ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57107— 2016

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ

Порядок выявления и идентификации наноматериалов в растениях

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 28 сентября 2016 г. № 1246-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 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 и определения 2
4 Общие положения 3
5 Порядок отбора и транспортирования проб растений и растительной сельскохозяйственной продукции для выявления и идентификации наноматериалов 3
6 Особенности отбора проб для выявления и идентификации наноматериалов в дикорастущих растениях — компонентах природных биоценозов 5
7 Порядок лабораторного выявления и идентификации наноматериалов в растениях 7
Приложение А (обязательное) Маркировка проб растений, сельскохозяйственной растительной продукции, содержащих наноматериалы 9
Приложение Б (справочное) Частные методы отбора проб отдельных видов растительного сырья 10
Приложение В (рекомендуемое) Заключение по результатам экспертизы растений, сельскохозяйственной растительной продукции, содержащих наноматериалы 11
Библиография 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКЦИЯ ПИЩЕВАЯ СПЕЦИАЛИЗИРОВАННАЯ

Порядок выявления и идентификации наноматериалов в растениях

Specialized food products. Order to the detection and identification of nanomaterials in plants

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок отбора проб, выявления и идентификации наноматериалов, содержащихся в растениях и растительном сельскохозяйственном сырье, применяемом при производстве специализированной пищевой продукции.

Требования, изложенные в настоящем стандарте, применяются в ходе испытания сельскохозяйственной продукции растительного происхождения, содержащей наночастицы и наноматериалы, подвергшейся их воздействию или загрязненной ими на всех стадиях жизненного цикла.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2226 Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 4172 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 5833 Реактивы. Сахароза. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7194 Картофель свежий. Правила приемки и методы определения качества

ГОСТ 12036 Семена сельскохозяйственных культур. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 12302 Пакеты из полимерных пленок и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ ИСО/МЭК 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 17082.1 Плоды эфиромасличных культур для промышленной переработки. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 17527 (ISO 21067:2007) Упаковка. Термины и определения

ГОСТ 19360 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 21006 Микроскопы электронные. Термины, определения и буквенные обозначения

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

ГОСТ 21241 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 24027.0 Сырье лекарственное растительное. Правила приемки и методы отбора проб

Издание официальное

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

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 25951 Пленка полиэтиленовая термоусадочная. Технические условия

ГОСТ 26832 Картофель свежий для переработки на продукты питания. Технические условия

ГОСТ ISO/TS 27687 Нанотехнологии. Термины и определения нанообъектов. Наночастица, нановолокно и нанопластина

ГОСТ 28736 Корнеплоды кормовые. Технические условия

ГОСТ 30349 Плоды, овощи и продукты их переработки. Методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов

ГОСТ 30407 (ИСО 7086-1—82, ИСО 7086-2—82) Посуда и декоративные изделия из стекла. Общие технические условия

ГОСТ 31413 Водоросли, травы морские и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб

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

ГОСТ ISO/TS 80004-1 Нанотехнологии. Часть 1. Основные термины и определения

ГОСТ Р ИСО 17664 Стерилизация медицинских изделий. Информация, предоставляемая изготовителем для проведения повторной стерилизации медицинских изделий

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

ГОСТ Р 50962 Посуда и изделия хозяйственного назначения из пластмасс. Общие технические условия

ГОСТ Р 51268 Ножницы. Общие технические условия

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 52647[1)] Свекла сахарная. Технические условия

ГОСТ Р 57103—2016 Продукция пищевая специализированная. Методы отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной и пищевой продукции

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 и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1], ГОСТ 21006, ГОСТ Р 50779.10, ГОСТ Р 52361, ГОСТ ISO/TS 27687, ГОСТ ISO/TS 80004-1, ГОСТ 17527, ГОСТ 32164, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **безопасность продукции:** Отсутствие недопустимого риска на всех стадиях производства (изготовления), обращения, утилизации и уничтожения продукции.

3.2 **выявление (наноматериала):** Установление факта присутствия или отсутствия определяемого объекта (наноматериала) в пробе продукции.

3.3 **идентификация (наноматериала):** Отождествление (на основе полученных данных исследования) наноматериала, выявленного в продукции, с эталонным наноматериалом с установленными размерными характеристиками, составом и свойствами.

