

中华人民共和国国家标准

食品中放射性物质检验
钋-210的测定

GB 14883.5—94

Examination of radioactive materials for foods—
Determination of polonium-210

1 主题内容与适用范围

本标准规定了各类食品中钋-210(^{210}Po)的测定方法。

本标准适用于各类食品中钋-210的测定。方法测定限为0.74Bq/g灰。

2 引用标准

GB 14883.1 食品中放射性物质检验 总则

3 原理

食品鲜样或干样用硝酸-过氧化氢-高氯酸湿式灰化法破坏有机物,以银片或镍片自沉积法分离 ^{210}Po ,用 α 放射性测量仪测量样品的 α 放射性,计算食品中 ^{210}Po 浓度。

4 试剂和材料

4.1 ^{210}Pb - ^{210}Po 平衡标准溶液或 ^{210}Po 标准溶液:比活度约为 10^3 衰变/ $\text{min} \cdot \text{mL}$ 数量级。

4.2 25%盐酸联胺溶液。

4.3 30%氢氧化钠溶液。

4.4 1%酚酞指示剂:0.5g酚酞溶解于50mL95%乙醇中。

4.5 硝酸、盐酸、高氯酸、抗坏血酸、过氧化氢。

4.6 银片或镍片:将厚度约0.1mm的电解银片(或厚度为0.2mm的电解镍片)剪成边长2.4cm的正方形,在洗衣粉溶液里煮沸10~20min,用水洗干净后浸入水中备用。

5 仪器和器材

5.1 α 放射性测量仪:探头直径不小于2cm,本底计数率不大于1计数/min。

5.2 玻璃沉积瓶:在250mL刻度血浆瓶底部中央钻一个直径1cm的圆孔。用时瓶底朝上,溶液及搅棒都由此孔进入瓶内。在瓶口铝盖内放上0.4cm厚的胶垫,然后放入银片,再加0.3cm厚的塑料垫圈。垫圈内径1.8cm,拧上盖子后应不漏水。

5.3 恒温搅拌装置:在多孔恒温水浴上方安装由一个单相串激电动机联带驱动的搅拌装置。串联有调压变压器以调节搅棒转动速度。

6 ^{210}Po 标准源的制备

在装有银片或镍片的沉积瓶中,加入57.5mL水、2.5mL盐酸,使溶液成为0.5mol/L盐酸体系。准

中华人民共和国卫生部1994-02-22批准

1994-09-01实施

确吸取一定量 ^{210}Pb - ^{210}Po 标准溶液入沉积瓶,按测定程序7.3条自沉积2h以上,其沉积效率可达到99%,可作为 ^{210}Po 标准源用于计数效率测量。

7 测定

7.1 采样按GB 14883.1规定。

7.2 样品预处理

7.2.1 采用鲜样或干样直接分析测定。为防止所采鲜奶腐败,可加入5mL甲醛/L鲜奶。样品干燥可参见GB 14883.1中3.2条。

7.2.2 称取样品5~50g(精确至0.01g)于500mL烧杯,缓慢加入100mL硝酸,在沙浴上加热。为防止样品溢出,当开始产生大量泡沫时应将烧杯移出沙浴并不断搅拌,必要时可浸烧杯在冷水中以减慢反应速度,然后在搅拌下继续加热,至泡沫消失后盖上表面皿,继续蒸发并不时滴加过氧化氢。按照样品量和种类决定过氧化氢用量,一般为10~60mL。先煮沸到溶液无粘性而清亮,然后继续蒸发浓缩至约5mL。

对于含油脂较多的样品,如牛奶、肉类、鱼类和蛋类,当加入硝酸在沙浴上加热至溶液泡沫消失后溶液明显分为油相和水相时,趁热将烧杯中液体迅速倒入250mL分液漏斗,静置分层后将底层酸液转入原烧杯,油相用50mL热硝酸洗涤一次,合并酸液。弃去油相。继续在沙浴上用硝酸和过氧化氢煮沸到溶液无粘性而清亮,然后浓缩到5mL。

7.2.3 加入15mL硝酸和5mL高氯酸,继续在沙浴上蒸发。当溶液中硝酸蒸发尽并升温与高氯酸反应时,多数样品会发生激烈反应,有时溶液会迅速变黑。这时要尽快取下烧杯并按高氯酸操作注意事项操作。稍冷后,加入5mL硝酸并小心加热。含有机物多的样品应在硝酸存在下重复多次加热处理,直至溶液变清。除去痕量硝酸,直至高氯酸大量冒白烟,继续蒸发,直至近干,使成为白色残渣,冷却。

7.3 自沉积

用30mL水溶解残渣,滴加3滴1%酚酞指示剂,用30%氢氧化钠溶液中和到溶液刚变微红后立即加入2.5mL盐酸并用水稀释到60mL,使成为0.5mol/L盐酸体系。加约200mg抗坏血酸和0.5mL25%盐酸联胺溶液,移入已装有银片(或镍片)并检验为不漏水的沉积瓶中。在96℃恒温水浴中机械搅拌沉积2.5h。结束后取出银片(或镍片),用细水流冲洗沉积面,在室温中晾干。

7.4 在与分析样品等量的样品中,加入含已知准确的 ^{210}Po 活度的标准溶液,按相同测定程序操作以确定化学回收率。

7.5 放射性测量

样品源放置5h后在 α 放射性测量仪上测量 ^{210}Po , α 放射性。随后立即测量 ^{210}Po 标准源,以确定计数效率。

8 计算

$$A = \frac{NM}{60ERW} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$R = \frac{N' - N}{E'D} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: A——测定时食品中 ^{210}Po 浓度,Bq/kg或Bq/L;

E——样品测量的计数效率;

E'——回收率测量时的计数效率;

N——样品净计数率,计数/min;

N'——加入已知量 ^{210}Po 测定化学回收率样品测得的净计数率,计数/min;

D——测定化学回收率时加入样品的²¹⁰Po放射性活度,衰变/min;

M——干样比,g/kg或g/L;

W——分析样品质量,g;

R——化学回收率。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由中国医学院放射医学研究所负责起草。

本标准的主要起草人黄星辉、诸洪达。

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。