

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7746:2017**

**EN 13751:2009**

Xuất bản lần 2

**THỰC PHẨM - PHÁT HIỆN THỰC PHẨM CHIẾU XẠ  
SỬ DỤNG QUANG PHÁT QUANG**

*Foodstuffs - Detection of irradiated food using photostimulated luminescence*

**HÀ NỘI - 2017**

**Lời nói đầu**

TCVN 7746:2017 thay thế TCVN 7746:2007

TCVN 7746:2017 hoàn toàn tương đương với EN 13751:2009;

TCVN 7746:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F5  
*Thực phẩm chiếu xạ* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất  
lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Thực phẩm - Phát hiện thực phẩm chiếu xạ sử dụng quang phát quang

*Foodstuffs – Detection of irradiated food using photostimulated luminescence*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phát hiện thực phẩm chiếu xạ bằng quang phát quang (PSL). Kỹ thuật mô tả ở 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 các kết quả sàng lọc dương tính bằng cách sử dụng PSL hiệu chuẩn hoặc bằng phương pháp đã chuẩn hóa khác [ví dụ: TCVN 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786), TCVN 7411 (EN 1787) và TCVN 7412 (EN 1788)] hoặc phương pháp đã được đánh giá xác nhận.

Phương pháp này đã được thử nghiệm thành công trong các phép thử liên phòng trên các loài nhuyễn thể, thảo mộc và các loại gia vị [1]. Từ các nghiên cứu khác 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 sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

#### 2.1

**Quang phát quang (photostimulated luminescence)**

**PSL**

Hiện tượng đặc thù của bức xạ sinh ra từ năng lượng dự trữ trong các vật mang điện tích bị bắt giữ.

CHÚ THÍCH: Sự giải phóng năng lượng dự trữ do kích thích quang học này có thể thu được các tín hiệu phát quang đo đếm được.

#### 2.2

**Cường độ PSL (PSL intensity)**

Lượng ánh sáng phát hiện được trong quá trình kích thích ánh sáng, tính bằng tốc độ đếm photon.

**2.3**

**PSL sàng lọc/PSL khởi đầu (screening PSL/initial PSL)**

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

**2.4**

**PSL hiệu chuẩn (calibrated PSL)**

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

**2.5**

**Ngưỡng đo (thresholds)**

Giá trị cường độ PSL được 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 thấp 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 cao 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  $^{14}\text{C}$ , 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 ở vỏ hoặc bộ xương ngoài hoặc hydroxyapatit ở xương hoặc răng có thể được tìm thấy trong phần lớn các loại thực phẩm. Khi được chiếu xạ bằng ion hóa, các nguyên liệu này dự trữ năng lượng trong các hạt tích điện bị bẫy tại các vị trí cấu trúc, 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 kích thích ánh sáng [2], [8], [9]. Phép đo PSL không cần phá hủy mẫu, vì vậy các mẫu nguyên hoặc các hỗn hợp khác của vật liệu hữu cơ và vô cơ có thể được đo lặp lại. Tuy nhiên, tín hiệu PSL sẽ bị giảm nếu lặp lại việc đo trên cùng một mẫu.

Phương pháp này gồm các phép đo PSL sàng lọc (khởi đầu) để thiết lập tình trạng mẫu (xem 2.3) và phép đo tùy chọn thứ hai đo sau khi sử dụng liều bức xạ hiệu chuẩn để xác định độ nhạy PSL của mẫu (xem 2.4).

#### 3.2 PSL sàng lọc

Đối với phép đo sàng lọc (xem 2.3), các mức tín hiệu được so sánh với hai ngưỡng (xem 2.5). Phần lớn các mẫu đã chiếu xạ cho tín hiệu cao hơn ngưỡng trên. Tín hiệu thấp hơn ngưỡng dưới được coi là mẫu chưa 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 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 đánh giá hiệu lực khác, ví dụ [3], [4], [8].

#### 3.3 PSL hiệu chuẩn

Đối với phép đo hiệu chuẩn, mẫu được xử lý bằng liều bức 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 bằng bức xạ, trong khi mẫu chưa chiếu xạ cho thấy sự gia tăng đáng kể của tín hiệu PSL sau khi chiếu xạ.

### 4 Thuốc thử

#### 4.1 Mỡ bôi trơn điện cực silicon dạng sol khí, ví dụ loại Electrolube SC0200H<sup>1)</sup>

#### 4.2 Nước, đã loại ion.

<sup>1)</sup> 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 điều kiện thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và 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.

## **5 Thiết bị, dụng cụ**

**5.1 Hệ thống PSL**, ví dụ hệ thống sàng lọc thực phẩm chiếu xạ SURRC PPSL<sup>1)</sup> [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.

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

### **5.2 Đĩa Petri dùng một lần**

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

**5.3 Nguồn bức xạ**, có khả năng chiếu xạ mẫu với liều bức xạ xác định trước khi đo PSL hiệu chuẩn. Trong các phép thử liên phòng trên nhuyễn thể, thảo mộc, gia vị và hỗn hợp của chúng [1], nguồn bức xạ <sup>60</sup>Co được sử dụng với liều bức xạ đã định là 1 kGy.

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

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

### **5.4 Nguồn <sup>14</sup>C (tùy chọn)**

### **5.5 Tủ thổi phân tầng (tùy chọn).**

### **5.6 Bộ lọc không khí (tùy chọn).**

## **6 Kỹ thuật lấy mẫu**

Nếu có thể, mẫu được lấy ở vị trí không có ánh sáng trong lô hàng thực phẩm, vì cường độ PSL 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 ô nhiễm chéo trong khi chia mẫu vào đĩa Petri. Các mẫu nên được cho vào một cách riêng rẽ, tiến hành trong tủ thổi phân tầng (5.5) và có các miếng giấy sạch đặt dưới mỗi mẫu. Đậy nắp đĩa Petri để tránh ô nhiễm.

## 7.2 Chuẩn bị mẫu thảo mộc và gia vị

Mẫu được cho vào các đĩa Petri sạch, lặp lại hai lần. Nếu các mẫu thử này chưa phân loại chắc chắn thì phải tiến hành thêm bốn lần lặp lại và việc phân loại sẽ dựa trên hai kết quả cao nhất. Một số mẫu có thể yêu cầu xử lý sơ bộ khi tiến hành kiểm tra, ví dụ: quả vani phải được cắt nhỏ cho vừa đĩa Petri và cần tháo bỏ lớp giấy bao.

Mẫu có thể tạo thành một lớp mỏng hoặc lớp dày trên đĩa Petri, đĩa này đã được phun silicon (4.1) trước để cố định mẫu. Các lớp mẫu dày hơn sẽ ít bị ảnh hưởng do tẩy trắng; lớp khoáng phía dưới bề mặt có thể bị lộ ra do dịch chuyển.

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

## 7.3 Chuẩn bị mẫu nhuyễn thể

### 7.3.1 Yêu cầu chung

Việc phân tích PSL có thể được thực hiện trên các mẫu nguyên con trong vỏ, mẫu nguyên con đã bỏ vỏ, mẫu cắt bỏ ruột hoặc các chất khoáng được tách bằng nước (4.2).

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

### 7.3.2 Mẫu nguyên con

Cho mẫu nguyên con gồm cả vỏ như khi nhận được vào đĩa Petri. Trong một số trường hợp, có thể cần cắt nhỏ mẫu nhuyễn thể để cho vừa vào đĩa Petri. Nếu nhìn thấy phần ruột thì nên đặt phần ruột hướng lên trên.

### 7.3.3 Mẫu nguyên con đã bỏ vỏ

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

### 7.3.4 Ruột nhuyễn thể

Có thể nhìn thấy mẫu ruột nhuyễn thể 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 mẫu 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 thời gian, ngưỡng và điều kiện ghi dữ liệu) để ghi lại số đếm photon đếm được.

CHÚ THÍCH 1: Hệ thống có thể vận hành độc lập bằng cách điều khiển các nút ấn đơn giản dùng cho những phép đo sơ bộ. Tuy nhiên, các quy trình đã được đánh giá xác nhận chỉ để thực hiện định lượng kết hợp với máy tính.

Quy 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 trên thảo mộc và gia vị [1], ngưỡng cài đặt  $T_1 = 700$  số đếm/60 s và  $T_2 = 5\,000$  số đếm/60 s cho thấy đáp ứng yêu cầu. Các ngưỡng này được cài đặt tương ứng với việc sử dụng đĩa Petri đường kính 5 cm. Đối với phép thử liên phòng thực hiện trên nhuyễn thể, ngưỡng cài đặt  $T_1 = 1\,000$  số đếm/60 s và  $T_2 = 4\,000$  số đếm/60 s cho thấy đáp ứng yêu cầu.

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

Cần vận hành kiểm tra buồng mẫu trống (2.11) để đảm bảo rằng buồng không bị nhiễm bẩn. Bước này cần được lặp lại định kỳ, ví dụ: ít nhất 10 mẫu mỗi lần và sau khi các mẫu có kết quả dương tính. Bộ lọc không khí (5.6) có thể được sử dụng để làm sạch buồng mẫu.

#### 7.5 Phép đo sàng lọc

Chạy mẫu thử nghiệm và ghi lại kết quả sau 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 phép thử sàng lọc, mẫu phải được đẩy 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 các 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 lạnh các mẫu nhuyễn thể và các mẫu dễ bị hư hỏng khác), thực hiện phép đo hiệu chuẩn theo 7.4 và 7.5.



## 8 Đánh giá

### 8.1 Kết quả âm tính

#### 8.1.1 PSL sàng lọc

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

#### 8.1.2 PSL hiệu chuẩn

Kết quả hiệu chuẩn âm tính (số đọc kết quả hiệu chuẩn nhỏ hơn  $T_1$ ) cho thấy 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 đến kết quả sàng lọc âm tính. Các kết quả âm tính sau khi hiệu chuẩn thường xảy ra hơn đối với mẫu nhuyễn thể. 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 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786) hoặc TCVN 7411 (EN 1787) hoặc bằng phương pháp đã được đánh giá xác nhận khác.

Các kết quả hiệu chuẩn âm tính liên quan đến các kết quả sàng lọc không âm tính cho thấy phép phân tích bị lỗi và cần thực hiện lại các phép đo trên các phần mẫu mới.

### 8.2 Kết quả trung gian

#### 8.2.1 PSL sàng lọc

Các 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 cho thấy dấu hiệu có xử lý chiếu xạ, dấu hiệu địa chất tồn dư hoặc có mẫu hỗn hợp pha loãng của vật liệu đã chiếu xạ. Áp dụng các phép phân tích được nêu trong TCVN 7412 (EN 1788) hoặc phương pháp chuẩn khác được nêu trong TCVN 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786) hoặc TCVN 7411 (EN 1787) hoặc phương pháp đã được đánh giá xác nhận khác được khuyến cáo đối với tất cả các mẫu cho tín hiệu sàng lọc trung gian.

#### 8.2.2 PSL hiệu chuẩn

Các kết quả hiệu chuẩn trung gian có thể cho thấy quá trình 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 cho thấy mẫu chưa chiếu xạ có độ nhạy thấp. Trong trường hợp này nên sử dụng các phép phân tích TL được nêu trong TCVN 7412 (EN 1788) hoặc phương pháp chuẩn khác được nêu trong TCVN 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786) hoặc TCVN 7411 (EN 1787) hoặc phương pháp đã được đánh giá xác nhận khác được khuyến cáo đối với các trường hợp này.

## TCVN 7746:2017

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

### 8.3 Kết quả dương tính

#### 8.3.1 PSL sàng lọc

Các kết quả sàng lọc dương tính (lớn hơn  $T_2$ ) cho thấy mẫu đã được chiếu xạ. Đối với các mẫu chưa chiếu xạ có độ nhạy PSL cao (có dấu hiệu địa chất tồn dư 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 cho thấy mẫu đã được chiếu xạ.

Các trường hợp có kết quả PSL sàng lọc và PSL hiệu chuẩn từ dãy mẫu thử gần với ngưỡng  $T_2$  thì phải phân tích bằng phương pháp được nêu trong TCVN 7412 (EN 1788) hoặc phương pháp chuẩn khác được nêu trong TCVN 7408 (EN 1784), TCVN 7409 (EN 1785), TCVN 7410 (EN 1786) hoặc TCVN 7411 (EN 1787) hoặc phương pháp đã được đánh giá xác nhận khác.

Các mẫu thuần cho kết quả PSL hiệu chuẩn dương tính cao hơn rất nhiều so với các kết quả âm tính của chúng hoặc kết quả sàng lọc trung gian là các mẫu chưa chiếu xạ.

Trong các trường hợp tín hiệu PSL hiệu chuẩn lớn hơn hai bậc hoặc nhiều hơn so với các tín hiệu PSL sàng lọc thì mẫu có thể chứa các hỗn hợp pha trộn đã chiếu xạ. Việc 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 (từ 1 bậc đến 2 bậc) thì có thể phép phân tích bị lỗi và cần 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 của PSL của mẫu phụ thuộc vào hàm lượng và loại khoáng có trong mỗi mẫu. Tín hiệu thấp dưới ngưỡng ( $T_1$ ) thường liên quan đến vật liệu chưa được 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 phương pháp đã được chuẩn hóa hoặc phương pháp đã được đánh giá xác nhận khác.

Nhìn chung, phép đo PSL hiệu chuẩn nên tiến hành trên nhuyễn thể có hàm lượng khoáng thấp hơn các mẫu gia vị sạch (hạt nhục đậu khấu, hạt tiêu đen và hạt tiêu trắng dạng bột) để tránh kết quả âm tính giả.

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

Sự có mặt của muối trong sản phẩm cũng có thể hạn chế cường độ PSL tới mức che khuất tín hiệu của các 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.

Khi đánh giá kết quả, người phân tích cần xem xét mẫu có bị tẩy quang vô tình hay cố ý trước khi chuyển đến phòng thử nghiệm hay không.

## 10 Đánh giá xác nhận

Đối với nhuyễn thể, phương pháp này đã được thử nghiệm do SURRC đại diện cho Bộ Nông nghiệp, Thủy sản và thực phẩm (MAFF) Anh [1] tổ chức với 5 phòng thử nghiệm tham gia, mỗi phòng phân tích 10 mẫu mù đã chiếu xạ và 5 mẫu mù chưa chiếu xạ từ 5 loài động vật sống ở vùng nước ấm và nước lạnh. 10 mẫu đã chiếu xạ bao gồm một trong 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 lặp lại 6 lần trên mẫu nguyên con và lặp lại 6 lần trên mẫu của các loài động vật có ruột đã chiếu xạ đó trong 60 s, trong mỗi trường hợp sử dụng hai kết quả cao nhất để thực hiện 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 75 mẫu được phân loại đúng (xem Bảng 1). Phép đo PSL hiệu chuẩn được thực hiện tiếp theo đó bỏ qua các mẫu có độ nhạy thấp. Các kết quả định tính đồng nhất đã nhận được từ cả hai phép đo sàng lọc và hiệu chuẩn.

**Bảng 1 – Kết quả sàng lọc PSL từ phép thử liên phòng trên nhuyễn thể**

	Đã chiếu xạ		Chưa chiếu xạ	
	Nhận dạng đúng	Âm tính giả	Nhận dạng đúng	Dương tính giả
Nhuyễn thể <sup>a</sup>	100 (100 %)	0 (0 %)	50 (100 %)	0 (0 %)

<sup>a</sup> Kết quả này tương ứng với 75 mẫu mù, 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 khác do SURRC đại diện cho MAFF [1] tổ chức có 8 phòng thử nghiệm tham gia thử nghiệm 40 loại thảo mộc và gia vị và 4 mẫu mù hỗn hợp chưa chiếu xạ hoặc đã chiếu xạ với liều cực đại 10 kGy. Sử dụng ngưỡng  $T_1 = 700$  số đếm/60 s,  $T_2 = 5\ 000$  số đếm/60 s và các lần đo 60 s 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), dẫn đến 577 lần phân loại định tính dựa vào số lần đọc âm tính và dương tính của thiết bị đo. Tình trạng chiếu xạ của 569 mẫu (98,6 % kết quả dương tính hoặc âm tính) đã được nhận dạng đúng. 8 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). Các 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 quá trình chiếu xạ. Điều này cho phép phân loại các mẫu này là chưa chiếu xạ, vì vậy xử lý đúng 60 % các trường hợp trung gian. Còn lại 22 mẫu trung gian (5,5 % trong số 400 mẫu kiểm tra) cho phản ứng âm tính hoặc trung gian với chiếu xạ, cần kiểm tra thêm các mẫu này bằng một số phương pháp đã được chuẩn hóa hoặc đã được đánh giá xác nhận khác như phương pháp nêu trong TCVN 7412 (ISO 1788).

Nghiên cứu này cũng được thực hiện trên 4 mẫu gia vị hỗn hợp đã 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 phát hiện các thành phần phụ đã chiếu xạ là hỗn hợp mẫu có độ nhạy khác nhau có thể hạn chế khả năng phát hiện.

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

	Đã chiếu xạ		Chưa chiếu xạ	
	Nhận dạng đúng	Âm tính giả	Nhận dạng đúng	Dương tính giả
Thảo mộc, gia vị, hỗn hợp <sup>a</sup>	320 (93 %) <sup>b</sup>	1 (0,3 %) <sup>b</sup>	249 (78,5 %) <sup>b</sup>	7 (2,2 %) <sup>b</sup>

<sup>a</sup> Tổng số 672 mẫu đã được phân phối đến 8 phòng thử nghiệm. Kết quả sàng lọc PSL được ghi nhận đối với 662 mẫu mù thảo mộc, gia vị và hỗn hợp.

<sup>b</sup> Kết quả này tương ứng với 577 (662 trừ 85) kết quả sàng lọc PSL ban đầu dương tính (đã chiếu xạ) và âm tính (chưa chiếu xạ). Điều này 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:

- a) thông tin cần thiết để nhận dạng mẫu;
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) ngày lấy mẫu và quy trình lấy mẫu (nếu biết);
- d) ngày nhận mẫu;
- e) ngày thử nghiệm;
- f) kết quả thu được;
- g) thời gian bảo quản sau chiếu xạ và trước lần đo PSL thứ hai;
- h) các điểm cụ thể quan sát được trong quá trình thử nghiệm;
- i) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn có thể ảnh hưởng đến kết quả.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [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., Belliaro 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 0 699,299 B1
- [14] 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 kí khí*
- [15] TCVN 7409 (EN 1785), *Thực phẩm – Phát hiện thực phẩm chiếu xạ có chứa chất béo - Phân tích 2-alkylcyclobutanon bằng phương pháp sắc kí khí/phổ khối lượng*
- [16] 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*
- [17] 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*
- [18] 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*
-