ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных мяса и мясопродуктов, содержащих костную ткань

СТ РК ГОСТ Р 52529 – 2007

GOST R 52529 -2006 Meat and meat products
Method of electron paramagnetic resonance for indication of radiation-treated meat and meat products containing bones, (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (РГП КазИнСт) на основе русской версии стандарта, указанного в пункте 4

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ с 2008.07.01 приказом председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 31 июля 2007 г. № 436

3 В настоящем стандарте учтены основные положения следующего европейского стандарта: - EN 1786:1996 «Пищевые продукты. Обнаружение облученных пищевых продуктов, содержащих кости. Метод ЭПР спектроскопии» (EN 1786:1996 « Foodstuff – Detection of irradiated food containing bones – Method by ESR spectroscopy», NEQ).

Национальный стандарт ГОСТ Р 8.563-96 заменен аналогичным государственным стандартом СТ РК 2.18-2003.

4 Настоящий стандарт идентичен национальному стандарту Российской Федерации ГОСТ Р 52529-2006 «Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных мяса и мясопродуктов, содержащих костную ткань»

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2013 год

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	2
4	Требования	2
5	Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы	3
6	Отбор проб	3
7	Подготовка к проведению измерений	4
8	Проведение измерений	5
	Приложение А. Графическая обработка спектров ЭПР	6
	Приложение Б. Результаты обработки спектров ЭПР	7
	Библиография	8

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных мяса и мясопродуктов, содержащих костную ткань

Meat and meat products. Method of electron paramagnetic resonance for indication of radiation-treated meat and meat products containing bones

Дата введения 2008.07.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) для выявления факта облучения (радиационной стерилизации) мяса крупного рогатого скота, свиней, содержащего костную ткань с поглощенной дозой более 1 кГр.

Метод основан на использовании мясной костной ткани в качестве объекта, накапливающего и сохраняющего в течение длительного времени радиационно-индуцированные парамагнитные центры (далее - РПЦ). Факт стерилизации мяса дозой облучения более 1 кГр устанавливают сравнением спектра ЭПР образца костной ткани и спектра ЭПР парамагнитных центров в мере облученной зубной эмали.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК 2.18-2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения.

ГОСТ 12.1.006-84 Система стандартов безопасности труда. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля.

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 1770-98 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндр, мензурки, колбы, пробирки. Общие технически условия.

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 17435—72 Линейки чертежные. Технические условия.

ГОСТ 19126—79 Инструменты медицинские металлические. Общие технические условия.

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия.

ГОСТ 21240—89 Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний.

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 28519—90 Пилы медицинские. Общие технические требования и методы испытаний.

ГОСТ Р 22.3.04-96 Безопасность в чрезвычайных ситуациях. Контроль населения дозиметрический. Метод определения поглощенных доз внешнего гамма-излучения по спектрам электронного парамагнитного резонанса зубной эмали*[1].

ГОСТ Р 51447-99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб*[2].

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 парамагнитные центры вещества; ПЦ: Атомы или молекулы с неспаренным электроном, т. е. обладающие магнитным моментом.

3.2 электронный парамагнитный резонанс; ЭПР: Явление поглощения энергии сверхвысокочастотного (СВЧ) излучения (9—10 ГГц) ПЦ вещества, помещенного в магнитное поле, при некотором определенном для данных парамагнитных центров значении индукции магнитного поля.

3.3 образец костной ткани; ОКТ: Образец, полученный из трубчатых костей крупного рогатого скота, свиней.

3.4 радиационный сигнал: Линия поглощения в спектре ЭПР, обусловленная ПЦ, возникающая в кристаллической структуре костной ткани под действием излучения.

3.5 интенсивность (амплитуда) радиационного сигнала I_0: Спектральный параметр, зависящий от концентрации ПЦ в измеряемом ОКТ.

3.6 радиационно-обработанные мясопродукты, содержащие костную ткань; РОМ: Мясо крупного рогатого скота и свиней, содержащее в своем составе фрагменты костной ткани и облученное источником ионизирующего излучения — установкой с источником гамма-излучения (^{137}Cs или ^{60}Co), ускорителем электронов.

4 Требования

4.1 Общие требования и требования безопасности

Персонал лаборатории должен соблюдать все правила и меры предосторожности при работе с потенциально опасными в санитарно-гигиеническом и эпидемиологическом отношении мясными продуктами, а также с медицинскими хирургическими инструментами.

При работе на спектрометре ЭПР, необходимо соблюдать меры безопасности в соответствии с ГОСТ Р 22.3.04, ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.1.006.

4.2 Требования к квалификации исполнителей

К работам по приготовлению образцов допускаются исполнители со среднеспециальным образованием. Работы на спектрометре ЭПР и обработка результатов эксперимента должны проводиться исполнителями с высшим образованием, имеющими

*[1] Действует до введения в действие СТ РК, разработанного на основе ГОСТ Р 22.3.04-96

*[2] Действует до введения в действие СТ РК, разработанного на основе ГОСТ Р 51447-99

практический опыт по эксплуатации спектрометров ЭПР, интерпретации спектров ЭПР, а также практический опыт по эксплуатации физико-химических приборов и владеющими данной методикой.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Спектрометр ЭПР со следующими характеристиками:

- рабочий диапазон частот (9,5 ± 0,3) ГГц;

- чувствительность не менее 2×10^{14} спин/Тл;

- диапазон регулирования мощностей СВЧ-генератора от 10 до 50 мВт;

- добротность СВЧ-резонатора не менее 6000;

- амплитуда модуляции индукции магнитного поля на частоте 100 кГц. $(1—4) \times 10^{-4}$ Тл;

- диапазон развертки индукции магнитного поля не менее 0,37 Тл;

- диапазон значений постоянной времени накопителя сигнала ЭПР от О,1 до 10 с. меры поглощенной дозы в облученной зубной эмали (далее – МПД ОЗЭ) по [1].

Пробирки стеклянные П-1-10-0,1 ХС по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Линейка металлическая с ценой деления 1 мм по ГОСТ 17435.

Кусачки медицинские по ГОСТ 19126.

Ампулы кварцевые, тонкостенные с наружным диаметром не менее 4 мм по ГОСТ 19908.

Скальпель медицинский по ГОСТ 21240.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

Пилка медицинская по ГОСТ 28519.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до 100 °С в течение 2 ч.

Допускается применение других средств измерений, оборудования, материалов и реактивов по метрологическим, техническим характеристикам и качеству не ниже указанных в настоящем стандарте, в соответствии с СТ РК 2.18.

6 Отбор проб

6.1 Отбор проб мясопродуктов, содержащих костную ткань и необходимых для приготовления ОКТ, проводят в соответствии с ГОСТ Р 51447.

В течение двух суток, необходимо провести процедуру подготовки ОКТ по 6.2—6.4. При необходимости транспортирования допускается провести частичную процедуру подготовки ОКТ по 6.2.

6.2 ОКТ приготавливают из очищенных от мяса трубчатых костей. Кость очищают от мяса, выпиливают пилкой среднюю часть кости длиной 3—10 см и полностью очищают медицинским скальпелем от остатков мяса, сухожилий, пленок, костного мозга и т. п.

Кость промывают дистиллированной водой до полного удаления остатков сухожилий, костного мозга, а затем протирают насухо фильтровальной бумагой.

6.3 Кость сушат в сушильном шкафу при температуре 30 °С—40 °С в течение 2 ч, затем вынимают из сушильного шкафа и выдерживают при комнатной температуре 30 мин.

6.4 Медицинскими кусачками кость раскалывают, чтобы сначала получить фрагменты размерами не более 10 ×10 × 5 мм, а затем, при дальнейшем расщеплении медицинскими кусачками, — фрагменты размерами не более 0,5 × 0,5 × 0,5 мм общей массой не менее 0,3—0,5 г.

Полученную таким образом костную ткань помещают в промаркированную стеклянную пробирку и подсушивают в сушильном шкафу при температуре 30 °С—40 °С в течение 1 ч, после чего вынимают из сушильного шкафа и выдерживают при комнатной температуре 30 мин.

6.5 ОКТ получают насыпанием костной ткани в кварцевую ампулу в таком количестве, чтобы высота насыпки была (10,0 ± 0,5) мм. Высоту насыпки контролируют линейкой. ОКТ взвешивают с точностью до третьего десятичного знака и результат записывают в журнал в соответствии с приложением Б.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка пробирок и ампул, предназначенных для размещения образцов

7.1.1 Предварительную проверку измерительных кварцевых ампул на отсутствие в них паразитных сигналов ЭПР выполняют на спектрометре ЭПР при максимальном усилении спектрометра с выбранными оптимальными режимами измерений (см. 8.2).

Кварцевая ампула не должна иметь собственных сигналов ЭПР. В противном случае ампулу бракуют и не используют при проведении измерений.

Ампулы нумеруют и сохраняют номер на весь цикл измерений.

7.1.2 Стеклянные пробирки и кварцевые ампулы промывают в дистиллированной воде и высушивают в сушильном шкафу при температуре 90 °С—100 °С в течение 2 ч. Затем пробирки и ампулы вынимают из сушильного шкафа, выдерживают 1 ч при комнатной температуре и хранят в условиях, исключающих попадание на них влаги и пыли, до использования их в работе. Пробирки нумеруют и закрепляют за каждым образцом на весь цикл измерений.

7.2 Подготовка спектрометра ЭПР

Подготовку спектрометра ЭПР к работе выполняют в соответствии с его эксплуатационными документами.

Центральное значение индукции магнитного поля устанавливают с помощью органов управления спектрометра ЭПР так, чтобы в диапазоне развертки наблюдались 3-я и 4-я компоненты спектра ионов Mn^{2+} в окиси магния, входящей в состав МПД ОЗЭ (см. приложение А).

Амплитуда модуляции индукции магнитного поля не должна превышать 0,4 мТл, скорость развертки магнитного поля — 0,013 мТл/с, постоянная времени — 0,16 с; ширина развертки поля должна быть не менее 10,0 мТл.

Уровень СВЧ-мощности — не более 12 мВт.

8 Проведение измерений

8.1 Условия проведения измерений:

- температура окружающего воздуха, °С ..... 10—35
- атмосферное давление, мм рт. ст. ..... 630—800
- относительная влажность окружающего воздуха, %. 45—80

8.2 Регистрация спектра ЭПР ОКТ

Ампулу с ОКТ помещают в резонатор спектрометра ЭПР на фиксированную глубину, соответствующую центру резонатора. Спектр ЭПР три раза регистрируют (записывают) при соблюдении условий по 7.2 на бумажный носитель.

8.3 Регистрация спектра ЭПР МПД ОЗЭ

МПД ОЗЭ помещают в резонатор спектрометра ЭПР, выдерживая глубину погружения по 8.2. Спектр ЭПР три раза регистрируют (записывают) при соблюдении условий по 7.2 на бумажный носитель.

В процессе длительных измерений контроль за стабильностью работы спектрометра ЭПР периодически проводят в соответствии с его эксплуатационными документами и [2].

8.4 Обработка спектров ЭПР

Обработку спектров ЭПР проводят вручную, измеряя линейкой интенсивность сигнала ЭПР ОКТ и интенсивность сигнала ЭПР 3-й компоненты спектра МПД ОЗЭ в соответствии с приложением А.

Допускается использовать компьютерную программу для измерений и обработки спектров ЭПР.

8.5 Выявление радиационной обработки образца дозой более 1 кГр

Факт облучения образца дозой более 1 кГр выявляют расчетным путем, подставляя данные измерений в формулу

$$D = [\text{КПЦ} \cdot I_0 / (M \cdot I_M)] 10^{-15}, \qquad (1)$$

где КПЦ — число парамагнитных центров, соответствующее 3-й компоненте спектра ЭПР МПД ОЗЭ, указанное в паспорте используемой МПД ОЗЭ;

I_0 — среднеарифметическое значение интенсивности сигнала ЭПР ОКТ, мм;

M— масса ОКТ, г;

I_M— интенсивность сигнала ЭПР 3-й компоненты МПД ОЗЭ, мм.

8.6 Регистрация результатов обработки спектров

Результаты обработки спектров заносят в журнал в соответствии с приложением Б.

8.7 Вывод о факте облучения ОКТ дозой более 1 кГр

Вывод делают при выполнении условия

$$D > 1, \qquad (2)$$

Приложение А

(обязательное)

Графическая обработка спектров ЭПР

А.1 Интенсивность (амплитуду) сигнала при графической обработке определяют в следующей последовательности.

А.1.1 Находят максимумы 3-й компоненты сигнала иона Mn^{2+} в МПД ОЗЭ и проводят линии перпендикулярно к базовой линии $O—O'$ (линии $A_0—A$ и $B_0—B$ на рисунке А.1). Линейкой измеряют (в миллиметрах) длины отрезков $A_0—A$ и $B_0—B$, суммируют длины двух отрезков и получают интенсивность третьей компоненты сигнала иона Mn^{2+} в МПД ОЗЭ (I_M).

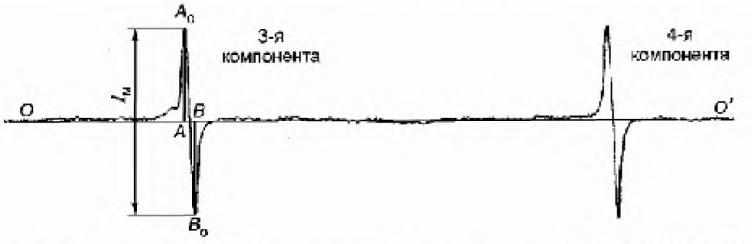


Рисунок А.1 — Схема графической обработки спектра ЭПР МПД ОЗЭ

Результат заносят в журнал (см. приложение Б).

А.1.2 Находят максимумы сигнала ЭПР ОКТ и проводят линии перпендикулярно к базовой линии $O—O'$ (линии $C_0—C$ и $D_0—D$ на рисунке А.2). Линейкой измеряют (в миллиметрах) длины отрезков $C_0—C$ и $D_0—D$, суммируют длины двух отрезков и получают интенсивность сигнала ЭПР ОКТ (I_0).

Среднее значение по трем результатам измерений I_0 записывают в таблицу (см. приложение Б).

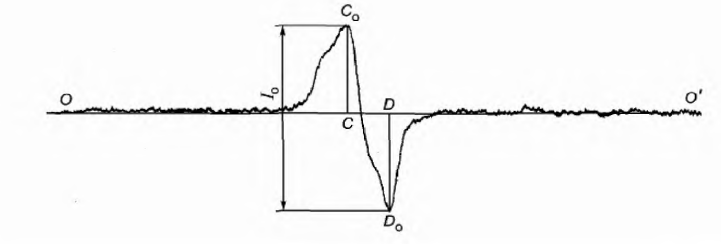


Рисунок А.2 — Схема графической обработки спектра ЭПР ОКТ

Приложение Б
(рекомендуемое)

Результаты обработки спектров ЭПР

Таблица Б.1

Дата	Номер ОКТ	Масса ОКТ, г	Амплитуда сигнала ЭПР ОКТ I_0, мм	Амплитуда сигнала ЭПР 3-й компоненты МПД ОЗЭ $I_м$, мм	Значение D	Вывод о факте облучения ОКТ	Исполнитель

Библиография

[1] Мера поглощенной дозы в облученной зубной эмали МПД ОЗЭ. Сертификат об утверждении типа средств измерений № 2423. Регистрационный № 15632—96 в Государственном реестре средств измерений. Москва.

[2] СанПиН 2.2.4.1191—2003 Электромагнитные поля в производственных условиях. Москва.

УДК 637.52.04.07:006.354 **МКС 67.120.10**

Ключевые слова: радиационно-обработанные мясо и мясопродукты, костная ткань, электронный парамагнитный резонанс, радиационная стерилизация, безопасность, измерения, квалификация исполнителей

Для заметок

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы
Есіл өзенінің сол жақ жағалауы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru