

中华人民共和国国家标准

· 食品中放射性物质检验 总 则

GB 14883.1—94

Examination of radioactive materials for foods— General principle

1 主题内容与适用范围

本标准规定了 GB 14883.1~14883.10《食品中放射性物质检验》各测定方法标准中有关采样、预处理和检验结果报告等的共同要求(另有专门说明者除外)。

本标准适用于 GB 14883.1~14883.10《食品中放射性物质检验》所有测定方法。

2 采样

2.1 要认真填写采样单。一般包括采样地点、日期、品名、批号、采样条件、数量、检验项目、采样人。无采样记录的样品不予检验。

2.2 食品原始样品应在有代表性的多个采样点或样品部分中等量采集、混合均匀而成。

2.2.1 在已知不同批号、产地的食品混存场所,应对各批、各地样品按要求分别采样或混合而成原始样品。

2.2.2 车、舱、库装食品可将整个食品分成多层采样。每层取四角及中心部位样品混合,然后再把各层样品混匀成原始样品。

2.2.3 如待检食品是大包装的食品,可从随机选定的某些包装件中不同部位采取;对于小包装食品,可采集若干代表性的小包装内全量食品,混合成原始样品。

2.2.4 对市售食品按随机取样原则在市场上采购、混合而成。采样时应有足够的采样点。

2.2.5 固定监测区(点)的食品应在该地区内选定合适的采样地点,按五点法(四角和中心)采样,混合成原始样品。

2.3 分析样品应在原始样品中用等分法采取,其总需要量可以根据有关测定方法实际分析用量的 2~3 倍量采集。每次样品检验实际用量可参照所用检验方法要求样品或样品灰用量和该种食品的灰样比(见附录 A)确定。

2.4 样品应妥善包装,明显标志后运送实验室。短半衰期核素检验项目应立即尽快检验。

3 预处理

样品预处理包括:采取可食部分,对用于样分析的样品应进行干燥,对用灰样分析的样品应进行干燥、炭化和灰化。选用方法要严格防止待测核素的损失和污染。

3.1 可食部分的采取:按我国大多数居民食用习惯,可按附录 A(参考件)的要求采取样品可食部分作为分析样品。需水洗涤的样品,洗后用干净干布擦去表面水,或晾至表面水刚除尽立即称量。其质量即为鲜样质量。对氢-3(^3H)、钋-210(^{210}Po)和碘-131(^{131}I)的放射化学测定法应直接采用鲜样分析。

中华人民共和国卫生部 1994-02-22 批准

1994-09-01 实施

3.2 样品干燥:对 ^{210}Po 分析也可采用干样进行分析。食品鲜样切小后在 105°C 烤箱内烘干后称量,求出干鲜比后密封在塑料袋内供分析用。

3.3 样品炭化:食品的鲜样或干样可在电炉上炭化(牛奶需先在搅拌下蒸干,注意防止沸溢)。炭化时不时翻动或搅拌,但应防止着明火,以免细灰粒被气流带出。脂肪多的食品应加盖并留适当缝隙炭化或皂化(每50g油用2g无水碳酸钠)后炭化,直到无烟为止。

3.4 灰化:将炭化后样品先在高温炉中 $200\sim 250^\circ\text{C}$ 温度下灰化数小时后,再按照待检验核素所要求的温度下(见表1)灰化 $12\sim 24\text{h}$,直到灰分呈白色或灰白色疏松颗粒或粉末状为止,必要时可延长灰化时间。高温炉温度需用石英温度计或高温计校验合格的自动温度控制器控制,严格防止高温炉内温度过高,以致造成待测放射性核素损失或样品烧结。大米等难灰化的食品,为加快灰化速度,可在灰化最后阶段取出冷却后加入适量硝酸、过氧化氢或亚硝酸钠等助灰化剂,电炉上蒸干后继续在高温炉中灰化。应注意助灰化剂试剂空白对测定结果的影响,必要时需进行校正。预处理过程中所用容器应保证洁净,防止容器和外界待测核素污染样品。

