中华人民共和国国家标准

食品中放射性物质检验 碘－131的测定

GB/T 14883．9—94

Examination of radioactive materials for foods－Determination of iodine－131

1　主题内容与适用范围

本标准规定了各类食品中碘－131（^{131}I）的测定方法。

本标准适用于各类食品中碘－131（^{131}I）的测定。对裂变后6d内新鲜裂变产物中131I测定最好应用丁能谱法，否则应进行衰变测量，以排除短寿命碘放射性同位素干扰。放射化学测定法和了能谱法测定限分别为6．4×10^{-3}Bq/kg和3．9Bq/Kg

2　引用标准

GB 14883．1食品中放射性物质检验总则

3放射化学测定法

3．1　原理

食品鲜样在碳酸钾溶液浸泡后炭化、灰化，水浸取液用四氯化碳萃取分离、碘化银形式制源，以低本底p测量仪测量131I的p放射性浓度。

3．2　试剂

3．2．1　碘载体溶液：15mgI－mL。称取碘化钠1．772g，溶于水，完全转移到100mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀备用。

标定：准确吸取1．00mL碘载体溶液于盛有20mL水的烧杯中加热，加入数滴2mol/L硝酸，立即加入3mLl%硝酸银溶液，搅拌，加热凝聚沉淀。冷却，抽滤沉淀至可拆卸漏斗中已恒量的定量滤纸上，用少量无水乙醇洗涤，110℃下烘干0．5h，称至恒量。

3．2．2　**1**mol儿盐酸羟胺溶液。

3．2．3　次氯酸钠溶液：含有效氯5%。

3．2．4　四氯化碳。

3．2．5　硝酸。

3．2．6　亚硝酸钠。

3．2．7　**2**．5mol 儿碳酸钾溶液。

3．2．8　**1**%硝酸银溶液。

3．2．9　^{131}I 标准溶液：放射性浓度为 1×10^3 衰变/min·mL 左右。

3．3 仪器和器材

3．3．1　干燥箱。

3．3．2　高温炉。

3．3．3　锥形分液漏斗；250mL。

3．3．4　可拆卸漏斗；内径 2cm。

3．3．5　低本底 β 测量仪；测样直径不小于 2cm，本底小于 3 计数/min。

3．3．6　^{137}Cs 监督源：采用活性区直径为 2cm 的电镀 ^{137}Cs 面源，其活性为 10^2 衰变/min 数量级。

3．4　计数效率—质量曲线的绘制

准确配制一系列含不同量碘载体的溶液，各加入等量的 $^{131}1$ 标准溶液（约 1×10^3 衰变/min），然后按

3．5．3．7　条进行操作。以实得碘化银沉淀质量为横坐标，以测得的放射性活度（I）除以加入 131I 标准溶液活度（10）为纵坐标，在普通坐标纸上作图，即得有效计数效率—样品质量曲线；可根据样品源的质量查得相应的有效计数效率。用监督源测定标定时监督源计数效率。

3．5　测定

3．5．1　样品采样按 GB 14883．1 规定进行。

3．5．2 样品预处理

3．5．2．1　蔬菜、粮食、肉类等固体食品：按饮食习惯采取样品中的可食部分，洗涤、晾干、切碎，称取 200g 于 300mL 蒸发皿中，加入 1．00mL 碘载体溶液（3．2．1）和 10mL2．5mol/L 碳酸钾溶液，加入少量水并充分地拌匀，放置 0．5h 后，在干燥箱内烤干，置于电炉上炭化至无烟。加 1g 亚硝酸钠，拌匀后在高温炉 450～500℃灰化至白色。

注：灰化温度不大于 500℃，过高会导致碘挥发损失（3．5．2．2 同）。

3．5．2．2　牛奶和液体饮料；取样 500mL，加入 1．00mL 碘载体溶液（3．2．1）和 10mL2．5mol/L 碳酸钾溶液，搅拌后分次移入 300mL 蒸发皿。同上处理。

