

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»


А.М. Зайцев
«20» апреля 2022 г.


ОТЧЕТ № О01.09.2020 – 1
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОВЕРКИ
КВАЛИФИКАЦИИ
«Определение макролидов в молоке»

IV квартал 2020 года
Статус отчета: окончательный

Отчет № О01.09.2020 – 1
(взамен отчета № О01.09.2020 от 25.12.2020 г.)
Статус отчета: окончательный

Москва
2022

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

**Отчет № 001.09.2020 – 1 содержит дополнительную информацию.
Внесение изменений и публикация новой версии не влияет на результаты оценок участников.**

| | |
|---|---|
| 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 20736Х58360 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 |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

2. Данные о проведенной программе проверки квалификации

| | |
|--|--|
| Специалисты, задействованные в разработке и реализации программы проверки квалификации. | Руководитель рабочей группы I Провайдера МСИ Батов И.В.; Профильные специалисты отдела пищевых продуктов ФГБУ «ВГНКИ» – мл. научный сотрудник Некрасов Д.Ю.; 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 макролидов в молоке. |
| Критерии выбора участников | Данная программа проверки квалификации по определению макролидов в молоке предназначена для участия учреждений подведомственных Россельхознадзору |
| Количество участников | Количество участников не менее 20 учреждений. |
| Объекты испытаний | Молоко |
| Контролируемые показатели | Спирамицин, эритромицин, кларитромицин, тулатромицин, тилмикозин, тилозин, тилвалозин. |
| Схема проведения МСИ | Параллельная схема |
| Начало и окончание Программы | В соответствии с Государственным заданием на 2020 год «Организация и проведение межлабораторных сравнительных испытаний». |
| 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)*. |
| Указание работ, которые выполнялись по договору субподряда 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 |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

3. Образцы для контроля

3.1 Для приготовления образца контроля молоко проверялось на наличие определяемых веществ согласно ГОСТ 34136-2017. Далее образец взвешивался, в него вносился раствор с известной концентрацией исследуемого вещества и тщательно перемешивался. Образец помещался в предварительно взвешенные круглодонные колбы и лиофилизировался до прекращения значимого изменения массы. Далее извлекался 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 1.

Таблица 1

| Маркировка образца для контроля | Объект испытаний | Определяемые показатели |
|--|------------------|--|
| 1 | 2 | 3 |
| МАС 202001 МАС 202002 МАС 202003 МАС 202004 МАС 202005 | Молоко | В образцах могут присутствовать следующие аналиты: Спирамицин, эритромицин, кларитромицин, тулатромицин, тилмикозин, тилозин, тилвалозин. |

3.2 Для реализации ППК «Определение макролидов в молоке» лабораториям – участникам высылали 5 образцов. Лаборатории выполняли определение макролидов в каждом образце.

3.3 Каждый образец представлял собой навеску лиофилизированного молока с различным содержанием макролидов. Лаборатории проводили количественное определение содержания макролидов в предварительно восстановленном молоке.

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 «Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний» [4]. Согласно требованиям приложения «В» ГОСТа Р 50779.60-2017 образец проходил проверку на однородность и стабильность.

ОК соответствовал следующему критерию однородности:

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

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

Ss - межэкземплярное стандартное отклонение,
 σ - стандартное отклонение проверки компетентности.
 ОК соответствовал следующему критерию стабильности:

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

\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 макролидов в молоке» 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 макролидов в молоке».

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 |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

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

$$Z = (X-m)/\sigma, \quad (3)$$

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

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

5. Подготовка образцов

Молоко, содержащее остаточные количества макролидов, было изготовлено композиционным способом, лиофилизировано и упаковано в пробирки. Масса каждого образца составляла не менее 1,3 г. Однородность и стабильность образцов была проверена аттестованным арбитражным ВЭЖХ-МС/МС методом [1]. Приписанные значения содержания макролидов представлены в таблице 2.

Таблица №2

| № образца | 1 | 2 | 3 | 4** | 5 |
|------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------|------------|
| Концентрация спирамицин, мкг/кг | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* |
| СО спирамицин, мкг/кг | - | - | - | - | - |
| Концентрация эритромицин, мкг/кг | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* | 20 |
| СО эритромицин, мкг/кг | - | - | - | - | 4,4 |
| Концентрация кларитромицин, мкг/кг | 15,0 | 30,0 | <1,0* | <1,0* | <1,0* |
| СО кларитромицин, мкг/кг | 3,3 | 6,6 | - | - | - |
| Концентрация тулатромицин, мкг/кг | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* |
| СО тулатромицин, мкг/кг | - | - | - | - | - |
| Концентрация тилмикозин, мкг/кг | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* |
| СО тилмикозин, мкг/кг | - | - | - | - | - |
| Концентрация тилозин, мкг/кг | 70,0 | <1,0* | 10,0 | <1,0* | <1,0* |
| СО тилозин, мкг/кг | 15,4 | - | 2,2 | - | - |
| Концентрация тилвалозин, мкг/кг | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* | <1,0* |
| СО тилвалозин, мкг/кг | - | - | - | - | - |

СО - стандартное отклонение оценки компетентности;

* - предел обнаружения арбитражного метода;

** - контрольный образец, не содержащий макролидов.

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

6. Результаты сравнительных испытаний

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

Лаборатории 1-7, 9-23, 25-36 использовали подтверждающий метод ВЭЖХ-МС/МС. Сводные результаты определения участниками макролидов в образцах представлены в таблицах №№ 3-7 и диаграммах №№ 3.1-7.1.

Результаты участников представлены в таблице №8.

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

Таблица № 3

Образец № 1. Сводные результаты участников определения кларитромицина в молоке.

| № лаборатории | Сред.концентрация, мкг/кг | Z-индекс |
|---------------|---------------------------|----------|
| 1 | 16.2 | 0.4 |
| 2 | 14.4 | -0.2 |
| 3 | 13.7 | -0.4 |
| 4 | 17.88 | 0.9 |
| 5 | 15.8 | 0.2 |
| 6 | 15.2 | 0.1 |
| 7 | 14.5 | -0.2 |
| 8 | - | - |
| 9 | 14.8 | -0.1 |
| 10 | 15.86 | 0.3 |
| 11 | 15.6 | 0.2 |
| 12 | 15.9 | 0.3 |
| 13 | 17 | 0.6 |
| 14 | 13.8 | -0.4 |
| 15 | 15.8 | 0.2 |
| 16 | 15.4 | 0.1 |
| 17 | 13.97 | -0.3 |
| 18 | 13.8 | -0.4 |
| 19 | 12.3 | -0.8 |
| 20 | 14.8 | -0.1 |
| 21 | 16.3 | 0.4 |
| 22 | 13.7 | -0.4 |
| 23 | 15.2 | 0.1 |
| 24 | - | - |
| 25 | - | - |
| 26 | 16.2 | 0.4 |
| 27 | 19.897 | 1.5 |
| 28 | 14.8 | -0.1 |
| 29 | 15.231 | 0.1 |
| 30 | 18.95 | 1.2 |
| 31 | 13.5 | -0.5 |
| 32 | 15 | 0.0 |
| 33 | 14 | -0.3 |
| 34 | 16.1 | 0.3 |
| 35 | 15.3 | 0.1 |
| 36 | 14.78 | -0.1 |

Диаграмма № 3.1

Образец № 1. Распределение результатов определения концентрации кларитромицина.

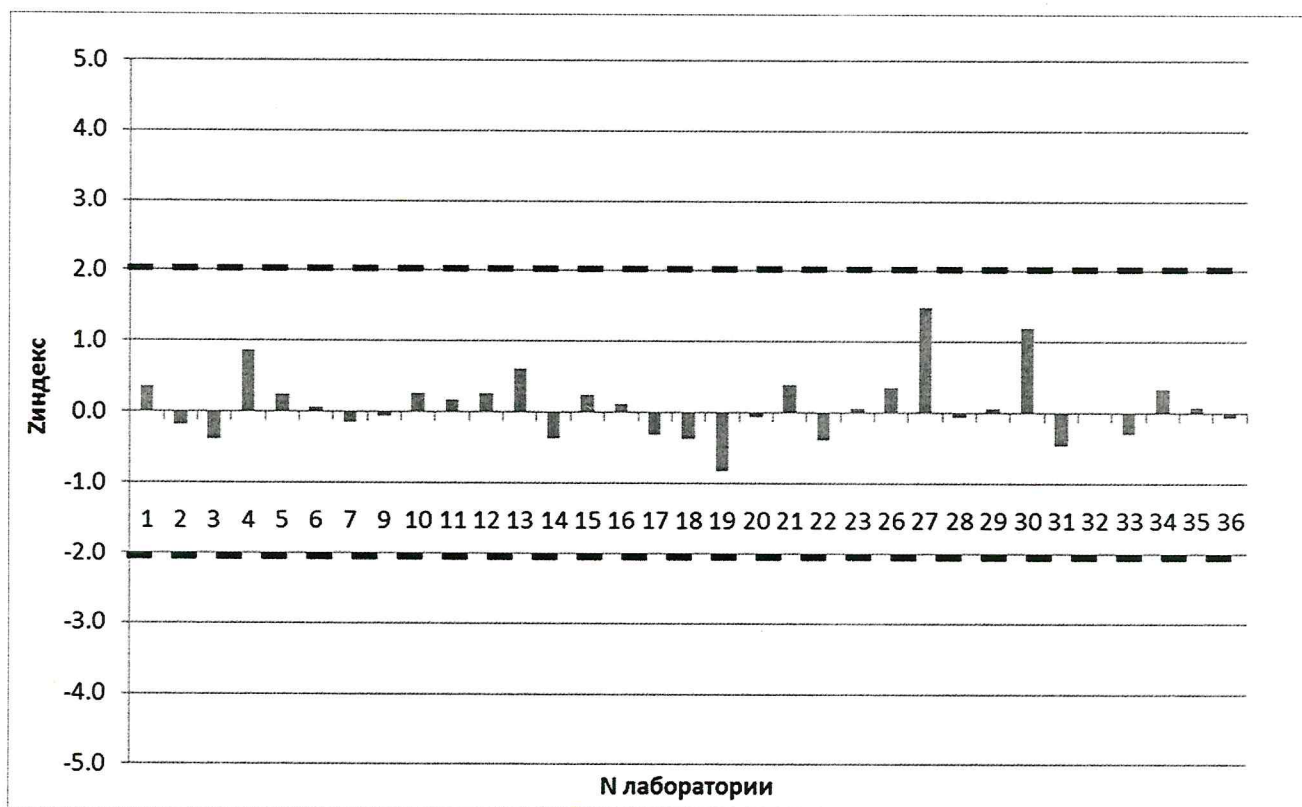


Таблица № 4

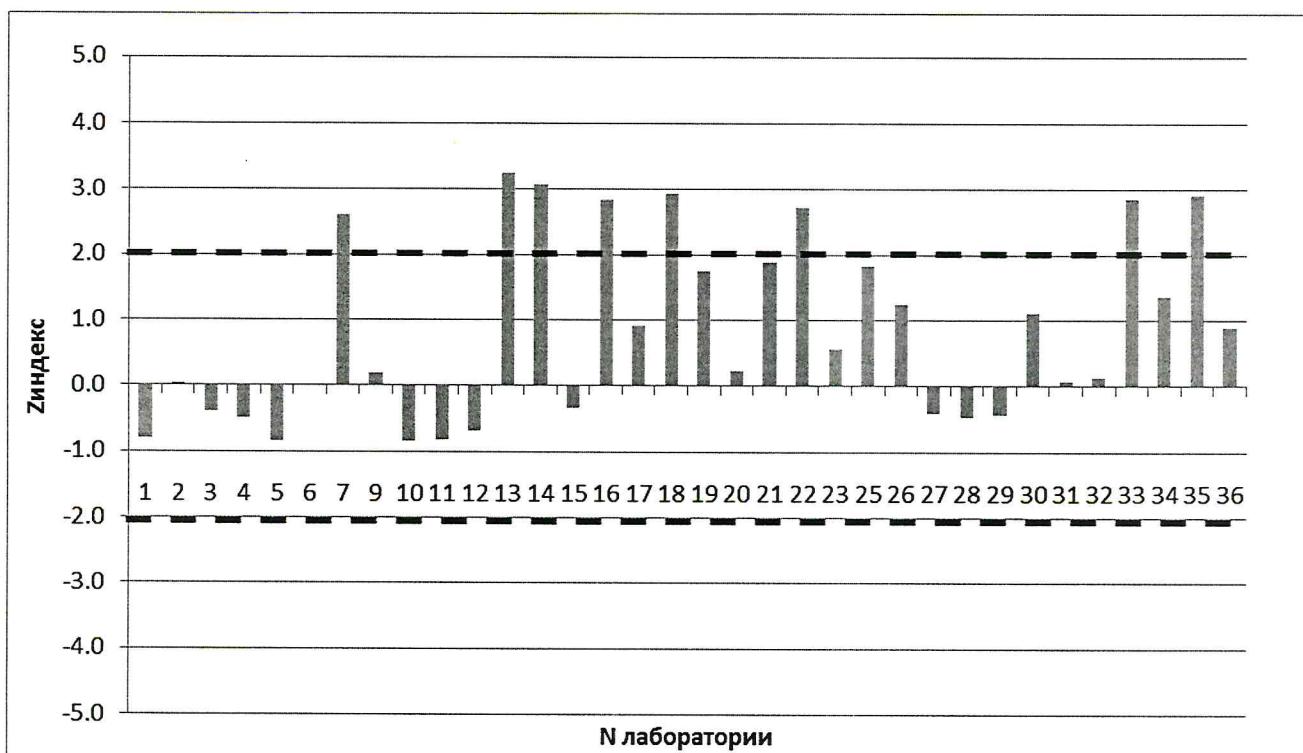
Образец № 1. Сводные результаты участников определения тилозина в молоке.

| № лаборатории | Сред.концентрация, мкг/кг | Z-индекс |
|---------------|---------------------------|----------|
| 1 | 57.7 | -0.8 |
| 2 | 70.6 | 0.0 |
| 3 | 64.1 | -0.4 |
| 4 | 62.4 | -0.5 |
| 5 | 57.2 | -0.8 |
| 6 | 70.3 | 0.0 |
| 7 | 110 | 2.6 |
| 8 | - | - |
| 9 | 72.9 | 0.2 |
| 10 | 57.2 | -0.8 |
| 11 | 57.5 | -0.8 |
| 12 | 59.4 | -0.7 |
| 13 | 120 | 3.2 |
| 14 | 117.3 | 3.1 |
| 15 | 65 | -0.3 |
| 16 | 113.8 | 2.8 |

| № лаборатории | Сред.концентрация, мкг/кг | Z-индекс |
|---------------|---------------------------|----------|
| 17 | 84.19 | 0.9 |
| 18 | 115.3 | 2.9 |
| 19 | 97 | 1.8 |
| 20 | 73.4 | 0.2 |
| 21 | 99 | 1.9 |
| 22 | 112 | 2.7 |
| 23 | 78.5 | 0.6 |
| 24 | - | - |
| 25 | 98 | 1.8 |
| 26 | 89.1 | 1.2 |
| 27 | 63.787 | -0.4 |
| 28 | 62.7 | -0.5 |
| 29 | 63.214 | -0.4 |
| 30 | 87.01 | 1.1 |
| 31 | 71.1 | 0.1 |
| 32 | 72 | 0.1 |
| 33 | 114.1 | 2.9 |
| 34 | 91 | 1.4 |
| 35 | 115 | 2.9 |
| 36 | 83.73 | 0.9 |

диаграмма № 4.1

Образец № 1. Распределение результатов определения концентрации тилозина.



| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

Таблица № 5

Образец № 2. Сводные результаты участников определения кларитромицина в молоке.

| № лаборатории | Сред.концентрация, мкг/кг | Z-индекс |
|---------------|---------------------------|----------|
| 1 | 31.4 | 0.2 |
| 2 | 29.3 | -0.1 |
| 3 | 29.4 | -0.1 |
| 4 | 31.5 | 0.2 |
| 5 | 31.1 | 0.2 |
| 6 | 28.6 | -0.2 |
| 7 | 34.54 | 0.7 |
| 8 | - | - |
| 9 | 29.8 | 0.0 |
| 10 | 31.7 | 0.3 |
| 11 | 30.8 | 0.1 |
| 12 | 31.8 | 0.3 |
| 13 | 34 | 0.6 |
| 14 | 42.6 | 1.9 |
| 15 | 29.5 | -0.1 |
| 16 | 30 | 0.0 |
| 17 | 29.99 | 0.0 |
| 18 | 40.6 | 1.6 |
| 19 | 41.5 | 1.7 |
| 20 | 31.8 | 0.3 |
| 21 | 33.8 | 0.6 |
| 22 | 36.2 | 0.9 |
| 23 | 38.2 | 1.2 |
| 24 | - | - |
| 25 | - | - |
| 26 | 34.1 | 0.6 |
| 27 | 36.18 | 0.9 |
| 28 | 32 | 0.3 |
| 29 | 31.528 | 0.2 |
| 30 | 30.9 | 0.1 |
| 31 | 28.5 | -0.2 |
| 32 | 30 | 0.0 |
| 33 | 37.1 | 1.1 |
| 34 | 33.6 | 0.5 |
| 35 | 33.2 | 0.5 |
| 36 | 31.67 | 0.3 |

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

Диаграмма № 5.1

Образец № 2. Распределение результатов определения концентрации кларитромицина.

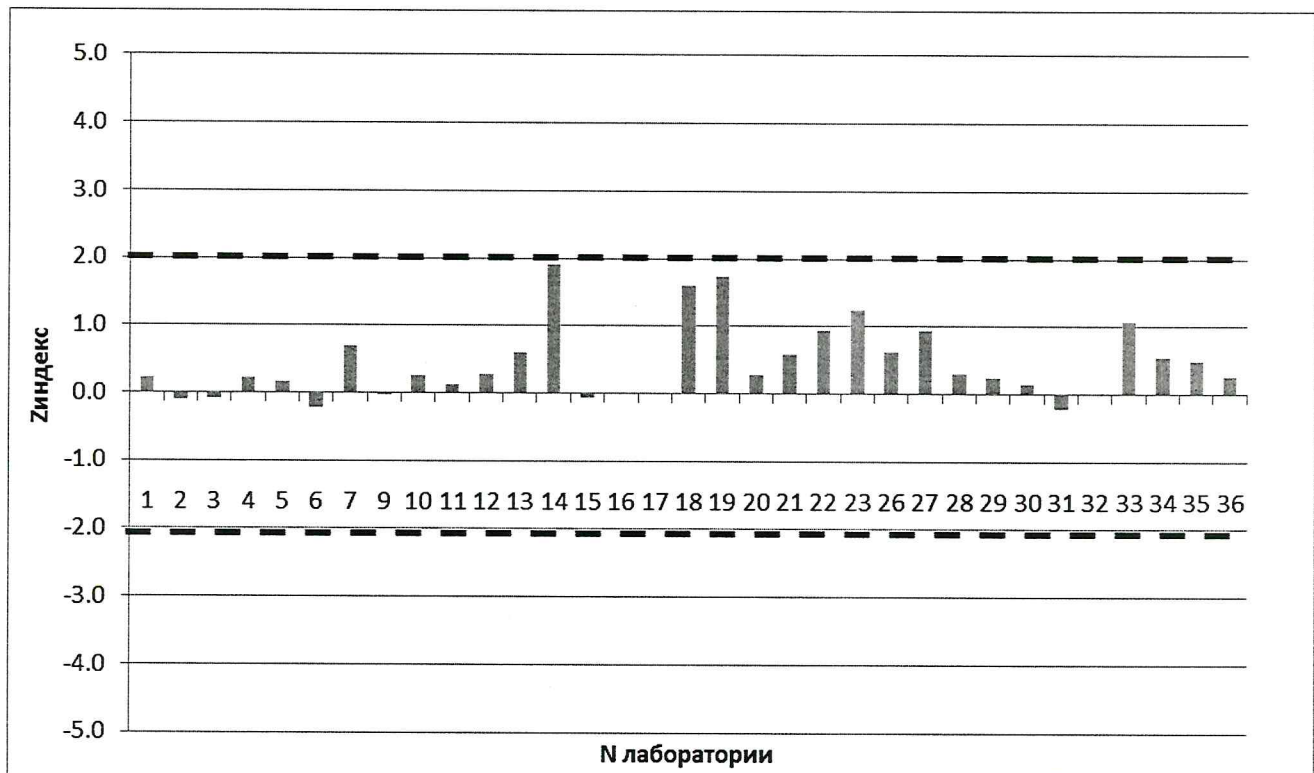


Таблица № 6

Образец № 3. Сводные результаты участников определения тилозина в молоке.

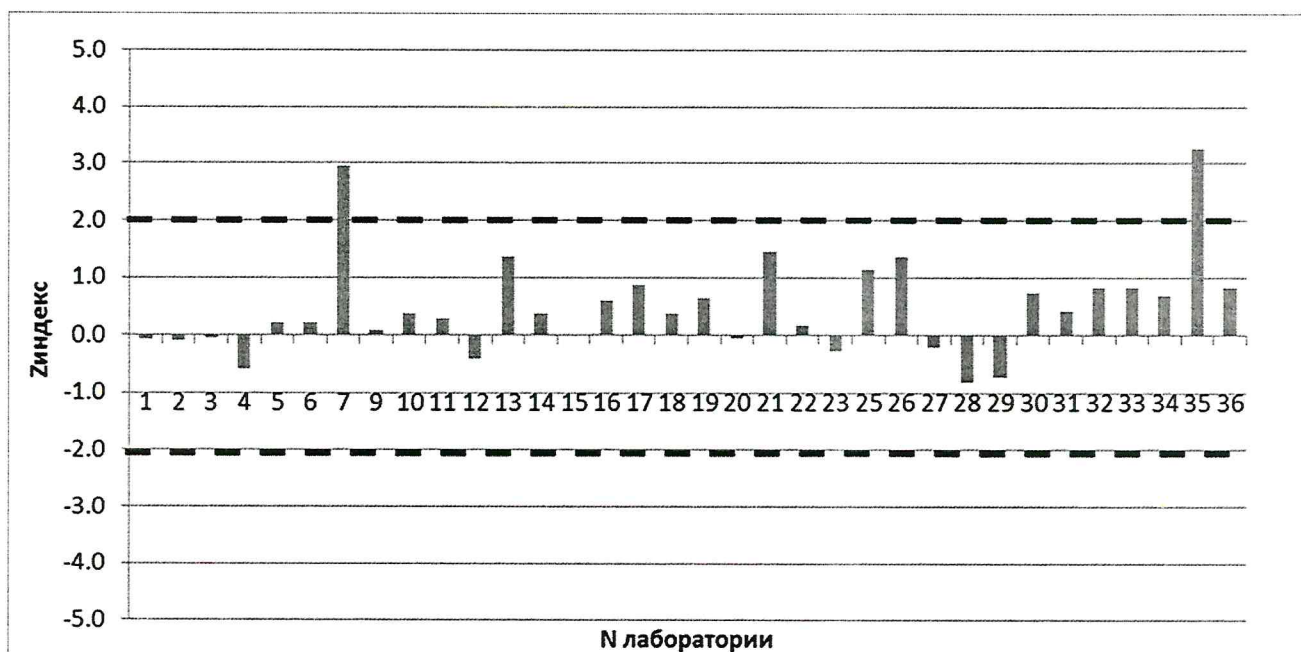
| № лаборатории | Сред.концентрация, мкг/кг | Z-индекс |
|---------------|---------------------------|----------|
| 1 | 9.84 | -0.1 |
| 2 | 9.81 | -0.1 |
| 3 | 9.9 | 0.0 |
| 4 | 8.7 | -0.6 |
| 5 | 10.5 | 0.2 |
| 6 | 10.5 | 0.2 |
| 7 | 16.51 | 3.0 |
| 8 | - | - |
| 9 | 10.2 | 0.1 |
| 10 | 10.8 | 0.4 |
| 11 | 10.6 | 0.3 |
| 12 | 9.11 | -0.4 |
| 13 | 13 | 1.4 |
| 14 | 10.8 | 0.4 |
| 15 | 10 | 0.0 |
| 16 | 11.3 | 0.6 |
| 17 | 11.92 | 0.9 |
| 18 | 10.8 | 0.4 |

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

| № лаборатории | Сред.концентрация, мкг/кг | Z-индекс |
|---------------|---------------------------|----------|
| 19 | 11.4 | 0.6 |
| 20 | 9.9 | 0.0 |
| 21 | 13.2 | 1.5 |
| 22 | 10.4 | 0.2 |
| 23 | 9.4 | -0.3 |
| 24 | - | - |
| 25 | 12.5 | 1.1 |
| 26 | 13 | 1.4 |
| 27 | 9.53 | -0.2 |
| 28 | 8.22 | -0.8 |
| 29 | 8.398 | -0.7 |
| 30 | 11.59 | 0.7 |
| 31 | 10.9 | 0.4 |
| 32 | 11.8 | 0.8 |
| 33 | 11.8 | 0.8 |
| 34 | 11.5 | 0.7 |
| 35 | 17.2 | 3.3 |
| 36 | 11.8 | 0.8 |

Диаграмма № 6.1

Образец № 3. Распределение результатов определения концентрации тилозина.



| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

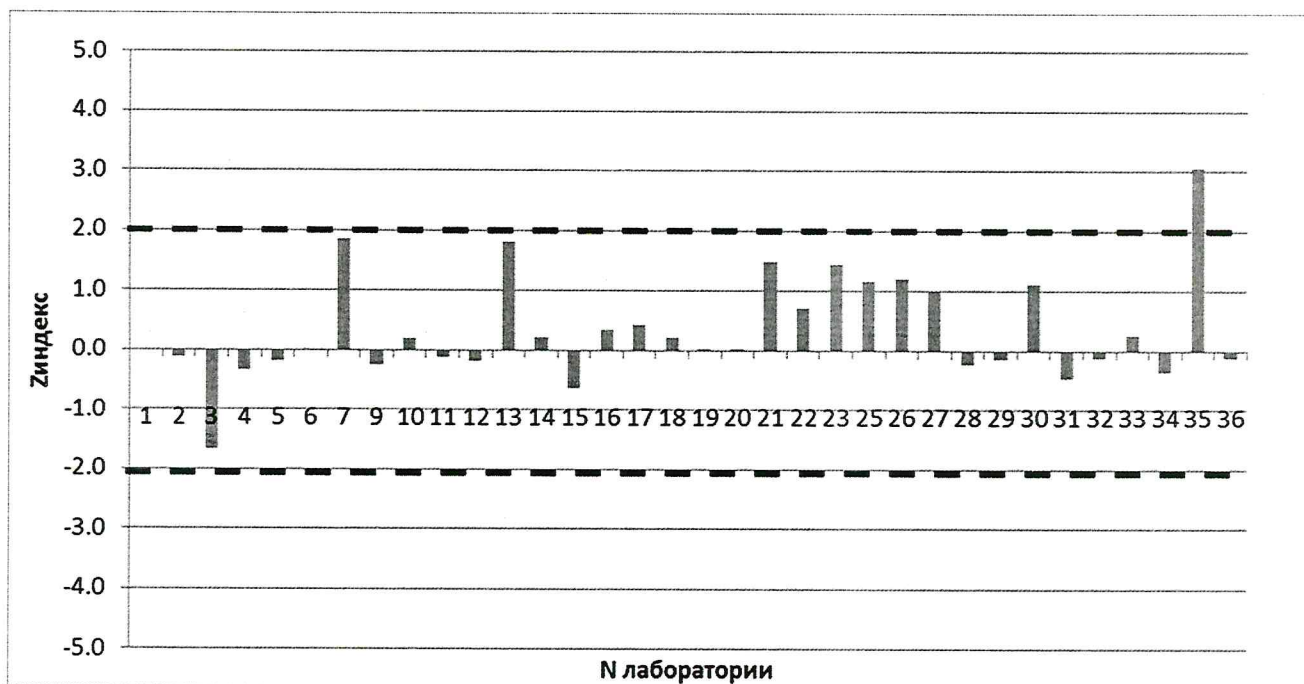
Таблица № 7

Образец № 5. Сводные результаты участников определения эритромицина в молоке.

| № лаборатории | Сред.концентрация, мкг/кг | Z-индекс |
|---------------|---------------------------|----------|
| 1 | 20.00 | 0.0 |
| 2 | 19.50 | -0.1 |
| 3 | 12.60 | -1.7 |
| 4 | 18.50 | -0.3 |
| 5 | 19.20 | -0.2 |
| 6 | 19.90 | 0.0 |
| 7 | 28.18 | 1.9 |
| 8 | - | - |
| 9 | 18.90 | -0.3 |
| 10 | 20.83 | 0.2 |
| 11 | 19.50 | -0.1 |
| 12 | 19.20 | -0.2 |
| 13 | 28.00 | 1.8 |
| 14 | 21.00 | 0.2 |
| 15 | 17.20 | -0.6 |
| 16 | 21.50 | 0.3 |
| 17 | 21.90 | 0.4 |
| 18 | 21.00 | 0.2 |
| 19 | 20.10 | 0.0 |
| 20 | 20.10 | 0.0 |
| 21 | 26.60 | 1.5 |
| 22 | 23.10 | 0.7 |
| 23 | 26.40 | 1.5 |
| 24 | - | - |
| 25 | 25.10 | 1.2 |
| 26 | 25.30 | 1.2 |
| 27 | 24.34 | 1.0 |
| 28 | 19.00 | -0.2 |
| 29 | 19.33 | -0.2 |
| 30 | 24.93 | 1.1 |
| 31 | 17.90 | -0.5 |
| 32 | 19.50 | -0.1 |
| 33 | 21.20 | 0.3 |
| 34 | 18.40 | -0.4 |
| 35 | 33.50 | 3.1 |
| 36 | 19.48 | -0.1 |

Диаграмма № 7.1

Образец № 5. Распределение результатов определения концентрации тилозина.



| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

Таблица № 8

Результаты участников межлабораторных сравнительных испытаний по определению макролидов в молоке.

| № участника | Количество определенных макролидов (макс. 5) | Количество удовлетворительных ($ Z \leq 2$) результатов | Количество сомнительных ($2 < Z \leq 3$) результатов | Количество неудовлетворительных ($ Z > 3$) результатов |
|-------------|--|--|--|---|
| 1 | 5 | 5 | - | - |
| 2 | 5 | 5 | - | - |
| 3 | 5 | 5 | - | - |
| 4 | 5 | 5 | - | - |
| 5 | 5 | 5 | - | - |
| 6 | 5 | 5 | - | - |
| 7 | 5 | 3 | 2 | - |
| 8 | 0** | - | - | 5 |
| 9 | 5 | 5 | - | - |
| 10 | 5 | 5 | - | - |
| 11 | 5 | 5 | - | - |
| 12 | 5 | 5 | - | - |
| 13 | 5 | 4 | - | 1 |
| 14 | 5 | 4 | - | 1 |
| 15 | 5 | 5 | - | - |
| 16 | 5 | 4 | 1 | - |
| 17 | 5 | 5 | - | - |
| 18 | 5 | 4 | 1 | - |
| 19 | 5 | 5 | - | - |
| 20 | 5 | 5 | - | - |
| 21 | 5 | 5 | - | - |
| 22 | 5 | 4 | 1 | - |
| 23 | 5 | 5 | - | - |
| 24 | 0** | - | - | 5 |
| 25 | 3* | 3 | - | - |
| 26 | 5 | 5 | - | - |
| 27 | 5 | 5 | - | - |
| 28 | 5 | 5 | - | - |
| 29 | 5 | 5 | - | - |
| 30 | 5 | 5 | - | - |
| 31 | 5 | 5 | - | - |
| 32 | 5 | 5 | - | - |
| 33 | 5 | 4 | 1 | - |
| 34 | 5 | 5 | - | - |
| 35 | 5 | 2 | 1 | 2 |
| 36 | 5 | 5 | - | - |

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

** Участник № 25 не предоставил результатов по определению кларитромицина в образцах 1 и 2.*

*** Участники №№ 8 и 24 не предоставили результаты по всем образцам, содержащим макролиды.*

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

Заключение

по результатам определения содержания макролидов в образцах молока участниками межлабораторных сравнительных испытаний

Оценка участников проводилась на основании интерпретации индивидуальных значений концентрации макролидов 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 макролиды 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 № 9.

Лаборатории 1-7, 9-23, 25-36 использовали подтверждающий метод ВЭЖХ-МС/МС для определения содержания макролидов в образцах молока. Сводные результаты участников представлены в таблицах №№ 3-7.

Участники №№ 1-7, 9-12, 15, 17, 19, 20, 21, 23, 25-32, 34 и 36 получили **удовлетворительные** результаты ($|Z| \leq 2$) при определении концентрации макролидов во всех образцах.

Участники №№ 16, 18, 22 и 33 получили **удовлетворительные** результаты ($|Z| \leq 2$) при определении концентрации макролидов в образцах 1 (кларитромицин), 2, 3 и 5 и **сомнительные** ($2 < |Z| \leq 3$) результаты в образце 1 (тилозин).

Участник № 7 получил **удовлетворительные** результаты ($|Z| \leq 2$) при определении концентрации макролидов в образцах 1 (кларитромицин), 2 и 5 и **сомнительные** ($2 < |Z| \leq 3$) результаты в образце 1 (кларитромицин) и 3.

Участники 13 и 14 получили **удовлетворительные** ($|Z| \leq 2$) результаты при определении концентрации макролидов в образцах 1 (кларитромицин), 2, 3, 5 и **неудовлетворительные** результаты ($|Z| > 3$) при определении концентрации макролидов в образце 1 (тилозин).

Участник 35 получил **удовлетворительные** ($|Z| \leq 2$) результаты при определении концентрации макролидов в образцах 1 (кларитромицин), 2, **сомнительные** ($2 < |Z| \leq 3$) результаты в образце 1 (тилозин) и **неудовлетворительные** результаты ($|Z| > 3$) в образцах 3 и 5.

Участник 25 получил **удовлетворительные** ($|Z| \leq 2$) результаты при определении концентрации макролидов в образцах 1 (тилозин), 3, 5, и не прислал результаты по образцам 1 (кларитромицин) и 2.

Участники 8 и 24 не прислали результаты по определению макролидов в образцах молока.

| | |
|---------------|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» |

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 | Сомнительные результаты в 2 образцах, требуются корректирующие действия |
| 8 | Нет | Результаты не предоставлены |
| 9 | Да | - |
| 10 | Да | - |
| 11 | Да | - |
| 12 | Да | - |
| 13 | Нет | Неудовлетворительный результат в 1 образце |
| 14 | Нет | Неудовлетворительный результат в 1 образце |
| 15 | Да | - |
| 16 | Да | Сомнительный результат в 1 образце, требуются корректирующие действия |
| 17 | Да | - |
| 18 | Да | Сомнительный результат в 1 образце, требуются корректирующие действия |
| 19 | Да | - |
| 20 | Да | - |
| 21 | Да | - |
| 22 | Да | Сомнительный результат в 1 образце, требуются корректирующие действия |
| 23 | Да | - |
| 24 | Нет | Результаты не предоставлены |
| 25 | Да | Не предоставлены результаты по образцам 1 (кларитромицин) и 2 |
| 26 | Да | - |
| 27 | Да | - |
| 28 | Да | - |
| 29 | Да | - |
| 30 | Да | - |

| | | |
|---------------|--|--|
| ПРОВАЙДЕР МСИ | ОТЧЕТ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ | |
| | ПР01.09.2020 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОЛИДОВ В МОЛОКЕ» | |

| | | |
|----|-----|--|
| 31 | Да | - |
| 32 | Да | - |
| 33 | Да | Сомнительный результат в 1 образце, требуются корректирующие действия |
| 34 | Да | - |
| 35 | Нет | Неудовлетворительный результат в 2 образцах, сомнительный результат по 1 образцу |
| 36 | Да | - |

7. Литература.

- ГОСТ 34136-2017 «Продукты пищевые, продовольственное сырье. Метод определения остаточного содержания макролидов, линкозамидов и плевромугилинов с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием»;
- 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

Заместитель технического
руководителя (координатор)
Салахов А.А.

ФИО


подпись

Менеджер по качеству
Шургина И.К.

ФИО


подпись

Конец отчета