



Convention on
Biological Diversity



Вопросы пробоотбора в сфере лабораторной детекции

теоретический и практический учебный семинар
по лабораторной идентификации видов, скринингу живых
измененных организмов и обнаружению патогенов
растений
г. Минск, 12 – 16 февраля 2024 г.

Младший научный сотрудник Национального
координационного центра биобезопасности
Института генетики и цитологии НАН Беларуси

Кривецкая Алёна Михайловна

Sampling issues in the laboratory detection

Theoretical and Practical Training Workshop
on Laboratory Identification of Species,
Screening of Living Modified Organisms and Detection of
Plant Pathogens
Minsk, February 12 - 16, 2024

Junior researcher at the National
Coordination Biosafety Center
Institute of Genetics and Cytology NAS of
Belarus

Krivetskaya Alena Mikhailovna

Отбор проб — это одна из важных стадий проведения анализа, направленная на обеспечение достоверности и обоснованности результатов подтверждения соответствия продукции и мониторинга окружающей среды.

Результат исследования, его точность и достоверность зависят не только от современного оборудования и опытных специалистов, но и от соблюдения требований к отбору проб.

Ошибки в технологии могут исказить результаты лабораторных испытаний, либо сделать их вовсе невыполнимыми.



Sampling is one of the important stages of analysis to ensure the reliability and validity of the results of product conformity and environmental monitoring.

The result of the research, its accuracy and reliability depend not only on modern equipment and qualified specialists but also on compliance with sampling requirements.

Technology errors can misrepresent the results of laboratory tests or make them impossible at all.

