Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

1.2. ГИГИЕНА, ТОКСИКОЛОГИЯ, САНИТАРИЯ

Порядок отбора проб для выявления и идентификации наноматериалов в растениях

Методические указания
МУ 1.2.2742—10

Издание официальное

Москва • 2011

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

1.2. ГИГИЕНА, ТОКСИКОЛОГИЯ, САНИТАРИЯ

Порядок отбора проб для выявления и идентификации наноматериалов в растениях

Методические указания
МУ 1.2.2742—10

ББК 51.2
П59

П59 **Порядок** отбора проб для выявления и идентификации наноматериалов в растениях: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—40 с.

ISBN 978—5—7508—0954—7

1. Разработаны Федеральной службой по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (Г. Г. Онищенко, И. В. Брагина, Т. Ю. Завистяева); Учреждением Российской академии медицинских наук Институт биохимии им. А. Н. Баха РАН (В. О. Попов, Б. Б. Дзантиев, А. В. Жердев, О. Д. Гендриксон); Учреждением Российской академии медицинских наук Научно-исследовательский институт питания РАМН (В. А. Тутельян, И. В. Гмошинский, С. А. Хотимченко, Е. А. Арианова, В. В. Бессонов, М. М. Гаппаров, Р. В. Распопов, О. Н. Тананова, В. В. Смирнова, А. А. Шумакова, О. И. Передеряев, А. А. Казак); Учреждением Российской академии наук Центр «Биоинженерия» РАН (К. Г. Скрябин, О. А. Зейналов, Н. В. Равин, С. П. Комбарова); Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП ВНИИМС) (С. А. Кононогов, С. С. Голубев); ООО «Интерлаб» (А. Н. Веденин, Г. В. Казыдуб).

2. Разработаны в рамках реализации Федеральной целевой программы «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008—2010 годы».

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 23 сентября 2010 г.

4. Введены в действие с 10 октября 2010 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.2

ISBN 978—5—7508—0954—7

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

Содержание

I. Область применения 4
II. Нормативные ссылки 5
III. Общие положения 7
3.1. Цель и назначение пробоотбора 7
3.2. Требования к организации, проводящей отбор проб 7
3.3. Общие правила, порядок отбора проб 8
3.4. Порядок отбора проб для лабораторных исследований 11
3.5. Контрольные пробы 11
3.6. Методы подготовки тары и оборудования для отбора проб 12
3.7. Правила упаковки проб 12
3.8. Соблюдение мер конфиденциальности 15
3.9. Организация защиты проб от несанкционированных внешних воздействий 15
3.10. Ответственность организации, производящей отбор проб 15
IV. Транспортирование и хранение растительных образцов 15
4.1. Упаковка, хранение и пересылка лабораторных и контрольных проб 15
4.2. Транспортирование проб 16
V. Процедуры отбора проб отдельных видов растительного сырья 17
Приложение 1. Акт отбора проб 18
Приложение 2. Маркировка отобранных образцов 20
Приложение 3. Частные методики отбора проб отдельных видов растительного сырья 21
Приложение 4. Термины и определения 38

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
23 сентября 2010 г.
Дата введения: 10 октября 2010 г.

1.2. ГИГИЕНА, ТОКСИКОЛОГИЯ, САНИТАРИЯ

Порядок отбора проб для выявления и идентификации наноматериалов в растениях

Методические указания МУ 1.2.2742—10

I. Область применения

1.1. Настоящие методические указания устанавливают требования к порядку отбора проб, предназначенных для выявления и идентификации наноматериалов искусственного происхождения в растениях.

1.2. Требования, изложенные в настоящих методических указаниях, применяются в ходе проведения исследований содержания наноматериалов в растениях в целях принятия решений по оценке рисков, связанных с воздействием наночастиц и наноматериалов на организм человека и объекты природной среды.

1.3. Методические указания разработаны с целью обеспечения единства методов и средств отбора проб растительного сырья для последующего выявления и идентификации наноматериалов в растениях.

1.4. Методические указания предназначены для специалистов органов и организаций Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, а также могут быть использованы научно-исследовательскими организациями гигиенического профиля, медицинскими учебными заведениями и иными организациями и учреждениями, проводящими исследования по оценке безопасности наноматериалов.

II. Нормативные ссылки

2.1. Федеральный закон Российской Федерации от 30 марта 1999 г. № 52-ФЗ «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения».

2.2. Федеральный закон Российской Федерации от 2 января 2000 г. № 29-ФЗ «О качестве и безопасности пищевых продуктов».

2.3. Федеральный закон Российской Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».

2.4. Федеральный закон Российской Федерации от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании».

2.5. Федеральный закон Российской Федерации от 10 января 2002 г. № 7-ФЗ «Об охране окружающей среды».

2.6. Постановление Правительства Российской Федерации от 21 декабря 2000 г. № 987 «О государственном надзоре и контроле в области обеспечения качества и безопасности пищевых продуктов».

2.7. Постановление Правительства Российской Федерации от 21 декабря 2000 г. № 988 «О государственной регистрации новых пищевых продуктов, материалов и изделий».

2.8. Постановление Правительства Российской Федерации от 30.06.2004 № 322 «Об утверждении Положения о Федеральной службе в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека».

2.9. Приказ Министерства здравоохранения Российской Федерации от 19 июня 2003 г. № 267 «Об утверждении Правил лабораторной практики».

2.10. Постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации и Главного государственного инспектора Российской Федерации по охране природы от 10.11.1997 № 25 и от 10.11.1997 № 03-19/24-3483 «Об использовании методологии оценки риска для управления качеством окружающей среды и здоровья населения в Российской Федерации».

2.11. Постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 23 июля 2007 г. № 54 «О надзоре за продукцией, полученной с использованием нанотехнологий и содержащей наноматериалы».

2.12. Постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 31 октября 2007 г. № 79 «Об утверждении Концепции токсикологических исследований, методологии оценки риска, методов идентификации и количественного определения наноматериалов».

2.13. Приказ Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека от 19 июля 2007 г. № 224 «О сани-

тарно-эпидемиологических экспертизах, обследованиях, исследованиях, испытаниях и токсикологических, гигиенических и иных видах оценок».

2.14. СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов».

2.15. СанПиН 2.1.7.1322—03 «Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления».

2.16. Санитарные правила СП 2.2.2.1327—03 «Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту».

2.17. Методические указания МУ 1.2.2520—09 «Токсиколого-гигиеническая оценка безопасности наноматериалов».

2.18. Методические рекомендации МР 1.2.2566—09 «Оценка безопасности наноматериалов *in vitro* и в модельных системах *in vivo*».

2.19. Методические рекомендации МР 1.2.2640—10 «Методы отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной, пищевой продукции и упаковочных материалов».

2.20. ГОСТ 8.207—76 «Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения».

2.21. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 24933.0—81 «Семена цветочных культур. Правила приемки и методы отбора проб».

2.22. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 24027.0—80 «Сырье лекарственное растительное. Правила приемки и методы отбора проб».

2.23. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 13586.3—83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб».

2.24. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 27262—87 «Корма растительного происхождения. Методы отбора проб».

2.25. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 12036—85 «Семена сельскохозяйственных культур. Правила приемки и методы отбора проб».

2.26. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 20438—75 «Водоросли, травы морские и продукты их переработки. Правила приемки. Методы органолептической оценки качества. Методы отбора проб для лабораторных испытаний».

2.27. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 17082.1—93 «Плоды эфиромасличных культур для промышленной переработки. Правила приемки и методы отбора проб».

2.28. ГОСТ 7194—81 «Картофель свежий. Правила приемки и методы определения качества».

2.29. Межгосударственный стандарт. ГОСТ 16489—78 «Масса древесная. Правила приемки. Методы отбора проб».

2.30. ГОСТ 26678—85 «Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия».

III. Общие положения

3.1. Цель и назначение пробоотбора

3.1.1. Целью отбора проб является получение представительной и усреднённой пробы, которая наиболее полно позволит выявить и идентифицировать исследуемые наноматериалы в растениях в ходе проведения исследований по токсиколого-гигиенической характеристике наночастиц и наноматериалов и оценке их воздействия на состояние объектов окружающей среды, в т. ч. с учётом использования соответствующих контрольных образцов.

3.1.2. Назначение процедуры отбора проб заключается в отборе для заданной цели частей растений, которые наиболее пригодны для анализа, и в которых с наибольшей вероятностью можно выявить и идентифицировать исследуемые наноматериалы.

3.1.3. Образцы растений, подвергшихся в условиях эксперимента (биологического тестирования) или в естественной среде произрастания воздействию наночастиц и наноматериалов, могут содержать их остаточные количества и поэтому должны рассматриваться как объекты, обладающие потенциальной биологической опасностью. Особенности процедур отбора проб должны обеспечивать снижение риска воздействия наночастиц и наноматериалов на персонал организаций (лабораторий), проводящих отбор проб и последующие исследования содержания наноматериалов, а также на население и окружающую среду, до приемлемого уровня.

