

5. Санитарные нормы и правила устройства и эксплуатации лазеров № 2392-81. – М. – 1982. – 53 с.
6. Санитарные нормы и правила устройства и эксплуатации лазеров № 5804-91. – М. – 1993. – 94 с.
7. Санитарные правила и нормы 2.2.4.13-2-2006. Лазерное излучение и гигиенические требования при эксплуатации лазерных изделий. – Минск. – 2006. – 48 с.
8. ГОСТ 12.1.040-83 ССБТ. Лазерная безопасность. Общие положения. – М.: Изд-во стандартов. – 1986. – 12 с.
9. СТБ ИЕС 60825-1-2011 Безопасность лазерных изделий. Часть 1. Классификация оборудования и требования. – Введ. 01.07.2011. – Минск: Госстандарт. – 2011. – 78 с.
10. ГОСТ ИЕС 60825-1-2013 Безопасность лазерной аппаратуры. Часть 1. Классификация оборудования, требования и руководство для потребителей. – Введ. 01.01.2011. – М.: Стандартинформ. – 2014. – 83 с.
11. ГОСТ Р МЭК 60825-1-2009 «Безопасность лазерной аппаратуры. Часть 1. Классификация оборудования, требования и руководство для потребителей. – Введ. 01.01.2011. – Москва: Стандартинформ – 2010. – 78 с.
12. Рахманов Б.Н., Кибовский В.Т. К 30-летию системы лазерной безопасности в России. Современные проблемы в области нормативного и правового регулирования безопасного применения лазерной аппаратуры // Лазер-Информ. – 2013. – № 17, 18(512, 513). – С. 1-6, 1-9.
13. Рогаткин Д.А. Особенности национальной лазерной безопасности // Лазер-Информ. – 2013. – № 20 (515). – С. 1-14.
14. Рахманов Б.Н., Кибовский В.Т. Особенности отечественной лазерной безопасности или о том, почему и немцам, и американцам не так уж хорошо, а русским, белорусам и казахам – вовсе не каюк // Лазер-Информ. – 2014. – № 6(525). – С. 8-16.
15. ГОСТ 31581-2012 Лазерная безопасность. Общие требования безопасности при разработке и эксплуатации лазерных изделий. – Введ. 01.01.2016. – Минск: Госстандарт. – 2014. – 23 с.
16. ГОСТ Р 50723-94 Лазерная безопасность. Общие требования безопасности при разработке и эксплуатации лазерных изделий. Введ. 01.01.1996. – М.: Госстандарт России. – 1995. – 37 с.

УДК 663.81

## МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЫШЬЯКА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Капустина К.М., Павлов К.А., Спесивцева Ю.Б.  
Белорусский национальный технический университет  
Минск, Республика Беларусь

Работа выполнялась на базе Республиканского унитарного предприятия «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию» по инициативе руководства лаборатории токсикологических исследований. Целью работы было подтверждение пригодности методики выполнения измерений содержания мышьяка в пищевой продукции.

Мышьяк является естественным элементом земной коры и широко распространен в окружающей среде. В природе он встречается в формах органических и неорганических соединений. Широкое распространение мышьяка в почве и пресных водах обуславливает его постоянное присутствие в большинстве пищевых продуктов. Его неорганическая форма высокотоксична. Воздействие неорганического мышьяка, главным образом при питье загрязненной воды, потреблении пищи, приготовленной с использованием такой воды, или при потреблении в пищу продовольственных культур, орошаемых водой с высоким содержанием мышьяка, может

приводить к отравлению мышьяком. Поэтому контроль пищевой продукции на содержание в ней мышьяка является важной и актуальной задачей для общественного здравоохранения. Категории продукции, подвергаемые исследованиям по определению содержания мышьяка, и предельно-допустимые концентрации мышьяка в этой продукции регламентирует СанПиН 11-63 Республики Беларусь.

Для определения содержания мышьяка в пищевой продукции используют методы: инверсионной вольтамперометрии, электроколлометрический, иодометрический, фотометрический, колориметрический, атомно-абсорбционный и другие. Среди существующих методов определения содержания мышьяка в продуктах питания лабораторией научно-практического центра могут быть реализованы только два из них: колориметрический и атомно-абсорбционный методы. После проведения сравнительного анализа этих методов по нескольким критериям был выбран атомно-абсорбционный метод, т.к. его чувстви-

тельность значительно выше, и принято решение о проведении подтверждения пригодности методики выполнения измерений содержания мышьяка согласно ГОСТ 31707 посредством верификации, т.к. методика является стандартной.

Перед началом спектрометрических измерений проводится детальная подготовка: ионы мышьяка реагируют с борогидридом натрия в кислой среде с образованием гидрида мышьяка, который отгоняется потоком газа в разогретую измерительную кювету, где происходит его атомизация; для избежания ошибок, обусловленных различной чувствительностью определения мышьяка (III) и мышьяка (V) по способу образования гид-ридов, перед спектрометрическим измерением необходимо восстановить мышьяк (V) до мышьяка (III), после чего приготавливают раствор пробы. При проведении измерений в лаборатории использовался способ получения гидрида мышьяка в проточных генераторах. Количественный анализ мышьяка проводят методом измерения атомной абсорбции раствора пробы с помощью атомно-абсорбционного спектрометра. Если ее значение выходит за границы градуировки прибора, раствор пробы разбавляют фоновым раствором и проводят повторное измерение. На завершающем этапе производится измерение концентрации мышьяка в пищевой продукции.

Нормативные документы и технические нормативно-правовые акты дают общие подходы к проведению валидации/верификации методик испытаний и документированию её этапов. Предприятия, как правило, при проведении таких работ используют собственные протоколы и отчеты, составленные в свободной форме и не всегда отвечающие предъявляемым к этим документам требованиям. В связи с этим существует необходимость в проведении исследований и разработке рекомендаций по валидации/верификации МВИ, а также других видов документов, позволяющих структурировать и унифицировать работу в данной области. Поэтому была поставлена дополнительная задача – разработка инструкции для проведения таких работ и унификация отчетов о валидации/верификации с целью повышения эффективности и упрощения процедуры.

Нами изучены объект, методы и средства контроля, рассмотрена документация лаборатории, проведен анализ требований к методикам выполнения измерений, выделены аспекты работ по подтверждению пригодности МВИ, разработана инструкция.

Основными ее структурными элементами являются: организация работ, подготовительный этап (обеспечение лаборатории ресурсами, анализ исходной информации), планирование эксперимента (отбор образцов, выбор плана

эксперимента), проведение эксперимента, статистическая обработка полученных результатов (проверка закона распределения на нормальность, анализ результатов на наличие выбросов, установление аналитических характеристик,, вывод о степени соответствия аналитических характеристик установленным критериям приемлемости, анализ данных о выявленных проблемах, корректирующие действия), оформление результатов работ.

Верификация методики выполнения измерения содержания мышьяка в пищевой продукции методом атомно-абсорбционной спектрометрии проводилась по трёхфакторному плану эксперимента с полной группировкой согласно СТБ ИСО 5725-3. Было произведено исследование 6 матриц. В качестве фактора «дата эксперимента» по-нимается дата проведенных измерений, где каждый уровень фактора определяется градуированием СИ. Уровни фактора «средство измерений» определяются двумя СИ, имеющими аналогичные метрологические и технические характеристики – это два атомно-абсорбционных спектрометра ContrAA 300 с программным обеспечением «ASPEKT CS». Уровни фактора «оператор» определяются двумя операторами, допущенными к проведению данных измерений по соответствующей методике выполнения измерений. Под уровнем эксперимента понимается содержание определяемого вещества, где уровню 1 соответствует нижняя граница диапазона измерений согласно методике (3,5-7,2) мкг/г, уровню 2 середина диапазона измерений (11,3-18,6) мкг/г, уровню 3 – верхняя граница диапазона измерений (27,4-33,9) мкг/г.

В ходе проведения верификации методики выполнения измерений содержания мышьяка в пищевой продукции определены аналитические характеристики МВИ, указанные в ГОСТ 31707:

- линейность и диапазон измерений;
- чувствительность (предел обнаружения и предел количественного определения);
- правильность;
- повторяемость;
- внутрिलाбораторную воспроизводимость;
- неопределенность.

При проведении эксперимента по оцениванию линейности метода было выполнено измерение аналитического сигнала (оптической плотности) для 6 калибровочных растворов, различных концентраций согласно ГОСТ 31707 (использованы образцы, входящие в комплект тест-системы).

