

**МЕТОДИКА КОНТРОЛЯ РАДИАЦИОННО-ОБЛУЧЕННЫХ
ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ И КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА СЕМЯН**

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«СПЕКТР»**

УТВЕРЖДАЮ
Директор ООО «СПЕКТР»

_____ А.Н.

Тарарков " _____ " _____

_2016г.

**Методика выявления радиационно-обработанных
продуктов: содержащих целлюлозу, кристаллический
сахар, мясо и мясопродукты с использованием
системы неразрушающего контроля продуктов
питания**

МВИ.2016.17.07/1

ЕКАТЕРИНБУРГ

2016

РАЗРАБОТАНА: ООО «Спектр»

ИСПОЛНИТЕЛИ: Ивонин Ю., Тарарков А.Н., Вахнин Д.

АТТЕСТОВАНА:

Содержание

1.	НАЗНАЧЕНИЕ, ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ И НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ ..	4
2.	СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ	4
3.	МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ.....	5
4.	ТРЕБОВАНИЯ К БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА	5
5.	УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.....	5
6.	ОТБОР, ХРАНЕНИЕ И ПОДГОТОВКА ПРОБ.....	6
7.	ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ.....	8
8.	ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	9
9.	ЗАКЛЮЧЕНИЕ О НАЛИЧИИ РАДИАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	ОШИБКА! ЗАКЛАДКА НЕ ОПРЕДЕЛЕНА.

1. НАЗНАЧЕНИЕ, ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ И НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

Настоящий документ устанавливает неразрушающую методику обнаружения пищевых продуктов, содержащих целлюлозу, кристаллический сахар, мясо и мясопродукты которые были подвергнуты действию ионизирующего излучения, путем анализа спектра электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) с использованием системы для определения степени радиационного воздействия.

В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы:

- ГОСТ 53186-2008. Продукты пищевые. Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных продуктов, содержащих целлюлозу.
- ГОСТ 52829-2007. Продукты пищевые. Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных продуктов, содержащих кристаллический сахар
- ГОСТ 52529-2006. Мясо и мясные продукты. Метод электронного парамагнитного резонанса для выявления радиационно-обработанных мяса и мясопродуктов, содержащих костную ткань.
- 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 19126-2007. Инструменты медицинские металлические. Общие технические условия.
- ГОСТ 24104-2001. Весы лабораторные. Общие технические требования.
- ГОСТ 1750-86. Фрукты сушеные. Правила приемки, методы испытаний.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

- 2.1 Персональный компьютер с операционной системой Windows XP и выше.
- 2.2 Ампулы кварцевые, тонкостенные с наружным диаметром двух размеров: не более 1,5 мм и не менее 4 мм по ГОСТ 19908-90.
- 2.3 Скальпель медицинский по ГОСТ 21240-89.
- 2.4 Пинцет средний металлический по ГОСТ 19126-2007.
- 2.5 Весы лабораторные по ГОСТ 24104-2001 с пределом допускаемой

абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0,001$ г.

2.6 Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 2 ч, или сублимационная сушильная установка

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

Допускается применение другой аппаратуры и других материалов, технические и метрологические характеристики которых не ниже указанных.

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Измерения выполняют методом, в основе которого лежит измерение характеристик ЭПР спектра образца из-за появления парамагнитных центров (ПЦ) после воздействия ионизирующего излучения на сухие части пищевых продуктов. Интенсивность полученного сигнала возрастает с ростом концентрации ПЦ, а значит примененной дозы облучения.

4. ТРЕБОВАНИЯ К БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

При выполнении измерений с использованием системы на базе моноблока спектрометра ЭПР должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации данного прибора, а также правила по технике безопасности при работе в лаборатории и при работе с устройствами, находящимися под действием электрического тока.

К проведению измерений и к подготовке проб допускаются лаборанты (операторы) высшей и средней квалификации, прошедшие инструктаж по технике безопасности. Операторы должны быть ознакомлены с руководством по эксплуатации прибора и должны освоить данную методику.

5. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1. При выполнении измерений соблюдают условия, приведенные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование измеряемой величины	Наименование влияющей величины	Диапазон допускаемых значений
Поглощенная доза	Температура окружающего воздуха	от $+10^{\circ}\text{C}$ до $+35^{\circ}\text{C}$
	Температура измеряемого объекта	от $+5^{\circ}\text{C}$ до $+30^{\circ}\text{C}$
	Напряжение в сети	от 187 до 250 В
	Относительная влажность воздуха	45-80% при 35°C

5.2. Измерения проводят при отсутствии внешних электрических и магнитных полей, а также вибрации, влияющей на работу дозиметрической системы.

6. ОТБОР, ХРАНЕНИЕ И ПОДГОТОВКА ПРОБ

6.1. ОТБОР ПРОБ ПРОДУКТОВ, СОДЕРЖАЩИХ КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ САХАР

- 6.1.1. Отбор проб проводят по ГОСТ 1750-86. Из отобранной пробы с помощью скальпеля и пинцета отделяют фрагменты плодов размером приблизительно 1-2 мм с различных частей плодов и размещают на чашке Петри.
- 6.1.2. Перемешивают скальпелем полученные фрагменты сушеных фруктов и готовят с помощью весов образец массой от 50 до 100 мг.
- 6.1.3. Помещают приготовленный образец на дно кварцевой ампулы диаметром не менее 4 мм так, чтобы высота образца была не менее 15-20 мм.
- 6.1.4. 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 $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ при пониженном давлении либо в сублимационной сушилке.
- 6.1.5. Не допускается увеличивать температуру высушивания образцов, так как это может уменьшить амплитуду сигнала ЭПР.

6.2. ОТБОР ПРОБ ПРОДУКТОВ, СОДЕРЖАЩИХ ЦЕЛЛЮЛОЗУ

- 6.2.1. Отбор проб плодов, ягод и пряностей проводят по документу на продукт соответствующего вида.
- 6.2.2. 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 $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ при пониженном давлении либо в сублимационной сушилке. Для ореховой скорлупы сушка обычно не требуется.
- 6.2.3. Для пряностей следует использовать навеску приправы от 150 до 200 мг. Предварительная сушка пряностей обычно не требуется.
- 6.2.4. Образцы земляники следует исследовать сразу же после получения. В противном случае образцы хранят до обследования при температуре около 18°C . Для обследования методом ЭПР используют примерно 200 мг семян земляники (около 80 г ягод).
- 6.2.5. 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.

- 6.2.6. 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.
- 6.2.7. Помещают приготовленный образец на дно кварцевой ампулы диаметром не менее 4 мм так, чтобы высота образца была не менее 15-20 мм.

6.3. ОТБОР ПРОБ МЯСОПРОДУКТОВ, СОДЕРЖАЩИХ КОСТНУЮ ТКАНЬ

- 6.3.1. Отбор проб мясопродуктов, содержащих костную ткань и необходимых для приготовления образца костной ткани (ОКТ), проводят в соответствии с ГОСТ Р 51447.
- 6.3.2. ОКТ готовят из очищенных от мяса трубчатых костей. Кость очищают от мяса, выпиливают пилой среднюю часть кости длиной 3-10 см и полностью очищают медицинским скальпелем от остатков мяса, сухожилий, пленок, костного мозга и т.п.
- 6.3.3. Кость промывают дистиллированной водой до полного удаления остатков сухожилий, костного мозга, а затем протирают насухо фильтровальной бумагой.
- 6.3.4. 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.
- 6.3.5. Медицинскими кусачками кость раскалывают, чтобы сначала получить фрагменты размерами не более 10x10x5 мм, а затем, при дальнейшем расщеплении медицинскими кусачками, - фрагменты размерами не более 0,5x0,5x0,5 мм общей массой не менее 0,3-0,5 г.
- 6.3.6. 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.
- 6.3.7. ОКТ получают насыпанием костной ткани в кварцевую ампулу в таком количестве, чтобы высота насыпки была $(10,0 \pm 0,5)$ мм.