表1 食品样品灰化最高温度

℃

分析项目	Sr	^{137}Cs	^{147}Pm	Ra	天然钍	天然铀	^{239}Pu
温 度	550	450	450	550	550	550	450

灰化后食品灰应放在干燥器内冷却后称灰重,计算出灰样比。将食品灰研细,通过80目筛, 110°C 烘干后放入干燥器或磨口瓶内备用。

3.5 ^3H 和 ^{131}I 分析测定中预处理的特殊要求将在有关方法中专门说明。

4 检验方法的一般要求和说明

4.1 检验方法中使用的水,在没有注明其他要求时,系指纯度能满足分析要求的蒸馏水或去离子水。

4.2 液体体积的“滴”是指蒸馏水自标准滴管流下的一滴的量,一般认为20滴相当于1mL。

4.3 配制溶液的所有试剂应符合分析项目的要求,除列出特殊要求外均应为分析纯试剂。

4.3.1 配制标准溶液和载体溶液的试剂纯度应在分析纯以上。

4.3.2 作标定的基准物质,纯度应为基准级或优级纯。

4.3.3 放射性标准溶液或放射性示踪剂应为放化纯。

4.3.4 放射性测定(特别是天然放射性核素)中应选用试剂空白值低的或事先纯化处理的试剂,必要时应对测定结果进行试剂空白校正。

4.3.5 未指明溶剂的溶液均指水溶液。

4.4 溶液浓度表示

4.4.1 百分浓度指100mL溶液中含该物质的克数。

4.4.2 摩尔浓度指1L溶液含溶质的摩尔(mol)数。

4.4.3 溶液比例浓度指液体溶质与溶剂体积的比。如1:1氨水指一个体积氨水与1个体积水混合而成的溶液。

4.4.4 硫酸、盐酸、硝酸、过氧化氢指市售浓溶液。

4.5 检验时必须做平行样品。

4.6 同一检验项目如有两个或两个以上检验方法时,各地可根据条件选择使用,但以第一法为仲裁法。

4.7 检验方法中所列仪器和试剂为该方法所需特殊仪器,各地也可使用性能相当的仪器。一般实验室仪器和常用试剂不再列入。

4.8 食品放射性检验实验室和所用器皿应严防放射性污染。

5 检验结果的数据处理

5.1 运算和报告应该遵照数据有效数字规则,结果只保留一位可疑数字。

5.2 检验结果表达应与限制浓度单位一致。

5.3 回收率测定

在等量待测样品灰(或干、鲜样)中,加入已知量标准物质或放射性示踪剂,称加标样品,同样测定待测和加标样品可计算出回收率。

$$R(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中: R ——回收率, %;

m ——加入标准物质或示踪剂放射性的量, g 或 Bq;

m_1 ——加标样品和待测样品的测出量增值, 或加入示踪剂的测出量, g 或 Bq。

5.4 标准差、标准误和结果表达

测定结果一般用 $\bar{X} \pm kS_{\bar{X}}$ 表示。 $\bar{X}$ 为多个平行样品测定值的算术平均值; $S_{\bar{X}}$ 为标准误; k 为与置信度有关的系数, 当采用 95% 置信度时, $k=1.96$ 。

对于化学测定而言, 标准误可用式(2)计算:

$$S_{\bar{X}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n(n-1)}} \quad \text{..... (2)}$$

式中: S ——标准差;

X_i ——各次测定值;

$\bar{X}$ ——多次测定值平均值;

n ——测定平行样品数。

对于通过测量放射性来测定的方法所得的结果而言, 通常是按放射性测量数据计算出净计数率的平均值标准误, 然后按计算公式计算出测定结果的误差范围。

$$\text{单个样品净计数率的标准差 } S = \sqrt{\frac{I_{s+b}}{t_{s+b}} + \frac{I_b}{t_b}} \quad \text{..... (3)}$$

$$\text{平均值的标准误 } S_{\bar{X}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{I_{s+b}}{t_{s+b}} + \frac{I_b}{t_b}} \quad \text{..... (4)}$$

式中: $\bar{I}_{s+b}, \bar{I}_b$ ——分别为样品总计数率和本底计数率;

t_{s+b}, t_b ——分别为样品和本底测量时间。

6 关于质量控制方法

进行食品放射性检验的实验室应采取质量控制的措施。工作人员在进行食品放射性物质检验前应熟悉检验方法原理、分析程序及注意事项, 并具备相应的分析操作基本技能, 应尽可能防止和减少非系统误差。实验室内应定期进行标准参考物质的分析, 以检验系统误差, 当发现较大系统误差时必须及时查找产生原因并采取纠正的措施。每天至少用所用测量仪器测量标准源一次, 以校验测量仪器是否处于正常状态及测量效率波动情况。

附 录 A
食品平均灰样比参考值及可食部分要求
(参考件)

表 A1

样 品 种 类		平均灰样比, $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 或 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	可食部分要求
粮 食 类	大 米	5.7	除去砂粒、灰土等杂物
	面 粉	10	
	小 麦	17	
	小 玉 米	12	
	高粱米	9.6	
	小 米	14	
	青 稞	18	
薯 类	红 薯	7.8	用水刷洗去泥沙, 去除腐烂部分
	土 豆	8.3	
	木 薯	12	
蔬 菜 类	青 菜	12	除去不可食之根、叶、把及腐烂部分, 水洗 去泥沙
	白 菜	7.1	
	菠 菜	16	
	萝 卜	8.7	
	茄 子	5.3	
果 类	苹 果	3.4	水洗、去核 去皮 去壳
	香 蕉	8.0	
	核 桃	9.2	
肉 类	猪 肉	5.6	肥瘦中等、去骨, 水洗
	羊 肉	9.3	
	牛 肉	9.3	
水 产	淡水鱼	12	取鱼肉, 水洗
	海 鱼	13	
	淡水虾	10	取虾仁, 水洗
	对 虾	12	
奶类	鲜牛奶	7.2	市售或原奶

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由中国医学科学院放射医学研究所负责起草。

本标准的主要起草人诸洪达、王道平。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。