Полученная зависимость имеет вид:

$$y = 10^{-6} \cdot x^3 - 9 \cdot 10^{-3} \cdot x^2 + 0,0848 \cdot x + 0,0789,$$

где  $y$  – оптическая плотность, нм; $x$  – концен-

трация мышьяка в растворе, мкг/кг.

Содержание мышьяка в матрицах должно быть от 2,5 до 40,0 мг/кг. С учетом предела 80-120 % диапазон применения методики выполнения измерений составляет от 2 до 48 мг/кг.

Построение градуировочного графика выполнено по методу наименьших квадратов с помощью программного обеспечения спектрометра. График строят в координатах «интегральное значение абсорбции» – «массовая концентрация мышьяка». По результатам проведенного эксперимента было сделано заключение о том, что аналитическая зависимость в пределах диапазона применения линейна.

Для установления правильности методики выполнения измерений на всем диапазоне применения методики был проведен анализ каждой матрицы на трёх уровнях. По результатам проведенного эксперимента было оценено различие между средними значениями результатов измерений концентрации для матрицы на всех уровнях и эталонным значением.

Повторяемость (сходимость) и воспроизводимость методики измерений подтверждается результатами измерений идентичных образцов (матриц) для разных уровней на всем диапазоне применения в условиях повторяемости и воспроизводимости.

В ходе анализа проверялось влияние вариаций внутри лаборатории на результаты измерений идентичных образцов (матриц), отобранных двумя химиками в течении нескольких дней из одной и той же серии.

Для оценивания точности результатов измерений по определению концентрации вещества в исследуемом образце был применен комбинированный метод: модельный подход – к оцениванию вклада смещения метода и подход на основе оценивания данных эксперимента – к оцениванию вклада остальных составляющих.

Для оценивания неопределенности массовой концентрации мышьяка были приготовлены три вида растворов: градуировочные и растворы мышьяка №1 и №2. Для концентраций приготовленных растворов мышьяка были оценены относительные стандартные неопределенности, а затем относительные стандартные суммарные неопределенности измерений и расширенные неопределенности измерений для всех исследуемых матриц.

Обработка результатов измерений выполнялась согласно СТБ ИСО 5725, ISO TS 21748 и Государственной фармакопеи РБ. Исследования подтвердили, что МВИ соответствует установленным требованиям.

УДК 658.562

## СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ СМК ОАО «БЕЛЭНЕРГОРЕМНАЛАДКА»

**Кишкис Н.Г., Спесивцева Ю.Б.**

*Белорусский национальный технический университет  
Минск, Республика Беларусь*

Целью работы является совершенствование СМК ОАО «Белэнергоремналадка». В целом система менеджмента качества организации соответствует требованиям СТБ ISO 9001. Для получения более детальной картины функционирования СМК рассмотрены результаты внутренних аудитов за последние три года. Прослеживается отсутствие положительной тенденции, причем удовлетворенность внутренних потребителей (руководство и персонал) заметно различается.

Для получения всесторонней картины деятельности было предложено провести процедуру самооценки. Самооценка деятельности является одной из рекомендаций СТБ ИСО 9000 и СТБ ИСО 9004 для оценивания процессов СМК и является эффективным инструментом улучшения работы организации т.к. позволяет выявить скрытые резервы и уязвимые места. Методика самооценки является первичным инструментом улучшения и может систематически использоваться в качестве неотъемлемой части цикла PDCA. Несмотря на преимущества, которые дает

полученная всесторонняя картина деятельности, на сегодняшний день самооценка используется ограниченным числом отечественных предприятий.

Для разработки методики были проанализированы существующие модели и методы самооценки и принято решение использовать Модель самооценки в соответствии с СТБ ISO 9004 и метод анкетирования, главное преимущество которого заключается в том, что его использование не требует больших затрат, быстро осуществляется внутренними средствами, а также привлекает широкий круг персонала к процессу самооценки.

Ответственным за самооценку был назначен руководитель службы качества, на которого возложены следующие функции: организация и координирование работы по проведению самооценки, проведение необходимых расчетов при формировании экспертных групп, предоставление экспертным группам необходимой информации, анализ результатов и формирование отчета