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- 7.1. Систему готовят к работе согласно требованиям, приведенным в Руководстве по эксплуатации.
- 7.2. Рекомендуются следующие характеристики:
 - мощность – не более 12 мВт
 - усиление – 20 дБ
 - ширина развертки – 3200-3350 Гс
 - шаг – 0,1 Гс

- амплитуда модуляции – не более 4 Гс

8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. При проведении измерений выполняют операции, приведенные в разделе «Выполнение измерений» указанных Руководств по эксплуатации:

8.2. Включить систему, предварительно подключив ее через USB к персональному компьютеру.

8.3. Запустить программу «Labrador-Dose» для проведения измерений и дождаться установки соединения.

8.4. Поместить пробирку с образцом в резонатор.

8.5. Произвести настройку прибора согласно руководству и рекомендуемым характеристикам, а именно:

- Установить мощность СВЧ на уровне -30дБм, установить усиление на уровне 13 дБ.
- Установить движковые регуляторы в крайне левое положение. Если производится подстройка уже настроенного резонатора, допускается не устанавливать движковые регуляторы в крайне левое положение.
- Нажать кнопку полуавтоматического поиска резонансной частоты вправо (кнопка с тремя горизонтальными стрелками). Дождаться остановки по обнаружению минимума уровня ПЧ. Допускается добиться минимума ПЧ грубым изменением (по 1мм) резонансной частоты измерительного резонатора.
- Нажать кнопку полуавтоматического поиска «Критическую» связи измерительного резонатора вправо. Дождаться остановки по обнаружению минимума уровня ПЧ. Допускается добиться минимума ПЧ грубым изменением (по 1мм) «Критической» связи измерительного резонатора.
- Поочередно нажимая кнопки полуавтоматического поиска резонансной частоты и «Критическую» связи влево и вправо. Добиться уровня ПЧ не выше 30дб. Допускается подстроить вручную небольшими изменениями (по 0,1 или 0,01мм) резонансную частоту и «Критическую» связь резонансной частоты измерительного резонатора и получить минимум уровня ПЧ (Развязки).
- Постепенно увеличивая уровень мощности до 4 дБм добиться уровня развязки 30-80дБ при уровне ПЧ не выше 30дб.
- Нажать кнопку «Настройка детектора».
- Нажать кнопку «Относительная АПЧ» и убедиться, что Частота СВЧ, ГГц при переключении в режим относительной подстройки частоты

осталась в диапазоне 9.190 – 9.210 МГц. На этом настройку резонатора можно считать законченной.

Если при переключении в режим относительной подстройки частоты произошел срыв, и частота оказалась за диапазоном допустимых значений, необходимо изменяя уровень мощности СВЧ и повторяя пункты 5-8 добиться устойчивого захвата частоты.

- Перейти во вкладку непрерывный режим.

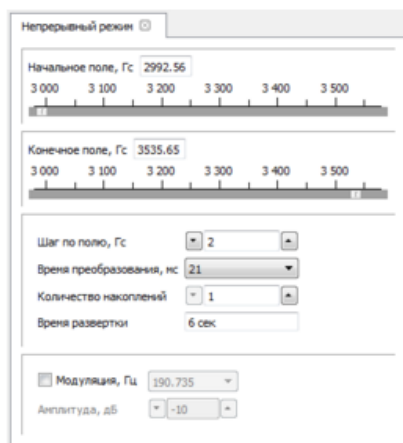


Рисунок 1. Панель непрерывного режима измерения.

- Установить следующие значения:
 - Начальное поле 3200 Гс;
 - Конечное поле 3350 Гс;
 - Шаг по полю 1 Гс;
 - Время преобразования 168 мс;
 - Количество накоплений 2;
- Включить режим модуляции.
- Нажать кнопку «Старт» и произвести запись спектра. С помощью кнопки подбор угла после измерения спектра подобрать угол, выделить график и с помощью правой кнопки мыши сохранить полученные данные.
- Повторить пункт «7» 2 раза.
- Выполнить те же действия для второго образца
- По виду спектра определить какой именно из образцов подвергался радиационной обработке.
- Для стерилизованного образца повторить повторное измерение с узким диапазоном поля и более высокими характеристиками (подобрать самостоятельно).

- Шаг по полю 1 Гс;
- Время преобразования 336 мс;
- Количество накоплений 2;
- Включить режим модуляции.
- Определить g- фактор, амплитуду и площадь спектра

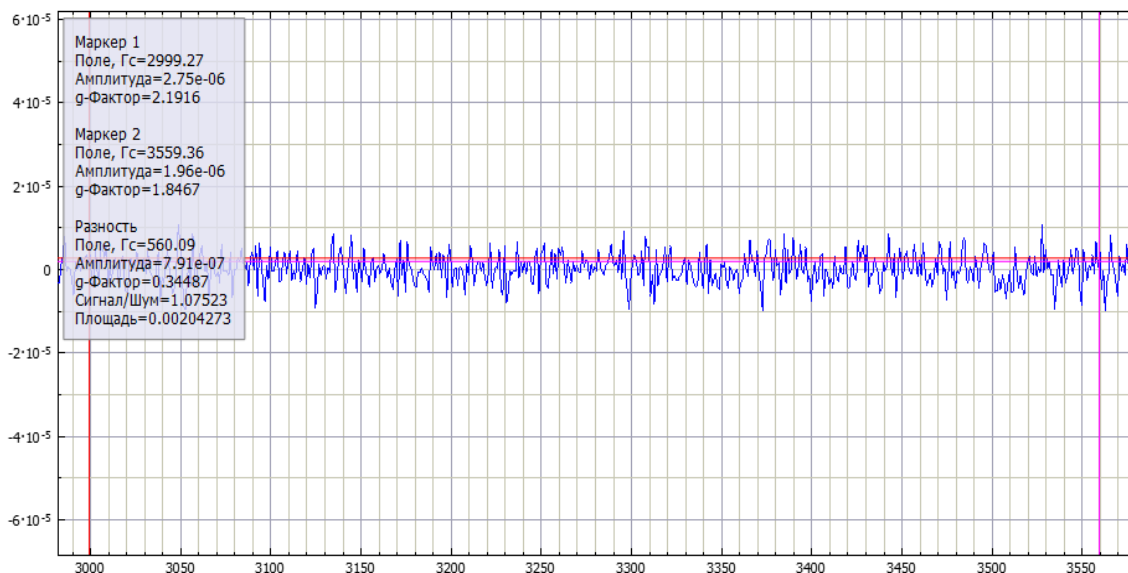


Рисунок 2 Спектр не облученного образца

8.6.Зарегистрировать спектр ЭПР три раза.

8.7.После окончания измерений кнопкой «Сохранение» необходимо сохранить результаты.

9. ЗАКЛЮЧЕНИЕ О НАЛИЧИИ РАДИАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ

9.1. Заключение о наличии радиационной обработки продуктов, содержащих кристаллический сахар

