

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЦЕНТР КАЧЕСТВА И СТАНДАРТИЗАЦИИ
ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ЖИВОТНЫХ И КОРМОВ
(ФГБУ «ВГНКИ»)



Провайдер МСИ

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель провайдера
ФГБУ «ВГНКИ»



ОТЧЕТ № О01.10.2020 - 1
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОВЕРКИ
КВАЛИФИКАЦИИ
«Определение нитроимидазолов в меде»

IV квартал 2020 года
Статус отчета: окончательный

Отчет № О01.10.2020 – 1
(взамен отчета № О01.10.2020 от 25.12.2020 г.)

Статус отчета: окончательный

Москва
2022

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

**Отчет № 001.10.2020 – 1 содержит дополнительную информацию.
Внесение изменений и публикация новой версии не влияет на результаты оценок
участников**

1. Информационные данные

1 Юридический адрес	Россия, 123002, Москва, Звенигородское шоссе д.5
Почтовый адрес	Россия, 123002, Москва, Звенигородское шоссе д.5
2 Телефон	+7 (495) 982-50-84 (канцелярия), +7 (499) 253-14-91 (приемная директора).
3 Факс	+7 (499) 253-14-68, +7 (499) 253-14-91.
4 E-mail	vgnki@fsvps.gov.ru
5 Организация, в структуру которой входит провайдер	Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»)
6 Фамилия, имя, отчество руководителя организации, телефон	Киш Леонид Карольевич +7 (499) 253-14-91 (приемная директора)
7 Расчетный счет юридического лица и реквизиты банка	УФК по г. Москве (ФГБУ «ВГНКИ») л/с 20736X58360 р/с 40501810845252000079 ГУ Банка России по ЦФО БИК 044525000 ИНН 7703056867 КПП 770301001
8 Фамилия, имя, отчество руководителя провайдера (координатора), телефон	Зайцев Алексей Михайлович 8(495)982-5165
9 Фамилия, имя, отчество технического руководителя провайдера, телефон	Гергель Мария Александровна +7 (499)941-0151
10. Фамилия, имя, отчество заместителя руководителя (координатора) провайдера	Салахов Антон Андреевич +7 (495)982-5165
10 E-mail	msi@vgnki.ru

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

2. Данные о проведенной программе проверки квалификации

Специалисты, задействованные в разработке и реализации программы проверки квалификации.	Профильные специалисты отдела безопасности пищевых продуктов ФГБУ «ВГНКИ» научный сотрудник Некрасов Д.Ю.; Руководитель рабочей группы I Провайдера МСИ Батов И.В. Специалисты отдела обеспечения единства измерений ФГБУ «ВГНКИ» – ведущий специалист А. А. Салахов.
Цель	Организация и проведение межлабораторных сравнительных испытаний с целью проверки квалификации участников по определению нитроимидазолов в мёде.
1. Критерии выбора участников	Данная программа проверки квалификации по определению нитроимидазолов в мёде предназначена для участия учреждений подведомственных Россельхознадзору.
2. Количество участников	Количество участников не менее 20 учреждений.
3. Объекты испытаний	Мед
4. Контролируемые показатели	Нитроимидазолы (ронидазол, диметридазол, метронидазол, гидроксиметронидазол, ипронидазол, гидроксиипронидазол, гидроксиметилметилнитроимидазол, тинидазол, тернидазол)
5. Схема проведения МСИ	Параллельная схема
6. Начало и окончание Программы	В соответствии с Государственным заданием на 2020 год «Организация и проведение межлабораторных сравнительных испытаний».
7. Степень конфиденциальности	Лаборатории-участники кодируются. Результаты сообщаются только лабораториям-участникам. Результаты МСИ в виде отчетов публикуется на сайте ФГБУ «ВГНКИ». Данные сведения не могут быть переданы или раскрыты провайдером третьей стороне без письменного подтверждения участника. Исключением являются случаи обязательного в соответствии с применимым законодательством раскрытия информации, в частности, по требованию уполномоченных государственных органов (например, предоставление в Федеральную службу по ветеринарному и фитосанитарному надзору (Россельхознадзор) сведений об участии подведомственных лабораторий) и по запросу Федеральной службы по аккредитации (Росаккредитация)*.
8. Указание работ, которые выполнялись по договору подряда с провайдером проверки квалификации	Работы по реализации ППК «Определение макролидов в молоке» проводятся силами Провайдера МСИ ФГБУ «ВГНКИ», без привлечения субподрядных организаций.