3．5．3　分离纯化

3．5．3．1　将灰化好的样品灰用冰加热浸取，过滤入250mL分液漏斗中，并多次用水洗蒸发皿，洗液过滤，总体积控制在60mL左右，弃去残渣。

3．5．3．2　加入分液漏斗30mL四氯化碳、2mL次氯酸钠溶液，振摇2min，然后加入6mLlmol/L盐酸羟胺溶液，振摇2min。

3．5．3．3　加入0．5g亚硝酸钠，振摇溶解后逐滴加入硝酸至反应完全，同时不断振摇，萃取至有机相紫色不再加深（注意放气），静置分层后将有机相移入另一分液漏斗。注：碘在酸性介质中易挥发损失，在加入硝酸后应立即加盖振摇萃取。

3．3．4　加15mL四氯化碳入盛水相分液漏斗，再萃取一次，合并有机相，弃去水相。有机相用30mL水洗一次，振摇2min后弃去水相。

3．5．3．5　向盛有四氯化碳的分液漏斗中加入20mL水和数滴0．1mol/L亚硫酸氢钠溶液，振摇至有机相无色；静置分层，将有机相转入另一分液漏斗，水相放入100mL烧杯，再用5mL水洗有机相一次，振摇后弃去四氯化碳（或回收），合并水相。

3．5．3．6　向烧杯内加入3滴铁载体溶液（10mgFe^{3+}/mL），用2mol/乙氢氧化钠溶液调至碱性，加热，趁•热过滤溶液于100mL烧杯中，用少量弱碱性水洗沉淀，弃去沉淀。

注：若无明显稀土元素污染，此步可略。

3．5．3．7　加热煮沸清液，冷却，加入2mol/L硝酸5mL后立即搅拌下加入1%硝酸银溶液3mL，加热凝聚沉淀。冷却后将沉淀用可拆卸漏斗抽滤在已恒量的滤纸上，用1%硝酸溶液洗沉淀数次，无水乙醇洗涤后，110℃烘干。将制得的样品源和监督源在低本底β测量仪上测量放射性。样品称至恒量。

3．6　计算

$$D=\frac{N\cdot E'_{Cs}}{E_e\cdot E_{c}s} \quad\cdots\cdots(1)$$

$$A=\frac{D}{60WRe^{-\lambda t}} \quad\cdots\cdots(2)$$

式中：A——样品中^{131}I放射性浓度，Bq/kg或Bq/L；

D——样品源的衰变率，衰变/min；

E_e——^{131}I的有效计数效率（包括自吸收校正），可在计数效率—质量曲线（见3．4条）上查得；

E_{Cs}——监督源在测定样品时测得的计数效率；

E'_{Cs}——监督源在标定有效计数效率时测得的计数效率；

N——样品中测得的 mI 净计数率，计数/min；

R——碘的化学回收率；

t——采样到测量间的时间间隔，h；

W——分析样品质量或体积，k8 或 li

λ——^{131}I 的衰变常数，h－1。

4γ 能谱测定法

4．1　原理

食品鲜样直接或经前处理后装入一定形状和体积的样品盒内，在丁能谱仪上测量^{131}I 的 λ 射线特征峰强度以测定^{131}I 放射性浓度。

4．2　试剂

4．2．1　5mol 儿碳酸钾溶液：化学纯。

4．2．2　^{137}Cs 放射性标准溶液：比活度为 1000Bq/mL 左右。

4．3　仪器和器材

4．3．1　γ 能谱仪

4．3．1．1　探测器：同轴高纯锗或锗（锂）探测器。对^{60}Co1332．5keVγ 射线全能峰的能量分辨率小于 3kev，相对效率高于 15%。

4．3．1．2　屏蔽体：主屏蔽体为等效铅当量不小于 10cm，内衬原子序数由外而内逐渐递减的多层材料重金属屏蔽体。有条件时可采用反符合屏蔽。了能谱仪积分本底应小于 2．5 计数/s（50～2500kev）。

4．3．13　多道分析器：1024 道以上。

4．3．2　压样模具：油压机或手工压样器（参见附录 A）。

4．3．3　样品盒及其压板

4．3．3．1　样品盒：ϕ75mm×50mm 和 ϕ75mm×75mm 圆柱形塑料样品盒。

4．3．3．2　样品盒压板；不同厚度（1～10mm）的 ϕ75mm 有机玻璃片。

4．3．4　能量刻度用丁放射源：可采用一个发射多种已知能量了射线的单核素或多核素放射源（如铕－152、铕－154、镭－226 及其放射性子体、钍－232 及其放射性子体等），也可采用多个发射单种丁射线的放射源，其主要丁射线能量应大致均匀地分布在 50～3000kev 范围内。

4．4　能量刻度和全能峰探测效率刻度

4．4．1　能量刻度

以能量刻度用丁放射源（4．3．4）对低本底 γ 能谱仪系统（4．3．1）进行能量刻度。

记录刻度源的特征 γ 射线能量和相应全能峰峰位道址，可通过在直角坐标纸上作图或对数据作最小二乘法拟合得到能量和道址的关系图。

4．4．2　制备不同高度的^{137}Cs水溶液标准源

各取 5～10 个 ϕ75mm×75mm 的样品盒，各加入不同量的蒸馏水和 2mL^{137}Cs标准溶液，使其高度在 1～5cm 范围内。

4．4．3　基准峰效率 E_h 刻度

测量制备的不同高度的^{137}Cs水溶液标准源，按式（3）计算各自在 661．6keVγ 射线全能峰的探测效率 E_h：

$$Eh = \frac{N}{A \cdot T \cdot B} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：N——661．6keVγ 射线全能峰净面积，计数，

A——^{137}Cs标准源活度，Bq，

T——测量时间，s；

B——^{137}Cs661．6keVγ 射线分支比，为 84．62%。

根据上述测出数据，用最小二乘法拟合出 $E_h - H$ 的关系曲线。

4．5 测定

4．5．1 采样按 GB 14883．1 规定进行。

4．5．2 测量样品制备

粮食类样品：取 500g 样品均匀地铺在搪瓷盘内，在烘箱中 70℃左右烘约 5h，称量，求出干鲜比。颗粒状粮食干燥后直接放入样品盒内夯实；对细粉状粮食用压样器压实，使样品高度为 4cm 左右。记录待测样品的干重、高度，计算出表观密度。

蔬菜类样品：取 3kg 左右样品，除去不可食部分，洗净，擦去或晾干表面水珠。切碎后称鲜重。铺放在搪瓷盘中在烘箱中 70℃左右烘至近干而发软，称量，求出干鲜比。取一定量干样，放入不锈钢模具内（4．3．2），在油压机上以 2．45×10^6Pa（25kgf/cm^2）压力或用手工压样器压缩成形，使样品高度为 4cm 左右。将压好的样品迅速放入样品盒；上面加不同厚度有机玻璃压板填满、密封。记录干样质量、高度，计算表观密度。

肉类样品：取 500g 可食部分搅成肉末。放在搪瓷盘中在烘箱 70℃左右烘 5h，称量，求出干鲜比。取一定量干样放入样品盒，手工压实，使高度为 4cm 左右。记录样品干重、高度，计算表观密度。

奶类样品：取 500mL 奶，加 20mL1．5mol 儿氢氧化钠溶液，混匀后蒸发浓缩至 170mL 以下，装入样品盒，求出浓缩系数。记录样品质量、高度，计算表观密度。

注：样品盒内外用前应清洗洁净。

4．5．3 样品测量

将待测样品的样品盒放到探测器端帽上或支架上（样品底面距探测器端帽应小于0.5cm），测量位置应与基准峰效率刻度时相同。对^{131}I用364．5keV全能峰，记录样品测量时间，全能峰净面积（TPA）和不准确度。

4．6 计算

$$A=\frac{N}{T\cdot E\cdot B\cdot W}\cdots\cdots(4)$$

$$E=E_h\cdot R(1+F)\cdots\cdots(5)$$

式中：***A***——食品中^{131}I含量，**Bq/kg**或**Bq/L**；

B——^{131}I的364．5keVγ射线的分支比，为81．24%；

E——^{131}I全能峰探测效率；

E_h——基准峰效率，用^{137}Cs661．6keV能峰为基准峰，其数值从按4．4．3所绘出E_h-H关系曲线上查出：

F——测量效率总校正因子，%，见附录**B**；

N——测出^{131}I全能峰净面积，计数；

R——相对峰效率，可采用^{137}Cs为基准峰，对^{137}I为1．67；或通过实验方法得到（参见4．4．2～4．4．3）；用模拟^{131}I的^{133}Ba标准溶液作出356．0keVγ射线的E_h-H关系曲线，求出356．0keV峰与661．6keV峰的探测效率比值，即为^{131}I的相对峰效率。

T——样品测量时间，**s**；

W——测量样品相应的鲜样量，**k8**或**L**。