

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2211—2012

含纤维素辐照食品鉴定 电子自旋共振法

**Determination of irradiated food containing cellulose—Electron
spin resonance spectroscopy
(EN 1787:2000, NEQ)**

2012-12-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准非等效采用欧盟标准 EN 1787:2000 Foodstuffs—Detection of irradiated food containing cellulose by ESR spectroscopy。

本标准由农业部农产品加工局提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农产品加工研究所、农业部辐照产品质量监督检验测试中心、中国计量科学研究院、江苏瑞迪生科技有限公司。

本标准主要起草人：哈益明、张彦立、王锋、周洪杰、李伟明、赵永富、范蓓、李庆鹏。

含纤维素辐照食品鉴定 电子自旋共振法

1 范围

本标准规定了辐照含纤维素类食品的鉴定方法。

本标准适用于含纤维素类干果、香料及水果类食品辐照与否的鉴定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

电子自旋共振(ESR) electron spin resonance

电子自旋磁矩在磁场中受相应频率的电磁波作用时,在它们的磁能级之间发生的共振跃迁现象。

3 原理

辐照能使含纤维素食品产生寿命自由基。通过电子自旋共振(ESR)波谱技术可检测出辐照后纤维素中的自由基,反映在 ESR 图谱上会出现相距 $6.05 \text{ mT} \pm 0.05 \text{ mT}$ 的典型不对称信号(分裂峰),由此作为食品辐照与否的判定依据。

4 仪器和设备

4.1 ESR 波谱仪:包括磁铁系统,微波系统,场调制和信号检测系统,矩形或圆柱形谐振腔。

4.2 ESR 样品管,内径为 4 mm 的石英管。

4.3 分析天平,感量 1 mg。

4.4 真空干燥箱或冷冻干燥机。

4.5 电动搅拌器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 干果类

用解剖刀从样品的壳或者核中取出质量 150 mg~200 mg、直径 3 mm~5 mm 的试样,待测。

5.1.2 香料

取 150 mg~200 mg 香料样品。待测样品应在冷冻干燥机或 40℃真空干燥箱中保存。

5.1.3 水果类

5.1.3.1 浆果类水果

从浆果果肉中初步分离出籽粒,用电动搅拌器将分离部分搅拌成糊状。加 500 mL 水到果浆里,再进行搅拌。最终使得籽粒下沉,倒出果浆和多余的水分。重复上面步骤 2 次以去除剩余的果浆。

取完整的籽粒平铺到吸附滤纸上,过滤掉吸附的水分。将籽粒放到冷冻干燥机中干燥或 40℃放到真空干燥箱里干燥 2 h。称取 150 mg~200 mg 的籽粒,待测。

注:浆果籽应保持完整,因为研磨会使信号强度淹没到信噪比中并引起 ESR 光谱形状的改变。

5.1.3.2 其他类水果

按 5.1.1 方法取出果仁或果核,干燥使其水分含量不大于 10%,待测。

5.2 波谱仪参数设置

ESR 信号峰—峰间宽度设置为 0.8 mT;

微波频率:9.78 GHz,功率 0.4 mW~0.8 mW;

磁场:中心磁场 348 mT,扫描宽度 20 mT;

信号通道:调制频率 50 kHz~100 kHz,调制幅度 0.4 mT~1 mT,扫描时间 0.1 s~0.2 s,扫场速率 5 mT/min~10 mT/min;

增益: 1.0×10^4 倍~ 1.0×10^6 倍。

6 ESR 图谱分析

在未辐照样品的 ESR 图谱中(见图 A.1 和图 A.3),仅出现中心信号 C;在辐照样品的 ESR 图谱中(见图 A.2 和图 A.4),中心信号 C 的强度增大,并且在信号 C 左右两侧出现分裂峰 C_1 和 C_2 ,两峰之间的距离为 $6.05 \text{ mT} \pm 0.05 \text{ mT}$ 。

7 结果判定

中心信号 C 左右两侧有距离为 $(6.05 \pm 0.05) \text{ mT}$ 的分裂峰出现,即可判定样品经过辐照处理;反之无法判定样品是否经过辐照处理。

附 录 A
(规范性附录)
未辐照与辐照样品的 ESR 波谱图

A. 1 未辐照开心果壳的 ESR 波谱见图 A. 1。

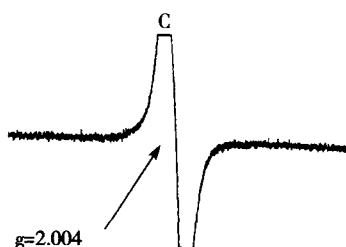


图 A. 1 未辐照开心果壳的 ESR 波谱

A. 2 经 4 kGy 辐照的开心果壳 ESR 波谱见图 A. 2。

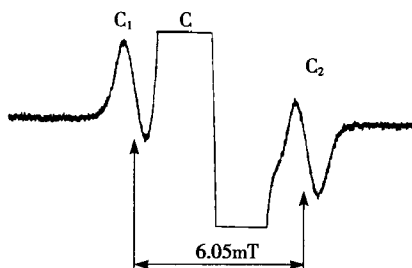


图 A. 2 经 4 kGy 辐照的开心果壳 ESR 波谱

A. 3 未辐照草莓籽的 ESR 波谱见图 A. 3。

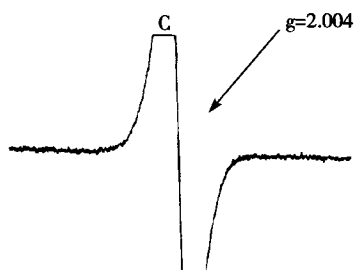


图 A. 3 未辐照草莓籽的 ESR 波谱

A.4 经 3.5 kGy 辐照的草莓籽的 ESR 波谱见图 A.4。

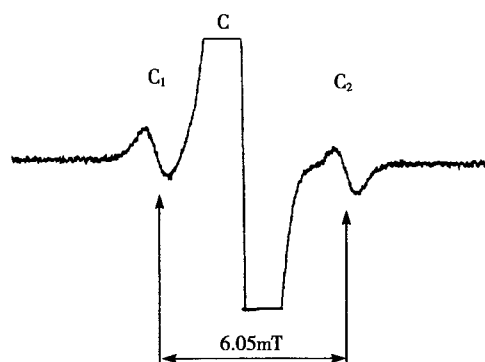


图 A.4 经 3.5 kGy 辐照的草莓籽的 ESR 波谱