



中华人民共和国国家标准

GB 31643—2016

食品安全国家标准

含硅酸盐辐照食品的鉴定 热释光法

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 NY/T 1207—2006《辐照香辛料及脱水蔬菜热释光鉴定方法》和 NY/T 1390—2007《辐照新鲜水果、蔬菜热释光鉴定方法》。

本标准与 NY/T 1207—2006 和 NY/T 1390—2007 相比,主要变化如下:

- 增加了“热释光”科学定义;
- 增加了样品前处理和热释光测量过程的注解。

食品安全国家标准

含硅酸盐辐照食品的鉴定 热释光法

1 范围

本标准规定了一种检测食品是否接受过辐照的鉴定方法。

本标准适用于可分离硅酸盐的香辛料、脱水蔬菜、新鲜水果和蔬菜等食品。

2 术语和定义

热释光(Thermoluminescence): 硅酸盐矿物质在被加热时,原来被吸收在晶格陷阱中的辐射能量以光子形式释放出来的现象。

3 原理

黏着在食品表面的硅酸盐矿物质在接受电离辐射时,能够通过电荷捕获方式储存辐射能量。这些硅酸盐被分离出来后置于一定的高温环境,就会以光的形式释放储存的能量,这种现象被称为热释光。测量并记录热释光信号形成热释光曲线。

热释光强度可用热释光曲线的面积积分值表示。硅酸盐矿物质的种类和数量不同,产生的热释光信号也不同。为了消除硅酸盐种类的差别,需对样品进行两次热释光测定。以 G_1 表示样品硅酸盐的热释光一次发光曲线面积积分值;给予样品确定剂量的辐照后,再次测定样品的热释光,并且用 G_2 表示二次发光曲线的面积积分值,最终用 G_1/G_2 值判定样品是否经过辐照。

4 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 试剂

4.1.1 盐酸(HCl)。

4.1.2 过氧化氢(H_2O_2)。

4.1.3 丙酮[(CH_3)₂CO]。

4.1.4 多钨酸钠($3Na_2WO_4 \cdot 9WO_3 \cdot H_2O$)。

4.2 试剂配制

4.2.1 1 mol/L 的盐酸溶液:量取盐酸 90 mL,加水稀释至 1 000 mL。

4.2.2 1.7 g/mL 的多钨酸钠溶液:称取 700 g 多钨酸钠,溶于适量水中,再定容至 1 000 mL。

5 仪器和设备

5.1 热释光剂量仪:测量范围:0.1 Gy~10 kGy;线性加热速率:1 °C/s~40 °C/s。

- 5.2 超声波振荡器。
- 5.3 低速离心机:转速 $\geq 1\ 000$ r/min。
- 5.4 恒温干燥箱。
- 5.5 电子天平:感量 0.1 mg。
- 5.6 电离辐射源:对电离辐射源的使用和管理应按 GB 17568 和 GB/T 25306 的规定。

6 分析步骤

6.1 样品前处理

6.1.1 香辛料和脱水蔬菜

称取样品 100 g,置于烧杯中,加入足量水浸泡,混匀静置。超声波处理 5 min,用合适的滤网过滤(比如粗糙样品可以使用孔径 250 μm 的滤网),收集滤液于烧杯中,并且用去离子水对滤网上的滤渣进行冲洗,收集冲洗液于烧杯中,静置。去除上层溶液,保留烧杯底部的矿物质(若有机物无法一次清除,可多次加水浸泡样品,然后将多余溶液去除)。将矿物质转移至离心管中,1 000 r/min 离心 1 min,去除多余水分,保留管底的矿物质沉淀。

6.1.2 新鲜水果和蔬菜

称取样品(水果和茄果类、根茎类蔬菜取样品表皮,厚度不超过 5 mm;叶菜类蔬菜取样品外层叶片)500 g~1 000 g,置于烧杯中,加入足量去离子水浸泡。超声波处理 30 min~60 min,静置沉淀 4 h,去除上层溶液(必要时可用合适的滤网过滤溶液)。将杯底的沉淀转入离心管中,1 000 r/min 离心 10 min,去除多余水分,保留管底的矿物质沉淀。

6.2 矿物质提取

向装有矿物质的离心管中加入 1.7 g/mL 的多钨酸钠溶液 5 mL,剧烈晃动,超声波处理 5 min~15 min。1 000 r/min 离心 2 min,沉淀矿物质。加入适量去离子水覆盖在多钨酸钠溶液上层,然后将上层的水溶液去掉(这一步可反复操作,直到有机物去除干净)。小心去除管中的多钨酸钠溶液,保留管底的矿物质。加入足量的去离子水清洗矿物质两次,静置或低速离心使矿物质沉淀,去除多余水分。

加入 1 mol/L 的盐酸溶液 1 mL~2 mL,混合均匀,静置 10 min。按照过氧化氢与盐酸溶液体积比 2:1 的关系加入适量过氧化氢,混匀,静置反应 12 h。去除上层溶液,用水清洗 2 次,静置,去除多余水分。加入适量丙酮,将矿物质样品转移至干净的样品盘上,置于 50 $^{\circ}\text{C}$ 恒温干燥箱内烘干。

6.3 热释光仪参考条件

- a) 升温速率:6 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$;
- b) 加热温度范围:35 $^{\circ}\text{C}$ ~500 $^{\circ}\text{C}$;
- c) 预热温度:50 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 热释光发光曲线面积积分温度区间:100 $^{\circ}\text{C}$ ~500 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 样品测定

6.4.1 G_1 的测量

称取 6.2 收集到的待测沉淀物 0.1 mg~1 mg,均匀倒入热释光仪的测量小盘中,按 6.3 中 a)~c)规定的条件进行测量,记录发光曲线,按 6.3 中 d)条件取值计算发光曲线面积积分值,以 G_1 表示。

6.4.2 G_2 的测量

将 6.4.1 中测量过的样品和托盘一起置于避光盒中,用电离辐射源给予特定剂量的辐照(香辛料和脱水蔬菜类产品的参比剂量为 1.0 kGy,新鲜水果和蔬菜类产品的参比剂量为 0.5 kGy)。按 6.3 中 a)~c) 规定的条件进行第二次测量,记录发光曲线,按 6.3 中 d) 条件取值计算发光曲线面积积分值,以 G_2 表示。

注:为了确保热释光信号测定的准确性,应该定期对热释光仪进行校正,确保仪器的背景读数保持稳定。有条件的,应该在每次测量前用液氮清洗样品加热室。

7 分析结果的表述

7.1 结果计算

积分面积比值按式(1)计算:

$$f = G_1 / G_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

f —— 积分面积比值;

G_1 —— 第一次测量的发光曲线面积积分值;

G_2 —— 第二次测量的发光曲线面积积分值。

计算结果保留到小数点后两位。

7.2 结果判定

7.2.1 香辛料和脱水蔬菜

若 $f \geq 0.10$, 则判定样品已经过辐照处理。

若 $f < 0.10$, 则判定样品未经过辐照处理。

7.2.2 新鲜水果和蔬菜

若 $f \geq 0.10$, 则判定样品已经过辐照处理。

若 $f < 0.07$, 则判定样品未经过辐照处理。

若 $0.07 \leq f < 0.10$, 则不可判定样品是否经过辐照处理。