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



Рис. 1. Типичный спектр ЭПР необлученных сушеных манго

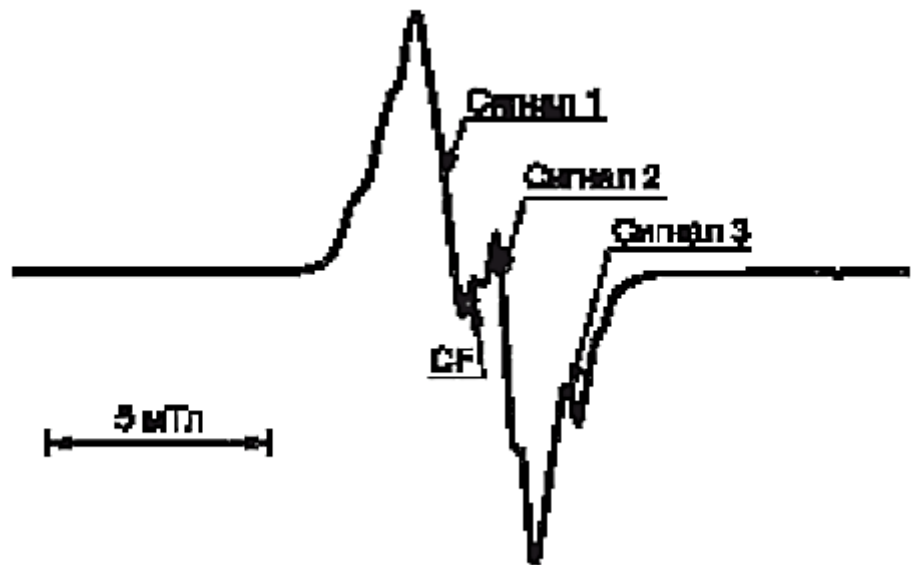


Рис. 2. Типичный спектр ЭПР облученных сушеных манго

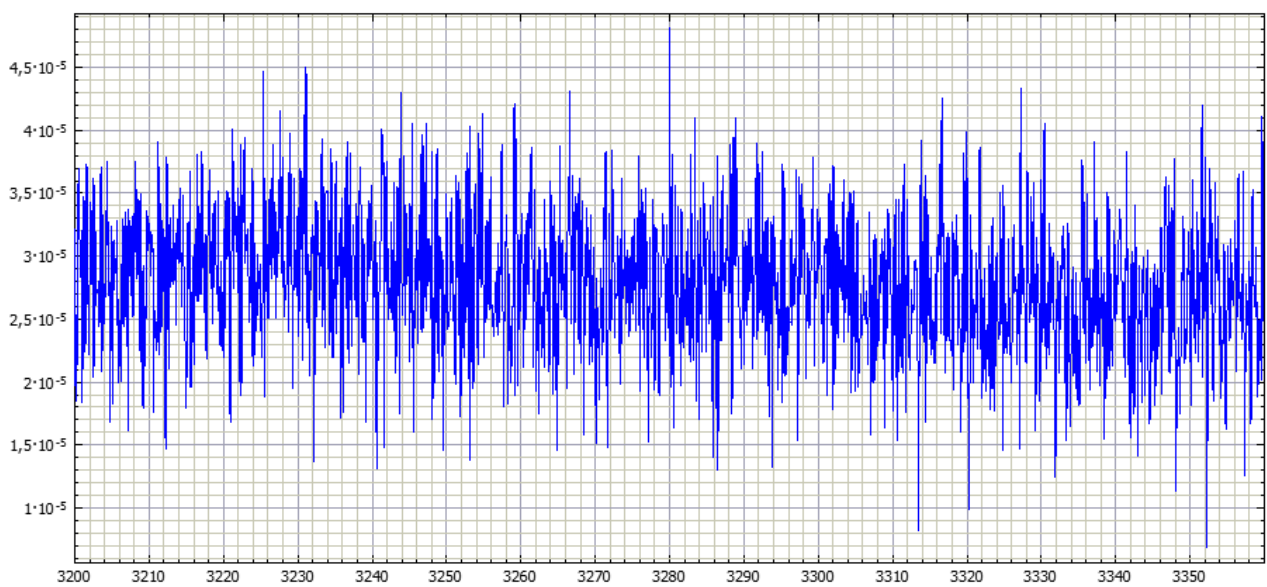


Рис. 3. Спектр ЭПР необлучённого изюма

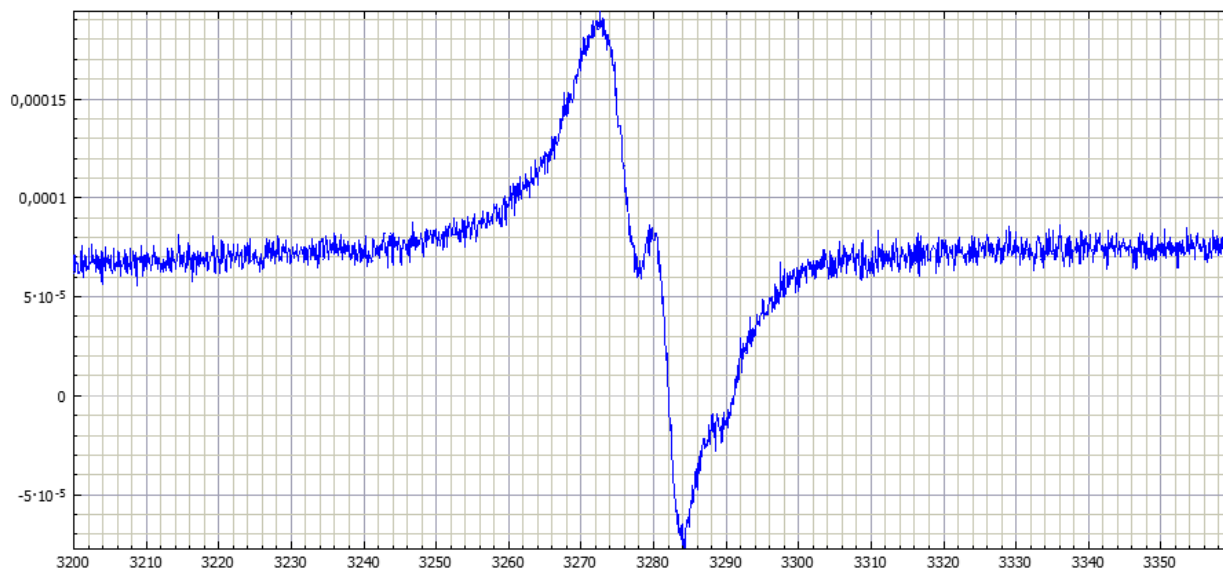


Рис. 4. Спектр ЭПР облучённого изюма

9.2. Заключение о наличии радиационной обработки продуктов, содержащих мясо и мясопродукты (костная ткань)

В том случае, если в исследуемом образце обнаруживаются спектры ЭПР, подобные спектрам, приведенным на рисунке 6, его идентифицируют как облученный, т.е. подвергнутый радиационной обработке.

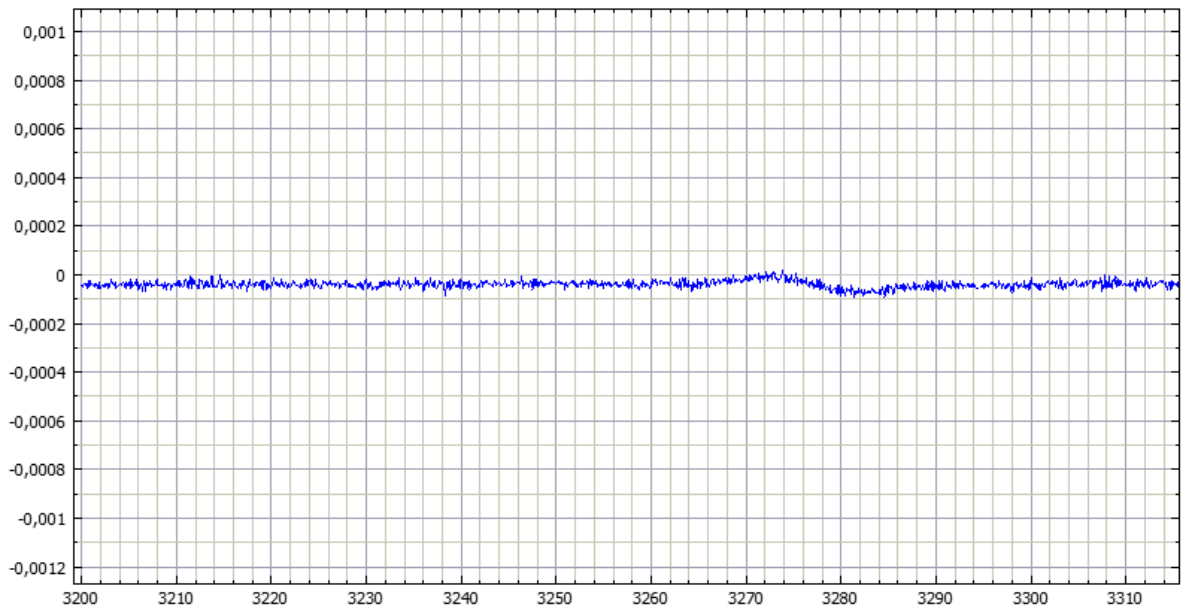


Рис. 5. Типичный спектр ЭПР необлученной куриной голени

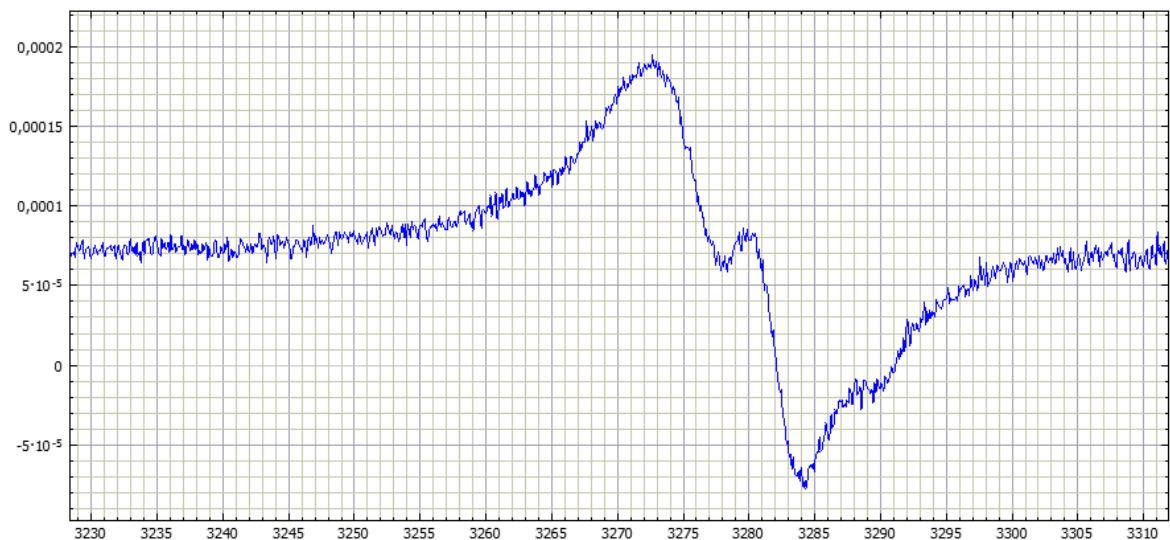


Рис. 6. Типичный спектр ЭПР облученной куриной голени

9.3. Заключение о наличии радиационной обработки продуктов, содержащих целлюлозу

В том случае, если в исследуемом образце обнаруживаются спектры ЭПР, подобные спектрам, приведенным на рисунке 8, его идентифицируют как облученный, т.е. подвергнутый радиационной обработке.

