

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

СЕМИНАР IUPAC / CITAC

«КАЧЕСТВО РЕЗУЛЬТАТОВ ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ОЦЕНКИ СООТВЕТСТВИЯ МАТЕРИАЛА ИЛИ ОБЪЕКТА - ЧТО ТАКОЕ ХОРОШО И ЧТО ТАКОЕ ПЛОХО?»

Тель-Авив, Израиль, 21 января 2019 г.

Семинар был организован IUPAC и CITAC как этап проекта IUPAC 2018-004-1-500 «Руководство IUPAC / CITAC по анализу рисков оценки соответствия многокомпонентного материала или объекта из-за неопределенности измерений». В подготовке этого семинара приняли участие Израильское общество аналитической химии и Управление аккредитации лабораторий Израиля (ISRAC), его поддерживали компании Merck и Bioforum.

После приветствия доктора Ilya Kuselman, независимого консультанта по метрологии (Израиль) и председателя Международного консультативного комитета семинара; профессора Érico Flores, Университет Санта-Мария (Бразилия), вице-президента Отделения аналитической химии IUPAC; и доктора Michela Segal, Национальный институт исследований в области метрологии (INRIM, Италия), председателя CITAC; семинар начал работу с пленарного доклада почетного профессора доктора Brynn Hibbert, UNSW Сидней, Австралия. Эта лекция была посвящена оцениванию и использованию «больших данных» в химии. «Большие данные» могут быть многомерным выходным сигналом в газовой хроматографии и tandem-масс-спектропии (GC-MS-MS) для калибровки прибора при решении многомерной задачи. Для химика-фармацевта или химика-органика, объединяющего метод ядерно-магнитного резонанса (NMR) с поиском целевого компонента в базе данных веществ, которые могут иметь биологическую активность, использование «больших данных» теперь почти обычное дело. Для относительно новой отрасли «хемоинформатики», возможно, придется «перелистывать клики» по опубликованным статьям по всему миру, чтобы решить, какие области химии являются наиболее интересными на этой неделе. Фактически данные становятся «большими», когда один человек не может понять их все с одного взгляда. Если химик должен обратиться

за помощью к компьютеру для обработки потока информации от прибора, то данные уже «большие», будь то несколько килобайт, мегабайт или терабайт. IUPAC является «мировым авторитетом в... атомных весах и многих других критически оцениваемых данных» (<https://iupac.org/what-we-do/>). Когда оцениваемые данные поступают из огромного количества рецензируемой (и квазирецензируемой) литературы, нам нужны новые инструменты для обработки, визуализации и извлечения из нее полезной информации.

Следующий доклад был представлен господином Steve Sidney, Национальная ассоциация лабораторий, Южная Африка, председателем Комитета лабораторий при Международном сотрудничестве по аккредитации лабораторий (ILAC), о предоставлении результатов испытаний по контролю качества веществ и материалов. Этот доклад был посвящен тому, как работает сотрудничество, как оцениваются различные подходы и какую пользу в конечном итоге получили экономики, представленные в ILAC.

В своем докладе о стандартах по оценке соответствия доктор Ilya Kuselman рассказал о Комитете по оценке соответствия ISO / CASCO и его стандартах, наиболее актуальных для химической аналитической лаборатории: ISO / IEC 17000:2004 (словарь и общие принципы), ISO / IEC 17025:2017 (требования к испытательным и калибровочным лабораториям), ISO 17034:2016 (требования к производителям стандартных образцов) и ISO / IEC 17043: 2010 (требования к проверке квалификации лабораторий). В этом докладе также обсуждался проект Руководства ILAC G8 и некоторые другие международные документы по принятию решений при оценке соответствия с учетом неопределенности измерений (JCGM 106, Eurachem / CITAC, EURAMET, IUPAC), важные в данной области.