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

3. Образцы для контроля

3.1 Для приготовления образца контроля молоко проверялось на наличие определяемых веществ согласно ГОСТ 34533-2019. Далее образец взвешивался, в него вносился раствор с известной концентрацией исследуемого вещества и тщательно перемешивался. Образец развешивался по флаконам и этикетировался. Все необходимые измерения тщательно фиксировались и вносились в соответствующую документацию.

Описание образцов для контроля, которые были направлены участнику МСИ, приведено в таблице

Таблица 1.

Маркировка образца для контроля	Объект испытаний	Определяемые показатели
1	2	3
NIM 202001 NIM 202002 NIM 202003	Мед	В образцах могут присутствовать следующие аналиты: ронидазол, диметридазол, метронидазол, гидроксиметронидазол, ипронидазол, гидроксиипронидазол, гидроксиметилметилнитроимидазол, тинидазол, тернидазол

3.2 Для реализации ППК «Определение нитроимидазолов в меде» лабораториям – участникам высылали 3 образца. Лаборатории выполняли определение нитроимидазолов в каждом образце.

3.3 Каждый образец представлял собой навеску меда не менее 8,0 г с различным содержанием нитроимидазолов.

3.4 Условия хранения образцов – при температуре от -5°C до -20°C. Транспортировка – в замороженном виде всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, в крытых транспортных средствах при условии обеспечения их сохранности. Возможно размораживание образца в ходе длительной транспортировки, это не влияет на пригодность пробы для анализа.

3.5 Сроки

Образцы для контроля были отосланы участникам 27.09.2020.

Срок предоставления результатов участниками МСИ – 31.10.2020.

3.6 Оценка однородности и стабильности образцов для контроля проводилась согласно ГОСТ Р 50779.60-2017 [4].

Согласно требованиям приложения «В» ГОСТа Р 50779.60-2017 образец проходил проверку на однородность и стабильность.

ОК соответствовал следующему критерию однородности:

$$Ss \leq 0,3\sigma, \text{ где } (1)$$

Ss - межэкземплярное стандартное отклонение,

σ - стандартное отклонение проверки компетентности.

ОК соответствовал следующему критерию стабильности:

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

$$|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3\sigma, \text{ где (2)}$$

\bar{x} – среднее арифметическое результатов измерений, полученных при проверке стабильности,

\bar{y} – среднее арифметическое при проверке однородности,

σ - стандартное отклонение проверки компетентности.

4. Результаты МСИ

4.1 Конфиденциальность

МСИ проводятся согласно российских и международных стандартов с соблюдением всех мер конфиденциальности. Каждой лаборатории–участнику присваивался индивидуальный номер, известный только самой лаборатории.

4.2. Оценка полученных результатов

4.2.1 Для реализации ППК «Определение нитроимидазолов в меде» провайдер ФГБУ «ВГНКИ» использовал «Параллельную схему». Образцы для проверки квалификации рассылались одновременно всем участникам, после завершения испытаний результаты направлялись провайдеру ФГБУ «ВГНКИ».

4.2.2 Результаты лаборатории – участники оформляли в виде Протокола в соответствии с ППК «Определение нитроимидазолов в меде».

4.2.3 Провайдер ФГБУ «ВГНКИ» сравнивал полученные от лабораторий – участников результаты с приписанным значением. Для установления приписанных значений провайдер ФГБУ «ВГНКИ» использовал процедуру «известных значений» - определенных с помощью конкретной технологии создания образца для проверки квалификации. В программах с «известными значениями» используются приписанные значения, определяемые независимо от участников, и предусмотрено приготовление образцов для проверки квалификации с известными измеряемыми значениями или характеристиками.

Неопределенность приписанного значения высчитывали как корень из суммы квадратов основных неопределенностей, связанных с гравиметрическими и объемными измерениями при приготовлении ОК.

4.2.4 Метрологическая прослеживаемость обеспечивалась следующими элементами:

1) Оснащенность провайдера ФГБУ «ВГНКИ» стандартными образцами и эталонными материалами,

2) Наличие поверенных и откалиброванных СИ,

3) Проведение установленных работ согласно плану ВЛК,

4) Использование валидированных и аттестованных методик выполнения измерений.

4.2.5 Согласно п. 8.4 ГОСТ Р 50779.60-2017 значение стандартного отклонения для оценки квалификации выбрали исходя из общей модели воспроизводимости метода измерений. С учетом исследований Хорвитца и Томпсона в области низких концентраций, было решено принять относительное стандартное отклонение оценки компетентности (σ) равным 22 %.

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

4.2.4 Программа проверки квалификации «Определение нитроимидазолов в меде» является количественным испытанием. Для каждого участника по каждому образцу согласно [3] был вычислен Z-индекс по формуле:

$$Z = (X-m)/\sigma,$$

где X – средняя концентрация соединения, определенная лабораторией; m – приписанное значение концентрации; σ – стандартное отклонение оценки компетентности.

Общий результат участника считается удовлетворительным, если все нитроимидазолы выявлены и результаты соответствуют $|Z| \leq 2$ [3], отсутствуют ложноположительные и ложноотрицательные результаты.

5. Подготовка образцов

Мед, содержащий остаточные количества нитроимидазолов, был изготовлен композиционным способом, упакован в пробирки, масса каждого образца составляла не менее 8,0 г. Однородность и стабильность образцов была проверена аттестованным арбитражным ВЭЖХ-МС/МС методом [1]. Приписанные значения содержания нитроимидазолов представлены в таблице 2.

Таблица №2

№ образца	1	2**	3
Концентрация ронидазола, мкг/кг	<1,0*	<1,0*	<1,0*
СО ронидазола, мкг/кг	-	-	-
Концентрация диметридазола, мкг/кг	<1,0*	<1,0*	<1,0*
СО диметридазола, мкг/кг	-	-	-
Концентрация метронидазола, мкг/кг	35,0	<1,0*	20,0
СО метронидазола, мкг/кг	7,7	-	4,4
Концентрация гидроксиметронидазола, мкг/кг	<1,0*	<1,0*	<1,0*
СО гидроксиметронидазола, мкг/кг	-	-	-
Концентрация ипронидазола, мкг/кг	<1,0*	<1,0*	<1,0*
СО ипронидазола, мкг/кг	-	-	-
Концентрация гидроксиипронидазола, мкг/кг	<1,0*	<1,0*	<1,0*
СО гидроксиипронидазола, мкг/кг	-	-	-
Концентрация гидроксиметилметилнитроимидазола, мкг/кг	<1,0*	<1,0*	<1,0*
СО гидроксиметилметилнитроимидазола, мкг/кг	-	-	-
Концентрация тинидазола, мкг/кг	<1,0*	<1,0*	<1,0*

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

СО тинидазола, мкг/кг	-	-	-
Концентрация тернидазола, мкг/кг	<1,0*	<1,0*	<1,0*
СО тернидазола, мкг/кг	-	-	-

СО - стандартное отклонение оценки компетентности;

* - предел обнаружения арбитражного метода;

** - контрольный образец, не содержащий нитроимидазолов.

6. Результаты сравнительных испытаний

6.1. Результаты сравнительных испытаний подтверждающим (арбитражным) методом ВЭЖХ-МС\МС

Лаборатории 1-36 использовали подтверждающий метод ВЭЖХ-МС\МС. Сводные результаты определения участниками нитроимидазолов в образцах представлены в таблицах №№ 3-4 и диаграммах №№ 3.1-4.1.

Результаты участников представлены в таблице №5.

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

Таблица № 3

Образец № 1. Сводные результаты участников определения метронидазола в меде.

№ лаборатории	Сред.концентрация, мкг/кг	Z-индекс
1	37.8	0.4
2	34.4	-0.1
3	28.1	-0.9
4	32.1	-0.4
5	36.2	0.2
6	33.1	-0.2
7	38	0.4
8	29.2	-0.8
9	32.68	-0.3
10	35.75	0.1
11	35.2	0.0
12	25.7	-1.2
13	27.5	-1.0
14	27.5	-1.0
15	29.9	-0.7
16	28.65	-0.8
17	34.325	-0.1
18	28	-0.9
19	28.3	-0.9
20	33.5	-0.2
21	31.9	-0.4
22	29.4	-0.7
23	33.9	-0.1
24	29.9	-0.7
25	33.5	-0.2
26	29.7	-0.7
27	28.4	-0.9
28	33	-0.3
29	35.236	0.0
30	26.5	-1.1
31	33.5	-0.2
32	33.6	-0.2
33	28.22	-0.9
34	25.9	-1.2
35	30.272	-0.6
36	27.28	-1.0

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

Диаграмма № 3.1

Образец № 1. Распределение результатов определения концентрации метронидазола.

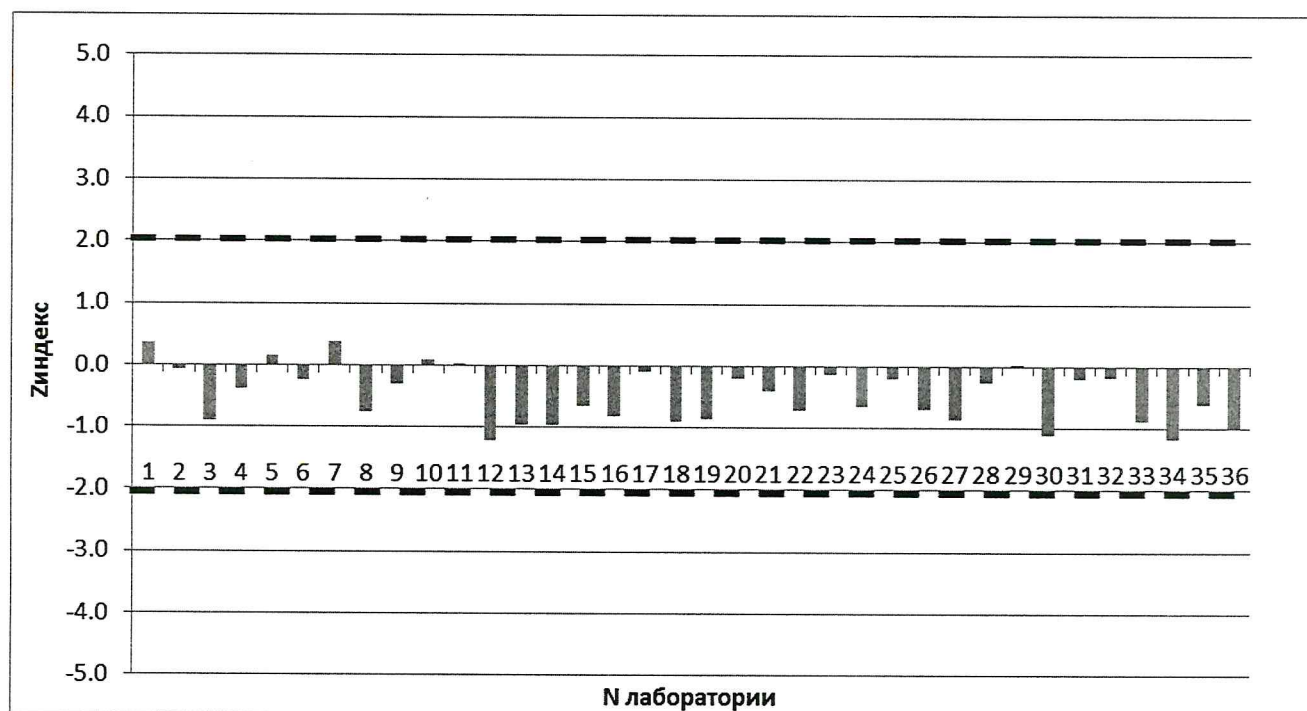


Таблица № 4

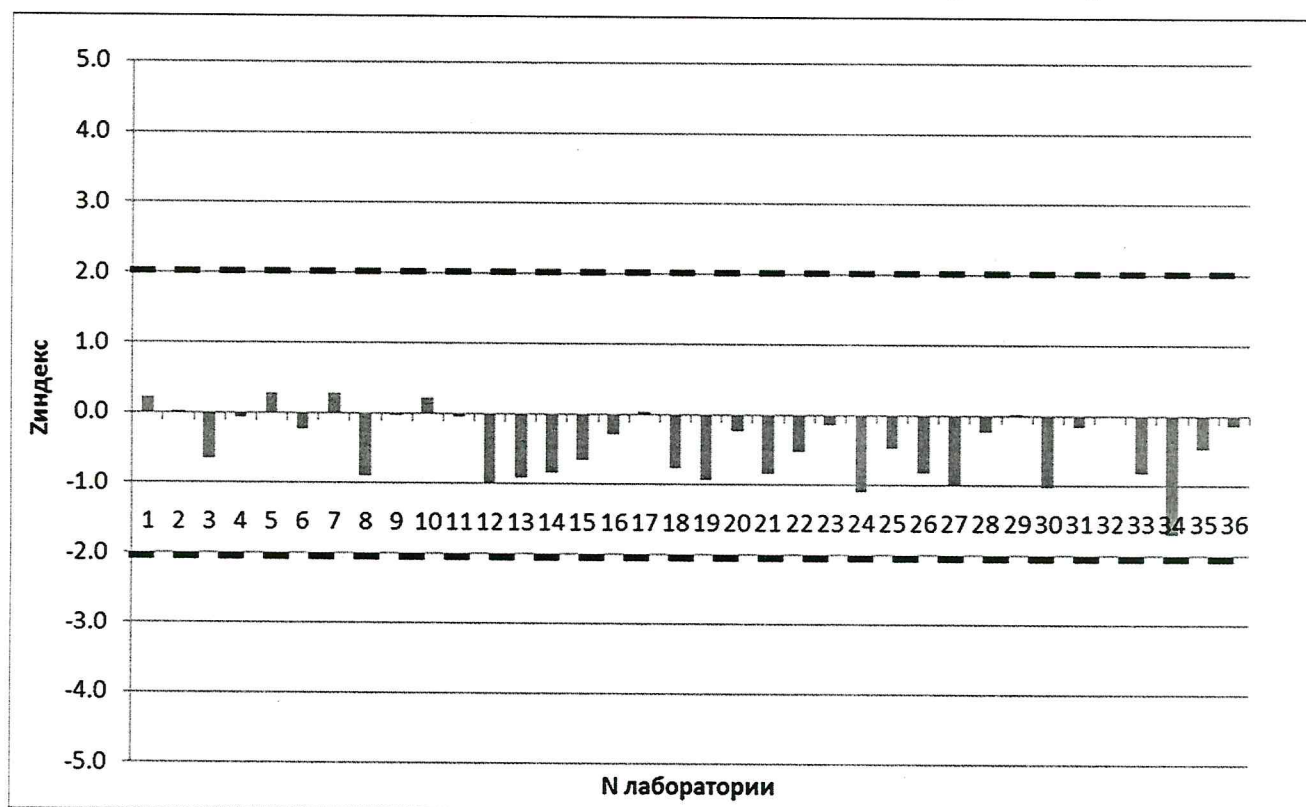
Образец № 3. Сводные результаты участников определения метронидазола в меде.

№ лаборатории	Сред.концентрация, мкг/кг	Z-индекс
1	21	0.2
2	20.1	0.0
3	17.1	-0.7
4	19.7	-0.1
5	21.2	0.3
6	19	-0.2
7	21.2	0.3
8	16.1	-0.9
9	19.88	0.0
10	21	0.2
11	19.8	0.0
12	15.7	-1.0
13	16	-0.9
14	16.3	-0.8
15	17.1	-0.7
16	18.73	-0.3
17	20.15	0.0
18	16.6	-0.8
19	15.9	-0.9

№ лаборатории	Сред.концентрация, мкг/кг	Z-индекс
20	19	-0.2
21	16.3	-0.8
22	17.7	-0.5
23	19.4	-0.1
24	15.2	-1.1
25	17.9	-0.5
26	16.4	-0.8
27	15.7	-1.0
28	19	-0.2
29	20.124	0.0
30	15.5	-1.0
31	19.3	-0.2
32	19.9	0.0
33	16.4	-0.8
34	12.5	-1.7
35	17.9	-0.5
36	19.4	-0.1

Диаграмма № 4.1

Образец № 3. Распределение результатов определения концентрации метронидазола.



ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

Таблица № 5

Результаты участников межлабораторных сравнительных испытаний по определению нитроимидазолов в меде.

№ участника	Количество удовлетворительных ($ Z \leq 2$) результатов	Количество сомнительных ($2 < Z \leq 3$) результатов	Количество неудовлетворительных ($ Z > 3$) результатов
1	2	-	-
2	2	-	-
3	2	-	-
4	2	-	-
5	2	-	-
6	2	-	-
7	2	-	-
8	2	-	-
9	2	-	-
10	2	-	-
11	2	-	-
12	2	-	-
13	2	-	-
14	2	-	-
15	2	-	-
16	2	-	-
17	2	-	-
18	2	-	-
19	2	-	-
20	2	-	-
21	2	-	-
22	2	-	-
23	2	-	-
24	2	-	-
25	2	-	-
26	2	-	-
27	2	-	-
28	2	-	-
29	2	-	-
30	2	-	-
31	2	-	-
32	2	-	-
33	2	-	-
34	2	-	-
35	2	-	-
36	2	-	-

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

Заключение

по результатам определения содержания нитроимидазолов в образцах меда участниками межлабораторных сравнительных испытаний

Оценка участников проводилась на основании интерпретации индивидуальных значений концентрации нитроимидазолов в образцах.

Согласно РМГ 58-2003, качество результата испытаний по контролируемому показателю считают:

- А) удовлетворительным, если $|Z| \leq 2$;
- Б) сомнительным и подлежащим дополнительной проверке, если $2 < |Z| \leq 3$;
- В) неудовлетворительным, если $|Z| > 3$.

Общий результат каждого участника по проведенным МСИ считается удовлетворительным, если нитроимидазолы выявлены во всех содержащих их образцах и результаты соответствуют $|Z| \leq 2$, отсутствуют ложноположительные и ложноотрицательные результаты. Общий вывод о прохождении МСИ приведен в таблице № 6.

Лаборатории №№ 1-36 использовали метод ВЭЖХ-МС/МС и представили данные по отдельным нитроимидазолам. Сводные результаты участников представлены в таблицах №№ 3-4.

Участники №№ 1 - 36 получили **удовлетворительные** результаты ($|Z| \leq 2$) при определении концентрации нитроимидазолов во всех образцах.

Таблица № 6

Общий вывод о прохождении МСИ

№ уч-ка	МСИ пройдены	Примечание
1	Да	-
2	Да	-
3	Да	-
4	Да	-
5	Да	-
6	Да	-
7	Да	-
8	Да	-
9	Да	-
10	Да	-
11	Да	-
12	Да	-
13	Да	-
14	Да	-
15	Да	-
16	Да	-

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

№ уч-ка	МСИ пройдены	Примечание
17	Да	-
18	Да	-
19	Да	-
20	Да	-
21	Да	-
22	Да	-
23	Да	-
24	Да	-
25	Да	-
26	Да	-
27	Да	-
28	Да	-
29	Да	-
30	Да	-
31	Да	-
32	Да	-
33	Да	-
34	Да	-
35	Да	-
36	Да	-

7. Литература.

- ГОСТ 34533-2019 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания сульфаниламидов, нитроимидазолов, пенициллинов, амфениколов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектором»;

- РМГ 58-2003 «Оценка качества работы испытательной лаборатории пищевых продуктов и продовольственного сырья. Методика внешнего контроля точности результатов испытаний».

- ГОСТ Р 50779.60-2017 «Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний».

Руководитель рабочей группы

Батов И.В.

ФИО

подпись

Технический руководитель

Гергель М.А.

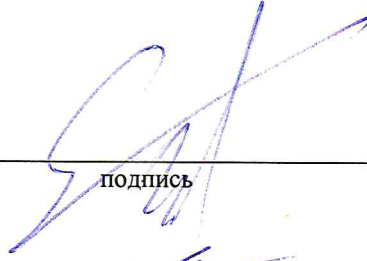
ФИО

подпись

ПРОВАЙДЕР МСИ	ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
	«ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРОИМИДАЗОЛОВ В МЕДЕ»

Заместитель технического
руководителя (координатор)
Салахов А.А.

ФИО



подпись

Менеджер по качеству
Шургина И.К.

ФИО



подпись

Конец отчета