



УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Провайдера МСИ
ФГУП «Московский эндокринный завод»


Т.Ю. Самсонова



» _____ 2025 год

ОТЧЕТ № МЭЗ-N2-1-25
по результатам межлабораторных сличительных испытаний
образцов для контроля ОК-МЭЗ-N2-1-25
«Определение массовой доли азота методом Кьельдаля»

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	6
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, 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): определение массовой доли азота методом Кьельдаля.

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 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-N2-1-25.
- Объект испытаний: твёрдое сыпучее вещество – глицин. В качестве ОК использовался стандартный образец состава глицина ГСО 10272-2013 партия № 13.
- Определяемый показатель: массовая доля азота.
- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.3.0011.15, метод 1, Инструкция по использованию ОК.

- Критерий 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 1 г глицина, с маркировкой «ОК-МЭЗ-N2-1-25».

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 азота по методу Кьельдаля.

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 устанавливалось в соответствии с п.7.4 ГОСТ ISO 13528-2024 – сертифицированное (аттестованное) значение стандартного образца используется в качестве приписанного значения образца для контроля. Материалом образца для контроля является материал стандартного образца состава глицина ГСО 10272-2013 партия № 13, сертифицированное (аттестованное) значение массовой доли азота: $X_{CRM} = 18,47 \%$.

Приписанное значение образца для контроля $X_{pt}=18,47 \%$.

3.2. Стандартная 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 состава глицина ГСО 10272-2013 партия № 13, границы значений относительной погрешности аттестованного значения массовой доли азота (при $P=0,95$) $\delta=0,6\%$.

Расширенная неопределённость приписанного значения ОК $U_{X_{pt}}=0,6 \%$ при $P=0,95$, $k=2$.

Соответственно, стандартная неопределённость приписанного значения ОК $u_{X_{pt}}=0,3 \%$.

3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).

В связи с использованием аттестованного значения стандартного образца состава глицина ГСО 10272-2013 партия № 13 для установления приписанного значения образца для контроля, провайдером принято решение проводить оценку по E_n -индексу, который отражает способность участника получать результаты близкие к приписанному значению в пределах заявленной им расширенной неопределённости.

При использовании оценки по E_n -индексу стандартное отклонение оценки компетентности (σ) не определяется.

3.4. Оценка функционирования.

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

$$E_n = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{U_{x_i}^2 + U_{x_{pt}}^2}}, \text{ где}$$

- 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:

$|E_n| \leq 1$ – лаборатория предоставила удовлетворительные результаты, участник подтвердил свою квалификацию по определению массовой доли азота методом Кьельдаля, не требуется выполнения каких-либо действий по оценке неопределённости внедрённой методики или коррекции выполнения измерений;

$|E_n| > 1$ – лаборатория предоставила неудовлетворительные результаты, участник не подтвердил свою квалификацию по определению массовой доли азота методом Кьельдаля, требуется выполнение действий по оценке неопределённости внедрённой методики или коррекции выполнения измерений, выполнение корректирующих действий.

3.5. Однородность и стабильность ОК

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

Стабильность используемых материалов для изготовления ОК гарантируется соблюдением условий транспортирования и хранения (20 ± 5) °С и действующими сроками их годности ГСО 10272-2013 партия № 13 – до 18.12.2025.

4. Результаты МСИ

В МСИ по определению массовой доли азота по методу Кьельдаля приняли участие 2 лаборатории. Результаты участников и оценки функционирования участников представлены ниже в виде таблицы.

Массовая доля азота				
НД на метод испытания		ОФС.1.2.3.0002 «Определение азота», метод 1		
$x_{pt} = 18,47 \%$		$u_{x_{pt}} = 0,3 \%$	$U_{x_{pt}} = 0,6 \%$	
Результаты				
Код ИЛ	x_i	U_{x_i}	E_n -индекс	Заключение
010	18,61	0,93	0,3	Удовлетворительно
032	18,1	0,3	-0,6	Удовлетворительно
035	18,37	0,29	-0,2	Удовлетворительно

По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-N2-1-25 по определению массовой доли азота по методу Кьельдаля 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.

$u_{x_{pt}}$ – стандартная неопределенность приписанного значения.

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

x_i – результат измерений, предоставленный участником.

U_{x_i} – расширенная неопределенность результата измерений 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