Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение качества охлажденной пищевой рыбной продукции методом ЯМР-релаксометрии

Методические указания
МУК 4.3.3551—19

Издание официальное

Москва • 2020

gost.e-ecolog.ru

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

4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение качества охлажденной пищевой рыбной продукции методом ЯМР-релаксометрии

Методические указания
МУК 4.3.3551—19

ББК 51.23
О-63

О-63 **Определение** качества охлажденной пищевой рыбной продукции методом ЯМР-релаксометрии: Методические указания.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2020.—7 с.

ISBN 978–5–7508–1732–0

1. Разработаны Федеральной службой по надзору в сфере защите прав потребителей и благополучия человека; ФГБНУ «ВНИРО» (К. В. Колончин, Л. С. Абрамова), ФБУЗ «Федеральный центр гигиены и эпидемиологии» Роспотребнадзора (В. Ю. Ананьев, В. Г. Сенникова, О. В. Андросова. А. А. Гарбузова, А. А. Константинов, В. А. Смирнов, И. М. Кроль).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 3 октября 2019 г.

3. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 978–5–7508–1732–0

© Роспотребнадзор, 2020

Содержание

I. Общие положения и область применения 4
II. Краткая характеристика метода 5
III. Требования безопасности, охраны окружающей среды 5
IV. Требования к квалификации операторов 5
V. Условия проведения измерений 5
VI. Метод измерений 6

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
3 октября 2019 г.

4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение качества охлажденной пищевой рыбной продукции методом ЯМР-релаксометрии

Методические указания
МУК 4.3.3551—19

I. Общие положения и область применения

1.1. Настоящие методические указания распространяются на определение характеристик пищевой рыбной продукции[1] (охлажденной или подверженной замораживанию с последующим размораживанием), в том числе упакованной, методом ЯМР-релаксометрии.

[1] В соответствии с техническим регламентом Евразийского экономического союза «О безопасности рыбы и рыбной продукции» (ТР ЕАЭС 040/2016):
– пищевая рыбная продукция – рыба (в том числе живая рыба и рыба-сырец (свежая), водные беспозвоночные (в том числе живые и свежие водные беспозвоночные), водные млекопитающие (в том числе свежие водные млекопитающие) и другие водные животные, в том числе продукция из них, в непереработанном или переработанном (обработанном) виде, которые предназначены для употребления человеком в пищу;
– охлажденная пищевая рыбная продукция – рыба, водные беспозвоночные, водные млекопитающие и другие водные животные, подвергнутые процессу охлаждения, не достигая температуры замерзания тканевого сока, а также продукция из них, подвергнутая процессу охлаждения до температуры в толще продукта не выше 5 °С;
– подмороженная пищевая рыбная продукция – рыба, водные беспозвоночные, водные млекопитающие и другие водные животные, подвергнутые процессу замораживания до температуры на 1 °С или 2 °С ниже температуры замерзания тканевого сока внутри них;
– мороженая пищевая рыбная продукция – рыба, водные беспозвоночные, водные млекопитающие и другие водные животные, а также водоросли и другие водные растения, в том числе продукция из них, подвергнутые процессу замораживания до температуры в толще продукта не выше минус 18 °С.

1.2. Методические указания предназначены для органов и организаций, осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и пищевой продукции.

1.3. Методические указания носят рекомендательный характер.

II. Краткая характеристика метода

2.1. Метод ЯМР-спектроскопии с низкой разрешающей способностью (ЯМР-релаксометрии) позволяет изучить водородные связи, определяющие структуру ассоциированных жидкостей и их физические свойства. Данный метод чувствителен к замораживанию и размораживанию рыбного сырья, так как при замораживании (однократном/многократном) происходит изменение соотношения количества свободной и связанной воды (высокомобильных и среднемобильных протонов) в мышечной ткани.

III. Требования безопасности, охраны окружающей среды

3.1. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать предельно допустимых концентраций (ПДК) и ориентировочных безопасных уровней воздействия (ОБУВ), установленных в соответствии с законодательством в области обеспечения санитарно-эпидемиологического благополучия населения[2].

3.2. Электробезопасность при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.2.007 и по ГОСТ 12.1.019.

3.3. Организация обучения безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

IV. Требования к квалификации операторов

4.1. К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в испытательной лаборатории и освоившие метод ЯМР-релаксометрии.

V. Условия проведения измерений

5.1. При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия:

– температура воздуха в помещении (20 ± 5) °С;

[2] ГН 2.2.5.3532—18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»; ГН 2.2.5.2308—07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

– относительная влажность не более (80 ± 5) %;

– условия измерений должны соответствовать требованиям, изложенным в паспортах или иных документах на используемое оборудование и материалы.

VI. Метод измерений

6.1. Принцип метода

Методика качественной оценки размороженного и охлажденного рыбного сырья основана на регистрации времени протонной релаксации T_2 в мышечной ткани. Регистрируется сигнал протонов двух типов: среднемобильных «связанных» в составе жидкости в межклеточном пространстве (малое время релаксации T_{21}) и высокомобильных протонов «свободных» (большое время релаксации T_{22}). Измеряют амплитуду сигнала среднемобильных протонов (A_{21}) и амплитуду сигнала высокомобильных протонов (A_{22}).

6.2. Средства измерений, вспомогательные устройства

ЯМР-релаксометр горизонтальный 6,2 МГц в комплектации с компьютером и программным обеспечением для хемометрической калибровки	
Источник бесперебойного питания	
Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 1,00 мг	ГОСТ Р 53228
Термометр	ГОСТ 7631
Стеклянные пробирки	
Специальная сумка-холодильник с хладагентами	ТУ 9452-040-27418804

Примечание. Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

6.3. Отбор проб

Отбор проб пищевой рыбной продукции осуществляют по ГОСТ 31339 и ГОСТ 7631 с учетом специфики конкретного вида рыбного сырья.

Общая масса объединенной пробы должна быть от 0,3 до 3,0 кг.

При транспортировании строго соблюдают условия хранения, соответствующие требованиям к транспортированию охлажденной пищевой рыбной продукции.

6.4. Подготовка к выполнению измерений

Производят настройку прибора в соответствии с Руководством по эксплуатации при помощи эталонного образца.

Образец рыбного сырья массой не более 800 г загружают в прибор, при этом допускается не вскрывать упаковку.

6.5. Выполнение измерений

6.5.1. Условия проведения ЯМР-релаксометрии.

Измерение проводят на рабочей частоте магнита релаксометра 6,2 МГц; задержка между 90°- и 180°-импульсами – 0,15 мс; число точек эха – 4000; число накоплений – 16; задержка между накоплениями – 2 с; температура измерения – 277 К.

Обработку результатов проводят с использованием программного обеспечения для построения хемометрической калибровки, поставляемого к оборудованию.

6.5.2. Спектроскопические характеристики методики.

Время релаксации среднемобильных протонов в пределах 40—60 мс (T_{21}), высокомобильных протонов – в пределах 140—400 мс (T_{22}).

Измеряют область среднемобильных протонов (A_{21}) и область сигнала высокомобильных протонов (A_{22}) n раз. Единица измерения амплитуды сигнала – условные единицы (у.е.).

6.6. Оформление результатов измерений

По результатам измерений рассчитывают коэффициент релаксации – отношение области сигналов среднемобильных протонов (A_{21}) к области сигнала высокомобильных протонов (A_{22}).

Расчет коэффициента релаксации проводят по формуле:

$$Kp = \frac{A_{21}}{A_{22}}, \text{ где} \qquad (1)$$

A_{21} – область сигнала среднемобильных протонов при времени релаксации T_{21};

A_{22} – область сигнала высокомобильных протонов при времени релаксации T_{22}.

Результат анализа представляют в виде коэффициента релаксации: $\overline{Kp}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений.

$$\overline{Kp} = \sum \frac{Kp}{n}, \text{ где}$$

n – количество измерений.

Определение качества охлажденной пищевой рыбной продукции методом ЯМР-релаксометрии

Методические указания
МУК 4.3.3551—19

Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 13.04.2020

Формат 60x88/16 Печ. л. 0,5

Тираж 100 экз. Заказ 16

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
Федеральным центром гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19А
Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 633-86-59

gost.e-ecolog.ru