

Lời nói đầu

TCVN 7746:2007 hoàn toàn tương đương với EN 13751:2002;

TCVN 7746:2007 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F5/SC1
Thực phẩm chiếu xạ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất
lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm – Phát hiện chiếu xạ bằng phương pháp đo cường độ phát quang do kích thích ánh sáng

Foodstuffs – Detection of irradiated food using photostimulated luminescence

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phát hiện chiếu xạ bằng cách đo cường độ phát quang do kích thích ánh sáng (PSL). Kỹ thuật mô tả dưới đây bao gồm bước đo cường độ PSL khởi đầu dùng cho mục đích sàng lọc và tiếp theo là dùng phương pháp hiệu chuẩn để xác định độ nhạy PSL nhằm hỗ trợ cho việc phân loại. Điều cần thiết là phải khẳng định những kết quả sàng lọc dương tính bằng cách sử dụng PSL hiệu chuẩn hoặc bằng các phương pháp chuẩn khác [ví dụ như từ TCVN 7408 (EN 1784) đến TCVN 7412 (EN 1788)] hoặc bằng phương pháp đã được thẩm định.

Phương pháp này đã được thử nghiệm liên phòng thử nghiệm thành công trên động vật có vỏ, thảo mộc và các loại gia vị [1]. Từ các kết quả nghiên cứu khác nhau có thể kết luận rằng phương pháp này có thể áp dụng cho rất nhiều loại thực phẩm [2], [3], [4].

2 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

2.1 Phát quang do kích thích ánh sáng [photostimulated luminescence (PSL)]

Hiện tượng đặc biệt của bức xạ sinh ra từ năng lượng dự trữ trong các vật mang điện tích bị bẫy. Sự giải phóng năng lượng dự trữ này bằng cách kích thích ánh sáng sinh ra các tín hiệu phát quang có thể phát hiện được.

2.2 Cường độ PSL (PSL intensity)

Lượng ánh sáng phát hiện được trong quá trình kích thích quang học, đo bằng tốc độ đếm hạt photon.

2.3 PSL sàng lọc hoặc PSL khởi đầu (screening PSL or initial PSL)

Cường độ PSL đo được từ mẫu ban đầu như khi mẫu nhận được hoặc sau khi đã chuẩn bị.

2.4 PSL hiệu chuẩn (calibrated PSL)

Cường độ PSL đo được từ mẫu thử nghiệm đã qua xử lý chiếu xạ với liều biết trước, sau khi đo PSL khởi đầu của mẫu.

2.5

Ngưỡng đo (thresholds)

Giá trị cường độ PSL dùng để phân loại. Khi ở chế độ sàng lọc, dùng hai ngưỡng là ngưỡng dưới (T_1) và ngưỡng trên (T_2) để phân loại mẫu.

2.6

Kết quả PSL âm tính (negative PSL result)

Cường độ PSL nhỏ hơn ngưỡng dưới (nhỏ hơn T_1)

2.7

Kết quả PSL trung gian (intermediate PSL result)

Cường độ PSL nằm giữa ngưỡng trên và ngưỡng dưới (lớn hơn hoặc bằng T_1 , nhỏ hơn hoặc bằng T_2).

2.8

Kết quả PSL dương tính (positive PSL result)

Cường độ PSL lớn hơn ngưỡng trên (lớn hơn T_2)

2.9

Đếm trong tối (dark count)

Tốc độ đếm photon trong bộ nhân quang với một buồng trống không có kích thích ánh sáng.

2.10

Đếm ngoài sáng (light count)

Tốc độ đếm photon với một nguồn sáng chuẩn (ví dụ: chất nhấp nháy chứa ^{14}C , hoặc tương đương) trong buồng mẫu.

2.11

Vận hành buồng mẫu trống (empty chamber run)

Cường độ PSL đo được từ buồng mẫu trống để đảm bảo buồng mẫu không bị nhiễm bẩn.

3 Nguyên tắc

3.1 Yêu cầu chung

Các mảnh khoáng, điển hình là silicat hoặc các chất vô cơ sinh học như canxit có nguồn gốc từ vỏ của động vật có vỏ hoặc hydroxyapatit từ xương hoặc răng tìm thấy trong phần lớn các loại thực phẩm. Khi

được chiếu xạ bằng ion hoá, những hạt này dự trữ năng lượng trong các hạt tích điện bị bẫy trong bộ khung, kẽ hở hoặc vị trí lẫn tạp. Đo quang phổ kích thích cho thấy sự kích thích ánh sáng đối với chất khoáng sẽ giải phóng các chất tích điện [5], [6], [7]. Mẫu thảo mộc, gia vị và các loại thực phẩm khác cũng sẽ cho phổ giống nhau khi sử dụng hiệu ứng kích thích ánh sáng [2], [8], [9]. Việc đo PSL không cần phá huỷ mẫu, vì vậy một mẫu hoặc một hỗn hợp chất hữu cơ và vô cơ có thể được sử dụng để đo lặp lại. Tuy nhiên, tín hiệu PSL sẽ bị giảm nếu lặp lại việc đo trên cùng một mẫu.

Phương pháp này gồm hai bước, bước khởi đầu PSL sàng lọc để thiết lập tình trạng mẫu (xem 2.3) và bước thứ hai tùy chọn đo sau khi đã xử lý chiếu xạ với liều hiệu chuẩn để xác định độ nhạy PSL của mẫu (xem 2.4).

3.2 PSL sàng lọc

Để sàng lọc (xem 2.3), thì các mức tín hiệu được so sánh với hai ngưỡng (xem 2.5). Phần lớn các mẫu đã chiếu xạ cho tín hiệu lớn hơn ngưỡng trên. Tín hiệu nhỏ hơn ngưỡng dưới được coi là mẫu chưa qua chiếu xạ. Mức tín hiệu nằm trong khoảng hai ngưỡng, tín hiệu trung gian, cho biết mẫu đó cần được kiểm tra thêm. Việc sử dụng các ngưỡng này đã cung cấp phương pháp sàng lọc hiệu quả cũng có thể được kiểm tra lại bằng hiệu chuẩn, bằng phân tích nhiệt phát quang như mô tả trong TCVN 7412 (EN 1788) hoặc bằng phương pháp đã được thẩm định khác, ví dụ [3], [4], [8].

3.3 PSL hiệu chuẩn

Để hiệu chuẩn, mẫu được xử lý chiếu xạ với liều xạ xác định sau khi đã đo PSL khởi đầu, và sau khi xử lý sẽ phải tiến hành đo lại giá trị PSL. Mẫu đã chiếu xạ cho thấy chỉ một lượng nhỏ gia tăng ở giá trị PSL sau khi được xử lý chiếu xạ, trong khi mẫu chưa qua chiếu xạ cho thấy sự gia tăng đáng kể của giá trị PSL sau khi xử lý.

4 Thuốc thử

4.1 Mỡ silicon dạng sol khí, ví dụ loại Electrolube SC0200H¹⁾

4.2 Nước, đã loại ion.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Hệ thống PSL, ví dụ hệ thống sàng lọc thực phẩm chiếu xạ SURRC PPSL¹⁾ [10], [11], [12], [13] gồm có buồng chứa mẫu, nguồn kích thích, hệ thống đồng bộ kích thích dạng xung và đếm hạt photon. Để cài đặt thiết bị, xem 7.4.

¹⁾ Electrolube SC0200H, Scottish Universities Research và Reactor Center Pulsed Photostimulated Luminescence (SURRC PPSL) là ví dụ về sản phẩm bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và CEN không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho các kết quả tương đương.

CHÚ THÍCH Hệ thống SURRC PPSL được sử dụng để thử liên phòng thử nghiệm.

5.2 Đĩa petri dùng một lần

CHÚ THÍCH Đĩa petri đường kính 5 cm được sử dụng để thử liên phòng thử nghiệm.

5.3 Nguồn bức xạ, có khả năng chiếu xạ mẫu với liều chiếu xác định trước khi đo PSL hiệu chuẩn.

Trong phép thử liên phòng thử nghiệm trên các loài động vật có vỏ, thảo mộc, gia vị và hỗn hợp của chúng [1], nguồn bức xạ ^{60}Co được sử dụng với liều chiếu xạ đã định là 1 kGy.

Nguồn bức xạ khác có thể được sử dụng với điều kiện là thoả mãn yêu cầu.

CHÚ THÍCH Liều chiếu xạ đã định khác cũng có thể phù hợp.

5.4 Nguồn ^{14}C (tùy chọn).

5.5 Tủ hút thông gió (tùy chọn).

5.6 Bộ lọc khí (tùy chọn).

6 Kỹ thuật lấy mẫu

Nếu có thể, mẫu được lấy ở vị trí không có ánh sáng trong chuyến hàng thực phẩm, vì cường độ PSL bị giảm khi tiếp xúc với ánh sáng.

Trước khi phân tích, phải bảo quản mẫu tránh ánh sáng. Bảo quản mẫu ở nơi tối.

7 Cách tiến hành

7.1 Yêu cầu chung

Tiến hành lấy mẫu và xử lý mẫu dưới ánh sáng dịu, nếu có thể. Các mẫu được cho vào đĩa Petri dùng một lần và đưa vào hệ thống.

Các mẫu phải được xử lý cẩn thận để tránh bị nhiễm bẩn lẫn nhau trong khi cho vào đĩa petri. Các mẫu nên được cho vào một cách riêng rẽ, tiến hành trong tủ hút (5.5) và có các miếng giấy lọc sạch đặt dưới mỗi mẫu. Đậy nắp đĩa petri để tránh nhiễm bẩn.

7.2 Chuẩn bị mẫu thảo mộc và gia vị

Mẫu được cho vào các đĩa petri sạch, nhắc lại hai lần. Nếu những mẫu thử nghiệm này làm cho việc phân loại chưa chắc chắn thì phải tiến hành thêm bốn lần nhắc lại và việc phân loại sẽ được dựa trên

hai kết quả cao nhất. Một số mẫu có thể ít nhất cần được xử lý sơ bộ khi tiến hành kiểm tra, ví dụ: quả vani phải được cắt nhỏ để cho vừa vào đĩa petri và lớp giấy bao phải được tháo bỏ ra.

Có thể cho một lớp mẫu mỏng hoặc dày vào đĩa Petri, phun phủ đĩa bằng mỡ silicon trước để cố định mẫu. Lớp mẫu dày sẽ ít bị ảnh hưởng bởi sự tẩy trắng; lớp khoáng phía dưới có thể được làm đều bằng cách khuấy nhẹ.

CHÚ THÍCH Các mẫu lớp mỏng cũng có thể cho lên đĩa kim loại tròn hoặc một vật chứa nông hơn phù hợp cho việc chiếu xạ với ^{90}Sr hoặc với các nguồn khác. Nếu sử dụng nguồn chiếu xạ gamma để hiệu chuẩn thì cả hai cách cho mẫu dày và mỏng đều phù hợp.

7.3 Chuẩn bị mẫu động vật có vỏ

7.3.1 Yêu cầu chung

Việc phân tích PSL có thể được thực hiện trên các mẫu nguyên con bao gồm vỏ, mẫu thịt, mẫu ruột hoặc các chất khoáng được chiết tách bằng nước (4.2).

Nếu đã chuẩn bị đủ lượng mẫu, thì nên chia mẫu ít nhất thành sáu phần, nghĩa là sáu đĩa petri.

7.3.2 Mẫu nguyên con

Có thể cho mẫu nguyên con bao gồm cả vỏ vào đĩa petri. Trong một số trường hợp, có thể cần cắt nhỏ mẫu động vật có vỏ để cho vừa vào đĩa. Nếu nhìn thấy phần ruột thì nên đặt phần đó ngửa lên trên.

7.3.3 Mẫu động vật nguyên con đã bỏ vỏ

Có thể cho toàn bộ mẫu động vật nguyên con đã bỏ vỏ vào đĩa petri, phần ruột hướng lên trên, chia thành nhiều phần riêng rẽ để cho vừa đĩa petri.

7.3.4 Mẫu ruột động vật có vỏ

Có thể nhìn thấy mẫu ruột động vật có vỏ như một ống nhỏ màu đen ở phía lưng của tôm hoặc ở bên trong của trai, sò, hến. Dùng dao mổ tách phần thịt ra và lấy phần ruột bên trong. Lặp lại kỹ thuật này vài lần cho đến khi lấy đủ lượng mẫu (khuyến cáo: 6 ruột cho một đĩa petri).

7.4 Cài đặt thiết bị

Ví dụ: trong phần này mô tả cách cài đặt hệ thống SURRC PPSL.

Hệ thống này được kết nối với máy tính để cài đặt các thông số đo riêng biệt (chu kỳ, ngưỡng và điều kiện ghi dữ liệu) để ghi lại lượng hạt photon đếm được.

CHÚ THÍCH 1 Hệ thống có thể vận hành một mình thông qua điều khiển các nút một cách đơn giản dùng cho những phép đo sơ bộ. Tuy nhiên, những qui trình đã được thẩm định nêu trong tiêu chuẩn này chỉ để đo định lượng thực hiện kết hợp với máy tính.

Qui trình cài đặt thiết bị bao gồm kiểm tra đếm trong tối (2.9), đếm ngoài sáng (2.10), thiết lập các thông số đo, kiểm tra vật liệu chuẩn đã chiếu xạ và chưa chiếu xạ.

Đối với phép thử liên phòng thử nghiệm trên thảo mộc và gia vị [1], ngưỡng cài đặt $T_1 = 700$ lần đếm/60 s và $T_2 = 5\ 000$ lần đếm/60 s cho thấy thoả mãn. Những ngưỡng này được cài đặt tương ứng với việc sử dụng đĩa petri đường kính 5 cm. Đối với phép thử liên phòng thử nghiệm thực hiện trên động vật có vỏ, ngưỡng cài đặt $T_1 = 1\ 000$ lần đếm/60 s và $T_2 = 4\ 000$ lần đếm/60 s cho thấy thoả mãn.

CHÚ THÍCH 2 Mức ngưỡng dựa trên kết quả thử liên phòng thử nghiệm và các kinh nghiệm khác. Chúng có thể được chỉnh tuỳ theo độ nhạy PSL của mẫu, độ nhạy của thiết bị và bề mặt của mẫu (cỡ đĩa petri). Trên thực tế thì các mẫu như hạt tiêu, hạt nhục đậu khấu và cây đinh hương là kém nhạy hơn với PSL.

7.5 Phép đo sàng lọc

Chạy mẫu thử nghiệm và ghi lại kết quả trên thời gian đo quy định. Các kết quả phải được phân loại theo ngưỡng đã cài đặt trước từ 2.6 đến 2.8.

7.6 Phép đo hiệu chuẩn

Sau khi sàng lọc, mẫu phải được đặt bằng nắp đĩa Petri, hoặc các tấm kim loại tròn, hoặc các vật chứa nông, một số các dụng cụ phù hợp khác để tránh hao hụt hoặc nhiễm bẩn. Trong quá trình xử lý, không được lắc mẫu. Sau đó đem xử lý chiếu xạ mẫu với liều xác định (ví dụ 1 kGy hoặc một lượng gần tương đương). Nếu có thể, sau khi chiếu xạ, tất cả các thao tác xử lý tiếp theo phải được tiến hành dưới ánh sáng dịu. Sau khi bảo quản qua đêm ở nhiệt độ phòng (Nên bảo quản đông lạnh với mẫu động vật có vỏ và mẫu dễ bị hỏng khác), thực hiện phép đo hiệu chuẩn theo 7.4 và 7.5.

8 Đánh giá kết quả

8.1 Kết quả âm tính

8.1.1 PSL sàng lọc

Kết quả âm tính (các số đếm nhỏ hơn T_1) có thể coi như mẫu chưa chiếu xạ. Đối với những mẫu đã chiếu xạ có độ nhạy PSL không đủ thì có thể cũng cho các kết quả âm tính.

8.1.2 PSL hiệu chuẩn

Kết quả hiệu chuẩn âm tính (các kết quả hiệu chuẩn nhỏ hơn T_1) phản ánh độ nhạy PSL không đủ. Điều này ít xảy ra đối với mẫu thảo mộc, gia vị và kết quả hiệu chuẩn âm tính luôn liên quan kết quả sàng lọc

âm tính. Các kết quả âm tính sau khi hiệu chuẩn có thể thường xảy ra hơn đối với mẫu động vật có vỏ. Một số mẫu cho tín hiệu âm tính sau khi hiệu chuẩn có thể không phân loại được. Trong trường hợp này, nên áp dụng các phân tích nhiệt phát quang (TL) được mô tả trong TCVN 7412 (EN 1788) hoặc các phương pháp chuẩn khác được mô tả trong TCVN 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786) hoặc TCVN 7411 (EN 1787) hoặc bằng phương pháp đã được thẩm định khác.

Kết quả hiệu chuẩn âm tính liên quan đến các kết quả sàng lọc không âm phản ánh về phép phân tích bị lỗi và các phép đo cần được thực hiện lại trên phần mẫu mới.

8.2 Kết quả trung gian

8.2.1 PSL sàng lọc

Kết quả sàng lọc trung gian (lớn hơn hoặc bằng T_1 và nhỏ hơn hoặc bằng T_2) không cho phép xác định trực tiếp tình trạng chiếu xạ của mẫu; kết quả có thể phản ánh dấu hiệu có xử lý chiếu xạ, tín hiệu địa chấn tồn dư, hoặc có hỗn hợp pha với vật liệu đã chiếu xạ. Áp dụng các phép phân tích được mô tả trong TCVN 7412 (EN 1788) hoặc phương pháp chuẩn khác được mô tả trong TCVN 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786) hoặc TCVN 7411 (EN 1787) hoặc phương pháp đã được thẩm định khác đối với tất cả các mẫu cho tín hiệu sàng lọc trung gian.

8.2.2 PSL hiệu chuẩn

Kết quả hiệu chuẩn trung gian có thể phản ánh đã xử lý chiếu xạ nếu kết quả sàng lọc cũng ở mức trung gian. Kết quả sàng lọc âm tính và kết quả hiệu chuẩn trung gian phản ánh mẫu chưa chiếu xạ có độ nhạy thấp. Trong trường hợp này nên sử dụng các phép phân tích được mô tả trong TCVN 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786) hoặc TCVN 7411 (EN 1787) hoặc phương pháp đã được thẩm định khác.

Kết quả sàng lọc dương tính cao (lớn hơn T_2 nhiều) kết hợp với kết quả hiệu chuẩn trung gian phản ánh phép phân tích bị lỗi. Tuy nhiên, với những mẫu cho kết quả sàng lọc dương tính gần với T_2 thì kết quả hiệu chuẩn trung gian có thể phản ánh mẫu đó đã được chiếu xạ ở liều cao hơn hiển thị ở thang hiệu chuẩn. Phép đo phải được lặp lại có đánh giá mẫu bằng phép phân tích TL hoặc bằng phương pháp đã được chuẩn hoá khác hoặc bằng phương pháp đã được thẩm định khác, nếu cần.

8.3 Kết quả dương tính

8.3.1 PSL sàng lọc

Kết quả sàng lọc dương tính (lớn hơn T_2) phản ánh rõ mẫu đã chiếu xạ. Đối với những mẫu chưa chiếu xạ nhưng có độ nhạy PSL cao (có tín hiệu tồn dư địa chất cao) thì đôi khi cũng có thể cho kết quả dương tính.

8.3.2 PSL hiệu chuẩn

Kết quả hiệu chuẩn dương tính (lớn hơn T_2) ở cùng một mức với kết quả sàng lọc phản ánh được mẫu đã chiếu xạ.

Các trường hợp có kết quả PSL sàng lọc và PSL hiệu chuẩn từ dãy mẫu thử nghiệm gần với ngưỡng T_2 thì phải được phân tích bằng phương pháp nhiệt phát quang được mô tả trong TCVN 7412 (EN 1788) hoặc phương pháp chuẩn khác được mô tả trong TCVN 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786) hoặc TCVN 7411 (EN 1787) hoặc các phương pháp đã được thẩm định khác.

Mẫu tinh khiết cho kết quả PSL hiệu chuẩn dương tính cao hơn rất nhiều kết quả sàng lọc PSL âm tính hoặc trung gian là mẫu chưa chiếu xạ.

Trong những trường hợp tín hiệu PSL hiệu chuẩn lớn hơn hai bậc hoặc rất nhiều tín hiệu PSL sàng lọc, thì mẫu có thể chứa những hỗn hợp pha trộn đã chiếu xạ. Các phép phân tích nhiệt phát quang của các kết quả này có thể rất hữu ích.

Trong trường hợp tín hiệu PSL hiệu chuẩn nhỏ hơn tín hiệu PSL sàng lọc (1 đến 2 bậc) thì có thể đã bị lỗi trong phép phân tích và phải thực hiện lại phép phân tích.

9 Hạn chế

Về nguyên tắc, phương pháp PSL có thể được áp dụng để phát hiện chiếu xạ đối với bất kỳ một loại thực phẩm nào có chứa khoáng. Độ nhạy PSL của mẫu phụ thuộc vào hàm lượng và loại khoáng có trong mỗi mẫu. Tín hiệu thấp nằm dưới ngưỡng (T_1) thường liên quan đến vật liệu chưa chiếu xạ, nhưng tín hiệu này thấp cũng có thể là do phát sinh từ nguồn vật liệu đã chiếu xạ nhưng có độ nhạy PSL thấp. Việc hiệu chuẩn có thể giúp phân biệt các trường hợp này. Mẫu có độ nhạy thấp (tín hiệu âm tính hoặc tín hiệu trung gian sau khi đã hiệu chuẩn) phải được kiểm tra thêm bằng phân tích nhiệt phát quang hoặc bằng phương pháp đã được chuẩn hoá hoặc phương pháp nào đã được thẩm định khác.

Nói chung, phép đo PSL hiệu chuẩn nên tiến hành trên động vật có vỏ có hàm lượng khoáng thấp hoặc những mẫu gia vị sạch (hạt nhục đậu khấu, hạt tiêu đen, tiêu trắng...) để tránh kết quả âm tính giả.

Kết quả tối ưu thu được đối với những mẫu chưa pha trộn. Thực phẩm hỗn hợp, ví dụ bột cari, có thể chứa thành phần có các độ nhạy PSL khác nhau, trong trường hợp này PSL hiệu chuẩn có thể cung cấp những kết quả không rõ ràng.

Sự có mặt của muối ở trong sản phẩm có thể hạn chế cường độ PSL tới mức mà nó sẽ che đi tín hiệu của những thành phần đã chiếu xạ có trong mẫu. Làm khô sản phẩm, rồi tiến hành lại phép đo có thể vừa nhận dạng vừa cải thiện được tình trạng này.

Đối với động vật có vỏ phương pháp này đã được thử nghiệm và so sánh kết quả được tổ chức bởi SURRC đại diện cho Bộ Nông Nghiệp, Thủy sản và Thực Phẩm (MAFF) Anh với 5 phòng thử nghiệm tham gia, mỗi phòng kiểm tra 10 mẫu chiếu xạ và 5 mẫu chưa biết đã chiếu xạ hay chưa từ 5 loài động vật sống ở vùng nước ấm và nước lạnh. 10 mẫu đã chiếu xạ bao gồm năm loài động vật, mỗi loài được chiếu xạ hai liều (0,5 kGy và 2,5 kGy). Các phòng thử nghiệm tham gia được yêu cầu tiến hành kiểm tra 6 lần lặp lại của mẫu nguyên con và 6 lần lặp lại trên mẫu của ruột các loài động vật đã chiếu xạ đó trong 60 s, trong mỗi trường hợp lấy hai kết quả cao nhất đem đi sàng lọc sử dụng ngưỡng $T_1 = 1\ 000$ số đếm/60 s và $T_2 = 4\ 000$ số đếm/60 s. Theo cách này thì đã có 75 mẫu được phân loại đúng (xem Bảng 1). Phép đo PSL hiệu chuẩn được thực hiện tiếp theo đó bỏ qua những mẫu có độ nhạy thấp. Các kết quả đồng nhất đã nhận được từ cả 2 phép đo sàng lọc và hiệu chuẩn.

Bảng 1 – Kết quả sàng lọc PSL từ phép thử liên phòng thử nghiệm trên động vật có vỏ

	Đã chiếu xạ		Chưa chiếu xạ	
	Nhận dạng đúng	Âm tính giả	Nhận dạng đúng	Dương tính giả
Động vật có vỏ ^{a)}	100 (100%)	0 (0%)	50 (100%)	0 (0%)

^{a)} Kết quả này tương ứng với 75 mẫu chưa biết trước, phân tích độc lập trên cả mẫu nguyên con và mẫu ruột. Theo thỏa thuận đối với mọi trường hợp sẽ có hai kết quả được ghi nhận trên mỗi mẫu.