3.2. Требования к организации, проводящей отбор проб

3.2.1. Организации, проводящие отбор проб, должны быть уполномочены в установленном порядке на право проведения санитарно-эпидемиологических экспертиз и исследований.

3.2.2. Организации, проводящие отбор проб, должны быть оснащены необходимым оборудованием, в т. ч. средствами измерений, прошедшими метрологический контроль и калибровку в установленном порядке.

3.2.3. Эксплуатация оборудования проводится в соответствии с техническим паспортом и инструкцией по применению. Результаты проведения поверки (калибровки) средств измерений и текущего ремон-

та оборудования фиксируются в специальном журнале, доступном в любое время сотрудникам, эксплуатирующим оборудование или обеспечивающим его обслуживание.

3.2.4. Персонал, проводящий отбор проб, должен иметь профессиональную подготовку в области работы с растительной продукцией и пройти инструктаж по технике безопасности и методам преодоления последствий нештатных ситуаций, возникающих в процессе работы.

3.3. Общие правила, порядок отбора проб

3.3.1. Отбор проб для выявления и идентификации наноматериалов в растениях производится в случаях:

- государственной санитарно-эпидемиологической экспертизы сельскохозяйственной и пищевой продукции, растительного лекарственного сырья;
- государственного контроля за использованием наночастиц и наноматериалов в сельском хозяйстве и промышленности;
- мониторинга содержания наночастиц и наноматериалов в объектах окружающей среды.

3.3.2. Отбору проб для выявления и идентификации наночастиц и наноматериалов подлежат следующие виды растительного сырья и сельскохозяйственной продукции:

- растительное сельскохозяйственное сырьё, полученное с использованием наноструктурированных и нанодиспергированных и (или) содержащих искусственные наночастицы и наноматериалы минеральных удобрений, средств защиты растений, ядохимикатов (пестицидов);
- растительное сельскохозяйственное сырьё, биомасса дикорастущих лекарственных растений, водоросли и морские травы, подвергающиеся контаминации наночастицами и наноматериалами, содержащимися в промышленных и бытовых отходах;
- растительное сырьё и древесина, подвергнутые обработке искусственными наночастицами и наноматериалами в ходе промышленной переработки.

3.3.3. Отбор проб продукции осуществляют сотрудники, имеющие опыт работы с растительной продукцией и прошедшие повышение квалификации по правилам и методам отбора проб. Отбор проб растительной продукции проводится комиссией в присутствии (кроме дикорастущих растений) владельца (производителя, поставщика) продукции или его представителя. При проведении надзора, контроля импортируемой или экспортируемой растительной сельскохозяйственной продукции отбор, хранение и доставку проб в лабораторию осуществляют уполно-

моченные специалисты федеральных органов исполнительной власти и управлений Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. При осуществлении отбора проб для лабораторных исследований в иных, кроме государственного надзора и контроля целях, отбор, хранение и доставка проб может осуществляться, помимо указанных выше, другими сотрудниками, имеющими необходимую квалификацию.

Отбор, хранение и транспортирование проб владельцем сельскохозяйственной продукции или его представителем не допускается.

3.3.4. Отобранные в целях государственного контроля, надзора лабораторные и контрольные пробы перед отправкой в лабораторию обезличивают, упаковывают в сейф-пакеты (пломбируют) и шифруют таким образом, чтобы специалисты лаборатории не могли установить происхождение продукции (владельца, производителя).

3.3.5. Специалисты, осуществляющие отбор проб, формируют план отбора проб. При составлении плана отбора проб указывают:

• природу и свойства наноматериала, содержащегося в отбираемых образцах растительной продукции; степень потенциальной опасности наноматериала, определяемую согласно МР 1.2.2522—09;

• перечень отбираемых образцов (наименований сельскохозяйственной продукции, подлежащей отбору);

• размер (массу), количество и стоимость отбираемых проб;

• оценку рисков (вероятность обнаружения отклонения контролируемого показателя);

• определение показателя, по которому ведётся контроль: качественный или количественный;

• размер лота, партии;

(**Примечание:** Если партия сельскохозяйственной продукции является частью лота, каждая часть считается отдельным лотом для контроля. Если партия состоит из нескольких лотов, необходимо определить её однородность. Если партия неоднородна, то она делится на соответствующее количество однородных партий, от каждой из которых отбирают для исследования необходимое количество проб);

• критерии для браковки или приёмки лота (требования санитарных правил и норм, устанавливающих критерии безопасности продукции);

• уровень контроля (количество контролируемых лотов, партий, а также ежедневная, еженедельная или иная частота отбора проб). Уровень контроля при определении безопасности продукции (надзоре за безопасностью продукции) устанавливают в соответствии с требования-

ми настоящих методических указаний, а также иными нормативно-методическими документами, утвержденными в установленном порядке;

• процедуры при обнаружении продукции, не отвечающей установленным требованиям, и при возникновении разногласий (необходимость формирования контрольной пробы и другое).

3.3.6. При выполнении процедуры отбора проб необходимо:

• обеспечить документальное (по имеющимся товарно-транспортным и иным документам) и визуальное (при осмотре лота, партии) подтверждение того, что отбираемые пробы репрезентативны для партии или лота, а если партия состоит из нескольких лотов, необходимо комплектовать пробы так, чтобы они были репрезентативны для каждого лота;

• установить величину (размер, массу, объём) и количество отбираемых точечных проб (отдельных единиц) для составления объединённых проб, а также количество формируемых объединённых проб от контролируемого лота или партии;

• выполнить процедуры сбора, обработки и регистрации данных о пробах и их последующее шифрование.

Количество и масса отбираемых единиц (образцов, точечных проб) должна быть достаточной для формирования объединённой и выделения из неё средней пробы. Величина (масса, объём) средней пробы должна быть достаточна для выделения из неё контрольной и лабораторной проб.

3.3.7. Масса средней пробы, отбираемой для проведения лабораторных исследований с целью контроля безопасности продукции, содержащей наночастицы и наноматериалы, не может быть более трёх килограмм. Масса средней пробы зависит от количества контролируемых показателей и применяемых методов исследований, процедур при обнаружении продукции, не отвечающей требованиям безопасности и возникновении разногласий.

3.3.8. Величина (объём, масса) лабораторной и контрольной проб должна быть достаточной для выполнения в лаборатории необходимых видов исследований данного вида продукции. Точную массу навески, необходимую для проведения каждого вида исследований, устанавливают в соответствии с действующими нормативными документами на методы исследований.

При увеличении или снижении количества контролируемых характеристик, величина (масса, объём) лабораторной, контрольной и, соответственно, средней пробы может быть увеличена или уменьшена.

При сокращении насыпной пробы методом квартования (или иным соответствующим методом) в процессе сокращения нельзя разделять (разрезать) отдельные единицы штучной сельскохозяйственной продукции.

3.4. Порядок отбора проб для лабораторных исследований

После составления плана отбора проб непосредственно перед отбором визуально определяют внешний вид продукции, попавшей в выборку, и подразделяют их на:

- нормальные по внешнему виду, при осмотре которых не обнаружено отклонений, вызванных физическими, химическими факторами или развитием микроорганизмов;
- подозрительные по внешнему виду, при осмотре которых обнаружены одно или несколько отклонений, которые могли возникнуть как вследствие физического воздействия, микробной порчи, так и вследствие химических и биохимических реакций в продукции;
- испорченные продукты, при осмотре которых обнаружены явные дефекты упаковочных единиц и (или) продукта.

Отбору проб на содержание наночастиц и наноматериалов подлежат нормальные по внешнему виду образцы продукции, если иное не предусмотрено задачами исследования.

После этого отбирают от однородных партий продукции растительного происхождения необходимое количество средних проб с учётом массы партии продукции.

3.5. Контрольные пробы

3.5.1. В случае проведения исследований в целях арбитража или при конфликте интересов сторон, участвующих в исследовании продукции, на месте в процессе отбора проб выделяют контрольные пробы. Масса (размер) контрольной пробы должна быть не более массы лабораторной пробы, но не менее пробы, необходимой для проведения анализов, определяемых целью исследования.

3.5.2. Контрольная проба в опломбированном (опечатанном) виде в сейф-пакете может храниться:

- у владельца продукции или его представителя;
- в лаборатории, проводившей исследования;
- в уполномоченной организации.

3.5.3. Контрольная проба хранится при регламентированных для данного вида проб режимах в сейф-пакетах или в опломбированной (опечатанной) таре. Длительность хранения контрольных проб определяют так же, как и для опытных проб.

3.6. Методы подготовки тары и оборудования для отбора проб

В целях достижения наилучшего результата при отборе проб растительного сырья необходимо использовать для отбора и упаковки проб одноразовые стерильные пакеты, контейнеры и многоразовые стерильные инструменты. При отсутствии стерильной упаковки и инструментов необходимо обеспечить их стерильность одним из возможных способов:

- влажной стерилизацией – не менее 20 мин при *t* не ниже 121 °С;
- сухой стерилизацией – не менее 1 ч при *t* не ниже 170 °С в сушильном шкафу с принудительной циркуляцией воздуха для поддержания соответствующей температуры по всему объему шкафа или горячим воздухом в стерилизаторе без принудительной циркуляции воздуха при t от 180—185 °С в течение 15 мин или при *t* от 160—165 °С в течение 120 мин;
- погружением инструментов в 96 %-й этанол (этиловый спирт) с последующим фламбированием до полного сжигания этанола;
- обработкой паром в течение 1 ч при *t* 100 °С;
- обработкой всех рабочих поверхностей пламенем углеводородного газа (пропан, бутан).

3.7. Правила упаковки проб

3.7.1. Пробы объёмных и сыпучих видов растительной продукции помещают в сейф-пакеты, двухслойные полиэтиленовые или бумажные мешки, завязывают, опломбируют и маркируют. Штучную продукцию (клубнеплоды, корнеплоды) помещают в мешки из термосваривающихся материалов, по ГОСТ 19360, с последующей их герметизацией.

3.7.2. Каждый опечатанный образец идентифицируют. Способ идентификации образцов должен исключать возможность изменения данных о пробе. Идентификация осуществляется путём нанесения маркирующих надписей (номеров) на тару (контейнеры) с пробами или закладку в них этикеток с описанием проб. Номера на упаковке проб и (или) на этикетках должны соответствовать приводимым в акте отбора проб или прилагаемой к нему описи проб. ***Запрещается*** наносить маркирующие надписи на крышки контейнеров, банок с продукцией и иные элементы упаковочной тары, удаляемые при вскрытии образцов.

3.7.3. На каждый отобранный образец продукции составляется акт отбора проб в трех экземплярах. Форма заполнения акта отбора проб представлена в прилож. 1 к настоящим методическим указаниям. В случае составления единого акта отбора на однородную группу образцов продукции к акту прилагается опись образцов, содержащая их перечень в порядке нумерации.

3.7.4. Акт отбора проб (номер и дату его составления), виды проб продукции регистрируют по порядку номеров в журнале регистрации отбора проб. При регистрации пробе присваивают шифр, который также вносят в журнал и вписывают в правый верхний угол первого и второго экземпляра акта отбора проб. Шифром пробы может быть порядковый регистрационный номер по журналу регистрации отбора проб. При отправке проб в лабораторию в журнал регистрации проб также вносят данные о дате отправки проб, наименование учреждения, в которое направлены пробы, а также номер и дату сопроводительного письма.

Журнал регистрации проб должен быть пронумерован, прошнурован и опечатан. Срок хранения журнала не менее двух лет.

3.7.5. Первый и второй экземпляры акта отбора проб остаются в организации, проводящей отбор проб. Первый экземпляр предназначен для отправки в лабораторию и находится в организации, проводившей отбор проб до получения от лаборатории, проводящей исследования, предварительного (с данными по шифрованной пробе) заключения о результатах этих исследований, после чего, не позднее 12 ч с момента получения результатов, передаёт данный экземпляр в лабораторию для подготовки окончательного результата экспертизы. Второй экземпляр акта отбора проб хранится в организации, проводящей отбор проб, не менее двух лет. Третий экземпляр акта отбора проб хранится у владельца продукции или его представителя.

3.7.6. В акте отбора проб и в журнале регистрации проб обязательно делают отметку о месте хранения контрольных проб. Уполномоченная лаборатория, владелец продукции или его представитель, осуществляющие хранение контрольной пробы, обеспечивают соблюдение условий и сроков их хранения.

3.7.7. В случае, если контрольный образец не был выделен при отборе проб, специалист, проводивший отбор проб, обязан сделать в акте отбора проб соответствующую отметку. В этом случае в лаборатории обязаны из каждой представленной средней пробы выделить лабораторную и контрольную пробы. Контрольную пробу упаковывают в сейф-пакет, опечатывают и хранят с соблюдением условий и сроков хранения. При недостаточной для выделения контрольной пробы массе, объёме пробы составляют соответствующий акт, копию которого необходимо направить в адрес организации, проводившей отбор проб не позднее 12 ч с момента получения проб.

3.7.8. Срок хранения контрольных образцов растительной продукции (за исключением скоропортящейся) должен быть не менее 14 сут. с момента окончания лабораторных исследований, а для образцов, не со-

ответствующих установленным требованиям, не менее трёх месяцев с момента определения их несоответствия и выдачи соответствующего заключения по экспертизе или протокола испытаний. Максимальный срок хранения контрольных проб определяется внутренними документами лаборатории и зависит от технических возможностей учреждения, времени (срока) реализации партии продукции, срока возможной подачи рекламации на результаты проведённых исследований. Для скоропортящейся продукции срок хранения контрольной пробы не может быть больше её срока годности.

3.7.9. Доставку проб в лабораторию могут осуществлять специалисты, проводившие отбор проб, сотрудники лабораторий и других организаций, уполномоченных соответствующими органами Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3.7.10. При возникновении разногласий по результатам испытаний контрольные пробы должны быть направлены в вышестоящую уполномоченную организацию для проведения арбитражных исследований.

3.7.11. Остатки проб после проведения исследований и контрольные образцы по истечении срока хранения уничтожают, если иное не оговорено договором между Исполнителем (лабораторией, проводившей исследования) и Заказчиком (владельцем продукции или его представителем). На уничтожаемую продукцию составляют комиссионный акт об уничтожении проб продукции. В акте отражают количество, виды, массу проб, способ и дату их уничтожения. Уничтожение проб растительной продукции, содержащей наноматериалы, должно осуществляться с соблюдением соответствующих норм безопасности. Не допускается утилизация проб с бытовым мусором, скармливание скоту, домашним животным и рыбам, использование в качестве пищевого сырья. Пробы сельхозпродукции, содержащей наноматериалы со средней или высокой степенью потенциальной опасности, согласно МР 1.2.2522—09 должны передаваться специализированным предприятиям, осуществляющим их утилизацию (захоронение). В случае сдачи остатков проб на предприятие по утилизации отходов в журнале регистрации проб указывают дату и номер сопроводительного письма, по которому они были туда направлены.

3.7.12. При обнаружении в лаборатории несоответствия информации, указанной в сопроводительном письме, описи и (или) акте отбора проб, с фактическим количеством, видом, массой проб, а также не полной информации, недостаточной для выдачи предварительного или окончательного заключения, специалисты лаборатории на позднее 12 ч с

момента поступления проб сообщают об этом в письменной форме (представляют акт) организации, проводившей отбор проб.

3.8. Соблюдение мер конфиденциальности

3.8.1. Сотрудники, принимающие участие в процессе отбора проб, обязаны соблюдать конфиденциальность в отношении любых данных, полученных в ходе процедуры отбора проб, в соответствии с законодательством Российской Федерации.

3.8.2. Организация, осуществляющая пробоотбор для выявления и идентификации наноматериалов в растениях, должна обеспечить конфиденциальность данных, полученных в результате отбора проб, в рамках принятых ею обязательств и в соответствии с законодательством Российской Федерации.

3.9. Организация защиты проб от несанкционированных внешних воздействий

3.9.1. Организация, осуществляющая пробоотбор для выявления и идентификации наноматериалов в растениях, должна обеспечить их защиту от несанкционированных внешних воздействий.

3.9.2. Контейнер с пробой необходимо запечатать либо упаковать в сейф-пакет, опломбировать или опечатать его таким способом, чтобы не допустить несанкционированного вскрытия пробы или чтобы несанкционированное вскрытие легко определялось.

3.10. Ответственность организации, производящей отбор проб

3.10.1. Ответственность за качественный отбор проб, репрезентативность отобранной пробы, оформление документов на пробы и их сохранность, а также за соблюдение правил техники безопасности в процессе отбора проб несут организации, осуществляющие пробоотбор.

3.10.2. Ответственность за сохранность проб и документации на пробы при перевозке, соблюдение правил техники безопасности при перевозке несут организации, осуществляющие перевозку проб.

IV. Транспортирование и хранение растительных образцов

4.1. Упаковка, хранение и пересылка лабораторных и контрольных проб

4.1.1. Лабораторная и контрольная пробы должны храниться в чистом инертном контейнере (упаковке), создающем достаточную защиту от внешних загрязнений и повреждений в процессе транспортирования и хранения.

4.1.2. Материал упаковки, контактирующей с образцом продукции, должен быть воздухо- и светонепроницаемым, водо- и жиростойким, нерастворимым и неабсорбирующим, не должен изменять физическое состояние и химический состав продукта.

4.1.3. В целях обеспечения безопасности транспортирования рекомендуется нанесение на упаковку с пробами предупредительных надписей или пиктограмм:

Наноопасность

Биоопасность

4.2. Транспортирование проб

4.2.1. Пробы должны быть доставлены в лабораторию максимально быстро, с соблюдением мер против протекания, высушивания, повреждения проб (например, пробы скоропортящихся продуктов – фруктов, овощей – охлаждают или замораживают; пробы, требующие особых условий хранения (при пониженных температурах), помещают в сумку-холодильник или обкладывают сухим льдом).

4.2.2. Время доставки проб не должно превышать для скоропортящихся продуктов (фруктов, овощей) 24 ч, а для прочих – 36 ч с момента отбора проб, если иное не установлено действующими нормативными документами.

4.2.3. Транспортирование образцов продукции растительного происхождения должно осуществляться в условиях, обеспечивающих сохранение состояния, состава и качества проб, а также безопасность окружающей среды, на оборудованном для таких целей автотранспортном средстве. При транспортировании проб на значительные расстояния допускается использование авиационного или железнодорожного транспорта общего пользования при условиях выделения для сумок (укладок), содержащих контейнеры с образцами растительной продукции, отдельного багажного места. Не допускается транспортирование образцов общественным городским и пригородным транспортом, а также необорудованным личным автотранспортом.

4.2.4. Во время транспортирования скоропортящейся продукции должно быть обеспечено непрерывное охлаждение проб. Скоропортящиеся пробы (фрукты, овощи) должны быть доставлены в лабораторию при температуре не выше 2—7 °С в холодильниках или термоконтейне-

рах не позднее 24 ч с момента отбора проб. Пробы, отобранные от замороженной продукции растительного происхождения, должны быть доставлены в лабораторию в холодильниках или термоконтейнерах при температуре в пределах (–1... –18 °С) не позднее 36 ч с момента отбора проб. Прочие пробы, по возможности, без промежуточного хранения при температуре окружающей среды (комнатной температуре), не позднее 36 ч после отбора.

V. Процедуры отбора проб отдельных видов растительного сырья

Частные процедуры отбора проб отдельных видов растительного сырья для анализа содержания наночастиц и наноматериалов определяются ГОСТ 24933.0—81, 24027.0—80, 13586.3—83, 27262—87, 12036—85, 20438—75, 17082.1—93, 7194—81, 16489—78 и другими действующими нормативными документами по отбору проб сельскохозяйственного и пищевого сырья. Требования к методам отбора проб, применяемому оборудованию, упаковке и маркировке проб отдельных видов растительного сырья приведены в прилож. 2 и 3 к настоящим методическим указаниям.

Приложение 1

Акт отбора проб

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

_____
(штамп организации, осуществляющей отбор проб)

адрес: _____

телефон:_____ факс:_____ электронная почта: _____

АКТ
отбора проб растительной продукции

№ ___/___ от «____» _____ 20___г.

Город (район, населенный пункт) _____

Место отбора проб _____

_____
(наименование и адрес поля (участка), предприятия, хранилища (склада) или № транспортного средства, его местонахождение; при отборе проб дикорастущих растений указывается место произрастания)

Мною (нами), _____
(представитель (ли) органа Роспотребнадзора; ф.и.о.)

в присутствии _____
(указать должность, ф.и.о. производителя, поставщика продукции или его представителя)

проведен отбор проб _____
(указать наименование продукции)

_____

Размер партии: _____, дата поступления _____
(масса нетто или количество единиц)

Сопроводительные документы: (ненужное зачеркнуть)

Свидетельство о государственной регистрации № _____ от _____

Декларация изготовителя № _____ от _____

Товарно-транспортная накладная № _____ от _____

отсутствие документов _____
(указать каких)

Продукция произведена _____
(страна происхождения, наименование изготовителя, номер завода, дата изготовления)

_____,

срок годности _____

Результат осмотра продукции _____

_____

_____
(внешний вид, запах, целостность упаковки, соответствие маркировки, температура внутри продукта и т. д.)

Цель проведения исследований:

_____
(экспертиза безопасности продукции, плановый контроль и надзор; выявление последствий техногенной аварии или иной нештатной ситуации)

Количество образца, единицы измерения _____

Проба отобрана методом _____

Способ консервации пробы _____

Общее число отобранных повторов образцов _____

из них контрольных _____

из них лабораторных _____

Пробы отобраны в ___часов ___мин _____

В количестве ____, пронумерованы и опломбированы (опечатаны) ____

_____

(указать порядок нумерации проб, номер пломбы, номер сейф-пакета)

направляются в _____

_____

(указать наименование лаборатории)

для _____

_____

_____

(указать перечень показателей и наночастиц (наноматериалов), по которым необходимо провести исследования)

_____

(отметка о порядке хранения или обращения продукции)

Отметки о сопроводительных документах, направляемых с пробами:

_____

_____

(учреждение-получатель проб, номер и дата сопроводительного документа)

Дата отправки проб _____, время: _____ ч ____мин

Способ отправки (доставки) проб:

_____

Отметка о месте хранения контрольной пробы _____

_____

Подпись представителя (ей), осуществлявших отбор проб

_____ _____

(подпись) (ф.и.о.)

_____ _____

(подпись) (ф.и.о.)

Подпись производителя/поставщика продукции или его представителя:

_____ _____

(подпись) (ф.и.о.)

Подпись представителя организации, осуществлявшей отправку, доставку проб в лабораторию

_____ _____

(подпись) (ф.и.о.)

Настоящий акт составлен в трёх экземплярах под одним номером и вручен (направлен):

1-й экземпляр предназначен для отправки в лабораторию после получения предварительного результата;

2-й экземпляр – хранится у специалиста (в организации), осуществлявшего отбор проб;

3-й экземпляр – предоставлен производителю/поставщику продукции или его представителю.

Приложение 2

Маркировка отобранных образцов

На этикетке к пробам обязательно должны быть указаны:

- наименование растительного сырья (культуры);
- сорт;
- масса партии;
- номер партии;
- масса пробы;
- наименование контролируемого наноматериала;
- наименование хозяйства (предприятия-изготовителя, организации);
- время и дата отбора пробы;
- условия хранения проб;
- подписи лиц, ответственных за отбор проб, и членов комиссии.

Приложение 3

Частные методики отбора проб отдельных видов растительного сырья

1. Отбор проб зерна

1.1. Методы отбора проб.

Отбор точечных проб насыпанного зерна из автомобилей проводится механическим пробоотборником или вручную щупом.

Из автомобилей с длиной кузова до 3,5 м точечные пробы отбирают в четырех точках по схеме А; с длиной кузова от 3,5 до 4,5 м – в шести точках по схеме Б; с длиной кузова от 4,5 и более – в восьми точках по схеме В. По всем схемам точечные пробы отбирают на расстоянии от 0,5 до 1 м от переднего до заднего бортов и на расстоянии 0,5 м от боковых бортов.

Схема А:	X	X		
	X	X		
Схема Б:	X	X	X	
	X	X	X	
Схема В:	X	X	X	X
	X	X	X	X

Механическим пробоотборником точечные пробы отбирают из насыпи зерна по всей ее глубине. Ручным щупом точечные пробы отбирают из верхнего и нижнего слоев, касаясь щупом дна. В автопоездах точечные пробы отбирают из каждого кузова (прицепа).

Общая масса точечных проб при отборе по схеме А должна быть не менее 1 кг, по схеме Б – не менее 1,5 кг, по схеме В – не менее 2 кг. Если общая масса будет менее указанной, отбирают дополнительные точечные пробы в тех же точках и в среднем слое насыпи.

Точечные пробы зерна, хранящиеся на складах и на площадках при высоте насыпи до 1,5 м, отбирают ручным щупом, при большей высоте насыпи – складским щупом с навинчивающимися штангами.

Для отбора точечных проб поверхность насыпи зерна делят на секции площадью примерно 200 м^2 каждая. В каждой секции точечные пробы отбирают в шести точках поверхности на расстоянии 1 м от стен склада (края площадки) и границ секции на одинаковом расстоянии друг от друга по схеме Г. При небольших количествах зерна в партии допускается точечные пробы отбирать в четырех точках поверхности секции площадью до 100 м^2 по схеме Д.

Схема Г:	X	X	X
	X	X	X

Схема Д: X X
X X

В каждой точке точечные пробы отбирают из верхнего слоя на глубине 10—15 см от поверхности насыпи, из среднего и нижнего (у пола) слоев. Общая масса точечных проб должна составлять не менее 2 кг на каждую секцию.

Точечные пробы при погрузке (выгрузке) зерна в вагоны, суда, склады элеватора отбирают из струи перемещаемого зерна в местах перепада механическим пробоотборником или специальным ковшом путем пересечения струи через равные промежутки времени в течение всего периода перемещения партии. Масса одной точечной пробы должна составлять не менее 100 г.

Из защитных мешков точечные пробы отбирают мешочным щупом в трех доступных точках мешка. Щуп вводят по направлению к средней части мешка желобком вниз, затем поворачивают его на 180° и вынимают. Общая масса точечных проб (объединенная проба) должна быть не менее 2 кг.

Объединенную пробу получают как совокупность точечных проб. Все точечные пробы ссыпают в чистую тару, исключающую изменение качества зерна. При использовании механического пробоотборника для отбора проб из автомобилей точечные пробы смешивают в процессе отбора проб и образуют объединенную пробу.

Среднюю пробу выделяют из объединенной пробы. Масса средней пробы должна быть (2,0 ± 0,1) кг. Если масса объединенной пробы не превышает (2,0 ± 0,1) кг, то она одновременно является и средней пробой.

Выделенную среднюю пробу осматривают в лаборатории, взвешивают, регистрируют и дают ей порядковых номер, который проставляют во всех документах, относящихся к данной пробе. Среднюю пробу взвешивают до десятых долей грамма и очищают от крупной сорной примеси. Из очищенной средней пробы выделяют навески для проведения анализа. Масса навески должна быть не менее 25 г.

1.2. Хранение проб зерна.

Средние пробы от партий зерна необходимо сохранять 1 месяц, а при разногласиях пробы хранят до полного рассмотрения разногласий.

1.3. Материалы и оборудование.

При отборе проб зерна для определения содержания наночастиц и наноматериалов применяют:

Пробоотборники механические (щупы)
различных конструкций, исключающие

травмированные зерна; рекомендуемые технические характеристики представлены в таблице:

Таблица 1

Рекомендуемые характеристики пробоотборников для зерна

Характеристика	Назначение пробоотбора		
	отбор из ж/д вагонов	отбор из автотранспорта	отбор из мешков
Объем отбираемого зерна, $см^3$, не менее	115	165	15
Длина щупа, мм, не менее	1000	2700	355
Длина рабочей части (заборника), мм, не менее	130	180	150
Диаметр щупа, мм, не более	60	40	13
Масса щупа, кг, не более	1,5	4,6	0,2

Весы лабораторные с погрешностью не более 0,01 г — ГОСТ 24104—88
Весы с пределом взвешивания до 20 кг — ГОСТ 29329—92
Ковши вместимостью не менее 200 $см^3$
Делители
Планки деревянные
Совки
Емкости для проб и навесок

1.4. Маркировка отобранных образцов.

В тару с объединенной пробой зерна вкладывают этикетку с данными, указанными в прилож. 2 к настоящим методическим указаниям. Дополнительно указывают номер склада, силоса, вагона или названия судна.

2. Отбор проб зелёной массы (травы) и дикорастущих растений

2.1. Метод отбора проб.

Точечные пробы с пастбищ или сенокосных угодий отбирают непосредственно перед выпасом животных или скашиванием (сбором), для чего на выбранном для отбора проб участке выделяют 8—10 учетных площадок размером 1 или 2 $м^2$, располагая их по диагонали участка.

Травостой скашивают (срезают) на высоте 3—5 см. От зеленой массы точечные пробы берут вручную не менее чем из 10 разных мест порциями по 400—500 г.

Полученные точечные пробы с учетных площадок собирают на полог, тщательно перемешивают и расстилают ровным слоем, получая таким образом объединенную пробу.

Из объединенной пробы зеленой массы выделяют среднюю пробу для анализа. Для составления средней пробы, масса которой должна быть 1,5—2,0 кг, траву берут порциями по 150—200 г из 10 различных мест. Среднюю пробу травы помещают в мешочек из полимерной пленки, вкладывают туда этикетку и сразу же направляют в лабораторию для подготовки к анализу.

2.2. Материалы и оборудование.

При отборе проб зелёной массы для определения содержания наночастиц и наноматериалов применяются:

- коса, серп, ножницы, нож;
- шаблон 1 $м^2$;
- мешочек из полимерной пленки;
- полог брезентовый или из полимерной пленки размером 2 × 2 м.

3. Отбор проб сена, соломы

3.1. Метод отбора проб.

Отбор проб сена для определения содержания наночастиц и наноматериалов производят не ранее чем через 30 дней после его заготовки.

Точечные пробы из партий сена или соломы, хранящихся в скирдах, стогах, отбирают с помощью пробоотборника или вручную по периметру скирд, стогов на разных расстояниях друг от друга на высоте 1,0—1,5 м от поверхности земли со всех доступных сторон с глубины не менее 0,5 м. Масса точечной пробы должна составлять от 0,1 до 0,5 кг в зависимости от количества отбираемых точечных проб.

Из точечных проб составляют объединенную пробу, масса которой должна быть не менее 2 кг. Для этого точечные пробы сена складывают тонким слоем (3—4 см) на брезенте или пленке и осторожно перемешивают, не допуская ломки растений и образования трухи.

Из объединенной пробы сена выделяют среднюю пробу для анализа. Для этого не менее чем из 10 различных мест по всей площади и толщине слоя отбирают пучки сена массой 100—120 г таким образом, чтобы осыпавшиеся части растений также были включены в пробу. Выделенную среднюю пробу массой не менее 1 кг упаковывают в плотную

бумагу, бумажный пакет или пакет из полимерной пленки. На пакет с пробой корма наклеивают этикетку.

3.2. Материалы и оборудование.

При отборе проб грубых кормов для определения содержания наночастиц и наноматериалов применяются:

Пробоотборники грубого корма, обеспечивающие отбор точечных проб с глубины не менее 2,0 м, массой не менее 0,1 кг, изготовленные из коррозионно-стойких материалов (дюралюминий, нержавеющая сталь)	
Мешки бумажные	ГОСТ 2226
Полог из брезента или полимерной пленки размером 2 × 2 м	

4. Отбор проб силоса и сенажа

4.1. Метод отбора проб.

Пробы силоса и сенажа для анализа отбирают не позднее, чем за 15 дней до скармливания животным или отправления в другие хозяйства, но не ранее чем через 4 недели после закладки массы на хранение. В местах отбора точечных проб удаляют слой укрытия до пленки. На освобожденную от укрытия пленку ставят режущую кромку рабочего органа пробоотборника и начинают отбор пробы. Массы силоса или сенажа, взятого из траншеи из верхнего 20-сантиметрового слоя и из башен верхнего 50-сантиметрового слоя, в пробу для анализа не включают. Из траншей пробы отбирают на глубину 1,5—2,0 м, если слой законсервированной массы меньше 1,5—2,0 м, то пробы отбирают на всю толщину слоя. Допускается отбор проб по срезу массы в траншеях после их вскрытия. Одну из точечных проб берут в центре траншеи, вторую в месте перехода горизонтальной поверхности массы в наклонную, на расстоянии 0,5 м от стены – в траншеях с прямыми стенами, на расстоянии 1,0 м от стены – в траншеях с наклонными стенами, последующие – в точках, выбранных произвольно по ширине и равномерно расположенных по длине траншеи. Из башен отбирают две точечные пробы, одну в центре, вторую – на расстоянии 0,5 м от стен башни. Пробы отбирают вначале из верхнего полутора-двухметрового слоя, затем после выемки этого слоя – из оставшейся части массы на глубину 1,5—2,0 м.

Их точечных проб составляют объединенную пробу. Для этого точечные пробы собирают вместе на полог, расположенный на ровной площадке, и тщательно перемешивают. Масса объединенной пробы должна составлять не менее 2 кг. В объединенной пробе определяют

вес, наличие плесени и запах корма. Результаты определений указывают на этикетке.

Из объединенной пробы методом деления выделяют среднюю пробу силоса и сенажа массой 0,5—1,0 кг. Среднюю пробу помещают в пакет из плотной полимерной пленки или стеклянную банку с плотно закрывающейся крышкой, добавляют 5 см^3 консерванта (по пункту 4.2), внося его равными частями на дно пакета или банки, в середину пробы и сверху с помощью ватных тампонов, оставляя их в отобранной массе до поступления пробы на анализ. Пакет с пробой завязывают, предварительно вытеснив воздух, и направляют в лабораторию на анализ. Пробы в банках тщательно уплотняют. Среднюю пробу сопровождают этикеткой. Пробы силоса и сенажа отправляют на анализ в течение 24 ч с момента отбора. Допускается хранение проб в холодильнике до 3 суток с момента поступления в лабораторию.

4.2. Материалы и оборудование.

Пробоотборники ручные и механические, удовлетворяющие требованиям по пункту 3.2	
Холодильник	ГОСТ 26678—85
Пакеты из полимерных пленок, банки с плотно закрывающимися крышками	
Полог из брезента или полимерной пленки размером 2 × 2 м	
Вата	
Консерванты:	
толуол	ГОСТ 5789
хлороформ технический	ГОСТ 29015.
формалин	ГОСТ 1625—89

4.3. Хранение проб силоса, сенажа.

Средние пробы от партий силоса, сенажа необходимо сохранять 1 месяц, а при разногласиях пробы хранят до полного рассмотрения разногласий.

