



# 中华人民共和国国家标准

GB 14883.5—2016

## 食品安全国家标准 食品中放射性物质钋-210 的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国  
国家卫生和计划生育委员会 发布

## 前　　言

本标准代替 GB 14883.5—1994《食品中放射性物质检验 钷-210 的测定》。

本标准与 GB 14883.5—1994 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中放射性物质钋-210 的测定”;
- 按照食品安全国家标准的格式对文本进行了调整;
- 梳理和调整了部分条款的次序;
- 修正了原标准的计算公式。

# 食品安全国家标准

## 食品中放射性物质钋-210 的测定

### 1 范围

本标准适用于各类食品中钋-210( $^{210}\text{Po}$ )的测定。

### 2 原理

食品鲜样用硝酸-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 $^{210}\text{Po}$ ,用 $\alpha$ 放射性测量仪测量样品的 $\alpha$ 放射性,计算食品中 $^{210}\text{Po}$ 浓度。

### 3 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规定的一级水。

#### 3.1 试剂

- 3.1.1 盐酸联胺( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot 2\text{HCl}$ )。
- 3.1.2 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.1.3 酚酞( $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$ )。
- 3.1.4 乙醇( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ )。
- 3.1.5 硝酸( $\text{HNO}_3$ )。
- 3.1.6 盐酸(HCl)。
- 3.1.7 高氯酸( $\text{HClO}_4$ )。
- 3.1.8 抗坏血酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ )。
- 3.1.9 过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ )。

#### 3.2 试剂配制

- 3.2.1 25%盐酸联胺溶液:称取25 g盐酸联胺,溶于水并稀释至100 mL。
- 3.2.2 30%氢氧化钠溶液:称取30 g氢氧化钠,溶于水并稀释至100 mL。
- 3.2.3 酚酞指示剂(1%):称取0.5 g酚酞,溶于50 mL 95%乙醇中。

#### 3.3 标准品

$^{210}\text{Pb}-^{210}\text{Po}$ 平衡标准溶液或 $^{210}\text{Po}$ 标准溶液:放射性活度浓度约为 $1 \times 10^3$ 衰变/(min·mL)。

#### 3.4 材料

银片或镍片:将厚度约为0.1 mm的电解银片(或厚度为0.2 mm的电解镍片)剪成面积、形状与标准监督源(4.2)相同的形状,在洗衣粉溶液里煮沸10 min~20 min,用水洗干净后浸入水中备用。

## 4 仪器和设备

- 4.1 低本底  $\alpha$  放射性测量仪:探头直径不小于 2 cm,本底计数率不大于 1 计数/min。
- 4.2  $^{241}\text{Am}$  或  $^{239}\text{Pu}$  标准监督源:由国家法定计量单位出具的有证标准平板电镀源。
- 4.3 玻璃沉积瓶:在 250 mL 刻度血浆瓶底部中央钻一个直径 1 cm 的圆孔。用时瓶底朝上,溶液及搅棒都由此进入瓶内。在瓶口铝盖内放上 0.4 cm 的胶垫,然后放入银片(或镍片),再加 0.3 cm 厚的塑料垫圈。垫圈内径 1.8 cm,拧上盖子后应不漏水。电沉积槽亦可。
- 4.4 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。电磁搅拌器亦可。

## 5 分析步骤

### 5.1 采样

采样按 GB 14883.1 规定进行。

### 5.2 样品预处理

- 5.2.1 采用鲜样直接分析测定。为防止所采鲜奶腐败,可在每升鲜奶中加入 5 mL 甲醛。
- 5.2.2 称取样品 5 g~50 g(精确至 0.01 g)于 500 mL 烧杯,缓慢加入 100 mL 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,必要时可浸烧杯于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 mL~60 mL。先蒸煮到溶液无黏性而清亮,然后继续蒸发浓缩至约 5 mL。
- 5.2.3 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 250 mL 分液漏斗,静置分层后将底层酸液转入原烧杯,油相用 50 mL 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蒸煮到溶液无黏性而清亮,然后浓缩至 5 mL。
- 5.2.4 加入 15 mL 硝酸和 5 mL 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 5 mL 硝酸并小心加热。含有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,继续蒸发至干,使其成为白色残渣,冷却。

### 5.3 自沉积

- 5.3.1 用 30 mL 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 2.5 mL 盐酸并用水稀释到 60 mL,使其成为 0.5 mol/L 盐酸体系。
- 5.3.2 加约 200 mg 抗坏血酸和 0.5 mL 25% 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 2.5 h。结束后取出银片(或镍片),用细水流冲洗沉积面后,室温晾干。

### 5.4 $^{210}\text{Po}$ 标准源的制备和仪器探测效率的确定

- 5.4.1 在装有银片或镍片的沉积瓶中,加入 57.5 mL 水、2.5 mL 盐酸,使溶液成为 0.5 mol/L 盐酸体系。准确吸取一定量  $^{210}\text{Pb}-^{210}\text{Po}$  平衡标准溶液(或  $^{210}\text{Po}$  标准溶液)入沉积瓶,按 5.3 自沉积 2 h 以上,其沉积效率可达到 99%,可作为  $^{210}\text{Po}$  标准源用于仪器对  $^{210}\text{Po}$  的探测效率测量。
- 5.4.2 将制好的  $^{210}\text{Po}$  标准源在低本底  $\alpha$  放射性测量仪进行测量,仪器对  $^{210}\text{Po}$  的探测效率按式(1)

计算：

式中：

$\epsilon$  ——仪器对 $^{210}\text{Po}$ 的探测效率；

$N_0$ —— $^{210}\text{Po}$  标准源的净计数率, 单位为计数每分(cpm);

$D_0$ ——加入到 $^{210}\text{Po}$ 标准源中的 $^{210}\text{Po}$ 放射性活度,单位为衰变每分(dpm)。

### 5.5 化学回收率的测定

5.5.1 在与分析样品等量的样品中,加入含有已知准确的<sup>210</sup>Po活度的标准溶液,按5.2.2~5.3.2步骤操作以确定化学回收率。

### 5.5.2 化学回收率按式(2)计算:

式中：

$R$  ——化学回收率；

$N'$ ——加入已知量 $^{210}\text{Po}$ 测定化学回收率样品测得的计数率,单位为计数每分(cpm);

$N$  ——样品计数率, 单位为计数每分(cpm);

$\epsilon$  ——仪器对 $^{210}\text{Po}$ 的探测效率;

D —— 测定化学回收率时加入样品的<sup>210</sup>Po 放射性活度, 单位为衰变每分(dpm)。

## 5.6 放射性测量

5.6.1 样品源放置 5 h 后, 在低本底  $\alpha$  放射性测量仪测量  $^{210}\text{Po}$  的  $\alpha$  放射性。

5.6.2 用活性区大小与样品源相同的<sup>241</sup>Am 或<sup>239</sup>Pu 标准源作为监督源,在每批样品分析前后进行常规效率校正。

### 5.6.3 测量样品前后应进行本底测量。

## 6 分析结果的表述

食品中<sup>210</sup>Po的放射性活度浓度按式(3)计算:

$$A = \frac{N - N_b}{60\epsilon RW} \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

A —— 食品中<sup>210</sup>Po 的放射性活度浓度, 单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L);

$N$  ——样品计数率, 单位为计数每分(cpm);

$N_b$ ——本底计数率, 单位为计数每分(cpm);

$\epsilon$  ——仪器对 $^{210}\text{Po}$ 的探测效率；

*R* ——化学回收率;

W ——分析样品质量,单位为克(g)。

7 其他

典型条件下,该方法的检出限为 0.74 Bq/g 灰。