[1)] Действует ГОСТ 33884—2016.

3.4 **количественное определение (наноматериала):** Определение содержания одного или нескольких наноматериалов (нанообъектов) в размерной единице (массы, объема) исследуемой пробы продукции.

3.5 **колеоптиль:** Первый после семядоли лист проростка злаков.

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

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

3.8 **сельскохозяйственная продукция:** Продукция растениеводства сельского и лесного хозяйства и продукция животноводства (в том числе полученная в результате выращивания и доращивания рыб и других водных биологических ресурсов).

4 Общие положения

4.1 Требования к лаборатории

Материал, поступивший в лабораторию, обрабатывают в комнате пробоподготовки; для обработки материала устанавливаются ламинарные шкафы, обеспечивающие горизонтальный поток воздуха, а также возможность работы без ламинарного потока и длительную экспозицию облучения внутренних поверхностей ультрафиолетовым светом.

Работы с пробами биологических материалов, содержащими наночастицы, проводят в резиновых одноразовых перчатках, используя одноразовые материалы, лабораторную посуду и инструменты. Переодевание и хранение верхней одежды, прием пищи осуществляют в отдельных помещениях. Выделяют отдельное складское помещение для лабораторных материалов.

4.1.1 Лаборатории, проводящие отбор проб растений, выявление и идентификацию в них наночастиц и наноматериалов, должны:

- иметь выделенные оборудованные помещения для препарирования, пробоподготовки, исследования проб растений и растительной сельскохозяйственной продукции, содержащих наноматериалы;
- другие требования к испытательным лабораториям — по ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

4.2 Метрологическое обеспечение проводимых испытаний

Для проведения лабораторных испытаний по выявлению и идентификации наноматериалов в растениях используются методы по 7.2—7.10. Каждый из методов количественного определения должен иметь метрологическую характеристику, включающую:

- минимальное определяемое количество вещества;
- диапазон линейности стандартного графика (если его построение предусмотрено методикой);
- предельная погрешность результата анализа.

4.3 Основным документом, подтверждающим результаты определения наноматериалов, является протокол определения. Требования к протоколу — по 7.11.

5 Порядок отбора и транспортирования проб растений и растительной сельскохозяйственной продукции для выявления и идентификации наноматериалов

5.1 Отбор проб осуществляется в целях получения пробы, которая наиболее полно позволяет выявить и идентифицировать анализируемые наноматериалы в растениях и растительной сельскохозяйственной продукции.

5.2 Отбор проб заключается в отборе частей растений, наиболее пригодных для исследования, в которых с наибольшей вероятностью можно выявить и идентифицировать исследуемые наноматериалы, и в обеспечении неизменности состояния выявляемых наночастиц и наноматериалов вплоть до проведения испытания.

5.3 Пробы растений, подвергшихся воздействию наночастиц и наноматериалов, могут содержать их остаточные количества и должны рассматриваться как объекты, обладающие потенциальной биологической опасностью.

5.4 Особенности процедур отбора проб должны обеспечивать снижение риска воздействия наночастиц и наноматериалов на специалистов, проводящих отбор проб и последующее выявление и идентификацию наноматериалов до приемлемого уровня.

5.5 Отобранные лабораторные и контрольные пробы перед отправкой в лабораторию упаковывают, пломбируют и шифруют таким образом, чтобы специалисты лаборатории, проводящей исследование, не могли установить происхождение продукции (владельца, производителя).

5.6 Специалисты, осуществляющие отбор проб, формируют план отбора проб. Содержание плана отбора — по ГОСТ Р 57103—2016 (подпункт 4.4).

5.7 Требования к количеству, массе отбираемых лабораторных проб растений и растительной сельскохозяйственной продукции — по ГОСТ Р 57103—2016 (раздел 5).

5.8 После составления плана отбора проб непосредственно перед отбором визуально определяют внешний вид продукции, попавшей в выборку. Пригодность продукции к отбору проб определяют в соответствии с ГОСТ Р 57103.

Отбору проб на содержание наночастиц и наноматериалов подлежат растения и сельскохозяйственная продукция растительного происхождения без видимых признаков фитопатологических изменений, если иное не предусмотрено задачами исследования.

5.9 Контрольные пробы отбирают в случае проведения повторных испытаний при конфликте интересов сторон, участвующих в проверке. Масса контрольной пробы определяется в соответствии с ГОСТ Р 57103.

5.10 Для отбора и упаковки проб растений и растительного сельскохозяйственного сырья необходимо использовать одноразовые стерильные пакеты, контейнеры и многоразовые стерильные инструменты. В случае повторного использования стерилизованных упаковочных материалов и инструментов их пригодность определяют по ГОСТ Р ИСО 17664.

5.11 Пробы объемных и сыпучих видов растительной продукции (семена и другое) помещают в двухслойные полиэтиленовые или бумажные пакеты или мешки, завязывают, опломбировывают и маркируют. Штучную продукцию (клубнеплоды, корнеплоды) помещают в пакеты или мешки из термосваривающихся материалов по ГОСТ 19360, с последующей их герметизацией.

5.12 Каждую опечатанную пробу идентифицируют. Способ идентификации проб — по ГОСТ Р 57103—2016 (подпункт 5.3.4).

Запрещается наносить маркирующие надписи на крышки контейнеров, банок с продукцией и иные элементы упаковки, удаляемые при ее вскрытии.

Порядок маркировки проб отдельных видов растительного сырья приведен в приложении А.

5.13 При отборе проб растительной сельскохозяйственной продукции акт отбора проб составляется в трех экземплярах. При отборе проб дикорастущих растений в целях последующего мониторинга их контаминации наночастицами и наноматериалами, акт отбора проб составляется в двух экземплярах. Первый экземпляр акта предназначен для отправки в испытательную лабораторию, проводящую исследования; второй экземпляр акта отбора проб хранится в организации, проводящей отбор проб; третий экземпляр акта отбора проб хранится у владельца (поставщика) растительной продукции или его представителя. Форма акта отбора проб — по ГОСТ Р 57103—2016 (приложение А).

В случае составления единого акта отбора на однородную группу продукции к акту прилагается опись проб, содержащая их перечень в порядке нумерации.

5.14 Остатки проб после проведения исследований и контрольные пробы по истечении срока хранения уничтожают, если иное не оговорено договором между исполнителем (лабораторией, проводившей исследования) и заказчиком (владельцем продукции или его представителем). Не допускается утилизация проб растительной продукции, содержащей наноматериалы, с бытовым мусором, скармливание скоту, домашним животным и рыбам, использование в качестве пищевого сырья.

5.15 Упаковку и хранение проб растений и растительной сельскохозяйственной продукции производят по ГОСТ Р 57103—2016 (пункт 5.3).

Срок хранения контрольных проб растений и растительной сельскохозяйственной продукции (за исключением скоропортящейся) — не менее 14 сут с момента окончания лабораторных исследований, а для продукции, признанной не соответствующей действующим в их отношении нормативным документам, — не менее трех месяцев с момента определения несоответствия и выдачи соответствующего заключения по экспертизе или протокола определений. Для скоропортящейся продукции срок хранения контрольной пробы не может быть больше ее срока годности.

5.16 Частные методы отбора проб отдельных видов растительного сырья для определения содержания наночастиц и наноматериалов — по ГОСТ 24027.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 12036, ГОСТ 17082.1, ГОСТ 7194, ГОСТ 28736, ГОСТ Р 52647, ГОСТ 31413, ГОСТ 26832, ГОСТ ISO 6497.

При отсутствии нормативного документа, устанавливающего метод отбора проб продукции, отбор проб осуществляют в соответствии с ГОСТ Р 57103. Частные методы отбора проб отдельных видов растительного сырья приведены в приложении Б.

6 Особенности отбора проб для выявления и идентификации наноматериалов в дикорастущих растениях — компонентах природных биоценозов

6.1 При выборе вида дикорастущих растений, пригодных для проведения исследований по обнаружению наноматериалов в растениях, являющихся компонентами природных биоценозов, следует придерживаться следующих рекомендаций.

В качестве объектов для выявления наноматериалов в травянистых растениях выбирают злаки различных видов, в частности — пырей (*Agropyron sp. L.*), тимофеевку (*Phleum sp. L.*) и др., а также культивируемые виды злаков — пшеницу (*Tritucum sp. L.*), ячмень (*Hordeum sp. L.*), рожь (*Secale sp. L.*), овес (*Avena sp. L.*), рис (*Oryza sp. L.*). Для отбора проб подходят как проростки, так и взрослые растения (злаки), принадлежащие к видам, растущим вблизи очагов загрязнения наноматериалами.

Примечание — Выбор представителей семейства злаков (*Poaceae*) является оптимальным в связи с их повсеместным распространением (дикорастущие злаки) и с их выращиванием в сельском хозяйстве как основных зерновых культур. Большинство дикорастущих злаков — многолетние растения, ежегодно отрастающие от корневищ, зимующих в почве, что создает дополнительные возможности для аккумуляции наноматериалов в подземных частях этих растений.

Деревья для отбора проб выбирают по каждой основной лесообразующей породе по среднему диаметру и высоте. С каждого дерева, включенного в выборку, отбирают пробы древесины, луба, коры, мелких веток, хвои (листьев), плодов (семян). Пробы древесины, луба и коры следует отбирать из комлевой, срединной и вершинной частей ствола.

Дополнительно проводят отбор проб других компонентов лесного биоценоза — моховой и травянистой растительности, лишайников и грибов.

6.2 Исходя из ситуации с производством и использованием наночастиц и наноматериалов на территории, где проводится контроль, а также имеющихся сведений о факторах риска, связанных с наночастицами, при выборе приоритетных видов наноматериалов, определяемых в растениях, следует руководствоваться следующими принципами:

- определяемые наноматериалы производятся в больших объемах (более 1000 т ежегодно), а также применяются при производстве сельскохозяйственной продукции в составе агрохимикатов, средств защиты растений, агромелиоративных препаратов;
- для наноматериала имеются данные о его токсичности для человека и животных;
- имеются сведения об основных характеристиках выявляемых наночастиц (химический состав, размер).

Приоритетными при контроле содержания в растениях наноматериалами считают:

- наночастицы металлов (Au, Ag, Pt, Pd, Ru, Ni, Cu, Fe и другие);
- наночастицы оксидов, нитридов, сульфидов и карбидов металлов и неметаллов;
- наночастицы солей, главным образом фосфатов, силикатов и алюмосиликатов;
- фуллерены;
- одно- и многослойные углеродные нанотрубки;
- нанодиспергированные и нанокапсулированные пестициды.

6.3 Для отбора проб растений применяют следующие инструменты и материалы:

- совок или лопату;
- емкости с водой для удаления почвы;
- деревянную или металлическую рамку размером 100 × 100 см или 50 × 50 см для отбора проб травянистых растений;
- лопату для отбора проб травянистых растений;
- нож по ГОСТ 21240 для отбора проб травянистых растений;
- ножницы по ГОСТ Р 51268 для отбора проб травянистых растений;

- ножницы или секатор для резки мелких веток и хвои;
- бензопилу или ручную пилу, ножовку, топор для отбора проб древесной растительности и кустарников;
- скальпели по ГОСТ 21240;
- пинцеты по ГОСТ 21241,
- стеклянные чашки Петри диаметром 12 см по ГОСТ 25336;
- лупу по ГОСТ 25706;
- дистиллированную воду по ГОСТ 6709, в т. ч. для ополаскивания растительных материалов;
- пластиковые контейнеры по ГОСТ Р 50962 или стеклянные банки по ГОСТ 30407 объемом 10—100 $см^3$ для фиксации материала, 6 шт.;
- наклейки для маркировки;
- спирт этиловый по ГОСТ 5962;
- пленку полиэтиленовую по ГОСТ 25951;
- упаковочные материалы (мешки, пакеты) из бумаги, полимерных или комбинированных материалов для проб по ГОСТ 19360, ГОСТ 2226, ГОСТ 12302.

6.4 Травянистые растения в пределах площади, ограничиваемой рамкой, выкапывают из почвы с корнем при помощи совка или лопаты с минимальными повреждениями, тщательно промывают растения от земли водой. Формируют группы из пяти растений (один вид растений, собранный в одном месте) для составления объединенных проб. У каждого растения, включенного в пробу, отрезают скальпелем:
- концы корней длиной около 1 см;
- зоны основания каждого корня (участки структурного перехода корня в стебель — около 1 см);
- основание колеоптиля и стебля.