5. Отбор проб искусственно высушенных трав

5.1. Метод отбора проб.

Точечные пробы продуктов, перевозимых насыпью специализированным автотранспортом и железнодорожными вагонами, во время их погрузки (выгрузки), а также с транспортеров, из-под силосов, бункеров, весов или технологического оборудования отбирают путем пересечения падающей струи ковшом, автоматическим или механическим пробоотборником 3—4 раза через равные промежутки времени. Для отбора проб

высушенных трав, предназначенных для внутрихозяйственного пользования, берут 0,02—0,05 % от партии продукции, произведенной за определенное время. Пробы, отобранные периодически через равные промежутки времени, последовательно ссыпают в крафт-мешки до окончания заготовки партии продукции. Точечные пробы продукции с автотранспорта отбирают в мешок щупом с укороченной ручкой и широким конусом из точек, равномерно расположенных по площади кузова по всей глубине насыпи, не ближе 0,5 м от борта. Точечные пробы травяной муки, резки, гранул из насыпей отбирают с помощью пробоотборника сыпучих кормов произвольно из разных равномерно расположенных мест поверхности. При высоте насыпи до 1,5 м точечные пробы отбирают из двух слоев: верхнего и нижнего; при высоте насыпи выше 1,5 м – из трех слоев: верхнего, среднего и нижнего. Точечные пробы из брикетов, хранящихся насыпью, отбирают вручную по всей поверхности насыпи – 2—3 брикета из каждой точки – на глубине не менее 15 см. Расположение точек равномерное. Точечные пробы продуктов, упакованных в тканевые мешки, отбирают мешочным щупом из верхней и нижней части мешка. Перед введением щупа в мешок выбранное место должно быть очищено мягкой щеткой. Щуп вводят по диагонали желобком вниз, затем поворачивают на 180°, заполняют продуктом и вынимают. Отверстие в ткани мешка затягивают при помощи заостренного конца щупа. Точечные пробы рассыпных продуктов, упакованных в бумажные мешки с полиэтиленовым вкладышем, в бумажные и полиэтиленовые мешки, а также точечные пробы гранулированных продуктов отбирают из предварительно расшитых мешков. При этом точечные пробы рассыпных продуктов отбирают щупом с укороченной ручкой и широким конусом из середины мешка, а точечные пробы гранулированных продуктов отбирают ковшом из верхней части расшитых мешков. Масса точечной пробы для рассыпных и гранулированных продуктов должна быть не менее 0,2 кг.

Из точечных проб, отобранных указанными способами, составляют объединенную пробу. Масса объединенной пробы для травяной муки и травяной резки – не менее 2 кг, для гранул и брикетов – не менее 4 кг.

Среднюю пробу рассыпных и гранулированных травяных искусственно высушенных кормов выделяют из объединенной пробы с помощью делителя или вручную методом квартования, для этого объединенную пробу высыпают на деревянный или из органического стекла поднос с гладкой поверхностью или полог и разравнивают в виде квадрата двумя деревянными планками. Затем одновременно с двух противоположных сторон продукт подгребают к середине таким образом, чтобы

получился валик. После этого продукт захватывают с концов валика и также подгребают к середине. Перемешивание повторяют три раза, после чего объединенную пробу разравнивают тонким слоем и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Продукт, находящийся в двух противоположных треугольниках, удаляют, а в двух оставшихся – соединяют вместе и перемешивают. Деление продукта продолжают до тех пор, пока масса оставшейся части составит для травяной муки 1 кг, для гранул и брикетов – 2 кг. Среднюю пробу помещают в банку с плотно закрывающейся крышкой или в пакет из полимерной пленки и направляют на лабораторный анализ. К банке или мешку со средней пробой прикрепляют этикетку.

5.2. Материалы и оборудование.

Ковш, кружка, ведро вместимостью не менее 1 кг
Пробоотборники сыпучих кормов для отбора проб из вагонов, автотранспорта и мешков, удовлетворяющие требованиям по пункту 3.1
Поднос деревянный или металлический или полог из полимерной пленки 2 × 2 м
Банки стеклянные с крышками вместимостью 2,0—5,0 дм^3
Мешочки из полимерной пленки, бумажные или матерчатые
Планки деревянные для деления и перемешивания массы

5.3. Маркировка отобранных образцов.

В тару со средней пробой вкладывают этикетку с данными, указанными в прилож. 2 к настоящим методическим указаниям. Дополнительно указываются:

- хозяйство, район, область;
- отделение, бригада, звено;
- ботанический состав и фаза вегетации растений;
- год урожая;
- номер укоса;
- начало/окончание заготовки;
- тип хранилища/способ хранения;
- добавки, консерванты, используемые при заготовке сырья, кг/т (название и доза);
- температура силосной, сенажной массы до укрытия, °С;
- вид укрытия;

• погодные условия в период уборки (сухо, пасмурно, дождливо);

• технология заготовки (измельчение массы, способ сушки, прессование и так далее);

• органолептические оценки (цвет, запах, наличие плесени, заспоренность).

6. Отбор проб семян сельскохозяйственных и цветочных культур

6.1. Методы отбора проб.

Отбор точечных проб семян сельскохозяйственных культур осуществляют по схеме пункт 1.1 прилож. 3 к настоящим методическим указаниям.

6.2. Материалы и оборудование.

Щупы для семян конусные, цилиндрические, мешочные, или пробоотборники механические, удовлетворяющие требованиям по пункту 3.1	
Емкость вместимостью не менее 3 дм^3 для объединения точечных проб	
Весы	ГОСТ 29329—92
Набор гирь	ГОСТ 7328—2001
Деревянные планки или линейки	
Совок	
Мешки из ткани различной вместимости для средних проб	
Мешки из влагонепроницаемой пленки вместимостью 0,5—2,0 дм^3;	
Посуда стеклянная различной вместимости	
Сургуч или парафин	ГОСТ 23683—89
Печать для опечатывания проб	
Пломбир	
Пакеты из плотной бумаги	

6.3 Способы маркировки отобранных образцов.

Среднюю пробу помещают в чистую сухую стеклянную посуду объемом 0,25—1 дм^3 в зависимости от типа культуры. Посуду, заполненную семенами на ¾ ее вместимости, плотно закрывают пробкой и заливают сургучом, парафином или обвязывают полиэтиленовой пленкой. На посуду наклеивают этикетку. Допускается помещать среднюю пробу семян во влагонепроницаемый мешок из пленки вместимостью 0,5—2,0 дм^3. Мешок закрывают горячим способом или дважды складывая и крепко связывая края мешка, чтобы в нем осталось как можно

меньше воздуха. К мешку привязывают этикетку. В тару со средней пробой семян вкладывают этикетку с данными, указанными в прилож. 2 к настоящим методическим указаниям. Дополнительно указываются:

- репродукция;
- год урожая.

От каждой контрольной единицы одновременно отбирают две средние пробы: одну для анализа по месту получения семян, вторую (дубликат) оставляют в хозяйстве (организации) – получателе на случай арбитражного определения. Верх мешков-дубликатов, дважды подвернув край, прошивают накрест, чтобы начало и конец нитки были в одном углу мешка. Концы нитки, которые должны быть не менее 5 см каждый, пломбируют или опечатывают печатью какой-либо независимой организации, специалисты которой принимали участие в отборе проб. На мешки наклеивают этикетки.

Дубликаты проб хранят в том же помещении, где находится партия семян, или в аналогичных условиях.

6.4. Хранение проб.

Среднюю пробу представляют на анализ в течение 2 суток после отбора. До отправки на анализ пробы хранят в том же помещении, где хранится партия семян, от которых она отобрана или в аналогичных условиях.

7. Отбор проб водорослей и морских трав

7.1. Метод отбора проб.

Из разных мест каждой вскрытой единицы транспортной тары с продукцией отбирают точечные пробы, из которых составляют объединенную пробу и выделяют из нее среднюю пробу.

Составление объединенной пробы производится следующим образом. От пробы водорослей-сырца массой 30 кг после стекания воды из разных мест берут 3—4 точечные пробы так, чтобы масса объединенной пробы не превышала 4 кг. У слоевищ точечные пробы отбирают из середины пластины. В случае мороженых водорослей из каждой вскрытой единицы транспортной тары отбирают по одному блоку или пакету с продуктом общим количеством не менее трех. После освобождения продукта ото льда отбирают 3—4 точечные пробы так, чтобы масса объединенной пробы не превышала 4 кг. У слоевищ пробы отбирают из середины пластины. Из разных мест каждой вскрытой единицы упаковки сушеных водорослей и морской травы отбирают 3—4 точечные пробы массой не более 1 кг каждая так, чтобы масса объединенной пробы не превышала 3 кг. У слоевищ точечные пробы отбирают из середины

пластины. От неупакованных водорослей и трав точечные пробы отбирают из разных мест по высоте и ширине партии. Из разных мест каждой вскрытой единицы упаковки агара, агароида, каррагинана, альгината натрия, порошка из ламинарии и другой продукции из водорослей отбирают щупом 3—4 точечные пробы массой не более 0,5 кг так, чтобы масса объединенной пробы не превышала 2,0 кг. Объединенную пробу агара, агароида и альгината натрия, изготовленных в виде пластин, составляют следующим образом: сверху, снизу и из середины каждой единицы упаковки отбирают по 1—2 пластины общим количеством не менее пяти. От каждой из отобранных пластин берут 5 точечных проб, расположенных по диагонали на равном расстоянии друг от друга, общей массой не более 0,5 кг. Масса объединенной пробы не должна превышать 2 кг. Из разных мест каждой вскрытой единицы потребительской упаковки маннита отбирают пробоотборником, изготовленным из материала, не реагирующего с данным продуктом, 3—4 точечные пробы, которые объединяют вместе и перемешивают. Масса объединенной пробы не должна превышать 0,4 кг. Объединенную пробу тщательно просматривают и из нее составляют среднюю пробу.

Среднюю пробу водорослей-сырца и мороженых водорослей составляют методом квартования. Для этого объединенную пробу водорослей (кроме филлофоры) измельчают на частицы величиной 4—5 см, тщательно перемешивают, распределяют ровным слоем на чистой горизонтальной поверхности и по диагонали делят на четыре части.

Две противоположно находящиеся части удаляют, а две оставшиеся соединяют вместе и хорошо перемешивают. При необходимости эту операцию повторяют, как указано выше, до тех пор, пока масса оставшихся водорослей составит около 1 кг. Оставшиеся водоросли делят на две равные части, одну из которых направляют в лабораторию для анализа, другую хранят на случай разногласия в оценке результатов исследований.

Ламинарии перед квартованием разрезают поперек листа на куски шириной 5—10 см.

Среднюю пробу сушеных водорослей и морской травы массой не более 1 кг составляют методом квартования и делят на две равные части. Посторонние примеси, содержащиеся в пробе, равномерно распределяют между обеими ее частями, одну из которых направляют в лабораторию для анализа, а другую (в неизмельченном виде) хранят на случай разногласия в оценке качества.

Объединенную пробу агара, агароида, каррагинана, альгината натрия, порошка из ламинарии и другой продукции из водорослей тща-

тельно перемешивают и методом квартования составляют среднюю пробу массой не более 1 кг.

Агар, агароид и альгинат натрия, изготовленные в виде пластин или пленки, предварительно измельчают на части размером 0,4—0,6.

Объединенную пробу маннита тщательно перемешивают и делят на две части массой не менее 0,2 кг каждая, одну из которых направляют в лабораторию для анализа, а другую хранят на случай разногласия в оценке качества.

7.2. Маркировка отобранных образцов.

Средние пробы и их части упаковывают во влагонепроницаемые пакеты из полимерных пленок, стеклянные банки или другую посуду, обеспечивающую сохранность качества продукта. Пакеты с продуктом запаивают или завязывают после перегиба конца пакета. Стеклянные банки закрывают притертой или плотной корковой пробкой. Допускается использовать полиэтиленовые крышки. Пробы агара, агароида и альгината натрия упаковывают только в стеклянные банки с притертыми пробками. Допускается укупорка корковыми пробками при условии последующей заливки сургучом, воском или парафином.

Подготовленные пробы опечатывают или опломбировывают пломбами приемщика и сдатчика. Пробу допускается опечатывать одной печатью или опломбировывать одной пломбой нейтральной организации, проводящей экспертизу данного продукта. На упаковки с пробами прикрепляют этикетки.

В тару со средней пробой вкладывают этикетку с данными, указанными в прилож. 2 к настоящим методическим указаниям. Дополнительно указываются:

- дата выработки;
- условия транспортирования;
- сроки и условия хранения.

7.3. Хранение проб.

Срок хранения проб, оставленных на случай разногласия в оценке результатов исследований – 3 месяца. Средние пробы водорослей-сырца и мороженых водорослей хранению не подлежат.

8. Отбор проб плодов эфиромасличных культур

8.1. Методы отбора проб.

Из автомобилей точечные пробы отбирают пробоотборником или вручную щупом. Из автомобилей длиной кузова до 3,5 м точечные пробы отбирают в четырех точках по схеме А, с длиной кузова от 3,5 до

4,5 м – в шести точках по схеме Б, с длиной кузова 4,5 м и более – в восьми точках по схеме В на расстоянии от 0,5 до 1 м от переднего и заднего бортов и на расстоянии около 0,5 м от боковых бортов:

X X
X X
Схема А

X X X
X X X
Схема Б

X X X X
X X X X
Схема В

Пробоотборником точечные пробы отбирают по всей глубине насыпи плодов, щупом – из верхнего (на глубине 10—15 см от поверхности насыпи) и нижнего (касаясь щупом дна) слоев насыпи. В автопоездах точечные пробы отбирают из каждого кузова (прицепа). Общая масса точечных проб, отобранных от партии, должна быть не менее 1,0 кг. Если общая масса точечных проб менее 1,0 кг, то отбирают дополнительно точечные пробы в тех же точках насыпи. Точечные пробы от партии плодов, хранящихся в складах и на площадках при высоте насыпи до 1,5 м, отбирают ручным щупом, при большей высоте насыпи – щупом с навинчивающимися штангами. Для отбора точечных проб поверхность насыпи плодов делят на секции площадью примерно 200 м^2 каждая. В каждой секции точечные пробы отбирают в шести точках (схема Б) на расстоянии 1 м от стен склада (края площадки) и границ секции, на одинаковом расстоянии друг от друга. При небольшом количестве плодов в партии допускается точечные пробы отбирать в четырех точках поверхности секции площадью до 100 м^2 (схема А). В каждой точке точечные пробы отбирают из верхнего (на глубине 10—15 см от поверхности насыпи), среднего и нижнего (касаясь щупом пола) слоев насыпи. Точечные пробы при погрузке (выгрузке) плодов в вагоны, суда, склады, силосы элеватора отбирают из струи перемещаемых плодов в местах их перепада пробоотборником или специальным ковшом путем пересечения струи через равные промежутки времени в течение всего периода перемещения партии. Периодичность отбора точечных проб устанавливают в зависимости от скорости перемещения плодов и массы партии. От партии перемещаемых плодов массой до 100 т отбирают по одной точечной пробе массой не менее 0,3 кг от каждых 3 т перемещаемых плодов этой партии; при массе партии до 200 т – по одной точечной

пробе массой не менее 0,5 кг от каждых 5 т; при массе партии до 400 т – по одной точечной пробе массой не менее 1,0 кг от каждых 10 т; при массе партии более 400 т – по одной точечной пробе массой не менее 2,0 кг от каждых 20 т. При разгрузке вагонов-зерновозов точечные пробы отбирают из-под каждого разгрузочного бункера. Количество точечных проб определяют в соответствии с вышеописанными требованиями.

Пример. Масса партии перемещаемых плодов – 50 т. От партии необходимо отобрать:

50 т (масса партии)/3 т (часть партии, от которой отбирают точечную пробу) = 17 точечных проб.

Точечные пробы плодов, хранящихся в силосах элеватора и складах с наклонными полами, отбирают в процессе выпуска плодов из силоса или секции склада. Количество мешков, из которых должны быть отобраны точечные пробы, определяют в зависимости от величины партии в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Нормы отбора проб семян эфирномасличных культур

Количество мешков в партии	Количество мешков, из которых отбирают точечные пробы
До 10 включительно	Из каждого второго мешка
10—100	Из 5 мешков плюс 2 % от общего количества мешков в партии
Свыше 100	Из 10 мешков плюс 5 % от общего количества мешков в партии

Из зашитых мешков точечные пробы отбирают мешочным щупом из одного угла. Щуп вводят по направлению к средней части мешка желобком вниз, затем поворачивают его на 180° и вынимают. Из расшитых мешков точечные пробы отбирают щупом в трех местах: сверху, в середине и внизу мешка. Масса точечной пробы должна быть не менее 100 г.

Все точечные пробы ссыпают в чистую, прочную, не зараженную вредителями хлебных запасов, тару, исключающую изменение качества плодов, и получают объединенную пробу. Масса объединенной пробы должна быть не менее 1,0 кг.

Масса средней пробы должна быть не менее 1,0 кг. Если масса объединенной пробы не превышает 1,5 кг, то она одновременно является и средней пробой. Если масса объединенной пробы превышает 1,5 кг, то среднюю пробу из объединенной выделяют на делителе или вручную. Среднюю пробу выделяют методом квартования (см. пункт 1).

8.2. Материалы и оборудование.

Для отбора, формирования проб и выделения навесок применяют:

Пробоотборники и щупы различных конструкций,
удовлетворяющие требованиям по пункту 1.3
прилож. 3 к настоящим методическим указаниям

Весы любого типа с погрешностью взвешивания
не более 1 г ГОСТ 24104—2001

Мерки для формирования среднесуточных проб

Планки деревянные или металлические

Совки

Емкости для проб и навесок

8.3. Маркировка отобранных образцов.

В тару со средней пробой вкладывают этикетку с данными, указанными в прилож. 2 к настоящим методическим указаниям. Дополнительно указываются:

- номер склада, силоса, автомобиля, вагона или название судна

8.4. Хранение проб.

Среднюю пробу, отобранную от заготовляемой партии плодов, хранят в течение одних суток, следующих за сутками, в течение которых проводилось определение качества плодов. Среднюю пробу, отобранную от поставляемой партии плодов, хранят до окончания рассмотрения разногласий в случае их возникновения. Среднюю пробу, отобранную от партии плодов, отгруженной на экспорт железнодорожным транспортом, хранят в течение 3 месяцев, а водным транспортом – 6 мес. Среднюю пробу, отобранную от партии плодов, поступившей по импорту, хранят в течение 3 месяцев. Условия хранения проб должны соответствовать требованиям, утвержденным в установленном порядке.

9. Отбор проб штучной сельскохозяйственной продукции (клубнеплодов, корнеплодов, овощей, фруктов)

Отбор проб штучной сельскохозяйственной продукции проводится с учетом методических рекомендаций МР 1.2.2640—10.

9.1. Методы отбора проб.

Отбор точечных проб проводят из разных слоев насыпи клубнеплодов, корнеплодов, овощей, фруктов по высоте (верхнего, среднего и нижнего) через равные расстояния по ширине и длине. От партии неупакованных клубнеплодов, корнеплодов, овощей, фруктов число точечных проб должно быть отобрано при погрузке или выгрузке в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

Нормы отбора неупакованной штучной сельскохозяйственной продукции

Масса партии, тонн	Число точечных проб (экземпляров) продукции
До 10 включительно	6
10—20	15
20—40	21
40—70	24
70—150	30

От партии корнеплодов, клубнеплодов, овощей, фруктов массой свыше 150 т на каждые последующие полные или неполные 50 т дополнительно отбирают 6 точечных проб.

От каждого слоя насыпи отбирают равные количества точечных проб. Масса каждой точечной пробы должна быть не менее 3 кг. Все точечные пробы должны быть примерно одной массы.

Клубнеплоды, корнеплоды, овощи, фрукты, упакованные в мешки, ящики, ящичные поддоны, отбирают из упаковочных единиц по норме 6 экземпляров продукции из каждой упаковочной единицы. Число упаковочных единиц продукции, подлежащих пробоотбору, устанавливают в зависимости от размера партии в соответствии с табл. 4.

Таблица 4

Нормы отбора упаковочных единиц штучной сельскохозяйственной продукции

Количество упаковочных единиц в партии	Количество упаковочных единиц в выборке
До 20 включительно	3
20—50	6
50—100	9
100—150	12

От партии упакованных корнеплодов, клубнеплодов, овощей, фруктов свыше 150 упаковочных единиц на каждые последующие полные или неполные 50 упаковочных единиц производят дополнительно пробоотбор из одной упаковочной единицы.

Отбор точечных проб проводят деревянными лопатами или деревянными совками, не допуская нанесения клубням механических повреждений.

Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу и определяют ее массу.

Из объединенной пробы выделяют среднюю пробу массой не менее 1 кг.

9.2. Материалы и оборудование.

Весы чашечные или платформенные с погрешностью взвешивания не более 0,01 кг	ГОСТ 24104—2001
Ящики со сплошными стенками и дном	
Мешки	
Брезент	
Лопаты деревянные; совки деревянные; ведро или бак; корзины; ветошь.	

10. Отбор проб древесной флоры

10.1. Методы отбора проб:

10.1.1. Метод отбора проб без распаковывания кип.

Пробы отбирают пробоотборником, представляющим собой полый цилиндр с режущими зубьями по торцу для вырезки образцов. Фиксация пробоотборника на кипе и извлечение пробы древесной массы обеспечивается подвижным стержнем, расположенным внутри цилиндра. Для создания осевого усилия на наружной части пробоотборника нарезана одноходовая спиральная резьба. Предотвращение заклинивания пробы достигается конической формой внутренней поверхности пробоотборника. Допускается применять аналогичный пробоотборник с механизированным приводом.

От каждой кипы отбирают точечные пробы по диагонали в трех местах: две – из двух углов кипы на расстоянии (12 ± 3) см от края, третью – из центра кипы.

Отбор точечных проб проводят на расстоянии около 0,5 высоты кипы. Из точечных проб составляют объединенную пробу.

10.1.2. Метод отбора проб с распаковыванием кип.

Из кипы отбирают три листа равномерно по высоте кипы, предварительно удалив пять верхних и пять нижних листов. Из середины каждого листа отбирают точечную пробу размером около (200 × 200) мм для составления объединенной пробы от партии.

Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу.

Из объединенной пробы выделяют среднюю пробу.

Приложение 4

Термины и определения

Выборка – совокупность единиц продукции, отобранной для контроля из партии.

Единица продукции (элемент или инкремент индивидуализируемого товара) – определенное в установленном порядке количество фасованной (штучной) или нефасованной продукции.

Контрольная проба – часть средней пробы, хранящаяся в лаборатории, проводящей исследования, или у владельца продукции, и предназначенная для повторного или арбитражного исследования при возникновении споров по результатам проведённых исследований.

Лабораторная проба (конечная проба или репрезентативная часть конечной пробы) – часть средней пробы, предназначенная для формирования тестового образца (образцов), направляемого на исследования (доставленного в лабораторию), определённая нормативными документами, с целью подтверждения соответствия контролируемого объекта установленным требованиям.

Лот – определённое количество продукции (товара), произведённой при условиях, считающихся одинаковыми.

Наноматериалы – материалы и продукция, существенным компонентом, определяющим их свойства и назначение, являются входящие в их состав наночастицы.

Нанотехнологии – совокупность методов и приемов, обеспечивающих возможность контролируемым образом создавать и модифицировать объекты, включающие компоненты с размерами менее 100 нм хотя бы в одном измерении, и в результате этого получившие принципиально новые качества, позволяющие осуществить их интеграцию в полноценно функционирующие системы большого масштаба.

Наночастицы – частицы, линейные размеры которой по каждому из трех измерений более 1 и менее 100 нм.

Нормативные документы – государственные (национальные стандарты) (ГОСТ), санитарные правила и нормы (СанПиН), методические указания, устанавливающие нормы, правила, методы, в том числе по отбору, упаковке, доставке и хранению проб.

Объединенная проба – совокупность идентичных, отобранных от однородной продукции точечных проб, предназначенная для выделения средней пробы. Объединённую (составную) пробу получают равномерным перемешиванием первичных проб (элементов) из лота расфасованных продуктов или смешиванием первичных проб (инкрементов) из лота не расфасованных сыпучих, жидких продуктов.

Объем выборки – число единиц транспортной и потребительской тары с продукцией, составляющей выборку.

Отбор проб – процедура по выделению или составлению пробы, включающая случайный (эмпирический) или точечный отбор проб, используемая для принятия решения о соответствии лота продукции установленным требованиям.

План отбора проб – запланированная процедура, включающая схему отбора проб, определяющая необходимое количество элементов, инкрементов, формирующих пробу, которые должны быть случайно отобраны от инспектируемого лота, учитывающая виды контролируемых характеристик, которые необходимы для оценки статуса лота и по которой лот будет исследован и квалифицирован как «соответствующий» или «не соответствующий» установленным требованиям.

Проба (репрезентативная проба) – одна или несколько единиц (навесок, упаковок) материала (продукта), отобранных установленными способами из совокупности (лота, партии), позволяющая получить информацию о заданной характеристике совокупности и являющаяся основой для принятия решения о совокупности, веществе или процессе их производства. Репрезентативная проба сохраняет характеристики лота, партии, из которого была выбрана. Её частным случаем является простая случайная проба (точечная проба), когда у каждого элемента или части материала есть равная вероятность попасть в пробу.

Продукция наноиндустрии (синоним: нанотехнологическая продукция) – продукция и изделия, произведенные с использованием нанотехнологий и наноматериалов и (или) содержащие наночастицы.

Средняя проба – часть объединенной пробы, предназначенная для проведения исследований, формирования лабораторной и контрольной проб.

Точечная проба – некоторое минимальное количество вещества (продукции), отобранной из одного места за один прием от данной партии для составления объединенной пробы. В некоторых случаях отбора проб от однородной фасованной продукции точечная проба может выступать в качестве репрезентативной контрольной или лабораторной пробы.

Порядок отбора проб для выявления и идентификации наноматериалов в растениях

Методические указания
МУ 1.2.2742—10

Редактор Н. В. Кожока
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 21.01.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 2,5

Тираж 200 экз. Заказ 12

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89