

*В. И. Найдёнова,  
И. Б. Федотова,  
Н. В. Воцула*

## **ОСВОЕНИЕ МЕТОДОВ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ ЛАБОРАТОРИЙ ПО ИСПЫТАНИЯМ ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ**

В Республике Беларусь вопросы участия испытательных лабораторий в межлабораторных сравнительных испытаниях (межлабораторных сличениях) в целях проверки квалификации (далее – проверка квалификации) регулируются Законом Республики Беларусь от 24.10.2016 № 437-З «Об оценке соответствия техническим требованиям и аккредитации органов по оценке соответствия». Закон регулирует деятельность испытательных лабораторий (центров), выполняющих испытания в рамках подтверждения соответствия, если это предусмотрено схемой подтверждения соответствия, применяемой при сертификации или декларировании соответствия, либо в качестве самостоятельной формы оценки соответствия техническим требованиям, если это предусмотрено техническими регламентами Евразийского экономического союза.

Задачами таких испытательных лабораторий (центров) является обеспечение достоверности результатов испытаний и участие в межлабораторных сравнительных испытаниях (межлабораторных сличениях), целью которых является проверка квалификации испытательных лабораторий (центров).

В нашей стране посредством Закона «Об оценке соответствия техническим требованиям и аккредитации органов по оценке соответствия» имплементировано Решение Коллегии ЕЭК от 26.01.2016 № 12 «Об утверждении Порядка организации проведения межлабораторных сравнительных испытаний (межлабораторных сличений)» с целью признания аккредитованных испытательных лабораторий, включенных в единый реестр органов по оценке соответствия Евразийского экономического союза, выполняющих работы по оценке соответствия продукции требованиям технических регламентов Евразийского экономического союза (Таможенного союза).

В Беларуси создан Реестр программ сличений, в том числе межлабораторных, который размещен на платформе Государственного информационного фонда по обеспечению единства измерений ([www.oei.by](http://www.oei.by)). В Реестр программ сличений включено достаточно большое количество программ, выполняемых провайдерами проверки квалификации (организаторами сличений) (далее – про-



вайдеры) в сфере законодательной метрологии, включая оценку соответствия техническим требованиям.

Международный стандарт ISO 13528:2015 «Статистические методы, применяемые при проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличений» определяет приоритетным использование в программах проверки квалификации стандартных образцов или образцов для контроля качества. Приписанное значение измеряемой величины образца для проверки квалификации должно обеспечивать метрологическую прослеживаемость и находиться в диапазоне определяемых значений методик (методов) измерений, которые используют участники сличений. Такой же подход отражен в документах Международного союза аналитической и прикладной химии:

- Руководство IUPAC/CITAC: «Выбор и использование программ проверки квалификации для ограниченного числа участников – химико-аналитических лабораторий» (Технический доклад IUPAC, 2010);
- Международный гармонизированный протокол для проверки квалификации аналитических химических лабораторий (Технический отчет IUPAC, 2006);
- Технический отчет IUPAC «Метрологическая прослеживаемость результатов измерений в химии: понятия и реализация» (Технический отчет IUPAC, июль 2011).

Современное состояние рынка услуг по проверке квалификации требует внедрения в прак-

тику концепции, основанной на понимании того, что каждая программа начинается с компетентной подготовки образцов для проверки квалификации и это является залогом ее успешной реализации.

Образец для проверки квалификации может представлять собой пробу, продукт, образец для контроля качества либо сертифицированный стандартный образец/референтный материал (CRM) с аттестованным значением измеряемой величины и связанной с ним неопределенностью. В то же время важно, чтобы CRM имел матрицу, подобную (подходящую) матрице образца, используемого лабораторией в рутинном анализе. Однако CRM с натуральной (природной) матрицей зачастую отсутствуют и (или) являются дорогостоящими для использования в проверке квалификации.

Сегодня провайдер проверки квалификации – БелГИМ использует в своих турах матричные образцы, приобретая их у ведущих мировых производителей: FAPAS (Великобритания), muva kempten (Германия), DRRR (Германия), LGC Standards (Великобритания), которые также выступают провайдерами проверки квалификации. Это гарантирует независимость приписанного значения, используемого для сравнения, от результатов, полученных участниками межлабораторных сличений, но удорожает участие лабораторий в проверке квалификации.

БелГИМ осуществляет производство государственных стандартных образцов и образцов для контроля качества в области испытаний газовых смесей и радиационного контроля. Наличие таких образцов позволяет БелГИМ размещать информацию о программах проверки квалификации в Европейской информационной системе проверок квалификации EPTIS с одобрения всех ее членов.

При реализации ряда других программ по показателям качества и безопасности пищевой продукции и сырья, кормов, зерна, строительных материалов и др. в качестве образцов для проверки квалификации зачастую используется реальная матрица. Подготовка реальных объектов контроля для использования в качестве так называемых «in-house reference material» (Технический доклад IUPAC, 2010) требует дополнительных тщательных исследований образцов.

Провайдер проверки квалификации – БелГИМ сегодня уже активно осваивает методологию ISO Guide 80:2014 «Руководство по внутрилабораторному изготовлению материалов для контроля качества (QCMs)», поддерживая политику по обеспечению метрологической прослеживаемости измерений. Для приготовления матричных образцов для контроля качества на площадке провайдера БелГИМ создана лаборатория, в которой оснащены помещения для приготовления модельных растворов, для гомогенизации и расфасовки сухих

продуктов, суспензий и жидких матриц, весовая термостатированная комната.

В 2020 г. для реализации программы проверки квалификации по определению содержания нитратов в плодоовощной продукции в этой лаборатории были подготовлены образцы кабачков. Предварительно гомогенизированные образцы кабачков исследованы отделом испытаний пищевой и сельскохозяйственной продукции БелГИМ на однородность, контроль которой осуществлялся на одном уровне на базе представительной случайной выборки из всей совокупности приготовленных образцов.

Для установления смещения измеренного значения массовой доли нитратов в подготавливаемом образце кабачков были приобретены образцы для контроля качества производства FAPAS с установленным приписанным значением.

В ходе работ возникали вопросы о влиянии процедуры заморозки и повторного размораживания образцов на измеряемую величину, ее однородность и стабильность в течение длительного периода времени. Ответы на эти вопросы искали опытным путем в рамках межлабораторного эксперимента.

Стоит отметить заинтересованность многих лабораторий в нашей стране в наличии собственных образцов для контроля. Так, в ходе организации и проведения двух этапов тура проверки квалификации было установлено приписанное значение образцам, что соответствует подходам ISO/IEC 17034:2016 и ГОСТ ISO/IEC 17043-2013. Партия образцов для контроля качества результатов измерений нитратов в плодоовощной продукции готова для использования.

Одним из наиболее интересных исследований провайдера оказался эксперимент по изготовлению образцов для контроля качества результатов измерений остаточного количества антибиотиков в мясе. После изучения ТНПА, международных документов, предложений производителей стандартных образцов было принято решение о применении филе птицы в качестве матрицы образца как наиболее простого материала в пробоподготовке, а также с учетом имеющейся возможности приобретения заведомо чистого материала. Эта задача была решена благодаря наличию в Республике Беларусь поставщиков, которые имеют возможность выращивать птицу с экологически чистым мясом. В лаборатории провайдера филе птицы было контаминировано определенной группой антибиотиков (хлорамфеникола, тетрациклина, пенициллина и бацитрацина).

Процедура внесения аналитов в матрицу была тщательно продумана. Часть образцов, отобранная случайным образом, была передана для исследования однородности в отдел испытаний

пищевой и сельскохозяйственной продукции БелГИМ. Разработанная технология внесения добавки антибиотиков путем тщательного измельчения и последовательного разбавления измельченного мяса обеспечила однородность подготовленного образца и концентрацию антибиотиков на ожидаемом уровне.



Часть выборки была упакована и отправлена в трехдневное «путешествие» по стране с целью изучения влияния транспортировки на стабильность измеряемых величин, после чего организован тур проверки квалификации, который проводился в два этапа.

При проведении тура проверки квалификации участники получили по два образца, один из которых был исследован в первом этапе (т. е. разморожен, исследован, остатки заморожены), остатки разморожены и исследованы во втором этапе. Второй образец разморожен и исследован только во втором этапе. Таким образом, провайдер осуществил эксперимент по изучению стабильности измеряемых величин и влияния повторной разморозки на измеряемые величины.

Статистическая обработка полученных результатов еще не завершена. Полученные данные и наблюдения анализируются и будут применены при последующей работе над образцами.

Кроме приведенных в статье примеров, провайдер проверки квалификации – БелГИМ уже имеет опыт по изготовлению образцов для контроля качества результатов измерений при испытании сы-

рого молока, алкогольной продукции, дистиллированной воды и других жидких матриц.

## Выводы

Освоение и развитие технологий по изготовлению образцов для контроля качества в нашей стране способствует:

- реализации механизмов импортозамещения в социально значимых областях промышленности, сельского хозяйства, охраны труда, охраны окружающей среды, фармацевтической отрасли;
- развитию национальной инфраструктуры качества Республики Беларусь;
- формированию высокотехнологичного сектора экономики;
- внедрению передовых технологий, выпуску и обращению инновационной и высокотехнологичной продукции.

Впереди у провайдера проверки квалификации – БелГИМ – перспективная и интересная работа по изготовлению образцов для проверки квалификации лабораторий по испытаниям пищевой продукции.

## Вера Ивановна НАЙДЁНОВА,

начальник научно-исследовательского отдела межлабораторных сличений БелГИМ – руководитель по качеству провайдера проверки квалификации;

## Ирина Брониславовна ФЕДОТОВА,

ведущий инженер по метрологии научно-исследовательского отдела межлабораторных сличений БелГИМ – технический руководитель провайдера проверки квалификации;

## Наталья Валерьевна ВОЩУЛА,

начальник отдела испытаний пищевой и сельскохозяйственной продукции БелГИМ

## АИС «ПРОВЕРКА КВАЛИФИКАЦИИ И МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СЛИЧЕНИЯ»



С 1 сентября 2021 г. в БелГИМ введена в эксплуатацию автоматизированная информационная система «Проверка квалификации и межлабораторные сличения» (АИС ПКИМЛС).

Оформление и подача заявок по проверке квалификации и межлабораторным сличениям, сопроводительных документов, получение отчетных материалов по результатам оценки теперь осуществляется через личные кабинеты пользователей.

Заявки от лабораторий на участие в турах программ проверки квалификации необходимо направлять через АИС ПКИМЛС.