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

1.2. ГИГИЕНА, ТОКСИКОЛОГИЯ, САНИТАРИЯ

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

Методические рекомендации
МР 1.2.2640—10

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.2
М54

М54 **Методы** отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной, пищевой продукции и упаковочных материалов: Методические рекомендации.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—40 с.

1. Разработаны Федеральной службой по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (Г. Г. Онищенко, И. В. Брагина, Т. Ю. Завистяева); Учреждением Российской академии медицинских наук «Научно-исследовательский институт питания РАМН» (В. А. Тутельян, И. В. Гмошинский, С. А. Хотимченко, Е. А. Арианова, В. В. Бессонов, В. М. Верников, М. М. Гаппаров, Р. В. Распопов, О. Н. Тананова, В. В. Смирнова, А. А. Шумакова О. И. Передеряев); Государственным образовательным учреждением высшего и профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» (Д. А. Еделев, К. И. Попов, А. А. Кочеткова, А. Н. Филиппов, Н. В. Осташенкова, Н. Н. Котова, Р. Х. Иксанов, О. В. Красноярова, Н. М. Султанова); Федеральным государственным унитарным предприятиям «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС») (С. А. Кононогов, С. С. Голубев); Федеральным государственным учреждением здравоохранения «Федеральный центр гигиены и эпидемиологии» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (ФГУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора) (А. И. Верещагин, В. Г. Сенникова, А. А. Гарбузова, М. В. Зароченцев, Н. В. Зарипов, М. В. Калиновская, О. В. Гревцов): Учреждением Российской Академии наук «Институт биохимии им. А. Н. Баха» (ИНБИ РАН) (В. О. Попов, Б. Б. Дзантиев, А. В. Жердев, И. В. Сафенкова, О. Д. Ендриксон, Н. В. Голуб); Учреждением Российской академии наук «Центр "Биоинженерия"» РАН (К. Г. Скрябин, О. А. Зейналов, Н. В. Равин, С. П. Комбарова).

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

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 24 мая 2010 г.

4. Введены в действие с 24 мая 2010 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.2

© **Роспотребнадзор, 2010**

© **Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010**

Содержание

I. Область применения 4
II. Нормативные ссылки. Термины и определения 5
III. Порядок и методы отбора проб продукции, содержащей наноматериалы 11
IV. Порядок и методы выявления и определения наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной, пищевой продукции и упаковочных материалов 24
Приложение 1. Акт отбора проб продукции 37
Приложение 2. Обозначения и сокращения 40

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

24 мая 2010 г.

1.2. ГИГИЕНА, ТОКСИКОЛОГИЯ, САНИТАРИЯ

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

Методические рекомендации
МР 1.2.2640—10

I. Область применения

1.1. Настоящие методические рекомендации устанавливают требования к методам отбора проб, выявления и определения содержания наночастиц и наноматериалов в сельскохозяйственной, пищевой продукции и упаковочных материалах.

1.2. Требования, изложенные в настоящих методических рекомендациях, применяются в ходе установления безопасности продукции сельскохозяйственного назначения, пищевой продукции и упаковочных материалов, произведённых с использованием нанотехнологий, на стадиях их разработки, производства, ввоза в страну, оборота, использования и утилизации в Российской Федерации в целях принятия решений по оценке рисков, связанных с данными процессами.

1.3. Методические рекомендации разработаны с целью обеспечения единства измерений и адаптации имеющихся методов и средств измерений в ходе оценки безопасности продукции сельскохозяйственного назначения, пищевой продукции и упаковочных материалов, произведённых с использованием нанотехнологий.

1.4. Методические рекомендации предназначены для специалистов органов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Федеральной службы по надзору в сфере природопользования, Федеральной службы по ветеринарному и фитосанитарному надзору, Министерства сельского хозяйства Российской Федерации, а также могут быть ис-

пользованы научно-исследовательскими организациями гигиенического профиля, медицинскими учебными заведениями и иными организациями и учреждениями, проводящими исследования по оценке безопасности наноматериалов.

II. Нормативные ссылки

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

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

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

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

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

2.6. Федеральный закон Российской Федерации от 12.06.2008 № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию».

2.7. Федеральный закон Российской Федерации от 24.06.2008 № 90-ФЗ «Технический регламент на масложировую продукцию».

2.8. Федеральный закон Российской Федерации от 27 октября 2008 г. № 178-ФЗ «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей».

2.9. Федеральный закон Российской Федерации от 22.07.2008 № 123-ФЗ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности».

2.10.Федеральный закон Российской Федерации «О Государственной границе» от 01.04.1993 № 4730-1.

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

2.12. Постановление Правительства Российской Федерации от 2 февраля 2006 г. № 60 «Об утверждении Положения о проведении социально-гигиенического мониторинга».

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

2.14. Постановление Правительства Российской Федерации от 22 ноября 2000 г. № 883 «Об организации и проведении монито-

ринга качества, безопасности пищевых продуктов и здоровья населения».

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

2.16. Приказ Министерства здравоохранения Российской Федерации от 19 июня 2003 № 267 «Об утверждении Правил лабораторной практики» (Зарегистрирован Минюстом России 25.06.2003 № 4809).

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

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

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

2.20. Постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 29 июля 1999 г. № 11 «О введении в действие Временного Положения об аккредитации органов по оценке риска в Российской Федерации».

2.21. Приказ Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека от 19 июля 2007 г. № 224 «О санитарно-эпидемиологических экспертизах, обследованиях, исследованиях, испытаниях и токсикологических, гигиенических и иных видах оценок» (Зарегистрирован Минюстом России 20.07.2007 № 9866).

2.22. Административный регламент Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека исполнения государственной функции по государственной регистрации впервые внедряемых в производство и ранее не использовавшихся химических, биологических веществ и изготовляемых на их основе препаратов, потенциально опасных для человека (кроме лекарственных средств); отдельных видов продукции, представляющих потенциальную опасность для человека (кроме лекарственных средств); отдельных видов продукции, в т. ч. пищевых продуктов, впервые ввозимых на территорию Российской

Федерации. Утверждён Приказом Министерства здравоохранения и социального развития Российской Федерации от 19 октября 2007 г. № 657.

2.23. СанПиН 1.2.2353—08 «Канцерогенные факторы и основные требования к профилактике канцерогенной опасности» (утв. постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации № 27 от 21.04.2008).

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

2.25. СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов».

2.26. СанПиН 2.3.2.1290—03 «Гигиенические требования к организации производства и оборота биологически активных добавок к пище (БАД)».

2.27. СанПиН 2.3.2.1293—03 «Гигиенические требования по применению пищевых добавок».

2.28. СП 1.2.1170—02 «Гигиенические требования к безопасности агрохимикатов».

2.29. ГН 1.2.1323—03 «Гигиенические нормативы содержания пестицидов в объектах окружающей среды».

2.30. ГН 2.1.6.1338—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест».

2.31. Межотраслевые правила по охране труда при использовании химических веществ. ПОТ Р М-004—07. Утверждены Министерством труда и социального развития Российской Федерации, постановление от 17 сентября 1997 г. № 44. Согласованы с Федерацией независимых профсоюзов России, письмо от 9 января 1997 г. № 109/5. Введены в действие с 1 апреля 1998 г.

2.32. ГОСТ 12.1.007—76 «Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

2.33. ГОСТ 30333—2007 «Паспорт безопасности химической продукции. Общие требования».

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

2.35. ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».

2.36. ГОСТ 26972—86 «Зерно, крупа, мука, толокно для продуктов детского питания. Методы микробиологического анализа».

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

2.38. ГОСТ 13496.0—80 «Комбикорма, сырьё. Методы отбора проб».

2.39. ГОСТ 21560.0—82 «Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб».

2.40. ГОСТ 30182—94 «Удобрения минеральные. Общие требования. Отбор проб».

2.41. ГОСТ 14189—81 «Пестициды. Правила приёмки, методы отбора проб, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение».

2.42. ГОСТ Р 52361—2005 «Контроль объекта аналитический, Термины и определения».

2.43. ГОСТ 12786—80 «Пиво. Правила приемки и методы отбора проб».

2.44. ГОСТ 26809—86 «Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу».

2.45. ГОСТ 26929—94 «Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов».

2.46. ГОСТ Р 52833—2007 «Микробиология пищевой продукции и кормов для животных. Метод полимеразной цепной реакции (ПЦР) для определения патогенных микроорганизмов. Общие требования и определения».

2.47. ГОСТ 61—75 «Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия».

2.48. ГОСТ 5789—78 «Реактивы. Толуол. Технические условия».

2.49. МР 1.2.2522—09 «Выявление наноматериалов, представляющих потенциальную опасность для здоровья человека». Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 01.07.2009.

2.50. МР 1.2.2566—09 «Оценка безопасности наноматериалов *in vitro* и в модельных системах *in vivo*». Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 29.12.2009.

2.51. МУ 1.2.2520—09 «Токсиколого-гигиеническая оценка безопасности наноматериалов». Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 05.06.2009.

Термины и определения

Безопасность продукции, процессов производства, эксплуатации, хранения, перевозки, реализации и утилизации – состояние, при котором отсутствует недопустимый риск, связанный с причинением вреда жизни или здоровью граждан, имуществу физических или юридических лиц, государственному или муниципальному имуществу, окружающей среде, жизни или здоровью животных и растений.

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

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

Измерение – совокупность операций, выполняемых для определения количественного значения величины.

Инкремент – некоторое количество материала, отобранное одновременно из большого общего объёма для формирования пробы.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Партия – количество однородной продукции, изготовленной одним производителем в одинаковых условиях, оформленное одним сопроводительным документом и доставленное одновременно. Она может состоять из части лота или из набора нескольких лотов. Если партия является частью лота, каждая часть считается отдельным лотом для контроля. Если партия состоит из нескольких лотов, необходимо определить её однородность. Если партия неоднородна, то она делится на соответствующее количество однородных партий, от каждой из которых отбирают для исследования необходимое количество проб.

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

Потребительская тара – тара, поступающая к потребителю с продукцией и не представляющая собой самостоятельную транспортную единицу (бутылка, банка, пакет, стаканчик, брикет и др.).

Проба (репрезентативная проба) – одна или несколько единиц (навесок, упаковок) материала (продукта), отобранных установленными способами из совокупности (лота, партии), позволяющая получить информацию о заданной характеристике совокупности и являющаяся основой для принятия решения о совокупности, веществе или процессе их производства. Репрезентативная проба сохраняет характеристики лота, партии, из которого была выбрана. Её частным случаем является случай простой случайной пробы

(точечная проба), когда у каждого элемента или части материала есть равная вероятность попасть в пробу.

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

Риск (риски) – вероятность наступления вредных (неблагоприятных) последствий в результате воздействия рассматриваемого фактора на организм человека, домашних и сельскохозяйственных животных, культурные растения, компоненты природных биоценозов, окружающую среду в целом.

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

Схема отбора проб – процедура отбора проб, включающая в себя «переключение» (переход) от одного плана выборочного контроля (например, стандартного) к другому (например, более жёсткому).

Тара – элемент упаковки для размещения продукции (коробка, пакет, ящик, бочка, цистерна и др.).

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

Транспортная тара – упаковка для размещения продукции, образующая самостоятельную транспортную единицу (контейнер, мешок, коробка, фляга и др.).

Упаковка – средство или комплекс средств, обеспечивающих защиту продукции от повреждения и потерь, окружающей среды от загрязнений, а также обеспечивающих процесс обращения продукции.

Упаковочный материал – материал, предназначенный для упаковки, изготовления тары и вспомогательных упаковочных средств.

III. Порядок и методы отбора проб продукции, содержащей наноматериалы

3.1. Цель и назначение процедуры пробоотбора – получение представительной (репрезентативной) пробы продукции, позволяющей получить объективную информацию о содержании наночастиц и (или) наноматериалов в данной партии или лоте продук-

ции с использованием рекомендованных для этой цели методов исследования (анализа).

3.2. Отбор проб в соответствии с требованиями, устанавливаемыми настоящими МР, проводится в случаях:

3.2.1) санитарно-эпидемиологической экспертизы продукции при её постановке на производство или ввозе (импорте) в Российскую Федерацию;

3.2.2) контроля и надзора за продукцией, содержащей наноматериалы, на всех стадиях её жизненного цикла (производство — транспортирование — реализация — использование (для продукции сельскохозяйственного назначения) — утилизация);

3.2.3) подтверждения соответствия продукции действующим санитарным правилам и нормативам.

3.3. К продукции, подлежащей процедуре пробоотбора в соответствии с настоящими МР, относятся:

3.3.1) сельскохозяйственная продукция и продукция сельскохозяйственного назначения (минеральные удобрения, средства защиты растений, пестициды (ядохимикаты), стимуляторы роста, корма, ветеринарные препараты);

3.3.2) пищевые продукты, включая детское, спортивное и специализированное питание;

3.3.3) упаковочные материалы, произведённые с использование нанотехнологий, предназначенные для упаковки пищевых продуктов.

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

3.5. При проведении надзора, контроля продукции отбор, хранение и доставку проб в лабораторию осуществляют уполномоченные специалисты Федеральных органов исполнительной власти, осуществляющих контроль наноматериалов в данном виде продукции (Роспотребнадзор, Россельхознадзор).

3.6. Отобранные в целях государственного контроля, надзора лабораторные и контрольные пробы (за исключением проб, отбираемых на продовольственных рынках и исследуемых лабораториями ветеринарно-санитарной экспертизы на продовольственных рынках) перед отправкой в лабораторию упаковывают в сейф-пакеты и пломбируют.

3.7. В соответствии с нормативными документами формируется план выборочного контроля, включающий: число отбираемых точечных проб или единиц продукции; объём или масса отбираемых точечных проб, способ выделения средней и контрольной пробы из объединённой пробы, массу средней пробы, периодич-

ность отбора проб (при контроле продукции в процессе производства) с учетом п.п. 3.22.

3.8. При выборе процедуры отбора проб необходимо учесть:

• стоимость выполнения плана выборочного контроля;

• оценку анализа рисков (вероятность обнаружения отклонения контролируемого показателя);

• распределение, выбор или назначение измеряемых характеристик в совокупности, из которой ведётся отбор проб;

• определение показателя, по которому ведётся контроль: качественный (наличие наночастиц определённого вида) или количественный (удельное содержание наноматериала в продукции) показатель;

• размер лота, партии;

• уровень контроля (количество контролируемых предприятий, лотов, партий, а также ежедневная, еженедельная или иная частота отбора проб установленная действующими нормативными документами);

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

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

3.9. При выполнении процедуры отбора проб необходимо:

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

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

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

3.10. Количество и масса отбираемых единиц (образцов, точечных проб) должна быть достаточной для формирования объединённой пробы и выделения из неё средней пробы. Величина (масса, объём) средней пробы должна быть достаточна для выделения из неё контрольной и лабораторной проб. Средняя проба, отбираемая для проведения лабораторных исследований с целью контроля безопасности продукции наноиндустрии, не может иметь массу более 3 кг. Масса средней пробы зависит от количества контролируемых показателей и применяемых методов исследований, а также от возможных процедур при обнаружении продукции, не

отвечающей требованиям безопасности и при возникновении разногласий.

3.11. Величина (объём, масса) лабораторной и контрольной проб должна быть достаточной для выполнения в лаборатории необходимых (установленных нормативными документами по безопасности нанотехнологической продукции или определённых актом отбора проб) видов исследований данного вида продукции с учётом применяемых методик анализа и числа повторностей исследования, удовлетворяющего требованиям статистической достоверности результата. Точную массу навески, необходимую для проведения каждого вида исследований, устанавливают в соответствии с действующими нормативными документами на методы исследований (МУ, МР и др.).

3.12. Минимальная масса пробы, необходимая для проведения исследований на наличие наночастиц и наноматериалов одного вида, не должна быть менее установленной табл. 1.

3.13. При увеличении числа контролируемых наноматериалов в образце величина (масса, объём) лабораторной, контрольной и средней пробы пропорционально увеличивается.

3.14. Контрольная проба выделяется на месте в процессе отбора проб. Масса контрольной пробы должна быть не более массы лабораторной пробы и не менее массы наибольшего тестового образца – образца, направляемого в лаборатории на отдельный конкретный вид исследований.

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

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

3.15. Отбор проб для иных целей, кроме определения содержания наноматериалов в продукции (определение санитарно-химических и санитарно-микробиологических показателей безопасности, санитарно-химическая и фитосанитарная экспертиза и др.), осуществляется отдельно от проб, отбираемых для определения наноматериалов. Масса, количество и виды отбираемых проб устанавливают в соответствии с действующими нормативными и методическими документами на виды продукции, методы отбора проб и методы исследований.

3.16. Для характеристики иных, чем содержание наноматериалов, показателей, применяемых при санитарном контроле продукции, могут быть применены особые планы выборочного контроля, устанавливаемые соответствующими регламентными и нормативно-методическими документами.

Таблица 1

Минимальная масса пробы, необходимая для проведения исследований на содержание наноматериалов одного вида, и минимальный размер точечной пробы в составе продукции сельскохозяйственного назначения, пищевой продукции и упаковочных материалов

№ п/п	Вид материала	Единицы измерения	Минимальное количество пробы (образца)
1	Минеральные удобрения	г	250
2	Средства защиты растений, пестициды, ядохимикаты	г	250
3	Корма сухие	г	500
4	Зерно	г	250
5	Зеленый корм (трава)	г	400
6	Силос и сенаж	г	250
7	Травяные искусственно высушенные корма	г	200
8	Сено, солома	г	200
9	Продукты детского и спортивного питания	г	200
10	Специализированные продукты питания	г	200
11	Упаковочные материалы для пищевых продуктов	$дм^2$	20

3.17. Упаковка, хранение и пересылка лабораторных и контрольных проб.

3.17.1. Лабораторная и контрольная пробы должны храниться так, чтобы не изменить измеряемую характеристику, т. е. в чистом, инертном, плотно закрытом, изолированном от воздействия атмосферного воздуха, влаги и прямого солнечного света контейнере (упаковке), создающем достаточную защиту от внешних загрязнений и повреждений в процессе транспортирования и хранения.

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

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

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

Продукцию в потребительской таре (коробки, банки, плитки, пачки и др.), сохраняя оригинальную упаковку, помещают в сейф-пакет и направляют в лабораторию. По возможности с потребительской тары перед помещением в сейф-пакет убирают информацию (снимают этикетку, стирают) о производителе продукции.

3.17.5. Пробы должны быть доставлены в лабораторию максимально быстро, с соблюдением мер против вытекания, высыхания, повреждения проб (например, пробы скоропортящихся продуктов охлаждают или замораживают, пробы, требующие особых условий хранения (при пониженных температурах), помещают в сумку-холодильник или обкладывают сухим льдом).

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

3.18. В целях достижения наилучшего результата при отборе проб с целью определения содержания наночастиц и наноматериалов рекомендуется использовать для отбора проб одно- или многоразовые коррозионно стойкие инструменты.

3.19. Правила упаковки и транспортирования проб.

3.19.1. Жидкие пробы (вода, жидкие сельскохозяйственные препараты, молоко, напитки, и др.) помещают в сухую чистую посуду из стекла или пищевого полиэтилена (банки или бутылки с навинчивающими пробками), опломбируют или упаковывают в сейф-пакет и маркируют.

3.19.2. Пробы сыпучих продуктов (минеральные удобрения, ядохимикаты, корма, сухие (инстантные) пищевые продукты) в отсутствие оригинальной потребительской упаковки, а также тары и упаковочных материалов помещают в мешочки из двухслойного полиэтилена, ламинированной фольги или ламинированной бумаги, далее в сейф-пакеты, запечатывают, опломбируют и маркируют.

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

3.19.4. Специалисты, осуществляющие отбор проб, составляют акт отбора проб в трех экземплярах. Форма заполнения акта отбора проб представлены в прилож. 1.

3.19.5. Первый экземпляр акта отбора проб предназначен для отправки в аккредитованную лабораторию.

Второй экземпляр акта отбора проб хранится у специалиста организации, проводившего отбор проб, не менее двух лет.

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

3.19.6. В акте отбора проб обязательно делают отметку о месте хранения контрольных проб. Аккредитованная лаборатория, уполномоченная организация, владелец продукции или его представитель, осуществляющие хранение контрольной пробы, обеспечивают соблюдение условий и сроков её хранения.

3.19.7. В случае если контрольный образец не был выделен при отборе проб, специалист, проводивший отбор проб, обязан сделать в акте отбора проб соответствующую отметку. В этом случае в аккредитованной лаборатории, проводящей исследование, обязаны из каждой представленной средней пробы выделить 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 средней пробы, поступившей на исследование, составляют соответствующий акт, копию которого необходимо направить в адрес специалиста (организации), проводившего отбор проб, не позднее 12 ч с момента получения проб.

3.19.8. Срок хранения контрольных проб должен быть не менее 14 суток с момента окончания лабораторных исследований, а для образцов, не соответствующих установленным требованиям, не менее трёх месяцев с момента определения их несоответствия и выдачи соответствующего заключения по экспертизе или протокола испытаний. Максимальный срок хранения контрольных проб определяется внутренними документами лаборатории и зависит от технических возможностей учреждения, времени (срока) реализации партии продукции, срока возможной подачи рекламации на результаты проведённых исследований. Для скоропортящейся продукции срок хранения контрольной пробы не может быть больше её срока годности.

3.19.9. Организацию доставки проб в аккредитованную лабораторию осуществляет организация, проводившая отбор проб. Доставку проб в лабораторию могут осуществлять специалисты, проводившие отбор проб, сотрудники аккредитованных лабораторий и других, в т. ч. уполномоченных соответствующими органами, учреждений.

Категорически запрещено при осуществлении государственной регистрации продукции, контроля возлагать доставку проб в лабораторию на производителей (поставщиков) продукции или их представителей.

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

3.19.11. Остатки проб после проведения исследований и контрольные образцы по истечении срока хранения уничтожают, если иное не оговорено договором между аккредитованной лабораторией и органом (организацией), проводящим экспертизу, и (или) производителем (поставщиком) продукции. На уничтожаемую продукцию составляют акт об уничтожении проб продукции. В акте отражают количество, виды, массу остатков продукции, способ и дату их уничтожения. В случае сдачи остатков проб на предприятие по утилизации промышленных или бытовых отходов указывают дату и номер сопроводительного письма, по которому они были туда направлены.

3.19.12. При обнаружении в лаборатории несоответствия информации, указанной в акте отбора проб, с фактическим количеством, видом, массой проб, а также неполной информации, недостаточной для выдачи предварительного или окончательного заключения, специалисты лаборатории не позднее 24 ч с момента поступления проб сообщают об этом в письменной форме (представляют акт) специалисту, проводившему отбор проб.

3.20. Транспортирование проб.

3.20.1. Транспортирование образцов продукции, в т. ч. минеральных удобрений и средств защиты растений, кормов и кормовых добавок, пищевых продуктов, должно осуществляться в условиях, обеспечивающих сохранение состояния, состава и качества проб, а также безопасность окружающей среды, на оборудованном для таких целей транспортном средстве.

3.20.2. Во время транспортирования скоропортящейся продукции должно быть обеспечено непрерывное охлаждение проб. Скоропортящиеся пробы должны быть доставлены в лабораторию при температуре не выше 2—7 °С в холодильниках или термоконтейнерах не позднее 24 ч с момента отбора проб; прочие пробы, по возможности без промежуточного хранения при температуре окружающей среды (комнатной температуре), не позднее 36 ч после отбора.

3.21. Порядок отбора проб для лабораторных исследований.

3.21.1. После составления плана проведения отбора проб, перед отбором проб визуально определяют внешний вид 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.).

После этого отбирают от однородных партий продукции необходимое число точечных проб массами, указанными в табл. 1, с учётом массы партии продукции в соответствии с табл. 2, а от штучной продукции в соответствии с табл. 3.

3.21.2. После отбора точечных проб из них формируют объединённую пробу путём перемешивания. В случае отбора единиц штучной продукции (упаковок) от каждой упаковки отбирается проба массой не менее чем определённая в табл. 1 для соответствующего вида продукции.

3.21.3. Объединённая проба сыпучих материалов сокращается до величины средней пробы, направляемой на исследование (табл. 1) методом квартования. В случаях, предусмотренных п.п. 3.13, 3.14, производится отбор дополнительных средних проб, а также контрольной пробы.

Таблица 2

Нормы отбора точечных проб сельскохозяйственной продукции (минеральные удобрения, ядохимикаты, средства защиты растений), кормов и не расфасованных пищевых продуктов для определения наночастиц и наноматериалов

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	дополнительно 3 пробы на каждые полные или неполные 10 т свыше 20 т
>100,0	дополнительно 3 пробы на каждые полные или неполные 100 т свыше 100 т

Таблица 3

Нормы отбора проб расфасованной (штучной) пищевой продукции

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

3.22. Частные процедуры отбора проб продукции для определения содержания наночастиц и наноматериалов.

3.22.1. Минеральные удобрения, ядохимикаты и средства защиты растений.

При отборе проб минеральных удобрений следует придерживаться требований ГОСТ 21560.0—82 и ГОСТ 30182—04. При отборе проб ядохимикатов и средств защиты растений применяются положения ГОСТ 14189—81. При этом количества и число отбираемых проб должны быть во всяком случае не меньше, чем предусмотренные п.п. 3.12 и 3.21 настоящих МР.

Упаковочные единицы, отобранные в выборку для отбора проб, должны быть перед вскрытием тщательно очищены снаружи.

Для отбора проб жидких, пастообразных, гранулированных и порошкообразных препаратов сельскохозяйственного назначения рекомендуется применять пробоотборники (трубки, цилиндры, совки, щупы), по конструкции соответствующие ГОСТ 14189—81. В ходе контроля непосредственно на производстве (у производителя) допускается отбор проб из потока с помощью автоматических пробоотборников.

Пробоотборники должны быть изготовлены из материала, не реагирующего с данным видом продукции сельскохозяйственного назначения.

Точечные пробы жидкой продукции отбирают после тщательного перемешивания продукта до однородного состояния. Перемешивание в бочке осуществляют катанием ее в горизонтальном положении по плоской поверхности в течение 1—3 мин. Фляги,

бутыли, канистры и банки с продуктом перемешивают встряхиванием.

Пробы жидкой продукции из различных видов тары отбирают погружением пробоотборника на всю глубину упаковочной единицы по вертикальной оси. Пробы из цистерн в пунктах налива и слива отбирают с уровня, расположенного на высоте $^1/_3$ диаметра цистерны от нижней образующей.

Точечные пробы от пастообразных препаратов сельскохозяйственного назначения отбирают после тщательного перемешивания до однородного состояния. Если перемешивание затруднительно, пробы отбирают по всей толщине слоя из любых точек массы препарата, равномерно расположенных внутри тары. Пробы пастообразных препаратов отбирают ввинчиванием пробоотборника по вертикальной оси. После отбора проб должна быть обеспечена сохранность продукта путем его перезатаривания или герметизации образованного пробоотборником отверстия.

Точечные пробы от порошкообразных и гранулированных препаратов сельскохозяйственного назначения отбирают погружением щупа на $^2/_3$ глубины упаковочной единицы по вертикальной оси или диагонали.

Среднюю пробу, полученную путём сокращения объединённой пробы, помещают в чистую сухую металлическую или стеклянную банку или бутылку, плотно закрывают крышкой или пробкой. Среднюю пробу материалов, не взаимодействующих с полиэтиленом, допускается помещать в полиэтиленовую банку или бутылку. Среднюю пробу порошкообразной и гранулированной продукции сельскохозяйственного назначения допускается помещать в бумажный или полиэтиленовый пакет или коробку из картона.

Отобранные средние пробы упаковывают в соответствии с п.п. 3.17—3.19. В случае проб ядохимикатов (пестицидов) и средств защиты растений на внешней стороне упаковки (сейф-пакета) крупно, в заметном месте, проставляются надписи «ЯД!», «Транспортировать с осторожностью». Возможно также дополнительное нанесение предупредительных пиктограмм соответствующего содержания.

3.22.2. Корма.

При отборе проб сыпучих (гранулированных) кормов необходимо руководствоваться требованиями ГОСТ 13496.0—80. Отбор проб проводят сухим, стерильным пробным щупом или совком, изготовленным из коррозионно-стойкого материала. После взятия проб от каждой партии пробный щуп очищают и дезинфицируют.

От партии (лота) продукции отбирают не менее 20 точечных проб массой не менее 200 г. При этом от партии сухих кормов, хранящихся или доставленных насыпью, точечные пробы отбирают

совком или конусным щупом в шахматном порядке из разных слоев (верхнего, среднего, нижнего). 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 точечных проб производится из каждой отобранной упаковочной единицы в трех точках (сверху, с середины и снизу).

Путём перемешивания точечной пробы получают объединённую пробу, которую сокращают методом квартования и получают две средних пробы (лабораторную и контрольную) массой не менее 500 г (табл. 1.). При этом крупные гранулы и агломераты материала рекомендуется измельчать в ступке или лабораторной мельнице. Материалы приспособлений для измельчения должны подвергаться мойке и стерилизации, а в ходе использования не должны корродировать и приводить к образованию пылевидных и дисперсных частиц.

Подготовленные средние пробы упаковывают в стерильную посуду из пищевого полиэтилена или стекла или в полиэтиленовые мешочки, после чего помещают в сейф-пакет.

Отбор проб кормов может производиться в местах их производства, хранения и скармливания животным.

3.22.3. Пробы пищевой продукции, включая продукты детского, спортивного, специализированного питания.

При отборе проб пищевой продукции, произведённой с использованием нанотехнологий (сухие инстантные продукты детского, спортивного и специализированного питания), следует придерживаться требований ГОСТ 26669—85 и ГОСТ 26972—86.

При отборе проб не расфасованной в потребительскую упаковку пищевой продукции выделяют 2—5 % единиц тары из партии, но не менее трех, методом случайной выборки. Поверхность тары, содержащей продукцию, предварительно очищают от загрязнений; участки тары, прилегающие к месту вскрытия, дезинфицируют этиловым спиртом-ректификатом. Проверяют и заносят в протокол отбора проб информацию, нанесённую на тару: наименование продукции, наименование и адрес изготовителя, место и дату выработки партии продукции. После этого для составления объединенной пробы из разных мест каждой вскрытой тары с продукцией отбирают стерильным щупом (в верхней, средней и нижней частях упаковки по ее высоте) несколько точечных проб, из которых составляют объединенную пробу. Щуп погружают в продукт на расстоянии не менее 2 см от стенки тары по диагонали или вертикально. Точечные пробы помещают в стерильную посуду из стекла или пищевого полиэтилена, перемешивают, составляют объединенную пробу и выделяют из нее среднюю пробу для ана-

лиза, массой согласно табл. 1. Масса точечной пробы продукции определяется табл. 1, число точечных проб, слагающих объединённую пробу – табл. 2.

При отборе точечных проб от сухих молочных продуктов в потребительской таре выделяют определённое число единиц (упаковок) продукции из партии или лота в соответствии с табл. 3 методом случайной выборки. Упаковки очищают от внешних загрязнений (пыль, масло, опилки и т. п.), а участок упаковки вокруг места вскрытия дезинфицируют этиловым спиртом-ректификатом. Проверяют и заносят в протокол отбора проб информацию, содержащуюся на этикетке: наименование продукции, наименование и адрес изготовителя, место и дату выработки. После вскрытия упаковок из каждой из них стерильным щупом или ложкой, изготовленными из коррозионно-стойких материалов (полиэтилен, нержавеющая сталь), отбирают точечную пробу массой в соответствии с табл. 1.

Точечные пробы помещают в сухую стерильную тару из коррозионно-стойкого материала и перемешивают, получая объединённую пробу. Методом квартования из неё выделяют две средние пробы – лабораторную и контрольную – массой в соответствии с табл. 1. Пробы упаковывают в стеклянную или полиэтиленовую стерильную сухую тару с плотно закрывающимися крышками, которую далее помещают в сейф-пакет.

3.22.4. Упаковочные материалы, контактирующие с пищевой продукцией.

При отборе проб упаковочных материалов, контактирующих с пищевой продукцией, применяют сухие стерильные одно- или многоразовые инструменты из коррозионно стойких материалов: ножницы, пинцеты.

При отборе проб рулонных (листовых) упаковочных материалов в партии продукции выделяют не более 2 % (но не менее 3 шт.) рулонов (упаковок) продукции методом случайной выборки. Выделенные тарные единицы перед вскрытием очищают снаружи от видимых загрязнителей (пыли, стружки и т. п.). Отбираемые пробы вырезают из листа упаковочного материала, находящегося не менее чем под двумя верхними листами в стопке (пачке) или под двумя витками рулона. Из каждой выделенной тарной единицы вырезают определённое число фрагментов площадью не менее 5 $см^2$ так, чтобы общая площадь отобранного материала была не менее указанной в табл. 1. Фрагменты вырезают из участка листа упаковочного материала не менее чем в 5 см от края листа или (в случае упаковочных материалов в виде узких лент или полос) симметрично по длинной оси листа.

Отобранные образцы упаковочных материалов помещают в сухой стерильный конверт из полиэтилена или ламинированной бумаги, снабжённый клейкой лентой или скользящим замком, плотно закрывают, помещают в сейф-пакет и опломбировывают.

Аналогично лабораторной пробе в тех же количествах и по той же методике отбирают контрольную пробу.

При отборе проб тары в виде бутылок, банок, фляг, пакетов из полимерных материалов от партии (лота) продукции отбирают не более 1 %, но не менее 10 единиц продукции методом случайной выборки. Упаковки помещают в сейф-пакеты и опломбировывают. В случае использования тары больших размеров (не помещающейся в сейф-пакет), возможно её разделение на фрагменты (не более 3—5 для каждой единицы продукции). Отдельно отбирают и опломбировывают в сейф-пакеты крышки (пробки) для упаковки в количестве не более 1 % от партии, но не менее 50 шт.

IV. Порядок и методы выявления и определения наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной, пищевой продукции и упаковочных материалов

4.1. Выявление и определение наночастиц и наноматериалов в составе сельскохозяйственной, пищевой продукции и упаковочных материалах проводится в целях: а) установления факта присутствия в составе продукции наноразмерных (менее 100 нм хотя бы в одном измерении) фаз, представляющих потенциальную опасность для здоровья человека; б) количественной оценки содержания в составе продукции наночастиц и наноматериалов для их гигиенического нормирования, расчёта экспозиции ими человека (персонала производств, потребителей продукции, населения в целом) с последующей оценкой возникающих рисков и разработкой системы мер по их минимизации.

4.2. Выявление и определение наночастиц и наноматериалов в соответствии с требованиями, устанавливаемыми настоящими МР, проводится в случаях:

4.2.1) государственной регистрации новой продукции при её постановке на производство или вводе (импорте) в Российскую Федерацию;

4.2.2) контроля и надзора за производимой (импортируемой) продукцией, содержащей наноматериалы, на всех стадиях её жизненного цикла (производство – транспортировка – реализация – использование (для продукции сельскохозяйственного назначения) – утилизация);

4.2.3) подтверждения соответствия продукции предъявляемым к ней требованиям.

4.3. Выявлению и определению в составе сельскохозяйственной, пищевой продукции и упаковочных материалах подлежат наночастицы и наноматериалы искусственного происхождения, обладающие средней или высокой степенью потенциальной опасности согласно МР 1.2.2522—09.

4.4. В задачи выявления и идентификации качественного состава наноматериала в составе продукции входит:

- установление химического состава наноразмерной фазы (углеродная, металлическая, металлооксидная, солевая, алюмосиликатная, органическая, биоорганическая, прочая);
- определение размера частиц наноразмерной фазы и (или) доли наноразмерных частиц в общем числе частиц дисперсной фазы;
- определение формы частиц;
- определение формфактора (отношения максимального линейного размера к минимальному по 3 пространственным осям);
- определение фазового состава частиц (кристаллическая/аморфная);
- определение степени агрегации/агломерации частиц.

4.5. В задачи количественного определения наноматериала в составе продукции входит:

- определение удельной массовой доли наноматериала в составе продукции;
- определение числа частиц высокодисперсной (наноразмерной) фазы в единице массы (объёма) продукции.

4.6. Выявление, идентификация и количественное определение наночастиц и наноматериалов в составе продукции сельскохозяйственного назначения, пищевых продуктов и упаковочных материалов проводится в лабораториях, аккредитованных в установленном порядке на проведение таких исследований.

4.7. Качественная идентификация и процедура выявления наночастиц неорганических веществ искусственного происхождения в составе продукции, если это не оговорено особо в данных МР, осуществляется методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с дополнительными опциями дифракции электронов в выбранной области СХПЭЭ. При этом следует пользоваться методами, изложенными в методических рекомендациях и руководствах, утверждённых в установленном порядке. Перечень показателей, характеризуемых в основных видах искусственных наноматериалов, приведён в табл. 4.

4.8. Количественное определение массовой доли наноматериалов неорганического происхождения в составе продукции в

общем случае осуществляется с использованием методов атомно-эмиссионной спектрофотометрии (AES) и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (MS-ICP). При этом следует использовать последовательный атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связаной плазмой или квадрупольный масс-

Таблица 4

Список показателей приоритетных наноматериалов, определяемых с использованием просвечивающей электронной микроскопии

Приоритетные наноматериалы	Характеризуемые показатели					
	фимический состав	фазмер частиц	форма частиц	форм-фактор	фазовый состав	агрегация/ аггломерация
Фуллерены	*	ПЭМ**	Анализ изображений	*	*	ПЭМ
Углеродные нанотрубки	*	ПЭМ**	Анализ изображений	Расчётным методом по данным ПЭМ	*	ПЭМ
Наночастицы серебра	СХПЭЭ	ПЭМ	Анализ изображений	*	*	ПЭМ
Наночастицы диоксида титана	СХПЭЭ	ПЭМ	ПЭМ, анализ изображений	Расчётным методом по данным ПЭМ	Дифракция электронов	ПЭМ
Наночастицы диоксида кремния	СХПЭЭ	ПЭМ	ПЭМ, анализ изображений	Расчётным методом по данным ПЭМ	Дифракция электронов	ПЭМ
Наночастицы оксида алюминия	СХПЭЭ	ПЭМ**	ПЭМ, анализ изображений	Расчётным методом по данным ПЭМ	Дифракция электронов	ПЭМ
Наночастицы оксида цинка	Дифракция электронов	ПЭМ	ПЭМ, анализ изображений	Расчётным методом по данным ПЭМ	*	ПЭМ
Наночастицы оксида железа	Дифракция электронов	ПЭМ	ПЭМ, анализ изображений	Расчётным методом по данным ПЭМ	*	ПЭМ
Наноглины	*	*	ПЭМ	*	*	ПЭМ
Наночастицы полимеров	*	ПЭМ**	ПЭМ, анализ изображений	*	*	*
Нано-липосомы	*	ПЭМ**	*	*	*	*
Наноэмульсии	*	ПЭМ**	*	*	*	*

Примечания.

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

** Дополнительно необходимо контрастирование образца солями тяжёлых металлов.

Таблица 5

Список приоритетных наноматериалов и соответствующих индикаторных химических элементов для определения методами MS-ICP и AES

№ п/п	Тип наноматериала	Индикаторный химический элемент	Возможности анализа (+/—)		Предел обнаружения мг/кг образца	Содержание индикаторного элемента в наноматериале, % *
			MS-ICP	AES		
1	Наночастицы серебра	Ag	+++	++	1×10^{-6}	более 99
2	Наночастицы диоксида титана (анатаз, рутил)	Ti	+++	++	1×10^{-6}	59,9
3	Наночастицы диоксида кремния (кварц, кремнезём)	Si	+++	++	5×10^{-6}	не более 46,8
4	Наночастицы оксида алюминия	Al	+++	++	1×10^{-6}	52,9
5	Наночастицы глин	Al	+++	++	1×10^{-6}	20,9
6	Наночастицы оксида цинка	Zn	+++	++	1×10^{-6}	78,4
7	Наночастицы оксида железа	Fe	+++	++	1×10^{-6}	не более 77,7
8	Нанотрубки	Fe Co Ni Cu	+++	++	1×10^{-6}	не более 3

Примечание. * Для уточнения показателя рекомендуется проведение элементного анализа образца наночастиц, предоставленного производителем (поставщиком) продукции.

спектрометр с индуктивно связанной плазмой. Определение проводят путём измерения содержания маркёрных для данного наноматериала химических элементов после внесения поправок на возможные эффекты со стороны полиатомных интерференций. При выборе маркёрного химического элемента, подлежащего определению, следует ориентироваться на данные табл. 5.

Подготовка к анализу методами AES и MS-ICP проб сухих и жидких (водных) продуктов осуществляется методом сухой минерализации согласно ГОСТ 26929—94. Подготовка к анализу проб жиров (растительного масла) осуществляется также в соответствии с ГОСТ 26929—94 методом «мокрой» (кислотной) минерализации. В целях повышения точности и воспроизводимости анализа, сокращения возможных потерь анализируемых наноматериалов рекомендуется пользоваться системой микроволновой пробоподготовки.

4.9. Для жидких пищевых продуктов, не содержащих естественных нанодисперсий, при определении содержания количества наночастиц неорганических веществ искусственного про-

исхождения в составе продукции допустимо также применение атомно-силовой микроскопии (АСМ). В этом варианте аликвота объемом 10 мкл наносится на подложку из слюды, сушится на воздухе при комнатной температуре и затем анализируется в атомно-силовом микроскопе, имеющем радиус кривизны иглы порядка 1 нм. Число анализируемых изображений и методы их обработки принимаются теми же, что и в варианте просвечивающей электронной микроскопии.

В тех случаях когда рекомендуемые методы закрепления наночастиц высушиванием на подложке для ПЭМ и АСМ могут приводить к агрегации или же естественная концентрация наночастиц мала для обеспечения статистически надежного определения, допускается предварительная фильтрация исследуемой жидкости на ультратонкой мембране с диаметром пор порядка 5 нм. Для этого 10 мл пробы фильтруют под давлением не менее 5 атм., создаваемым азотом. После фильтрации мембрану высушивают при комнатной температуре в эксикаторе, после чего передают на анализ методом ПЭМ или АСМ.

В последнем случае поверхность мембраны не должна иметь шероховатостей, соизмеримых с задерживаемыми на ней наночастицами. Для проверки природы шероховатости (а также определения количества адсорбированных слоев на мембране) кантилевером разрушают небольшую область адсорбированного на мембране слоя и измеряют высоту поверхности относительно расчищенного участка.

Ограничением применения ПЭМ для измерения размеров наночастиц (и, соответственно, концентрационного распределения по размерам) является отсутствие метрологического обеспечения для ПЭМ. В свою очередь, для АСМ метрологическое обеспечение на сегодняшний день достаточно хорошо разработано. Таким образом, может быть рекомендована следующая схема обеспечения прослеживаемости измерений при помощи ПЭМ к результатам измерений геометрических размеров при помощи АСМ. На практике схема проведения измерений должна выглядеть следующим образом.

При помощи откалиброванного АСМ проводят измерение образца, содержащего электронно-плотные наночастицы (например, наночастицы оксидов металлов). Получают функцию распределения частиц по размерам в данном образце. После этого тот же самый образец помещают в ПЭМ, где также получают функцию распределения частиц по размерам. Данная функция является калибровочной функцией для ПЭМ. Получаемые после этого функции распределения по размерам наночастиц (результаты геометрических измерений размеров отдельных наночастиц) привязывают к

единицам длины системы СИ (нанометрам) путем сравнения их видимого размера (распределения) с размером (распределением) калибровочного образца наночастиц, привязанного к единицам системы СИ через методики АСМ.

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

Ряд жидких пищевых продуктов, содержащих естественные включения, сравнимые с наночастицами по размеру (пиво, молоко и т. п.), перед изучением при помощи ультратонкой мембраны и последующего анализа на 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 экспериментальных топограммах.

В этом случае предлагается базовый вариант анализа, заключающийся в следующем:

1) микрофильтрация образца;

2) нанофильтрация;

3) энзиматическое разложение осадка на фильтре и смыв органических компонентов;

4) сушка фильтра с наночастицами на поверхности;

5) подсчет числа частиц на единице поверхности фильтра при помощи АСМ или СЭМ (ПЭМ);

6) определение размеров и концентрации наночастиц.

В этом варианте стадия микрофильтрации позволяет удалять крупные капли жира и белков пищевого матрикса. Далее на стадии нанофильтрации на мембране задерживаются и фиксируются собственно наночастицы определяемого компонента и наночастицы пищевого матрикса. Энзиматическое разложение и последующая обработка органическим растворителем позволяют удалить остатки пищевого матрикса, а на мембране остаются только целевые жиро(водо)нерастворимые наночастицы. Для ПЭМ операции микрофильтрации образца а также энзиматического разложения осадка на фильтре и смыва органических компонентов могут быть опущены.

4.11. При анализе жидких пищевых продуктов с использованием мембран для фиксации наночастиц рекомендуется применять мембраны с размером пор порядка 5 нм. Методика подсчета концентрации наночастиц в общем случае состоит в следующем.

Берется точно отмеренный объем V раствора нанодисперсии в жидкой матрице, фильтруется на нанофильтре строго определенной площади S, сушится, анализируется на количество наночастиц в единице объема n и определяется их распределение по размерам

на электронном микроскопе и/или атомно-силовом микроскопе путем прямого подсчета.

В качестве средств обработки полученных изображений следует рекомендовать программы, отличающиеся высокой степенью фрагментарного анализа. В случае работы с концентрированными образцами наночастиц способность различить границы частиц в сложных агломератах или агрегатах приобретает важное значение для достоверности получаемых результатов. Для этого может быть использован модуль обработки изображений (Image Analysis) или аналогичное программное обеспечение.

При этом площадь поля мембраны s, видимая в микроскоп, позволяет производить подсчет числа частиц n. Далее производится расчет:

число наночастиц N в объеме $V = (n\ S/s)$,

концентрация наночастиц частиц $C_{нано} = N/V$.

Площадь s берется в виде средней величины от 10 замеров площадок в разных частях мембраны. Проверяется «проскок» нанодисперсии через мембрану, фильтрат просушивается и анализируется на слюде по тем же правилам (V и S капли на слюде должно быть известно).

Для обеспечения удовлетворительной статистической выборки суммарное количество наночастиц в отснятых областях должно быть не менее 100 шт. Число анализируемых изображений и методы их обработки принимаются теми же, что и в варианте просвечивающей электронной микроскопии.

4.12. При количественной оценке наноматериала на мембране методом ПЭМ необходимо производить предварительное препарирование объекта. Для этого из исследуемого материала вырезается образец размером не более чем 5×10 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 материла таким образом, чтобы отделяемая стружка попадала в жидкую среду. Образец вылавливается на сетку-подложку для исследований в ПЭМ, из сетки-подложки вырубается образец размером адаптированный для просмотра, 3 мм в диаметре.

В ряде случаев жидкий пищевой продукт с нанодисперсией вообще может не содержать стабилизатора. Этот продукт может сохранять нанодисперсность в течение нескольких лет, но при высушивании немедленно агрегирует и коагулирует. Если достоверно известно, что продукт не содержит естественные включения, сравнимые с наночастицами по размеру (вода, масло), допускается ис-

пользование метода динамического лазерного светорассеяния без пробоподготовки.

Методом динамического светорассеяния также целесообразно производить измерение размеров частиц для последующего анализа в многокомпонентных растворах, содержащих частицы не более чем трех размерных классов, соизмеримых с размерами наночастиц. То есть ожидаемое количество пиков в пределах от 1 до 100 нм не должно быть больше четырех, включая пик наночастиц. Визуально раствор должен быть прозрачным и не иметь видимой опалесценции.

В сочетании с данными о брутто-содержании нанодисперсии получаемое этим методом распределение частиц по размерам позволяет количественно оценить их концентрацию. Данный спектральный метод нуждается в метрологической аттестации.

Для определения размера частиц методом динамического светорассеяния необходимо использовать цилиндрические кюветы для содержания образца. Кюветы должны быть более 4 мм в диаметре, что необходимо для исключения нежелательного отражения падающего и рассеянного света от стенок кюветы. Образец заливают в кювету, и размещают ее так, чтобы падающий луч лазера не пересекался с поверхностями дна кюветы и мениска раствора. Если определение параметров частиц происходит при высоких температурах или в комбинации с методами разделения, такими как гельпроникающая хроматография, жидкостная хроматография высокого давления, фракционирование в поперечном поле сил и другими, то необходимо использовать кюветы, конструкция которых предусматривает работу в данных режимах.

Перед помещением образца в кювету необходимо удалить из раствора все примеси, которые могут влиять на точность определения параметров частиц, такие как агрегаты различной химической природы, пыль и др. Частицы большего размера вносят больший вклад в интенсивность светорассеяния, что может сделать невозможным детекцию частиц меньшего размера в растворе. Для удаления примесей необходимо применять следующие подходы:

- центрифугирование;
- фильтрацию.

1. Для осаждения агрегатов органического происхождения центрифугирование образца проводить при ускорении 20 000 g в течение 30 мин. После центрифугирования необходимо собрать супернатант, не затрагивая осадок.

2. В случае если центрифугирование недопустимо, то для очистки образца следует применять фильтрацию через микрофильтры. Для этого стеклянный шприц наполняют образцом, затем образец пропускают через фильтр. Пропускание через фильтр

должно быть аккуратным, чтобы избежать разрушения определяемых частиц и собственно мембраны. При фильтрации необходимо учитывать природу растворителя. Так, не со всеми органическими растворителями можно использовать стеклянный шприц. Для гидрофобных образцов целесообразно использовать тефлоновые фильтры с диаметром пор 0,2 мкм. Для растворителей на водной основе – целлюлозные с диаметром пор 0,22, 0,45 и 0,8 мкм.

Для определения размера частиц необходимо использовать оборудование, включающее когерентный источник света, – лазер с длинной волны ~632 нм и систему счета фотонов, являющуюся кросскорреляционной системой с двумя фотоумножителями с полным отсутствием послеимпульсов для повышения точности измерения размеров наночастиц в диапазоне 1—10 нм.

Определяемая прибором автокорреляционная функция светорассеяния G2(t), зависящая от времени, является функцией задержки времени t и единичного затухания и может быть описана следующим уравнением:

$$G_2(\mathrm{t}) = A[1 + B\exp(-2\Gamma \mathrm{t})]$$

Эта функция описывает рассеяние света в системе однородных (монодисперсных) сферических невзаимодействующих частиц. A – базовая линия, зависящая от времени, – пропорциональна квадрату усредненной во времени интенсивности I. Коэффициент B – отрезок, отсекаемый на оси абсцисс графика автокорреляционной функции. Этот коэффициент является мерой степени рассеяния света, которую можно определить как относительную когерентность зарегистрированного рассеянного света. В соответствии с определением $B \leq 1$. Практическое значение B в интервале от 0,2 до 0,9 приемлемо для точного определения размера частиц.

Скорость затухания Γ корреляционной функции зависит от изменения коэффициента диффузии частиц D:

$$\Gamma = Dq^2, \text{ где}$$

q – абсолютное значение вектора рассеяния.

$$q = \frac{4\pi n}{\lambda_0}\sin\frac{\theta}{2}, \text{ где}$$

n – коэффициент преломления растворителя, λ_0 – длина волны падающего света в вакууме и θ – угол рассеяния.

Значение величины гидродинамического радиуса частиц (R) может быть рассчитана с использованием уравнения Стокса-Энштейна:

$$D = \frac{k_в T}{6\pi\eta R}$$, где

$k_в$ – постоянная Больцмана, T – абсолютная температура и η – вязкость растворителя.

Размер частиц, рассчитанный из уравнения Стокса-Энштейна, назван гидродинамическим радиусом. Он может быть больше, чем радиус самой частицы из-за возможных слоев растворителя, покрывающих частицу, или для заряженных частиц, абсорбированных ионов. В большинстве случаев эти слои вносят незначительную поправку к размеру, кроме случаев, когда измеряются частицы, соизмеримые с этими слоями.

Для определения размеров частиц необходимо знать такие физические параметры образца, как вязкость (η) и коэффициент преломления (n). Для большинства растворителей значения этих параметров приведены в справочных таблицах. Необходимо также учитывать, что данные параметры зависят от температуры образца. (При работе с низкими температурами может образовываться конденсат на стенках кювет и оптических частях прибора, что может дать ошибочный результат определения параметров.)

Расчет величины гидродинамического радиуса выполняется, исходя из параметров автокорреляционной функции с помощью специального программного обеспечения, поставляющегося совместно с приборами фотонной корреляционно спектроскопии или поставляемого сторонними производителями программного обеспечения.

4.13. Определение числа частиц дисперсной фазы наноматериала в единице массы (объёма) продукции для наноматериалов, перечисленных в табл. 5 и 6 и характеризуемых величиной формфактора не более 2,0, производится расчётным путём по формуле:

$$N = \frac{C \times 10^{18}}{4/3\ \pi\ R^3 \rho}$$, где

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

C – концентрация наноматериала, определённая методом AES или MS-ICP, скорректированная на содержание индикаторного элемента в образце наноматериала, выраженная в мг/кг или в мг/дм^3;

ρ – плотность сплошной фазы наноматериала, г/см^3;

R – средний радиус наночастицы, нм;

10^{-18} – переводной коэффициент при переходе от нанометров к сантиметрам и от граммов к миллиграммам.

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

$$N = (1 \times 10^{18})/[(4/3) \times 3{,}14 \times 10^3 \times 7{,}3) = 3{,}2 \times 10^{14}\ кг^{-1},$$

то есть в 1 кг образца содержится $3{,}2 \times 10^{14}$ наночастиц серебра.

4.14. Идентификация наночастиц и наноматериалов, содержащихся в образцах упаковочных материалов для пищевой продукции, осуществляется на основании данных, представляемых производителем (поставщиком) продукции. В сопроводительной документации, предоставляемой заявителем (поставщиком) в ходе государственной регистрации продукции при её постановке на производство или ввозе в страну, указывается: наименование наноразмерной фазы, модифицирующей упаковочный материал, точное наименование наноматериала по систематической или тривиальной номенклатуре и его химический состав. Изготовитель предоставляет также полученные в аккредитованной лаборатории электронные микрофотографии наночастиц, вводимых в упаковочную продукцию, а при их отсутствии – образцы препарата наночастиц для электронно-микроскопического исследования в количестве не менее 10 г каждого образца. Отбор проб наночастиц производителем (поставщиком) продукции должен быть подтверждён протоколами отбора проб, составленными в соответствии с регламентными требованиями, действующими в отношении производителя (поставщика) наночастиц.

4.15. Количественное определение содержания наноматериалов неорганического происхождения в упаковочных материалах для пищевой продукции производится методами AES или MS-ICP, как указано в п. 4.9. При расчёте содержания наноматериала в продукции следует руководствоваться данными табл. 6 о содержании в наноматериалах индикаторных элементов. В сомнительных случаях должен быть проведён элементный анализ образца наночастиц, предоставляемого заявителем (поставщиком) продукции. Содержание наноматериала в продукции выражают в мг на 1 дм^2 упаковочного материала. Число наночастиц, приходящееся на 1 дм^2 упаковочного материала (N), рассчитывают по формуле п. 4.10, принимая за величину С массовую концентрацию наноматериала, определённую методами AES или MS-ICP и выраженную в мг/дм^2 упаковочного материала.

4.16. Количественное содержание фуллеренов в образцах продукции сельскохозяйственного назначения, пищевой продукции и

упаковочных материалов определяют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии после количественной экстракции фуллеренов органическими растворителями.

Экстракцию фуллеренов из образцов продукции проводят при комнатной температуре в помещении с экранированным солнечным светом при неактиничном искусственном освещении. Твёрдую (плотную) продукцию гомогенизируют в соотношении 1 : 4 по массе в 0,01 М натрий-фосфатном буфере pH 7,4 с 0,15 М NaCl с помощью лабораторного гомогенизатора. 2 $см^3$ гомогената или 2 $см^3$ жидкого продукта смешивают с 2 $см^3$ ледяной уксусной кислоты х. ч. по ГОСТ 61—75. Смесь обрабатывают ультразвуком частотой 37 кГц в течение 20 мин в ультразвуковой ванне. Затем к пробам добавляют по 5 $см^3$ толуола х. ч. по ГОСТ 5789—78. Смесь интенсивно перемешивают на лабораторном встряхивателе в течение 1 ч. Далее для отделения толуольной фракции пробы центрифугируют в лабораторной центрифуге при ускорении 14 000 g в течение 20 мин. Толуольную фракцию отбирают в остродонную колбу со шлифом № 14 с помощью пастеровской пипетки. Остаток пробы подвергают последовательно ещё 2 раза экстракции объёмами по 5 $см^3$ толуола в вышеуказанных условиях. Объединённый толуольный экстракт досуха упаривают на роторном испарителе, удаляют остатки влаги высушиванием в сушильном шкафу при температуре 60 °С. Полученный остаток перерастворяют в 1 $см^3$ толуола, обрабатывают ультразвуком при частоте 37 кГц в течение 1 мин в ультразвуковой ванне, фильтруют полученный раствор через тефлоновый фильтр с диаметром пор 0,22 мкм. Фильтрат разбавляют ацетонитрилом (марки «для ВЭЖХ») до соотношения толуол : ацетонитрил 55 : 45 (подвижная фаза). Хроматографический анализ проводят на колонке с силикагелем, химически связанным с октадецилсиланом (С18); размер частиц 5 мкм; длина колонки 150 мм; внутренний диаметр колонки 4,6 мм; подвижная фаза : ацетонитрил : толуол (45 : 55, по объему); скорость подачи подвижной фазы: 1,0 мл/мин. Объем вводимой пробы 10 мкл. Регистрацию фуллерена осуществляют с помощью проточного спектрофотометрического детектора при длинах волн 324 и 340 нм. Выход хроматографического пика фуллерена составляет 7,5—8 мин. Стандартный график строят в координатах: площадь хроматографического пика (отн. ед.) – масса фуллерена в пробе (нг) с помощью стандартов фуллерена чистотой не менее 99 %, растворённых в толуоле х. ч.

Содержание фуллеренов выражают в мг на кг ($дм^3$) объёмного образца или мг/$дм^2$ упаковочной плёнки.

Чувствительность анализа 5 нг в одной пробе, что соответствует 0,01 мг/кг твёрдого и 0,0025 мг/кг жидкого продукта. Открытие фуллерена > 85 %. Коэффициент вариации не более 15 % при рас-

чёте по одному стандартному графику. Применительно к химически модифицированным фуллеренам методы экстракции и хроматографического анализа подлежат дополнительной аттестации и согласованию.

4.17. Выявление, идентификация и количественное определение наноматериалов биогенного происхождения, содержащих в своём составе нуклеиновые кислоты, в продукции сельскохозяйственного назначения (средства защиты растений, ветеринарные препараты) и пищевой продукции проводится методом полимеразной цепной реакции (ПЦР). Порядок проведения исследований, требования к квалификации персонала, оснащению ПЦР-лабораторий, средствам измерения и вспомогательному оборудованию и применяемые методики измерений должны соответствовать требованиям нормативно-методических документов по методам определения наноматериалов искусственного происхождения, утверждённым в установленном порядке, а при их отсутствии – требованиям ГОСТ Р 52833—2007.

Приложение 1
(обязательное)

Акт 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) органа Роспотребнадзора; Ф., И., О.)

в присутствии _____
(указать должность, Ф., И., О. производителя, поставщика

_____
продукции или его представителя)

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 _____

_____
(в порядке планового контроля и надзора; подозрение на опасность

_____
в санитарном отношении; получение информации о несоответствии;

_____
нарушение условий хранения и транспортирования)

_____

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 трёх 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 2

Обозначения и сокращения

АСМ	Атомно-силовая микроскопия
ГН	Гигиенические нормативы
МР	Методические рекомендации
МУ	Методические указания
ПЭМ	Просвечивающая электронная микроскопия
ПЦР	Полимеразная цепная реакция
СХПЭЭ	Спектр характеристических потерь энергии электронов
СЭМ	Сканирующая электронная микроскопия
AES	Атомно-эмиссионная спектрометрия
MS-ICP	Масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой.

gost.e-ecolog.ru