

TCVN 7409 : 2004**EN 1785 : 1996**

Xuất bản lần 1

**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**

*Foodstuffs – Detection of irradiated food containing fat –
Gas chromatographic/mass spectrometric analysis
of 2-alkylcyclobutanones*

HÀ NỘI – 2004

Lời nói đầu

TCVN 7409 : 2004 hoàn toàn tương đương với EN 1785 : 1996;

TCVN 7409 : 2004 do Tiểu ban kỹ thuật 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 ban hành.

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

Foodstuffs – Detection of irradiated food containing fat –

Gas chromatographic/mass spectrometric analysis of 2-alkylcyclobutanones

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phát hiện thực phẩm chiếu xạ đối với loại thực phẩm chứa chất béo. Phương pháp này dựa trên sự phát hiện các 2-alkylxyclobutanon được tạo ra do bức xạ bằng phép đo quang phổ khối (MS) sau khi tách bằng sắc ký khí (GC) [1] đến [3].

Phương pháp này đã thử nghiệm thành công trong các phép thử liên phòng thí nghiệm trên thịt gà, thịt lợn nguyên liệu và trứng nguyên quả [4] đến [6].

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 4851 – 89 (ISO 3696 : 1987), Nước sử dụng để phân tích trong các phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Nguyên tắc

Trong quá trình chiếu xạ các liên kết axyl-oxy trong triglyxerit được tách ra và tạo thành những 2-alkylxyclobutanon chứa cùng số lượng nguyên tử cacbon như axit béo gốc, với nhóm ankyl được nằm ở vị trí số 2. Như vậy, nếu biết thành phần của axit béo thì có thể biết được 2-alkylxyclobutanon tạo thành.

Các 2-alkylxyclobutanon được phân tích trong các nghiên cứu liên phòng thí nghiệm là 2-dodexylxyclobutanon (DCB) và 2-tetradexylxyclobutanon (TCB), được tạo thành từ axit palmitic và axit stearic tương ứng trong quá trình chiếu xạ. Chưa có một bằng chứng nào cho thấy 2-alkylxyclobutanon có thể phát hiện được trong thực phẩm không chiếu xạ [4], [7] đến [11]. Dùng n-hexan hoặc n-pentan để tách 2-alkylxyclobutanon cùng với chất béo. Phần chiết sau đó được phân đoạn bằng cách sử dụng sắc ký hấp thụ trước khi tách bằng sắc ký khí và phát hiện bằng máy đo quang phổ khối.

Có thể sử dụng phương pháp kết hợp sắc ký lỏng (LC) - sắc ký khí (GC) - quang phổ khối (MS) để phát hiện các 2 - alkylxyclobutanon [12].

4 Thuốc thử

4.1 Yêu cầu chung

Trong quá trình phân tích chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích, độ tinh khiết cần được kiểm tra định kỳ bằng phân tích các mẫu trắng thuốc thử. Chỉ sử dụng nước cất có độ tinh khiết ít nhất là hạng 3 của TCVN 4861 - 89 (ISO 3696 : 1987).

4.2 n - Hexan¹⁾.

4.3 Natri sunfat, khan.

4.4 Ete dietyl.

4.5 **Dung dịch tiêu chuẩn gốc**, n- hexan hoặc isooctan có thể được sử dụng để chuẩn bị các dung dịch 2-xyclohexylxyclohexanon (5 µg/ml), 2-dodexylxyclobutanon²⁾ và 2-tetradexylxyclobutanon²⁾ (100 µg/ml). Bảo quản ở nhiệt độ - 20 °C.

4.6 **Dung dịch tiêu chuẩn làm việc**, n-hexan hoặc isooctan có thể được sử dụng để chuẩn bị các dung dịch 2-xyclohexylxyclohexanon (0,5 µg/ml) (chất chuẩn nội), 2-dodexylxyclobutanon và 2- tetradexylxyclobutanon (10 µg/ml). Bảo quản ở nhiệt độ - 20 °C.

4.7 **Florisil^{®3)}**, 150 µm đến 250 µm (60 mesh đến 100 mesh), loại phân tích dư lượng thuốc bảo vệ thực vật. Trước khi sử dụng, hoạt hoá chất hấp thụ bằng cách đốt ở nhiệt độ 550 °C ít nhất 5 giờ hoặc để qua đêm. Làm nguội trong tủ hút ẩm. Giữ bình kín sau khi làm nguội.

Chuẩn bị Florisil[®] đã khử hoạt tính bằng cách thêm 20 phần nước vào 100 phần chất hấp thụ (tính theo khối lượng). Cần khoảng 30 g Florisil[®] đã hoạt hoá để chuẩn bị đủ chất hấp thụ cho mỗi cột. Đảm bảo

¹⁾ n- hexan là dung môi được sử dụng để đánh giá phương pháp. Tuy nhiên, có thể sử dụng n-penxan với điều kiện là cho kết quả tương tự.

²⁾ Thông tin về các chất chuẩn đối chứng có sẵn từ các tổ chức tiêu chuẩn hoá.

³⁾ Florisil[®] là một ví dụ về sản phẩm phù hợp sẵn có. Thông tin đưa ra thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này.

ràng Florisil® đã khử hoạt tính không bị vón cục và ở dạng bột chảy tự do. Để cân bằng qua đêm. Sử dụng trong vòng 1 tuần.

4.8 Nitơ, để cô đặc các dung dịch.

4.9 Heli, làm khí mang.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị phòng thí nghiệm thông thường, và đặc biệt là các loại sau đây:

5.1 Máy trộn bằng điện.

5.2 Thiết bị Soxlet, có bình cầu thích hợp 250 ml và bộ chiết 100 ml.

5.3 Ống chiết xenluloza, ví dụ : dài 80 mm đến 100 mm, đường kính trong 30 mm. Trước khi sử dụng cần chiết bằng n - hexan.

5.4 Sợi bông, không hấp thụ, được làm sạch trong n - hexan trước khi sử dụng.

5.5 Thiết bị gia nhiệt bằng điện hoặc nổi cách thủy.

5.6 Ống sắc ký, bằng thủy tinh, dài 300 mm và đường kính trong 20 mm, được đậy bằng nắp polytetrafluoroetylen (PTFE) và có khớp nối thủy tinh mài ở trên.

5.7 Phễu chiết hoặc phễu nhỏ giọt, ví dụ loại 250 ml có khớp nối thủy tinh mài.

5.8 Bộ cất quay.

5.9 Thiết bị cô đặc dung dịch, dưới dòng khí nitơ.

5.10 Bình thủy tinh dùng cho sắc ký khí (GC).

5.11 Thiết bị sắc ký khí (GC), được nối với máy đo quang phổ khối (MS).

5.12 Cột mao dẫn, có các tính năng thích hợp (xem phụ lục A).

6 Kỹ thuật lấy mẫu

Khi lấy mẫu, ưu tiên lấy các phần có hàm lượng chất béo cao, ví dụ như da gà. Giữ mẫu trong bình thủy tinh kín hoặc bọc trong giấy kim loại không chứa chất béo.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu

Các mẫu thực phẩm được thái thành miếng và đông hoá trong bộ trộn bằng điện (5.1). Đối với lòng trứng, cần đảm bảo rằng mẫu đã được trộn kỹ trước khi lấy.

7.2 Chiết chất béo

Cân 20 g natri sunfat khan (4.3) và 20 g mẫu đã đông hoá cho vào ống chiết (5.3), trộn kỹ và đập bằng nút bông (5.4). Có thể sử dụng thêm natri sunfat nếu cần. Lòng trứng nên được sấy khô ở 100 °C trong 12 giờ trước khi chiết. Lớp màng của trứng sấy khô (2 giờ ở 100 °C) được lấy làm kết quả so sánh.

Có thể dùng qui trình sấy khác, ví dụ: làm khô bằng đông lạnh, với điều kiện độ thu hồi 2-alkylxyclobutanon được kiểm tra (7.6).

Rót 100 ml n-hexan (4.2) vào bình cầu 250 ml (5.2) và đặt bộ chiết lên trên. Đặt ống chiết vào thiết bị chiết và thêm 40 ml n-hexan. Đặt bình lên bộ gia nhiệt (5.5) và bình ngưng lên trên đỉnh bộ chiết. Cho đối lưu và chiết từ từ trong vòng 6 giờ. Dung môi cho đi qua ống xiphông bốn lần trong khoảng 1 giờ. Lấy bình ra khỏi bộ gia nhiệt và đặt ống chiết cùng n-hexan vào thiết bị chiết. Chuyển dung môi từ bình sang ống đong 100 ml có nắp đập và thêm dung môi đến 100 ml. Thêm 5 g đến 10 g natri sunfat khan, đập nắp, trộn và để qua đêm.

CHÚ THÍCH : Có thể sử dụng các qui trình chiết chất béo khác nếu cho các kết quả tương tự.

7.3 Xác định hàm lượng lipit

Sấy khô các bình cầu hai lần trong ít nhất 4 giờ hoặc để qua đêm ở 100 °C. Để nguội và cân. Dùng pipet cho vào mỗi bình một lượng dịch chiết lipit và cho cất quay đến khô. Sấy ít nhất 4 giờ hoặc để qua đêm ở 100 °C và cân lại. Cách khác, để xác định nhanh hàm lượng lipit, dùng pipet lấy một lượng dịch chiết lipit cho vào lọ thuỷ tinh đã biết trước khối lượng. Cho bay hơi dung môi dưới dòng khí nitơ. Cân lại. Lặp lại qui trình này cho đến khi thu được khối lượng không đổi. Tính thể tích dịch chiết cần để có được 200 mg lipit. Ghi lại chính xác khối lượng lipit đã đưa lên cột.

7.4 Sắc ký cột Florisil®

Chuẩn bị cột Florisil® (20 cm đến 21 cm) sử dụng ống sắc ký (5.6), Florisil® đã khử hoạt tính (4.7) và n-hexan (4.2). Để n-hexan chảy nhỏ giọt chỉ vừa tràn lên đỉnh Florisil®.

Lấy một thể tích dịch chiết để có được 200 mg lipit và cô đặc nếu cần. Thể tích cuối cùng không vượt quá 5 ml.

Đưa lên cột dịch chiết lipit cùng với nước trắng bình sử dụng xấp xỉ 5 ml n-hexan. Để n-hexan chảy nhỏ giọt vừa đủ ngập trên đỉnh Florisil® và thêm 5 ml đến 10 ml n-hexan. Cho lượng n-hexan còn lại (tổng số

khoảng 150 ml) trong phễu chiết (5.7) lên đỉnh cột, giải hấp với tốc độ 2 ml/phút đến 5 ml/phút và thu lấy dịch giải hấp vào bình cầu 250 ml.

Khi phễu chảy hết (chú ý không để cột chảy đến khô), thay bình hứng và giải hấp bằng 150 ml ete dietyl 1 % (4.4) trong n-hexan. Cho cất quay dung dịch ete dietyl 1 % ở 40 °C đến 5 ml - 10 ml, sử dụng mức chân không nhỏ nhất và chuyển sang ống nghiệm. Làm khô dưới dòng khí nitơ ở 40 °C, đảm bảo rằng khi khô mẫu không bị mất đi dưới dòng khí nitơ. Sau đó hoà tan trong 200 µl dung dịch 2-xyclohexylxyclohexanon (4.6).

7.5 Tiến hành tách và phát hiện

Sử dụng cột mao dẫn thích hợp (5.12) để tách và dùng quang phổ khối (5.11) để phát hiện 2-alkylxyclobutanon, vận hành trong phương thức kiểm soát ion chọn lọc đối với các ion (khối lượng/điện tích) 98 m/z và 112 m/z. Ví dụ, đối với sắc ký khí (GC) - quang phổ khối (MS) các điều kiện sử dụng cột Ultra I được đưa ra ở phụ lục A. Hình A.1 và hình A.2 biểu thị sắc phổ của 2-dodexylxyclobutanon và 2-tetradexylxyclobutanon. Hình 3 đến hình 5 biểu thị sắc phổ đối với thịt gà, thịt lợn, trứng đã chiếu xạ.

7.6 Kiểm tra chất lượng của hệ thống

Kiểm tra hệ thống sử dụng một mẫu kiểm soát không chiếu xạ của cùng loại sản phẩm làm mẫu chưa biết nguồn gốc và mẫu kiểm tra kép được làm biến tính (spiked) bằng 200 µl 2-dodexylxyclobutanon 10 µg/ml trong n-hexan và 100 µl 2-tetradexylxyclobutanon 10 µg/ml trong isooctan (4.6). Tiến hành làm biến tính ngay sau khi chuẩn bị mẫu (7.1) và trước khi xử lý. Xử lý các mẫu này giống như đã xử lý mẫu chưa biết nguồn gốc. Sử dụng mẫu biến tính (spiked) để tính phần trăm thu hồi.

Kiểm tra định kỳ đường tuyến tính sử dụng các dung dịch chuẩn có các nồng độ thích hợp (ví dụ: 0,25 µg/ml đến 2 µg/ml 2-dodexylxyclobutanon hoặc 2-tetradexylxyclobutanon) với 0,5 µg/ml 2-xyclohexylxyclohexanon.

8 Đánh giá

8.1 Nhận dạng 2 - ankylxyclobutanon

2-dodexylxyclobutanon tạo ra các pic của các ion 98 m/z và 112 m/z với tỷ lệ xấp xỉ 4,0 - 4,5 : 1, trong khi đối với 2-tetradexylxyclobutanon thì tỷ lệ tương ứng xấp xỉ 3,8 - 4,2 : 1. Các tỷ lệ này trong các mẫu phải phản ánh được các tỷ lệ tìm thấy trong các chất chuẩn được phân tích tại cùng thời điểm. Cả hai ion 98 m/z và 112 m/z phải có mặt và ở tỷ lệ đúng để nhận biết chính xác. Tín hiệu tỷ lệ tạp nhiễu của cả hai ion được kiểm soát phải lớn hơn 3 : 1 và cường độ ion liên quan phải nằm trong $\pm 20\%$ cường độ thu được từ mẫu chuẩn có nồng độ tương tự trong cùng ngày. Nếu kết quả thu được dương tính, thì xem xét kỹ, ví dụ từ các ion 95 m/z đến ion 115 m/z để khẳng định rằng ion 98 m/z và ion 112 m/z là các ion chủ yếu hiện diện tại các thời gian lưu của xyclobutanon chuẩn.

8.2 Tính hàm lượng 2 - alkylxyclobutanon

Đo một số các dung dịch tiêu chuẩn (ví dụ: 3) chứa 2 - dodexyl- và 2 - tetradexylxyclobutanon (xem 7.6) mặt khác đo các mẫu thử.

Tính tỷ số F của từng 2 - ankylyxyclobutanon liên quan đến chất chuẩn nội (4.6) theo công thức 1:

$$F = \frac{A_{cy}}{A_{is} \times \rho_{cy}} \quad (1)$$

trong đó

A_{cy} là diện tích pic của ion 98 m/z của 2- ankylyxyclobutanon;

A_{is} là diện tích pic của ion 98 m/z của chất nội chuẩn (xem 7.6);

ρ_{cy} là nồng độ khối lượng của 2 - ankylyxyclobutanon, tính bằng microgam trên millilit.

Tính giá trị trung bình F_{av} của từng 2-ankylyxyclobutanon. Tính nồng độ khối tương $\rho_{cy/s}$ của cả hai 2 - ankylyxyclobutanon, tính bằng microgam trên 200 μ l, theo công thức 2:

$$\rho_{cy/s} = \frac{A_{cy/s}}{A_{is/s} \times F_{av} \times 5} \quad (2)$$

trong đó

$A_{cy/s}$ là diện tích pic của ion 98 m/z tương ứng với 2 - ankylyxyclobutanon trong mẫu;

$A_{is/s}$ là diện tích pic của ion 98 m/z tương ứng với chất chuẩn nội trong mẫu;

F_{av} là trung bình của tất cả các tỷ số F tính được ở công thức 1.

Hiệu chỉnh đối với lipit bằng công thức 3:

$$w_{cy} = \frac{\rho_{cy/s}}{m_0} \times 1000 \quad (3)$$

trong đó

$\rho_{cy/s}$ là nồng độ khối lượng của 2 - ankylyxyclobutanon trong mẫu, tính bằng microgam trên 200 μ l, được tính bằng công thức 2;

m_0 là khối lượng của lipit được lấy đưa lên cột Florisil[®], tính bằng miligam;

w_{cy} là phần khối 2-ankylyxyclobutanon tương ứng, tính bằng microgam trên gam lipit.

8.3 Nhận biết các mẫu đã chiếu xạ

Các mẫu được coi là đã chiếu xạ khi:

- a) ít nhất một 2 – ankylyclobutan đã được nhận biết là dương tính (xem 8.1) và
- b) nồng độ tính được (8.2) vượt quá nồng độ tương ứng với tín hiệu truyền âm thanh 3 :1 trong ion cảm ứng nhỏ nhất.

9 Hạn chế

Việc phát hiện thịt gà nguyên liệu đã chiếu xạ đã được đánh giá ở các liều xấp xỉ 0,5 kGy hoặc lớn hơn. Việc phát hiện trứng quả và thịt lợn nguyên liệu đã chiếu xạ đã được đánh giá ở các liều xấp xỉ 1 kGy hoặc lớn hơn. Các giá trị liều đó được áp dụng đối với phần lớn các sản phẩm trong thương mại. Các giới hạn xác định và tính ổn định của 2-ankylxyclobutanon không bị ảnh hưởng đáng kể bởi nhiệt độ hoặc cách bảo quản [9], [10]. Thông thường, tỷ lệ của DCB và TCB phản ánh tỷ lệ của axit palmitic và axit stearic. Điều này không thấy ở thịt lợn nguyên liệu đã chiếu xạ [3], [6].

Về nguyên tắc, có thể chấp nhận nhiều qui trình chiết chất béo, nhưng các qui trình chiết bằng dung môi sử dụng ete dietyl hoặc pentan/2-propanol cho thấy các kết quả thu được không thoả mãn, do đó không được sử dụng.

Khi bổ sung chất chuẩn nội vào sau giai đoạn sắc ký cột Florisil® thì các số liệu định lượng có thể có sai số trừ khi đã hiệu chỉnh phần trăm thu hồi.

10 Thảm định kết quả

Phương pháp này đã được thử nghiệm trong một phép thử liên phòng thí nghiệm do Community Bureau of Reference (BCR) [5] thực hiện, gồm 5 phòng thí nghiệm tham gia định lượng 2-dodexylxyclobutanon trong 15 mẫu thịt gà đã mã hoá, gồm các mẫu không chiếu xạ và các mẫu đã chiếu xạ với các liều xấp xỉ 0,5 kGy, 3,0 kGy hoặc 5,0 kGy tại thời điểm 1 tháng và 6 tháng sau khi chiếu xạ (xem bảng 1). Phương pháp này đã được thử nghiệm trong thử nghiệm liên phòng thí nghiệm do Tổ chức Nông Lương (FAO) và Cơ quan năng lượng nguyên tử quốc tế (IAEA) [6] thực hiện. 11 phòng thử nghiệm sử dụng 2-dodexylxyclobutanon và 2-tetradexylxyclobutanon để phát hiện 9 mẫu thịt gà và trứng quả đã mã hoá và tám phòng thử nghiệm phân tích thịt lợn, gồm các mẫu không chiếu xạ hoặc các mẫu đã chiếu xạ với các liều 1,0 kGy hoặc 3,0 kGy (xem bảng 2).

Bảng 1 – Dữ liệu của liên phòng thí nghiệm

Thời gian sau khi chiếu xạ	Số mẫu	Sai số âm ¹⁾	Sai số dương ²⁾
1 tháng	74	0	0
6 tháng	60 ³⁾	2	0

¹⁾ Sai số âm liên quan đến tất cả các mẫu được chiếu với các liều xấp xỉ 0,5 kGy. Sai số âm là các mẫu đã được chiếu xạ nhưng được nhận dạng là không chiếu xạ.

²⁾ Sai số dương là các mẫu không chiếu xạ nhưng được nhận dạng là đã chiếu xạ.

³⁾ Một phòng thử nghiệm đã không cung cấp kết quả sau 6 tháng.

Bảng 2 – Dữ liệu của liên phòng thí nghiệm

Mẫu	Số mẫu	Sai số âm	Sai số dương
Thịt gà	99	1 ¹⁾	0
Lòng trứng	99	0	0
Thịt lợn	72	0	0

¹⁾ Các hydrocacbon tạo ra do bức xạ không thể phát hiện được trong mẫu này, nên đã được kết luận là đã mã hoá nhầm

11 Báo cáo thử nghiệm

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

- thông tin về nhận biết mẫu thử;
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kết quả thu được;
- ngày lấy mẫu và qui trình lấy mẫu (nếu biết);
- ngày nhận mẫu;
- ngày thử nghiệm;
- bất kỳ điểm ngoại lệ nào quan sát được trong khi thực hiện phép thử;
- bất kỳ thao tác nào không qui định trong phương pháp hoặc tùy ý có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(tham khảo)

Các hình

Trong các thí dụ được chỉ ra từ hình A.3 đến A.5, 2-ankylxyclobutanon được tách ra bằng cột Hewlett-Packard®⁴⁾ Ultra 1, 12 m x 0,22 mm đường kính trong, có pha tĩnh 0,33 μm (100 % dimetyl polyxiloxan) trong sắc ký khí Hewlett-Packard®⁴⁾ 5890 được nối trực tiếp với detector chọn lọc khối lượng (MSD) Hewlett-Packard®⁴⁾ 5970B.

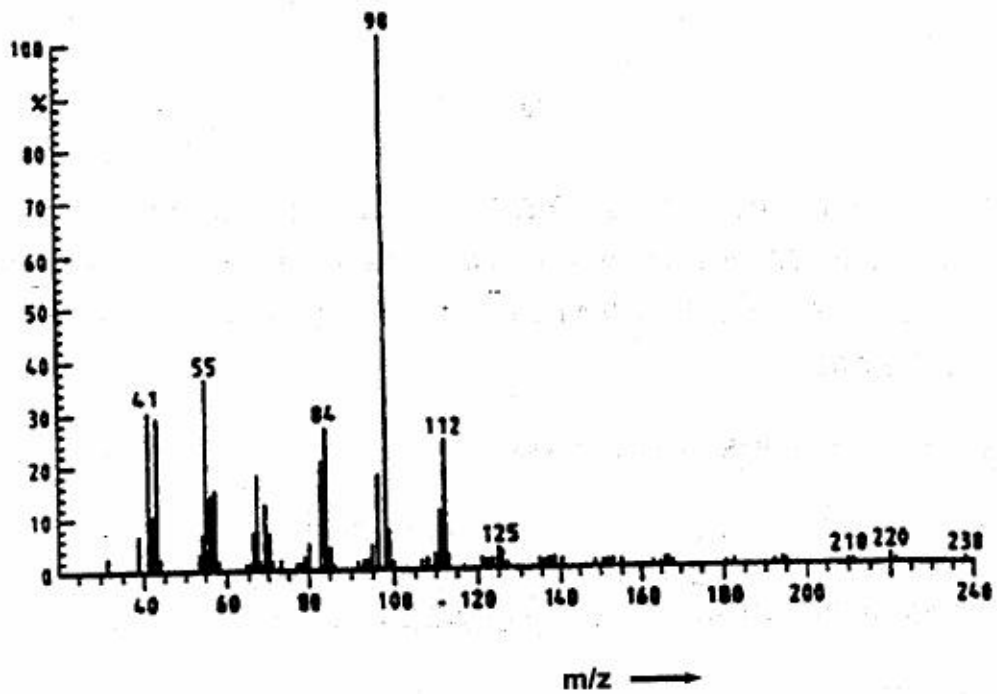
Một ví dụ về các điều kiện GC/MS sử dụng cột Ultra 1 :

- Nhiệt độ bơm : 250 °C;
- Nhiệt độ đường truyền : 280 °C;

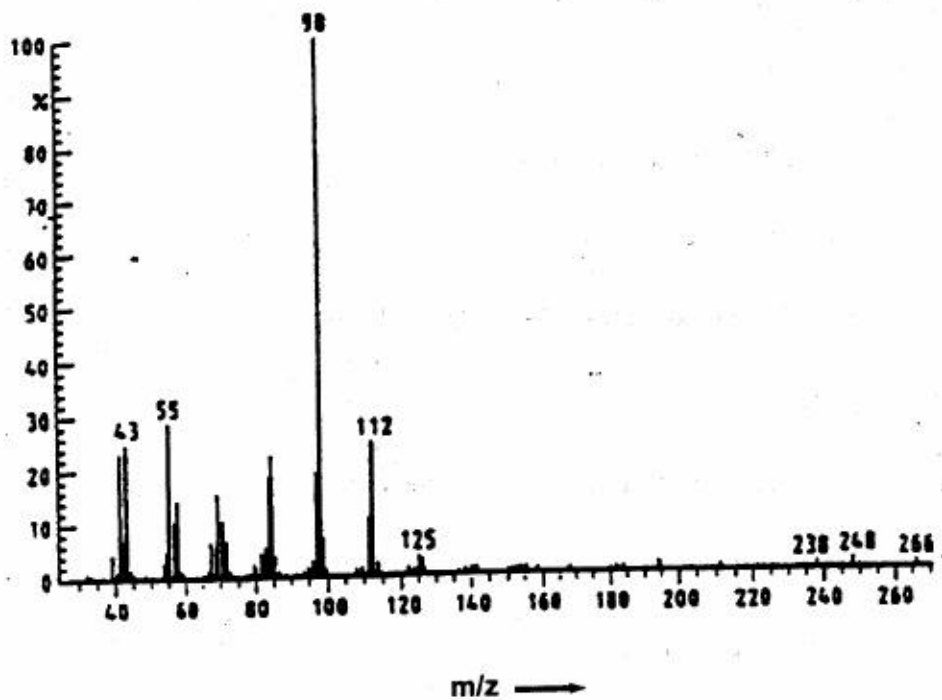
Chương trình nhiệt độ của lò :

- Thời gian giữ nhiệt độ ban đầu : 55 °C trong 1 phút (đẳng nhiệt);
- Bước tăng nhiệt độ đầu tiên : 15 °C/phút đến 300 °C/phút;
- Thời gian giữ nhiệt độ cuối cùng : 300 °C trong 5 phút (đẳng nhiệt);
- Thể tích bơm : 1 μl ;
- Phương thức bơm: không phân dòng;
- Thời gian làm chậm quá trình tan : 6 phút;
- Điện trở phụ của von kế : chỉ số điều hướng tự động;
- Khí mang : heli, 1 ml/phút;
- MSD : kiểm soát chọn lọc các ion 98 m/z và 112 m/z ;
- Ion hoá trao đổi điện tử : 70 eV;
- Thời gian dừng : 50 ms/ion.

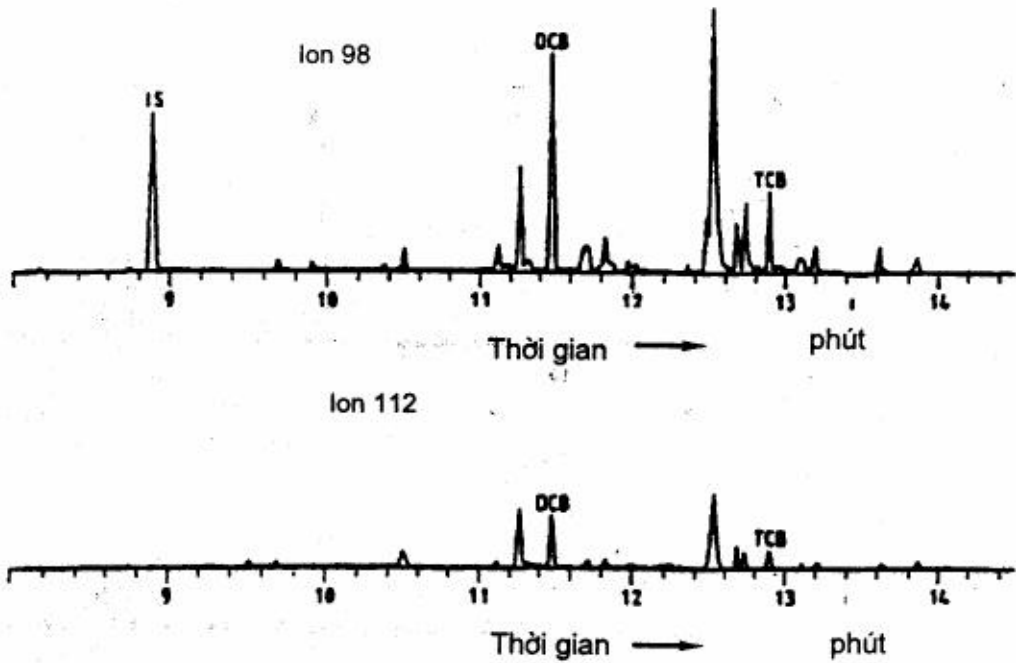
⁴⁾ Cột Hewlett-packrd Ultra 1, 580 GC và 5970 B MSD là các ví dụ về các sản phẩm phù hợp.sẵn có. Thông tin này đưa ra thuận lợi cho người sử dụng và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này.



Hình A.1 – Phổ khối và chạm điện tử của chất chuẩn 2-dodecylxylobutanon

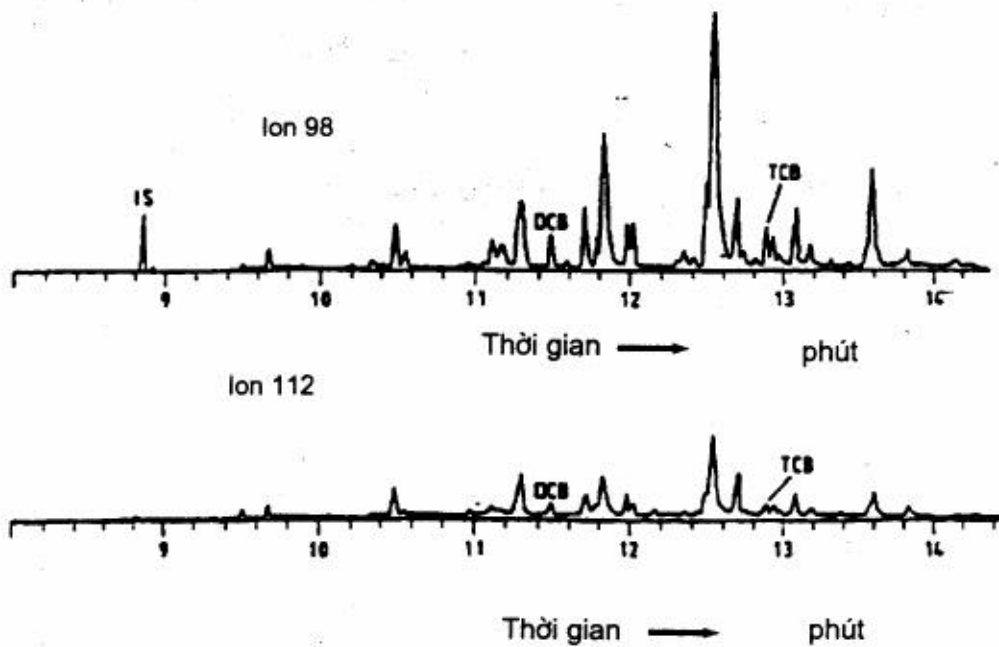


Hình A.2 – Phổ khối và chạm điện tử của chất chuẩn 2-tetradecylxyclobutanon



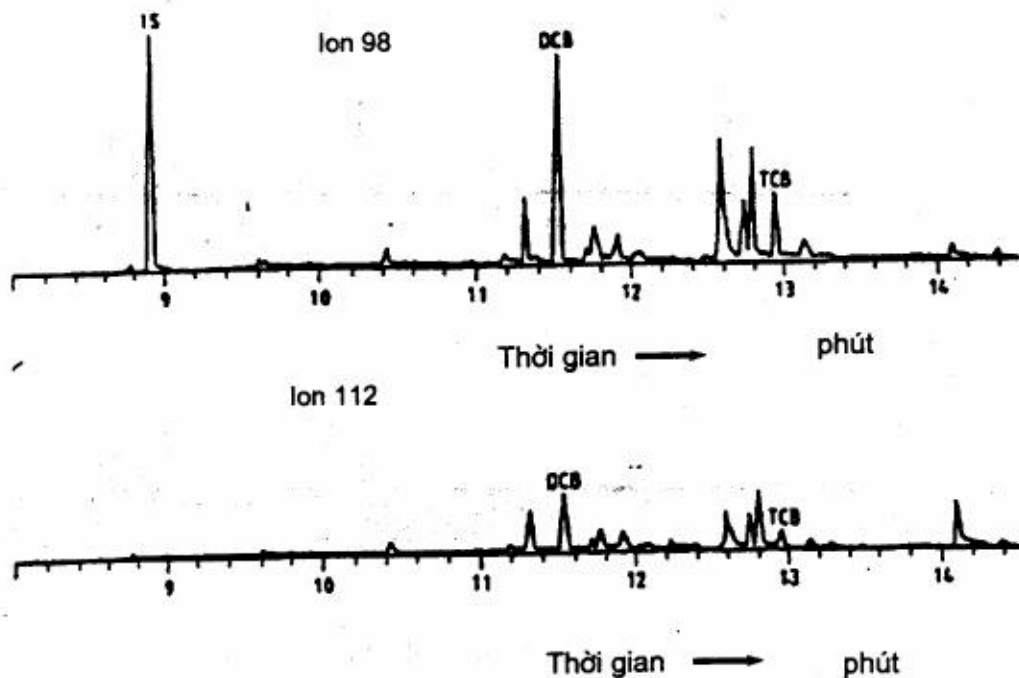
(IS = Chuẩn quốc tế, DCB = 2-Dodexylxyclobutanon, TCB = 2-Tetradexyclobutanon)

Hình A.3 – Sắc phổ của các ion 98 m/z và 112 m/z đối với thịt gà đã chiếu xạ với liều xấp xỉ 4,0 kGy



(IS = Chuẩn quốc tế, DCB = 2-Dodexylxyclobutanon, TCB = 2-Tetradexyclobutanon)

Hình A.4 – Sắc phổ của các ion 98 m/z và 112 m/z đối với thịt lợn đã chiếu xạ với liều xấp xỉ 3,0 kGy



(IS = Chuẩn quốc tế, DCB = 2-Dodexylcyclobutanon, TCB = 2-Tetradexyclobutanon)

Hình A.5 – Sắc phổ của các ion 98 m/z và 112 m/z đối với trứng nguyên quả đã chiếu xạ với liều xấp xỉ 3,0 kGy

Phụ lục B

(tham khảo)

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Stevenson, M.H.: *Progress in the identification of irradiated food*. In: *Trends in Food Science and Technology*, 1992, 8, 267-262.
- [2] Crone, A.V.J., Hand, M.V., Hamilton, J.T.G., Sharma, N.D., Boyd, D.R. and Stevenson, M.H.: *Synthesis, characterisation and use of 2-tetradecylcyclobutanone together with other cyclobutanones as markers for irradiated liquid whole egg*. In: *J. Sci. Food Agric.*, 1993, 62, 361-367.
- [3] Stevenson, M.H.: *Detection of irradiated food*. In: *Food Technol.*, 1994, 141-144.
- [4] Meier, W. and Stevenson, M.H.: *Determination of volatiles and o-tyrosine in irradiated chicken. Results of an intercomparison study*. Edited by: Leonardi, M., Raffi, J.J., and Belliaro, J.J., In: *Recent Advances on the Detection of Irradiated Food*. BCR Information, 1993, Luxembourg: Commission of the European Communities, 1993, 211-218 (Report EUR/14315/en).
- [5] Stevenson, M.H., Meier, W., and Kilpatrick, D.J.: *A European Collaborative Blind Trial Using Volatile Hydrocarbons and 2-Dodecylcyclobutanone to Detect Irradiated Chicken Meat*. BCR Information, 1994, Luxembourg: Commission of the European Communities, 1994 (Report EUR/15069/en).
- [6] Stevenson, M.H., Kilpatrick, D.J. and McMurray, C.H.: *FAO/IAEA Collaborative Blind Trial Using 2-Dodecylcyclobutanone and 2-Tetradecylcyclobutanone to Detect Irradiated Chicken, Pork and Liquid Whole Egg*, FAO/IAEA Report, Vienna, Austria, 1994.
- [7] Stevenson, M.H., Crone, A.V.J. and Hamilton, J.T.G.: *Irradiation detection*. In: *Nature*, 1990, 344, 202-203.
- [8] Boyd, D.R., Crone, A.V.J., Hamilton, J.T.G., Hand, M.V., Stevenson, M.H. and Stevenson, P.J.: *Synthesis, characterisation and possible use of 2-dodecylcyclobutanone as a marker for irradiated chicken*. In: *J. Agric. Food Chem.*, 1991, 39, 789-792.
- [9] Crone, A.V.J., Hamilton, J.T.G. and Stevenson, M.H.: *Effect of storage and cooking on the dose response of 2-dodecylcyclobutanone, a potential marker for irradiated chicken*. In: *J. Sci. Food Agric.*, 1992, 58, 249-252.
- [10] Crone, A.V.J., Hamilton, J.T.G. and Stevenson, M.H.: *The detection of 2-dodecylcyclobutanone in radiation-sterilised chicken stored for several years*. In: *Int. J. Food Sci. Technol.*, 1992, 27, 691-696.
- [11] Raffi, J., Delincé, H., Marchionni, E., Hasselmann, C., Sjöberg, A.-M., Leonardi, M., Kent, N., Bogl, K.W., Schreiber, G.A., Stevenson, H., Meier, W.: *Concerted Action of the Community Bureau of Reference on Methods of Identification on Irradiated Foods*. BCR-Information, 1994, Luxembourg: Commission of the European Communities, 1994 (Report EUR/15261/en).
- [12] Meier, W., Artho, A., Nägeli, P.: *Detection of irradiation of fat containing foods by on-line LC-GC-MS of alkylcyclobutanones*. In: *Mitt. Geb. Lebensm. Hyg.*, 1996, 87, 118-122.