

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2214—2012

辐照食品鉴定 光释光法

Determination of irradiated food—Photostimulated luminescence
(EN 13751:2009, 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 EN 13751:2009 Foodstuffs—Detection of irradiated food using photostimulated luminescence。

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。

本标准主要起草人：王锋、哈益明、周洪杰、李庆鹏、范蓓、李安。

辐照食品鉴定 光释光法

1 范围

本标准规定了食品辐照与否的光释光快速筛查方法。

本标准适用于贝类、中草药、香辛料和调味品类产品。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

光释光(PSL) photostimulated luminescence

样品中俘获的辐射能量经光激发后以光的形式释放出来的现象。

2.2

PSL 强度 PSL intensity

样品经光激发后检测到的发光量,以光子计数率表示。

2.3

筛查 PSL screening PSL

样品初次测量的 PSL 强度。

2.4

校正 PSL calibrated PSL

初始 PSL 测量后,同一样品用已知剂量辐照后测量的 PSL 强度。

2.5

阈值 thresholds

在筛查模式下,用于样品辐照与否判定的 PSL 强度,包括一个低阈值(T_1)和一个高阈值(T_2)。

2.6

阴性 PSL 结果 negative PSL result

PSL 强度低于低阈值。

2.7

中间 PSL 结果 intermediate PSL result

PSL 强度在低阈值和高阈值之间。

2.8

阳性 PSL 结果 positive PSL result

PSL 强度高于高阈值。

2.9

黑暗计数 dark count

无光刺激时,对空样品容器获得的光子计数率。

2.10

光计数 light count

将参考光源(比如装有 ^{14}C 的闪烁体,或者等效物)置于样品容器中得到的光子计数率。

2.11

空容器运行 empty chamber run

从空样品容器测得的 PSL 强度,从而保证容器无样品污染。

3 原理

3.1 概述

中草药、香辛料和调味品中的硅酸盐,贝壳或者甲壳类动物外壳中的方解石以及骨或牙齿中的羟磷灰石经电离辐射后能储存能量。通过光刺激将储存的能量释放,激发出光谱产生 PSL 信号,利用光释光仪记录的光子数反应 PSL 信号强度。采用比较光子数阈值的方法进行样品辐照与否的判定。

3.2 PSL 筛查

筛查 PSL 信号大小与两个阈值相比较。信号若高于高阈值水平则表明样品经过辐照处理,信号若低于低阈值表明样品未经辐照。信号介于两个阈值之间的中间信号表明它们需要进行 PSL 校正。

3.3 PSL 校正

PSL 筛查后,被检样品经已知辐射剂量照射,再次测量 PSL 信号。若 PSL 信号没有显著增强则表明样品经过辐照处理;若 PSL 信号显著增强则表明样品未经辐照。

4 试剂

蒸馏水或去离子水。

5 仪器

5.1 PSL 测量系统

由样品容器、光激发源、脉冲刺激仪和同步光子计数系统组成。

5.2 测量盘

应配有多个可替换的直径 5 cm 的测量盘。

5.3 辐射源

在校正 PSL 强度时,应能对样品照射给定的剂量。对贝类和草药、香料和其他混合物,电离辐射的照射剂量为 1 kGy,通常为⁶⁰Co 辐射源或 X 射线装置。

6 样品保存

在分析测量前,样品应避光保存。

7 分析步骤

样品的加样和处理应在柔和的灯光下进行。样品放入一次性测量盘,置于光释光测量系统中。

7.1 中草药、香辛料和调味品的样品准备

将样品置于测量盘,备双样,分别检测。如果两次检测结果与判定阈值相比不一致,则将样品按 4 等分法重新进行检测,取其中最高的两个检测值作为结果判定依据,以此类推。

7.2 甲壳类动物的样品准备

将带壳样品或去壳样品放入测量盘中,并将肠子部位朝上放置。如个体较大则应适当切割以适合测量盘的大小;也可直接取甲壳类动物的肠子(不少于 6 根)放入测量盘中进行测量。

7.3 仪器设置

7.3.1 辐照食品筛查系统设定个体测量参数(循环时间,阈值和数据记录条件)来记录光子计数。仪器的设置包括检查黑暗计数和光计数,确定测量参数和检查辐照与未辐照标准材料。

7.3.2 草药和香料的阈值设定: $T_1=700$ 计数/min 和 $T_2=5\,000$ 计数/min。而甲壳类动物,阈值设定

在 $T_1=1\,000$ 计数/min 和 $T_2=4\,000$ 计数/min。

7.3.3 应进行空容器运行检测,以保证容器未受污染。此步骤至少每测量 10 个样品和发现阳性结果样品之后要重复一次。

7.4 筛查测量

进行样品检测并记录特定测量时间得到的结果。筛查测量的结果根据预先设定的阈值进行判定,测量应在弱光下进行。

7.5 校正测量

筛查检测后的样品,测量盘应加盖保存以防止样品损失或污染。且应避免剧烈晃动。用电离辐射源再经 1 kGy 辐射剂量辐照后,样品在室温避光保存 12 h(甲壳类动物和其他易腐烂样品应冷藏)再进行校正测量,测量应在弱光下进行。

8 结果判定

8.1 阴性结果

8.1.1 筛查 PSL

阴性筛查结果($<T_1$)表示样品很可能未经辐照,但如果辐照样品没有足够的 PSL 强度也会可能出现阴性结果。

8.1.2 校正 PSL

阴性校正结果($<T_1$)伴随阴性筛查结果表示 PSL 强度不足,表明该样品不能被判定。

阴性校正结果伴随非阴性筛查结果($\geq T_1$)表示检测有误,应通过初始样品进行再次测量。

8.2 中间结果

8.2.1 筛查 PSL

中间分析结果($\geq T_1, \leq T_2$)不能直接得出样品辐照与否的判定。

8.2.2 校正 PSL

校正中间结果伴随筛查中间结果,表示样品有可能是辐照样品。

校正中间结果伴随阴性筛查结果,表示样品很可能是低敏感性未辐照样品。

校正中间结果伴随高度阳性筛查结果($\gg T_2$)表示检测有误。

校正中间结果伴随接近 T_2 的阳性筛查结果,表示样品可能经过高于校正剂量的辐照。

8.3 阳性结果

8.3.1 筛查 PSL

阳性筛查结果($>T_2$)表示样品很可能经过辐照处理,但对于高 PSL 敏感性(高残留信号)的未辐照样品偶尔也会出现阳性筛查结果。

8.3.2 校正 PSL

阳性校正结果($>T_2$)与筛查结果同数量级表示很可能为辐照样品,但阳性校正结果与筛查结果同时略大于 T_2 阈值,则不能直接得出样品辐照与否的判定。

阳性校正结果远高于阴性或中间筛查结果则很可能是未经辐照的样品。

阳性校正结果远小于筛查结果(相差 1 个到 2 个数量级)表示检测可能有误,应再次检测。