ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52529— 2006

МЯСО И МЯСНЫЕ ПРОДУКТЫ

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

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2006

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 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным центром «Государственный научно-исследовательский институт биологического приборостроения» Министерства промышленности, науки и технологий Российской Федерации и Всероссийским научно-исследовательским институтом физико-технических и радиотехнических измерений на основе 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 9 марта 2006 г. № 24-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений 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)

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

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

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2006
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008
Переиздание (по состоянию на май 2008 г.)

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 3
7 Подготовка к проведению измерений 3
8 Проведение измерений 4
Приложение А (обязательное) Графическая обработка спектров ЭПР 5
Приложение Б (рекомендуемое) Результаты обработки спектров ЭПР 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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 — 2007—01—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 (далее — РОМ) 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 (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:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

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

ГОСТ Р 51447—99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ 8.417—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин

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. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709—90 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

Издание официальное

* См. примечания ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» (с. 8).

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 28519—90 Пилы медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

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 документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **парамагнитные центры (ПЦ) вещества:** 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, возникающими 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 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 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 2×10^{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 0,1 до 10 с.

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 $\pm 0{,}001$ г.

Пилка медицинская по ГОСТ 28519.

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

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

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 $10 \times 10 \times 5$ мм, а затем, при дальнейшем расщеплении медицинскими кусачками, — фрагменты размерами не более $0{,}5 \times 0{,}5 \times 0{,}5$ 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 $(10{,}0 \pm 0{,}5)$ 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
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 [3].

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

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

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 делают при выполнении условия

$$D > 1. \quad (2)$$

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 ($I_м$).

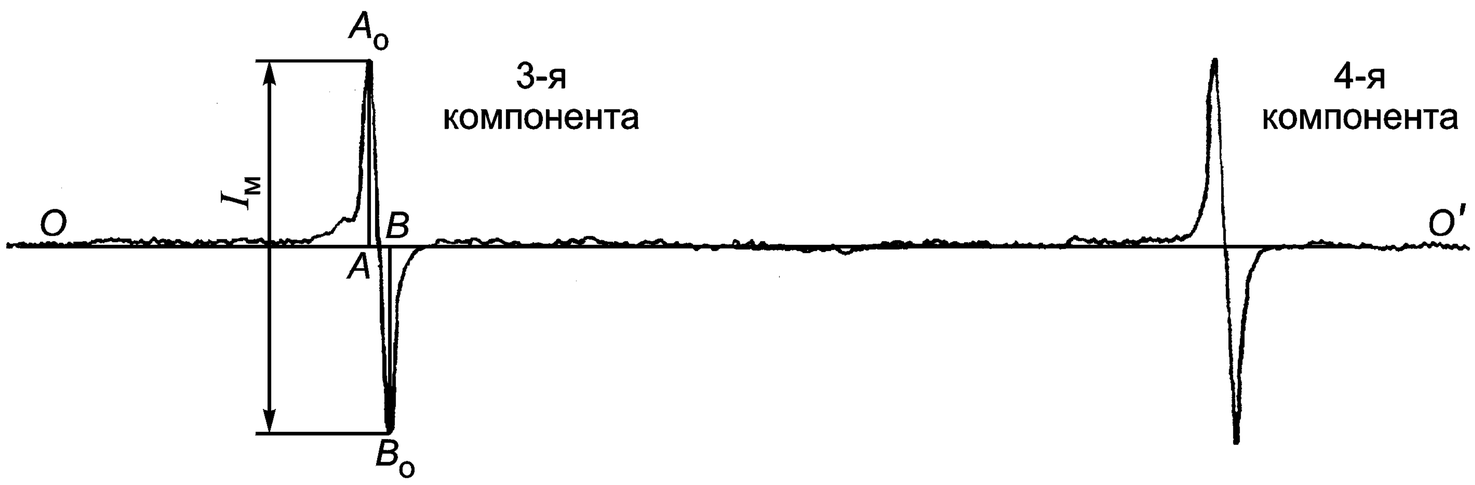

Рисунок А.1 — Схема графической обработки спектра ЭПР МПД ОЗЭ

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).

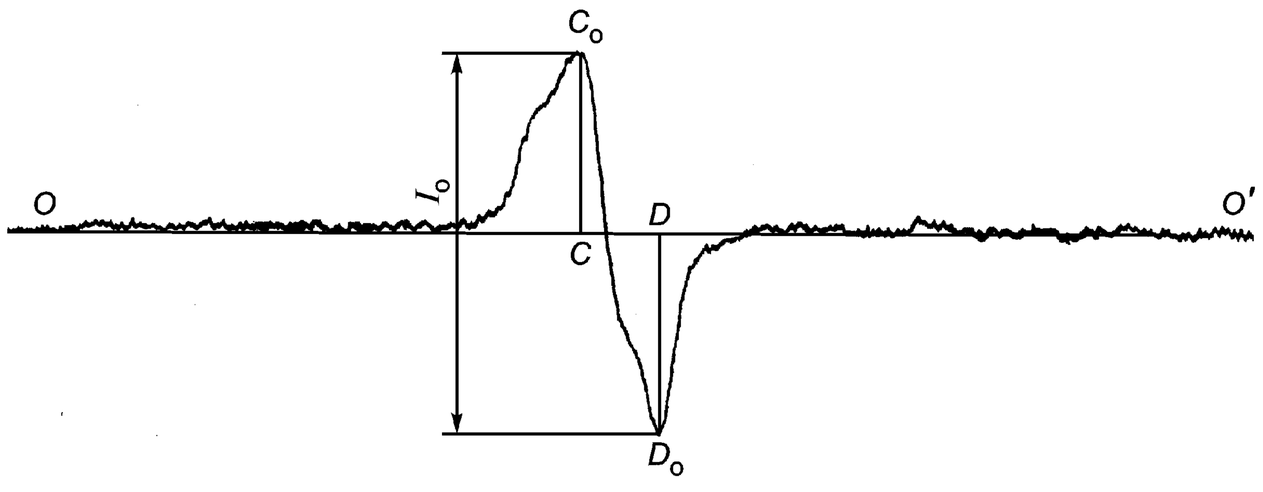

Рисунок А.2 — Схема графической обработки спектра ЭПР ОКТ

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 $I_{\text{м}}$, 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

[2] ТУ 64-1-1411—76 Шкафы сушильные электрические. Общие технические условия

[3] СанПиН 2.2.4.1191—2003 Электромагнитные поля в производственных условиях

УДК 637.52.04.07:006.354 ОКС 67.120.10 Н19 ОКП 92 0900

Ключевые слова: радиационно-обработанные продукты питания, костная ткань, электронный парамагнитный резонанс

ПРИМЕЧАНИЯ ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

1 Указанный в разделе 2 «Нормативные ссылки» к ГОСТ Р 52529—2006:

ГОСТ 19126—79 заменен на ГОСТ 19126—2007 Инструменты медицинские металлические. Общие технические условия.

2 В информационном указателе «Национальные стандарты» № 11—2007 опубликована поправка

к ГОСТ Р 52529—2006 Мясо и мясные продукты. Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных мяса и мясопродуктов, содержащих костную ткань

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2	ГОСТ 1770—98 ГОСТ 6709—90	ГОСТ 1770—74 ГОСТ 6709—72

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 29.05.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 84 экз. Зак. 809.

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.