



XÁC ĐỊNH BỘT ỚT ĐÃ CHIẾU XẠ BẰNG CƠ CHẾ NHIỆT HUỖNH QUANG

Nguyễn Duy Sang¹

¹ Khoa Phát triển Nông thôn, Trường Đại học Cần Thơ

Thông tin chung:

Ngày nhận: 13/04/2015

Ngày chấp nhận: 17/08/2015

Title:

Detecting irradiated chili powder by thermoluminescence

Từ khóa:

Nhiệt huỳnh quang, bột ớt chiếu xạ, liều chiếu

Keywords:

Thermoluminescence, irradiated chili powder, radiation dose

ABSTRACT

Studying thermoluminescence (TL) phenomenon suggests potential applications of this phenomenon in the radiation field and especially in identifying food samples irradiated in Vietnam. Determining the right radiation dose exposed to the food in the market will help examine the safety of the irradiated food and ensure the health of the consumer. The food samples needed to have silicate minerals separated by a proper process including two steps: enriching minerals and separating density before measuring thermoluminescence. The non-irradiated samples had a low spectral peak while the irradiated ones had a higher peak which gradually increased with respect to the irradiated doses. This paper demonstrates the foundation of the detecting irradiated chili powder on thermoluminescence equipment for a more fully assessment of the applicability of this phenomenon in reality.

TÓM TẮT

Nghiên cứu hiện tượng nhiệt huỳnh quang cho thấy tiềm năng ứng dụng hiện tượng này trong lĩnh vực phóng xạ và đặc biệt là trong việc xác định mẫu thực phẩm chiếu xạ ở Việt Nam. Xác định đúng liều chiếu sẽ kiểm chứng được tính an toàn của thực phẩm chiếu xạ trên thị trường và đảm bảo sức khỏe cho người tiêu dùng. Các mẫu thực phẩm cần được tách khoáng silicat theo một qui trình hợp lý qua hai bước: làm giàu khoáng và tách tỷ trọng trước khi đem nhiệt phát quang. Mẫu không chiếu xạ có đỉnh phổ thấp, các mẫu chiếu xạ có đỉnh cao hơn và tăng dần theo liều chiếu. Bài viết này nêu ra cơ sở của việc xác định mẫu bột ớt đã chiếu xạ trên thiết bị nhiệt huỳnh quang nhằm đánh giá đầy đủ hơn về khả năng ứng dụng của hiện tượng nhiệt huỳnh quang trên thực tế.

1 GIỚI THIỆU

Hiện nay, trên thế giới có trên 55 nước chấp nhận sử dụng thực phẩm, gia vị và trái cây chiếu xạ (Farkas và Moha'csi-Farkas, 2011). Khi nhập khẩu, các sản phẩm nếu không được chiếu xạ hoặc chiếu xạ không đúng liều thì có thể bị trả lại. Ở một số nước, sản phẩm chiếu xạ trong giới hạn cho phép được xem là an toàn cho người tiêu dùng. Một số nước khác, trong đó có Việt Nam, với sản phẩm chiếu xạ, người tiêu dùng vẫn rất e dè khi sử dụng.

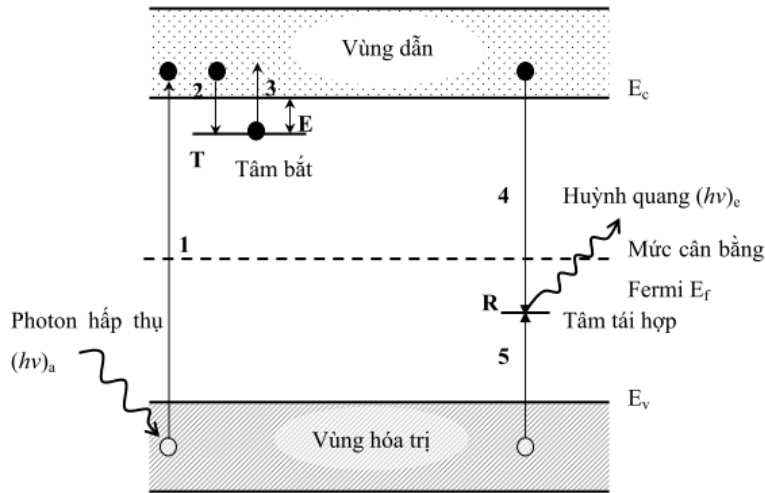
Việc chiếu xạ thực phẩm với liều phù hợp sẽ kéo dài thời gian bảo quản cho thực phẩm, chống nấm mốc đối với trái cây, diệt côn trùng, ký sinh trùng gây bệnh, làm trái cây chậm chín, tránh nấm mốc, chống thối và từ đó có thể sử dụng được lâu hơn. Thực phẩm không được chiếu xạ có thể nhanh hư, thối, nhanh chín, vi khuẩn, côn trùng dễ xâm hại. Tuy vậy, thực phẩm được chiếu xạ quá liều có thể giảm hàm lượng dinh dưỡng, gây mùi. Vì vậy, cần có một phương pháp, nhằm kiểm tra tính trung

thực của các sản phẩm này. Việc xác định sản phẩm chiếu xạ đối với bột ớt là vấn đề mới chưa được quan tâm và hiện chưa có nghiên cứu nào.

1.1 Hiện tượng nhiệt huỳnh quang

Hiện tượng nhiệt huỳnh quang (TL) là hiện tượng phát ra ánh sáng từ các chất cách điện hoặc chất bán dẫn khi chúng được nung nóng. Xác định được lượng TL phát ra ta có thể xác định được liều bức xạ ion hóa đã chiếu lên mẫu. Đây là cơ sở của kỹ thuật đo liều bằng phương pháp TL trong việc xác định mẫu đã chiếu xạ.

Dựa trên lý thuyết vùng năng lượng và mô hình nguyên tử cô lập, nguyên tử chất bán dẫn hoặc chất cách điện có vùng hóa trị, vùng dẫn và ở giữa là vùng cấm. Bẫy nằm trên mức cân bằng Fermi và do vậy nó hoàn toàn trống rỗng trong trạng thái cân bằng (trước khi hấp thụ bức xạ), nó được gọi là thể bẫy electron. Tâm tái hợp nằm bên dưới mức Fermi nên nó được chiếm đầy các electron và được gọi là thể bẫy lỗ trống. Cơ chế đơn giản giải thích hiện tượng TL trình bày ở Hình 1 (McKeever, 2000).



Hình 1: Cơ chế đơn giản giải thích hiện tượng TL

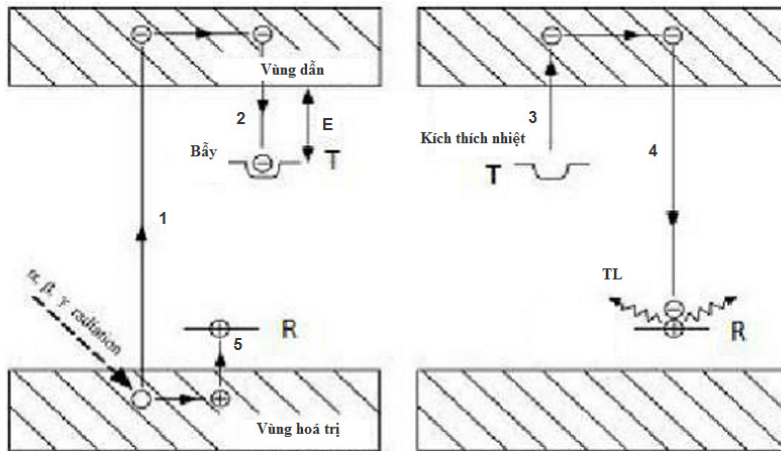
Với năng lượng bức xạ hấp thụ $(hv)_a > E_c - E_v$ (lớn hơn bề rộng vùng cấm) sẽ dẫn đến quá trình ion hóa các electron hóa trị tạo ra các electron tự do trong vùng dẫn và các lỗ trống tự do trong vùng hóa trị (dịch chuyển 1). Khả năng tái hợp trực tiếp các electron và lỗ trống qua vùng cấm ít xảy ra hơn tái hợp gián tiếp, nhất là đối với chất bán dẫn và chất cách điện có vùng cấm rộng. Vì vậy, quá trình tái hợp xảy ra, đầu tiên các lỗ trống bị bẫy ở tâm tái hợp R (dịch chuyển 5). Sự tái hợp diễn ra qua việc hủy các lỗ trống bị bẫy bởi các electron tự do (dịch chuyển 4). Trong mẫu này, nếu sự dịch chuyển tái hợp là do bởi kích thích nhiệt thì quá trình này được xem là sự phát TL.

Ngoài ra, các electron tự do cũng có thể bị bẫy tại mức T (dịch chuyển 2). Trong trường hợp này, sự tái hợp chỉ có thể xảy ra, nếu electron bị bẫy hấp thụ đủ năng lượng (E) để quay trở lại vùng dẫn.

Thời gian sống của electron và lỗ trống là rất ngắn và nó bị bắt bởi các tâm tương ứng (người ta gọi mẫu lúc này ở trạng thái kích thích). Khi nhiệt độ tăng, các electron được giải phóng nhiều hơn và quá trình tái hợp xảy ra làm giảm nồng độ các lỗ trống và làm tăng cường độ TL. Khi các electron bẫy ít dần, tốc độ tái hợp cũng giảm và theo đó cường độ TL cũng giảm theo. Quá trình này tạo ra đỉnh TL đặc trưng.

1.2 Nguyên tắc xác định thực phẩm đã chiếu xạ bằng cơ chế nhiệt huỳnh quang

Các chất khoáng silicat lẫn trong thực phẩm dự trữ năng lượng thông qua quá trình bẫy nạp nhờ tác dụng của chiếu xạ. Khi đốt nóng, các chất khoáng silicat có sự giải phóng năng lượng sẽ làm xuất hiện các đường TL có thể đo được. Nguyên tắc xác định thực phẩm đã chiếu xạ bằng cơ chế TL mô tả ở Hình 2 (Furetta, 2003).



Hình 2: Nguyên lý xác định thực phẩm đã chiếu xạ bằng cơ chế TL

Khi chiếu các bức xạ như alpha, beta hay gamma vào các chất silicat lẫn trong thực phẩm dẫn đến quá trình ion hóa các electron hóa trị tạo ra các electron tự do trong vùng dẫn và các lỗ trống tự do trong vùng hóa trị (dịch chuyển 1). Các electron tự do có thể bị bẫy tại mức T (dịch chuyển 2). Nếu electron bị bẫy hấp thụ đủ năng lượng (E) sẽ quay trở lại vùng dẫn. Ở đây, do kích thích nhiệt sẽ có sự dịch chuyển của electron về vùng dẫn (dịch chuyển 3). Sự tái hợp sẽ tạo ra các đường TL đặc trưng, được tạo ra qua việc hủy các lỗ trống bị bẫy bởi các electron tự do (dịch chuyển 4) và các lỗ trống bị bẫy ở tâm tái hợp R (dịch chuyển 5).

2 PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1 Chuẩn bị mẫu cho phân tích và chiếu xạ

Bột ớt được thu mua từ các chợ sau đó được đóng gói trong túi nhựa và được chia thành từng lô nhỏ có mã số riêng. Một trong số chúng không chiếu xạ, số còn lại được chiếu xạ tại VinaGamma với bức xạ gamma theo tiêu chuẩn dùng máy Cobalt-60. Mẫu cần xử lý ở nhiệt độ thích hợp không quá cao, hạn chế ánh sáng mặt trời chiếu lên mẫu làm giảm tín hiệu TL.

2.2 Tách lấy khoáng chất

2.2.1 Yêu cầu của việc tách khoáng

Các chất khoáng silicat đã tách lấy từ bột ớt không được chứa các hợp chất hữu cơ (EN 1788, 2001). Việc có mặt chất hữu cơ có thể sinh ra sự phát quang giả, hoặc có thể làm mờ đường TL. Các mẫu có chứa chất hữu cơ sẽ bị đen đi khi đo TL. Trong quá trình tách khoáng cần phải tránh ánh sáng, không để mẫu phơi ra dưới ánh sáng mạnh hoặc phơi ra ngoài ánh sáng để tránh tẩy trắng quang học, thực hiện trong điều kiện ánh sáng dịu.

Lượng khoáng silicat cần thiết cho phép phân tích TL là khoảng từ 0,1 mg đến 5 mg.

2.2.2 Quy trình tách khoáng

a. Làm giàu khoáng

- Xử lý mẫu trong cốc bằng bể siêu âm trong khoảng 5 phút để tách các khoáng dính bám.

- Cho từng phần mẫu đã qua sàng nilông có cỡ lỗ 125 μm vào trong cốc lớn từ 500 mL đến 1000 mL mỗi lần rửa kỹ chất khoáng bằng nước sử dụng bình tia. Loại bỏ các thành phần trên sàng. Đối với mỗi một mẫu sử dụng một sàng nilông mới. Để lắng trong khoảng 5 phút.

- Gạn hết nước trong cốc cùng với các chất hữu cơ, giữ lại các chất khoáng cùng với vài mililit nước. Nếu vẫn còn sót lại một lượng lớn các hợp chất hữu cơ thì thêm nước vào cốc sao cho lượng chứa trong cốc đạt được từ 1 cm đến 2 cm tính từ đáy, khuấy, chờ khoảng từ 5 giây đến 10 giây cho lắng hết khoáng và gạn lại. Lặp lại bước này cho đến khi chỉ còn một lượng nhỏ chất hữu cơ còn sót lại với chất khoáng.

- Dùng pipet Pasteur chuyển phần chất khoáng vào ống ly tâm. Cho ly tâm 1 phút ở 1000 g. Cách khác, để lắng trong 5 phút. Gạn bỏ hoặc hút loại nước để lại phần khoáng.

b. Tách tỷ trọng

- Thêm 5 mL dung dịch natri polytungstat vào phần khoáng đựng trong ống ly tâm. Lắc mạnh (dùng máy Vortex) và khuấy mạnh trong bể siêu âm trong khoảng 3 phút hoặc từ 5 phút đến 15 phút.

- Cho ly tâm trong 2 phút ở 1000 g. Khoáng silicat (tỷ trọng từ 2,5 g/mL đến 2,7 g/mL) sẽ lắng xuống còn các chất hữu cơ thì nổi lên.

– Cần thận cho nước phủ lên dung dịch polytungstat để thuận tiện cho việc loại bỏ chất hữu cơ. Chiết lớp nước phía trên và chất hữu cơ bằng cách gạn hoặc hút chân không để lại phần chất khoáng trong lớp polytungstat phía dưới. Nếu cần, làm sạch ống ly tâm bằng giấy ướt. Nếu tất cả chất hữu cơ không loại bỏ được hết, thì dùng nước để phủ lên dung dịch polytungstat và chiết lại. Cách khác, gạn hết dung dịch polytungstat và chất hữu cơ và nếu cần thì làm sạch ống ly tâm bằng giấy ướt.

– Để hòa tan các muối cacbonat bám vào các khoáng silicat, thì thêm từ 1 mL đến 2 mL axit clohydric nồng độ 1 mol/L, khuấy và để yên

10 phút.

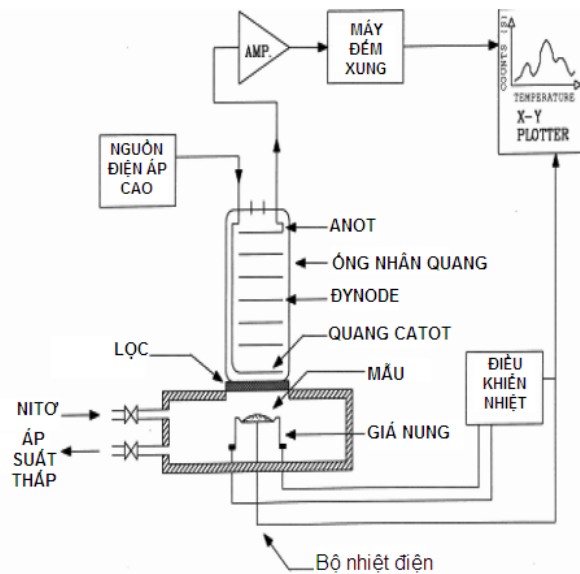
– Trung hòa axit bằng dung dịch amoni hydroxit, cho nước vào đáy ống ly tâm, để lắng chất khoáng hoặc cho ly tâm ngay. Loại bỏ lớp phía trên và rửa cặn khoáng hai lần bằng nước.

– Loại phần nước còn lại, thêm khoảng 3 mL axeton và khuấy. Nếu axeton trở lên đục màu thì loại bỏ và cho thêm axeton mới.

2.3 Đo tín hiệu TL

2.3.1 Nguyên lý

Sơ đồ bố trí hệ thống đo TL được chỉ trong Hình 3 (Jensen, 1997).



Hình 3: Sơ đồ nguyên lý hệ đo TL

Hệ đo TL trong nghiên cứu được thực hiện tại phòng thí nghiệm an toàn bức xạ thuộc Viện Nghiên cứu Hạt nhân Đà Lạt. Máy đọc liều Rexion UL-320 được dùng để xác định liều bức xạ (gamma, neutron và tia X) và được ứng dụng trong việc định liều cá nhân, giám sát môi trường hoặc xác định liều trong y khoa. Hệ đọc liều UL-320 có thể dùng cho tất cả các dạng vật liệu TL cơ bản.

Khi chu trình TL hoàn thành, đường cong TL và tập tin nhiệt độ sẽ được hiển thị và lưu trữ trong các tập tin analysis.

2.3.2 Đo tín hiệu TL

Rửa sạch đĩa bằng thép không gỉ, xử lý trong bể siêu âm sấy khô trong tủ sấy và bảo quản trong các điều kiện không bụi. Dùng pipet Pasteur chuyển phần khoáng đã tách trong axeton sang đĩa. Sau khi hút dung dịch khoáng vào pipet, chất khoáng lắng

đọng ngay ở đầu hút của pipet và có thể được chuyển từng giọt dễ dàng với lượng đủ sang đĩa (axeton bay hơi giữa mỗi lần nhỏ giọt). Để đĩa ở 50°C qua đêm trong tủ sấy.

Để so sánh các phép phân tích khác nhau, cần đảm bảo các điều kiện đo giống hệt nhau. Thường xuyên đo nền của máy đọc TL và đảm bảo rằng máy vẫn giữ được mức ổn định. Định kỳ làm sạch bộ lọc quang và tấm gia nhiệt (tấm kim loại) bằng etanol.

Để giảm TL giả, thổi luồng khí nitơ vào buồng gia TL, ở tốc độ dòng ổn định trong suốt quá trình đo.

a. Điều kiện đo

Các điều kiện sau đây cho thấy thích hợp:

Nhiệt độ ban đầu: 70°C

Tốc độ gia nhiệt: 6°C/s

Nhiệt độ cuối cùng: từ 350°C đến 500°C

b. Đo đường phát quang

Đặt đĩa cùng với cặn khoáng lên bộ gia nhiệt của máy đọc TL và cho phát quang trong các điều kiện quy định.

3 KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

Kết quả xác định các mẫu ốt với liều chiếu 10 kGy, 5 kGy, không chiếu xạ trên thiết bị TL nhận thấy các mẫu không chiếu xạ có số đếm tổng rất thấp, trong khi các mẫu đã chiếu xạ có số đếm tổng cao và tăng dần theo liều chiếu xạ (Bảng 1).

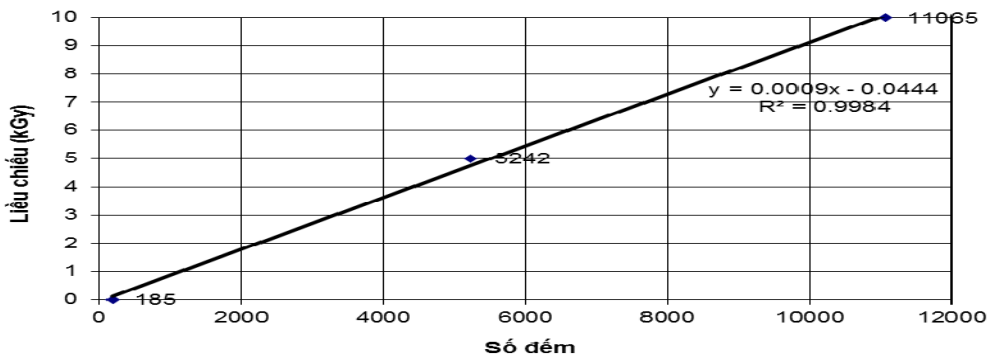
Tín hiệu TL sẽ giảm đi nếu để mẫu theo thời gian kéo dài qua nhiều tháng. Cường độ TL phụ thuộc vào liều hấp thụ và gia tăng theo liều

hấp thụ.

Bảng 1: Kết quả đo mẫu ốt chiếu xạ 0 kGy, 5kGy, 10kGy

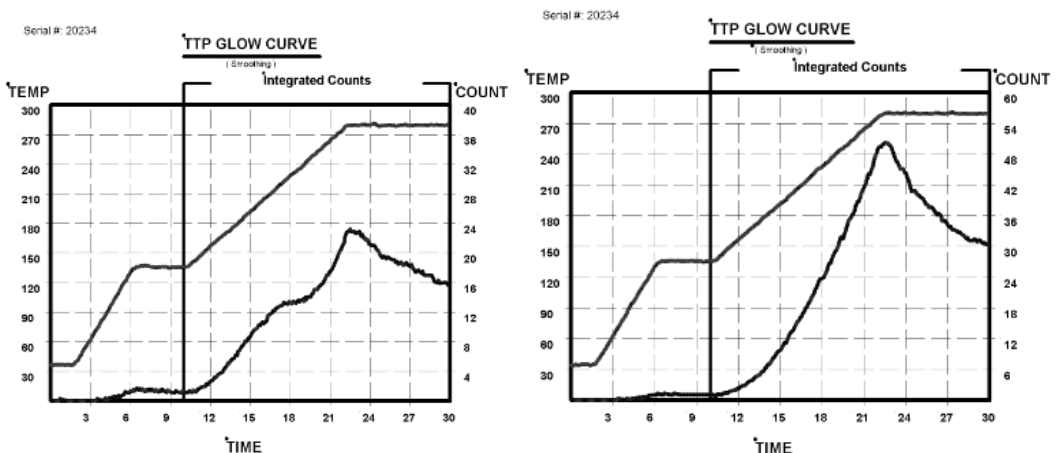
Mẫu đo	Liều chiếu (KGy)	Số đếm tổng	
		Đo lần 1	Đo lần 2
1	0	185	183
2	5	5242	5187
3	10	11065	10962

Độ nhạy TL của vật liệu là khả năng bức xạ TL tính trên một đơn vị liều. Xuất phát từ bản chất của hiệu ứng TL: cường độ TL tỉ lệ với liều bức xạ ion hóa mà mẫu hấp thụ, tổng số đếm TL tỉ lệ với liều bức xạ ion hóa. Theo đó, ta cần 2 điểm là có thể xây dựng được đường tuyến tính cho độ nhạy TL (Hình 4). Như vậy, nếu số đếm lớn hơn nhiều so với 185 thì có thể kết luận sản phẩm bột ốt đã qua chiếu xạ.



Hình 4: Đồ thị tuyến tính xác định độ nhạy TL

Có sự phân biệt khá rõ ràng giữa mẫu chiếu xạ với liều chiếu 5 kGy và mẫu chiếu xạ với liều chiếu 10 kGy (Hình 5)



Phổ TL của ốt khi bị chiếu xạ 5 kGy

Phổ TL của ốt khi bị chiếu xạ 10 kGy

Hình 5: So sánh phổ TL của 2 mẫu bột ốt chiếu xạ 5 kGy và 10 kGy: Đường phía trên là tốc độ gia nhiệt; đường phía dưới là phổ TL

Tiến hành kiểm tra năm mẫu bột ớt ngẫu nhiên trên thị trường, các mẫu được mua ở siêu thị sau đó được đem đi tách lấy khoáng silicat và đo trên máy đo TL. Bảng 2 cho thấy số đếm rất cao, chứng tỏ các mẫu này đã bị chiếu xạ thương mại nhằm đạt được mục đích bảo quản của nhà sản xuất.

Bảng 2: Kết quả đo năm mẫu bột ớt tại siêu thị

Mẫu đo	Địa chỉ nhà sản xuất	Số đếm tổng
1	Quận Thủ Đức, TP. HCM	6517
2	Quận Thủ Đức, TP. HCM	6653
3	Quận 9, TP. HCM	6459
4	Quận 9, TP. HCM	5963
5	Bình Dương	5717

4 KẾT LUẬN

Kết quả xác định bột ớt đã chiếu xạ cho thấy các loại bột ớt trên thị trường hầu hết đã được chiếu xạ: đo năm mẫu ớt trên thị trường cả năm mẫu đều xác định là đã chiếu xạ, tuy nhiên không có dán nhãn chiếu xạ theo qui định. Nghiên cứu bước đầu tạo cơ sở kiểm tra bột ớt trên thị trường đã chiếu xạ hay chưa, liều chiếu xạ có nằm trong giới hạn cho phép hay không. Việc xác định chính

xác liều chiếu là vấn đề cần tiếp tục đi sâu vào nghiên cứu và ứng dụng, từ đó có thể áp dụng phương pháp này để xác định liều lượng chiếu xạ cho các thực phẩm, rau củ và nông sản khác.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. EN 1788, 2001. Foodstuffs-detection of irradiated food from which silicate minerals can be isolated: method by thermoluminescence, Brussels, Belgium.
2. Farkas, J., Moha'csi-Farkas, C., 2011. History and future of food irradiation. Trends Food Sci. Technol. 22, 121–126.
3. Furetta C., 2003. Handbook of Thermoluminescence. Physics Department. Rome University. Italy.
4. Jensen LB, 1997. Luminescence techniques: instrumentation and methods. Radiation Measurements 27(5/6):749–768.
5. McKeever S.W.S. 2000. "Thermoluminescence of Solids", Cambridge University, England.