Trong một phép thử liên phòng thử nghiệm khác được tổ chức bởi SURRC đại diện cho MAFF [1], 8 phòng thử nghiệm tham gia thử nghiệm trên 40 loại thảo mộc và gia vị và 4 mẫu pha trộn chưa biết trước là chưa chiếu xạ hay đã chiếu xạ với liều tối đa 10 kGy. Ngưỡng $T_1 = 700$ số đếm/60 s và $T_2 = 5000$ số đếm/60 s được sử dụng trong lần thử nghiệm này.

662 phép đo sàng lọc đã được ghi nhận từ các mẫu (345 mẫu đã chiếu xạ và 317 mẫu chưa chiếu xạ) đưa đến 577 lần phân loại dựa vào số lần đọc âm tính và dương tính của thiết bị đo. Tình trạng chiếu xạ của 569 mẫu đã được nhận dạng đúng (98,6 % kết quả dương tính hoặc âm tính). Tám mẫu (1,4 % cả dương tính giả và âm tính giả) được nhận dạng không đúng do lỗi vận hành. Trong số 662 mẫu kiểm tra sàng lọc có 85 mẫu (12,8 %) cho tín hiệu trung gian (24 trong số 345 mẫu đã chiếu xạ và 61 trong số 317 mẫu chưa chiếu xạ). Những mẫu này cần được tiến hành kiểm tra thêm (xem Bảng 2).

Phép đo hiệu chuẩn được tiến hành trên 400 mẫu (201 mẫu đã chiếu xạ và 199 mẫu chưa chiếu xạ) trong đó có 345 mẫu đã được phân loại đúng. Trong 400 mẫu, có 55 lần xác định (13,8 %) cho kết quả sàng lọc trung gian. Sau khi hiệu chuẩn, 33 kết quả dương tính đã được ghi nhận, khẳng định độ nhạy với chiếu xạ. Điều này cho phép phân loại những mẫu này là chưa chiếu xạ. Còn lại 22 mẫu (5,5 % trong số 400 mẫu

kiểm tra) cho phản ứng âm tính hoặc trung gian với chiếu xạ, những mẫu này cần kiểm tra thêm bằng một số phương pháp đã được chuẩn hoá hoặc thẩm định khác như TCVN 7412 (ISO 1788).

Nghiên cứu này cũng được thực hiện trên bốn mẫu pha trộn gia vị chiếu xạ ở các nồng độ 1 %, 5 % và 10 % với gia vị chưa chiếu xạ có cùng độ nhạy. Trong nghiên cứu này, tất cả các mẫu pha trộn đều được nhận dạng đúng là có chứa các vật liệu đã chiếu xạ; tuy nhiên, khó khăn chung gặp phải khi nhận dạng các mẫu có chứa vật chất đã chiếu xạ là sự ảnh hưởng của hỗn hợp vật chất có độ nhạy khác nhau có thể hạn chế đến khả năng phát hiện.

Bảng 2 – Kết quả sàng lọc PSL từ phép thử liên phòng thử nghiệm trên mẫu thảo mộc, gia vị

	Đã chiếu xạ		Chưa chiếu xạ	
	Nhận dạng đúng	Âm tính giả	Nhận dạng đúng	Dương tính giả
Thảo mộc, gia vị, hỗn hợp ^a	320 (93 %) ^b	1 (0,3 %) ^b	249 (78,5 %) ^b	7 (2,2 %) ^b
^a Tổng số 672 mẫu đã được phân phối đến tám phòng thử nghiệm. Kết quả sàng lọc PSL được ghi nhận từ 662 mẫu thảo mộc và gia vị và hỗn hợp.				
^b Kết quả này tương ứng với 577 (nghĩa là 662 trừ 85) kết quả sàng lọc PSL dương tính (đã qua chiếu xạ) ban đầu và âm tính (chưa qua chiếu xạ). Nó không bao gồm các kết quả sàng lọc trung gian.				

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau đây:

- thông tin cần thiết để nhận dạng mẫu;
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- ngày lấy mẫu và qui trình lấy mẫu (nếu biết);
- ngày nhận mẫu;
- ngày thử nghiệm;
- kết quả;
- thời gian bảo quản sau chiếu xạ và trước lần đo PSL thứ hai;
- những điểm cụ thể quan sát được trong quá trình thử nghiệm;
- những thao tác không được quy định trong phương pháp này hoặc những điều được coi là tùy ý có thể ảnh hưởng đến kết quả;

Thư mục tài liệu tham khảo

TCVN 7408 (EN 1784) Thực phẩm - Phát hiện thực phẩm chiếu xạ đối với loại thực phẩm có chứa chất béo. Phân tích hydrocacbon bằng sắc ký khí

TCVN 7409 (EN 1785), Thực phẩm - Phát hiện thực phẩm chiếu xạ đối với loại thực phẩm chứa chất béo. Phân tích 2-Alkylxyclobutanon bằng phương pháp sắc ký khí/quang phổ khối.

TCVN 7410 (EN 1786), Thực phẩm - Phát hiện thực phẩm chiếu xạ đối với loại thực phẩm có chứa xương. Phương pháp quang phổ ESR

TCVN 7411 (EN 1787), Thực phẩm - Phát hiện thực phẩm chiếu xạ bằng phương pháp quang phổ ESR đối với loại thực phẩm chứa xenluloza

TCVN 7412 (EN 1788), Thực phẩm - Phát hiện thực phẩm chiếu xạ bằng phương pháp nhiệt phát quang đối với loại có thể tách khoáng silicat

[1] Sanderson, D.C.W, Carmichael, L., and Fisk, S.: 1998a, Establishing luminescence methods to detect irradiated foods. Food Science and Technology Today, 12(2), 97 - 102.

[2] Sanderson, D.C.W .: Luminescence Detection of Irradiated Foods, in "Food Irradiation and the Chemist", Edited by Johnston, D.E., and Stevenson, M.H., Royal Society of Chemistry ISBN 0851868576, 1990, 25 -56.

[3] Sanderson, D.C.W., Carmichael, L.A., and Naylor, J.D.: Photostimulated luminescence and thermoluminescence techniques for the detection of irradiated food, Food Science and Technology Today, 1995, 9(3), 150- 154.

[4] Sanderson, D.C.W., Carmichael, L.A., and Naylor, J.D.: Recent Advances in thermoluminescence and photostimulated luminescence detection methods for irradiated foods, in Detection Methods for Irradiated Foods - Current Status. Edited by: C.H. McMurray, E.M. Stewart, R. Gray, and J. Pearce, Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK, 1996, 124 - 138.

[5] Hutt, G., and Jaek, I.: Infrared stimulated photoluminescence dating of sediments, Ancient TL, 1989, 7 (3), 48 - 52.

[6] Huntley, D.J., Godfrey Smith, D.I., and Thewald, M.L.W.: Optical Dating of Sediments, Nature, 1985, 313, 105- 107.

[7] Sanderson, D.C.W., Carmichael, L.A., and Naylor, J.D.: Recent Advances in thermoluminescence and photostimulated luminescence detection methods for irradiated foods, in Detection Methods for Irradiated Foods, - Current Status. Edited by: C.H. McMurray, E.M. Stewart, R. Gray, and J. Pearce, Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK, 1996, 139 - 148.

- [8] Sanderson, D.C.W.: Photostimulated luminescence (PSL): A new approach to identifying irradiated foods, in Potential new methods of detection of irradiated food, ed. Raffi J., Belliardo J.J., EUR 13331, 1991, 159 - 167.
- [9] Sanderson, D.C.W., and Clark, R.J.: Pulsed photostimulated luminescence of alkali feldspars. Radiat. Meas. 1994,23(2/3), 633 - 639.
- [10] Clark, R.J., and Sanderson, D.C.W.: Photostimulated luminescence excitation spectroscopy of feldspars and micas. Radiat. Meas., 1994, 23(2/3), 641 - 646.
- [11] Sanderson, D.C.W.: Detection of Irradiated Samples, Patent No.93-8542 GB 9308542, 1993.
- [12] Sanderson, D.C.W.: Detection of Irradiated Samples, UK Patent No.2,291,707, 1997.
- [13] European Patent, 1999, Detection of Irradiated Samples, EP O 699 299 B1.