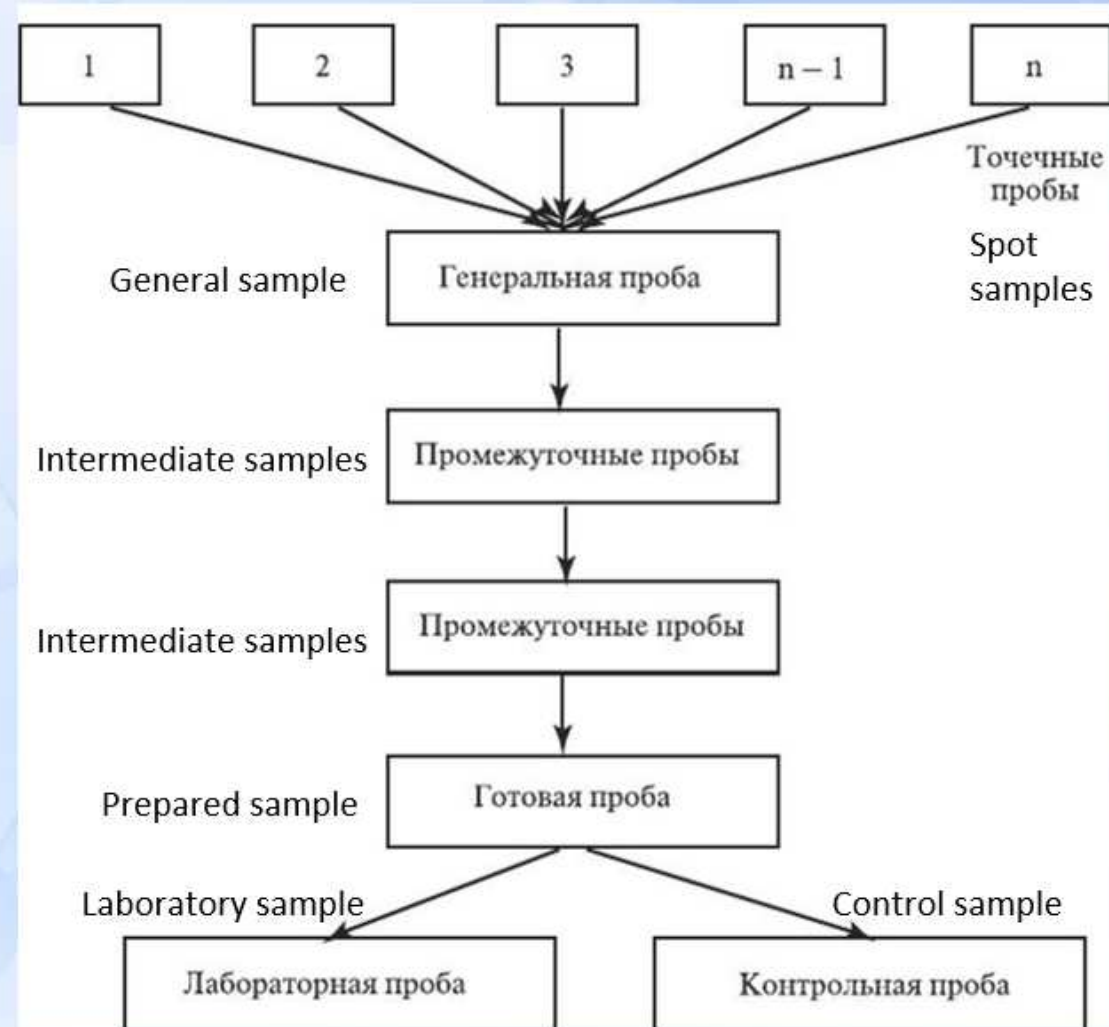


Классификация проб

Classification of samples

Отбор проб при анализе материала, представленного в больших количествах начинают с составления генеральной (первичной, начальной, общей, суммарной, объединенной, исходной) пробы. Генеральную пробу, характеризующую данную партию материала, получают объединением необходимого числа точечных (разовых, частных, единичных) проб.

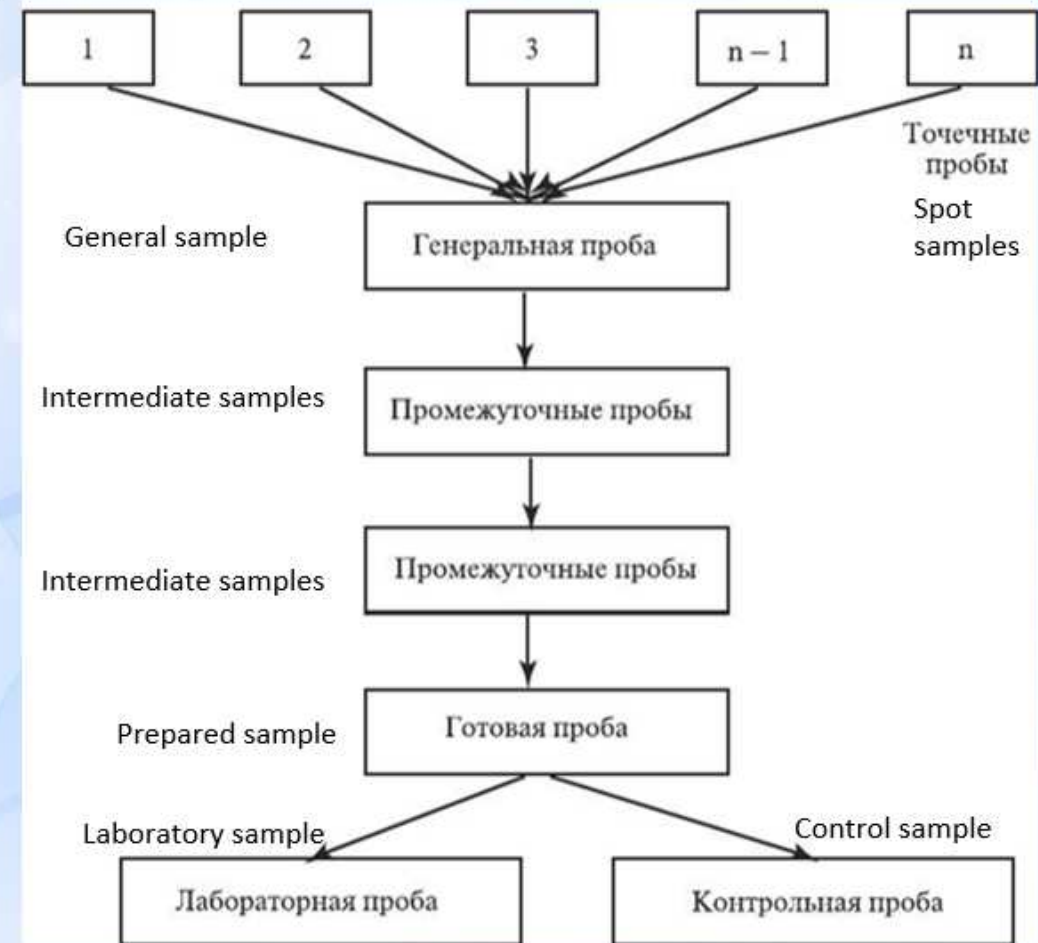
Sampling in the analysis of material presented in a large amount begins with the preparation of a *general* (primary, initial, total, gross, composite, original) *sample*. General sample characterizing a given batch of material is obtained by combining the required number of *spot* (one-time, private, single) *samples*.