Доктор Francesca Pennecchi, INRIM, Италия, выступила с докладом о рисках ложных решений при оцен-

ке соответствия. При расчете таких рисков основная идея, лежащая в основе Руководства ISO / IEC 98–4: 2012 (JCGM 106), состоит в применении теории вероятностей: знание об измеряемой величине может быть выражено через функцию плотности вероятности, которая, согласно теореме Байеса, объединяет предварительную информацию об измеряемой величине и новые знания (включая оценку неопределенности), полученные во время измерения. В связи с этим в 2012 г. было опубликовано руководство IUPAC / CITAC по исследованию результатов испытаний химического состава, не соответствующих спецификации. Проекты IUPAC, посвященные оценке вероятности ложных решений при оценке соответствия многокомпонентных материалов или объектов, были выполнены недавно, черновой вариант руководства IUPAC / CITAC будет распространен для замечаний в ближайшее время.

Профессор Ricardo Bettencourt da Silva, Университет Лиссабона, Португалия, представил доклад об установлении требований к аналитическим данным. В своем докладе он уделил особое внимание данным, необходимым для обеспечения соответствия результата измерения его назначению и соответствия процедуры измерения ее конкретному применению. Соответствие назначению достигается, когда погрешность измерения достаточно мала для окончательного решения по испытываемому объекту. Целевая (максимально допустимая) неопределенность измерения должна быть сформулирована для принятия объективного решения об адекватности измерений.

Короткий доклад «Проверка квалификации и межлабораторные сравнения как инструмент аккредитации» был представлен доктором Ori Elad, ISRAC, Израиль, во время первого круглого стола, модератором которого была доктор Michela Sega. Лаборатории, аккредитованные на соответствие стандартам ISO / IEC 17025 и ISO 15189, обязаны регулярно проводить мониторинг и обеспечивать достоверность представленных результатов. Одним из средств для этого являются проверки квалификации (PT) и межлабораторные сравнения (ILC). В этой презентации доктор Elad объяснил назначение PT и ILC, различия между ними, их роль в управлении качеством и факторы, которые следует учитывать при принятии решения о частоте и уровне участия в них с учетом политики ILAC и ISRAC.

Еще один короткий доклад «Неопределенность измерения и риски ложных решений при оценке соответствия» был сделан на том же круглом столе доктором Narine Oganyan, Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических

измерений, Россия. Она отметила, что в большинстве случаев оценка соответствия основывается на результатах измерений, поскольку результаты измерений рассматриваются как основной источник информации о характеристиках любого объекта. Когда неопределенность измерения велика, велика и вероятность ложного решения при оценке соответствия.

Первый доклад после перерыва был представлен доктором Johannes van de Kreeke, Федеральный институт исследований и испытаний материалов (BAM), Германия, «Базы данных для проверки квалификации и сертифицированных стандартных образцов – EPTIS и COMAR». Он отметил, что сцена PT быстро меняется. Провайдеры PT объединяются, появляются гибриды PT и RM, и закрытые экосистемы вытесняют независимых провайдеров с рынка. Рынок RM очень похож на рынок PT, но он больше. Его рост впечатляет, внушительные портфолио компаний и торговых посредников позволяют предположить, что наличие RM больше не является проблемой. Многие RM, похоже, действительно стали настоящими товарами, этот сегмент рынка очень выгоден. EPTIS (база данных для программ PT) и новый COMAR (база данных CRM) призваны вывести ценные и сложные нестандартные ресурсы на первый план.

Профессор Érico Flores сделал доклад о рисках и новых возможностях при проведении пробоподготовки для определения содержания галогенов в органических матрицах. Он подчеркнул, что эффективность гидролиза некоторых систем для пробоподготовки ограничена для многих матриц, особенно для определения содержания галогенов. Даже при использовании закрытых сосудов с микроволновой печью могут возникнуть проблемы, часто сообщается о незавершенности гидролиза / экстракции. Существует необходимость в разработке методов с меньшим потреблением реагентов, меньшим числом аналитических стадий и меньшим образованием отходов в сочетании с высокой эффективностью гидролиза.

Доктор Simcha Simron, Отдел идентификации и судебной экспертизы (DIFS) Израильской полиции, представил доклад об обнаружении и идентификации наркотиков – проблемы соответствия научным и законодательным стандартам. Научные доказательства играют ключевую роль в современных залах суда. Вещественные доказательства с мест преступления собираются и анализируются экспертами DIFS. Отчеты экспертов DIFS обычно являются результатом кропотливого и тщательного процесса. Анализ должен соответствовать научным стандартам, а также судебным

требованиям. В последние годы наблюдается растущий спрос на более высокие стандарты по обеспечению качества во всех аспектах криминалистической деятельности. Фактически DIFS прошел аккредитацию ISIRAC. В рамках DIFS Национальная лаборатория по наркотикам занимается анализом вещественных доказательств и выявлением в них запрещенных наркотиков. Идентификация основана как минимум на двух независимых совпадающих научных результатах. Согласно действующим документам Израиля об опасных наркотиках, результаты проверок вещественных доказательств являются результатами качественного анализа.

Доктор Markus Obkircher, отдел исследований и разработок стандартных образцов, Мерк, Швейцария, объяснил стратегию Мерк в разработке RM для конкретных задач и применения. Мерк организовал центры передового опыта как научно-исследовательские группы, занимающиеся решением конкретных проблем клиентов, а также разработкой новых продуктов для каталога, обеспечивающего глобальный доступ к RM для многих различных сегментов рынка. В своем докладе доктор Obkircher кратко изложил необходимость понимания основных аспектов метрологии для подготовки и характеристики СО, представил обзор различных эталонных методов, используемых в процессе сертификации.

Доктор Orna Dreazen, Nextar Chempharma Solutions Ltd, Израиль, сообщила о проблемах в определении активных фармацевтических ингредиентов и их стабильности в лекарственных препаратах на основе конопли. Использование конопли известно более 6000 лет в разных культурах. Люди, использующие коноплю, подвергаются воздействию очень изменчивого содержания каннабиноидов и других типов молекул. Поэтому органы здравоохранения поддерживают фармацевтические компании в разработке стандартизированных лекарственных средств для пользы пациентов и в принятии решений, основанных на объективных данных. Продукты растительного происхождения могут содержать либо целые растительные экстракты (растительные препараты), либо отдельные молекулы растительного происхождения. В этом докладе обсуждались проблемы тестирования ботанических лекарственных средств на содержание активных ингредиентов и установления методов определения их стабильности.

Второй круглый стол под руководством доктора Raphy Bar, BR Consulting, Израиль, был начат с короткого доклада профессора Mikhail Okrepilov, Институт

метрологии им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ), Россия, посвященный метрологии контроля содержания алкоголя в выдыхаемом воздухе водителя транспортного средства. По словам профессора Okrepilov, допустимый законом предел концентрации алкоголя в выдыхаемом воздухе водителя в России составляет 0,16 мг/л. В Российской Федерации используется более 15 различных типов анализаторов алкоголя в выдыхаемом воздухе (российские и зарубежные производители). Генератор парогазовых смесей в сочетании с CRM водных растворов этанола, а также CRM состава газовых смесей в баллонах под давлением используются для сертификации и калибровки (поверки) анализаторов для определения паров алкоголя в выдыхаемом воздухе. Метрологические центры используют как CRM водных растворов этанола, так и газовых смесей в баллонах под давлением, произведенных в России. ВНИИМ разработал и поддерживает соответствующий государственный первичный эталон единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовой среде и участвует в международных ключевых сличениях в этой области.

На следующий день, 22 января 2019 г., участники семинара приняли участие в сессиях по метрологии, ка-



Рабочая группа по проекту IUPAC
(слева: I. Kuselman, F. Penneccchi, R. da Silva и D. B. Brynn)



честву и хеометрике, которые проводились в рамках Конференции и выставки Isranalytica. Всего выставку посетили более 3600 химиков, около 1000 из них были зарегистрированы на конференции. Тем не менее только около 30 коллег были заинтересованы в семинаре и в сессиях по метрологии, качеству и хеометрии. Вероятно, количество менеджеров по качеству и метрологов лабораторий незначительно по сравнению с количеством всего персонала лабораторий (или они не были привлечены нашими мероприятиями и их тематикой). Во всяком случае, это явление, которое следует проанализировать и понять.

После работы семинара была организована поездка на Мертвое море.

Ilya Kuselman

Независимый консультант по метрологии, Израиль