

## ĐO PHỔ NHIỆT HUỖNH QUANG CỦA BỘT ỚT VỚI CÁC LIỀU CHIẾU XẠ KHÁC NHAU

NGUYỄN DUY SANG\*

### TÓM TẮT

*Bài báo trình bày việc xác định các liều đã chiếu xạ lên mẫu bột ớt trên nguyên lý phân tích phổ nhiệt huỳnh quang. Trước khi đem nhiệt phát quang, các mẫu cần được tách khoáng silicat theo một quy trình hợp lý gồm hai bước: làm giàu khoáng và tách tỉ trọng. Mẫu không chiếu xạ có đỉnh phổ thấp, các mẫu chiếu xạ có đỉnh cao hơn và tăng dần theo liều chiếu.*

**Từ khóa:** nhiệt huỳnh quang, chiếu xạ, bột ớt, liều chiếu, tách khoáng silicat

### ABSTRACT

#### *Measuring fluorescent thermal-spectrum of chili powder by different dose of irradiation*

*This article presents the determination of the irradiated doses of sample chili powder using the analysis principle of fluorescent thermal-spectrum spectrum. The research result indicates that before measuring fluorescent thermal-spectrum, the samples need to be silicate-separated in a suitable process consisting of two steps: enriching minerals and separating density. The non-irradiated samples have a low spectral peak, while the irradiated ones have a higher peak which gradually increase up to the amount of the irradiated doses.*

**Keywords:** fluorescent thermal-spectrum, chili powder, irradiated doses, silicate separating.

### 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 [4]. Ở một số nước, sản phẩm chiếu xạ trong giới hạn cho phép được xem là an toàn cho người tiêu dùng. Ở nước ta, thực phẩm, gia vị muốn kéo dài thời gian bảo quản, tránh nấm mốc cũng phải chiếu xạ nhưng các nhà sản xuất vẫn không thấy dán nhãn hay logo chiếu xạ theo quy định. 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. Nghiên cứu tách khoáng silicat từ bột ớt hiệu quả sẽ tạo điều kiện thuận lợi cho việc đo phổ nhiệt huỳnh quang (TL). Phân tích phổ nhiệt huỳnh quang cho thấy sự khác biệt về hình dạng, vị trí đỉnh phổ, số đếm và nhiệt độ của từng mẫu đo [2] từ đó xác định được liều của mẫu bột ớt được chiếu xạ.

\* ThS, Trường Đại học Cần Thơ; Email: ndsang@ctu.edu.vn

## 2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

### 2.1. Chuẩn bị mẫu cho phân tích và chiếu xạ

Ớt tươi thu mua từ các chợ, được sấy khô và nghiền thành bột; sau đó đem cân mỗi mẫu khoảng 100g và cho vào các túi nhựa đen, đánh dấu mã số riêng, các mẫu này được dùng làm mẫu chuẩn. 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. Một số mẫu bột ớt khác được mua từ các siêu thị, các mẫu bột ớt này vẫn chưa biết là có chiếu xạ chưa và được dùng làm mẫu để đối chứng.

### 2.2. Thiết bị và hóa chất cần thiết

#### 2.2.1. Thiết bị

Hệ đo nhiệt phát quang (TLD) Rexion UL-320 tại Phòng thí nghiệm an toàn bức xạ thuộc Viện Nghiên cứu Hạt nhân Đà Lạt (hình 1).

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 đo UL-320 có thể dùng cho tất cả các dạng vật liệu nhiệt phát quang cơ bản.



**Hình 1.** Hệ đo TLD tại Viện Nghiên cứu Hạt nhân Đà Lạt

Nguồn bức xạ: nguồn gamma

Bể siêu âm và máy li tâm

Các dụng cụ, thiết bị khác: Ống li tâm Vontex; Tủ sấy đặt ở  $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ .

#### 2.2.2. Hóa chất

Dung dịch natri politungstat  $\text{Na}_6[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}] \times \text{H}_2\text{O}$  có tỉ trọng 2g/ml. Dung dịch này có thể thu hồi và làm sạch để sử dụng lại.

Axit clohydric nồng độ  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ ; dung dịch amoni hydroxit  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 1 \text{ mol/l}$ ; Axeton.

### 2.3. Tách lấy khoáng chất

#### 2.3.1. Yêu cầu của việc tách khoáng

Các chất khoáng silicat đã tách lấy từ bột ớt không được chứa các hợp chất hữu cơ. 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.

Việc tách khoáng được thực hiện tại Phòng thí nghiệm Hóa Sinh Khoa Khoa học Tự nhiên Trường Đại học Cần Thơ. Lượng khoáng silicat cần thiết cho phép phân tích TL là khoảng từ 0,1mg đến 5mg.

#### 2.3.2. Quy trình tách khoáng

Quy trình gồm 2 bước: làm giàu khoáng và tách tỉ trọng [3]

- Làm giàu khoáng: Xử lí mẫu trong cốc bằng bể siêu âm trong khoảng 5 phút để tách các khoáng dính bám. Cho từng phần mẫu khoáng 20g qua sàng nilông có cỡ lỗ 125 $\mu$ m, sau đó cho vào trong cốc lớn 1000ml mỗi lần rửa kĩ chất khoáng bằng nước cất sử dụng bình tia, loại bỏ các thành phần trên sàng. 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 khoảng 1cm 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. Chuyển phần chất khoáng vào ống li tâm dùng pipet Pasteur. Cho li tâm 1 phút ở 1000g.

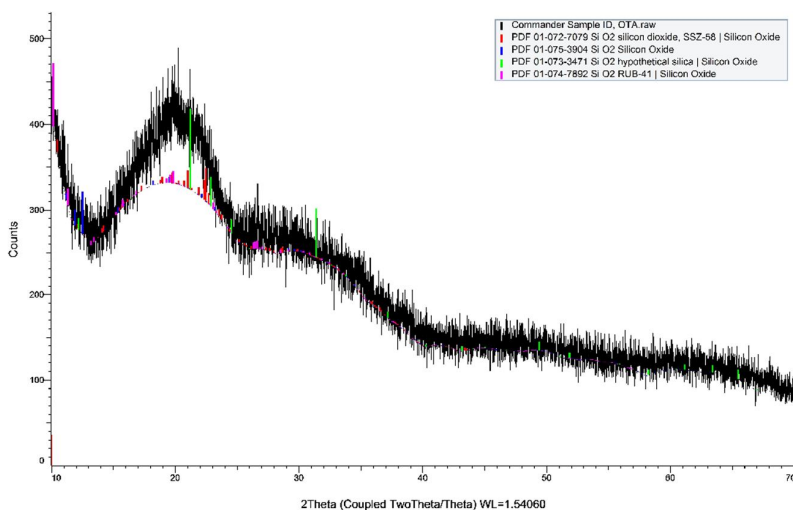
- Tách tỉ trọng:

Thêm 5ml dung dịch natri politungstat vào phần khoáng đựng trong ống li tâm. Khuấy mạnh trong bể siêu âm trong khoảng 5 phút. Cho li tâm trong 2 phút ở 1000g. Khoáng silicat (tỉ trọng từ 2,5 g/ml đến 2,7 g/ml) sẽ lắng xuống còn các chất hữu cơ thì nổi lên. Cho nước phủ lên dung dịch politungstat để thuận tiện cho việc loại bỏ chất hữu cơ. Chiết lớp nước phía trên và chất hữu cơ bằng cách gạn để lại phần chất khoáng trong lớp politungstat phía dưới. Nếu tất cả chất hữu cơ không loại bỏ được hết, thì dùng nước để phủ lên dung dịch politungstat và chiết lại. Để hòa tan các muối cacbonat bám vào các khoáng silicat, thì thêm khoảng 2ml axit clohydric  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ , khuấy và để yên 10 phút.

Trung hòa axit bằng dung dịch amoni hydroxit, cho nước vào đầy ống li tâm, để lắng chất khoáng. 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. Dùng pipet Pasteur chuyển phần khoáng đã tách trong axeton sang đĩa và để đĩa ở 50°C qua đêm trong tủ sấy. Mẫu sau đó được nghiền thành bột trước khi đem cân và kiểm tra lượng khoáng.

### 2.3.3. Kiểm tra mẫu sau khi tách khoáng

Sau khi tách khoáng xong, mẫu được đem đi kiểm tra trên máy đo nhiễu xạ tia X tại phòng thí nghiệm nhiễu xạ tia X (XRD) Khoa Khoa học Tự nhiên Đại học Cần Thơ nhằm xác định sự có mặt của khoáng chất silicat trong mẫu (hình 2).



Hình 2. Phổ XRD của bột ốt sau khi tách lấy khoáng silicat

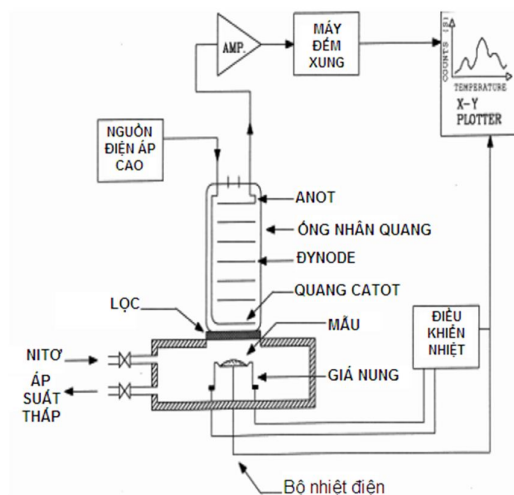
## 2.4. Đo tín hiệu nhiệt huỳnh quang

### 2.4.1. Nguyên lí

TLD làm việc bởi sự nung nóng vật liệu TL và đo lường ánh sáng phát ra từ bức xạ photon thông qua quá trình kích thích bẫy electron ở vùng cấm của tinh thể. Các mẫu chiếu xạ được đặt trên giá nung và được đun nóng thông qua bộ nhiệt điện. Ánh sáng phát ra được cho đi qua bộ lọc hoặc thiết bị tách sóng nơi mà được xử lí để chuyển đổi tần số sóng photon phát ra sang dạng phổ nhìn thấy sau đó thu nhận thông qua thiết bị nhân quang (PMT). Đầu ra của thiết bị PMT được tích hợp trong một bộ tích hợp. PMT được dùng để chuyển đổi thông lượng ánh sáng phát ra từ vật liệu TL sang tín hiệu điện tử. [5]

Những photon tương tác với âm cực quang, năng lượng từ những photon được hấp thụ truyền cho âm cực quang và chuyển đổi thành electron. Electron tự do di chuyển và thoát khỏi bề mặt. Dòng electron sau đó được gia tốc đến dương cực phụ đầu tiên. Dương cực phụ được thiết kế sao cho năng lượng tập trung của một chùm electron sẽ cho kết quả trong sự phát ra nhiều hơn một electron từ bề mặt của dương cực phụ. Ống nhân quang có các dương cực phụ, sau khi khuếch đại trong khoảng giữa dương cực phụ, electron được thu nhận ở dương cực và tín hiệu electron được xử lí.

Sơ đồ bố trí hệ thống đo TL được chỉ trong hình 3 [6].



**Hình 3.** Sơ đồ nguyên lý hệ đo TL

#### 2.4.2. Đo tín hiệu TL

- 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

- Đo đường phát quang: Đặt đĩa cùng với căn khoáng lên bộ gia nhiệt của máy đọc TL và cho phát quang trong các điều kiện quy định. Mẫu bột ốt sau khi tách khoáng được cho vào đĩa trên máy TLD và đo phổ nhiệt huỳnh quang

### 3. Kết quả và thảo luận

Kết quả tách khoáng: Tiến hành tách khoáng trên năm mẫu bột ốt, mỗi mẫu đều cân khối lượng 20g, khối lượng khoáng yêu cầu để đo trên máy TLD khoảng từ 0,1mg - 5mg. Kết quả tách khoáng cho thấy lượng khoáng tách được đủ để đo tín hiệu nhiệt huỳnh quang (bảng 1).

Đối với mẫu có lượng khoáng tách được lớn có thể sử dụng để đo tín hiệu TL nhiều lần. Tuy nhiên khối lượng khoáng lớn có thể không đo được tín hiệu TL do lượng chất hữu cơ còn khá nhiều trong mẫu. Trong năm mẫu tách chỉ sử dụng được ba mẫu. Khi đó, các mẫu còn lại cần tiến hành tách lại mới đo được tín hiệu TL.

**Bảng 1.** Kết quả tách khoáng

Khối lượng mẫu 20g	Mẫu 1	Mẫu 2	Mẫu 3	Mẫu 4	Mẫu 5
Khối lượng khoáng (mg)	10	7	12	17	25

Tuy cùng một quy trình tách khoáng với khối lượng mẫu như nhau nhưng khối lượng khoáng thu được lại khác nhau, nguyên nhân là do: phân bố không đồng đều lượng khoáng chứa trong mẫu; bản thân quy trình tách khoáng cần sử dụng hóa chất politungstate lặp đi lặp lại nhiều lần khi nào loại bỏ được hầu hết chất hữu cơ thì mới dừng tách.

Trước khi đo, máy TLD cần được khởi động và hiệu chỉnh theo yêu cầu. Mỗi mẫu được cân với khối lượng khoảng 5mg và đo 2 lần: khoảng thời gian giữa 2 lần đo là 15 phút.

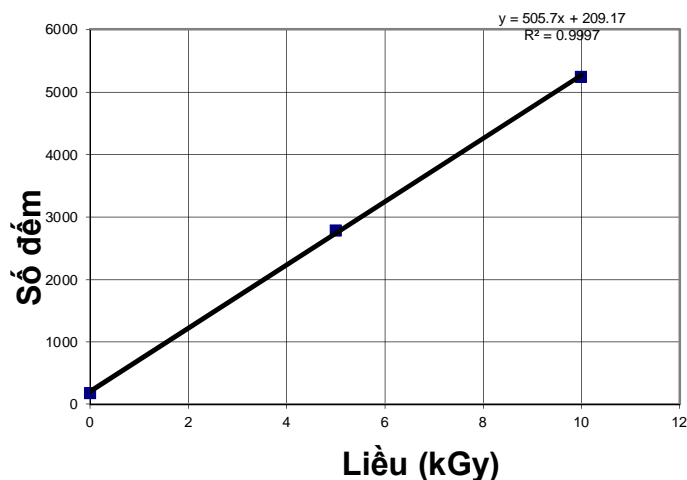
Kết quả đo khoáng chất của các mẫu ốt mẫu liều chiếu 10 kGy, 5 kGy, và không chiếu xạ trên thiết bị TLD. Kết quả cho thấy số đếm tổng cho cùng 1 mẫu thay đổi rất ít. Khi so sánh số đếm tổng của các mẫu 1,2, và 3 nhận thấy các mẫu không chiếu xạ số đếm tổng rất thấp trong khi các mẫu đã chiếu xạ số đếm tổng cao và tăng dần theo liều chiếu xạ. (bảng 2).

**Bảng 2.** Kết quả đo mẫu ốt chiếu xạ 0 kGy, 5 kGy, 10kGy

Mẫu đo	Liều chiếu (KGy)	Số đếm tổng	
		Đo lần 1	Đo lần 2
1	0	131	128
2	5	5242	5187
3	10	11065	10962

Kết quả đo ở bảng 2, với cùng 1 mẫu có thể cải tiến theo ba bước như sau: đo khi mẫu không chiếu, đo khi mẫu chiếu 5 kGy và 10kGy.

Độ nhạy nhiệt huỳnh quang của vật liệu là khả năng bức xạ nhiệt huỳnh quang tính trên một đơn vị liều. Xuất phát từ bản chất của hiệu ứng nhiệt phát quang: cường độ nhiệt phát quang tỉ lệ với liều bức xạ ion hóa mà mẫu hấp thụ, tổng số đếm nhiệt huỳnh quang tỉ lệ với liều bức xạ ion hóa. Theo đó, ta cần ít nhất 2 điểm là có thể xây dựng được đường tuyến tính cho độ nhạy nhiệt huỳnh quang. Tuy nhiên, để tăng độ chính xác, độ nhạy nhiệt huỳnh quang được xây dựng với 3 điểm và nhận thấy có dạng tuyến tính tốt (hình 4).

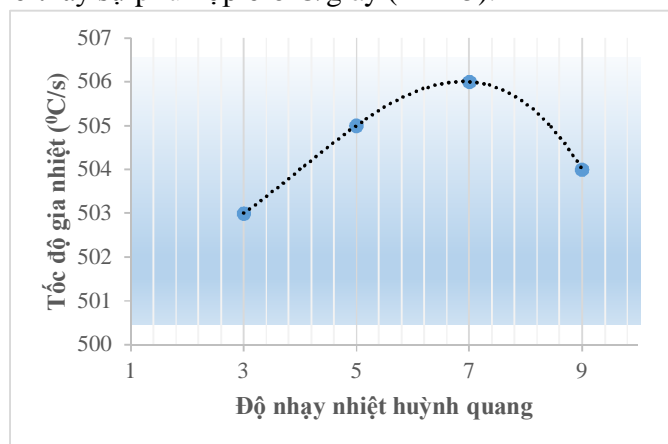


**Hình 4.** Đồ thị tuyến tính xác định độ nhạy TL

Độ nhạy nhiệt huỳnh quang theo tốc độ gia nhiệt: bức xạ nhiệt huỳnh quang của bột ớt chịu ảnh hưởng nhiều bởi chế độ đo trong thiết bị. Khi đó ta cần chọn tốc độ gia nhiệt tối ưu trong đo tín hiệu nhiệt huỳnh quang.

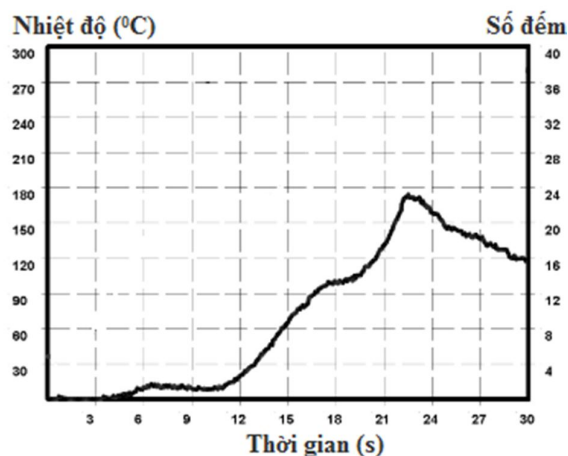
Mỗi đỉnh bức xạ của hiệu ứng nhiệt huỳnh quang đều có liên quan đến một mức năng lượng của hố bẫy điện tử nào đó. Khi mẫu vật được nung nóng, các điện tử này sẽ thoát ra và kèm với nó là quá trình bức xạ ra những lượng tử ánh sáng nằm trong vùng khả kiến. Quá trình giải phóng năng lượng này không những liên quan đến năng lượng của điện tử bị giam giữ trong hố bẫy mà còn phụ thuộc vào tốc độ gia nhiệt. Điều này có nghĩa là mỗi hố bẫy điện tử sẽ có một tốc độ gia nhiệt tối ưu để có thể ghi được lượng ánh sáng bức xạ phát ra là cực đại. Do vậy, để tìm ra được tốc độ gia nhiệt tối ưu đối với bột ớt chúng ta cần khảo sát đường cong mô tả sự phụ thuộc của độ nhạy tín hiệu nhiệt huỳnh quang vào nhiệt độ. [1]

Từ hình 4 ta có thể xác định được độ nhạy nhiệt huỳnh quang ở từng tốc độ gia nhiệt. Hệ số góc của các đường thẳng này chính là độ nhạy nhiệt huỳnh quang tương ứng với tốc độ gia nhiệt của nó. Để nâng cao độ nhạy của phép đo, tốc độ gia nhiệt được khảo sát, cho thấy sự phù hợp ở  $6^{\circ}\text{C}/\text{giây}$  (hình 5).

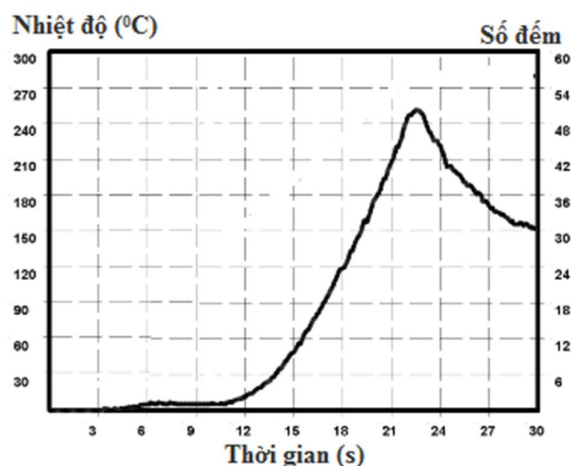


**Hình 5.** Đồ thị tuyến tính xác định độ nhạy TL

Phổ nhiệt huỳnh quang: Phổ của mẫu không chiếu xạ hầu như nằm ngang; phổ của mẫu chiếu xạ cao hơn và tăng theo liều chiếu. Phổ của mẫu chiếu xạ với liều 5 kGy đỉnh phổ cao nhất ở nhiệt độ khoảng  $178^{\circ}\text{C}$ , số đếm cỡ 23 trong khi phổ của mẫu chiếu xạ với liều 10 kGy đỉnh phổ cao nhất ở nhiệt độ khoảng  $250^{\circ}\text{C}$ , số đếm cỡ 50 (hình 6,7).



*Hình 6. Phổ TL của ốt khí bị chiếu xạ 5 kGy*



*Hình 7. Phổ TL của ốt khí bị chiếu xạ 10 kGy*

Ngoài ra, việc nghiên cứu hiệu ứng pha-đỉnh vẫn chưa được khảo sát: Sau một thời gian chiếu xạ, số đếm tổng qua máy TLD nhận được sẽ giảm sau vài tuần, dẫn đến cường độ TL sẽ giảm ảnh hưởng kết quả đo. Các mẫu nếu được chiếu xạ với liều như nhau nhưng có thời điểm chiếu xạ khác nhau sẽ cho cường độ TL khác nhau.

Vì vậy, khi áp dụng phương pháp tách khoáng và đo TL, cần sử dụng mẫu trong cùng một lô hàng, các bước tiến hành tách khoáng và đo cần phải cùng lúc, bảo quản trong cùng điều kiện. Khảo sát hiệu ứng pha-đỉnh cần được tiếp tục nghiên cứu nhằm đảm bảo xác định đúng liều chiếu cho mẫu.

#### **4. Kết luận**

Kết quả của phép đo phổ đã xác định được mẫu đã chiếu xạ hay chưa, dựa vào hình dạng phổ và số đếm tổng có thể nhận ra mẫu được chiếu với liều cao hay thấp.

Chiếu xạ các mẫu trên thị trường thường là chiếu xạ công nghiệp, việc chiếu xạ thường không đủ liều, phân bố không đều. Việc xác định chính xác liều chiếu là vấn đề



cần tiếp tục đi sâu vào nghiên cứu và ứng dụng, trong đó cần khảo sát hiệu ứng pha-đinh từ đó có thể áp dụng phương pháp này để xác định chiếu xạ cho các thực phẩm, và các gia vị khác.

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, thành công của phương pháp sẽ góp phần nâng cao chất lượng sản phẩm chiếu xạ, tạo tâm lí an tâm và đảm bảo sức khỏe hàng tiêu dùng.

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Duy Sang (2013), Nghiên cứu ứng dụng hiện tượng nhiệt huỳnh quang trong việc xác định sản phẩm chiếu xạ ở Việt Nam", *Tạp chí Khoa học Trường Đại học Cần Thơ*, Vol. 29, tr. 105-110.
2. Claudio Furetta (2003), *Handbook of Thermoluminescence*, Physics Department, Rome University, La Sapienza, Itali.
3. EN 1788 (2001), *Foodstuffs-detection of irradiated food from which silicate minerals can be isolated: method by thermoluminescence*, Brussels Belgium.
4. Farkas, József, Mohácsi-Farkas, và Csilla (2011), *History and future of food irradiation*, Trends in Food Science & Technology, số 22(2-3), pp. 121-126.
6. Hoang Duc Tam, Thái Khắc Dinh, Nguyen Quang Mien, và Bui Van Loat (2009), *The thermoluminescence characteristics of LiF (Mg,Cu,P) in measuring gamma ray by the RGD-3A reader*, Advances in optics photonics spectroscopy & Applications, pp. 719.
6. Jensen LB. (1997), *Luminescence techniques: instrumentation and methods*, Radiation Measurements, số 27(5/6), pp. 749-768.

(Ngày Tòa soạn nhận được bài: 25-4-2015; ngày phản biện đánh giá: 09-5-2015;  
ngày chấp nhận đăng: 24-9-2015)