ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53186— 2008

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных продуктов, содержащих целлюлозу

Издание официальное

БЗ 12—2008/536

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации— ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений» (ФГУП «ВНИИФТРИ») на основе собственного аутентичного перевода, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 декабря 2008 г. № 636-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений регионального стандарта ЕН 1787:2000 «Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных продуктов, содержащих целлюлозу» (EN 1787:2000 «Foodstuff— Detection of irradiated food containing cellulose by ESR spectroscope», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие требования 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы 2
6 Отбор проб и подготовка образцов 3
7 Подготовка к проведению измерений 3
8 Проведение измерений 4
Приложение А (обязательное) Типичные спектры ЭПР необлученных и облученных образцов фисташковой скорлупы и земляники 5
Приложение Б (справочное) Результаты межлабораторных испытаний по идентификации облученных образцов 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных продуктов, содержащих целлюлозу

Foodstuffs.
Method of electron paramagnetic resonance for detection of radiation-treated food containing cellulose

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод обнаружения радиационно-обработанных пищевых продуктов, содержащих целлюлозу, путем анализа спектра электронного парамагнитного резонанса (далее — ЭПР) исследуемых образцов. Метод проверен на таких пищевых продуктах как земляника, фисташки и молотый красный перец.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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 6709—72 Дистиллированная вода. Технические условия

ГОСТ 13026—76 Бумага фильтровальная. 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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

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

[ГОСТ Р 52529—2006, пункт 3.1]

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.

[ГОСТ Р 52529—2006, пункт 3.2]

3.3

радиационный сигнал: Линия поглощения в спектре ЭПР, обусловленная ПЦ, возникающими в кристаллической структуре целлюлозы под действием излучения.

[ГОСТ Р 52529—2006, пункт 3.4]

3.4

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

[ГОСТ Р 52529—2006, пункт 3.5]

3.5 **g-фактор:** Спектральный параметр, определяющий отношение частоты СВЧ-излучения к индукции магнитного поля в центре линии поглощения.

3.6 **синглет:** Разновидность спектра ЭПР, характеризуемая наличием только одной линии поглощения.

3.7 **мультиплет:** Разновидность спектра ЭПР, характеризуемая наличием нескольких линий поглощения.

4 Общие требования

4.1 Требования безопасности

Персонал лаборатории должен соблюдать все правила и меры предосторожности при работе с медицинскими хирургическими инструментами.

При работе на спектрометре ЭПР с высоким напряжением рекомендуется соблюдать меры безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

При работе с СВЧ-генератором и СВЧ-трактом спектрометра ЭПР рекомендуется соблюдать меры безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.006.

4.2 Требования к квалификации исполнителей

Работы на спектрометре ЭПР и обработку результатов эксперимента следует проводить исполнителями, имеющими 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 $\pm$ 0,3) ГГц;
- чувствительность не менее $2 \cdot 10^{14}$ спин/Тл;
- диапазон регулирования мощности СВЧ генератора от 10 до 50 мВт;

- добротность СВЧ резонатора не менее 6000;
- амплитуда модуляции индукции магнитного поля на частоте 100 кГц $(1 - 4) \cdot 10^{-4}$ Тл;
- диапазон развертки индукции магнитного поля не менее 20 мТл;
- диапазон значений постоянной времени накопителя сигнала ЭПР 0,1—0,2 с.

Ампулы кварцевые, тонкостенные с наружным диаметром двух размеров: не более 1,5 мм и не менее 4 мм по ГОСТ 19908.

Скальпель медицинский по ГОСТ 21240.

Фильтровальная бумага по ГОСТ 13026.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Пинцет средний металлический по ГОСТ 19126.

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

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до 100 °С в течение 2 ч, или сублимационная сушильная установка.

Мешалка лабораторная механическая.

Стабильный радикал 2,2-дифенил-1-пикрил-гидразил (ДФПГ).

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

6 Отбор проб и подготовка образцов

6.1 Отбор проб плодов, ягод и пряностей проводят по документу на продукт соответствующего вида.

6.2 Из отобранной пробы с помощью скальпеля выделяют из скорлупы, семян, ядер или косточек пищевых продуктов образцы размером от 3,0 до 3,5 мм и массой от 50 до 100 мг. Далее образцы семян и ядер следует просушить в лабораторном вакуумном сушильном шкафу при температуре (40 ± 5) °С при пониженном давлении либо в сублимационной сушилке. Для ореховой скорлупы сушка обычно не требуется.

Для пряностей следует использовать навеску приправы от 150 до 200 мг. Предварительная сушка пряностей обычно не требуется.

Образцы земляники следует исследовать сразу же после получения. В противном случае образцы хранят до обследования при температуре около 18 °С. Для обследования методом ЭПР используют примерно 200 мг семян земляники (около 80 г ягод).

Для отделения семян из плодов и ягод либо снимают кожуру (рекомендуется для замороженной земляники), либо используют плод (ягоду) целиком (однако без стебля и листьев). Землянику гомогенизируют в электрической мешалке.

К ягодной массе добавляют 500 мл воды и тщательно перемешивают смесь в мешалке. После того, как семена осядут, сливают большую часть воды с плавающей ягодной массой. Для полного отделения ягодной массы повторяют эту промывочную процедуру один-два раза. Далее выкладывают семена на фильтровальную бумагу, чтобы удалить воду с их поверхности. Затем сушат семена в сублимационной сушилке или 2 ч в вакуумном сушильном шкафу при температуре (40 ± 5) °С. Семена не должны быть перемолотыми, поскольку это приводит к уменьшению отношения сигнал/шум и может повлиять на форму спектра ЭПР. Хранение образцов в замороженном состоянии не влияет на определение наличия радиационной обработки.

6.3 Помещают приготовленный образец на дно кварцевой ампулы диаметром не менее 4 мм так, чтобы высота образца была не менее 15—20 мм.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка кварцевых ампул, предназначенных для размещения образцов

7.1.1 Предварительную проверку кварцевых ампул (далее — ампул) на отсутствие в них фоновых сигналов ЭПР выполняют на спектрометре ЭПР при максимальном усилении спектрометра с выбранными оптимальными режимами измерений (см. 7.2).

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 Ампулы промывают в дистиллированной воде и высушивают в сушильном шкафу при температуре от 90 °С до 100 °С в течение 2 ч. Затем 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.

7.2 Подготовка спектрометра ЭПР

Подготовку спектрометра ЭПР к работе выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

Амплитуда модуляции магнитного поля не должна превышать 0,4 мТл, скорость развертки магнитного поля — не более 0,013 мТл/с, постоянная времени — не более 0,16 с, ширина развертки поля — не менее 20,0 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;
влажность окружающего воздуха, % . . . . . 45—80.

8.2 Регистрация спектра ЭПР

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

В процессе длительных измерений контроль за стабильностью работы спектрометра ЭПР периодически проводят в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

8.3 Измерения g-фактора

В случае обнаружения спектра ЭПР, приведенного на рисунках А.2 и А.4 (приложение А), необходимо измерить g-фактор наблюдаемых ПЦ с целью достоверной идентификации спектров ЭПР.

Для этого необходимо записать спектр ЭПР стабильного радикала 2,2-дифенил-1-пикрил-гидразила (ДФПГ) совместно со спектром облученных образцов. Спектр ЭПР ДФПГ представляет собой симметричный синглет, g-фактор равен 2,0036, а ширина линии от 0,010 до 0,015 мТл, в зависимости от условий кристаллизации ДФПГ.

Ампулу диаметром не более 1,5 мм с кристалликом ДФПГ внутри помещают в ампулу с образцом так, чтобы ампула с кристалликом ДФПГ находилась внутри изучаемого образца пищевого продукта. Ампулу с исследуемым образцом и меньшей ампулой, содержащей кристаллик ДФПГ, помещают в резонатор спектрометра, настраивают микроволновый мост спектрометра на условия резонанса в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

Повторно регистрируют (записывают) спектр ЭПР три раза при соблюдении условий по 7.2.

Спектры ЭПР пищевых продуктов, содержащих целлюлозу, имеют неспецифический сигнал С даже в необлученных образцах (см. рисунки А.1 и А.3). Спектры облученных образцов обычно имеют значительно более высокую интенсивность этого сигнала и дополнительную пару линий слева (при более низком магнитном поле) и справа (при более высоком магнитном поле) от центрального сигнала. Эта пара линий обусловлена радикалами целлюлозы, появившимися под воздействием ионизирующего излучения. Расстояние между этими линиями составляет примерно 6,0 мТл.

В некоторых видах пищевых продуктов помимо упомянутых сигналов наблюдаются широкие линии низкой интенсивности, обусловленные ионами Mn^{2+}. Однако эти линии занимают другое положение в магнитном поле, и расстояние между двумя линиями, обусловленными ионами Mn^{2+}, составляет примерно 9,0 мТл.

Если спектр ЭПР имеет вид, приведенный на рисунке А.2 или А.4, это свидетельствует о наличии радиационной обработки. Подтверждением того, что наблюдаемые спектры ЭПР имеют g-фактор 2,0040 $\pm$ 0,0010, будет являться совпадение центров спектра наблюдаемого мультиплета и синглета ДФПГ (с указанной точностью).

Типичные характеристики спектров ЭПР приведены на рисунках А.2 и А.4 (приложение А).

8.4 Заключение о наличии радиационной обработки

В том случае, если в исследуемом образце обнаруживаются спектры ЭПР, подобные спектрам, приведенным на рисунке А.2 или А.4, его идентифицируют как облученный, т. е. как подвергнутый радиационной обработке.

Приложение А
(обязательное)

Типичные спектры ЭПР необлученных и облученных образцов фисташковой скорлупы и земляники

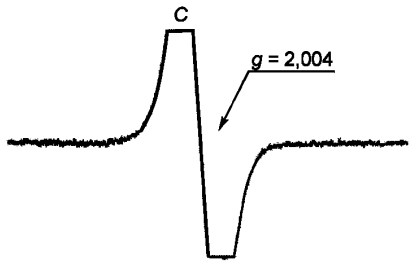

Рисунок А.1 — Спектр ЭПР необлученной фисташковой скорлупы

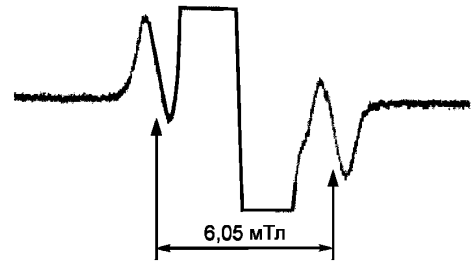

Рисунок А.2 — Спектр ЭПР фисташковой скорлупы, получившей дозу облучения 4,0 кГр; видна характерная пара линий радикала целлюлозы с расстоянием между ними (6,05 ± 0,05) мТл

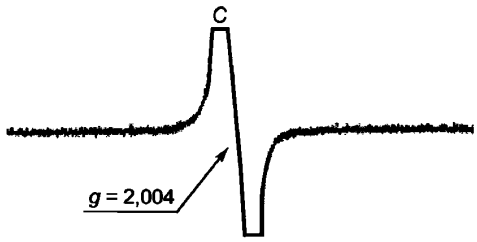

Рисунок А.3 — Спектр ЭПР косточек необлученной земляники

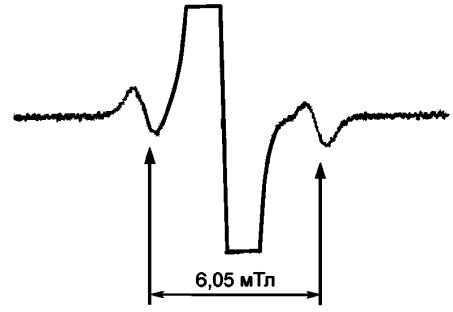

Рисунок А.4 — Спектр ЭПР косточек земляники, получившей дозу облучения 3,5 кГр; видна характерная пара линий радикала целлюлозы с расстоянием между ними (6,05 ± 0,05) мТл

Приложение Б
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний по идентификации облученных образцов

В межлабораторных испытаниях, проведенных Контрольным бюро Европейского сообщества (BCR), в 21-й лаборатории идентифицировали кодированные образцы фисташковой скорлупы, которые либо не подвергались облучению, либо подвергались облучению дозами 2, 4 или 7 кГр (см. таблицу Б.1).

Таблица Б.1 — Данные межлабораторных испытаний

Продукт	Число образцов	Число ложно отрицательно идентифицированных образцов[1)]	Число ложно положительно идентифицированных образцов[2)]
Фисташковая скорлупа	84	15	2

[1)] Ложно отрицательно идентифицированные образцы — это облученные образцы, которые были признаны необлученными.
[2)] Ложно положительно идентифицированные образцы — это необлученные образцы, которые были признаны облученными.

В межлабораторных испытаниях, проведенных Федеральным ведомством здравоохранения (BGA), в 17 лабораториях идентифицировали кодированные образцы фисташковой скорлупы, которые либо не подвергались облучению, либо подвергались облучению с дозами 4 или 6 кГр (см. таблицу Б.2).

Таблица Б.2 — Данные межлабораторных испытаний

Продукт	Число образцов	Число ложно отрицательно идентифицированных образцов[1)]	Число ложно положительно идентифицированных образцов[2)]
Фисташковая скорлупа	68	0	1

[1)] Ложно отрицательно идентифицированные образцы — это облученные образцы, которые были признаны необлученными.
[2)] Ложно положительно идентифицированные образцы — это необлученные образцы, которые были признаны облученными.

В межлабораторных испытаниях, проведенных Федеральным ведомством здравоохранения (BGA), в 20 лабораториях идентифицировали кодированные образцы порошкового красного перца, которые либо не подвергались облучению, либо подвергались облучению дозами 5 или 10 кГр (см. таблицу Б.3).

Таблица Б.3 — Данные межлабораторных испытаний

Продукт	Число образцов	Число ложно отрицательно идентифицированных образцов[1)]	Число ложно положительно идентифицированных образцов[2)]
Порошковый красный перец	160	0	1

[1)] Ложно отрицательно идентифицированные образцы — это облученные образцы, которые были признаны необлученными.
[2)] Ложно положительно идентифицированные образцы — это необлученные образцы, которые были признаны облученными.

В межлабораторных испытаниях, проведенных Федеральным институтом ветеринарной медицины и охраны здоровья потребителей (BgVV), в 23 лабораториях идентифицировали кодированные образцы земляники, которые либо не подвергались облучению, либо подвергались облучению с дозами 1,5 или 3 кГр (см. таблицу Б.4).

Т а б л и ц а Б.4 — Данные межлабораторных испытаний

Продукт	Число образцов	Число ложно отрицательно идентифицированных образцов[1)]	Число ложно положительно идентифицированных образцов[2)]	Число неоднозначно идентифицированных образцов
Земляника	184	7	0	2

[1)] Ложно отрицательно идентифицированные образцы — это облученные образцы, которые были признаны необлученными.

[2)] Ложно положительно идентифицированные образцы — это необлученные образцы, которые были признаны облученными.

УДК 664.854:537.635:006.354 ОКС 67.080.10 Н19 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: радиационно-обработанные продукты питания, электронный парамагнитный резонанс, целлюлоза, спектры ЭПР, фисташковая скорлупа, земляника

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 10.04.2009. Подписано в печать 21.05.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 193 экз. Зак. 315.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru