ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ИСО 11050-2001

МУКА ПШЕНИЧНАЯ И КРУПКА ИЗ ТВЕРДОЙ ПШЕНИЦЫ

Метод определения загрязнений животного происхождения

МУКА ПШАНІЧНАЯ І КРУПКА З ЦВЕРДАЙ ПШАНІЦЫ

Метад вызначэння забруджванняў жывельнага паходжання

Издание официальное



Госстандарт

Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 664 641.12:543.06:006.364(476) МКС 67.060 (КГС Н39)
Ключевые слова: мука пшеничная, крупка, загрязнения животного происхождения, насекомое, частица, клещ, щетинка, волос, личинка, нимфа, жук, гидролиз, фильтрование

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
ВНЕСЕН Управлением стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 25 июня 2001 г. № 23

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст международного стандарта ISO 11050:1993 «Мука пшеничная и крупка из твердой пшеницы. Метод определения загрязнений животного происхождения»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 1
6 Аппаратура 2
7 Отбор проб 3
8 Проведение анализа 3
9 Выражение результатов анализа 5
10 Повторяемость (сходимость) 5
11 Протокол анализа 6
Приложение А Схема проведения анализа 7
Приложение Б Определения и характеристики частиц, обнаруженных на фильтрах 8
Приложение В Последовательность операций и их продолжительность 11
Приложение Г Образец протокола анализа. Определение загрязнений животного происхождения в соответствии с настоящим стандартом 12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МУКА ПШЕНИЧНАЯ И КРУПКА ИЗ ТВЕРДОЙ ПШЕНИЦЫ
Метод определения загрязнений животного происхождения

МУКА ПШАНІЧНАЯ І КРУПКА З ЦВЕРДАЙ ПШАНІЦЫ
Метад вызначэння забруджванняў жывельнага паходжання

WHEAT FLOUR AND DURUM WHEAT SEMOLINA
Determination of impurities of animal origin

Дата введения 2002-11-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания загрязнений животного происхождения в пшеничной муке с добавками или без них, характеризующейся зольностью не более 0,63 % (по массе), и в крупках из твердой пшеницы (крупчатке).

Метод заключается в выделении и количественном определении загрязнений животного происхождения (например, насекомых на всех стадиях их развития, частиц насекомых, клещей и их частиц, а также щетинок грызунов и их частиц).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована ссылка на следующий стандарт:
ГОСТ ИСО 2170-97 Зерновые и бобовые. Отбор проб молотых продуктов

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

Загрязнения животного происхождения – вещества животного происхождения (яйца, личинки, нимфы или имаго (взрослые особи), насекомые и их частицы, щетинки грызунов и их частицы, клещи и их частицы, выделяемые из продукта по методу, изложенному в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Гидролиз исследуемой навески с раствором хлористоводородной (соляной) кислоты при температуре (точке) кипения. Концентрация нерастворимых частиц (помимо загрязнений животного происхождения могут присутствовать иные загрязнения) определяется на границе раздела вода – углеводород. Выделение путем фильтрации на фильтровальную бумагу или фильтрующую мембрану, микроскопическое исследование и подсчет при отраженном свете загрязнений животного происхождения.

5 Реактивы

Следует использовать реактивы официально признанной аналитической чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты.

Все используемые реактивы должны быть тщательно профильтрованы перед использованием или после их приготовления. Такого рода фильтрация может быть осуществлена с использованием фильтровальной ткани с максимальным размером ячейки от 10 до 30 мкм, стойкой к действию кислот и растворителей (из нейлонового или полиэтиленового волокна).

5.1 Этанол или метанол, 95 % (по объему).

5.2 Раствор этанола или метанола, 50 % (по объему).

5.3 Этанол/глицерин, смесь в пропорции 1:1 по объему.

5.4 Раствор хлористоводородной (соляной) кислоты концентрированный (ρ_{20} = 1,18 г/см^3).

Издание официальное

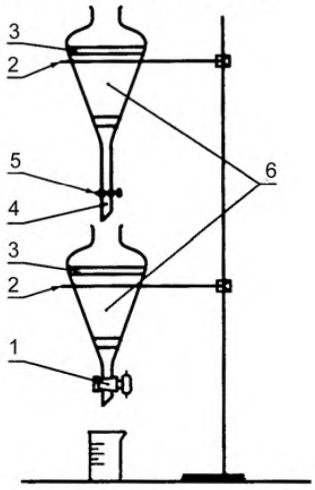
5.5 Парафиновое масло (известное под названием «вазелиновое масло»), жидкое, характеризующееся вязкостью, не превышающей 60 мПа · с (60 сП) при 20 °С.

5.6 Жидкое моющее вещество, непенящееся.

5.7 Жидкое моющее вещество, 1 %-ный (по объему) раствор моющего вещества (5.6) в промывалке.

6 Аппаратура

6.1 Делительные воронки конические вместимостью 1000 $см^3$, оснащенные несмазываемым краном с гибкой трубкой и зажимом Мора (зажимом для резиновых трубок) (фильтровальная установка изображена на рисунке 1).



1 – политетрафторэтиленовый кран;
2 – поддерживающее кольцо;
3 – легкая углеводородная фаза;
4 – гибкая трубка; 5 – зажим Мора;
6 – «тяжелая» водная фаза

Рисунок 1 – **Фильтровальная установка**

6.2 Высокий химический стакан вместимостью 800 $см^3$, оснащенный часовым стеклом, выполненным из пирекса и имеющим соответствующие размеры для того, чтобы служить в качестве крышки.

6.3 Кювета-кристаллизатор или чаша-кристаллизатор, вместимостью не менее 5 $дм^3$, высотой чуть меньше высоты химического стакана (6.2), пригодная для использования в качестве охлаждающей ванны.

6.4 Градуированные (мерные) цилиндры вместимостью 25, 50 и 500 $см^3$.

6.5 Промывалки вместимостью 1 $дм^3$, градуированные шагом 50 см и оснащенные гибкой трубкой.

6.6 Эластичная защитная пленка, парафинированная или из пластичного материала.

6.7 Бумага фильтровальная, беззольная, с быстрыми фильтрационными характеристиками, диаметром, соответствующим диаметру фильтровальной установки (6.8), то есть 50 или 90 мм, или фильтрующая мембрана диаметром от 47 до 50 мм, изготовленная из нитроцеллюлозы и обладающая пористостью 5 или 8 мкм, на которую шариковой ручкой или твердым графитовым карандашом нанесены тонкие параллельные линии, расположенные на расстоянии 5 мм друг от друга.

6.8 Фильтровальная установка, представляющая собой тип воронки Бюхнера, пригодная для приспосабливания фильтра (6.7) и оснащенная конической втулкой-держателем для подсоединения к колбе для фильтрования (6.16).

6.9 Аналитические весы с допустимой погрешностью взвешивания ± 0,1 г.

6.10 Оптический или стереоскопический микроскоп, известный под названием «бинокулярное увеличительное стекло», дающий возможность получать увеличения, близкие к 25- и 50-кратному увеличению, с очень высокими оптическими характеристиками, используемый в сочетании с:

а) окулярами, обеспечивающими 15- или 20-кратное увеличение (предоставляющими, таким образом, возможность получения 75- или 80-кратного общего максимального увеличения наблюдаемого объекта в зависимости от модели);

б) окуляром с микрометрическим перемещением нити, предназначенным для определения размеров любых загрязнений.

6.11 Чашка Петри, стерильная, выполненная из пластика или стекла, диаметром 90 мм.

6.12 Тонкая игла, выполненная из стали, установленная в зажимном иглодержателе.

6.13 Стеклянный стержень, снабженный резиновым или пластиковым защитным наконечником.

6.14 Магнитная мешалка-нагреватель, с терморегулятором, позволяющая доводить температуру воды до точки кипения.

6.15 Пружинные зажимы, пригодные для удерживания фильтровальной бумаги или фильтрующих мембран (6.7).

6.16 Колба для фильтрования вместимостью 1 $дм^3$, соединяющаяся с вакуумным насосом (6.18) или с водовсасывающим насосом (6.18).

6.17 Капельница.

6.18 Вакуумный или водовсасывающий насос, дающий возможность добиваться остаточного давления ниже 1000 Па (10 мбар).

Примечание – При использовании водовсасывающего насоса увеличивается продолжительность фильтрования.

6.19 Термостат, поддерживающий температуру от 37 до 40 °С.

6.20 Часовое стекло.

7 Отбор проб

Для проведения анализа важно, чтобы все оборудование, используемое для отбора проб, подвергалось тщательной очистке в промежутках между отдельными операциями по отбору проб профильтрованным сжатым воздухом. Не допускается использование щеток или текстильных материалов.

Отбор проб проводится в соответствии с ГОСТ ИСО 2170.

Масса отобранной пробы должна быть не менее 600 г.

8 Проведение анализа

Все операции при анализе должны проводиться в чистых помещениях, вдали от воздушных потоков или предпочтительно под непроветриваемым навесом. Всю аппаратуру следует вымыть в профильтрованной воде, прополоскать, высушить досуха, а затем покрыть защитной пленкой (6.6) до ее использования.

Схема проведения анализа приведена в приложении А.

8.1 Анализируемая навеска

Отобранную пробу, хранящуюся в упаковке, тщательно размешивают, используя для этого шпатель с длинной ручкой. Отобрав навеску в нескольких местах в химический стакан, взвешивают 50 г продукта.

8.2 Гидролиз

8.2.1 Добавляют 100 $см^3$ профильтрованной воды небольшими частями к анализируемой навеске в химическом стакане, осуществляя при этом постоянное перемешивание стеклянным стержнем (6.13) во избежание образования комков. Предварительно прополаскивают стенки химического стакана и стеклянный стержень в 200 $см^3$ профильтрованной воды. Стеклянный стержень помещают в сосуд, чтобы защитить его от пыли, например, в цилиндр, снабженный крышкой.

8.2.2 Помещают химический стакан на магнитную мешалку (6.14). Вводят стержневой (полосовой) магнит, предварительно прополоскав его в профильтрованной воде, а затем регулируют мешалку на низкую скорость вращения. Добавляют в раствор небольшими частями 20 $см^3$ концентрированной хлористоводородной (соляной) кислоты (5.4), отмеренной в градуированном цилиндре (6.4). Накрывают химический стакан часовым стеклом. Включают нагревательный элемент магнитной мешалки и постепенно доводят температуру содержимого химического стакана до точки кипения (во избежание карбонизации из-за образования крахмальной пасты). После того, как будет достигнута однородность пасты, добавляют 30 $см^3$ парафинового масла (5.5), отмеренного в градуированном цилиндре (6.4), и кипятят в течение 30 мин при слабом помешивании.

8.2.3 Закрывают химический стакан защитной пленкой (6.6) и дают возможность содержимому остыть до температуры, близкой к температуре окружающей среды, в кювете или чаше-кристаллизаторе (6.3), в которых циркулирует холодная вода.

8.3 Выделение загрязнений

8.3.1 Устанавливают делительные воронки (6.1) таким образом, чтобы жидкость из верхней воронки вытекала непосредственно в нижнюю воронку (рисунок 1).

8.3.2 Вливают 30 $см^3$ парафинового масла (5.5) в нижнюю делительную воронку.

8.3.3 Извлекают стержневой (полосовой) магнит из химического стакана и прополаскивают его, используя для этого раствор спирта (5.2), собирают жидкость, оставшуюся после полоскания, в химический стакан. Переливают содержимое химического стакана при помощи стеклянного стержня, как описано в 8.2.1, в верхнюю делительную воронку. Прополаскивают стеклянный стержень и стенки химического стакана, используя для этого промывалку (6.5), раствором спирта в количестве от 30 до 50 $см^3$ (5.2), тщательно очищают стенки химического стакана стеклянным стержнем и сливают жидкость, оставшуюся после полоскания, в верхнюю делительную воронку. При необходимости очистку проводят с использованием около 10 $см^3$ этанола или метанола (5.1) с применением той же процедуры, которая описана выше.

8.3.4 Дополняют содержимое верхней делительной воронки раствором спирта (5.2) таким образом, чтобы уровень жидкости достиг самой широкой части воронки (необходимо будет добавить от 100 до 250 $см^3$ раствора спирта в зависимости от тех количеств, которые использовались во время полоскания).

Снимают делительную воронку с держателя и, удерживая ее в вертикальном положении, круговыми движениями добиваются завихрения содержимого в течение 2 мин, чтобы заставить жидкость тонким слоем стекать по стенкам в круговом направлении. Возвратить делительную воронку на держатель и оставить ее в этом положении, как минимум, на 1 ч.

8.3.5 Сливают при помощи зажима Мора основную часть водной фазы в нижнюю делительную воронку, оставив в верхней воронке жидкость толщиной слоя около 3 см.

8.3.6 Снимают нижнюю делительную воронку с держателя и добиваются завихрения содержимого тем же способом, что и в 8.3.4. Возвращают делительную воронку на держатель и оставляют ее в этом положении на 1 ч.

8.3.7 Сливают основную часть водной фазы, оставив в нижней воронке жидкость толщиной слоя около 3 см.

8.3.8 Добавляют непосредственно в верхнюю делительную воронку 300 $см^3$ раствора спирта (5.2) так, чтобы раствор стекал по стенке. Создают завихрение содержимого в течение 2 мин точно так же, как это описано в 8.3.4, и оставляют содержимое отстаиваться на 1 ч.

8.3.9 Сливают основную часть водной фазы в нижнюю делительную воронку, оставив в верхней воронке жидкость толщиной слоя около 3 см.

8.3.10 Добавляют 300 $см^3$ раствора спирта (5.2) в каждую из делительных воронок так, чтобы раствор стекал по стенке. Создают завихрение содержимого каждой из воронок в течение 2 мин тем же способом, который описан в 8.3.4, и оставляют содержимое отстаиваться на 30 мин.

8.3.11 Сливают основную часть водной фазы из каждой воронки, оставив несколько миллилитров.

8.3.12 В случае необходимости повторяют операции, описанные в 8.3.10.

Примечание – Содержимое обеих воронок будет готово для фильтрования приблизительно в одно и то же время.

8.4 Фильтрование

8.4.1 Помещают фильтр (6.7) в фильтровальную установку (6.8). Прикрепляют установку к колбе для фильтрования (6.16) и соединяют колбу с вакуумным насосом (6.18). Смачивают фильтр небольшим количеством парафинового масла (5.5) и включают вакуумный насос.

8.4.2 Переливают содержимое двух делительных воронок непосредственно в фильтровальную установку.

8.4.3 Добавляют, используя капельницу (6.17), около четырех капель моющего вещества (5.6) в верхнюю делительную воронку, а затем добавляют 10 $см^3$ профильтрованной воды. Вставляют пробку в воронку и энергично размешивают содержимое, создавая его завихрение по стенкам в круговом направлении и несколько раз перевернув воронку. Возвращают делительную воронку на подставку и дают возможность содержимому воронки стечь в нижнюю делительную воронку. Вставляют пробку в нижнюю делительную воронку и размешивают ее содержимое, как описано выше. Возвращают делительную воронку на подставку и дают возможность содержимому воронки стечь в фильтровальную установку.

8.4.4 Промывают стенки каждой из делительных воронок, используя для этого промывалку (6.5), раствором спирта (5.2) в количестве 20 $см^3$, промыв сначала верхнюю делительную воронку, а затем нижнюю. Дают возможность раствору стечь на фильтр в фильтровальной установке и промывают резервуар фильтровальной установки раствором спирта. Промывают основание цилиндрической части этанолом или метанолом (5.1), а затем, пользуясь промывалкой, небольшим количеством раствора моющего вещества (5.7) для того, чтобы любые загрязнения, остающиеся вне поля зрения, попали на фильтр.

8.4.5 Извлекают фильтр, пользуясь пружинным зажимом (6.15), и помещают его на дно чашки Петри. Затем чашку Петри, частично накрытую крышкой или перевернутой воронкой (во избежание случайного загрязнения), помещают в термостат (6.19), отрегулированный на температуру от 37 до 40 °С. Если фильтр высох, смачивают его несколькими каплями смеси этанол/глицерин (5.3), пользуясь капельницей (6.17).

8.5 Микроскопическое проведение анализа

Определения и характеристики частиц, последовательность операций и их продолжительность – по приложениям Б и В.

Лаборант должен быть способным отличить остатки насекомых или клещей от частиц околоплодника (перикарпия), которые присутствуют в муке порой в больших количествах.

Пользуясь микроскопом (6.10) с 25-кратным, а затем 50-кратным увеличением, идентифицируют следующие категории загрязнений на каждой нанесенной полосе фильтра:

а – щетинка грызуна и частицы щетинки;

б – целые насекомые (личинка, нимфа или жук);

в – частицы насекомых (включая чешуйки бабочек), яйца насекомых, целые клещи и их частицы.

Подсчитывают число загрязнений размером, превышающим 30 мкм, в каждой категории и, если потребуется, определяют минимальный размер загрязнений в каждой категории, пользуясь окуляром с микрометрическим перемещением нити. В случае необходимости отдельно может быть определено количество загрязнений, сгруппированных вместе в категории *в*.

Может оказаться необходимым использование 75- или 80-кратного увеличения для исследования загрязнений, которые трудно идентифицировать.

Может оказаться целесообразным использование закрепленной иглы (6.12) для исследования (взятия проб) различных органических веществ, присутствующих на фильтре, или для их перемещения в чистую область в центре фильтра.

Кроме того, отмечают наличие и характер любых загрязнений, которые не имеют человеческого или животного происхождения, а также любые загрязнения человеческого или животного происхождений, но не определенные выше в категориях *а – в*. Составляют детальное описание таких загрязнений с целью их точного указания в протоколе исследования (например, цветные нити синтетического материала, металлический мусор, минеральные частицы, человеческие волосы, кошачья шерсть, птичьи перья или пух и т. д.).

8.6 Число определений

Анализ проводится из одной и той же лабораторной пробы в 2-кратной повторности.

9 Выражение результатов анализа

Если требование к повторяемости (раздел 10) удовлетворяется, представляют результаты отдельно для каждого фильтра как число загрязнений, обнаруженных по каждой из категорий.

Если требование к повторяемости не удовлетворяется, проводят два новых определения после тщательного перемешивания лабораторной пробы.

Если хотя бы одна щетинка грызуна или частица щетинки будет обнаружена в одной из анализируемых навесок, проводят четыре новых определения и протоколируют результаты отдельно для каждого из шести определений.

10 Повторяемость (сходимость)

Абсолютная разница между двумя независимыми одиночными результатами анализа, полученными одним и тем же методом на тождественном анализируемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же лаборантом, пользовавшимся одним и тем же оборудованием в течение короткого времени, не должна превышать десять частиц.

11 Протокол анализа

Образец протокола анализа приведен в приложении Г.

В протоколе анализа должны быть точно определены:

– метод отбора проб (если такой известен) и были ли удовлетворены особые требования, изложенные в разделе 7;

– использовавшийся метод;

– полученный результат (результаты) анализов;

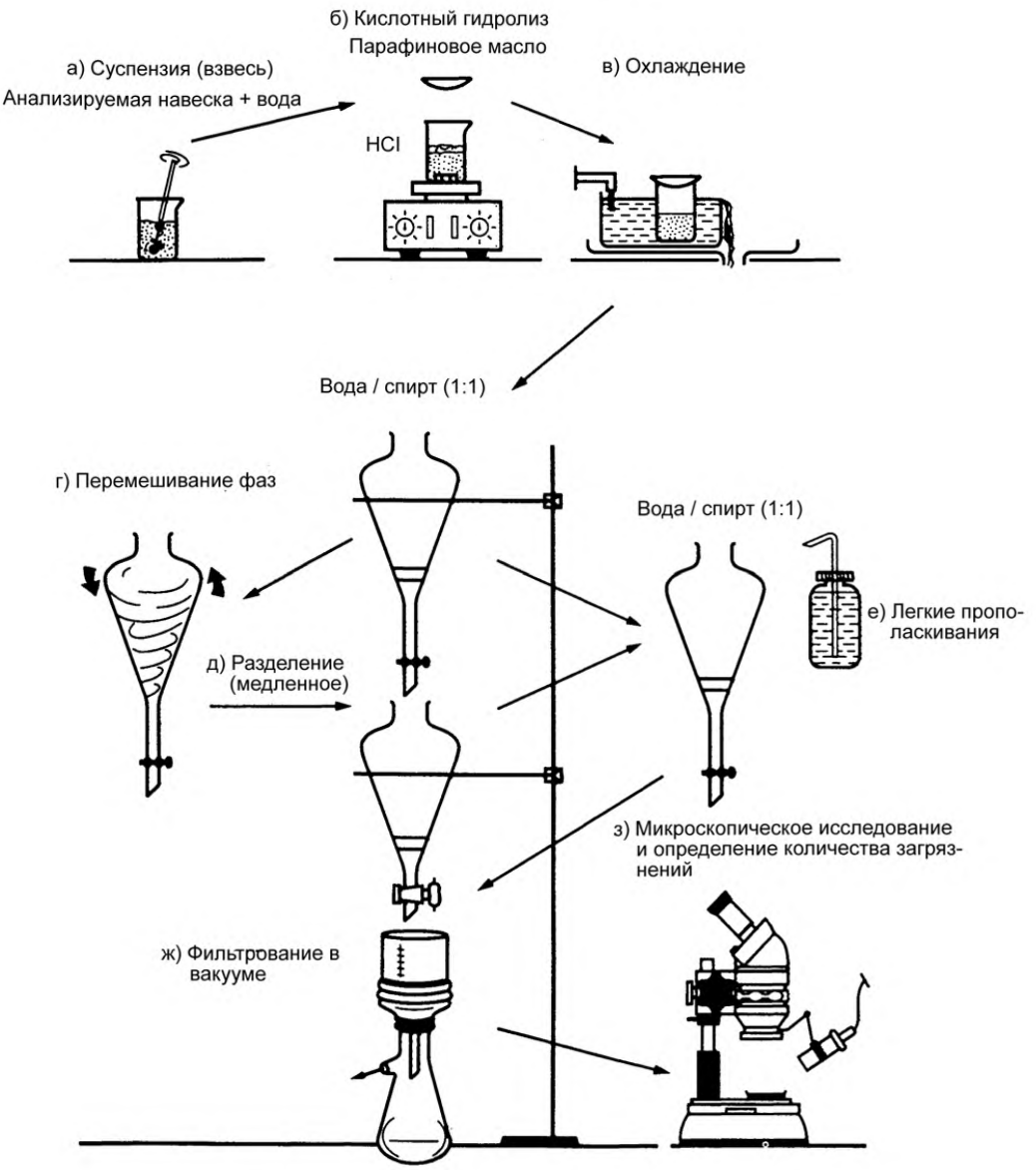
– если повторяемость обеспечивается, то результат принимается за окончательный.

Необходимо упомянуть все рабочие подробности, не указанные конкретно в настоящем стандарте или рассматриваемые в качестве необязательных, наряду с подробностями любых побочных обстоятельств, которые могли бы иметь влияние на результаты.

Протокол анализа должен включать в себя всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

Приложение А
(справочное)

Схема проведения анализа



Приложение Б
(справочное)

Определения и характеристики частиц, обнаруженных на фильтрах

Б.1 Определения

В настоящем приложении применяются следующие термины с соответствующими определениями:

Б.1.1 брюшко: Задняя часть тела насекомого, за исключением головы и грудной клетки, обычно с восемью или большим числом сегментов в случае их целостности.

Б.1.2 придатки: Отчетливо различимые продолжения тела членистоногого, например лапки, крылья, сяжки или усики, хвостовые отростки.

Б.1.3 щетинки: Тонкие, но жесткие волоски любой длины, имеющие место на кутикуле насекомых.

Примечание – Особые чувствительные волоски называются щетиной или трихоидными сенсиллами.

Б.1.4 гусеница: Личинки насекомых отряда чешуекрылых, или бабочек.

Примечание – Бабочка или мотылек представляет собой имагинальную стадию (стадию взрослого насекомого), а кокон – стадию куколки.

Б.1.5 цефалическая сумка (головная сумка): Твердая часть сбрасываемого покрова, в который помещалась только голова личинки.

Б.1.6 кутикулярный сброшенный покров (линька): Сбрасывание ювенильной кутикулы насекомого, благодаря чему имеет место возможность роста (развития).

Примечание – Старая кутикула носит название сброшенного при линьке покрова.

Б.1.7 покровы, сброшенные при линьке: Кутикула, сброшенная в период линьки.

Б.1.8 фальшножки (ложные ножки): Толстые удлинения нижней части брюшка некоторых личинок, иногда с венчиком из хитиновых зацепок (крючков). Они способствуют прикреплению к субстрату, а также оказывают помощь при движении. Гусеницы имеют, как минимум, две пары ложных ножек, направленных в сторону задней части тела.

Б.1.9 щупики: Ненаучный термин для обозначения чувствительных придатков, расположенных на головной сумке насекомых. Они могут располагаться вблизи глаз и называются сяжками, либо могут быть связаны с ротовыми органами и называются обычными щупальцами.

Б.1.10 насекомые: Класс беспозвоночных, относящихся к филуму (типу) членистоногих, некоторые из которых признаны вредителями запасов продуктов питания.

Б.1.11 ювенильные (молодые) стадии: Предимагинальные стадии насекомых (яйцо, личинка, нимфа и куколка).

Примечание – Данный термин чаще всего применяется в отношении стадии активного развития личинки и нимфы.

Б.1.12 лабрум: Верхняя губа некоторых насекомых на стадии личинки и жука, прикрывающая открытый рот.

Б.1.13 мандибулы: Жесткие (затвердевшие) ротовые органы насекомых, используемые для разрывания на части или размельчения пищи.

Б.1.14 клещи: Очень мелкие членистоногие, принадлежащие к классу паукообразных (арахнид), к отряду слитнотелых пауков, часто обитающие большими колониями.

Б.1.15 околоплодник (перикарпий): Наружная оболочка семян, образующая отруби после раздробления зерна и отсеивания муки.

Б.1.16 чешуйки: Щетинки, которые превратились в плотно прилегающие структуры, имеющие сходство с рыбьей чешуей, и которые покрывают части тела определенных насекомых, в частности, крылья насекомых отряда чешуекрылых, или бабочек.

Б.1.17 стадия: Состояние развития насекомого или клеща (яйцо, личинка, нимфа, куколка, жук).

Б.1.18 хвостовые отростки: Остроконечные удлинения кутикулы концевого брюшного сегмента личинок некоторых насекомых. Они являются общими, а иногда диагностическими признаками многих насекомых отряда жесткокрылых или жуков.

Примечание – Брюшные удлинения тараканов называются церки.

Б.1.19 надкрылье (элитра): Хитинизированное переднее крыло насекомых отряда жесткокрылых или жуков, используемое в качестве неподвижного крыла в полете и в качестве защитной оболочки для перепончатого заднего крыла.

Б.2 Характеристики

Различие между частицами растительного и животного происхождения основывается на их общем внешнем виде и структурных характеристиках.

Целые насекомые и клещи ювенильных стадий распознаются легко. Частицы насекомых и некоторых сильно хитинизированных клещей различаются по цвету от светло-коричневого до серо-коричневого и имеют блестящую поверхность либо поверхность с рисунком, составленным из небольших бугорков, вмятин, ямок или геометрически правильных бороздок. Клещи, обитающие в зернохранилищах, на вид обычно полупрозрачные, белые. Частицы растительного происхождения с виду матовые и, как правило, светло-красновато-бурого цвета.

Обнаруживаемые частицы насекомых или клещей чаще всего будут представлять собой частицы придатков (лапок и сяжков) или таких особо прочных частей тела, как мандибулы. Фрагменты других частей тела (например, головы, надкрылий, брюшка и т. д.) распознать можно по их полупрозрачной внешности, а наиболее крупные экземпляры – по их строению, представляющему собой наслаивающиеся друг на друга чешуйки. В отличие от частиц околоплодника семян, которые обнаруживают стенки клеточного строения (видимые при увеличениях, указанных в методике) с тонкими мембранами из клетчатки, при исследовании под микроскопом нельзя различить никакой клеточной структуры в кутикуле насекомых. Поверхность частиц насекомых обнаруживает, как правило, узор неправильной формы из мелких впалых пятен, покрытый маленькими круглыми впадинами, в центре которых иногда можно различить основание волосков или щетинок (рисунок Б.1).

Щетинки грызунов характеризуются внутренней структурой, имеющей вид поперечных черных штрихов неправильной формы, наблюдаемых по всей длине щетинки. Данные штрихи могут быть более или менее отчетливыми, в зависимости от состояния перегнивания щетинки. Человеческие же волосы и шерсть домашних животных имеют непрерывную структуру без штрихов.

Кутикулы целых насекомых имеют вид очень тонких фрагментов, которые могут быть довольно крупными по размеру. Идентифицировать их довольно легко, поскольку они еще имеют на себе волоски (щетинки) или имеют характерные формы того органа, который был в них заключен (цефалическая сумка, форма конечностей, кольцеобразные крючки на ложных ножках гусениц и т. д.).

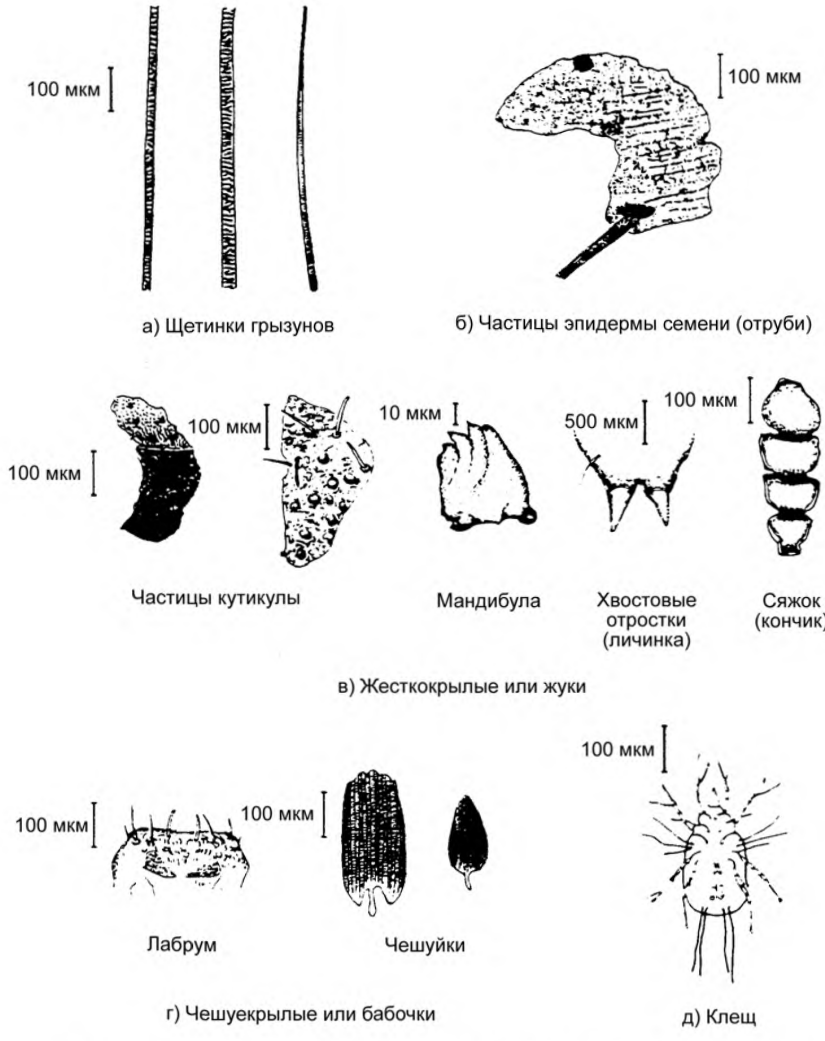


Рисунок Б.1 – **Различные типы частиц, обнаруживаемых на фильтрах**

Приложение В
(справочное)

Последовательность операций и их продолжительность

Этап I. Подготовка аппаратуры и приготовление анализируемой навески, гидролиз с хлористоводородной кислотой в течение периода от 1 ч 30 мин до 2 ч (таблица В.1).

Таблица В.1

Наименование операции	Продолжительность	
	min	max
1 Прополаскивание и просушивание стеклянной посуды, накрывание резервуаров пленкой, фильтрование реагентов	10 мин	20 мин
2 Перемешивание пробы, составление анализируемой навески, взвешивание	5 мин	10 мин
3 Добавление воды к анализируемой навеске, промывка стеклянного стержня и стенок химического стакана	5 мин	10 мин
4 Размешивание, добавление соляной кислоты (HCl), образование крахмальной пасты, добавление парафинового масла, кипячение в течение 30 мин, охлаждение	1 ч 10 мин	1 ч 20 мин

Этап II. Концентрирование загрязнений и смывание водной фазы в течение времени от 2 ч 30 мин (как минимум) до 3 ч (в среднем для двух анализируемых навесок). (В частности, два выделения в течение 1 ч, после чего следует одно выделение в течение 30 мин).

Этап III. Прополаскивание воронок, дополнительное фильтрование и кондиционирование фильтров занимает от 30 мин до 1 ч.

Этап IV. Просушивание фильтров в течение 1 ч в термостате или в течение 10 мин на фильтродержателе горячим воздухом.

Этап V. Анализ загрязнений, обнаруженных на фильтрах – 1 ч на фильтр (в зависимости от числа загрязнений) или 2 ч в среднем для двух анализируемых навесок.

Таблица В.2 – **Заключение**

Наименьшая/наибольшая продолжительность	Этап					Общая продолжительность
	I	II	III	IV	V	
Наименьшая продолжительность	1 ч 30	2 ч 30	30 мин	10 мин	1 ч	5 ч 40 мин
Наибольшая продолжительность	2 ч	3 ч	1 ч	1 ч	2 ч	9 ч*
* Определение может проводиться на протяжении двух дней либо при осуществлении гидролиза в первый день, а отделения – с вечера и всю ночь, либо при выполнении гидролиза и отделения в первый день, а исследования фильтров – во второй день.						

Приложение Г
(справочное)

Образец протокола анализа. Определение загрязнений животного происхождения в соответствии с настоящим стандартом

Идентификация пробы:
– тип продукта;
– эталон пробы;
– дата получения пробы;
– информация, касающаяся метода отбора пробы;
– дата проведения анализа

Таблица Г.1 – **Результаты анализа**

Наименование частиц, обнаруженных на фильтрах	Номер анализируемой навески					
	1	2	3	4	5	6
			Число обнаруженных щетинок грызунов или частиц щетинок (волос)			
Щетинка грызуна или частица щетинки (волоса)						
Целые насекомые (личинка, нимфа или жук)						
Частицы насекомых (в том числе чешуйки бабочек), яйца насекомых, целые клещи и их частицы						

Наблюдения

Замечания по загрязнениям животного происхождения:
– число крупных частиц насекомых размером более 200 мкм;
– число клещей или частиц клещей.

Замечания по рабочей процедуре.

Замечания по ходу анализа:
– наличие загрязнений, отличных от загрязнений животного происхождения (число на тип загрязнения);
– прочие наблюдения.

gost.e-ecolog.ru