



# 中华人民共和国国家标准

GB 14883.2—2016

---

## 食品安全国家标准

### 食品中放射性物质氢-3 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 14883.2—1994《食品中放射性物质检验 氢-3 的测定》。

本标准与 GB 14883.2—1994 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中放射性物质氢-3 的测定”;
- 按照食品安全国家标准的格式对文本进行了调整;
- 补充细化了分析和实验步骤。

# 食品安全国家标准

## 食品中放射性物质氢-3 的测定

### 1 范围

本标准适用于各类食品中氢-3( $^3\text{H}$ )的测定。

### 2 原理

鲜样经燃烧-氧化,使游离水和有机物中氢全部转化为水。收集的水纯化后以电解法浓集 $^3\text{H}$ ,用液体闪烁计数器测量 $^3\text{H}$ 的放射性。

### 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 过硫酸钾( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ )。

3.1.2 过氧化钠( $\text{Na}_2\text{O}_2$ )。

3.1.3 磷酸溶液:85%浓度,市售。

3.1.4 2,5-二苯基噁唑[ $\text{OC}(\text{C}_6\text{H}_5)=\text{NCH}=\text{CC}_6\text{H}_5$ ]:简称 PPO,闪烁纯。

3.1.5 1,4-双-2-(5-苯基噁唑)-苯([ $\text{OC}(\text{C}_6\text{H}_5)=\text{CHN}=\text{C}$ ]) $_2\text{C}_6\text{H}_4$ ):简称 POPOP,闪烁纯。

3.1.6 萘( $\text{C}_{10}\text{H}_8$ )。

3.1.7 1,4-二氧杂环己烷( $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ )。

3.1.8 本底水:电导率小于 $2 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^{-1}$ 。本底水应取自 $^3\text{H}$ 活度浓度水平尽可能低的水,如(深)地下水。蒸馏取得水样,测定水中 $^3\text{H}$ 活度浓度( $\text{Bq}/\text{m}^3$ ),并记录测定日期( $t=0$ )。装在硼硅玻璃瓶中在黑暗中恒定温度保存。

#### 3.2 试剂配制

闪烁液:取 6 g PPO、0.3 g POPOP 和 100 g 萘,溶解于蒸馏纯化过的 1,4-二氧杂环己烷(二氧六环)中并稀释至 1 L。保存在黑纸包好的棕色瓶中,避光备用。PPO 和 POPOP 均为闪烁纯。也可使用市售已配好的商品闪烁液,但应尽量选用低毒性、高闪点溶解性好的安全高效产品。用户应检验替代的商品闪烁液的性能与最佳使用条件,以保证可接受性。

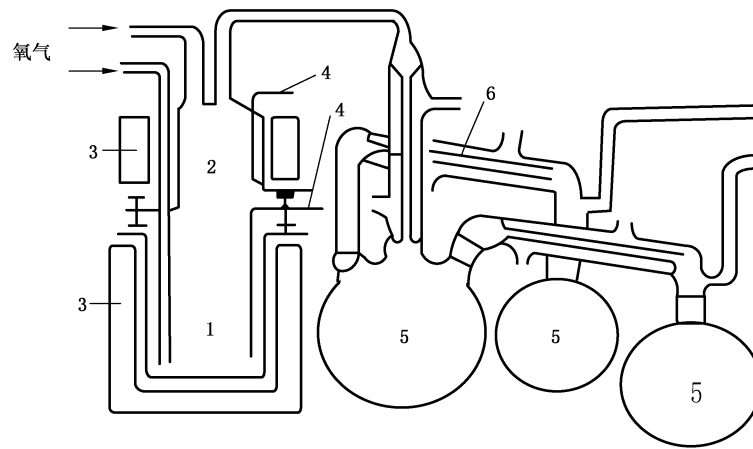
#### 3.3 标准品

标准 $^3\text{H}$ 水:已知准确 $^3\text{H}$ 活度,用本底水稀释后备用。

### 4 仪器和设备

4.1 液体闪烁计数器:本底计数率不大于 60 计数/min, $^3\text{H}$ 计数效率不小于 20%,宜在恒温条件操作。

4.2  $^3\text{H}$  氧化燃烧装置:见图 1。

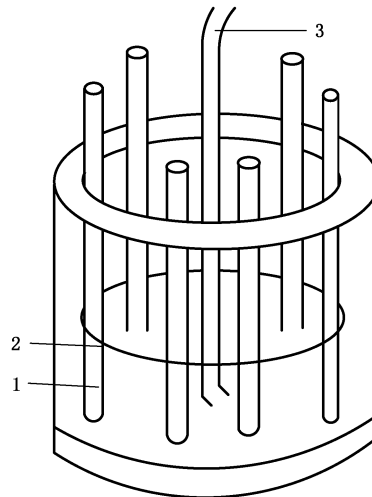


说明:

