценка функционирования.....	5
3.5. Однородность и стабильность ОК	5
3.6. Метрологическая прослеживаемость.....	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): кислотность среды (рН).

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 3 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-рН-1-25.
- Объект испытаний: лекарственное средство субстанция.
- Определяемый показатель: кислотность среды (рН).
- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.1.0004 «Ионометрия», метод 3, Инструкция по применению ОК.

2.2. Внешний вид

ОК представляет собой флакон из темного стекла, закупоренный пробкой резиновой, с обжимным колпачком, содержащий 10 г субстанции аминокaproновой кислоты с маркировкой «ОК-МЭЗ-рН-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 кислотности приготовленного водного раствора с массовой долей субстанции 20 %.

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

Статистическая обработка проводилась в соответствии с ГОСТ ISO 13528-2024. При статистической обработке количественных показателей проводился анализ на выбросы по критерию Граббса – для трёх результатов выбросы не выявлены.

3.1. Приписанное значение (X).

X рассчитывалось как медиана результатов, фиксируемых всеми участниками МСИ. Далее оценка дисперсии проводилась с использованием MAD_e в соответствии с примечанием 3 для $p=3$ п. D.1.4.2 Приложения D ГОСТ ISO 13528-2024.

3.2. Стандартная неопределенность приписанного значения (u_x).

В связи с тем, что приписанное значение устанавливается на основании медианы результатов участников, то u_x 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:

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

- s^* - стандартное отклонение результатов, вычисленное с использованием близкого эквивалента алгоритма A 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.

$$u_{pt} = 0,02$$

3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).

Стандартное отклонение оценки компетентности (σ) соответствует стандартному отклонению (s^*) результатов, вычисленное в соответствии с примечанием 3 для $p=3$ и примечанием 4 п. D.1.4.2 Приложения D ГОСТ ISO 13528-2024:

$$s^* = \frac{1}{0,798 \cdot p} \sum_{i=1}^p |x_i - \text{med}(x)|$$
$$\sigma = s^* = 0,03$$

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 ISO 13528-2024, и для оценки функционирования участников используется z' -индекс, который рассчитывают 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;
- σ_{pt} – стандартное отклонение оценки компетентности;
- $u(x_{pt})$ – стандартная неопределённость приписанного значения.

Интерпретация z' -индекса следующая:

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

$2 < |Z'| < 3$ – «СП», «СИГНАЛ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЯ», лаборатория предоставила сомнительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по определению кислотности среды потенциометрическим 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 кислотности среды потенциометрическим методом, 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 ISO 13528-2024.

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

3.6. Метрологическая прослеживаемость

Метрологическая прослеживаемость обеспечивается применением участниками МСИ поверенных средств измерений.

4. Результаты МСИ

В МСИ по определению кислотности приняли участие 3 лабораторий. Результаты участников представлены ниже в виде таблицы.

Кислотность (рН)			
Ед.измерения	ед. рН		
x_{pl}	7,66		
u_x	0,02		
σ	0,03		
p	3		
p_x	3		
НД на метод испытания	ОФС.1.2.1.0004 «Ионометрия», метод 3		
Результаты			
Код ИЛ	РИ (x_i)	z' -индекс	Заключение
001	7,68	0,5	Удовлетворительно
010	7,66	0,0	Удовлетворительно
023	7,477	-5,0	Неудовлетворительно

В качестве дополнительной информации Провайдер МСИ сообщает, что ОК представлял собой субстанцию аминокaproновой кислоты, в соответствии с фармакопейной статьёй ФС.2.1.0001 «Аминокaproновая кислота», устанавливающей требования к данной субстанции, уровень рН 20 % водного раствора аминокaproновой кислоты должен находиться в интервале (7,5 – 8,0) ед. рН. Подлинность субстанции подтверждена Провайдером МСИ спектральными методами.

По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-рН-1-25 участник с шифром 023 получил неудовлетворительные результаты – z' -индекс -5,0.

Наиболее вероятными причинами получения участником неудовлетворительного результата является:

- несоблюдение условий и требований приготовления раствора для испытаний;
- несоблюдение требований проведения градуировки средства измерений;
- несоблюдение условий технического обслуживания оборудования.

Рекомендуется выявить причину получения неудовлетворительного результата, провести соответствующую коррекцию и корректирующие действия.

5. Обозначения

ППК – Программа проверки квалификации.

МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

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

x_{pi} – приписанное значение.

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

x_i – результат измерений, предоставленный участником.

σ_{pi} – 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