



УТВЕРЖДАЮ  
Руководитель Провайдера МСИ  
ФГУП «Московский эндокринный завод»

  
Т.Ю. Самсонова



 » \_\_\_\_\_ 2025 год

**ОТЧЕТ № МЭЗ-ПЛАВ-1-25**  
**по результатам межлабораторных сличительных испытаний**  
**образцов для контроля ОК-МЭЗ-ПЛАВ-1-25**  
**«Температура плавления капиллярным 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).....                                     | 4 |
| 3.2. Стандартная неопределенность приписанного значения ( $u_x$ )..... | 4 |
| 3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности ( $\sigma$ ).....    | 5 |
| 3.4. Оценка функционирования.....                                      | 5 |
| 3.5. Однородность и стабильность ОК .....                              | 6 |
| 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](mailto: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](mailto:ru-rs@endopharm.ru).

1.6. Программа проверки квалификации (ППК): температура плавления капиллярным 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 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-ПЛАВ-1-25.

- Объект испытаний: лекарственное средство субстанция.

- Определяемый показатель: температура плавления капиллярным методом.

- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.1.0011 «Температура плавления» метод 1, Инструкция по применению ОК.

## 2.2. Внешний вид

ОК представляет собой флакон из темного стекла, закупоренный пробкой резиновой, с обжимным колпачком, содержащий около 500 мг субстанции кофеина с маркировкой «ОК-МЭЗ-ПЛАВ-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 температуры плавления вещества капиллярным методом.

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 ( $u(x_{pt})$ ).

$u(x_{pt})$  рассчитывалось как медиана результатов, фиксируемых всеми участниками МСИ. Далее оценка дисперсии проводилась с использованием MADe 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.

$$u_{pt} = 1,2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Провайдером МСИ принято решение, что установленная  $u_{pt}$  будет учитываться при оценивании характеристик функционирования участников.

### 3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности ( $\sigma_{pl}$ ).

Стандартное отклонение оценки компетентности ( $\sigma_{pl}$ ) 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:

$$s^* = \frac{1}{0,798 \cdot p} \sum_{i=1}^p |x_i - med(x)|$$
$$\sigma_{pl} = s^* = 1,6 \text{ } ^\circ\text{C}$$

### 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:

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

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

Интерпретация  $z'$ -индекса следующая:

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

$2 < |Z'| < 3$  – «СП», «СИГНАЛ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЯ», лаборатория предоставила сомнительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по определению температура плавления капиллярным 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 температура плавления капиллярным 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 температуры плавления вещества капиллярным методом приняли участие 3 лаборатории. Результаты участников представлены ниже в виде таблицы.

| Температура плавления капиллярным методом |              |  |                   |
|---|--------------|--|-------------------|
| Ед.измерения                              |              | °С   |                   |
| $x_{pl}$                                  |              | 237,1  |                   |
| $u(x_{pl})$                               |              | 1,2  |                   |
| $\sigma_{pl}$                             |              | 1,6  |                   |
| $p$                                       |              | 3  |                   |
| $p_x$                                     |              | 3  |                   |
| НД на метод испытания                     |              | ОФС.1.2.1.0011 «Температура плавления» метод 1 |                   |
| Результаты                                |              |  |                   |
| Код ИЛ                                    | РИ ( $x_i$ ) | $z'$ -индекс                                   | Заключение        |
| 001                                       | 236          | -0,5   | Удовлетворительно |
| 006                                       | 238,2        | 0,5  | Удовлетворительно |
| 031                                       | 237,07       | 0,0  | Удовлетворительно |

В качестве дополнительной информации Провайдер МСИ сообщает, что ОК представляет собой субстанцию кофеина, в соответствии с фармакопейной статьёй ФС.2.1.0116 «Кофеин», устанавливающей требования к данной субстанции, показатель температуры плавления должен находиться в интервале (234 – 239) °С. Подлинность субстанции подтверждена Провайдером МСИ спектральными методами.

По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-ПЛАВ-1-25 все участники подтвердили свою компетентность по определению температуры плавления капиллярным методом.

## 5. Обозначения

ППК – Программа проверки квалификации.

МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

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

$x_{pt}$  – приписанное значение.

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

$x_i$  – результат измерений, предоставленный участником.

$\sigma_{pt}$  – 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