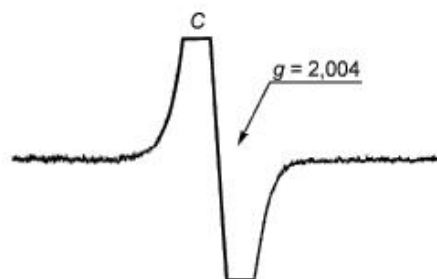


Рис. 7. Типичный спектр ЭПР необлученной скорлупы фисташки

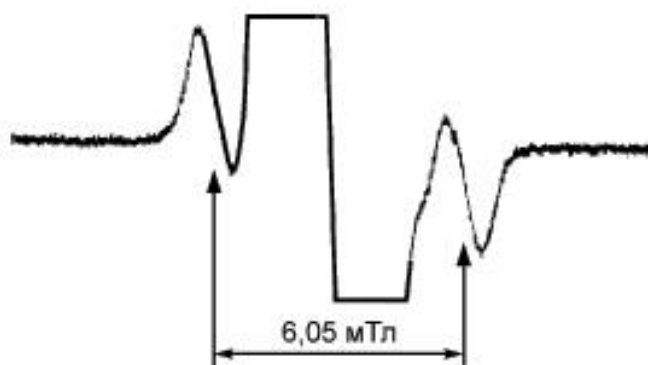


Рис. 8. Типичный спектр ЭПР облученной скорлупы фисташки

С помощью метода ЭПР спектроскопии возможно контролировать и иные типы продуктов по уровню их радиационной обработки.

Номенклатура разрешенных доз для каждого вида продуктов приведена в Таблице № 2

Таблица № 2 - Номенклатура разрешенных доз для каждого вида
продуктов

Наименование	Возможность использования	Стоимость	Доза
<i>Орехи</i>			
Фундук			До 10 кГр
Арахис			
Грецкие			
Фисташки			
Кедровые			
Кешью			
Миндаль			
<i>Мясо</i>			
Куриные голени		160р/кг	До 7 кГр
Индейка			
Утка			
Свинина на косточке			До 2 кГр
Говядина на косточке			
<i>Молочные продукты</i>			
Молоко		50р/1л	
Йогурт питьевой			
Йогурт густой		30р/15 0гр	
Сметана		40р/18 0гр	
Кефир		40р/1л	
Сухое молоко			
Творог		120р/5	

		00гр	
Специи			
Перец черный		120р/1 00гр	До 10 кГр
Перец красный		160р/1 00гр	
Горчица мол.		75р/12 5гр	
Барбарис		195р/1 00гр	
Куркума			
Зира мол.		95р/10 0гр	
Имбирь мол.		75р/10 0гр	
Карри		195р/1 00гр	
Кинза			
Кориандр мол.		63р/15 0гр	
Корица мол.		86р/10 0гр	
Лавровый лист			
Майоран			
Мускатный орех		375р/1 00гр	
Орегано		73р/10 0гр	
Базилик		55р/50	

		гр	
Пиво			
Светлое		100р/1 л	
Темное		100р/1 л	
Медовуха		100р/1 л	
Эль		100р/1 л	
Масло			
Подсолнечное масло			
Оливковое масло			
Фрукты			
Апельсин		85р	кГр До 2
Яблоко		95р	
Груша		140р	
Лимон		170р	
Слива			
Персик			
Авокадо			
Банан		90р	
Гранат		170р	
Грейпфрут		80р	
Киви		170р	
Манго			
Финик			

Лайм			
Хурма		200р	
<i>Овоци</i>			
Огурец		190р	До 1 кГр
Кабачок			
Томат		260р	
Баклажан			
Болгарский перец		330р	
Брокколи			
Пекинская капуста			
Зеленый горошек			До 0.2 кГр
Патиссон			
Артишок			
Тыква		60р	
Редис		85р	
Морковь		25р	
Картофель		13р	
<i>Вино</i>			
Белое сухое			
Белое полусл.			
Белое сладкое			
Красное сухое			
Красное полусл.			
Красное сладкое			
<i>Рыба и ракообразные</i>			
Анчоус			До 3 кГр
Горбуша			
Карп			

Карась			
Кета			
Лосось			
Минтай			
Окунь			
Палтус			
Осетр			
Сардина			
Сельдь			
Семга			
Скумбрия			
Форель			
Шпроты			
Сибас			
Краб			
Рак			
Лангуст			
Омар			
Креветки			До 5 кГр