Классификация проб

Classification of samples

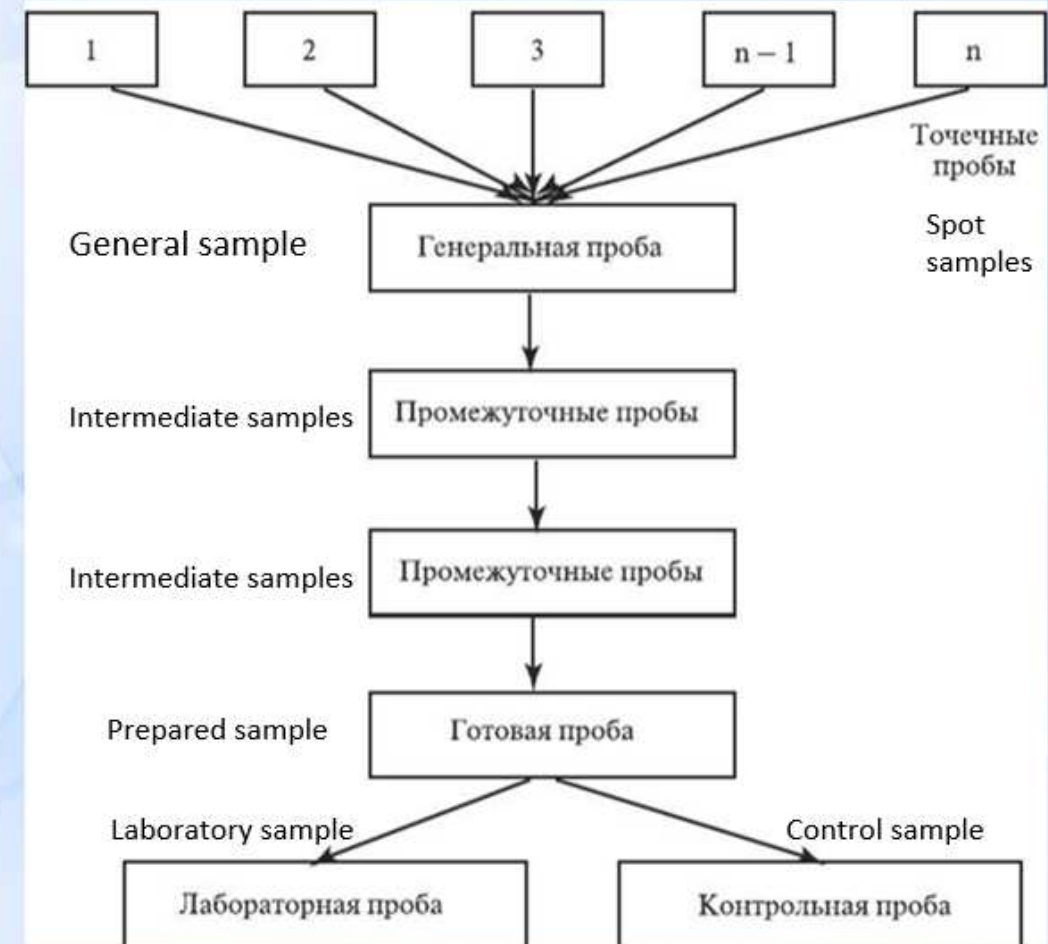
- Точечная проба — это часть партии (сырья или готового продукта), которую отбирают за один прием (за одну операцию) из разных точек партии и из различных по глубине слоев в определенный момент времени. Она характеризует качество опробуемого материала в одном месте или на определенном уровне.
- Поскольку масса отобранной генеральной пробы почти всегда бывает значительной (несколько сотен килограммов или 2-3% общего количества материала), ее подвергают разделению (операции дробления, перемешивания, сокращения) по определенным правилам.
- *Spot samples* is a part of a batch (raw material or finished product) that is taken at one time (in one operation) from different parts of the batch and from different depths of layers at certain time. It is characterizing the quality of the tested material in one point or at a certain level.
- As the weight of the collected general sample is almost always significant (a several hundred kilograms or 2-3% of the total amount of the material), it is separated (crushing, mixing, reduction operations) according to the rules.



Классификация проб

Classification of samples

- При использовании одного или нескольких циклов разделки получают промежуточные (или частичные) средние пробы, которые разделяют так же как и генеральную пробу, в результате чего масса их последовательно уменьшается до тех пор, пока не будет получена готовая (средняя, сокращенная) проба.
- Путем сокращения готовой пробы получают лабораторную пробу, предназначенную для проведения лабораторных испытаний и контрольную (арбитражную, архивную, дубликатную, резервную) пробу, которую хранят на случай проведения повторных, арбитражных или других контрольных испытаний или возникновении споров по результатам проведённых исследований.
- Using one or more cutting cycles, intermediate (or partial) average samples are obtained that are cut similar to the general sample as a result their weight is successively minimized until a finished (average, reduced) sample is obtained.
- By reducing the prepared sample, a laboratory sample intended for laboratory testing and a control (arbitration, archive, duplicate, reserve) sample are obtained and stored in case of repeated, arbitration or other control tests or disputes arise from the results of the tests.



Классификация проб

Classification of samples

Лабораторная проба – это конечная промежуточная проба или сокращенная генеральная проба, поступающая в лабораторию для анализа.

- Состав ее должен быть идентичен среднему составу как всех промежуточных и генеральной проб, так и всей партии опробуемого материала. По средней лабораторной пробе оценивают качество материала, поэтому к отбору ее предъявляют жесткие требования.
- В зависимости от назначения масса лабораторной пробы различна. В среднем она колеблется от 0,5 до 3 кг.
- Готовую пробу помещают в два чистых и сухих герметично закрывающихся сосуда, один из которых направляют в лабораторию для анализа, а второй хранят у поставщика в течение 1 месяца на случай проверки (контрольная или арбитражная проба).
- Хранят пробы до тех пор, пока материал не будет полностью принят потребителем (покупателем). Пробы хранят в условиях, исключающих воздействие каких-либо факторов, которые могут вызвать в пробах изменения.

Laboratory sample is the final intermediate sample or reduced general sample that arrives at the laboratory for analysis.

- Its composition should be identical to the average composition of all intermediate and general samples, and the whole batch of tested material. The average laboratory sample is used to assess the quality of the material and therefore its selection is subject to strict requirements.
- Depending on the purpose of the laboratory sample weight is different. On average, it ranges from 0.5 to 3 kg.
- The prepared sample is placed in two clean and dry hermetically sealed containers one of which is sent to the laboratory for analysis, and the second is stored at the supplier for 1 month in case of verification (control or arbitration sample).
- Samples are stored until the material is fully accepted by the consumer (customer). Samples shall be stored under conditions that exclude any factors that may cause changes in the samples.

Классификация проб

Classification of samples

- из присланной в испытательную лабораторию лабораторной пробы готовят аналитическую пробу в количестве, достаточном для выполнения определений всех контролируемых компонентов. Для этого лабораторную пробу после внешнего осмотра и регистрации в журнале подвергают дальнейшей обработке.
- одна из целей обработки заключается в получении материала такой степени гомогенности, чтобы любая небольшая порция, взятая для анализа, была идентична по составу любым другим порциям. Для этого лабораторную пробу измельчают до требуемого анализом размера частиц, перемешивают и сокращают до тех пор, пока не достигнут минимально необходимой при данном измельчении массы.
- однако измельчать пробу до более тонкого состояния, чем необходимо для применяемого метода анализа, нежелательно, так как это может привести к изменению состава пробы.
- from the laboratory sample sent to the testing laboratory prepare an analytical sample in the quantity enough to perform determinations of all controlled components. For this, the laboratory sample is further processed after visual inspection and registration in a journal.
- one of the purposes of processing is to obtain material of such a degree of homogeneity that any small sample taken for analysis is identical in composition to any other samples. The laboratory sample is crushed to the particle size required by the analysis, mixed, and reduced until the minimum mass required by this grinding is reached.
- however, it is not advisable to grind the sample to a finer particle size than is necessary for the analytical method used, as this may change the composition of the sample.

Подготовка к отбору проб

Preparation for sampling

- изучение нормативных и других документов, которые описывают отбор проб для данного исследования;
 - выбор способа отбора проб (ручной, с помощью пробоотборника или автоматический);
 - подготовка оборудования для отбора проб;
 - подготовка тары, в которую будут собраны образцы;
 - определение способа хранения проб (фильтрование, охлаждение, консервация);
 - подготовка к ведению специальных записей о процедуре отбора проб (акт отбора проб);
 - обеспечения безопасности во время отбора проб.
- studying of regulatory and other documents that describe sampling for this study;
 - selection of sampling method (manual, sampler or automatic);
 - preparation of sampling equipment;
 - preparation of containers in which the samples will be collected;
 - determination of the method of sample storage (filtering, cooling, conservation);
 - preparation of special notes on the sampling procedure (sampling report);
 - ensuring safety during sampling.

Главные принципы отбора проб

The main principles of sampling

- Репрезентативность
(представительность)
пробы
- Правильность отбора,
транспортировки,
хранения и работы
- Достаточное количество
взятой пробы
- Representativeness of sample
- Correct collection,
transportation, storage and
operation
- Sufficient quantity of sample
collected

Репрезентативность (представительность) пробы

Representativeness of sample

- одна или несколько единиц (объемов) вещества, отобранных установленными способами из совокупности (партии), позволяющая получить информацию о заданной характеристике совокупности (партии) и являющаяся основой для принятия решения о совокупности (партии), веществе или процессе их производства. Репрезентативная проба сохраняет характеристики партии, из которой была выбрана. Ее частным случаем является случай простой случайной пробы (точечная проба), когда у каждого элемента или части вещества есть равная вероятность попасть в пробу
- one or more units (volumes) of a substance selected by established methods from aggregate (batch), which provides information about specified characteristic of the aggregate (batch) and is the basis for making a decision about the aggregate (batch), the substance or their production process. A representative sample keeps the characteristics of the batch from which it was selected. Its special case is the case of a simple random sample (spot sample), when each element or part of a substance has an equal probability of being included in the sample

Отбор, транспортировка, хранение и работа с пробой

Sample collection, transportation, storage and handling

- должны проводиться так, чтобы не произошло изменений в содержании определяемых компонентов и в свойствах анализируемого объекта
 - должны быть предприняты меры предосторожности, чтобы избежать ухудшения свойств, загрязнения, потери или повреждения объектов при обращении, транспортировке, хранении/ожидании и подготовке к испытаниям. Инструкции по обращению с объектами, предоставленные вместе с ними, должны быть соблюдены.
 - в случае если объекты необходимо хранить или кондиционировать при определенных условиях окружающей среды, эти условия должны поддерживаться, контролироваться и регистрироваться.
-
- must be carried out so that no changes in the content of the components being determined and in the properties of the analyzed object
 - precautions must be taken to avoid deterioration, contamination, loss or damage to the objects during handling, transportation, storage/waiting and preparation for testing. The handling instructions provided with the objects must be followed.
 - in case the objects need to be stored or conditioned under specific environmental conditions, these conditions shall be maintained, monitored and registered.

Количество взятой пробы Quantity of collected sample

- должно быть достаточным для проведения анализа и соответствовать применяемой методике анализа
- must be sufficient for the analysis and appropriate for the applied analysis methodology



Пробоподготовка

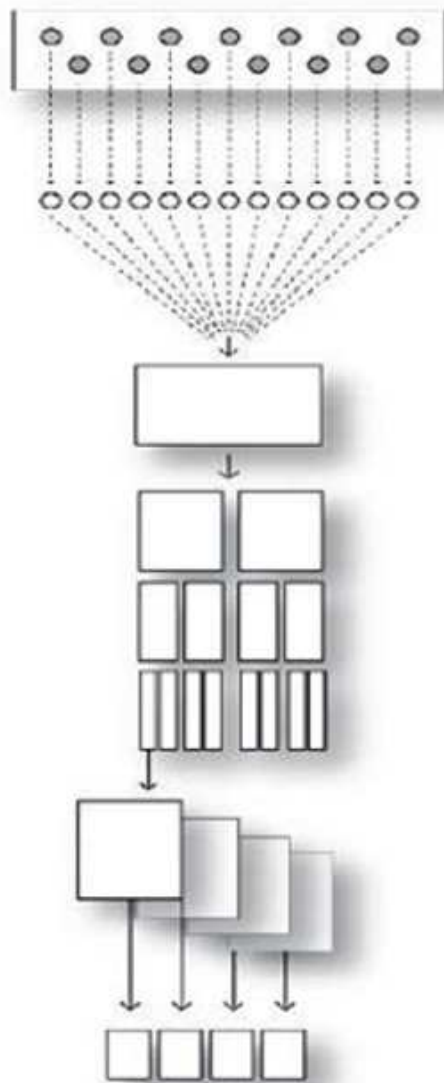
Sample preparation

Главная задача подготовки проб к анализу в испытательной лаборатории:

- гомогенизация (достижение однородности пробы)
- ✓ особенно важна для твердых (сыпучих) образцов проб и реже для жидких.
- ✓ обеспечивает представительность анализа (воспроизводимость повторяемых результатов).
- ✓ осуществляют путем размола, дробления, измельчения, смешения и т.п., используя при этом лабораторные мельницы (с охлаждением), дробилки, делители и т.д.

The main objective of sample preparation for analysis in the testing laboratory:

- homogenization (to achieve homogeneity of the sample)
- ✓ is especially important for solid (dry) samples and less important for liquid samples.
- ✓ ensures the representativeness of the analysis (repeatability of the results).
- ✓ homogenization is carried out by grinding, crushing, shredding, mixing, etc. using laboratory mills (with cooling), crushers, dividers, etc.



Отбор репрезентативного образца семян томата

Первичный образец: количество отбираемых от партии первичных образцов зависит от размера партии и отбирается с использованием методов обора образцов от партии семян.

Объединённый образец: первичные образцы собирают в один объединённый образец и тщательно перемешивают. Объединённый образец уменьшают в размере до тех пор, пока он не достигнет размера, желательного для представляемого образца.

Представляемый образец: размер представляемого образца должен быть подходящим для тестирования на выявление всех целевых вредных организмов.

Подобразец: представленный образец гомогенизируют и делят на репрезентативные подобразцы.

Рабочий образец: готовый для анализа рабочий образец составляют из каждого подобразца. Размер рабочего образца зависит от целевого вредного организма, от статистических соображений о количестве семян, которые должны тестироваться, и от минимальных уровней инфекции, которые должны выявляться.

Drawing a representative sample of tomato seeds

Primary sample: the number of primary samples taken from the lot depend on the size of the lot and are taken using seed lot sampling techniques. **Composite sample:** the primary samples are collected in one composite sample and thoroughly mixed. The composite sample is reduced in size until it reaches the size wanted for the submitted sample.

Submitted sample: the size of the submitted sample should be sufficient for testing all target pests.

Subsample: the submitted sample is made homogeneous and divided into representative subsamples.

Working sample: a working sample ready to test is prepared of each subsample. The size of the working sample will reflect the target pest and the statistical considerations on the number of seeds to be tested and minimum infection levels to be detected.

Fig.1 Schematic overview of sampling for laboratory testing based on ISTA rules

RESOLUTION OF THE MINISTRY OF AGRICULTURE AND FOOD OF THE REPUBLIC OF BELARUS

June 23, 2015 № 20

On Approval of the Instruction on the Procedure of Sampling from Batches of Seeds of Agricultural Plants and Analyzing Seeds of Agricultural Plants

ПОСТАНОВЛЕНИЕ МИНИСТЕРСТВА СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА И ПРОДОВОЛЬСТВИЯ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
23 июня 2015 г. № 20

Об утверждении Инструкции о порядке отбора проб от партий семян сельскохозяйственных растений и проведения их анализа

Изменения и дополнения:

Постановление Министерства сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь от 4 октября 2017 г. № 49 (зарегистрировано в Национальном реестре - № 8/32838 от 19.02.2018 г.) <W21832838>;

Постановление Министерства сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь от 29 июня 2021 г. № 49 (зарегистрировано в Национальном реестре - № 8/37023 от 06.08.2021 г.) <W22137023>

На основании части пятой статьи 23 Закона Республики Беларусь от 7 мая 2021 г. № 102-3 «О селекции и семеноводстве сельскохозяйственных растений» и подпункта 5.1 пункта 5 Положения о Министерстве сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь, утвержденного постановлением Совета Министров Республики Беларусь от 29 июня 2011 г. № 867, Министерство сельского хозяйства и продовольствия Республики Беларусь ПОСТАНОВЛЯЕТ:

1. Утвердить Инструкцию о порядке отбора проб от партий семян сельскохозяйственных растений и проведения их анализа (прилагается).

2. Настоящее постановление вступает в силу после его официального опубликования.

Министр

Л.К.Заяц

УТВЕРЖДЕНО

Постановление
Министерства
сельского хозяйства
и продовольствия
Республики Беларусь
23.06.2015 № 20

ИНСТРУКЦИЯ

о порядке отбора проб от партий семян сельскохозяйственных растений и проведения их анализа

CHAPTER 2 SAMPLING A BATCH OF SEED

ГЛАВА 2 ОТБОР ПРОБ ОТ ПАРТИИ СЕМЯН

6. Отбор проб от партий семян проводится специалистом государственной инспекции в месте хранения (нахождения) партии семян в присутствии заявителя и (или) его представителя.

Партия семян формируется заявителем в количестве, не превышающем массу партии (контрольной единицы) и средней пробы семян сельскохозяйственных растений согласно приложению 2.

В случае формирования партии семян, превышающей максимально допустимую массу, для отбора проб данная партия семян визуально разделяется на контрольные единицы партии семян.

Партия оригинальных и элитных семян не должна превышать массу, указанную в приложении 2.

7. Для отбора проб из зашитых мешков, заклеенных пакетов и коробок используется мешочный щуп, из насыпи семян и из расшитых мешков, контейнеров – пробоотборник семян, за исключением случаев, установленных в части второй настоящего пункта.

От партий семян лука-севка, лука-выборка, чеснока, картофеля, цветочных, плодовых, ягодных и других растений, используемых в сельском хозяйстве, отбор проб осуществляется вручную.

8. Проба семян упаковывается и пломбируется способом, исключающим доступ к ней без нарушения упаковки и (или) пломбы.

Упаковка пробы семян должна обеспечивать сохранность семян.

При доставке пробы семян в государственную инспекцию специалистом государственной инспекции, осуществившим ее отбор, упаковка этой пробы семян может не пломбироваться.

9. Каждая проба семян маркируется этикеткой, в которой указываются сведения о партии семян, их производителе (продавце) и дата отбора пробы.

10. Проба семян для проведения анализа доставляется в государственную инспекцию заявителем или специалистом государственной инспекции, осуществившим ее отбор, в течение двух суток после ее отбора от партии семян, за исключением случаев проведения анализа семян по месту хранения (нахождения) семян.

До отправки на анализ проба семян хранится заявителем в том же помещении, где хранится (находится) партия семян, от которой она отобрана.

Для каждого объекта исследования существуют правила пробоотбора, регламентирующие порядок проведения отдельных операций, прописанных в нормативных документах

For each object of research there are sampling rules regulating the procedure of individual operations, prescribed in regulatory documents

<u>Наименование продукции</u> Product name	ТНПА TRLA
<u>Зерно</u> Grain	ГОСТ 13586.3-2015 <u>Зерно. Правила приемки и методы отбора проб</u> GOST 13586.3-2015 Grain. Acceptance rules and methods of sampling
<u>Комбикорма, БМВД, БВД, премиксы, кормовые смеси</u> Compound feed, PVMS, PVS, premixes, feed mixes	ГОСТ 13496.0-2016 <u>Комбикорма, комбикормовое сырьё. Методы отбора проб</u> GOST 13496.0-2016 Compound feeds, compound feed raw materials. Sampling methods
<u>Мука рыбная и из морских млекопитающих и ракообразных</u> Fish and marine mammal and crustacean flours	ГОСТ 13496.0-2016 <u>Комбикорма, комбикормовое сырьё. Методы отбора проб</u> ГОСТ 31339-2006 <u>Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб</u> GOST 13496.0-2016 Compound feeds, compound feed raw materials. Sampling methods GOST 31339-2006 Fish, non-fish objects and products from them. Acceptance rules and methods of sampling
<u>Зеленые корма, сено, солома, силос, сенаж, травяные искусственно высушенные корма</u> Green fodder, hay, straw, silage, haylage, grass artificially dried fodder	ГОСТ 27262-87 <u>Корма растительного происхождения</u> GOST 27262-87 Feed of plant origin

<p align="center">Наименование продукции Product name</p>	<p align="center">ТНПА TRLA</p>
<p align="center"> <u>Мука кормовая животного происхождения</u> <u>Костяная мука для минерального подкорма животных и птицы</u> <u>Рого-копытная мука</u> <u>Кормовой белковый концентрат</u> Feed meal of animal origin. Bone meal for mineral feeding of animals and birds. Horn and hoof meal. Feed protein concentrate </p>	<p align="center"> ГОСТ 17681-82 Мука животного происхождения. Методы испытаний. GOST 17681-82 Flour of animal origin. Test methods. </p>
<p align="center"> <u>Мука и отруби</u> Flour and bran </p>	<p align="center"> ГОСТ 27668-88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб. GOST 27668-88 Flour and bran. Acceptance and methods sampling. </p>
<p align="center"> <u>Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб.</u> Meat and meat products. Sampling methods. </p>	<p align="center"> СТБ ГОСТ Р 51447-2001 STB GOST R 51447-2001 </p>
<p align="center"> <u>Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести</u> Meat. Sampling methods and organoleptic methods for determining freshness </p>	<p align="center"> ГОСТ 7269-2015 GOST 7269-2015 </p>
<p align="center"> <u>Молоко и сливки заготавливаемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу.</u> Procured milk and cream. Acceptance rules, methods of sampling and preparation for analysis. </p>	<p align="center"> ГОСТ 13928-84 GOST 13928-84 </p>
<p align="center"> <u>Жмыхи, шроты</u> Oil cakes, oilseed meal </p>	<p align="center"> ГОСТ 13979.0-86 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб GOST 13979.0-86 Oil cakes, oilseed meal and mustard powder. Acceptance rules and methods of sampling </p>
<p align="center"> <u>Семена сельскохозяйственных культур, за исключением хлопчатника, сахарной свеклы, цветочных культур</u> Agricultural crop seeds, except cotton, sugar beet, flower crops </p>	<p align="center"> ГОСТ 12036-85 Семена сельскохозяйственных культур. Правила приемки и методы отбора проб GOST 12036-85 Seeds of agricultural crops. Acceptance rules and methods of sampling </p>

СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!
THANKS FOR YOUR ATTENTION!

