ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57103— 2016

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ

Методы отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН коллективом специалистов Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи» (ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 036 «Продукция пищевая специализированная»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 сентября 2016 г. № 1200-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения и сокращения 3
4 Общие требования 4
5 Порядок и методы отбора проб продукции, содержащей наноматериалы 5
6 Порядок и методы выявления и определения наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции 7
Приложение А (рекомендуемое) Форма акта отбора проб 18
Приложение Б (справочное) Справочные данные для проведения качественного и количественного определения наноматериалов в продукции стандартизованными методами 20
Приложение В (справочное) Спектрофотометрическая характеристика фуллерена С60 23
Приложение Г (справочное) Пример расчета содержания фуллерена С60 в продукте 24
Библиография 26

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ

Методы отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции

Specialized food products. Methods of sampling, detection and determination of nanoparticles and nanomaterials in the composition of agricultural and food products

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на специализированную пищевую продукцию, а также используемую при ее производстве сельскохозяйственную продукцию (сырье), в состав которых входят нанообъекты, включая наночастицы и наноматериалы, и устанавливает методы отбора проб для качественного и количественного определения наночастиц и наноматериалов в составе указанной продукции.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2156 Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 2493 Реактивы. Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ 6687.0 Продукция безалкогольной промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ ISO 7886-1 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

ГОСТ 8756.0 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 18321 Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 21240 Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26226 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения сырой золы

ГОСТ 26313 Продукты переработки фруктов и овощей. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 26669—85 Продукты пищевые и вкусовые. Подготовка проб для микробиологических анализов

ГОСТ 26809.1 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 1. Молоко, молочные, молочные составные и молокосодержащие продукты

ГОСТ 26929 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26972 Зерно, крупа, мука, толокно для продуктов детского питания. Методы микробиологического анализа

ГОСТ 28165 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 31467 Мясо птицы, субпродукты и полуфабрикаты из мяса птицы. Методы отбора проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ 32164 Продукты пищевые. Метод отбора проб для определения стронция Sr-90 и цезия Cs-137

ГОСТ Р 8.635 Государственная система обеспечения единства измерений. Микроскопы сканирующие зондовые атомно-силовые. Методика калибровки

ГОСТ Р 8.736 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

ГОСТ Р 8.774 Государственная система обеспечения единства измерений. Дисперсный состав жидких сред. Определение размеров частиц по динамическому рассеянию света

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50779.10 (ИСО 3534-1—93) Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения

ГОСТ Р 51447 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 52833 (ИСО 22174:2005) Микробиология пищевой продукции и кормов для животных. Метод полимеразной цепной реакции (ПЦР) для определения патогенных микроорганизмов. Общие требования и определения

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по [1], ГОСТ 32164, ГОСТ Р 52361, ГОСТ Р 50779.10, ГОСТ Р 8.774, ГОСТ Р ИСО 5725-1, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **измерение:** Совокупность операций, выполняемых для определения количественного значения величины.

3.1.2 **точечная проба:** Некоторое количество материала, отобранного одновременно из большого общего объема для формирования пробы.

3.1.3 **контрольная проба:** Часть средней пробы, хранящаяся в лаборатории, проводящей исследования, или у владельца продукции и предназначенная для повторного анализа партии при возникновении споров по результатам проведенного испытания.

3.1.4

нанодиапазон: Диапазон линейных размеров приблизительно от 1 до 100 нм.

Примечания

1 Верхнюю границу этого диапазона принято считать приблизительной, так как в основном уникальные свойства нанообъектов за ней не проявляются.

2 Нижнее предельное значение в этом определении (приблизительно 1 нм) введено для того, чтобы исключить из рассмотрения в качестве нанообъектов или элементов наноструктур отдельные атомы или небольшие группы атомов

[ГОСТ ISO/TS 80004-1—2014, статья 2.1]*.

3.1.5

наноматериал: Твердый или жидкий материал, полностью или частично состоящий из структурных элементов, размер которых хотя бы по одному измерению находится в нанодиапазоне.

[ГОСТ ISO/TS 80004-1—2014, статья 2.4].

3.1.6

нанообъект: Материальный объект, линейные размеры которого по одному, двум или трем измерениям находятся в нанодиапазоне.

[ГОСТ ISO/TS 80004-1—2014, статья 2.5]*.

3.1.7

наночастица: Нанообъект, линейные размеры которого по всем трем измерениям находятся в нанодиапазоне.

[ГОСТ ISO/TS 27687—2014, статья 4.1]**.

3.1.8 **план отбора проб:** План, который устанавливает тип, количество (численность) проб, объем выборки, необходимые для проведения испытаний и соответствующие этому критерию приемлемости.

3.1.9 **продукция наноиндустрии (нанотехнологическая продукция):** Продукция, произведенная с использованием нанотехнологий и наноматериалов и (или) содержащая наночастицы.

3.1.10

технический наноматериал: Наноматериал, изготовленный с конкретной целью или для реализации определенной функции

[ГОСТ ISO/TS 80004-1—2014, статья 2.8]*.

3.1.11 **фуллерен:** Молекула, состоящая из четного числа атомов углерода, образующих замкнутую выпуклую поверхность многогранника, двенадцать граней которого образованы пятиугольниками, а остальные — шестиугольниками.

---

* Действует ГОСТ ISO/TS 80004-1—2017.

** Действует ГОСТ ISO/TS 80004-2—2017 «Нанотехнологии. Часть 2. Нанообъекты. Термины и определения».

3.2 Сокращения

3.2.1 ПЭМ — метод просвечивающей электронной микроскопии.

3.2.2 ДЭ — дополнительные опции дифракции электронов метода просвечивающей электронной микроскопии.

3.2.3 СХПЭЭ — спектры характеристических потерь энергии электронов.

3.2.4 ИСП-МС — метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

3.2.5 АЭС — метод атомно-эмиссионной спектрометрии.

3.2.6 АСМ — метод атомно-силовой микроскопии.

3.2.7 ДРС — метод определения размера наночастиц с помощью динамического рассеяния света.

3.2.8 ОРС — октопольная реакционная система.

3.2.9 ПЦР — метод полимеразной цепной реакции.

4 Общие требования

4.1 Цель отбора проб — получение представительной (репрезентативной) пробы специализированной пищевой продукции и сельскохозяйственной продукции (сырья), позволяющей получить объективную информацию о содержании наночастиц и (или) наноматериалов в партии продукции с использованием устанавливаемых настоящим стандартом методов анализа.

4.2 Отбор проб продукции осуществляют специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование. Отбор проб проводится в присутствии представителя производителя (поставщика) продукции.

4.3 Требования безопасности при работе с химическими реактивами — по ГОСТ 12.1.007; с электрооборудованием — по ГОСТ 12.1.019; требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004.

4.4 При проведении отбора проб формируют план отбора проб, включающий: число отбираемых точечных проб или единиц продукции; объем или массу отбираемых точечных проб, метод отбора проб, метод выделения средней и контрольной пробы из объединенной пробы, массу средней пробы.

4.5 При выборе метода отбора проб необходимо учесть:

- размер партии;
- размер (массу) и количество отбираемых проб;
- состав, размеры и свойства (растворимость, окисляемость, устойчивость к агрегации) наночастиц (нанообъектов), предположительно присутствующих в составе продукции;
- метод определения наночастиц и наноматериалов: качественный (наличие наночастиц определенного вида) или количественный (удельное содержание наноматериала в продукции, выраженное через число частиц, площадь межфазной поверхности или массу частиц в единице массы или объема продукции);
- количество контролируемых партий, а также периодичность — ежедневная, еженедельная или иная частота отбора проб;
- случаи, в которых возникает необходимость формирования контрольной пробы.

4.6 При выполнении процедуры отбора проб необходимо:

- документально (по имеющимся сопроводительным документам на партию продукции) и визуально (при осмотре партии) подтвердить, что отбираемые пробы репрезентативны для партии;
- установить величину (размер, массу, объем) и количество отбираемых точечных проб (отдельных единиц) для составления объединенных проб, а также количество формируемых объединенных проб от контролируемой партии;
- выполнить процедуры сбора, обработки и регистрации данных о пробах и их последующее шифрование.

4.7 Отбор проб для определения содержания наночастиц и наноматериалов в продукции осуществляется отдельно от проб, предназначенных для контроля других показателей продукции.

4.8 Для отбора проб используют одно- или многоразовые коррозионно-стойкие инструменты.

5 Порядок и методы отбора проб продукции, содержащей наноматериалы

5.1 Порядок отбора проб

5.1.1 Выборка штучной продукции — по ГОСТ 18321.

Отбор проб сыпучих (гранулированных) кормов — по ГОСТ 26226. Для отбора проб сухих кормов, упакованных в мешки, барабаны, пакеты, в выборку включают 2 % — 5 % упаковочных единиц из партии, но не менее трех методом случайной выборки.

Отбор проб зерна, зернобобовых (кроме сои и арахиса), круп осуществляют в соответствии с ГОСТ 13586.3.

Выборка овощей, фруктов и продукции из них — по ГОСТ 26313.

Выборка мяса и субпродуктов птицы, полуфабрикатов из мяса птицы — по ГОСТ 31467.

Отбор проб мяса и мясных продуктов — по ГОСТ Р 51447.

5.1.2 После составления плана проведения отбора проб проводят визуальный осмотр внешнего вида упаковочных единиц продукции, попавших 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 (бомбаж, брожение, плесневение, гниение, ослизнение, прокисание и др.).

5.1.3 Отбор точечных проб

Количество и масса отбираемых из выборки точечных проб должны быть достаточными для формирования объединенной пробы и выделения из нее средней пробы. Минимальная масса точечных проб приведена в таблице 1.

Таблица 1 — Минимальная масса точечной пробы, необходимая для проведения анализа на содержание наноматериалов одного вида

Вид материала	Минимальная масса пробы, г
Корма сухие	500
Зерно	250
Зеленый корм (трава)	400
Силос и сенаж	250
Травяные искусственно высушенные корма	200
Сено, солома	200
Продукты детского и спортивного питания	200
Специализированные продукты питания	200

Количество точечных проб сельскохозяйственной продукции, кормов и нерасфасованных пищевых продуктов для определения наночастиц и наноматериалов приведено в таблице 2.

Таблица 2

Масса партии, т	Число точечных проб, шт
< 0,5	1
0,51—3,0	2
3,1—5,0	3
5,1—10,0	5
10,1—15,0	8
15,1—20,0	10
20,1—100,0	10 + дополнительно 3 пробы на каждые полные или неполные 10 т свыше 20 т
> 100,0	34 + дополнительно 3 пробы на каждые полные или неполные 100 т свыше 100 т

Число упаковок, отбираемых для анализа расфасованной (штучной) пищевой продукции, приведено в таблице 3.

Таблица 3

Число упаковок в партии, шт.	Число упаковок, отбираемых для анализа, шт.
< 1000	1 %, но не менее 2
1001—3000	11
3001—5000	22
5001—10000	32
10001—20000	51
20001—50000	81
> 50000	81 + дополнительно 15 шт. на каждые полные или неполные 10000 шт.

5.1.4 После отбора точечных проб из них формируют объединенную пробу путем соединения и перемешивания. В случае отбора единиц штучной продукции (упаковок) от каждой упаковки отбирается точечная проба массой в соответствии с таблицей 1 для соответствующего вида продукции.

5.1.5 Объединенная проба сыпучих материалов сокращается до величины средней пробы методом квартования.

При увеличении числа контролируемых наноматериалов и (или) наночастиц в продукции величина (масса, объем) средней пробы пропорционально увеличивается.

5.1.6 Величина (масса, объем) средней пробы должна быть достаточной для выделения из нее контрольной и лабораторной проб.

5.1.7 Величина (объем, масса) лабораторной и контрольной проб должна быть достаточной для выполнения в лаборатории анализа данного вида продукции с учетом применяемых методов анализа и числа повторностей, удовлетворяющего требованиям статистической достоверности результата.

5.1.8 Контрольная проба выделяется из средней пробы на месте в процессе отбора проб. Масса контрольной пробы должна быть не более массы лабораторной пробы и не менее наибольшей массы одной пробы, направляемой в лабораторию на один вид исследования наноматериала.

5.2 Частные случаи отбора проб продукции для определения содержания наночастиц и наноматериалов

- отбор проб кормов — по ГОСТ ISO 6497;
- отбор проб зерна, зернобобовых (кроме сои и арахиса), круп — по ГОСТ 13586.3;
- отбор проб овощей, фруктов и продукции из них — по ГОСТ 26313;
- отбор проб мяса и субпродуктов птицы, полуфабрикатов из мяса птицы — по ГОСТ 31467;
- отбор проб мяса и мясных продуктов — по ГОСТ Р 51447;
- отбор проб пищевой продукции — по ГОСТ 26669 и ГОСТ 26972;

- отбор проб молока и жидких молочных продуктов — по ГОСТ 2680;
- отбор проб консервированной пищевой продукции — по ГОСТ 8756.0;
- отбор проб безалкогольных напитков — по ГОСТ 6687.0.

5.3 Упаковка и хранение лабораторных и контрольных проб

5.3.1 Лабораторная и контрольная пробы должны храниться в чистом инертном, плотно закрытом, изолированном от воздействия атмосферного воздуха, влаги и прямого солнечного света контейнере (упаковке), создающем защиту от внешних загрязнений и повреждений в процессе транспортирования и хранения.

Материал контейнера, контактирующего с образцом продукции, должен быть водо- и жиростойким, нерастворимым и неабсорбирующим, не должен изменять химический состав продукта, придавать ему какой-либо вкус или запах.

5.3.2 Контейнер с пробой необходимо запечатать таким способом, чтобы несанкционированное вскрытие легко определялось (упаковать в сейф-пакет, опломбировать, опечатать).

5.3.3 Жидкие и вязкие пробы (вода, молоко, молочная и молокосодержащая продукция, напитки и др.) помещают в сухую чистую посуду из стекла или пищевого полиэтилена (банки или бутылки с навинчивающими пробками), пломбируют или упаковывают в сейф-пакет и маркируют.

Пробы сыпучих продуктов (минеральные удобрения, ядохимикаты, корма, сухие (инстантные) пищевые продукты) в отсутствие оригинальной упаковки помещают в мешочки из двухслойного полиэтилена, ламинированной фольги или ламинированной бумаги, далее — в сейф-пакеты, запечатывают, пломбируют и маркируют.

5.3.4 Пробы должны быть точно идентифицированы. На упаковку с контрольной пробой дополнительно наносят надпись «Контрольная проба».

Способ идентификации проб должен исключать возможность изменения данных о пробе. Этикетка продукта может быть упакована вместе с пробой.

Продукцию в потребительской упаковке (коробки, банки, плитки, пачки и др.), сохраняя оригинальную упаковку, помещают в сейф-пакет и направляют в лабораторию.

5.3.5 Контрольная проба в сейф-пакете или опломбированном (опечатанном) виде может храниться (при соблюдении условий хранения):

- у производителя (поставщика) продукции или его представителя;
- в лаборатории, проводившей анализ.

5.4 Акт отбора проб

5.4.1 Специалисты, осуществляющие отбор проб, составляют акт отбора проб в трех экземплярах. Форма акта отбора проб представлена в приложении А.

Первый экземпляр акта отбора проб предназначен для отправки в лабораторию.

Второй экземпляр акта отбора проб хранится в организации, проводившей отбор проб.

Третий экземпляр акта отбора проб остается у производителя (поставщика) продукции или его представителя.

5.4.2 В акте отбора проб обязательно делают отметку о месте хранения контрольных проб.

5.4.3 В случае если контрольная проба не была выделена при отборе проб, специалист, проводивший отбор проб, обязан сделать в акте отбора проб соответствующую отметку.

В этом случае в лаборатории, проводящей исследование, из каждой представленной на исследование пробы выделяют лабораторную и контрольную пробы. Контрольную пробу упаковывают в сейф-пакет и хранят с соблюдением условий и сроков хранения. При недостаточной для выделения контрольной пробы массе пробы, поступившей на исследование, составляется соответствующий акт, копию которого направляют организации, проводившей отбор проб.

6 Порядок и методы выявления и определения наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции

6.1 Выявлению и определению в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции подлежат нанообъекты (включая наночастицы) и технические наноматериалы, стабильные в составе продукции в течение всего периода ее годности (хранения) и для которых существуют методы их дифференцирования от аналогичных нанообъектов природного происхождения.

6.2 При выявлении и определении наночастиц, нанообъектов и технических наноматериалов в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции применяются методы ПЭМ с ДЭ и СХПЭЭ, АСМ, ДРС, а также методы элементного физико-химического анализа — АЭС и ИСП-МС. Возможности метода ПЭМ при определении отдельных характеристик наночастиц и нанообъектов в составе продукции приведены в таблице Б.1 (приложение Б).

6.2.1 Качественную идентификацию и выявление технических наноматериалов, состоящих из неорганических веществ в составе продукции, если это не оговорено особо в настоящем стандарте, осуществляют методом ПЭМ с ДЭ и СХПЭЭ (см. [2]—[6]). Перечень определяемых в методе ПЭМ показателей, характеризующих основные виды технических наноматериалов, приведен таблице Б.1 (приложение Б).

Ограничением применения ПЭМ для измерения размеров наночастиц и распределения по размерам является отсутствие метрологического обеспечения для ПЭМ. Калибровка применяемого при ПЭМ оборудования по параметру размера наночастиц/нанообъектов может быть проведена по 6.4.5.

6.2.2 При количественной оценке наноматериала на мембране методом ПЭМ необходимо производить предварительное препарирование объекта. Для этого из исследуемого материала вырезается образец размером не более чем 5х10 мм и размещается внутри кембрика из поливинилхлорида, после чего он заливается эпоксидной смолой и отверждается при комнатной температуре. Далее при помощи криоультрамикротома делается тонкий поперечный срез исследуемого материала таким образом, чтобы отделяемая стружка попадала в жидкую среду. Образец вылавливается на сетку-подложку для исследований в ПЭМ, из сетки-подложки вырубается образец, адаптированный для просмотра, размером 3 мм в диаметре.

6.3 Методы АЭС и ИСП-МС

6.3.1 Количественное определение массовой доли технических наноматериалов, состоящих из неорганических веществ, в составе продукции осуществляется с использованием методов АЭС и ИСП-МС, которые являются для целей этого определения полностью взаимозаменяемыми.

6.3.2 Метод АЭС

6.3.2.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Атомно-эмиссионный спектрометр с радиочастотным электромагнитным генератором для возбуждения индуктивно связанной аргоновой плазмы, оборудованный устройством для контроля скоростей потока аргона, компьютером для обработки выходных сигналов спектрометра с возможностью коррекции фоновых сигналов, имеющий сертификат Ростехрегулирования, зарегистрированный в Государственном реестре средств измерений.

Весы аналитические электронные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой погрешности ± 0,0005 г.

Система микроволновой пробоподготовки с 10 или более гнездами для фторопластовых автоклавов.

Фторопластовые автоклавы емкостью 20—50 $см^3$ для микроволнового разложения.

Аквадистиллятор электрический одноступенчатый или двухступенчатый по ГОСТ 28165.

Мембранная комбинированная установка для получения деионизованной воды.

Дозаторы с переменным объемом дозирования:

- 0,5—10,0 $мм^3$ с шагом 0,01 $мм^3$, с точностью ± 0,8 %;
- 2—20 $мм^3$ с шагом 0,01 $мм^3$, с точностью ± 0,8 %;
- 20—200 $мм^3$ с шагом 0,1 $мм^3$, с точностью ± 0,6%;
- 100—1000 $мм^3$ с шагом 1 $мм^3$, с точностью ± 3 %;
- 1—10 $см^3$ с шагом 0,1 $см^3$, с точностью ± 0,5%.

Стаканы химические термостойкие вместимостью 50—150 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пробирки тефлоновые градуированные на 10 $см^3$.

Одноразовые полипропиленовые градуированные центрифужные пробирки без крышек, емкостью 15 $см^3$, для хранения растворенных образцов.

Одноразовые полипропиленовые градуированные центрифужные пробирки с винтовыми крышками, емкостью 50 $см^3$, для хранения растворов стандартных образцов.

Цилиндр мерный вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Ванна ультразвуковая.

6.3.2.2 Реактивы и материалы

Кислота азотная концентрированная, ос. ч. по ГОСТ 11125, или очищенная методом перегонки в кварцевой или в термостойкой полипропиленовой посуде.

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетон, ос. ч.

Индий (III) азотнокислый.

Образцы состава растворов многоэлементные стандартные опорные для АЭС.

Скальпель по ГОСТ 21240.

Фильтровальная бумага.

Пленка защитная лабораторная типа *Parafilm* или подобная.

6.3.2.3 Порядок проведения исследования

Все процедуры подготовки проб к анализу должны исключать возможность внесения в них загрязнений. Используемую для пробоподготовки фторопластовую посуду тщательно промывают в ультразвуковой ванне в разбавленной 1:1 азотной кислоте и трижды ополаскивают деионизованной водой.

Подготовка проб сухих и жидких продуктов осуществляется методом сухой минерализации по ГОСТ 26929. Подготовка к анализу проб жиров (растительного масла) осуществляется по ГОСТ 26929 методом «мокрой» (кислотной) минерализации. В целях повышения точности и воспроизводимости определения, сокращения возможных потерь определяемых наноматериалов рекомендуется использовать системы микроволновой пробоподготовки.

Определение проводят путем измерения содержания маркерных для данного наноматериала химических элементов после внесения поправок на возможные эффекты со стороны полиатомных интерференций.

Маркерные химические элементы, подлежащие измерению по таблице Б.2 (приложение Б).

6.3.2.4 Микроволновая подготовка проб

Исследуемый образец продукции массой 0,1—0,5 г взвешивают на аналитических весах с точностью ± 0,001 г и помещают во фторопластовый автоклав и добавляют 5 $см^3$ азотной кислоты. Автоклав с пробой помещают в микроволновую печь и разлагают пробу, используя программу разложения, рекомендованную изготовителем микроволновой печи. После завершения программы и охлаждения автоклава его встряхивают для перемешивания содержимого и приоткрывают крышку для уравновешивания давления. Качественно разложенная проба после отгона окислов азота должна представлять собой бесцветный или желтоватый прозрачный раствор, без нерастворившихся частиц на дне и на стенках вкладыша. Растворенную пробу количественно переносят в пробирку объемом 15 $см^3$, троекратно встряхивая вкладыш с крышкой с 1 $см^3$ деионизованной воды и перенося каждый смыв в пробирку, доводят объем до 10 $см^3$ деионизованной водой, закрывают и перемешивают. Автоматическим дозатором со сменным наконечником отбирают аликвотную часть 1 $см^3$ и доводят до 10 $см^3$ 0,5 %-ной азотной кислотой, закрывают защитной лабораторной пленкой, передают на анализ. Данные об объеме аликвотной части и объеме разведения вводят в программное обеспечение спектрометра вместе с названием и навеской образца.

Раствор холостой пробы готовят с выполнением всех указанных выше операций, за исключением операции взятия навески.

6.3.2.5 Приготовление стандартных градуировочных растворов

Рабочие стандартные градуировочные растворы готовят разбавлением стандартных опорных многоэлементных растворов. Приготовленные 10—50 $см^3$ стандартных растворов сохраняют в одноразовых полипропиленовых пробирках. Рассчитывают концентрации исследуемых элементов в приготовленных стандартных растворах, вводят в память компьютера, в файл программного пакета. В готовый рабочий стандартный раствор добавляют раствор азотнокислого индия с концентрацией ~1000 мг/$дм^3$ по In, из расчета 100 $мм^3$ на каждые 10 $см^3$ стандарта. Рабочие стандартные градуировочные растворы сохраняют и расходуют в течение 1—5 рабочих дней.

6.3.2.6 Подготовка спектрометра к работе

Спектрометр подготавливают к работе в соответствии с руководством пользователя (инструкцией) по эксплуатации. Необходимые режимы работы устанавливают в соответствии с рекомендациями фирмы-изготовителя. После запуска прибора производят проверку технических характеристик, выполняя тест эквивалентной фоновой концентрации, тест на воспроизводимость, тест на предел обнаружения.

6.3.2.7 Градуировка спектрометра

Градуировку спектрометра выполняют перед началом измерений, используя градуировочные растворы. Построение градуировочного графика, обработку и хранение результатов градуировки спектрометра выполняют с использованием программного обеспечения спектрометра.

6.3.2.8 Выполнение измерений

Ввод в спектрометр подготовленной пробы, установление оптимального режима регистрации спектров, измерение атомного эмиссионного излучения и концентрации определяемых элементов проводят с учетом требований руководства (инструкции) по эксплуатации спектрометра и с использованием полученного по 6.4.2.7 градуировочного графика. Интенсивность и положение спектральных линий измеряются и обрабатываются компьютерной системой спектрометра.

Для измерения используют спектральные линии элементов, наиболее предпочтительные по совокупности характеристик. Важнейшими из них являются интенсивность, отсутствие спектральных наложений, отношение сигнал/шум, достигаемый предел обнаружения. При отладке методики проводят измерения по 3—5 линиям на элемент, затем из них выбирают наилучшую для постоянной работы.

Поправки на влияние фона при возникновении матричных эффектов и подавление взаимного влияния определяемых элементов вследствие спектральных наложений осуществляют при помощи программного обеспечения спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. Спектральных наложений избегают выбором наилучших аналитических длин волн в эмиссионных спектрах определяемых элементов. Для устранения влияния линий (интерферентов и фона плазмы) применяют алгоритм мультиспектральной фильтрации помех и фона, реализованный в программном обеспечении.

Аналитические сигналы обрабатывают при помощи программного обеспечения спектрометра, используя градуировочные графики с учетом и коррекцией фона, при необходимости с учетом взаимного влияния измеряемых элементов. Обработка результатов измерений по ГОСТ Р 8.736. Результаты измерений заносятся в протокол исследования.

6.3.3 Метод ИСП-МС

6.3.3.1 Средства измерения и вспомогательное оборудование

Масс-спектрометр квадрупольный с индуктивно связанной плазмой, оборудованный компьютером для обработки выходных сигналов спектрометра с возможностью коррекции спектральных изобарных наложений, полиатомных наложений, вызванных матрицами образцов, реагентов и газами плазмы, транспортных помех, имеющий сертификат Ростехрегулирования, зарегистрированный в Государственном реестре средств измерений.

Комплектация ОРС (желательна) для устранения интерференций со стороны полиатомных ионов (см. 6.3.3.6).

Системы микроволновой пробоподготовки по 6.3.2.1.

Оборудование вспомогательное по 6.3.2.1.

6.3.3.2 Реактивы и материалы

Кислота азотная концентрированная, ос. ч. по ГОСТ 11125, или очищенная методом перегонки в кварцевой или в термостойкой полипропиленовой посуде.

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода деионизованная, с удельным сопротивлением 15—18 МОм·см^2.

Ацетон, ос. ч.

Индий (III) азотнокислый.

Образцы состава растворов многоэлементные стандартные опорные для масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Скальпель по ГОСТ 21240.

Пленка защитная лабораторная типа *Parafilm*.

6.3.3.3 Порядок проведения исследования

Все процедуры подготовки проб к анализу должны исключать возможность внесения в них загрязнений. Используемую для пробоподготовки фторопластовую посуду тщательно промывают в ультразвуковой ванне в разбавленной 1:1 азотной кислоте и трижды ополаскивают деионизованной водой.

Подготовка проб продукции по 6.3.2.3, 6.3.2.4.

Определение проводят путем измерения содержания маркерных для данного наноматериала химических элементов после внесения поправок на возможные эффекты со стороны полиатомных интерференций.

Маркерные химические элементы, подлежащие измерению по таблице Б.2 (приложение Б).

6.3.3.4 Приготовление стандартных растворов

Рабочие стандартные растворы готовят путем смешивания нескольких опорных многоэлементных стандартных растворов для масс-спектрометрии, содержащих разные группы элементов. Для градуировки спектрометра используются три рабочих стандарта, содержащих по 10, 40 и 100 мкг/дм^3 всех элементов, за исключением ртути, содержание которой составляет 1 и 4 мкг/дм^3 в первых двух стандартных растворах. Для более точного определения элементов, входящих в состав наноматериалов, может потребоваться применение стандартного раствора, в котором их концентрации были бы одного порядка с верхними границами диапазона содержания элементов в исследуемом объекте с учетом применяемого фактора разбавления. Приготовленные рабочие растворы сохраняются в полипропиленовых пробирках объемом 50 см^3. Рекомендуется использовать рабочие стандарты для градуировки масс-спектрометра в течение 3—5 дней после приготовления.

6.3.3.5 Подготовка масс-спектрометра

Масс-спектрометр подготавливают к работе в соответствии с руководством пользователя (инструкцией по эксплуатации). Необходимые режимы работы устанавливают в соответствии с рекомендациями производителя. После запуска прибора производят проверку рабочих характеристик прибора, включая проверку чувствительности во всем диапазоне масс, проверку уровня фона, уровня вторичных оксидных и двузарядных ионов, воспроизводимости.

6.3.3.6 Коррекция спектральных изобарных наложений, коррекция полиатомных наложений, вызванных матрицами образцов, реагентов и газами плазмы, коррекция транспортных помех

Коррекция изобарных наложений, создаваемых ионами различных элементов с совпадающим отношением массы к заряду (изобарами), осуществляется автоматически с помощью программного обеспечения масс-спектрометра.

Для устранения и коррекции спектральных наложений от полиатомных ионов в ИСП-МС применяются несколько способов, выбор которых зависит от определяемого элемента:

- исключение из процесса пробоподготовки реагентов, вызывающих спектральные наложения, например использование азотной кислоты вместо соляной, которая вызывает образование хлорсодержащих полиатомных ионов (для V, Cr, As, испытывающих наложения от полиатомных ионов ClO^+, $ArCl^+$);
- удаление остаточных количеств органической матрицы, мешающей определению Cr, Al, Si из-за полиатомных ионов ArC^+, CN^+, CO^+, путем микроволновой минерализации по 6.3.2.4;
- учет наложений при помощи эмпирических соотношений для накладывающихся ионов (например, учет влияния $^{40}Ar^{35}Cl^+$ на массе 75 по иону $^{40}Ar^{37}As^+$ на массе 77 при определении As);
- применение дискриминации по энергиям для удаления всех без исключения полиатомных образований при работе на приборах с ОРС. Метод устраняет влияние полиатомных ионов и улучшает пределы обнаружения на 1—3 десятичных порядка. В системе ОРС используется дополнительный октополь — ячейка ОРС, расположенная перед квадруполем масс-анализатора. Влияние полиатомных ионов устраняется путем дискриминации по энергиям в результате взаимодействий с молекулами нейтрального газа, напускаемого в ячейку ОРС. В качестве реакционного газа используется гелий. Таким образом, система ОРС осуществляет эффективную фильтрацию полиатомных ионов, уменьшает общий фон и увеличивает стабильность сигналов.

Транспортные помехи возникают из-за различия в вязкости и поверхностном натяжении между градуировочными стандартными растворами и пробами. Вязкость растворов влияет на эффективность распыления и, как следствие, воздействует на сигнал каждого анализируемого изотопа в растворе. Вязкость водных растворов зависит от концентрации кислоты и от концентрации матричных компонентов. С использованием высоких разбавлений для проб с остаточной органической матрицей (не менее 1:300 относительно исходной минерализованной пробы) и нормализации кислотного фона в стандартных растворах, холостых и исследуемых пробах влияние транспортных помех можно уменьшить до незначимого уровня. При работе с меньшими разбавлениями (от 1:10 до 1:100) рекомендуется убедиться в отсутствии помех, проанализировав серию последовательных разбавлений одной пробы (например, 1:10, 1:50, 1:100, 1:200), и выбрать фактор разбавления, при котором не страдает чувствительность определения элементов. Если транспортные помехи невозможно устранить, следует применить внутреннюю стандартизацию, добавляя во все холостые и исследуемые пробы, стандартные растворы внутреннего стандарта — раствора индия (III) азотнокислого, чтобы получить конечную концентрацию во всех растворах 10 мкг/дм^3. Применение внутренней стандартизации также позволяет компенсировать погрешности разбавления образцов и учесть матричные влияния на плазму и поток ионов.

6.3.3.7 Градуировка масс-спектрометра

Градуировку спектрометра выполняют перед началом измерений полностью подготовленных проб, используя стандартные растворы по 6.3.3.4. Определение градуировочной зависимости, обработка и хранение результатов градуировки выполняются программным обеспечением спектрометра. Проверка градуировок проводится перед началом и по окончании исследования образцов. Современные программные пакеты для ИСП-МС-систем позволяют задавать критерии допустимого качества градуировочных зависимостей, основанные на точности и воспроизводимости результатов, а также на коэффициенте корреляции, и программировать алгоритм автоматических измерений, который может включать повторные градуировки без участия оператора.

Для выявления и учета дрейфа чувствительности прибора повторные измерения проверочных стандартов и/или полные повторные градуировки рекомендуется проводить каждые 1—2 ч работы (через каждые 15—30 образцов) в зависимости от стабильности окружающей температуры, питающего напряжения и других условий в лаборатории.

6.3.3.8 Выполнение измерений

Ввод в масс-спектрометр подготовленной пробы, измерение сигналов изотопов проводят с учетом требований руководства (инструкции) по эксплуатации прибора. Устанавливают оптимальный режим регистрации масс-спектров и измерений в соответствии с рекомендациями производителя данного прибора. Первичная обработка сигналов и расчет концентраций проводятся программным обеспечением автоматически на основании параметров используемого метода и данных проведенной градуировки. Для измерений используются изотопы, наиболее предпочтительные по совокупности характеристик. Важнейшими из них являются относительная распространенность, отсутствие или низкий уровень спектральных полиатомных наложений, достигаемый предел обнаружения.

6.3.3.9 Обработка результатов измерений

Аналитические сигналы обрабатываются программным обеспечением масс-спектрометра на основе построенных градуировочных зависимостей, рассчитанных методом наименьших квадратов (линейная регрессия), с учетом коррекции фона, внутренней стандартизации, а также с учетом влияния изобарных и полиатомных спектральных наложений. Результат определения каждого элемента представляется как среднее из нескольких (не менее двух) параллельных измерений анализируемого образца. Обработка результатов измерений по ГОСТ Р 8.736.

Результаты измерений заносятся в протокол исследования.

6.4 Метод АСМ

6.4.1 Для жидких пищевых продуктов, не содержащих естественных нанодисперсий, при определении содержания количества наночастиц неорганических веществ искусственного происхождения в составе продукции применяется метод АСМ.

6.4.2 Оборудование, материалы и реактивы:

Микроскоп атомно-силовой с радиусом кривизны иглы 1 нм.

Мембрана для ультрафильтрации или нанофильтрации с диаметром пор не более 5 нм.

Примечание — Применяемая при фильтрации образца мембрана не должна иметь шероховатостей, соизмеримых по размеру с задерживаемыми на ней наночастицами.

Подложка из слюды.

Эксикатор.

Дозаторы с переменным объемом дозирования:

- 2—20 мм^3 с шагом 0,01 мм^3 с точностью ± 0,8 %;
- 20—200 мм^3 с шагом 0,1 мм^3 с точностью ± 0,6 %;
- 100—1000 мм^3 с шагом 1 мм^3 с точностью ± 3 %.

6.4.3 Проведение анализа

6.4.3.1 Калибровку атомно-силового микроскопа и измерения проводят по ГОСТ Р 8.635.

При подготовке образца для измерения порцию жидкой пробы продукта объемом 10 мм^3 наносят на подложку из слюды, сушат на воздухе при комнатной температуре и затем исследуют в атомно-силовом микроскопе.

В случаях, когда закрепление наночастиц высушиванием на воздухе может приводить к агрегации или естественная концентрация наночастиц мала для обеспечения статистически надежного определения, допускается проводить предварительную ультрафильтрацию или нанофильтрацию анализируемой жидкости на мембране с диаметром пор не более 5 нм. Для этого 10 см^3 пробы фильтруют под

давлением не менее 500 кПа, создаваемого азотом. После фильтрации мембрану высушивают при комнатной температуре в эксикаторе, после чего проводится анализ методом АСМ.

6.4.3.2 Ряд жидких пищевых продуктов, содержащих естественные включения, сравнимые с наночастицами по размеру (пиво, молоко и т. п.), перед исследованием методом АСМ необходимо подвергнуть химической обработке, чтобы, например, в случае молока избавиться от частиц жира и белка, которые не позволят при помощи метода АСМ выявить наночастицы на получаемых АСМ-изображениях.

В данном случае АСМ-анализ состоит в следующем:

- микрофильтрация пробы с целью удаления крупных частиц/капель пищевого жира или белка размером более 100 нм;
- ультрафильтрация или нанофильтрация с целью осаждения наночастиц на мембране;
- энзиматическое разложение осадка на мембране и смыв органических компонентов;
- сушка мембраны с наночастицами на поверхности;
- подсчет числа частиц на единице поверхности фильтра при помощи АСМ;
- определение размеров и концентрации наночастиц.

6.4.3.3 Берут точно отмеренный объем раствора нанодисперсии в жидкой матрице, фильтруют на мембране строго определенной площади S, сушат, определяют количество наночастиц, приходящееся на единицу объема пробы, и их распределение по размерам на атомно-силовом микроскопе путем прямого подсчета.

6.4.4 Обработка результатов

В случае работы с концентрированными образцами наночастиц должна быть обеспечена способность различить границы частиц в сложных агломератах или агрегатах. Для этого уменьшают объем фильтруемой пробы и/или проводят разведение образца подходящим растворителем или обработку ультразвуком. В случае, если эти приемы не достигают требуемой цели, при обработке получаемых изображений может быть использован модуль *Image Analysis* или аналогичное программное обеспечение.

В поле зрения микроскопа производится подсчет числа частиц по формуле

$$C_{\text{нано}} = n \cdot \frac{S}{s} \cdot \frac{1}{V}, \quad (1)$$

где $C_{\text{нано}}$ — количество наночастиц на единицу объема пробы, $см^{-3}$;

n — количество частиц в поле зрения, штук;

S — площадь мембраны, $мм^2$;

s — площадь поля зрения микроскопа, $мм^2$;

V — объем образца, пропущенного через мембрану, $см^3$.

Количество частиц n берется в виде средней величины от 10 измерений площадок в разных частях мембраны.

Для проверки возможности потерь наноматериала вследствие его прохода через мембрану порцию фильтрата высушивают на слюде для АСМ или подложке (сеточке) для ПЭМ. В случае выявления наночастиц на полученном микропрепарате определяют концентрацию прошедшего через мембрану наноматериала по формуле

$$C_{\text{потерь}} = \nu \cdot \frac{S}{s} \cdot \frac{1}{w}, \quad (2)$$

где $C_{\text{потерь}}$ — количество частиц, прошедших через мембрану, на единицу объема пробы, $см^{-3}$;

ν — количество частиц в поле зрения, штук,

S — площадь пятна высушенного образца, $мм^2$;

s — площадь поля зрения микроскопа, $мм^2$;

w — объем образца, пропущенного через мембрану, $см^3$.

В определенную величину количества наночастиц на единицу объема пробы вносится поправка на потери («проскок») наноматериала на мембране:

$$C_{ист} = C_{нано} + C_{потерь}, \quad (3)$$

где $C_{ист}$ — истинное количество наночастиц в единице объема пробы, $см^{-3}$.

Для обеспечения удовлетворительной статистической выборки суммарное количество наночастиц должно быть не менее 100 шт.

6.4.5 Метод АСМ используется для обеспечения прослеживаемости измерений размеров наночастиц и нанообъектов при помощи ПЭМ.

При помощи откалиброванного АСМ проводят измерение образца, содержащего электронноплотные наночастицы (например, наночастицы оксидов металлов). Получают функцию распределения частиц по размерам (выражаемым в нм) в данном образце. Данная функция является калибровочной функцией для ПЭМ. После этого тот же самый образец помещают в ПЭМ, где также получают функцию распределения частиц по размерам в условных единицах. Полученные функции распределения по размерам наночастиц (либо результаты геометрических измерений размеров отдельных наночастиц) в методах ПЭМ и АСМ сопоставляют между собой и определяют поправочный коэффициент для перевода условных единиц размера частиц в методе ПЭМ в нм.

Перекалибровку ПЭМ следует проводить при любом изменении условий работы ПЭМ, но не реже одного раза в месяц.

6.5 Определение размера наночастиц методом ДРС

6.5.1 Если достоверно известно, что продукт не содержит естественные включения твердой или жидкой фазы, сравнимые с наночастицами по размеру (вода, масло), при определении размера наночастиц используют метод ДРС в соответствии с ГОСТ Р 8.774 со следующим дополнением.

Методом ДРС допускается производить измерение размеров частиц в растворах, содержащих частицы дисперсной фазы не более чем двух размерных классов, соизмеримых с размерами наночастиц. При этом ожидаемое количество пиков в пределах от 1 до 100 нм не должно быть более трех.

Перед началом измерений методом ДРС убеждаются, что в растворе отсутствуют примеси, которые могут влиять на точность определения параметров частиц (капли жира, агрегаты молекул белка, пыль и др.). Необходимость этого связана с тем, что частицы размера более 1 мкм вносят непропорционально большой в сравнении с их количеством вклад в интенсивность светорассеяния, что может сделать невозможной детекцию частиц меньшего размера.

6.5.2 Определение размера наночастиц и распределения по размерам методом ДРС в продукции в присутствии пищевого матрикса возможно при наличии средств, позволяющих удалить данный матрикс из образца методом последовательной экстракции. Экстракцию проводят при соотношении образец — экстрагент обычно от 1:5 до 1:100 по массе в стеклянной или полиэтиленовой посуде в течение не менее 1 ч, не менее чем двукратно для каждого последовательно применяемого типа экстрагентов. После этого разделение жидкой и твердой фаз осуществляют центрифугированием при ускорении не менее 10000*g* в течение не менее 30 мин. В случае последовательной (многоступенчатой) обработки экстрагентами обработку гидрофобными (органическими) растворителями проводят прежде обработки водой и водными буферными растворами. Основные типы растворителей, пригодных для удаления компонентов пищевого матрикса, и режимы обработки — по таблице Б.3 (приложение Б).

6.5.3 В случае разногласий по результатам анализа по методу ДРС определения размеров частиц применяют метод АСМ по 6.4.

6.6 Расчет количества наночастиц, содержащихся в продукции

При наличии данных, полученных методами ПЭМ или ДРС, о размере наночастиц и данных, полученных методами АЭС или ИСП-МС, о содержании (концентрации) вещества наноматериала в пробе возможно определение количества частиц дисперсной фазы наноматериала в единице массы (объема) продукции по формуле

$$N = \frac{C \cdot 10^{18}}{4/3 \cdot \pi \cdot R^3 \cdot \rho}, \quad (4)$$

где N — число частиц в 1 кг или в 1 дм^3 образца, выраженное в кг$^{-1}$ или дм$^{-3}$;

C — концентрация наноматериала, определенная методом АЭС или ИСП-МС, скорректированная на содержание индикаторного элемента в образце наноматериала, выраженная в мг/кг или в мг/дм^3;

10^{18} — переводной коэффициент при переходе от нанометров к сантиметрам и от граммов к миллиграммам;

R — средний радиус наночастицы, нм;

ρ — плотность сплошной фазы наноматериала, г/см^3.

Пример

В 1 кг тестируемого материала выявлено содержание серебра, равное 1 мг/кг образца. Методом ПЭМ установлено наличие наночастиц серебра со средним радиусом 10 нм. Принимая плотность серебра равной 7,3 г/см^3, имеем:

$$N = (1 \cdot 10^{18}):[(4:3) \cdot 3{,}14 \cdot 10^3 \cdot 7{,}3)] = 3{,}2 \cdot 10^{14} \text{ кг}^{-1},$$

т. е. в 1 килограмме образца содержится $3{,}2 \cdot 10^{14}$ наночастиц серебра.

Примечание — Расчет числа частиц по формуле (4) возможен, если отношение максимального линейного размера наночастицы к минимальному по трем пространственным осям не более 2,0.

6.7 Определение содержания фуллеренов

6.7.1 Количественное содержание фуллеренов в сельскохозяйственной и пищевой продукции определяют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии после количественной экстракции фуллеренов органическими растворителями. Метод не применим к химически модифицированным фуллеренам.

6.7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, лабораторная посуда и реактивы

Хроматограф жидкостный высокого давления, снабженный колонкой с силикагелем, химически связанным с октадецилсиланом (фаза C_{18}): размер частиц (5 ± 1) мкм; длина колонки (150 ± 10) мм; внутренний диаметр колонки (4,6 ± 0,2) мм; и проточным диодно-матричным спектрофотометрическим детектором, позволяющим проводить измерения при длинах волн 320 и 340 нм.

Весы электронные неавтоматического действия I специального класса точности по ГОСТ Р 53228, размер поверочного деления менее 0,001 г.

Гомогенизатор лабораторный.

Ванна ультразвуковая с частотой 37—44 кГц, удельной мощностью не менее 1 Вт/см^3.

Встряхиватель лабораторный.

Центрифуга с угловым ротором, рассчитанная на ускорение не менее 15000*g*.

Испаритель роторный.

Шкаф сушильный с терморегулятором, поддерживающим температуру с погрешностью до ± 1 °С.

Фильтры тефлоновые с размером пор 0,22 мкм.

Шприцы инъекционные однократного применения по ГОСТ ISO 7886-1 вместимостью 5 и 10 см^3.

Цилиндры, колбы мерные стеклянные I класса точности исполнение 1 по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100 и 1000 см^3.

Пипетки полуавтоматические лабораторные I класса точности: 1—10, 20—200, 200—1000 и 500—5000 мм^3.

Микрошприцы хроматографические вместимостью 10 и 100 мм^3.

Примечание — Примером хроматографических шприцов могут быть хроматографические шприцы «Hamilton». Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования другого оборудования с аналогичными свойствами.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336:
- стаканы тип В исполнение 1 вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$;
- колбы плоскодонные тип Кн исполнение 1 вместимостью 50 и 100 $см^3$;
- колбы остродонные тип О вместимостью 50 $см^3$ со шлифом № 14;
- пипетки пастеровские;
- пробирки тип П4 со шлифом № 14 вместимостью 10 $см^3$ с пробками.

Пробирки центрифужные полиэтиленовые или тефлоновые вместимостью 10 $см^3$ с крышками.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Буфер натрий-фосфатный с содержанием фосфат-ионов с концентрацией фосфат-ионов 0,01 моль/$дм^3$ pH 7,4 ед. pH, содержащий 0,15 моль/$дм^3$ NaCl, таблетированный концентрат.

Примечание — Допускается использование калий-фосфатного буфера с той же концентрацией фосфат-ионов.

Толуол по ГОСТ 5789, х. ч.

Ацетонитрил для хроматографии.

Образцы фуллеренов стандартные С60 и С70, с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

6.7.3 Проведение анализа

6.7.3.1 Экстракцию фуллеренов из образцов продукции проводят при комнатной температуре в помещении с экранированным солнечным светом.

6.7.3.2 Твердую (плотную) продукцию гомогенизируют в соотношении 1:4 по массе в натрий-фосфатном буфере с молярной концентрацией фосфат-ионов 0,01 моль/$дм^3$ при 7,4 ед. pH, содержащем 0,15 моль/$дм^3$ NaCl, с помощью лабораторного гомогенизатора.

6.7.3.3 2 $см^3$ гомогената или 2 $см^3$ жидкого продукта смешивают с 4,5 $см^3$ ледяной уксусной кислоты. Смесь обрабатывают ультразвуком частотой 37 кГц в течение 20 мин в ультразвуковой ванне. Затем к пробам добавляют по 5 $см^3$ толуола. Смесь интенсивно перемешивают на лабораторном встряхивателе в течение 1 ч.

6.7.3.4 Далее для отделения толуольной фракции пробы центрифугируют в лабораторной центрифуге при ускорении 14000*g* в течение 20 мин.

6.7.3.5 Толуольную фракцию отбирают в остродонную колбу с помощью пастеровской пипетки. Остаток пробы подвергают экстракции еще два раза последовательно по 6.8.3.3.

6.7.3.6 Объединенный толуольный экстракт досуха упаривают на роторном испарителе, удаляют остатки влаги высушиванием в сушильном шкафу при температуре (60 ± 1) °С. Полученный остаток растворяют в 1 $см^3$ толуола, обрабатывают ультразвуком в ультразвуковой ванне при частоте 37—44 кГц в течение 1 мин при мощности 1 Вт/$см^3$, фильтруют полученный раствор через тефлоновый фильтр с диаметром пор 0,22 мкм. Фильтрат разбавляют ацетонитрилом (марки «для хроматографии») до соотношения толуол — ацетонитрил 55:45 (подвижная фаза).

6.7.3.7 Проводят хроматографический анализ с использованием подвижной фазы толуол — ацетонитрил 55:45 (по объему); скорость подачи подвижной фазы 1,0 $см^3$/мин. Объем вводимой пробы 10—100 $мм^3$.

6.7.3.8 Регистрацию фуллеренов осуществляют с помощью проточного спектрофотометрического детектора, определяя длину волны детекции по спектру поглощения пика фуллерена в интервале длин волн 300—400 нм. Спектр толуольного раствора фуллерена С60 в диодно-матричном проточном спектрофотометрическом детекторе приведен на рисунке В.1 (приложение В).

6.7.3.9 Время выхода хроматографического пика фуллерена составляет 7,5—8 мин. Площадь хроматографического пика определяют в $мм^2$ или в относительных единицах площади, используя автоматический интегратор пиков хроматографа. Допускается определение площади пика по распечатке хроматограммы гравиметрическим методом с использованием аналитических весов.

6.7.3.10 Для проведения количественного определения фуллерена С60 в пробах готовят градуировочные растворы. Для этого на аналитических весах взвешивают 50—100 мг образца сравнения фуллерена с массовой долей основного вещества не менее 99 % по массе с точностью ± 0,5 мг и растворяют в толуоле в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, получая стандартный запасной раствор. Рассчитывают концентрацию фуллерена в стандартном запасном растворе в единицах мг/$см^3$. Далее из полученного стандартного запасного раствора готовят градуировочные растворы путем его разведения в толуоле до нужных концентраций в интервале от 0,0001 до 0,1 мг/$см^3$ (приложение Г) с использованием автоматических пипеток и мерных колб вместимостью 50 и 100 $см^3$.

6.7.3.11 Хроматографию градуировочных растворов и определение площадей пиков на хроматограммах проводят в тех же условиях, что и для исследуемых проб.

Градуировочный график строят с помощью градуировочных растворов фуллеренов в координатах: площадь хроматографического пика (отн. ед.) и масса фуллерена в пробе (нг).

Градуировочный график строят не менее чем по 5 точкам, рассчитывая его параметры (наклон, отрезок) по методу наименьших квадратов (линейная регрессия). Возможно использование встроенной программы обработки данных хроматографа для построения градуировочного графика.

Стабильность градуировочной характеристики проверяют в каждом цикле измерений по окончании проведения хроматографии исследуемых проб.

6.7.3.12 Содержание фуллерена $C_ф$, мг на кг (дм^3) продукции вычисляют по формуле

$$C_ф = m \cdot \frac{V}{w} \cdot 500 \cdot k \cdot 10^{-6} \cdot \frac{100}{\sigma}, \quad (5)$$

где m — масса фуллерена, определенная по градуировочному графику, нг;

V — объем толуольного экстракта фуллерена из пробы после разведения ацетонитрилом, мм^3;

w — объем экстракта, нанесенного на колонку, мм^3;

500 — коэффициент пересчета от массы пробы 2 г к 1 кг продукции;

k — коэффициент, определяемый кратностью разбавления образца при гомогенизации (для твердой или вязкой пробы k = 5, для жидкой k = 1;

10^{-6} — переводной коэффициент при переходе от нанограммов к миллиграммам;

100 — коэффициент, отвечающий 100 % полноте извлечения фуллерена из пробы;

σ — полнота извлечения, %.

Примечание — Полнота извлечения определяется по методу добавок путем измерения содержания фуллерена в пробе продукции, к которой добавлено известное количество стандартного образца фуллерена по [2].

Пример расчета содержания фуллерена С60 в продукте приведен в приложении Г.

6.7.3.13 Контроль стабильности результатов определения по ГОСТ Р ИСО 5725-6. Метрологическая характеристика метода определения фуллерена по ГОСТ Р ИСО 5725-1 приведена в таблице 4.

Таблица 4 — Метрологическая характеристика метода определения фуллеренов С60 в специализированной пищевой продукции

Метрологические характеристики	Концентрация фуллерена С60 в пробе		
	от 0,5 до 5,0 мг/кг (дм^3) включ	более 5,0 до 50,0 мг/кг (дм^3) включ	более 50,0 мг/кг (дм^3)*
Предел повторяемости r, %, для уровня значимости $p \le 0,05$	29	26	25
Предел воспроизводимости R, %	36	30	29
Полнота извлечения веществ, % не менее	80		

* Без учета погрешности определения объемов при разбавлении пробы перед нанесением на хроматографическую колонку.

6.8 Выявление, идентификация и количественное определение наноматериалов биогенного происхождения

Выявление, идентификация и количественное определение наноматериалов биогенного происхождения, содержащих в своем составе нуклеиновые кислоты, в продукции сельскохозяйственного назначения (средства защиты растений, ветеринарные препараты) и пищевой продукции проводится методом ПЦР. Порядок проведения анализа, требования к квалификации персонала, оснащению лабораторий, средствам измерения и вспомогательному оборудованию — по [2]—[4], ГОСТ Р 52833.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма акта отбора проб

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

_____
(штамп организации, осуществляющей отбор проб)

Адрес: _____

Телефон:_____, факс:_____, электронная почта_____

АКТ
отбора проб продукции

№ 00-00- /_____ от «_____» _____ 20_____ г.

Город (район, населенный пункт) _____

Место отбора проб _____

_____
(наименование и адрес предприятия, хранилища (склада) или № транспортного средства его местонахождение)

Мною (нами), _____
(представитель(ли) контролирующего органа; Ф.И.О.)

в присутствии _____
(должность, Ф.И.О. представителя производителя поставщика продукции)

проведен осмотр _____
(указать наименование продукции)

_____

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

Сопроводительные документы: (ненужное зачеркнуть)

Санитарно-эпидемиологическое заключение от _____ № _____,

Декларация изготовителя о качестве и безопасности от _____ № _____,

(для продукции импортного происхождения)

Товарно-транспортная накладная от _____ № _____,

отсутствие документов _____
(указать, каких)

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

_____,

срок годности _____

Результат осмотра продукции _____

_____

_____

_____

Цель проведения лабораторных исследований продукции: _____

Пробы отобраны в _____ч _____ мин согласно _____
(указать наименование документа)

в количестве _____, пронумерованы и опломбированы (опечатаны)

_____
(указать 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)

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.)

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 _____

_____

Представитель организации, осуществлявшей отправку, доставку проб в лабораторию

_____ _____
(подпись) (Ф.И.О.)

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

1-й экземпляр предназначен для отправки в лабораторию;

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

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

Приложение Б
(справочное)

Справочные данные для проведения качественного и количественного определения наноматериалов в продукции стандартизованными методами

Таблица Б.1 — Список показателей приоритетных наноматериалов, определяемых с использованием просвечивающей электронной микроскопии

Наноматериал	Характеризуемый показатель				
	Химический состав	Размер частиц	Форма частиц	Фазовый состав	Агрегация/ агломерация
Фуллерены	*	ПЭМ**	Анализ изображений	*	ПЭМ
Углеродные нанотрубки	*	ПЭМ**	Анализ изображений	*	ПЭМ
Наночастицы серебра	ДЭ	ПЭМ	Анализ изображений	*	ПЭМ
Наночастицы диоксида титана	СХПЭЭ	ПЭМ	ПЭМ, анализ изображений	Дифракция электронов	ПЭМ
Наночастицы диоксида кремния	СХПЭЭ	ПЭМ	ПЭМ, анализ изображений	Дифракция электронов	ПЭМ
Наночастицы оксида алюминия	СХПЭЭ	ПЭМ**	ПЭМ, анализ изображений	Дифракция электронов	ПЭМ
Наночастицы оксида цинка	ДЭ	ПЭМ	ПЭМ, анализ изображений	*	ПЭМ
Наночастицы оксида железа	ДЭ	ПЭМ	ПЭМ, анализ изображений	*	ПЭМ
Наноглины	*	*	ПЭМ	*	ПЭМ
Наночастицы полимеров	*	ПЭМ**	ПЭМ, анализ изображений	*	*
Нанолипосомы	*	ПЭМ**	*	*	*
Наноэмульсии	*	ПЭМ**	*	*	*

* Данный показатель с использованием ПЭМ и ее дополнительных опций не определяется.

** Дополнительно необходимо контрастирование образца солями тяжелых металлов по [2].

Таблица Б.2 — Список приоритетных наноматериалов и соответствующих индикаторных химических элементов для определения методами ИСП-МС и АЭС

Тип наноматериала	Индикаторный химический элемент	Предел обнаружения мг/кг образца	Содержание индикаторного элемента в наноматериале, %*
Наночастицы серебра	Ag	1×10^{-6}	Более 99
Наночастицы диоксида титана (анатаз, рутил)	Ti	1×10^{-6}	59,9
Наночастицы диоксида кремния (кварц, кремнезем)	Si	5×10^{-6}	Не более 46,8
Наночастицы оксида алюминия	Al	1×10^{-6}	52,9
Наночастицы глин	Al	1×10^{-6}	20,9
Наночастицы оксида цинка	Zn	1×10^{-6}	78,4

Окончание таблицы Б.2

Тип наноматериала	Индикаторный химический элемент	Предел обнаружения мг/кг образца	Содержание индикаторного элемента в наноматериале, %*
Наночастицы оксида железа	Fe	1×10^{-6}	не более 77,7
Нанотрубки	Fe Co Ni Cu	1×10^{-6}	не более 3
*Для уточнения показателя рекомендуется проведение определения элементного состава образца наночастиц, предоставленного производителем (поставщиком) продукции.			

Таблица Б.3 — Экстракционные системы, применяемые при удалении основных видов пищевого матрикса из продукции, содержащей наноматериалы

Матрикс (пищевые вещества)	Состав экстрагента	Условия (температура, время)	Примечание
Глобулярные белки (молочная сыворотка, кровь, куриное яйцо и др.)	Вода*; 0,01 Na-фосфатный или К-фосфатный буфер** pH 7,4 с содержанием 0,01 моль/дм^3 фосфат-ионов и 0,15 моль/дм^3 NaCl	(20 ± 2) °С, 1 ч	—
Фибриллярные белки (коллаген, желатина)	Вода	(90 ± 5) °С, 1 ч	Предварительное набухание 1 ч при 20 °С, перед центрифугированием — охладить до (20 ± 2) °С
Казеины (коровье, козье молоко)	Na -бикарбонатный буфер*** pH 9,5 с содержанием бикарбонат-ионов 0,1 моль/дм^3	(20 ± 2) °С, 1 ч	Неприменимо к наночастицам оксидов алюминия и цинка
Моно- и олигосахара (глюкоза, фруктоза, сахароза, мальтоза, мальтодекстрин)	Вода	(20 ± 2) °С, 1 ч	—
Полисахариды (крахмал, пектин, агар, альгинаты)	Вода	(90 ± 5) °С, 1 ч	Предварительное набухание 1 ч при 20 °С, перед центрифугированием — охладить (20 ± 2) °С
Липиды (моно-, ди- и триглицериды, фосфолипиды, холестерин и его эфиры, стерины)	Хлороформ[4*]-метанол[5*] 1:1	(90 ± 5) °С, 1 ч	Нагревать в колбе с обратным холодильником, перед центрифугированием — охладить до (20 ± 2) °С
Жирорастворимые витамины (A, D, E, K), коэнзим Q10, каротиноиды, флавоноиды	Этиловый спирт[6*]	(90 ± 5) °С, 1 ч	Нагревать в колбе с обратным холодильником, перед центрифугированием — охладить до (20 ± 2) °С
Минеральные вещества (Ca, Mg, Fe, Zn, Cr, Mn, Cu) в форме: - карбонатов	Раствор HCl[7*] с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3	(20 ± 2) °С, 1 ч	Неприменимо к наночастицам оксидов цинка, железа, карбонатов и фосфатов кальция и магния

Окончание таблицы Б.3

Матрикс (пищевые вещества)	Состав экстрагента	Условия (температура, время)	Примечание
- солей минеральных (HCl, H_2SO_4) и органических кислот, хелатных комплексов	Вода	(20 ± 2) °С, 1 ч	—

* Применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

** Используют калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный по ГОСТ 2493, натрий хлористый по ГОСТ 4233, воду дистиллированную по ГОСТ 6709. Приготовление: 68 г фосфоорнокислого однозамещенного калия, взвешенные на лабораторных весах, переносят в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 500 $см^3$, растворяют и доводят дистиллированной водой до метки. 228 г калия фосфорнокислого двузамещенного трехводного переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют и доводят дистиллированной водой до метки. Полученные растворы смешивают под контролем иономера до достижения величины pH = (7,95 ± 0,05) ед. pH. 180 г натрия хлористого переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют и доводят дистиллированной водой до метки. В мерную колбу вместимостью 2000 $см^3$ вносят мерным цилиндром 20 $см^3$ смеси растворов фосфатов калия и 100 $см^3$ раствора хлористого натрия и доводят дистиллированной водой до метки.

*** Используют натрий двууглекислый по ГОСТ 2156, натрия гидроокись по ГОСТ 4328, воду дистиллированную по ГОСТ 6709. Приготовление: 4 г гидроокиси натрия, взвешенной на лабораторных весах, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют и доводят дистиллированной водой до метки, 8,4 г двууглекислого натрия помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в 800—900 $см^3$ дистиллированной воды на магнитной мешалке. Раствор добавляют в раствор гидроксида натрия при перемешивании под контролем иономера до достижения pH = (9,7 ± 0,1) ед. pH. Смесь количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

[*4] Хлороформ по ГОСТ 20015.

[*5] Метанол-яд по ГОСТ 6995.

[*6] Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

[*7] При приготовлении используют соляную кислоту плотностью 1,15—1,19 $г/см^3$ по ГОСТ 3118 и воду по ГОСТ 6709. Приготовление: в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 8,33 $см^3$ соляной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки.

Приложение В
(справочное)

Спектрофотометрическая характеристика фуллерена С60

В.1 Спектр толуольного раствора фуллерена С60 в диодно-матричном проточном спектрофотометрическом детекторе приведен на рисунке В.1.

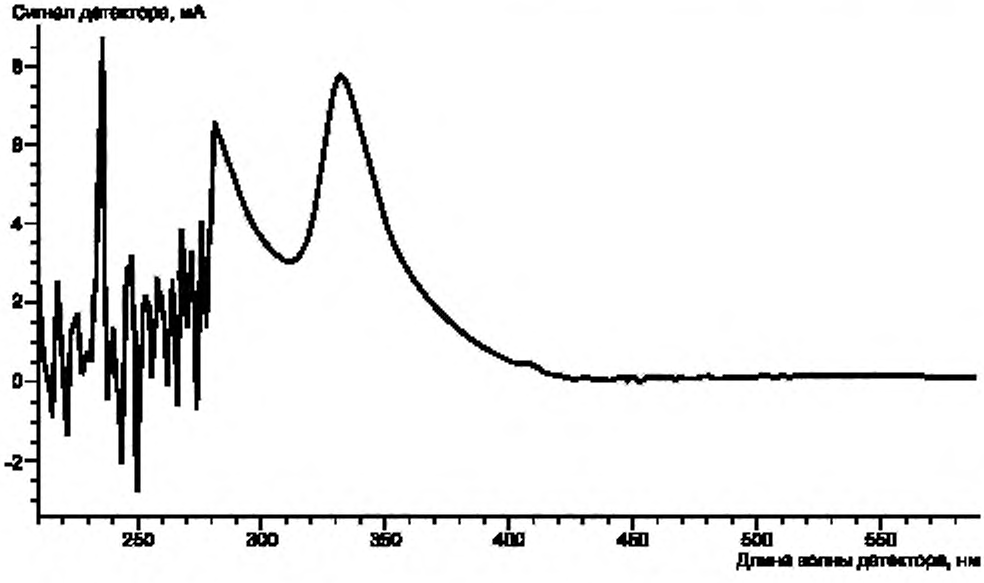


Рисунок В.1 — Спектр толуольного раствора фуллерена С60 в диодно-матричном проточном спектрофотометрическом детекторе

Из спектра определяют, что максимум поглощения пика фуллерена приходится на длину волны 340 нм. Искажения при длинах волн 280 нм и менее обусловлены влиянием подвижной фазы. Соответственно, дальнейшее детектирование осуществляют при длине волны 340 нм на диодно-матричном детекторе.

Приложение Г
(справочное)

Пример расчета содержания фуллерена С60 в продукте

Строят градуировочные графики для определения фуллерена С60 в интервале концентраций градуировочных растворов от 0,002 мг/см^3 до 0,1 мг/см^3 и от 0,0001 мг/см^3 до 0,001 мг/см^3, как показано на рисунках Г.1—Г.3.

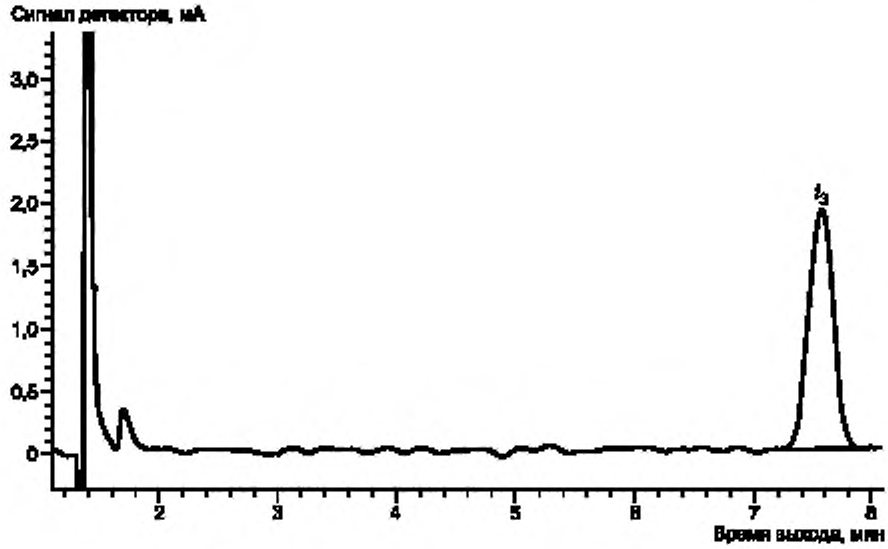


Рисунок Г.1 — Пример хроматограммы толуольного экстракта фуллерена С60

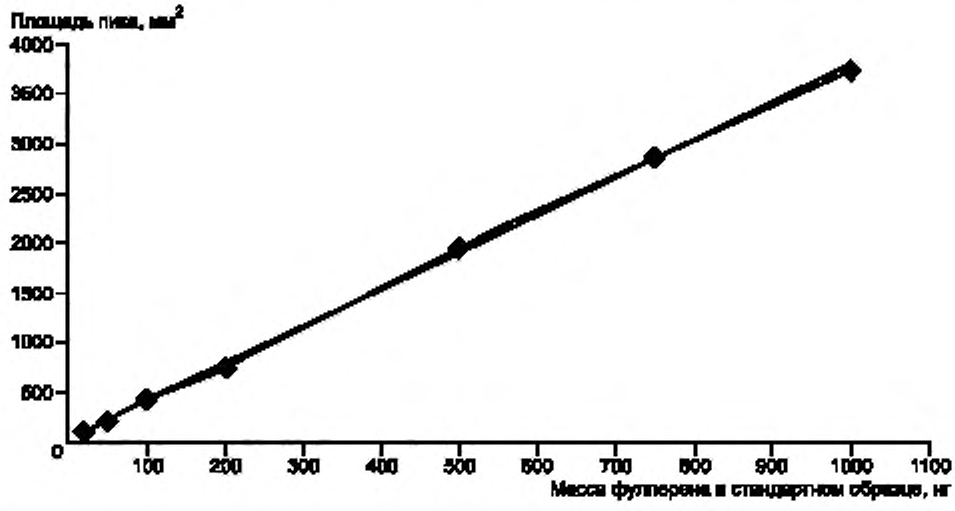


Рисунок Г.2 — Пример градуировочного графика для определения фуллерена в интервале концентрации фуллерена от 0,002 мг/см^3 до 0,1 мг/см^3

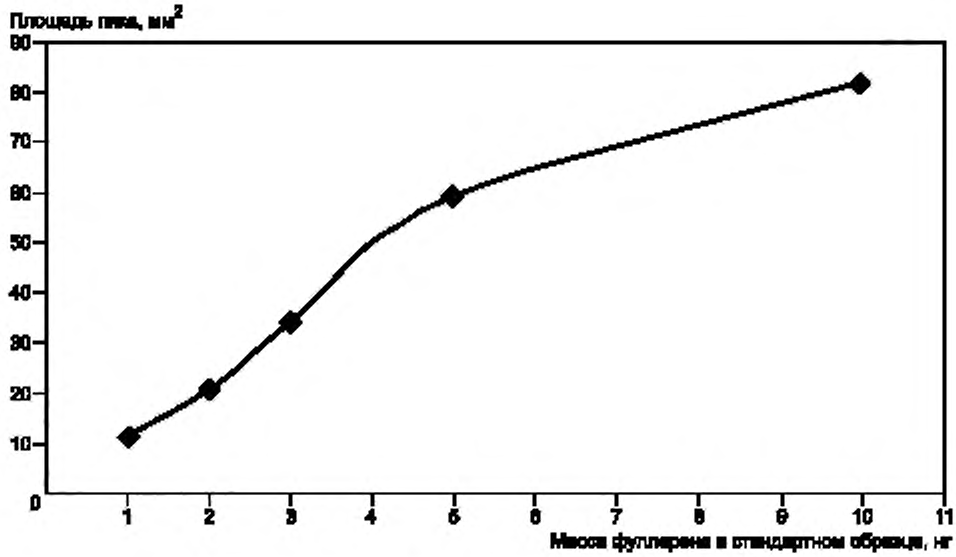


Рисунок Г.3 — Пример градуировочного графика для определения фуллерена в интервале концентрации фуллерена от 0,0001 мг/см^3 до 0,001 мг/см^3

Проводят экстракцию жидкого образца пищевой продукции объемом 2 см^3. Объем толуольного экстракта фуллерена после разбавления ацетонитрилом составил 2,7 см^3 (2700 мм^3). При определении по градуировочному графику количество фуллерена в наносимом на колонку объеме пробы, равном 10 мм^3, составило 32,7 нг. Полнота извлечения, определенная для данного вида продукции, составила 85 %.

Содержание фуллерена в продукте рассчитывается по (6) и составляет

$$C_{\text{ф}} = 32{,}7 \cdot \frac{2700}{10} \cdot 500 \cdot 1 \cdot 1{,}10^{-6} \cdot \frac{100}{85} = 5{,}19 \text{ мг/дм}^3. \qquad (Г.1)$$

Библиография

[1]	ТР ТС 021/2011	Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»
[2]	МР 1.2.2641—10	Методические рекомендации «Определение приоритетных видов наноматериалов в объектах окружающей среды, пищевых продуктах и живых организмах», утв. Роспотребнадзором 24.05.2010 г.
[3]	МР 1.2.2639—10	Методические рекомендации «Использование методов количественного определения наноматериалов на предприятиях наноиндустрии», утв. Роспотребнадзором 24.05.2010 г.
[4]	МР 1.2.2640—10	Методические рекомендации «Методы отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной, пищевой продукции и упаковочных материалов», утв. Роспотребнадзором 24.05.2010 г.
[5]	ISO/WD 25498	Microbeam analysis. Analytical electron microscopy. Selected area electron diffraction analysis using a transmission electron microscope (Микропучковый анализ. Аналитическая электронная микроскопия. Анализ дифракции электронов в выбранной области с использованием просвечивающего электронного микроскопа)
[6]	OECD Workshop Report. Series on the Safety of Manufactured Nanomaterials № 63 (Отчет о семинаре ОЭСР. Серия по безопасности технических наноматериалов, № 63)	Physical-chemical parameters: measurements and methods relevant for the regulation of nanomaterials (Физико-химические параметры: измерения и методы, относящиеся к регуляции наноматериалов)

УДК 664:637.07:544.08:006.354

ОКС 67.040
65.120
71.040.40

Ключевые слова: пищевая продукция, сельскохозяйственная продукция, нанообъекты, наночастицы, наноматериалы, отбор проб, атомно-силовая микроскопия, динамическое лазерное светорассеяние, масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой, экстракция, высокоэффективная жидкостная хроматография

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 06.06.2019. Подписано в печать 24.07.2019. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,72 Уч.-изд. л. 3,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru