ГОСУДАРСТВЕННОЕ
САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ НОРМИРОВАНИЕ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СБОРНИК

МЕТОДИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ, НЕОБХОДИМЫХ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРИМЕНЕНИЯ ФЕДЕРАЛЬНОГО ЗАКОНА ОТ 12.06.08 №88-ФЗ

«Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

Часть 12

МОСКВА 2009

gost.e-ecolog.ru

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

Сборник методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

Часть 12

ББК 51.23
С23

С23 **Сборник** методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию».—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—76 с.

ISBN 5—7508—0771—1

В сборник включены методические документы, содержащие правила и методы исследований (испытаний) и измерений, а также правила отбора образцов для проведения исследований (испытаний) и измерений, в соответствии с постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации Г. Г. Онищенко от 08.12.2008 № 67.

Настоящие «Методические указания» предназначены санитарно-эпидемиологических станций Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР к лабораторий других министерств и ведомств занижающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

«Методические указания» подготовлены Главным санитарно-эпидемиологическим управлением Министерства здравоохранения СССР, Государственной комиссией по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при Министерстве сельского хозяйства СССР, Всесоюзным научно-исследовательским институтом гигиены и токсикологии пестицидов (лаборатория аналитической химии пестицидов и лаборатория кибернетических исследований пестицидов в окружающей среде), Всесоюзным научно-исследовательским институтом химических средств защиты растений (сектор анализа пестицидов).

ББК 51.23

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 16.12.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,75

Тираж 200 экз. Заказ 100

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

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

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

Унифицированные правила отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов 4

Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях методом хроматографии в тонком слое 29

Методические указания по определению остаточных количеств антибиотиков в продуктах животноводства 46

Методика определения афлатоксинов в пищевых продуктах с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии 69

Унифицированные правила отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов

1. Введение

1.1. Для получения с помощью лабораторного анализа достоверных данных о загрязнении сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды остаточными количествами пестицидов следует строго придерживаться правил отбора для исследования.

Высокая ответственность этого этапа исследования объясняется тем, что ошибки при отборе проб могут привести к неправильной гигиенической оценке исследуемых образцов и обесцениванию работы аналитика при самых чувствительных и точных методах исследования.

В настоящих методических указаниях изложены правила отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды, составленные с учетом действующей нормативно технической документации.

1.2. Цель отбора проб.

Целью отбора проб является взятие и доставка для лабораторного анализа на остаточные количества пестицидов проб пищевых продуктов, кормов или сельскохозяйственной продукции в том виде, в каком они употребляются в пищу или передаются для дальнейшей переработки, а также проб воды, почвы и воздуха.

1.3. Терминология.

Ареал отбора проб – площадь сельскохозяйственных угодий одной территории или одного комплекса хозяйства.

Площадь отбора проб – площадь поля под одной культурой.

Схема отбора проб – разработанный на научной основе план сроков отбора проб и размещения точек отбора проб.

Эта схема завесит от стадии развитая культуры. Схема отбора проб устанавливается так, чтобы сроки отбора проб совпадали со «сроками ожидания», установленных в инструкциях по проведению защитных мероприятий.

Сыпучий материал – сухой материал, такой, как зерно, концентрированные и гранулированные корма.

Соломоподобный материал – материал характеризующийся волокнистой структурой, отдельные частицы этого материала связаны между собой.

Поштучный материал – материал, состоящий из отдельных образцов таких культур, как свекла, капуста, бахчевые, картофель и др.

Продукция готовая к реализации – стадия зрелости продуктов растений, в которой производится их обор, иначе говоря – стадия товарной зрелости продукции (более ранняя, чем зрелость биологическая).

Партия – любое количество однородного по качеству продукта, предназначенного к одновременной приемке, сдаче, отгрузке, хранящееся в одном помещении и оформленное одним документом о качестве.

Единица упаковки – фляга, ящик, металлическая корзинка, бочка, барабан, отсек, автомобильные цистерны и другие виды упаковок, предусматриваемые стандартами и техническими условиями.

Выемка – небольшое количество продукта (зерно, комбикорма, семена, картофель и др.) отобранного из партии за один прием или почвы, отобранной в одной точке для составления исходного образца.

Выборка – определенное количество консервированных пищевых продуктов, отбираемое за один прием от каждой единицы упаковки, ящика, клетки, бочки или штабеля неупакованной продукции, для составления исходного образца.

Исходный образец – совокупность всех выемок или выборок, отобранная из партии или участка почвы.

Разовая проба – проба отобранная из каждой единицы упаковки или единицы продукции (баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц).

Общая проба – совокупность разовых проб.

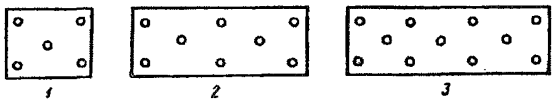
Средняя проба – (жиры, молоко, картофель, колбасные изделия) - общая проба после тщательного перемешивания и в случае необходимости растапливания разовых проб.

Средний образец – часть исходного образца или средней пробы, выделенная для определения качества.

Для небольших партий продукта или участка почвы исходный образец или средняя проба одновременно является и средним образцом.

Навеска – точно отвешенная часть среднего образца, выделенная для анализа.

Метод конверта – способ отбора проб сыпучего или поштучного материала, хранящегося насыпью. В зависимости от величины склада или хранилища применяется метод одиночного, двойного или тройного конверта (см. рис. 1, 2, 3).



Метод квартования – способ составления среднего образца из исходного образца. Материал необходимо высыпать на гладкую, чистую и сухую поверхность, чтобы сформировать на ней пирамиду с основанием в форме квадрата. Тщательно перемешать. С помощью двух коротких дощечек со скошенными ребрами набрать сыпучий растительный материал с двух противоположных концов и ссыпать его с обеих дощечек на середину квадрата до тех пор, пока слой сыпучего растительного материала не приобретет форму продолговатого холмика. Затем набирать дощечками материал с обеих концов холмика и ссыпать его на середину. Сформированную таким образом пирамиду расплющить в слой, имеющий форму квадрата, и поделить его двумя диагоналями на 4 треугольника, из которых два противоположных отбросить, а из двух оставшихся снова создать квадрат и поделить его двумя диагоналями на 4 треугольника. Эту процедуру повторять до получения средней или лабораторной пробы нужной величины.

Систематический контроль за остаточными количествами пестицидов в сельскохозяйственных продуктах, осуществляемый систематически в соответствии с ранее разработанным планом.

Аварийное загрязнение – загрязнение сельскохозяйственной продукции остаточными количествами средств защиты растений, возникшее в результате:

- не соблюдения установленных регламентов применения средств защиты растений (превышение нормы, расхода, кратности обработок, применения ненадлежащего препарата, снос препарата на соседние культуры, неправильное обращение с препаратами и аппаратурой для их применения;
- непредвиденных обстоятельств (авария аппаратуры, конвекционные токи воздуха, использование загрязненной воды для дождевания, полива или поения животных, а также для переработки сельскохозяйственной продукции и др.);
- применения химических средств защиты растений со скрытыми производственными дефектами.

2. Территориальная схема отбора проб

2.1. Растительные материалы.

2.1.2. Постоянные пункты отбора проб.

Постоянные пункты отбора проб создаются не менее чем на 5-ти летний период. В районе, области создается сеть из нескольких постоянных пунктов. Численность пунктов зависит от числа и величины хозяйств на данной территории, а также от возможностей контроля со стороны СЭС.

Кроме выборочных хозяйств к постоянным пунктам относятся: мясокомбинаты, молокозаводы, элеваторы, плодоовощные базы, плодоовощные комбинаты, птицефермы, животноводческие комплексы, заводы комбикорма, винозаводы, рыбхозы, лесхозы, садоводческие хозяйства, крупные водоемы, почва полей (поймы), предназначенные для выращивания корнеплодов, а также воздух населенных пунктов, вокруг которых проводятся интенсивные, особенно авиахимические обработки. Пробы следует брать периодически и постоянно с одних и тех же полей, хранилищ, водоемов, ареалов и др. пунктов контроля. Благодаря этому возникает возможность постоянного и непрерывного контроля за уровнем остатков пестицидов. Достоинством постоянных пунктов отбора проб является возможность в динамике систематически контролировать уровень остаточных количеств пестицидов в определенной среде или в продуктах питания, возможность планового и оперативного вмешательства в случае неблагоприятной ситуации, а также возможность выявления влияния предшествующих химических обработок на формирование уровня загрязнения.

2.1.2. Временные пункты отбора проб.

К временным пунктам отбора проб относятся пункты, контролируемые на протяжении одного сезона применения пестицидов или не более одного года. По истечении года их переносят в другую местность с новым ареалом проб. Дислокацию временных пунктов по району (области) необходимо определять в соответствии с планом химической защиты растений территориального сельхозуправления, учитывая при этом в первую очередь хозяйства, поля и объекты с интенсивными многократными обработками, особенно стойкими во внешней среде пестицидами. Временные пункты работают по той же схеме и по тому же плану, что и постоянные, однако могут быть варианты применительно к обстановке. Данная группа пунктов позволяет охватить контролем большую территорию непосредственно в местах применения пестицидов,

более мобильно позволяет сосредоточить профилактические усилия на наиболее опасных участках.

2.1.3. Выборочные пункты отбора проб.

На контролируемой территории выборочно отбираются пищевые пробы и пробы из различных объектов окружающей среды. Характерной чертой этой системы являются изменчивость ареала отбора проб. Выборочной проверке подлежат такие ареалы, в которых по непредвиденным обстоятельствам складывается неблагоприятная обстановка, требующая оперативных дополнительных мероприятий по химической зашите окружающей среды или животноводства.

3. Технология отбора проб сельскохозяйственной продукции и продуктов питания, воды, воздуха, почвы

Отбор проб слагается из нескольких этапов:

- отбора выемок, выборок, разовых проб;
- составления исходного образца, общей пробы, средней пробы;
- составление среднего образца;
- выделение навесок для анализа.

3.1. Способ отбора проб.

Способ отбора проб зависит от места отбора проб (поле, склад, средства транспорта), формы материала от которого берется проба (сыпучий, поштучный, соломоподобный, тарированный и т. п.), и от назначения пробы (систематический контроль, аварийные случаи и т. п.).

3.1.1. Метод отбора проб по диагонали.

Этим методом отбираются пробы от вегетирующих растений, к которым имеется легкий доступ. По диагонали поля, в 7—10 точках отступающих на равных расстояниях в определенных интервалах берутся пробы растений, в количестве достаточном для получения исходного образца. В дальнейшем этот метод будет обозначаться буквами «ПД».

3.1.2. Отбор проб по двум смежным сторонам.

Этим методом отбираются пробы от вегетирующих растений, к которым доступ в глубине поля затруднен (например: кукуруза, зерновые, рапс).

На двух смежных сторонах поля намечают 3—4 точки так, чтобы они охватывали всю длину стороны. Затем на расстоянии 5—10—15 метров от края поля берут пробы. Общее количество отобранного материала должно соответствовать величине исходного образца. В дальнейшем в таблицах этот метод будет обозначен буквами «СС».

3.1.3. Отбор проб культур в закрытом грунте.

Пробы культур в закрытом грунте отбираются методом конверта. При больших площадях отбор проб производится по системе двойного или тройного конверта.

Если в нескольких секциях теплицы одновременно проводятся идентичные химические обработки, то пробы, взятые в них, представляют собой средний исходный образец. В дальнейшем этот метод будет обозначаться буквами «К».

3.1.4. Метод отбора проб с помощью пробоотборника.

Этот метод используется при отборе материала из складов, силосохранилищ, средств транспорта. Применяется при сыпучих и текучих материалах, хранящихся в больших емкостях и др.

Принцип отбора проб этим методом заключается в выемке по схеме конверта проб с верхнего, среднего и нижнего слоя материала, с каждого пункта конверта. При отборе проб используются различные пробоотборники и приспособления.

В случае отбора пробоотборником из струи жидкости или сыпучего материала метод конверта не применяется. Пробы отбираются через равные промежутки времени путем погружения пробоотборника в струю сыпучего или текучего материала.

В случае отбора проб из танка, цистерн и др. емкостей выемка или разовая проба отбирается пробоотборником из стольких мест, сколько отверстий в емкости. В емкостях со съемными крышками применяется метод конверта. Если емкость имеет высоту до 2 м, проба отбирается по всему слою при использовании соответствующего приспособления.

В том случае, когда высота емкости превышает 2 м, пробу следует отбирать соответствующим приспособлением с верхнего, среднего и нижнего слоев емкости.

При отборе проб полутвердых и мазеобразных продуктов (например, маргарин, мед, мягкие сыры и др.) доставляемых без упаковки в больших ящиках или бочках, разовую пробу также отбирают с трех слоев, но верхний слой и слой, соприкасающийся с дном емкости, отбрасывают.

Пробу масла отбирают щупом. При упаковке масла в бочки щуп погружают наклонно от края бочки к центру, при упаковке в ящики щуп направляют по диагонали от торцовой стенки к центру монолита масла. Пробу замороженного масла отбирают нагретым щупом.

В дальнейшем метод отбора проб с помощью пробоотборника будет обозначен буквами «ПР».

3.1.5. Метод отбора проб продуктов в упаковке.

В малых партиях при составлении исходной пробы отбирается по выбору определенное число единиц упаковки.

В случае отбора проб от больших партий материала, размещенного в упаковке послойно, отбор единиц упаковки производится с верхнего, среднего и нижнего слоя методом конверта.

Для отбора проб материала в упаковке в зависимости от величины партии отбирают и вскрывают следующее количество единиц упаковки:

Величина партии, количество единиц упаковки	Количество отбираемых единиц упаковки
1—5	1
6—15	2
16—25	3
26—40	4
41—60	5
61—85	6
Величина партии, количество единиц упаковки	Количество отбираемых единиц упаковки
85—100	7
свыше 100	7 + 1 на каждые следующие 100.

Примечание: каждые начатые 100 единиц следует считать за 100 полных.

После отбора упаковок, в случае доставки пищевых продуктов, расфасованных в пачки, упакованных в закрытую крупную тару (ящики, контейнеры, корзины и т. п.) из отдельных единиц крупой тары, выбранных для отбора проб, отбираются пачки продуктов в следующем порядке: из первого ящика (контейнера, корзины и т. п.) – с верхнего слоя; из другого – со среднего; из третьего – с нижнего слоя и из четвертого снова с верхнего слоя и т. д.

От масла в качестве контролируемых мест отбирают 10 % всего количества единиц упаковки. При наличии в партии менее 10 единиц упаковок отбирают 2 единицы.

При указании номеров стоек в документе, сопровождающем партию масла, отбирают по одной единице упаковки от каждой стойки.

При отборе проб продуктов в банках, бутылках или жестяной таре, размещенных однослойно, следует подобным образом отбирать пробы с левой стороны, середины и с правой стороны отдельных ящиков.

При отборе проб непосредственно на предприятии-изготовителе от таких материалов, как джем, повидло, фруктовые соки в мелкой жестя-

ной таре, сгущенное молоко, сухие молочные продукты и другие, о которых известно, что они однородны, пробы следует отбирать в количестве единиц упаковки, соответствующем величине среднего образца (1—2) при условии, что товар происходит из одной варки.

В дальнейшем этот метод будет обозначен буквами «ПУ».

3.1.6. Метод отбора штук.

Этот метод используется при отборе проб сельскохозяйственных продуктов, доставляемых на рынок в пучках, ящиках и другой открытой таре.

Если продукты уложены в несколько слоев, то из каждой выбранной упаковки следует брать пробу из разных слоев.

Например: из первой упаковки – с верхнего слоя, из другой упаковки – со среднего, из третьей – с нижнего, по одной штуке. Со следующими упаковками следует поступать подобным же образом.

В дальнейшем этот метод будет обозначен буквами «ОШ».

3.1.7. Отбор проб в аварийных случаях.

Отбор проб в аварийных случаях зависит от следующих факторов:

• признаки аварийного загрязнения являются видимыми (например, в случае применения гербицидов вместо зооцикла, конвекции и перемещения частиц гербицида, в случае появления пятна после разлитого пестицида в форме смачивающего порошка и т. п);

• признаки являются не видимыми, но на основе полученной информации известно, что наступила авария (например, 2-кратное опрыскивание поля или его части, разрыв шланга, информация о проведении обработки в непосредственном соседстве с культурой, готовой к реализации и т. п.).

3.1.7.1. Отбор проб в случае видимых признаков загрязнения.

На поле обозначаются участки с признаками загрязнения, с равной степенью их проявления.

Каждый такой участок считается отдельной площадью отбора проб. Пробы отбираются по одному из способов, представленных в пунктах 3.1.1—3.1.4 в зависимости от вида культуры (см. табл. к п. 3.5).

Пробы каждого выделенного участка, с равной степенью проявления признаков объединяются в исходный образец, и поступают с ними так, как при отборе проб для систематического анализа.

3.1.7.2. Отбор проб в случае невидимых признаков загрязнения.

На основании опроса устанавливается возможная поверхность загрязнения, принимая во внимание рельеф поля, имеющие место натуральные препятствия (деревья, кустарники, постройки и т. п.), а также информацию об атмосферных условиях в период предполагаемого за-

грязнения (эти данные получают от ближайшей метеорологической станции).

Вычерчивается план загрязнения участка и лучеобразно от середины назначаются от одного до нескольких пунктов отбора исходного образца. Эти пункты нумеруются на плане. В каждом пункте отбирается исходный образец, который является средним образцом и должен соответствовать ее величине (см. табл. к п. 3.5). Средние образцы обозначаются теми же номерами, что и пункты их отбора на плане исследуемой плантации.

3.1.7.3. Срок отбора проб в аварийных случаях.

В аварийных случаях отбор проб производится сразу же после получения информации о происшедшем или предполагаемом загрязнении.

3.2. Лица, уполномоченные для отбора проб.

Отбирать пробы предназначенных для систематического контроля, имеют право квалифицированные работники, уполномоченные соответствующими государственными органами для отбора проб.

3.2.2. Для отбора проб в аварийных случаях следует создать специальную комиссию, в состав которой, кроме уполномоченного для отбора проб лица, должны входить представители администрации хозяйства на территории которого отбираются пробы, и другие лица.

3.3. Приспособления для отбора проб.

Рекомендуется пользоваться приспособлениями для отбора проб, установленными действующей нормативно-технической документацией.

3.4. Техника подготовки пробы к исследованию.

3.4.1. Отбор выемки, разовая проба.

Растения на поле срезают ножом или серпом, выкапывают или вырывают из земли или срывают фрукты чистой рукой.

Если растения вырывают, корни следует отряхнуть от земли.

Выемка из мешков производится соответствующим приспособлением; затем мешки зашиваются или заклеиваются. Более мелкие упаковки (пакеты, мешочки в т. п.) после отбора проб заклеиваются, опечатываются отбирающим пробу лицом и снабжаются информацией о том, что вес товара меньше указанного на упаковке.

Разовую пробу от твердых сыров, мягких нерасфасованных сыров в ящиках, растительных и животных нерасфасованных жиров в ящиках, от пищевых продуктов в бочках и других емкостях отбирают после удаления верхнего слоя толщиной 1—5 см в зависимости от объема емкости. При отборе проб с большого числа упаковок пробы отбирают попеременно: из первой упаковки – из близповерхностного слоя; второй – из среднего слоя; третьей – из слоя на дне емкости.

Пробы соломоподобного материала, жома и т. п. отбираются рукой, следя за тем, чтобы не разорвать и не сломать отдельных фрагментов материала.

Приспособления для отбора проб и руки отбирающего пробы должны быть чистыми и сухими.

3.4.2. Составление исходного образца, общей пробы заключается в объединении всех выемок разовых проб.

Исходный образец, общая проба приготовляется в чистом сосуде, на чистом полотняном полотнище соответствующей плотности, или на листе бумаги, чтобы предупредить падение частиц проб на землю.

3.4.3. Составление средней пробы.

Средняя проба выделяется из общей пробы путем квартования, *после перетапливания и тщательного перемешивания (жиров), отлива* после тщательного перемешивания общей пробы или путем отбора по выбору поштучного материала (картофель).

Средняя проба молока, сливок составляется путем перемешивания разовых проб, отобранных из каждой единицы упаковки в одну емкость, а из автомобильных и железнодорожных цистерн или молокохранительных емкостей – из каждого отсека емкости отдельно.

3.4.3.1. Составление среднего образца.

Средний образец выделяется из средней пробы или исходного образца после тщательного перемешивания, квартования, размельчения и повторного перемешивания.

Растения, загрязненные землей, а также корни растений, перед выделением среднего образца следует вымыть под проточной водой с целью удаления остатков почвы.

Примечание: при анализах в аварийных случаях землю с корней следует считать отдельной пробой для лабораторного исследования.

При поштучном материале отдельные образцы отобранного материала четвертуются или делятся пополам, 3/4 и 1/2 материала отбрасывается, а остальная часть включается в образец.

Примечание: при направлении проб на определение дитиокарбаматов до начала анализа нельзя разрезать овощи и фрукты, а также надрезать свежий растительный материал.

Средний образец приготовляется непосредственно перед началом аналитических работ. Оставшаяся часть средней пробы или исходного образца оставляется для возможного контроля.

3.4.4. Отбор проб растительного и животного происхождения.

3.4.4.1. Отбор проб растительного материала на корню (см. прилож. 1).

3.4.4.2. Отбор проб мяса и внутренних органов убойных животных, (см. прилож. 2).

3.4.4.3. Отбор проб материалов со складов, баз, хранилищ, транспортных средств (см. прилож. 3).

3.4.4.4. Отбор проб лекарственных и ароматических растений (см. прилож. 4).

3.4.5. Отбор проб воды.

3.4.5.1. Место и сроки отбора проб воды из рек, озер, водохранилищ и других водных объектов выбирают в зависимости от целей исследования источников загрязнения (стоки сельскохозяйственных угодий, промышленные стоки, авиаобработки водоемов в т. д.), режима поступления загрязнений, гидрологических характеристик водных объектов и химической природы исследуемого вещества.

3.4.5.2. Подземные воды.

3.4.5.2.1. Для грунтовых, межпластовых, безнапорных подземных источников (скважин, ключей; колодцев, каптажей) производятся исследования не менее девяти проб, взятых по три в весенний, летний и зимний периоды. При наличии нескольких скважин пробы берут из каждой.

В первую очередь необходимо забирать воду из колодцев населенных пунктов, расположенных в пойме рек, озер, на полевых станах и т. п.

Примечание: при неустойчивых показателях результатов исследования, взятие пробы должно производиться ежемесячно с апреля по декабрь включительно.

Для источников и каптажей в карстовых районах пробы воды должны быть взяты после сильного дождя, через промежуток времени, достаточный для прохождения воды через закарстованную горную породу.

3.4.5.2.2. Для напорных артезианских скважин на анализ отбирается не менее двух проб, взятых не ранее 24 часов одна после другой. При колебаниях химических показателей учесть примечание, указанное в п. 3.4.5.2.1.

При использовании проектируемого водоснабжения подземных источников из того водного горизонта, из которого намечается будущий водозабор отбирают не менее трех проб, взятых с интервалам в 24 часа одна после другой.

3.4.5.3. Водопроводы.

Вода отбирается в местах водозабора или из приемного колодца станции первого подъема, на выходе из резервуара чистой воды и в точках потребления (водоразборные колонки, краны).

Периоды отбора те же, что и в п. 3.4.5.2. Из водопроводных сооружений выемка пробы производится после свободного спуска воды при полном открытом кране в течение 10 мин.

3.4.5.4. Открытые водоемы.

Правильному выбору пунктов наблюдения должно предшествовать подробное обследование водного объекта. Особенно внимательно надо обследовать притоки реки и источники загрязнения в ее бассейне, находящиеся выше места взятая проб.

Необходимо также собрать или уточнить информацию об условиях сброса загрязненных вод, местоположения сбросов, количестве и составе применяемых препаратов, сроков обработки полей и т. д.

Гидрохимическим обследованиям должны предшествовать гидрологические работы (определения скорости течения, створа полного, перемешивания и т. д.).

Место для отбора проб выбирают в соответствии с целями анализа и на основании обследования, причем учитывают все обстоятельства, которые могли бы оказать влияние на состав взятой пробы.

3.4.5.4.1. Для характеристики загрязнения пестицидами отдельных частей водотоков и водоемов должны быть охвачены исследованиями все районы, характеризующиеся специфическими условиями проточности.

3.4.5.4.2. Пробы необходимо отбирать выше источника загрязнения (фон) и ниже его, желательно ниже створа полного перемешивания. При этом необходимо учитывать время добегания воды.

3.4.5.4.3. Сроки отбора проб устанавливают, исходя из режима сбросных вод и условий гидрологического режима исследуемого объекта.

Например, если имеет место сброс коллекторных вод с орошаемой территории, причем сброс происходит в течение года, то в этом случае пробы воды в намеченных пунктах следует отбирать ежемесячно, исключая период полива. В период полива и обработки сельскохозяйственных полей пестицидами отбор проб воды на анализ производят не раже одного раза в 10 дней.

3.4.5.4.4. Количество проб определяется целью исследования. При подробных обследованиях делают резервы по сечению реки, и в соответствии с гидрологическими условиями выбирают несколько вертикалей, по которым отбирают пробы с различных горизонтов данного створа. Отбор проб в водохранилищах и озерах производят не менее, чем с двух горизонтов у поверхности (0,2—0,5 м) и у дна (0,5 м от дна).

Промежуточные пробы берут в зависимости от глубины, учитывая температурную стратификацию и возможную неравномерность концентрации загрязнений по глубине.

По результатам обследований выбирают для постоянного наблюдения наиболее характерные пункты отбора проб воды.

3.4.5.4.5. В установленных пунктах пробы отбираются четыре раза в год в соответствии с гидрологическими фазами. Первый раз весной на спаде половодья, второй – в период летней межени, третий – в период осенней межени и четвертый – зимой, перед вскрытием ледового покрова.

Дополнительные пробы отбирают сразу после ливневых дождей или после обработки орошаемых земель пестицидами и сбросов коллекторных и дренажных вод.

3.4.5.4.5.1. Для установления влияния на качество воды химической обработки пестицидами водя в водоеме:

• при неоднократной обработке отбирают: до начала обработки, последующие через 3 часа и на 3, 10, 20 день после обработки (при этом учитывается стойкость пестицида, применяемого для обработки). Дополнительно берут пробы воды и после сильного и длительного волнения воды в обследуемом водоеме.

3.4.5.5.2. При многократных обработках одним и тем же препаратом отбор проб производят: до обработки, на второй день после первой и последней обработки, через месяц и через два месяца после окончания обработки.

3.4.5.5. В поверхностном слое воды (0,2—0,5 м) в реках, озерах и водохранилищах отбирают какой-либо большой емкостью) (эмалированное ведро), которая во избежание загрязнения пробы должна употребляться только для этих целей, или набирают стеклянной бутылью. Закрытую пробкой бутыль погружают в воду, повернув горлышком против течения, затем открывают пробку, бутыль заполняют водой. После наполнения бутыль закрывают пробкой, при этом уровень воды должен не доходить до пробки на 1—*2* см. Если проба отобрана ведром, подготовленные для проб склянки наполняют водой через воронку.

3.4.5.6. Для взятия глубинных проб применяют батометры. Пробу воды с намеченной глубины отбирают батометром или бутылью. В последнем случае бутыль закрывают пробкой, к которой прикреплен на тросе (шнуре, веревке). Бутыль устанавливают на намеченной глубине, пробку вынимают при помощи шнура. Пробу воды с небольшой глубины (особенно зимой) отбирают шестом с прикрепленной к нему бутылью. Бутыль заполняется водой доверху. Перед закрытием бутыли верхний слой сливают так, чтобы под пробкой оставался небольшой слой воздуха.

Примечание: Для более объективной оценки качества воды для анализа берут и донные отложения в количестве 1—2 кг. Количество проб

донных отложений согласуется с количеством проб воды, т. е. зависит от ширины и глубины водоема.

Пробы или отбирался в широкогорлые стеклянные банки с притертыми пробками.

3.4.5.7. Пробы волы для анализа пестицидов отбирают в стеклянную посуду безукоризненной чистоты, которую перед заполнением несколько раз ополаскивают исследуемой водой. Бутыли закрывают притертыми стеклянными или корковыми пробками. Употребление деревянных, резиновых и полиэтиленовых пробок не допускается.

3.4.5.8. Объем средней пробы должен составлять 2 л. Для определения общего содержания пестицидов используют полностью весь объем нефильтрованной пробы, и затем стенки сосуда несколько раз ополаскивают, взятым для экстракции органическим растворителем.

3.4.5.9. Как правило, пестициды следует определять в свежеотобранной пробе. Если в течение дня анализ произвести невозможно, пробы следует законсервировать. В качестве консерванта применяют органический растворитель, который используют в ходе определения (рекомендованный экстрагент). Целесообразно, произвести экстракцию пестицидов на месте отбора проб и транспортировать в лабораторию в небольших склянках или колбочках.

3.4.5.10. Экстракты хранят в холодильнике при температуре +2 –4 °С.

3.4.6. Отбор проб атмосферного воздуха.

3.4.6.1. Общие сведения.

3.4.6.1.1. В натуральных условиях наблюдается определенная зависимость между уровнем и зоной загрязнения пестицидами атмосферного воздуха, их миграцией в воздушной среде и основными факторами, обуславливающими эти процессы. К таким факторам относится: а) метод, способ, объем и кратность применения; б) агрегатное состояние препаратов и их физико-химические свойства; в) стойкость применяемых препаратов во внешней среде; г) климатические и метеорологические условия применения пестицидов.

3.4.6.1.2. При организаций наблюдений за загрязнением пестицидами воздушной среды населенного пункта, района или области важно выбрать объекты и места для исследований, которые позволили бы наиболее полно охарактеризовать уровень загрязнения и определить возможную степень их опасности для населения.

Для этого необходимо предварительно ознакомиться с календарным планом химических обработок, проводимых в данном районе. Сделать выборку сведений об ассортименте применяемых пестицидов, общей пло-

щади и кратности обработок, о расходе препаратов (кг/га), методах и способах обработок. В общем объеме применения пестицидов нужно выяснить удельный вес обработок, и в этих районах усилить санитарный контроль за воздушной средой населенных пунктов.

3.4.6.2. Источники поступления пестицидов в атмосферный воздух населенных пунктов.

3.4.6.2.1. Основными источниками загрязнения атмосферы являются авиационный и наземный метод обработки, а также вторичная длительная миграция в воздушную среду как паров, так и аэрозольных фракций ядохимикатов.

3.4.6.2.2. Источниками поступления пестицидов в атмосферный воздух являются также склады ядохимикатов, площадки для протравливания семян, заправочные площадки, места хранения и дегазация тары, полевые аэродромы и промышленные предприятия, выпускающие пестициды.

3.4.6.3. Определение зон загрязнения атмосферного воздуха.

Ниже изложены основные элементы системы санитарного контроля воздуха в связи с применением пестицидов. В зависимости от поставленных задач и технических возможностей рекомендуемый ниже объем наблюдения число проб, число точек отбора, сроки контроля и т. д., может быть изменен в сторону как уменьшения, так и увеличения. Для подтверждения полученных результатов в каждой точке необходимо отобрать не менее 4 параллельных проб.

3.4.6.3.1. Определение радиального распространения волны загрязнения в атмосферном воздухе.

Отбор проб воздуха производится с подветренной стороны, начиная от края участка и на расстоянии до 2 км от места обработки с интервалами в 300—500 м. В отдельных случаях (оценка метода и способа применения пестицидов) зона исследования удлиняется до 10 км с интервалами 2 км. Пробы отбираются в момент химической обработки. Ось засасывающего устройства устанавливается горизонтально.

3.4.6.3.2. Определение секторного распространения волны загрязнения пестицидами атмосферного воздуха.

С подветренной стороны на расстоянии 300—500 м от места обработки, по горизонтальной линии устанавливается 3—4 точки отбора проб воздуха с интервалами между ними 50—100 м. Такой способ отбора проб, по сравнению с радикальным, дает результат близкий к истинному уровню загрязнения, ибо в данном случае исключается возможность отклонения волны загрязнения в зависимости от изменения направления

ветра. Расстояние линии отбора проб может изменяться в зависимости от цели анализа и условий отбора пробы.

3.4.6.3.3. Определение сроков поступления пестицидов с обработанного участка в атмосферу.

Отбор проб производится непосредственно на обработанном участке, прерывистым способом, в течение суток в 8, 14 и 20 часов. В каждый период отбирается не менее 4^x параллельных проб. Наблюдения проводятся о интервалами в 1—3 дня, до момента получения нулевой или нормативной (ПДК) концентрации в воздухе.

3.4.6.3.4. Определение среднесуточных концентраций пестицидов в атмосферном воздухе населенных пунктов.

Для характеристики диффузного загрязнения пестицидами воздушной среды населенного пункта наблюдение проводят в центральной части жилых кварталов и в 1—2 точках на периферии, примыкающей к обработанным пестицидами массивами. Отбор проб воздуха приурочивается к периоду повсеместных химических обработок. На протяжении суток пробы отбираются прерывистыми сериями с интервалами в 6 часов (8, 14, 20 и 2 часа ночи). Среднесуточная концентрация пестицида в атмосферном воздухе населенного пункта устанавливается на основании данных, полученных в точках отбора, каждая из которая состоит из 4-х серий проб, отобранных прерывисто на протяжении суток. Частота и длительность наблюдений обуславливается ситуацией, складывающейся в районе химических обработок (объем, кратность, длительность, метод и способ применения).

3.4.6.3.5. Определение среднесуточных концентраций пестицидов в атмосферном воздухе территории района (области).

В соответствии с планом (картой) химических обработок, в центре и по границам района (области) производится отбор проб воздуха по схеме, изложенной в п. 3.4.6.8.4 данного раздела. Число точек отбора не менее 5. Продолжительность наблюдений обуславливается масштабом и сроками химических обработок.

3.4.6.4. Технология отбора проб атмосферного воздуха.

Перед отбором пробы следует выбрать метод отбора пробы, поглотительную среду, определить необходимый объем пробы.

3.4.6.4.1. Метод отбора проб.

При изучении уровня содержания пестицидов в воздушном бассейне следует пользоваться аспирационным методом отбора проб.

Воздух протягивается воздуходувными устройствами типа аспиратора, эжектора, насоса с определенной скоростью прохождения воздуха,

регистрируемой расходомерным устройством (ресметр, ротаметр, газовые часы и др.).

При отсутствии специальных приборов для аспирации воздуха используют вспомогательные технические средства – пылесосы, карбюратор автомашины, различные отсасывающие насосы и др. К ним для измерения скорости протягивания воздуха нужны расходомерные устройства типа ресметров и ротаметров.

Поглощающие среды. Для правильного выбора поглощающих сред следует учитывать агрегатное состояние исследуемых веществ и рекомендации, приведенные в используемой методике количественного определения.

Аэрозоли пестицидов улавливаются на фильтры типа АФА, стеклянные фильтры и др.

Пары пестицидов улавливают на твердые сорбенты: силикагель марки КСК, активированный уголь БАУ и др.

Использование летучих органических растворителей для поглощения пестицидов из атмосферного воздуха не рекомендуется.

3.4.6.4.2. Объем пробы.

Для расчета объема пробы воздуха используют следующую формулу:

$$V_0 = \frac{a \cdot к}{C_0}$$

V_0 – объем пробы воздуха при температуре воздуха 20 °С и атмосферном давлении 760 мм рт. ст. $м^3$;

а – нижний предел обнаружения используемой для количественного определения методики, мг;

C_0 – средне суточная предельно допустимая концентрация анализируемого пестицида в атмосферном воздухе, $мг/м^3$;

к – коэффициент.

В зависимости от условий отбора пробы коэффициент «к» может быть больше или меньше единицы. Как правило, величина коэффициента «к» равна двум после обработок при отборе проб атмосферного воздуха с сельскохозяйственных угодий. Следует увеличивать рассчитанный объем пробы воздуха на 1000 л на каждый километр удаления точки отбора пробы от моста обработки пестицидов, а также на 1000 л каждые минувшие три дня, считая с момента обработки ареала отбора проб пестицидов.

Объем воздуха изменяется в зависимости от температуры и атмосферного давления. Поэтому для получения сравнимых между собой

результатов анализов объем воздуха приведет к температуре 20 °С и давлению 760 мм рт.ст. Для пересчета объема воздуха всегда необходимо измерять температуру воздуха и атмосферное давление. Ниже представлена упрощенная формула для приведения объема воздуха к нормальным условиям:

$$V_0 = V \cdot K, \text{ где}$$

V_0 – объем исследуемого воздуха при фактической температуре и атмосферном давлении во время отбора пробы. Величина «К» берется из таблицы значений «К» при определенном атмосферном давлении и температуры исследуемого воздуха.

Пример расчета: Объем отобранной пробы воздуха составляет 1000 л при t 20 °С и атмосферном давлении 750 мм рт.ст. По таблице находим величину «К», в данном случае К = 0,920. Тогда $V_0 = 1000, 0,920 = 920$ л. Таблица значений «К» приведена в сборнике технических условий на методы определения вредных веществ в воздухе, выпуск X (издательство: «Рекламинформбюро» ММФ, М., № 4, 1974, с. 106),

3.4.6.4.4. Скорость протягивания воздуха и продолжительность отбора пробы.

Рекомендуемые скорости протягивания воздуха через сорбент для поглощения паров фосфорорганических, ртутьорганических и производных карбаминовой и тиокарбамидовой кислот лежат в пределах 0,5—2 л/мин, а для поглощения аэрозолей этих пестицидов – 2—5 л/мин. Продолжительность отбора пробы не должна превышать 1 час.

Рекомендуемые скорости протягивания воздуха для поглощения паров и аэрозолей хлорорганических пестицидов составляет 1—3 л/мин и 4—6 л/мин соответственно. Продолжительность протягивания воздуха через поглотительные среды не должна превышать 3 часов.

Превышение указанных скоростей и продолжительности отбора пробы приводит к потерям пестицидов и заниженным результатам определения.

3.4.6.4.5. Метод суммирования проб.

Рассчитанный объем пробы воздуха может быть значительно больше, чем объем воздуха, регламентируемый скоростью протягивания воздуха и продолжительностью отбора пробы.

В этом случае применяют метод суммирования проб, который заключается в объединении перед анализом поглотительных сред (сорбент, фильтры) нескольких параллельных проб, отобранных в одной точке с одинаковой скоростью.

При расчете анализа объем протянутого воздуха каждой пробы суммируется.

При отборе проб воздуха во время обработок и в зоне до 500 м от места применения пестицидов в суммировании проб, как правило, нет необходимости.

3.4.7. Отбор проб почвы

Для отбора проб выбираются районы наиболее интенсивного (по объему) в точение последних 5—7 лет применения пестицидов. Отбор проб рекомендуется проводить в весенний и осенний периоды, т. е. до и после прекращения обработок пестицидами. Если целью исследования является установление динамики миграции пестицидов в звене «почва-растение», то отбор проб происходит не менее 6 раз фоновые пробы (перед обработкой), затеи 4-х кратно в период вегетации растений, и последний раз в период уборки урожая.

Для характеристики загрязнения сельскохозяйственных полей пестицидами отбираются исходные или средние образцы. Отбор исходных образцов обусловлен неоднородностью пахотного слоя, что определяет неравномерность распределения остаточных количеств пестицидов.

3.4.7.1. Количество исходных образцов зависит от типа почвы, рельефа местности, возделываемых культур, интенсивности применения пестицидов, категории.

3.4.7.2. Отбирается один исходный образец с площади 1—3 га в лесной зоне, а также в других районах с волнистым рельефом, с разнообразными почвообразующими породами и неоднородным почвенным покровом.

3.4.7.3. Отбирается один исходный образец о площади 3—6 га для лесостепных и степных районов с расчлененным рельефом и однообразным почвенным покровом.

3.4.7.5. В условиях орошаемого земледелия исходный образец отбирается с размером поливной карты – в среднем один с площади 2—3 га.

3.4.7.6. В горных районах, где размер сельскохозяйственных полей небольшой и велика комплексность почвы, исходный образец отбирается с площади 0,5—3 га.

3.4.7.7. Отбирается не менее трех образцов с площади до 50 га. С каждых последующих 50 га отбирается по три исходных образца.

3.4.7.8 На больших площадях (5—10 тыс.га) исходные образцы отбираются с пробных площадок (100 × 200 м). Пробные площадки закладываются не менее, чем в 100 м от края поля.

3.4.7.9. Исходный образец состоит из 25—30 выемок, отбираемых по диагонали. При взятии выемок, бур погружается в почву на глубину па-

хотного слоя. Если захвачена часть подпахотного слоя, то эта масса удаляется. Выемка, отобранная тростевым буром, составляет 15—20 г почвы.

Пробы можно отбирать лопатой – почвенный образец пахотного слоя, взятый лопатой из одной точки, высыпается на клеенку; перемешивается и из него отбирается проба строго определенного объема (например, стакан), что представляет выемку, остальная часть выбрасывается.

Все выемки ссыпаются вместе, тщательно перемешиваются и методом квартования отбирается образец весом 400—500 г.

Допускается смешивание исходных образцов из нескольких пробных площадок и отбор методом квартования среднего образца весом до 1 кг. Выемки (200 × 100 м), из которых составляется исходный образец, должны быть близки между собой по окраске, структуре, механическому составу. Если пробы берутся в садах, каждая выемка отбирается на расстоянии 1 м от ствола; на виноградниках и под пропашными культурами выемки почвы отбираются так, чтобы в равной мере захватить рядки и междурядья.

3.4.7.10. Для взятия подпахотного слоя в 5 точках копаются прикопки на глубину 50 см. На всю его глубину вырезают лопатой образец весом 1,5—2 кг. После перемешивания из этого образца методом квартования отбирают исходный образец весом 400—500 г.

3.4.7.11. Пробы анализируются в естественно-влажном состоянии. В случае невозможности проведения анализа в течение одного дня, при определении хлорорганических пестицидов, отобранные пробы высушиваются до воздушно сухого состояния в темном помещении. При определении в почвенных образцах фосфорорганических пестицидов пробы почв рекомендуется хранить в холодильнике, не высушивая их. Для пересчета результатов анализа на сухой образец параллельно проведению анализа на пестициды проводится определение влажности почвы.

4. Упаковка, хранение и транспортировка средних проб или исходных образцов

4.1. Отобранные пробы (образцы):

4.1.1. Жидких или полужидких продуктов, воды помещают в чистую стеклянную посуду (бутылки, банки). Последняя закрывается стеклянными пришлифованными корковыми пробками.

4.1.2. Мяса, колбасы, сыров, твердых сыров – заворачиваются в пергаментную бумагу, а затем в бумажный пакет или полиэтиленовый мешочек.

Примечание: образцы мяса, взятые из частей туши, заворачивают каждый в отдельности в пергаментную бумагу и укладывают вместе в бумажный пакет.

4.1.3. Овощей, сыпучих материалов, почвы – переносятся в матерчатые или плотные бумажные мешочки и завязываются, а затем в бумажный или пластмассовый пакет.

4.1.4 Газированных продуктов – помещаются в герметически закрывающуюся тару.

4.1.5. Образцы в мелкой расфасовке направляются в лабораторию в оригинальной упаковке.

4.2. К каждому образцу, независимо, где он был отобран, приклеивается или вкладывается этикетка (см. п. 6).

4.3. Образцы доставляемые в лабораторию по почте или лицами, не отвечающими за отбор, пломбируются или опечатываются.

4.4. Образцы доставляют в лабораторию сразу же после изъятия, в случае длительной транспортировки охлаждают до температуры (+2 – + 4 °С), используя для этой цели холодильники и прочие приспособления.

4.5. В исключительных случаях перед транспортировкой пробы для анализа на содержания пестицидов можно сохранять не более 1—2 дней в холодильнике при температуре не выше + 2 – + 4 °С.

4.6. Пробы, взятые в аварийных случаях, следует доставлять в лабораторию сразу же после их отбора.

4.7. Пробы, взятые в аварийных случаях, должны быть тщательно завернуты, предохранены, а упаковка должна быть запломбирована. К пробам прилагается акт отбора проб.

5. Порядок приема проб в лабораторию и подготовка их к исследованию

5.1. Все образцы, поступающие в лабораторию, осматриваются, вскрываются, регистрируются в журнале в соответствии с сопроводительной картой.

5.1.1. В журнале отмечается:

- дата поступления образца;
- кто направил образец для исследования;
- место отбора, дата отбора;
- наименование пробы;
- характеристика пробы (данные по объекту исследования из акта отбора проб);
- основные причины возможного загрязнения;
- вес образца (количество);
- подпись лица, принявшего образец для исследования;
- результат.

5.1.2. В лаборатории к исследованию образцов приступают в тот же день. При отсутствии этой возможности образец помещают в холодильник, но не более, чем на 3 суток со времени отбора среднего образца.

5.1.3. В исключительных случаях по весм правилам (указанным ниже), берется не менее, чем по три навески из каждого образца, производится экстракция растворителем, согласно методу определения. Полученные экстракты хранятся в холодильнике при температуре не вше + 2, + 4 °С. Время хранения зависит от природы пестицида. ФОП не больше 5 суток, ХОП – 10 суток.

5.2. В лаборатории каждый средний образец соответствующим образом готовится для взятия навески на определение. Навеска, которая берется из средней пробы должна отражать всю среднюю пробу. Поэтому образцы жидких, полужидких, вязких, сыпучих средств перед взятием навески должны тщательно перемешиваться. Твердые среды – предварительно измельчаются.

Примечание: При исследовании пищевых продуктов для определения берутся только съедобные части.

5.2.1. Навеска для анализа сыпучих продуктов после тщательного перемешивания берется методом квартования:

средний образец рассыпается на столе в форме квадрата, который диагоналями делят на 4 части, 2 из них (противоположно) отбрасываются, а две вновь раскладывают в форме квадрата и так до тех пор, пока не останется количество продукта по весу, приблизительно в 5 раз превышающее величину навески для анализа. Навеску зернобобовых измельчают на электромельнице, кофемолке.

Примечание: При взятии средней навески для всех образцов следует учесть навеску, необходимую для параллельного исследования другим методом (к примеру, при исследовании хроматографией в тонком слое дополнительное исследование колориметрическим методом или газо-хроматографическим методом).

5.2.2. Ягоды – средний образец пропускают через мясорубку или растирают в ступке. Косточковые предварительно освобождают от косточек.

5.2.3. Лиственные овощи, траву, сено – режут ножницами.

5.2.4. Овощи, фрукты – из каждого плода или клубня берутся по осевой линии сегмента. Вес сегментов в 10 раз превышает навеску, необходимую для исследования. Сегменты измельчают на терке или нарезаются ножом. Овощи перед вырезанием сегментов моют и очищают. Клубни картофеля не чистят.

5.2.4.1. При исследовании яблок, груш на наличие хлорорганических пестицидов целесообразно брать для исследования только кожуру для чего выделенные сегменты взвешивают, затем с них снимают кожуру толщиной не более 2 мм, взвешивают (вес сегментов, взятых для снятия кожуры записывают, данные необходимы для расчета на кг яблок).

5.2.4.2. Для исследования капусты целесообразно брать нижние части наружных листьев.

5.2.5. Образцы сыров твердых и полутвердых, натираются на терке, образцы творога растираются в ступке.

5.2.6. Образцы мяса, рыбы, колбас, сала освобождаются от костей, и измельчаются на мясорубке. После измельчения продукты тщательно перемешиваются, разравниваются и шпателем из разных мест отбирается навеска, необходимая для исследования.

5.2.7. Жидкие продукты перемешиваются в бутылках путем переворачивания бутылки или переливанием содержимого бутылки в другую чистую посуду и обратно – не менее 10—20 раз.

Пробы молока при наличии отстоя нагревают на водяной бане до 30—35 °С, перемешивают, охлаждают до 20° + 2° и после этого берут навеску.

5.2.8. Полужидкие продукты перемешивают шпателем или многократным повертыванием бутылки с содержимым до получения однородной массы.

5.2.9. Сливочное масло, маргарин помещают в химический стакан, нагревают на водяной бане при 35 °С при постоянном помешивании до получения размягченной однородной консистенции, после этого охлаждают до 20° ± 2 °С и берут навеску.

5.2.10. Яйца разбивают, отделяют белки от желтков, взвешивают белки и желтки и тщательно размешивают каждую пробу. При взятии навески для исследования учитывают соотношение белков и желтков.

5.2.11. Образцы воды, напитков взбалтывают в бутылках (банках) в течение 3—5 мин.

5.3. Образцы почвы освобождаются от корней, камней и всякого рода, включений. Крупные агрегаты растираются в ступке. Просеиваются через сито с отверстиями 1—1,5 мм.

В случаях исследования влажной почвы в параллельном образце определяют влажность. Последняя учитывается при расчете содержания пестицидов в кг сухой почвы.

5.4. Пробы воздуха анализируются в день поступления. В крайних случаях допускается хранение экстрактов проб в холодильнике при температуре + 2°, + 4° не более 5 суток.

5.5. Средние образцы сохраняются на холоде до конца анализа, при обнаружении пестицидов выше нормативов – до вручения результатов исследования и принятия мер.

После этого средние образцы уничтожаются. Из лаборатории образцы могут выдаваться только по требования следственных органов. Результат анализа регистрируется в лабораторном журнале.

6. Действующая нормативно-техническая документация

ГОСТ 7631—73	Рыба, продукты из рыбы, морских млекопитающих и безпозвоночных. Правила приемки. Методы органолептической оценки качества. Методы отбора проб для лабораторных испытаний.
ГОСТ 10839—64	Зерно. Методы отбора образцов и выделения навесок.
ГОСТ 10852—64	Семена масличные. Методы отбора образцов.
ГОСТ 13496-0—70	Комбикорма. Правила отбора среднего образца.
ГОСТ 7194—69	Картофель свежий. Отбор проб и методы определения качества.
ГОСТ 21713—76	Груши свежие поздних сроков созревания. Технические условия.
ГОСТ 21714—76	Груши свежие ранних сроков созревания. Технические условия.
ГОСТ 21715—76	Айва свежая. Технические условия.
ГОСТ 13341—77	Овощи сушенные. Правила приемки. Методы отбора и подготовка проб.
ГОСТ 12001—66	Фрукты сушенные. Методы отбора проб.
ГОСТ 8756. 0—70	Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию.
ГОСТ 9792—73	Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц Правила приемки, методы отбора проб.

ГОСТ 3622—68	Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию
ГОСТ 8285—74	Жиры животные топленные. Правила приемки и методы испытания.
ГОСТ 13928—68	Молоко и сливки заготовляемые. Отбор проб и подготовка их к испытанию.
ГОСТ 6076—74	Сырье лекарственное растительное. Правила приемки и методы испытания.
ГОСТ 17.1.3.03—77	Охрана природы. Гидросфера. Правила выбора и оценка качества источников централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения.
ГОСТ 2874—73	Вода питьевая.
ГОСТ 17.2.3.01—77	Охрана природы. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов.

6.2. С вводом в действие настоящих правил отбора проб считать утратившими силу порядок отбора проб пищевых продуктов для исследования, приведенный в разделе II «Методических указаний по контролю за остаточными количествами пестицидов в продуктах питания», утвержденных заместителем Главного санитарного врача СССР от № 973—72 от 31 марта 1972 года, а также раздел «Отбор проб воды» в «Методических указаниях для органов санитарно-эпидемиологической службы по санитарной охране водоемов от загрязнения пестицидами в связи с применением их в сельском хозяйстве», утвержденных заместителем Главного санитарного врача СССР от 17 апреля 1970 г. № 846—70.

gost.e-ecolog.ru