

УДК 615.12:543.053:615.2/3

С.В. СУР, О.І. ГРИЗОДУБ, Д.А. ЛЕОНТЬЄВ, Н.М. ЗВОЛІНСЬКА*, Н.В. ДЕНИСЕНКО,
С.М. ГУБАРЬ**, А.М. МУРАШКО**

ДП «Науково-експертний фармакопейний центр»,

*ДП «Державний фармакологічний центр»,

**Національний фармацевтичний університет

РЕЗУЛЬТАТИ ВИЗНАЧЕННЯ ВТРАТИ МАСИ ПРИ ВИСУШУВАННІ ТЕСТОВОГО ЗРАЗКА СУБСТАНЦІЇ НАТРІЮ АЦЕТАТУ ТРИГІДРАТУ ЛАБОРАТОРІЯМИ З КОНТРОЛЮ ЯКОСТІ ЛІКАРСЬКИХ ЗАСОБІВ У 6-МУ РАУНДІ ПРОГРАМИ ПРОФЕСІЙНОГО ТЕСТУВАННЯ ЛАБОРАТОРІЙ

Під час проведення шостого раунду програми професійного тестування лабораторій з контролю якості лікарських засобів уперше в Україні був оцінений рівень компетенції як окремих лабораторій з контролю якості лікарських засобів, так і всієї системи лабораторій у цілому при визначенні втрати в масі при висушуванні тестового зразка субстанції натрію ацетату тригідрату. Результати 42 (95,5 %) лабораторій-учасниць були задовільними, 2 (4,5 %) лабораторій – незадовільними.

Результати 7 з 42 (16,6 %) лабораторій не відповідали вимогам до максимально припустимої невизначеності методики (0,19 %). Результати 2 лабораторій були заокруглені на етапі проміжних результатів, тому з наданих результатів було неможливо оцінити їх невизначеність (занадто «грубі» результати).

Шляхом оцінки невизначеності результатів усіх лабораторій-учасниць шостого раунду програми професійного тестування було розраховано, що для «середньої» лабораторії для отримання коректних результатів достатньо проведення 3 паралельних визначень.

За результатами аналізу звітів лабораторій-учасниць були ідентифіковані проблеми у проведенні випробувань та представленні їх результатів, що дає можливість запланувати для кожної лабораторії проведення відповідних корегуючих заходів.

Ключові слова: контроль якості, лікарські засоби, програми професійного тестування лабораторій, тестовий зразок, субстанція натрію ацетату тригідрату, втрата в масі при висушуванні.

ПОСТАНОВКА ПРОБЛЕМИ

У відповідності до європейських стандартів з оцінки компетентності лабораторій з контролю якості застосовуються процедури їх незалежної перевірки. З цією метою проводяться програми професійного тестування (ППТ) лабораторій як обов'язковий елемент системи зовнішнього контролю роботи лабораторій у країнах ЄС. В Україні ППТ лабораторій з контролю якості лікарських засобів здійснюється з 2001 р. [4].

АНАЛІЗ ОСТАННІХ ДОСЛІДЖЕНЬ І ПУБЛІКАЦІЙ

ППТ є процедурами незалежної оцінки технічної компетентності випробувальних лабораторій шляхом порівняння результатів «сліпих» тестових матеріалів.

ППТ є інструментом, який дозволяє в цілому оцінити рівень виконання аналізу вимірювальними лабораторіями в тій чи іншій галузі та,

у разі потреби, сигналізувати про необхідність прийняття термінових дій для вдосконалення їх роботи.

Разом з тестовим зразком організатори надають учасникам певну методику визначення та посилення на загальний метод. Після аналізу одержаних результатів у звіті зазначають можливі причини одержання незадовільних результатів та надають певні рекомендації для їх усунення [5].

Згідно з розробленою концепцією [4], у рамках ППТ лабораторій з контролю якості лікарських засобів було запропоновано проводити тестування тих зразків (субстанцій, готових лікарських форм), які найчастіше контролюються, та перевіряти рівень компетенції лабораторій за тими методами, які вони найчастіше використовують.

ВИДІЛЕННЯ НЕ ВИРІШЕНИХ РАНІШЕ ЧАСТИН ЗАГАЛЬНОЇ ПРОБЛЕМИ

Тест «Втрата маси при висушуванні» є важливим тестом для контролю якості субстанцій, рослинної лікарської сировини та деяких готових лікарських засобів.

У зв'язку з цим, одним із завдань для лабораторій-учасниць ППТ-6 було визначення втрати в масі при висушуванні натрію ацетату тригідрату в тестовому зразку (ТЗ). Учасникам необхідно було чітко дотримуватись наданої координатором методики (розробленої згідно з відповідною монографією ДФУ) та заносити результати й проміжні дані до затверджених форм звітів.

Аналіз та оцінку одержаних результатів проводили у відповідності до вимог монографії на натрію ацетат тригідрат, загальних статей ДФУ та існуючих вимог належної практики для лабораторій з контролю якості лікарських засобів (GPhC) [1; 2; 6].

ФОРМУЛЮВАННЯ ЦІЛЕЙ СТАТТІ

Метою завдання 6-го раунду ППТ було:

- забезпечення єдності підходів лабораторій-учасниць до вимірювання втрати в масі при висушуванні;
- оцінка рівня компетентності лабораторій-учасниць визначення втрати в масі натрію ацетату тригідрату в ТЗ, у відповідності до загальної статті ДФУ 2.2.32.;
- надання лабораторіям-учасницям необхідної інформації для виявлення проблем та вдоско-

налення їх роботи при проведенні вимірювання втрати в масі при висушуванні.

ВИКЛАД ОСНОВНОГО МАТЕРІАЛУ ДОСЛІДЖЕННЯ

Протягом травня — жовтня 2006 року в Україні було проведено шостий раунд програми професійного тестування лабораторій (ППТ-6).

Координатором ППТ-6 був відділ ДФУ ДП «Науково-експертний фармакопейний центр» за участі Асоціації фармацевтичних виробників України та Державної інспекції з контролю якості лікарських засобів МОЗ України.

Організаторами були отримані звіти з результатами від 44 лабораторій-учасниць, у тому числі — від 14 лабораторій територіальних державних інспекцій, 21 лабораторії вітчизняних фармацевтичних підприємств, 9 лабораторій інших організацій, що здійснюють контроль якості лікарських засобів.

Для дотримання конфіденційності інформації, кожній лабораторії було присвоєно індивідуальний код.

Приписне значення втрати в масі при висушуванні в ТЗ натрію ацетату тригідрату, визначене у відповідності до монографії ДФУ на натрію ацетат тригідрат (у відсотках), становило $39,75 \% \pm 0,03 \%$.

Розрахунок максимально припустимого відхилення результатів учасників від приписного значення здійснювався на підставі допусків втрати в масі при висушуванні натрію ацетату тригідрату у відповідності до монографії та вимог до невизначеності результатів аналізу у відповідності до загальної статті «Валідація аналітичних методик і випробувань»^N (ДФУ, Доповнення 1) [2].

Оскільки в монографії вміст $C_2H_3NaO_2$ нормується в перерахунку на суху речовину, при виконанні аналізу субстанції для отримання коректних результатів кількісного визначення слід забезпечити необхідний рівень невизначеності результатів випробування «Втрата в масі при висушуванні».

Відповідно до принципу незначущості, невизначеність результатів випробування «Втрата в масі при висушуванні» (Δ_{Dry}) не буде значно впливати на результати кількісного визначення при виконанні даної нерівності:

$$\Delta_{Dry} \leq \Delta_{Assay_Result_AsIs} \cdot 0.32 = 0.60 \cdot 0.32 = 0.19\%,$$

де $\Delta_{Assay_Result_AsIs}$ (0,6 %) — максимальна

невизначеність для аналізу кількісного визначення (для результату без перерахунку на суху речовину).

© Гризодуб О. І., Губарь С. М., Денисенко Н. В.,
Зволінська Н. М., Леонтьєв Д. А., Мурашко А. М.,
Сур С. В., 2009

Під невизначеністю розуміємо однобічний довірчий інтервал для ймовірності 95 %.

Результати 42 лабораторій (95,5 %), для яких відхилення від приписного значення за абсолютним значенням були менші або дорівнювали 0,19 %, вважали задовільними, а двох лабораторій (4,5 %), для яких відхилення за абсолютним значенням були більші за 0,19 %, — незадовільними (табл. 1 та рисунок).

Таблиця 1

РЕЗУЛЬТАТИ ВИЗНАЧЕННЯ ВТРАТИ В МАСІ ПРИ ВИСУШУВАННІ НАТРІЮ АЦЕТАТУ ТРИГІДРАТУ У ТЗ ТА ВІДХИЛЕННЯ ВІД ПРИПИСНОГО ЗНАЧЕННЯ ЛАБОРАТОРІЙ-УЧАСНИЦЬ ППТ-6*

№ п. п.	Код лабораторії	Втрати в масі при висушуванні, %	Відхилення від приписного значення, абс. %
1	2	39,75	0
2	34	39,75	0
3	35	39,75	0
4	28	39,75	0
5	7	39,74	0,01
6	32	39,74	0,01
7	23	39,74	0,01
8	3	39,74	0,01
9	5	39,76	-0,01
10	33	39,74	0,01
11	13	39,76	-0,01
12	39	39,76	-0,01
13	34	39,73	0,02
14	43	39,73	0,02
15	20	39,73	0,02
16	41	39,73	0,02
17	11	39,73	0,02
18	38	39,73	0,02
19	22	39,73	0,02
20	17	39,7	0,02
21	30	39,78	-0,03
22	40	39,78	-0,03
23	14	39,78	-0,03
24	24	39,72	0,03
25	9	39,79	-0,04
26	27	39,8	-0,05
27	6	39,8	-0,05
28	37	39,7	0,05
29	36	39,8	-0,05
30	25	39,69	0,06
31	18	39,82	-0,07
32	29	39,82	-0,07
33	31	39,82	-0,07
34	21	39,67	0,08
35	16	39,84	-0,09
36	19	39,84	-0,09
37	42	39,84	-0,09
38	4	39,65	0,10
39	12	39,85	-0,10
40	8	39,63	0,12
41	10	39,6	0,15
42	26	39,93	-0,18
43	1	39,95	-0,20
44	15	40,0	-0,25

*сірим позначено незадовільні результати

**кількість значущих цифр результатів, зазначених у таблиці, відповідає наведеному у звітах учасників

У табл. 2 наведено узагальнені результати визначення втрати в масі при висушуванні натрію ацетату тригідрату в ТЗ учасниками ППТ-6.

Таблиця 2

УЗАГАЛЬНЕНІ РЕЗУЛЬТАТИ ВИЗНАЧЕННЯ ЛАБОРАТОРІЯМИ-УЧАСНИЦЯМИ ППТ-6 ВТРАТИ В МАСІ ПРИ ВИСУШУВАННІ ТЗ НАТРІЮ АЦЕТАТУ ТРИГІДРАТУ

1	Приписне значення	39,75 %
2	Середнє значення задовільних результатів учасників	39,76 %
3	Максимальне значення результатів учасників	40,0 %
4	Мінімальне значення результатів учасників	39,60 %
5	Загальна кількість учасників	44
6	Кількість учасників, які одержали задовільні результати	42 (95 %)
7	Кількість учасників, які одержали незадовільні результати	2 (5 %)
8	Кількість результатів, менших за приписне значення	19 (43 %)
9	Кількість результатів, більших за приписне значення	21 (48 %)

Середнє значення, одержане лабораторіями-учасницями, співпадало затестованим для медіани та несуттєво відрізняється від атестованого для середнього значення (різниця 0,01 %).

У відповідності до вимог ДФУ [1; 2] лабораторіям-учасницям при виконанні аналізу необхідно було дотримуватися таких правил:

1. Невизначеність аналізу «Втрати в масі при висушуванні» натрію ацетату тригідрату в ТЗ не повинна перевищувати максимально припустимого значення 0,19 % (ДФУ, «Валідація аналітичних методик та випробувань»^н).
2. Кількість речовини, необхідної для проведення кількісного визначення, може відхилитися в межах + 10 % від зазначеної кількості (ДФУ, загальна стаття 1.2.) [1; 2].
3. Результати двох послідовних зважувань повинні відрізнятися не більше ніж на 0,5 мг (ДФУ, 1.2.) [1; 2].
4. Інтервал часу між двома зважуваннями визначається властивостями й кількістю висушуваного залишку (ДФУ, загальна стаття 1.2.) [1; 2]. При невиконанні цих вимог результати аналізу вважаються недостовірними.

У відповідності до рекомендацій GPCL [6], лабораторіям-учасницям слід було дотримуватися таких правил:

1. При виконанні розрахунків необхідне заокруглення проводити не для первинних даних, а тільки після виконання розрахунків та усереднення результату.
2. Метрологічну перевірку сушильної шафи треба проводити з інтервалом не менш, ніж

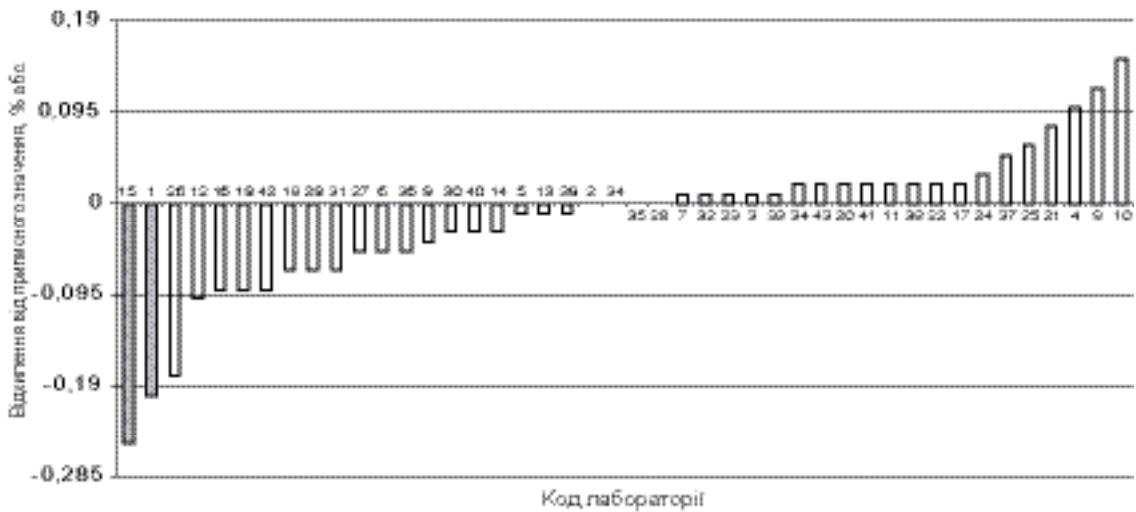


Рис. Діаграма відхилення результатів лабораторій-учасниць ППТ-6 від приписного значення втрати в масі при висушуванні ТЗ (сірим позначено незадовільні результати)

раз на рік у Державному комітеті України з питань технічного регулювання та споживчої політики з отриманням Свідоцтва про перевірку робочого засобу вимірювальної техніки («Закон України про метрологію та метрологічну діяльність»).

- Метрологічної перевірки на відповідність технічних даних з паспорту приладу може бути недостатньо. Для того щоб бути впевненим в тому, що аналітичне обладнання дозволяє коректно вирішувати конкретні завдання, для аналітичного обладнання повинні проводитися процедури кваліфікації у відповідності до аналітичних завдань, які вирішуються з використанням даного обладнання.

Згідно з рекомендаціями GPCl [6], результат, що не відповідає вимогам специфікації, не може бути відкинутий без виявлення причини помилки та проведення необхідних корегуючих заходів.

Якщо невизначеність результату не контролюється, то лабораторія фактично не має доказів щодо коректності даного результату. Доповнення 1 ДФУ [2] містить вимоги до максимально припустимої невизначеності результатів аналізу субстанції та готових лікарських засобів. Так само, невизначеність повинна оцінюватися (у випадках, де це критично) згідно з вимогами до атестації лабораторії на технічну компетентність виконання вимірювань за ДСТУ 17025 [3].

Таким чином, якщо невизначеність не контролюється, робота лабораторії не відповідає вимогам ДФУ, GPCl та Держстандарту в сфері нагляду за метрологічною діяльністю.

Для даного випадку невизначеність може бути оцінена таким чином (див. Рекоменда-

ції ДФУ [2], «Статистичний аналіз результатів хімічного експерименту^N»):

$$\Delta_{Dry} = \frac{SD_{Dry} \cdot t(95\%, f)}{\sqrt{n}},$$

де SD_{Dry} — відносне стандартне відхилення, розраховане з результатів паралельних визначень втрати в масі при висушуванні;
 n — число паралельних визначень;
 $t(95\%, f)$ — однобічний відносний довірчий інтервал для рівня надійної ймовірності 95 % і числа ступенів свободи f .

У табл. 3 наведено невизначеності результатів втрати в масі при висушуванні натрію ацетату тригідрату, що були розраховані, виходячи з первинних даних за звітами лабораторій-учасниць ППТ-6. Лабораторії наведені в порядку збільшення невизначеності результату аналізу.

За результатами, представленими лабораторіями-учасницями (табл. 3), невизначеність аналізу становила від 0 % до 2,16 %.

Результати семи (16,6 %) лабораторій не відповідали вимогам до максимально припустимої невизначеності методики (0,19 %). У цьому випадку результати випробування «Втрата в масі при висушуванні» могли б суттєво впливати на результати кількісного визначення натрію ацетату тригідрату.

Результати лабораторій під кодом 27 та 42 були заокруглені на етапі проміжних результатів, тому з наданих результатів було неможливо оцінити їх невизначеність (занадто «грубі» результати).

Шляхом оцінки невизначеності аналізу можна контролювати мінімально необхідну кіль-

Таблиця 3

**РЕЗУЛЬТАТИ РОЗРАХУНКУ
НЕВИЗНАЧЕНОСТЕЙ РЕЗУЛЬТАТІВ ВТРАТИ
В МАСІ ПРИ ВИСУШУВАННІ
НАТРІЮ АЦЕТАТУ ТРИГІДРАТУ**

№	Код лабораторії	Невизначеність, %
1	39	0
2	27	-
3	42	-
4	23	0,01
5	28	0,01
6	13	0,01
7	31	0,01
8	20	0,03
9	21	0,04
10	38	0,04
11	2	0,04
12	35	0,04
13	5	0,04
14	40	0,04
15	36	0,04
16	33	0,04
17	19	0,04
18	41	0,05
19	22	0,05
20	37	0,06
21	44	0,06
22	6	0,06
23	7	0,07
24	4	0,09
25	11	0,09
26	14	0,09
27	26	0,09
28	32	0,10
29	29	0,1
30	34	0,13
31	9	0,13
32	1	0,13
33	8	0,14
34	17	0,14
35	25	0,15
36	3	0,15
37	30	0,19
38	16	0,20
39	43	0,31
40	12	0,33
41	24	0,46
42	15	0,52
43	10	1,27
44	18	2,16

*сірим позначено незадовільні результати

кості паралельних випробувань при проведенні визначення «Втрата в масі при висушуванні».

Для розрахунку мінімально необхідної кількості паралельних випробувань «середньою» лабораторією було розраховано об'єднане відносне стандартне відхилення (RSDP) за даними всіх лабораторій-учасниць як для різних за обсягом вибірок (ДФУ, «Статистичний аналіз результатів хімічного експерименту»^N). Результати розрахунку наведено в табл. 4.

Таким чином, для «середньої» лабораторії при виконанні даного аналізу достатньо 3 паралельних визначень. Але, якщо лабораторія має значно більшу розбіжність при визначеннях, для отримання коректного результату може знадобитися більша кількість паралельних випробувань, що потребує проведення в лабораторії корегуючих заходів для усунення причин великої розбіжності.

Таблиця 4

**РЕЗУЛЬТАТИ РОЗРАХУНКУ
МІНІМАЛЬНО НЕОБХІДНОЇ КІЛЬКОСТІ ПА-
РАЛЕЛЬНИХ ВИПРОБУВАНЬ ПРИ ПРОВЕ-
ДЕННІ ВИЗНАЧЕННЯ ВТРАТИ В МАСІ ПРИ
ВИСУШУВАННІ «СЕРЕДНЬОЮ»
ЛАБОРАТОРІЄЮ-УЧАСНИЦЕЮ ППТ-6**

	RSDP	Вимоги до невизначеності	Необхідна кількість паралельних випробувань
Втрата в масі при висушуванні	0,07	0,19	3

мання коректного результату може знадобитися більша кількість паралельних випробувань, що потребує проведення в лабораторії корегуючих заходів для усунення причин великої розбіжності.

Дані, наведені в табл. 3, свідчать про недостатню кількість паралельних випробувань у лабораторіях під кодами 10, 18, 24 та велику розбіжність паралельних досліджень при визначенні втрати в масі при висушуванні у лабораторіях під кодами 12, 15, 16 та 43.

Розбіжність результатів паралельних випробувань може мати місце при: неналежній кваліфікації аналітика, який проводить випробування; помилках при зважуванні; неохайності при виконанні аналізу; неналежній кваліфікації обладнання; брудному посуді; посуді, не доведеному до постійної маси; помилках при встановленні постійної маси тощо.

Наважки трьох (6,8 %) лабораторій (під кодами 5, 9, 35) не відповідали вимогам ДФУ. Різниця двох кінцевих послідовних зважувань лабораторії під кодом 42 перевищувала 0,5 мг, тому її результат не можна вважати достовірним. Результати трьох кінцевих послідовних зважувань 14 лабораторій (31,8 %) (під кодами 2, 3, 5, 7, 12, 14, 15, 16, 17, 21, 22, 24, 29, 33) не перевищували 0,5 мг, що давало змогу припинити висушування раніше.

Згідно з ДФУ (загальна стаття 1.2.), інтервал часу між двома зважуваннями визначається властивостями й кількістю висушуваного залишку. У випадку висушування 1,000 г ТЗ натрію ацетату тригідрату з нормуванням втрати в масі при висушуванні 39,0–40,5 % немає сенсу проводити зважування вже через 30 хвилин висушування (це стосується лабораторій під кодами 4, 9, 20, 24, 43).

Більшість лабораторій-учасниць ППТ-6 допустилися помилок при оформленні звітів ППТ-6 (при представленні первинних даних та заокругленні результатів).

ВИСНОВКИ ТА ПЕРСПЕКТИВИ ПОДАЛЬШИХ РОЗВІДОК

1. У визначенні вмісту натрію ацетату у тестовому зразку натрію ацетату тригідрату брали участь 44 лабораторії-учасниці, у тому числі — 14 лабораторій територіальних державних інспекцій, 9 лабораторій інших організацій, що здійснюють контроль якості лікарських засобів, 21 лабораторія вітчизняних фармацевтичних підприємств.
2. Вимоги до результатів аналізу були встановлені на підставі допусків кількісного визначення для втрати в масі при висушуванні у відповідності до монографії ДФУ на субстанцію натрію ацетат тригідрат, згідно з якою невизначеність результатів випробування «Втрата в масі при висушуванні» (Δ_{Dry}) не буде значно впливати на результати кількісного визначення, якщо вона буде меншою або дорівнювати 0,19 %.
3. Уперше в Україні був оцінений рівень компетенції як окремих лабораторій з контролю якості лікарських засобів, так і всієї системи лабораторій у цілому. Результати 42 (95,5 %) лабораторій-учасниць були задовільними, 2 (4,5 %) лабораторій — незадовільними.
4. Результати 7 з 42 (16,6 %) лабораторій не відповідали вимогам до максимально припустимої невизначеності методики (0,19 %). Результати 2 лабораторій були заокруглені на етапі проміжних результатів, тому з наданих результатів було неможливо оцінити їх невизначеність (занадто «грубі» результати).
5. Шляхом оцінки невизначеності результатів усіх лабораторій-учасниць ППТ-6 було розраховано, що для «середньої» лабораторії для отримання коректних результатів достатньо проведення 3 паралельних визначень.
6. За результатами аналізу звітів лабораторій-учасниць були ідентифіковані проблеми у проведенні випробувань та представленні їх результатів, що дає можливість запланувати

вати для кожної лабораторії проведення відповідних корегуючих заходів.

ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ ІНФОРМАЦІЇ

1. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Науково-експертний фармакопейний центр». — 1-е вид. — Х.: ТОВ «PIPEГ», 2001. — 556 с., ISBN 966-95824-1-5.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Науково-експертний фармакопейний центр». — 1-е вид. — Х.: ТОВ «PIPEГ», 2001. — Доповнення 1. — 2004. — 520 с., ISBN 966-95824-3-1.
3. Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (ISO/IEC 17025: 2006 IDT): ДСТУ ISO/IEC 17025: 2006. — [Чинний від 2007-07-01]. — К.: Держспоживстандарт України, 2007. — 40 с. — (Національний стандарт України).
4. Сур С.В. Створення системи професійного тестування лабораторій в системі Державної інспекції з контролю якості лікарських засобів МОЗ України / С.В. Сур, Н.М. Архіпова, Н.М. Зволінська // Актуальні питання фармацевтичної та медичної науки і практики: зб. наук. статей ЗДМУ. — Запоріжжя, 2003. — Вип. X. — С. 102–105.
5. Сур С.В. Результати третього раунда програми професійного тестування лабораторій «Фарма-Тест» в системі Государственной инспекции по контролю качества лекарственных средств МЗ Украины / С.В. Сур, Н.Н. Архипова, Н.Н. Зволінская // Вісник фармакології і фармації. — 2003. — № 7–8. — С. 45–57.
6. Good Practices for National Pharmaceutical Control Laboratories (GPCL). WHO TRS 902, 2002. — 47 с.: табл. — (WHO Technical Report Series). — Текст: англ. Бібліогр.: С. 41–42. (16 назв).

УДК 615.12: 543.053: 615.2/3

РЕЗУЛЬТАТЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ ПРИ ВЫСУШИВАНИИ ТЕСТОВОГО ОБРАЗЦА СУБСТАНЦИИ НАТРИЯ АЦЕТАТА ТРИГИДРАТА ЛАБОРАТОРИЯМИ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ В 6-ОМ РАУНДЕ ПРОГРАММЫ ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ТЕСТИРОВАНИЯ ЛАБОРАТОРИЙ

С. В. Сур, А. И. Гризодуб, Д. А. Леонтьев, Н. Н. Зволінская,
Н. В. Денисенко, С. Н. Губарь, А. Н. Мурашко

При проведении шестого раунда программы профессионального тестирования лабораторий по контролю качества лекарственных средств впервые в Украине был оценен уровень компетенции как отдельных лабораторий по контролю качества лекарственных средств, так и всей системы лабораторий в целом, при определении потери в массе при высушивании тестового образца субстанции натрия ацетата тригидрата. Результаты

42 (92,5 %) лабораторий-учасниць були удовлетворительными, 2 (4,5 %) лабораторий — неудовлетворительными.

Результаты 7 из 42 (16,6 %) лабораторий не отвечали требованиям к максимально допустимой неопределенности методики (0,19 %). Результаты 2 лабораторий были закруглены на этапе промежуточных результатов, поэтому из представленных результатов невозможно было оценить их неопределенность (слишком «грубые» результаты).

Путем оценки неопределенности результатов всех лабораторий-участниц шестого раунда программы профессионального тестирования было рассчитано, что для «средней» лаборатории для получения корректных результатов достаточно проведение 3 параллельных определений.

По результатам анализа отчетов лабораторий-участниц были идентифицированы проблемы при проведении определения и представлении результатов, что дает возможность запланировать для каждой лаборатории проведение соответствующих корректирующих действий.

Ключевые слова: контроль качества, лекарственные средства, программы профессионального тестирования лабораторий, тестовый образец, субстанция натрия ацетата тригидрата, потеря в массе при высушивании.

UDC 615.12:543.053:615.2/.3

RESULTS OF DEFINITION A LOSS IN MASS BY DRYING OF TEST SAMPLE OF SUBSTANCE SODIUM ACETATE BY LABORATORIES FOR DRUG QUALITY CONTROL IN THE SIXTH ROUND OF PROGRAMS OF PROFESSIONAL TESTS LABORATORIES

S.V. Sur, A.I. Grizodub, D.A. Leontiev, N.M. Zvolinskya, N.V. Denisenko, S.M. Gubar', A.M. Murashko

At the realization of the sixth round of professional programm test laboratories for drug quality control for the first time in Ukraine was estimated the level of competence as separate laboratories for drug quality control as the whole system of laboratories on determination of loss in mass by drying a test sample of substance sodium acetate trihydrate. Results of 42 (92,5 %) laboratories-participants were satisfactory, results of 2 (4,5 %) — participants were unsatisfactory.

Results 7 of 42 (16,6 %) laboratories were not met the case for maximum permissible uncertainty of method (0,19 %). Results of 2 laboratories were finished on the stage of intermediate results and so It was impossible estimated their uncertainty from presented results (too «crude» results).

It was figured out by assessment uncertainty of results all laboratories-participants in the sixth round of professional programm test laboratories that for conduction of three parallel definitions were sufficiently for «average» laboratory to receive the correct results.

Problems were identified on the results of analyze reports laboratories-participants at a conduction of definition and a performance of results that make possible to plan for each laboratory a conduction of appropriate correcting actions.

Keywords: a quality control, drugs, the professional programm of tests laboratories, a test sample, the substance of sodium acetate trihydrate, loss in mass by drying.

Адреса для листування:

61168, м. Харків, вул. Блюхера, 4.
Кафедра управління якістю НФаУ.
Тел: 8(057) 755-70-82

Надійшла до редакції: 12.12.08