

СТАНДАРТНЫЕ НЕСООТВЕТСТВИЯ



Не исправление ошибки, а упорство в ней роняет честь любого человека или организации.

Бенджамин Франклин

Ежегодно в Российской Федерации принимается более 2 тысяч новых национальных и межгосударственных стандартов. Их разработчиками выступают различные министерства и ведомства, научные институты, коммерческие организации и профессиональные сообщества, которые объединены в технические комитеты по стандартизации (ТК). Примерно 50% национальных стандартов гармонизированы с международными, региональными и национальными стандартами зарубежных стран.

Но зачастую новые российские стандарты утверждаются с недоработками, а то и с принципиальными ошибками, что делает затруднительным или вовсе невозможным их корректное применение. Кто должен нести за это ответственность? И что нужно изменить в системе государственной стандартизации, чтобы новые документы в полной мере отвечали уровню научно-технического прогресса и требованиям качества?



Анна ЛИТУС

к.т.н., начальник центра аналитики и контроля качества (ЦАКК) Балаковского филиала АО "Апатит" компании "ФосАгро"

Ошибки в государственных стандартах бывают разными. Есть ошибки, которые легко определит исполнитель. Другие видны не сразу. И зачастую – это ошибки методи-

ческие (метрологические), которые могут переходить из одного стандарта в другой. Например, количество значащих цифр в постоянном числе формулы расчета, равное или меньшее, чем количество значащих цифр в результате анализа. Кроме того, существуют неоднозначные фразы, расхождения формулировок в разных документах одной серии стандарта и т.п.

Чего же ждут лаборатории предприятий от актуализации ГОСТов и какие основные проблемы она поможет решить?

Во-первых, актуализация позволит исключить дублирующие работы по аттестации методик для

предприятий одной отрасли. Соблюдая ФЗ "Об обеспечении единства измерений", каждое предприятие аттестует свои методики анализа, размещает их в технических условиях на готовую продукцию, а аттестованные метрологические характеристики методики использует в системе обеспечения качества анализа лаборатории. В результате в реестре Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений на один и тот же объект и на один тот же показатель регистрируется несколько методик.

Во-вторых, стоит обратить внимание на оптимизацию аналитических работ. Например, методика ГОСТ регламентирует приготовление определенного (минимального) объема раствора. При этом не учтена возможность масштабирования для случаев, когда на предприятии централизованно готовятся растворы в больших объемах сразу для нескольких лабораторий.

Еще один немаловажный момент – при подготовке ГОСТов необходимо учитывать себестоимость анализа и исключать из стандартов необоснованное использование дорогих материалов, посуды, реактивов. Обосновано ли приготовление буферного раствора по ГОСТ 24596.7-2015 в мерной колбе вместимостью 1000 см³, когда после доведения раствора до метки добавляется произвольное количество кислоты или щелочи для доведения до нужного pH? Рациональнее использовать стакан.

Есть еще целый ряд моментов. Актуализация стандартов позволит производителям продукции отказаться от методик предприятия и перейти на унифицированные. А так как ГОСТ Р и ГОСТ – это, соответственно, национальный и межгосударственный стандарты, которым больше доверяют потребители, лаборатории получают документ на методику анализа более высокого статуса, чем документ предприятия. В результате актуализации начнут соответствовать современным требованиям качества метрологические характеристики методик измерений, например погрешности и нормы воспроизводимости. Будет законодательно обосновано внедрение новых приборов и оборудования, альтернативных методов анализа.

Чтобы актуализация ГОСТов максимально учла весь предыдущий, в том числе – передовой опыт использования методик измерения (использование новых приборов и оборудования, альтернативных методов анализа), исключила все ошибки и неоднозначно понимаемые фразы, в подготовке стандартов должны принимать активное участие лаборатории предприятий, которые на протяжении многих лет занимаются анализом соответствующих объектов. У таких лабораторий, как правило, есть аттестованные методики

измерений, стандартные образцы для подтверждения качества анализа, экспериментально установлены сроки годности растворов, отработана система качества, есть контакты с зарубежными потребителями продукции и, соответственно, сравнительные результаты анализа по зарубежным методикам и методикам ГОСТов.

А что происходит на практике? О проведенной актуализации серии ГОСТ 24596 на кормовые фосфаты из минерального сырья мы узнали только на этапе введения их в действие, хотя являемся единственным в России предприятием по выпуску кормового монокальцийфосфата. При работе с потребителями нашей продукции и независимыми лабораториями мы очень часто убеждались в том, что существует разное понимание прописи методик анализа кормового монокальцийфосфата. В новой, актуализированной серии ГОСТ 24596 по-прежнему есть как неоднозначно понимаемые фразы, так и откровенные методические ошибки. К примеру, различие двух документов серии в части нормы крупности частиц перед разложением пробы (в июне 2016 года информацию передали разработчикам, внесено изменение выпуском ИУС № 2-2016). Или некорректное представление результата массовой доли фтора в мг/кг. В соответствии с формулой расчета мы получаем, например, 1475 мг/кг. Получив такой результат, потребитель результата рассуждает, что анализ выполнен очень точно – в нем только цифра "5" сомнительная, а остальные – точно определены. Но в соответствии с метрологическими характеристиками методики в этом числе только цифра "1" достоверна, а все остальные цифры – сомнительные. Правильное же представление результата в этом случае – $1,5 \times 10^3$ мг/кг, т.к. результат анализа должен содержать только одну сомнительную цифру, в данном случае это цифра "5". Из текста методики определения фосфатов, основанного "на образовании желтоокрашенного фосфорно-ванадиево-молибденового комплекса и фотометрическом измерении оптической плотности этого комплекса относительно раствора сравнения, содержащего известное количество фосфора", исключено добавление окрашивающего реагента в раствор сравнения, что вызывает сомнения в правильности методики.

Стоит отметить, что у нашего центра был и позитивный опыт взаимодействия с разработчиками стандартов на методики измерений. С ФГУП "УНИИМ" – по ГОСТ 8.613-2012 "ГСИ. Удобрения минеральные. Экспрессные методы определения влаги". На момент разработки этого нового ГОСТа мы уже не один год использовали влагомеры в работе, и наши пожела-

ния по внесению определенных марок удобрений с уточнением условий анализа были учтены.

С ОАО "НИУИФ" – по ГОСТ 2184-2013 "Кислота серная техническая". Серную кислоту наше предприятие выпускает с 1973 года, поэтому при координации нашего отраслевого института, ОАО "НИУИФ", лаборатории предприятия участвовали в наборе экспериментальных данных для аттестации методик анализа, принимали участие в корректировке текста методик для однозначного понимания их всеми исполнителями.

С ОАО "ВНИИ НП" – по ГОСТ 33-2016 "Нефть и нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической и динамической вязкости". Несмотря на то что мы относимся к отрасли

минеральных удобрений, входной контроль масел и контроль масла в процессе его использования осуществляется всегда и обеспечивается системой качества лаборатории и участием в МСИ минерального масла. Разработчик учел наши замечания и пожелания к тексту ГОСТа.

В результате правильно организованной процедуры актуализации или разработки стандарта поставщик продукции и ее потребитель получают ожидаемый документ с согласованной терминологией, методиками измерений и однозначно понимаемым текстом. Все участники процесса только выиграют от взаимного сотрудничества, сохраняя при этом авторитет национальных и межгосударственных стандартов.



Арина СЕЛЕЗНЁВА

*к.м.н., заместитель
начальника управления
по исследованиям и развитию
ФБУ "ГИЛС и НП"*

От качества этапов поиска фармакологически активного кандидата и предрегистрационных доклинических исследований напрямую зависи-

тит весь дальнейший путь лекарства. Если в доклинических исследованиях допущены ошибки либо пропущены необходимые исследования, это подвергает риску здоровье многих поколений людей и впустую расходует финансовые и временные ресурсы производителей. Вспомним хотя бы "талидомидовую трагедию". Ведь именно она послужила отправной точкой для ужесточения исследований на доклиническом этапе влияния фармацевтических препаратов на развитие эмбриона и плода.

Еще будучи сотрудником испытательных лабораторий, я заметила отсутствие согласованности между отечественными стандартами по доклиническим исследованиям. Это значительно усложняло работу. Очень часто мы использовали зарубежные руководства и рекомендации, так как российские стандарты попросту отсутствовали или были неполными. За несколько лет ситуация отчасти улучшилась благодаря переводу ряда международных стандартов и публикации их в качестве ГОСТ, подключению

к вопросу профильных регуляторов. Тем не менее сейчас доклинические исследования в РФ регламентируются целым рядом документов: 61-ФЗ "Об обращении лекарственных средств", Приказом МЗ РФ №99н "Об утверждении правил надлежащей лабораторной практики", Решением Совета ЕЭК от 3 ноября 2016 г. №81 "Об утверждении Правил надлежащей лабораторной практики ЕАЭС в сфере обращения лекарственных средств" и др. Актуальный перечень представляет собой несистемный свод обязательных и рекомендательных документов с целым рядом противоречий, дефицитом информации по некоторым ключевым вопросам, отсутствием гармонизации с международными требованиями.

В последнее время к ФБУ "ГИЛС и НП", как экспертной организации по надлежащим практикам, поступают многочисленные вопросы от представителей отрасли. Разработчики негодуют на отсутствие четких и понятных требований к качеству доклинических исследований, а следовательно, к здоровью и благополучию людей. Производители лекарств обращаются с запросом о том, каким лабораториям в РФ можно доверять доклинические исследования, где можно качественно провести испытания биологически активных препаратов и т.д. Особо важен вопрос, будут ли признаны отечественные исследования при экспорте лекарственных средств.

Существующая система регламентирующих документов по доклиническим исследованиям не дает ответы на главные вопросы отрасли. Поэтому есть трудности в экспорте, возникают сложности при раз-

работке инновационных лекарств, слабо загружено большинство отечественных испытательных центров.

Решением проблемы может стать создание эффективного инструмента для обеспечения надлежащего качества доклинических исследований и исследовательских центров, который будет базироваться на взаимодополняющих регламентирующих документах, гармонизированных с международными требованиями. Такая система документов должна быть согласована с представителями всех заинтересованных участни-

ков рынка: производителей, исследователей и регуляторов. При условии взаимопонимания всех вовлеченных в процесс сторон возможно создание простой, понятной и четкой системы регулирования качества каждого из этапов создания лекарственного средства, в том числе и доклинического. В ФБУ "ГИЛС и НП" убеждены, что такое решение задачи будет эффективно для инноваций и экспорта, которые так необходимы сейчас отечественной фармацевтике для выхода на новый уровень развития.



Алексей БУРЯК

д.х.н., директор ИФХЭ им. А.Н.Фрумкина РАН, президент Всероссийского масс-спектрометрического общества

На современном уровне значительная часть аналитических задач может быть решена только с помощью масс-спектрометрии или хромато-масс-спектрометрии. Те же методы анализа, которые прописаны в современных российских ГОСТах, во многих случаях безнадежно устарели.

Например, в лекарственных препаратах контроль абсолютно всех исходных химических веществ синтеза, их производных, всех примесных соединений зачастую необходим на уровне пико- и даже фемтограмм. И это тем более актуально в условиях российского фармацевтического рынка, где основной объем продаж приходится на дженерики. Тем не менее до сих пор многие лекарства проверяют методом тонкослойной хроматографии (ТСХ). Методика жидкостной хроматографии (ЖХ) считается достижением. А должна быть не просто ЖХ, а как минимум ВЭЖХ/МС. И неправда, когда говорят, что это дорого. Потому что хромато-масс-спектрометр – очень высокопроизводительный инструмент. Аналитическая система может работать круглые сутки без участия оператора. Уже существуют роботизированные комплексы, где процесс анализа, включая подготовку и загрузку проб, полностью автоматизирован. А к чему приводит несоответствие уровня аналитических методов современным требованиям качества? Совсем недавний случай – препарат

"Валз" (валсартан) китайского производства, в котором был обнаружен нитрозодиметиламин (НДМА) – широко известный гепатотропный яд и канцероген. На каком-то этапе произошло нарушение технологии, контроль методом ТСХ токсичное соединение не определил, препарат поступил в продажу, и люди пострадали. И только через какое-то время была выявлена смертельная примесь. А если бы контроль проводили хромато-масс-спектральным анализом, НДМА обнаружили и идентифицировали сразу же.

Еще одна отрасль, требующая максимально жесткого химического контроля, – пищевая индустрия. Не стоит забывать, что разговоры о выращивании с/х продукции в экологически чистых регионах давно не имеют смысла. Есть трансграничный перенос загрязняющих веществ – с воздушными, водными потоками. Река Амур, неловко сказать, демонстрирует нам массу негативных примеров, как можно совместно использовать водные ресурсы. Есть и другие реки, начинающиеся в Китае, текущие через Казахстан и приносящие в Россию, мягко говоря, неблагоприятную экологию этих стран. Не лучше обстоят дела и с атмосферой. И весь этот токсичный коктейль попадает в почвы, а затем и в продукты питания. Таким образом химический контроль пищевых продуктов и сырья с использованием самых чувствительных и эффективных методов анализа, в том числе хромато-масс-спектрометрии, жизненно необходим. Можно перечислять и дальше.

Именно поэтому Всероссийское масс-спектрометрическое общество (ВМСО) считает одной из главных задач популяризацию новых масс-спектрометрических методов, разработку современных хромато-масс-спектрометрических методик анализа и их внедрение в практику лабораторий. Конечно, наши специалисты могут самостоятельно создать

методику, за свой счет или за счет заказчика ее аттестовать, и она появится в общем доступе. Но ВМСО как общественная организация имеет право вести хозяйственную деятельность, мы могли бы заключить договор с тем же Росстандартом и организовать серьезную планомерную работу на экспертном уровне. Но... нас не слушают – чиновникам наши предложения неинтересны.

Сейчас идет гармонизация российских ГОСТов с европейскими нормативно-техническими документами (НТД).



Гульнара ШАЙДУЛЛИНА
к.х.н., специалист отдела продаж LECO Russia

Системы стандартизации являются характеристическими атрибутами уровня развития цивилизации. К примеру, в Советском Союзе система государственных стандартов помогала поднять средний уровень, поскольку имеющиеся немногочисленные эксперты привлекались к написанию простых в исполнении стандартов и инструкций, четко следуя которым, менее образованные работники могли достичь результата существенного лучшего, чем если бы они решали сами, как и что нужно делать. Можно использовать термин top-down для данной системы, поскольку стандарты разрабатывались где-то наверху и спускались куда-то вниз. В условиях недостатка квалифицированных кадров и для ликвидации последствий массовой безграмотности такая система была приемлема, она соответствовала вызовам того времени.

В европейских странах, наоборот, стандарты исторически зарождались в среде профессиональных сообществ, когда разбирающиеся в определенной сфере люди договаривались между собой о правилах, процедурах и классификациях. Такую систему можно назвать down-top, когда стандарты создавались локально и наиболее удачные варианты принимались большими ассоциациями, становились общепринятыми. Но такой вариант тоже уже редкость, потому что системы стандартизации превратились в политический инструмент.

То, что в России ежегодно принимается более 2 тысяч новых стандартов, – это, видимо, следствие

Декларированная цель – внести в новые стандарты актуальные и эффективные методы анализа. Казалось бы, здóрово! Но беда в том, что европейские НТД, с которыми мы "гармонизируемся", в массе своей – 60-х годов прошлого века, да к тому же переведены на русский язык с многочисленными ошибками. В итоге российские лаборатории по-прежнему не используют перспективные методы, а воз отечественных стандартов в области химического анализа и контроля как был на уровне середины XX века, так там и остался...

пробела в данной работе в перестроечные годы. Поскольку в этот период принятие стандартов казалось далеко не первоочередной задачей, в итоге мы попали в ситуацию, когда доставшаяся в наследство от советского прошлого система стандартов оказалась совершенно устаревшей и непригодной к новым реалиям. Конечно, требовалось догонять, разрабатывать и вводить как можно больше новых стандартов, которые были бы гармонизированы с международными нормами, либо переводить опробованные и принятые в других странах стандарты, что быстрее.

Недоработки и принципиальные ошибки, которые делают затруднительным или невозможным корректное применение стандартов, принятых в такой гонке за их количеством, неизбежны. Но главной проблемой является не наличие ошибок, а отсутствие гибкой системы их исправления. Если бы была создана, к примеру, онлайн-платформа, в которой экспертное сообщество могло бы обсуждать и принимать новые стандарты, согласовывать изменения в случае обращений, содержащих обоснованные замечания о наличии ошибок, при этом уполномоченным органом в рамках этой платформы согласовывалось бы финансирование аккредитованных организаций на проведение дополнительных экспериментов, велся бы актуальный реестр, логичный классификатор, календарь ввода в действие, было бы возможно разместить заказ на новый стандарт и предложить его проект в случае необходимости. Способность к изменениям – ключевая компетенция нашего времени, поэтому хорошая система ввода поправок была бы более эффективна, чем поиски ответственных за ошибки, и могла бы улучшить ситуацию в системе стандартов. ■

Sharing Light and Passion

200 Years of Optical Innovation

1819 - 2019

XGT-9000

аналитический рентгеновский микроскоп

Количественный ЭД РФА

- Быстрый и неразрушающий
- Все элементы от Na
- Высокая интенсивность для быстрого картирования (поликапиллярные трубки)
- Высокое разрешение (до 10 мкм)
- Кремниевый дрейфовый детектор (SDD) для формирования и передачи изображений

Сканирование, картирование и измерение

- Детектирование и идентификация:
 - Посторонних примесей
 - Скрытых дефектов
 - Повреждений
- Картирование крупных образцов с определением структуры и толщины



XGT-9000
Загляни под поверхность

УЗНАЙТЕ БОЛЬШЕ:

Генеральный партнер компании HORIBA Scientific в России
АО "Найтек Инструментс"

www.nytek.ru