6.5 Наземную часть кустарников в пределах площади, ограничиваемой рамкой, срезают ножом, секатором и ножницами. Высота среза растений должна быть не меньше 3 см от поверхности почвы.

6.6 При отборе проб древесной растительности пробы хвои, листвы, ветвей отбирают с той части кроны, которая при валке дерева не касалась земли. Для исследования берут молодые листья, но уже созревшие, в период наивысшей физиологической активности. Пробы листвы или хвои и мелких веточек собирают с ветвей из различных ярусов кроны. Кору отделяют, переносят на полиэтиленовую пленку, измельчают путем резки ножницами, перемешивают и отбирают среднюю пробу. При необходимости в коре выделяют отдельные части: внешнюю (корку) и внутреннюю.

Для отбора пробы луба топором или ножом снимают лубяные волокна и укладывают их на полиэтиленовую пленку, измельчают путем резки ножницами, перемешивают и отбирают среднюю пробу.

В качестве пробы древесины используют опилки, собранные под обрубком. Для этого часть обрубка, не касающегося лесной подстилки, очищают от коры, помещают на полиэтиленовую пленку и бензопилой на обрубке делают несколько неполных пропилов, пока не наберут необходимое количество опилок.

6.7 При отборе проб моховой растительности растение отбирают целиком; при отборе проб лишайников отбирают целиком слоевище лишайника, при отборе проб грибов используют шляпки. Пробы моховой растительности, лишайников и грибов их тщательно очищают от частиц почвы, минеральных и растительных остатков и упаковывают.

6.8 Из отобранных точечных проб формируют объединенные пробы, содержащие отдельно отобранные фрагменты каждого вида. При отборе проб травянистой растительности объединяют однородные пробы, полученные от не менее чем пяти растений. При отборе проб кустарников, древесной растительности, мхов, лишайников, грибов объединяют не менее восьми точечных проб. Пробы переносят в чашки Петри, промывают дистиллированной водой. Затем каждую пробу пинцетом переносят в контейнер с фиксатором для электронной микроскопии.

6.9 Отобранные пробы укладывают в полиэтиленовый пакет, который помещают во второй полиэтиленовый пакет. Между пакетами помещают этикетку. Каждая проба регистрируется в полевом журнале отбора проб.

6.10 Для фиксации объединенных проб от одной группы растений используют следующие реактивы:
- 25 %-ный раствор в дистиллированной воде глутарового альдегида, х. ч. или ос. ч., CAS № 111-30-80;
- сахароза, х. ч. по ГОСТ 5833,
- 0,1 М K, Na — фосфатный буфер следующего состава:

раствор А — 0,1 М KH_2PO_4 по ГОСТ 4198 в дистиллированной воде;

раствор Б — 0,1 М $Na_2 HPO_4$ по ГОСТ 4172 в дистиллированной воде.

Приготовление.

Для получения 150 $см^3$ буферного раствора (pH = 7,2 – 7,4 ед. pH) смешивают три части (45 $см^3$) раствора А и семь частей (105 $см^3$) раствора Б.

Готовят 2,5 %-ный раствор глутарового альдегида в 0,1 М K-Na фосфатном буфере Зоренсена (pH = 7,2 – 7,4 ед. pH) с добавлением сахарозы (0,015 г/$см^3$). Участки растений дополнительно разрезают на части по 0,3—0,5 см для лучшего проникновения фиксатора. Для фиксации одной объединенной пробы используют пластиковый контейнер вместимостью 10 $см^3$ с завинчивающейся крышкой. Пробы помещают в контейнер с фиксатором. В фиксирующем растворе пробы могут храниться при 4 °С в течение 1 г.

7 Порядок лабораторного выявления и идентификации наноматериалов в растениях

7.1 Перед проведением исследования сотрудник, ответственный за его проведение, составляет подробный план исследования. План подписывают все исполнители работ и утверждает руководитель организации (лаборатории, испытательного центра), проводящей исследование.

План исследования включает:

- наименование и адрес заявителя (заказчика) исследования;
- наименование и адрес организации, которая производила отбор проб;
- информацию, представленную заявителем (заказчиком) исследования;
- сведения о свойствах определяемого наноматериала (размер частиц, распределение по размерам, форма частиц, химический состав, модификация поверхности, другие характеристики, имеющие отношение к определяемому наноматериалу);
- характеристику исследуемых растений/сельскохозяйственной продукции: видовое наименование, сорт, часть растения (при исследовании отдельных частей), место сбора/выращивания, месяц сбора;
- наименование исследуемых материалов (проб): единица измерений проб (объем, масса), метод отбора пробы, способ сохранения/консервации пробы;
- количество исследуемых проб, в том числе контрольных и лабораторных;
- перечень определяемых показателей;
- метод исследования.

Вносимые в план исследования изменения утверждает руководитель исследования, а отклонения от утвержденного плана (незапланированные события, непредвиденные обстоятельства и т. д.) записывают, пронумеровывают, подписывают у руководителя исследования, датируют и прилагают к отчету, составляемому по результатам исследования.

7.2 Методы, применяемые при выявлении, идентификации и количественном определении наноматериалов в растениях, — по ГОСТ Р 57103.

7.3 При выявлении и идентификации наночастиц неорганических веществ (металлы, оксиды, бинарные соединения, соли и др.), обладающих более высокой по сравнению с растительными тканями электронной плотностью, используют метод просвечивающей электронной микроскопии по ГОСТ Р 57103.

7.4 В целях выявления и идентификации наноматериалов неорганического происхождения (наночастицы металлов, оксидов, солей, неорганических соединений более сложного состава) в растениях исследования проводят на ультратонких срезах растительных тканей без предварительного контрастирования по [2]. Выявление и идентификации в составе растительных тканей углеродных нанотрубок проводят по [3]. Идентификация наночастиц на электронных микропрепаратах осуществляется в соответствии с инструкциями и руководствами по эксплуатации электронно-микроскопической аппаратуры.

7.5 Идентификация наноматериалов осуществляется путем сравнения со стандартными образцами наноматериалов на основе следующих критериев:

- структурные характеристики: средний размер частиц, распределение по размерам, форма, наблюдаемая степень агрегации, строение агрегатов/агломератов частиц;
- картина дифракции электронов от выбранных групп наночастиц;
- спектры характеристической потери энергии электронов от выбранных групп наночастиц.

7.6 В случае, если имеется информация о содержании наноматериала определенного вида в составе растений или сельскохозяйственной растительной продукции и/или данный наноматериал был предварительно идентифицирован методом электронной микроскопии, количественное определение содержания наноматериалов известного состава в органах и тканях растений определяют методами элементного анализа. масс-спектрометрией с индуктивно-связанной плазмой, атомно-эмиссионной спектрометрией по [2].

7.7 Применимость методов элементного анализа при контроле содержания наночастиц в растительных тканях определяется в соответствии со следующими критериями:

- может быть установлен химический элемент, специфически маркирующий присутствие наночастиц в выбранном биологическом объекте. Выбор маркерного химического элемента — по ГОСТ Р 57103,
- определяемые наночастицы являются нерастворимыми в воде и в биологических жидкостях (соках растений);
- фоновые уровни определяемого маркерного элемента в составе растительных тканей являются достаточно низкими для того, чтобы не препятствовать его определению в наночастицах.

7.8 Минерализация проб тканей растений для элементного анализа методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и атомно-эмиссионной спектрометрии осуществляется методом пробоподготовки с использованием системы микроволнового разложения с контролем температуры и давления и фторопластовых автоклавов емкостью 20—50 $см^3$ по ГОСТ Р 57103.

7.9 При определении в растениях фуллеренов применяется метод обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Экстракция и хроматографическое определение фуллеренов в органических вытяжках растительных тканей — по ГОСТ Р 57103.

7.10 При выявлении и идентификации остаточных количеств нанокапсулированных и нанодиспергированных пестицидов в растительном сырье (плоды, овощи) применяются хроматографические методы (ВЭЖХ, ГЖХ, ТСХ), разработанные для этих веществ в форме традиционной дисперсности. При этом для отдельных видов пестицидов используют методы определения по ГОСТ 30349 и [4].

7.11 Применяемые методы и результаты исследований растений, пищевой сельскохозяйственной растительной продукции на содержание наноматериалов фиксируются в протоколе. Требования к протоколу — по ГОСТ ИСО/МЭК 17025. Протокол содержит результаты проб растений и сельскохозяйственной продукции на содержание наноматериалов (нанообъектов, наночастиц) в статистически обработанном виде с обязательным указанием погрешности измерения по ГОСТ Р 52361.

7.12 По результатам контроля наноматериалов в составе растений, пищевой сельскохозяйственной растительной продукции составляется заключение. Заключение подписывается исполнителями исследования и утверждается руководителем испытательной лаборатории. Форма заключения представлена в приложении В.

Приложение А
(обязательное)

Маркировка проб растений, сельскохозяйственной растительной продукции, содержащих наноматериалы

На этикетке к пробам обязательно должны быть указаны:
- наименование растительного сырья (культуры);
- вид растения, сорт;
- масса партии;
- номер партии;
- масса пробы;
- наименование контролируемого наноматериала;
- адрес, земельный участок, кадастровый номер или иное обозначение места отбора проб
- наименование хозяйства (предприятия-изготовителя, организации);
- время и дата отбора пробы;
- условия хранения проб;
- подписи лиц, ответственных за отбор проб, и членов комиссии.

Приложение Б
(справочное)

Частные методы отбора проб отдельных видов растительного сырья

Б.1 Нормативные документы, устанавливающие методы отбора проб отдельных видов растительного сырья, приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Наименование продукции	Нормативные документы, устанавливающие порядок отбора проб
Зерно продовольственное	ГОСТ 13586.3
Зерно кормовое (фуражное)	ГОСТ ISO 6497
Семена сельскохозяйственных культур	ГОСТ 12036
Семена и плоды эфирномасличных культур	ГОСТ 17082.1
Лекарственные растения	ГОСТ 24027.0
Картофель	ГОСТ 7194, ГОСТ 26832
Корнеплоды	ГОСТ 28736, ГОСТ Р 52647
Водоросли и морские травы	ГОСТ 31413

Приложение В
(рекомендуемое)

Заключение по результатам экспертизы растений, сельскохозяйственной растительной продукции, содержащих наноматериалы

В.1 Заключение по результатам экспертизы растений, сельскохозяйственной растительной продукции, содержащих наноматериалы, предназначенных для производства специализированной пищевой продукции, в обязательном порядке включает следующие разделы:

- наименование организации (испытательной лаборатории), выдавшей заключение
- номер и дата заключения;
- наименование продукции и содержащегося в ней наноматериала;
- ссылки на нормативно-техническую документацию, в соответствии с которой была произведена продукция, или на декларацию соответствия (при наличии);
- сведения о соответствии продукции техническим регламентам на данный вид продукции (при их наличии);
- наименование и юридический адрес организации — изготовителя продукции;
- наименование и юридический адрес организации-заявителя;
- место произрастания (адрес, земельный участок, кадастровый номер или иное обозначение) — для дикорастущих растений;
- перечень документов, послуживших основанием для оформления заключения;
- сведения об аккредитации лаборатории, проводившей экспертные оценки и исследования продукции (при наличии);
- сведения о применявшихся методах исследования, используемых средствах измерений и оборудовании, их метрологическом контроле (поверке);
- результаты исследований;
- оценка результатов с указанием о соответствии/несоответствии продукции распространяющимся на нее требованиям нормативных документов и технической документации изготовителя.

В.2 Заключение должно быть оформлено только на один вид растений сельскохозяйственной растительной продукции, содержащих наноматериалы, предназначенных для производства специализированной пищевой продукции.

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, живых организмах и пищевых продуктах», утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 24 мая 2010 г.

[3] МР 1.2.0045—11 Методические рекомендации «Порядок выявления и идентификации многостенных углеродных нанотрубок в срезах тканей животных и растений методами аналитической электронной микроскопии», утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 11 ноября 2011 г.

[4] Перечень основных действующих нормативных документов по методам контроля химических веществ в объектах окружающей среды, воздухе рабочей зоны, пищевых продуктах. — М., Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004. — 19 с.

УДК 543.06:544.77:58.08:612.392:631.95:006.354

ОКС 13.020
65.020.20
65.120

Ключевые слова: специализированная пищевая продукция, растения, сельскохозяйственная продукция, безопасность, нанообъекты, наночастицы, наноматериалы, контроль, отбор проб

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.08.2019. Подписано в печать 20.08.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
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.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru