ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52829— 2007

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

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

Издание официальное

БЗ 12—2007/445

Москва
Стандартинформ
2008

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 27 декабря 2007 г. № 456-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений регионального стандарта ЕН 13708:2001 «Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных продуктов, содержащих кристаллический сахар» (EN 13708:2001 «Foodstuff — Detection of irradiated food containing crystalline sugar by ESR spectroscopy», 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, 2008

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 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 сушеных манго и инжира . . . 5
Приложение Б (справочное) Характеристики спектров ЭПР облученных и необлученных сушеных манго, папайи, инжира и изюма . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

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

Foodstuff.
Method of electron paramagnetic resonance for detection of radiation-treated food containing crystalline sugar

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод обнаружения пищевых продуктов, содержащих кристаллический сахар (сушеные фрукты), которые были подвергнуты действию ионизирующего излучения, путем анализа спектра электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) исследуемых образцов.

Радиационная обработка приводит к появлению парамагнитных центров (ПЦ), которые могут быть обнаружены в твердых и сухих частях пищевых продуктов. Интенсивность полученного сигнала возрастает с ростом концентрации ПЦ, а значит, и примененной дозы облучения.

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 1750—86 Фрукты сушеные. Правила приемки, методы испытаний

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 сахара 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 Требования

4.1 Общие требования и 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 исполнителям, имеющим практический опыт по эксплуатации спектрометров ЭПР, интерпретации спектров ЭПР, а также практический опыт по эксплуатации физико-химических приборов и владеющим 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 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 0,37 Тл;
- диапазон значений постоянной времени накопителя сигнала ЭПР 0,1 — 10,0 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.

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.

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 проводят по ГОСТ 1750. Из отобранной пробы сушеных фруктов (изюма, папайи, манго и т.п.) с помощью скальпеля и пинцета отделяют фрагменты плодов размером приблизительно 1—2 мм с различных частей плодов и размещают на чашке Петри.

6.2 Перемешивают скальпелем полученные фрагменты сушеных фруктов и готовят с помощью весов образец массой от 50 до 100 мг.

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

Если образец недостаточно сухой, могут возникнуть трудности в настройке резонатора спектрометра. В этом случае нужно либо уменьшить количество вещества в образце, либо подвергнуть его дополнительной сушке. Образцы следует сушить в лабораторном вакуумном сушильном шкафу при температуре (40 ± 5) °С при пониженном давлении либо в сублимационной сушилке.

Не допускается увеличивать температуру высушивания образцов, так как это может уменьшить амплитуду сигнала ЭПР.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Подготовка кварцевых ампул (далее — ампул), предназначенных для размещения образцов

7.1.1 Предварительную проверку 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 90 °С — 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 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
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 на бумажный носитель.

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 — 0,010—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 образцом сушеного фрукта 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 на бумажный носитель.

Спектр ЭПР должен выглядеть как суперпозиция узкого синглетного спектра ДФПГ и широкого мультиплетного спектра ЭПР ПЦ в облученных кристаллических сахарах. Подтверждением того, что наблюдаемые спектры ЭПР имеют g-фактор 2,0036 ± 0,0010, будет являться совпадение центров спектра наблюдаемого мультиплета и синглета ДФПГ.

Для облученных пищевых продуктов, содержащих кристаллический сахар, типичны многокомпонентные спектры ЭПР, отражающие присутствие в образце ПЦ, созданных облучением. Высушенные фрукты часто содержат частицы сахара в кристаллической форме, вследствие чего появление типичных многокомпонентных спектров ЭПР в соответствии с приложением А свидетельствует о радиационной обработке.

Типичные характеристики спектров ЭПР приведены в приложении Б и 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 сушеных манго и инжира

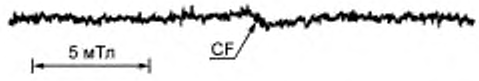

Рисунок А.1 — Типичный спектр ЭПР необлученных сушеных манго

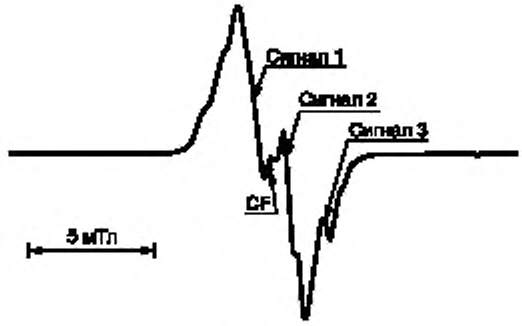

Рисунок А.2 — Типичный спектр ЭПР облученных сушеных манго (3,0 кГр)

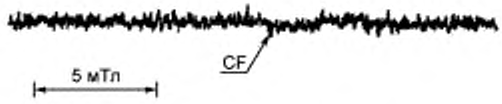

Рисунок А.3 — Типичный спектр ЭПР необлученного сушеного инжира

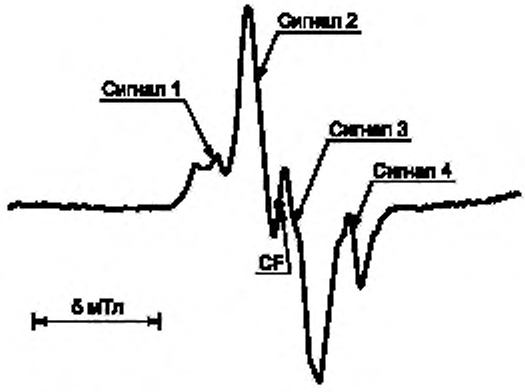

Рисунок А.4 — Типичный спектр ЭПР облученного сушеного инжира (3,0 кГр)

Приложение Б
(справочное)

Характеристики спектров ЭПР облученных и необлученных сушеных манго, папайи, инжира и изюма

Б.1 Характеристики спектров ЭПР облученных сушеных манго, папайи

Показателем факта облучения сушеных плодов манго и папайи является спектр ЭПР, приведенный на рисунке А.2, и следующие количественные характеристики спектра:

полная ширина спектра: от 7,4 до 7,8 мТл;
g-фактор (в центре спектра): 2,0035 ± 0,0010.

Б.2 Характеристики спектров ЭПР облученных сушеных инжира и изюма

Показателем факта облучения сушеного инжира и изюма является спектр ЭПР, приведенный на рисунке А.4, и следующие количественные характеристики спектра:

полная ширина спектра: от 8,7 до 9,1 мТл;
g-фактор (в центре спектра): 2,0035 ± 0,0010.

Б.3 Характеристики спектров ЭПР необлученных сушеных манго, папайи, инжира и изюма

Необлученные образцы сушеных манго, папайи, инжира и изюма показывают полное отсутствие линий в спектре ЭПР либо спектр представляет собой один широкий синглет, показанный на рисунках А.1 и А.3 с g-фактором 2,0040 ± 0,0010.

Ниже приводятся результаты двух межлабораторных испытаний, проведенных Бюро эталонов ЕС. В первом случае в испытаниях участвовала 21 лаборатория, где проводилась идентификация образцов сушеных папайи и изюма, которые были либо необлученными, либо облученными следующими дозами (приблизительно): 0,5; 1; 2; 4 или 7 кГр.

Результаты идентификации образцов сушеных папайи и изюма приведены в таблице 1.

Таблица 1

Продукт	Количество образцов	Количество ложноотрицательных[a]	Количество ложноположительных[b]
Изюм	126	7[c]	1
Сушеная папайя	126	2[d]	0

[a] Ложноотрицательные — необлученные образцы, принятые за облученные.
[b] Ложноположительные — облученные образцы, принятые за необлученные.
[c] Получено на 19 образцах, облученных дозой 0,5 кГр.
[d] Получено на 21 образце, облученном дозой 0,5 кГр.

В других межлабораторных испытаниях, организованных Германским федеральным институтом защиты здоровья и ветеринарной медицины, 17 лабораторий идентифицировали зашифрованные образцы сушеных манго и инжира, которые были либо необлученными, либо облученными дозами (приблизительно) 1; 3 или 5 кГр.

Результаты идентификации образцов сушеных манго и инжира приведены в таблице 2.

Таблица 2

Продукт	Число образцов	Число ложноотрицательных[a]	Число ложноположительных[b]
Сушеное манго	184	0	0
Сушеный инжир	184	2	0

[a] Ложноотрицательные — необлученные образцы, принятые за облученные.
[b] Ложноположительные — облученные образцы, принятые за необлученные.

УДК 637.52.04.07:006.354 ОКС 67.080.10 Н19 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: радиационно-обработанные продукты питания, электронный парамагнитный резонанс, кристаллический сахар, спектры ЭПР, сушеный инжир, сушеное манго, сушеный изюм, сушеная папайя

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

Сдано в набор 28.02.2008. Подписано в печать 19.03.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 218 экз. Зак. 268.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.