ХИМИЧЕСКИЕ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ПРОБЛЕМЫ ДИСТРИБУЦИИ

Войда А., Матвеев А.В., Ежак Б., LGC Standards
ru@lgcstandards.com

Стандартные образцы – один из краеугольных камней в работе любой аналитической лаборатории. Без них невозможны ни контроль оборота наркотиков, отравляющих и взрывчатых веществ, ни решение задач экологического мониторинга, ни выполнение многих промышленных работ. Однако оборот стандартных образцов зачастую сталкивается с теми же препонами и барьерами, что и оборот веществ, для контроля которых предназначены сами стандартные образцы. Эта проблема носит глобальный характер и связана с особенностями законодательства и правоприменительной практики многих стран. Какие трудности оборота стандартных образцов уже удалось преодолеть, а какие задачи еще только предстоит решить?

Химические стандартные образцы играют очень важную роль в каждой химической лаборатории. Руководство ISO 33:2015 "Стандартные образцы. Надлежащая практика применения стандартных образцов" (Reference materials – Good practice in using reference materials) перечисляет следующие применения стандартных образцов (СО) и сертифицированных стандартных образцов (ССО):

- калибровка измерительных приборов или методики измерений;
- обеспечение прослеживаемости измерений;
- валидация измерительных методик;
- определение показателей других материалов;
- управление качеством измерений или методик измерений;
- сохранение условных измерительных шкал.

Не подлежит сомнению, что СО и ССО очень важны в современной аналитической химии. Особенно если учесть, что химическая метрология преодолевает такие специфические проблемы, как отсутствие эталона моля, а также многоэтапность и сложность аналитических процедур. Количество химических СО, необходимых для нормальной работы лабораторий, огромно. Поэтому на территории одного государства едва ли найдется достаточно производителей, чтобы удовлетворить все потребности в СО. Несомненно, необходим широкий международный обмен, полезный еще и потому, что он способствует созданию глобальной системы гармонизации результатов химических анализов. С этой точки зрения, сегодня главная задача – максимальное облегчение международного оборота СО и ССО, а также, по возможности, минимизация связанных с ним расходов.

Такова была цель инициативы, в результате которой в таможенный тариф был введен номер 382200000 "Реагенты диагностические или лабораторные на подложке, готовые диагностические или лабораторные реагенты на подложке или без нее, кроме товаров товарной позиции 3002 или

3006; сертифицированные эталонные материалы" (Единый таможенный тариф Евразийского экономического союза). Более подробное объяснение находится в Примечании 2 к Группе 38:

- (А) В товарной позиции 3822 термин "сертифицированные эталонные материалы" означает эталонные материалы, снабженные сертификатом, в котором приведены показатели сертифицированных свойств, методы, используемые для определения этих показателей, погрешность измерения каждого показателя, и пригодные для аналитических, калибровочных или эталонных целей.
- (Б) За исключением товаров группы 28 или 29 при классификации сертифицированных эталонных материалов товарная позиция 3822 имеет преимущество перед любой другой товарной позицией Номенклатуры.

Товары групп 28 и 29 – это чистые химикаты, поэтому из группы 3822 автоматически исключаются СО в виде чистых химических соединений. Это ограничение затрагивает огромное множество СО, в том числе:

- СО для фармакопей и другие СО лекарственных веществ и их примесей;
- СО в виде чистых веществ для анализа пестицидов, полихлорированных бифенилов, красителей, аминокислот и других соединений;
- физико-химические СО, часто имеющие вид чистых соединений, которым были приписаны значения определенных физических свойств (вязкость, плотность, коэффициент преломления света и др.).

Тарифный номер 382200000 был введен после долгих обсуждений в 2002 году и, несмотря на описанные ограничения, значительно облегчил работу экспортеров и импортеров СО. До его введения таможенные службы зачастую классифицировали матричные СО в соответствии с названием матриц. Например, как топленое свиное сало с соответствующим начислением пошлины рассматривался ССО "свиной

жир с пестицидами" (Pork FAT – organochlorine pesticides, CRM 430), производимый IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements). Принимая во внимание высокие цены ССО и одновременно – высокие пошлины на продукты питания, эти суммы значительно влияли на общую стоимость материалов.

Однако осталась нерешенной общая проблема оборота СО в виде чистых соединений. И, что еще хуже, его сопровождают трудности, связанные со специфическими свойствами некоторых групп этих веществ. Кроме того, с течением времени возвращаются проблемы, связанные с импортом матричных СО. Рассмотрим эти вопросы подробнее.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ВИДЕ ЧИСТЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Очевидным осложнением для импортера СО в виде чистых химических веществ является их причисление к группам 28 и 29 таможенного тарифа – вместо того, чтобы отнести их к СО, предназначенным исключительно для аналитических целей. Например, Европейская или Американская фармакопеи включают свыше 1500 СО (каждая из них), и они очень дифференцированы по химической структуре. Легко представить степень сложности и объем таможенных документов при импорте даже десяти таких стандартных образцов – а если их больше?

Еще одна проблема – иногда таможенные органы требуют от импортера СО для фармакопеи или других СО фармацевтических веществ наличия лицензий на импорт лекарственных средств. Их вводит в заблуждение, что названия СО зачастую совпадают с обычными названиями лекарственных средств. Такие трудности возникают регулярно, несмотря на то, что СО четко описаны как продукты, предназначенные исключительно для лабораторного использования.

В некоторых странах алифатические углеводороды, такие как гексан или гептан, а также ароматические (например, толуол) относят к нефтяным топливам, независимо от размера упаковки. Это влечет уплату специального налога (акциза).

СО в виде чистых химических веществ служат не только для количественного и качественного анализа. Во многих случаях это также физико-химические СО (например, вязкости, плотности, коэффициента преломления света и т.п.). Их потребителей интересуют хорошо определенные физические свойства данных материалов – и только, а не их химическая натура. Поэтому отношение к ним, как к химическим соединениям, лишено обоснования.

Проблемы таможенного оформления СО не ограничиваются необходимостью заполнять множество таможенных

документов. Зачастую они связаны со свойствами веществ, для анализа которых предназначены ввозимые СО. К стандартным образцам таможенные органы относятся так же, как и к самим веществам, требуя выполнения многих специфических требований. Например, от дистрибьюторов СО для анализа наркотических, психотропных и одурманивающих веществ требуют соблюдения правил, предназначенных для компаний, продающих наркотические средства как сырье для производства лекарственных средств или как готовые лекарственные средства. Эти правила, как и сами списки веществ, оборот которых подлежит контролю, различны для каждой страны. В результате каждой сделке на международном рынке должен предшествовать тщательный анализ правовых регулирований, действующих в странах импортера и экспортера.

Ограничения, хотя и не такие строгие, касаются также так называемых прекурсоров (предшественников) наркотических средств, то есть соединений, которые потенциально могут быть использованы для синтеза психотропных препаратов. В частности, к ним отнесены такие растворители, как толуол или ацетон. О намерении продажи СО этих соединений следует уведомлять соответствующие контрольные органы.

В лабораториях, применяющих метод масс-спектрометрии, активно используют так называемые дейтерированные СО, то есть органические соединения, в которых часть или все атомы водорода были заменены дейтерием. Химические свойства таких веществ аналогичны соединениям, не содержащим дейтерий, но их молекулярная масса отлична. Поэтому дейтерированные СО служат как своего рода внутренние СО для контроля масс-спектрометрических аналитических процедур. Однако во многих странах соединения дейтерия причисляются к группе товаров двойного назначения – т.е. продукции, которая может применяться, в том числе, и для военных целей (для создания оружия). Такая классификация дейтерированных СО вытекает из конструкции таможенного тарифа, в котором для дейтерия и его соединений создан лишь один номер таможенного тарифа – 28459010 (дейтерий и его соединения; водород и его соединения, обогащенные дейтерием; смеси и растворы, содержащие эти продукты). Оборот товаров двойного применения строго контролируется, на их экспорт требуется специальное разрешение – одноразовое, выдаваемое при каждой сделке. Кроме того, экспортер обременен необходимостью вести специальную отчетность. Поэтому неудивительно, что применение дейтерированных СО не столь широко, как того требуют реальные задачи масс-спектрометрии.

Еще более ограничен оборот веществ, отнесенных к химическому оружию. К этой группе принадлежат не только некоторые токсины (например, сакситоксин), но

и трихлорбензол. Импортёр и экспортёр СО таких соединений должны иметь специальную лицензию – такую же, как и компании, поставляющие оружие и взрывчатые вещества. Поэтому не должен удивлять факт, что СО для анализа взрывчатых веществ и боевых отравляющих веществ практически недоступны, причем даже при внутригосударственном обороте.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ВИДЕ РАСТВОРОВ И МАТРИЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Теоретически каждому СО, состоящему по крайней мере из двух веществ (а значит, и СО в виде раствора по крайней мере одного вещества), снабженному документом, должен быть приписан тарифный номер 382200000, имеющий преимущество перед другими (кроме категорий 28 и 29). Однако практика во многих случаях отходит от теории. Помимо описанных выше проблем, с матричными СО и СО в виде растворов связаны свои специфические сложности.

Прежде всего, проблемы возникают с СО для анализа наркотических, одурманивающих и психотропных веществ. Законодательство большинства стран относится к растворам (даже к очень разбавленным) таких веществ так же, как и к чистым соединениям. Для дистрибьютора это означает необходимость обладать соответствующими лицензиями. Более того, в некоторых странах подобные ограничения касаются матричных СО, содержащих минимальные количества контролируемых веществ. В результате такого подхода к наркотическим средствам относят даже биологические материалы – например, ССО SRM 2381 "Морфин и кодеин в моче", в котором самое высокое содержание морфина после восстановления – 580 ± 8 нг/мл.

Ограничения экспорта товаров двойного назначения затрагивают и СО в виде растворов. Речь не только о стандартных растворах дейтерированных веществ, но и о некоторых металлургических СО. Например, к этой группе товаров причисляется ряд сплавов алюминия. Необходимость получения разрешений касается также СО для анализа этих сплавов.

Свои трудности связаны с матричными СО для анализа почв, содержащих вредные вещества. Если в названии материала есть формулировка "загрязненная почва" (polluted soil, contaminated soil), например, SRM 2701 "Contaminated soil – Hexavalent chromium", во многих странах он будет считаться загрязненной почвой, импорт которой, как правило, запрещен. Ссылка на номер таможенного тарифа 382200000 и соответствующие объяснения редко изменяют позицию таможенных служб, от импортера требуют специальное разрешение.

Подобные трудности могут – хотя не должны – сопровождать импорт матричных СО в виде тканей животных или продуктов питания. К сожалению, требование фитосани-

тарного или ветеринарного сертификата для этого вида продуктов – не редкость. Аналогична ситуация и со стандартными образцами в виде переработанных продуктов питания. Особый случай – материалы для анализа алкогольных напитков, например, ERM-BA002a, Wine-Nominal 10% ABV (Alcohol by Volume).

Ряд сложностей сопряжен не только с таможенным регулированием, но и с законоположениями в сфере транспортной безопасности ряда стран. Например, СО для анализа взрывчатых веществ. Иногда это касается поставки таких материалов даже в пределах одной страны. Подобные проблемы делают невозможными поставки некоторых химических СО в те или иные страны. И хотя в большинстве случаев поставка все же реальна, поставщик, а соответственно, и клиент несут дополнительные, зачастую значительные, расходы, связанные с приобретением дополнительных лицензий, свидетельств и разрешений, а также с необходимостью транспортировать СО как опасные товары. Кроме того, подобные процедуры вызывают увеличение сроков поставки, иногда значительное. Представляется, что в подавляющем большинстве случаев эти расходы и задержки ничем не обоснованы. А в итоге лаборатории ждут необходимые им СО значительно дольше и платят за них гораздо дороже, чем необходимо.

ОБРАЗЦЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ КОМПЕТЕНТНОСТИ

Нельзя не упомянуть о проблемах, сопровождающих дистрибуцию образцов для программ проверки компетентности лабораторий. Эти продукты невозможно причислить к категории 382200000, потому что они не сопровождаются документом, свидетельствующим об их составе, – он должен оставаться неизвестным для лабораторий, получающих образцы. В результате организаторы таких программ оказываются в очень трудном положении. Зачастую они не в состоянии в разумное время предоставить образцы учреждениям, участвующим в соответствующих программах, – процедуры доставки оказываются нереально дорогими или невозможными.

В то же время число аккредитованных лабораторий постоянно растет, а вместе с ним – и спрос на образцы для программ проверки компетентности. Не подлежит сомнению, что для его удовлетворения необходима все более интенсивная дистрибуция СО в международном масштабе. А это становится все сложнее без изменения ныне действующего правового порядка.

ПРОБЛЕМЫ, КОТОРЫЕ ПРЕДСТОИТ РЕШИТЬ

Все изложенные проблемы отражают не только особенности законодательства (это касается прежде

всего СО в виде чистых веществ), но и проистекают из отсутствия знаний, что такое химические СО и ССО и какова их роль в аналитической химии. Едва ли широкое распространение этих знаний произойдет быстро. Поэтому специалистам целесообразно предпринять усилия, чтобы расширить и уточнить категорию, охваченную тарифным номером 382200000. Работы в этом направлении продолжаются, хотя пока и не привели к видимым эффектам.

В 2013 году проблемам, связанным с дистрибуцией СО, был посвящен технический отчет Global distribution of reference materials (ISO/TR 11773), подготовленный комитетом ISO по делам стандартных образцов REMCO. Он появился в результате обсуждений проблемы как с производителями СО, так и с их пользователями, а также с организаторами программ проверки компетентности лабораторий и экспертами из метрологических институтов, центров нормализации и аккредитационных центров. Был проанализирован ряд сложностей, иногда очень серьезных, связанных с международным оборотом СО. Авторы отчета пришли к выводу, что этот оборот значительно затруднен в связи с особенностями правового регулирования, действующего в некоторых странах и/или регионах. Причем это касается как ССО, снабженных документацией в виде сертификата, так и несертифицированных

СО, а также образцов, рассылаемых в рамках программ проверки компетентности лабораторий.

Чтобы хоть частично нивелировать эти деструктивные явления, было рекомендовано, в том числе, чтобы названия СО были по возможности более общими. На этикетках СО не стоит размещать названия аналитов, содержание которых определено в сертификатах. Например, вместо "Диоксины в сухом молоке (высокий уровень)" достаточно указать "Сухое молоко" вместе с индивидуальным каталожным номером материала. Однако эта рекомендация противоположна пункту 5.2.3 Руководства ISO Guide 31:2015 (Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation), в котором установлено, что название материала должно описывать его однозначным образом, позволяющим отличить от других материалов. Например, в соответствии с ISO Guide 31:2015 в случае матричных СО для анализа загрязнений в натуральных матрицах важно отметить происхождение матрицы. А если доступно несколько очень похожих материалов, должен быть указан уровень содержания интересующего загрязнителя, например "Афлатоксин М1 в полном сухом молоке (средний уровень)". Это противоречие иллюстрирует одно из многих препятствий, которые предстоит преодолеть на пути к построению системы полной и свободной доступности химических СО. ■

РЕКЛАМА

LGC Standards – поставщик стандартных образцов со всего мира

Растущие требования, касающиеся безопасности продуктов питания, возлагают на аналитические лаборатории обязанность по идентификации и количественному определению все время их новых примесей. LGC Standards предлагает стандартные образцы, которые необходимы для проведения следующих анализов:

- Стандартные образцы пестицидов
- Стандартные образцы микотоксинов
- Стандартные образцы полициклических ароматических углеводородов
- Стандартные образцы полихлорированных бифенилов и многие, многие другие

LGC является также организатором программ проверки компетентности, аккредитованным согласно норме ISO 17034:2010

Ваших вопросов ждем по адресам:

В России:
LGC Standards Sp. z o.o.
представительство
 Гороховая улица, д. 47, офис 405
 190031 Санкт-Петербург, Россия
Тел./Факс: +7 812 777 04 88
E-mail: ru@lgcstandards.com
WWW: www.lgcstandards.com

В Польше (контакт на русском и английском языках):
LGC Standards Sp. z o.o.
 ul. M. Konopnickiej 1, Dziekanów Leśny,
 05-092 Łomianki, Польша
Тел.: +48 22 751 31 40
Факс: +48 22 751 58 45
E-mail: pl@lgcstandards.com
WWW: www.lgcstandards.com, www.lgcpt.com