- 1——燃烧室;
- 2——氧化室;
- 3——高温炉;
- 4——热电偶;
- 5——水接收瓶;
- 6——冷凝管。

图 1  $^3\text{H}$  氧化燃烧装置

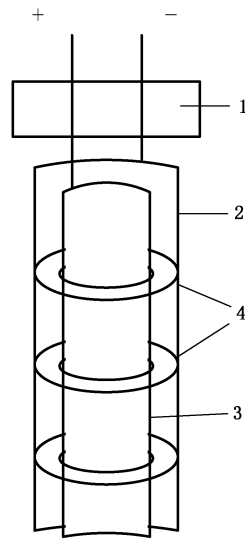
4.3  $^3\text{H}$  电解浓集装置:见图 2 和图 3。



说明:

- 1——电解池;
- 2——固定架;
- 3——冷却水管。

图 2  $^3\text{H}$  电解浓集装置



说明：

- 1——橡皮塞；
- 2——镍阴极；
- 3——镍阳极；
- 4——塑料环。

图 3 电极

## 5 分析步骤

### 5.1 采样和预处理

采样和预处理按 GB 14883.1 规定进行。

### 5.2 样品的燃烧与氧化

5.2.1 称取 1.00 kg 洗净、晾干的食物鲜样，装入<sup>3</sup>H 氧化燃烧装置的燃烧室内。

5.2.2 先通氧气，流速控制在 0.5 L/min~0.7 L/min，赶净装置内空气。

5.2.3 接通高温炉电源。使氧化室的温度升至 700 ℃，再加热燃烧室，当温度升至 100 ℃时，就有水分流入接收瓶。保持这个温度，直到水分流出速度变慢时再缓慢升温。

5.2.4 当温度升到 200 ℃~300 ℃时，升温要尽可能慢，并仔细观察通氧情况。一般燃烧室温度升至 500 ℃以上就无馏分流出。

5.2.5 控制温度在 600 ℃，继续燃烧一段时间，使食品样品完全氧化，然后切断电源，停止加热和通气。燃烧室产生的气体经氧化室被氧化，水蒸气通过冷凝管收集于接收瓶。

### 5.3 水样纯化

所收集的水经测量总体积后转入 500 mL 蒸馏瓶，加入 20 g~30 g 过硫酸钾，氧化回流约 2 h，若溶液仍带色，可再加入 10 g 左右过硫酸钾后回流 2 h。重复氧化回流操作直至完全褪色。将蒸馏瓶接入蒸馏装置蒸馏，所得的水密封在磨口烧瓶内。

### 5.4 电解浓集

5.4.1 电解过程是在图 2 装置内进行。记录电解前纯化过的水样体积并配成 1% 过氧化钠溶液作为电

解液。

5.4.2 电解前镍电极(见图3)应事先浸泡在热稀磷酸溶液中数分钟,取出后用水冲洗烘干,然后装入电解池(见图2)。

5.4.3 电解时电流密度为  $65 \text{ mA/cm}^2$ ,用自来水冷却,每次电解样品水的同时,可在电解池的对称位置电解两个加有标准 $^3\text{H}$ 水与样品等体积的水样,以测定电解过程 $^3\text{H}$ 的回收率。

5.4.4 电解直到电解液体积缩小10倍左右结束,记录电解后体积。

5.4.5 电解完毕后,直接蒸馏样品三次,把浓集了 $^3\text{H}$ 的水从电解液中分离出来。

5.4.6 电解的样品水的浓集系数按式(1)计算:

$$P = \frac{V_i}{V_e} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$P$  —— 浓集系数;

$V_i$  —— 电解前样品水的体积,单位为毫升(mL);

$V_e$  —— 电解后样品水的体积,单位为毫升(mL)。

5.4.7 将标准 $^3\text{H}$ 水按5.4.1~5.4.5的步骤处理后按式(2)计算电解过程的 $^3\text{H}$ 的回收率。

$$Y = \frac{I_e V_e}{I_i V_i} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$Y$  —— 电解过程 $^3\text{H}$ 的回收率;

$I_e$  —— 标准 $^3\text{H}$ 水电解后的放射性活度,单位为贝可(Bq);

$V_e$  —— 标准 $^3\text{H}$ 水电解后的体积,单位为毫升(mL);

$I_i$  —— 标准 $^3\text{H}$ 水电解前的放射性活度,单位为贝可(Bq);

$V_i$  —— 标准 $^3\text{H}$ 水电解前的体积,单位为毫升(mL)。

## 5.5 样品制备

### 5.5.1 制备待测样品

准确吸取浓集后水样2.00 mL和8.00 mL闪烁液混匀,放入10 mL样品计数瓶中,旋紧瓶盖,振荡混合均匀保存备用。

### 5.5.2 制备本底样品

将本底水按5.4电解蒸馏后,准确吸取蒸馏后水样2.00 mL和8.00 mL闪烁液混匀,放入10 mL样品计数瓶中,旋紧瓶盖,振荡混合均匀后保存备用。

### 5.5.3 制备标准样品

准确吸取 $^3\text{H}$ 标准溶液水样2.00 mL和8.00 mL闪烁液,放入10 mL样品计数瓶中,旋紧瓶盖,振荡混合均匀后保存备用。

### 5.5.4 避光保存

把制备好的样品(包括本底样品、待测样品和标准样品),用酒精湿棉球擦拭清洁瓶体后,同时放入液体闪烁计数器的样品室中,避光12 h以上(一般是当天制的样品放入样品室,于第二天测量)。

### 5.5.5 防止交叉污染

在操作每一个可能引起样品间交叉污染的步骤中,要注意避免交叉污染。操作要按先低水平,后高

水平顺序进行。

## 5.6 测量

### 5.6.1 仪器准备

调试仪器达到正常工作状态。选择并确定<sup>3</sup>H测量的能量道宽,使仪器的测量道对所测样品的灵敏度达到最大。

### 5.6.2 测量时长的确定

低水平样品需要长的测量时间,与所需的测量精度有关,一般不少于1 000 min。计数时间应能保证样品计数的统计涨落能满足测量要求。

### 5.6.3 本底计数率的测定

对制备的本底样品以确定的计数时间进行测量。对于低水平样品的测量,本底样品的计数时间应不少于1 000 min。

### 5.6.4 仪器效率的测定

对制备的标准样品进行测量,按式(3)计算仪器的计数效率:

$$\epsilon = \frac{N_s - N_b}{60A_s} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$\epsilon$  ——仪器的计数效率;

$N_s$  ——标准样品计数率,单位为计数每分(cpm);

$N_b$  ——本底样品计数率,单位为计数每分(cpm);

$A_s$  ——加入到标准样品中<sup>3</sup>H的活度,单位为贝可(Bq),应校正到检测时的活度,样品闪烁液混合物中的淬灭可能导致计数效率的降低。可利用内标准法或外标准道比法进行淬灭校正。

### 5.6.5 测量样品

应按如下顺序进行样品的测量:本底样品—待测样品—标准样品,每个样品的测量时长应一致。

## 5.7 空白试验

在试剂更换或检测不同批次样品时应进行空白试验。

## 6 分析结果的表述

食品中<sup>3</sup>H的放射性活度浓度按式(4)计算:

$$A = \frac{(N_t - N_b)V}{60V_tPY\epsilon W} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$A$  ——测量样品中<sup>3</sup>H的放射性活度浓度,单位为贝可每千克(Bq/kg);

$N_t$  ——测量样品的计数率,单位为计数每分(cpm);

$N_b$  ——本底样品计数率,单位为计数每分(cpm);

$V$  ——燃烧过程收集的样品水体积,单位为毫升(mL);

$V_t$  ——测量的样品水体积,单位为毫升(mL);

- $P$  —— 浓集系数；
- $Y$  —— 电解过程 $^3\text{H}$ 的回收率；
- $\epsilon$  —— 仪器的计数效率；
- $W$  —— 分析样品的鲜样量,单位为千克(kg)。

## 7 其他

典型条件下,该方法的检出限为 11 Bq/kg。

---