



УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Провайдера МСИ
ФГУП «Московский эндокринный завод»


Т.Ю. Самсонова

« 10 »  2025 год



ОТЧЕТ № МЭЗ-ВЭЖХ-1-25
по результатам межлабораторных сличительных испытаний
образцов для контроля ОК-МЭЗ-ВЭЖХ-1-25
«Определение методом ВЭЖХ массовой доли парацетамола в готовой
лекарственной форме (таблетка)»

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	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.

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 методом ВЭЖХ массовой доли парацетамола в готовой лекарственной форме (таблетка).

1.7. Цель ППК: проверка уровня квалификации лабораторий посредством организации и проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) готовой лекарственной формы (таблетка).

1.8. В МСИ приняло участие 5 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-ВЭЖХ-1-25.

- Объект испытаний: готовое лекарственное средство - таблетка.

- Определяемый показатель: массовая доля парацетамола.

- Рекомендуемый НД на метод испытаний: ОФС.1.2.1.2.0005 «Высокоэффективная жидкостная хроматография», Инструкция по использованию ОК.

- Критерии оценки квалификации лаборатории: количественный – *z-индекс*.

2.2. Внешний вид

ОК представляет собой комплект, включающий:

- стандартный образец утверждённого типа ГСО 11964-2022 (МСО 2782:2023) состава парацетамола (ацетаминофена) (МЭЗ-030) партия № 003 – 1 шт.;

- флакон из стекла с колпачком, содержащий 3 таблетки, с маркировкой «ОК-МЭЗ-ВЭЖХ-1-25» – 1 шт.;

- инструкция по использованию ОК.

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

Участники проводили исследование ОК по определению методом ВЭЖХ массовой доли парацетамола в готовой лекарственной форме (таблетка), условия хроматографирования и проведения исследований приведены в инструкции по использованию ОК. Участникам предложены две рекомендуемые методики проведения измерений, в которых варьируются условия хроматографирования.

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 проводился анализ на выбросы по критерию Граббса – выбросы не выявлены, все результаты приняты к статистической обработке.

3.1. Приписанное значение (X).

X рассчитывалось, как медиана результатов, фиксируемых всеми участниками МСИ. Далее оценка дисперсии проводилась при использовании близкого эквивалента алгоритма А без итерации в соответствии с примечанием 3 для $p \geq 4$ 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 А без итерации в соответствии с примечанием 3 для $p \geq 4$ п. D.1.4.2 Приложения D ГОСТ ISO 13528-2024;

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

$$u_{pt} = 2,0 \%$$

Установленная неопределённость приписанного значения не оказывает существенного влияния на оценку функционирования участников.

3.3. Стандартное отклонение оценки компетентности (σ).

σ соответствует стандартному отклонению (s^*) результатов, вычисленное в соответствии с примечанием 4 п. D.1.4.2 Приложения D ГОСТ ISO 13528-2024:

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

$$\sigma = s^* = 3,6 \%$$

3.4. Оценка функционирования.

Для оценки функционирования участников используется *z-индекс*, который рассчитывают по формуле:

$$z = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma}, \text{ где}$$

- x_i – результат измерений, предоставленный участником;
- x_{pt} – приписанное значение;
- σ – стандартное отклонение оценки компетентности.

Интерпретация *z-индекса* следующая:

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

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

$|Z| > 3$ – «СД», «СИГНАЛ ДЕЙСТВИЯ», лаборатория предоставила неудовлетворительные результаты, участник не подтвердил свою квалификацию по определению массовой доли парацетамола методом ВЭЖХ, 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.

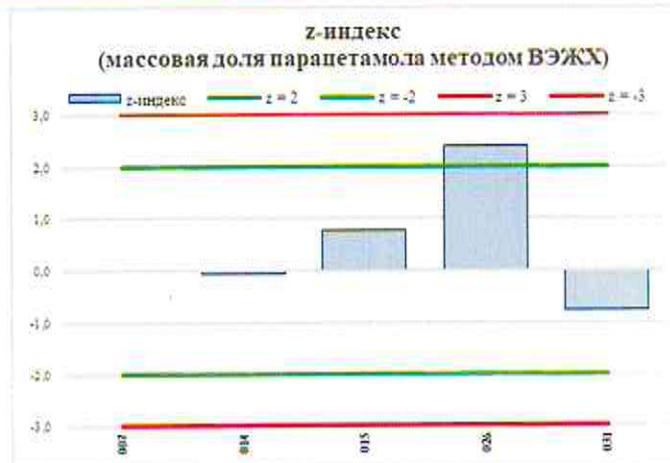
3.6. Метрологическая прослеживаемость

Метрологическая прослеживаемость обеспечивается применением участниками МСИ поверенных средств измерений и стандартного образца парацетамола, входящего в комплект ОК.

4. Результаты МСИ

В МСИ по определению массовой доли парацетамола методом ВЭЖХ приняли участие 5 лабораторий. Результаты участников и оценки функционирования участников представлены ниже в виде таблицы.

Массовая доля парацетамола			
Ед.измерения	%		
x_{pi}	91,0		
u_{pi}	2,0		
σ	3,6		
p	5		
p_x	5		
НД на метод испытания	ОФС.1.2.1.2.0005 «Высокоэффективная жидкостная хроматография»		
Результаты			
Код ИЛ	РИ (x_i)	z-индекс	Заключение
007	91,0	0,0	Удовлетворительно
014	90,8	-0,1	Удовлетворительно
015	93,8	0,8	Удовлетворительно
026	99,6	2,4	СП
031	88,3	-0,8	Удовлетворительно



По результатам реализованной программы МСИ МЭЗ-ВЭЖХ-1-25 по определению массовой доли парацетамола методом ВЭЖХ все участники подтвердили свою компетентность. Однако, участнику с шифром 026 необходимо выполнить процедуры по выявлению и управлению рисками при реализации метода ВЭЖХ. Рекомендуется обратить внимание на:

- контроль качества используемых реактивов;
- контроль градуировки/калибровки весов;
- соблюдение требований к проведению испытаний (методики), в том числе расчетов и предоставления результатов;
- внутрилабораторный контроль при реализации метода ВЭЖХ.

5. Обозначения

ППК – Программа проверки квалификации.

МСИ – межлабораторные сличительные испытания.

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

РИ – результат испытаний участника.

x_i – результат измерений, предоставленный участником.

x_{pt} – приписанное значение.

σ – стандартное отклонение оценки компетентности.

u_{pt} – стандартная неопределенность приписанного значения.

p – количество лабораторий, принявших участие в МСИ.

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

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

СП, сомнительно – участник подтвердил свою компетентность, но требуется выполнение процедур по выявлению и управлению рисками.

СД, 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