

中华人民共和国国家标准

GB/T 13273—91

GB/T 13273—91

植物、动物甲状腺中 碘-131的分析方法

Analytical method for ¹³¹I in plant
and animal thyroid gland

中华人民共和国
国家标准
植物、动物甲状腺中
碘-131的分析方法
GB/T 13273—91

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzchs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字

1992年5月第一版 2005年9月第二次印刷

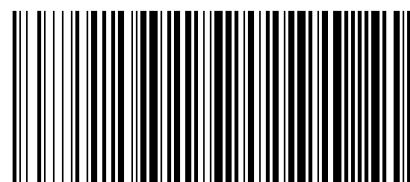
*

书号:155066·1-25296 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 13273—1991

1991-10-24 发布

1992-08-01 实施

国家环境保护局 发布
国家技术监督局

植物、动物甲状腺中
碘-131的分析方法

GB/T 13273—91

Analytical method for ^{131}I in plant
and animal thyroid gland

1 主题内容与适用范围

本标准规定了植物、动物甲状腺中碘-131的分析方法。

本标准适用于植物、动物甲状腺样品中碘-131含量分析。 β 探测下限对植物为 0.17 Bq/kg,对动物甲状腺为 6×10^{-3} Bq/g。 γ 探测下限对植物为 0.01 Bq/kg,对动物甲状腺为 8×10^{-3} Bq/g。对裂变核素 ^{90}Sr - ^{90}Y 、 ^{106}Ru - ^{106}Rh 、 ^{137}Cs 、 ^{95}Zr - ^{95}Nb 、 ^{141}Ce - ^{141}Pr 以及总裂片去污系数均在 10^4 以上。

2 方法提要

植物样品、动物甲状腺,用氢氧化物固定碘,过氧化氢助灰化,水浸取,四氯化碳萃取,水反萃,碘化银沉淀,用低本底 β 测量装置或低本底 γ 谱仪测量。

3 试剂

所用试剂,除特别注明者外,均使用符合国家标准分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 碘载体溶液

3.1.1 配制

溶解 13.070 g 碘化钾于蒸馏水中,转入 1 L 容量瓶。加少许无水碳酸钠,稀释至刻度。碘的浓度为 10 mg/mL。

3.1.2 标定

在 6 个 100 mL 烧杯中,分别用移液管吸取 5 mL 碘载体溶液(3.1.1),加 50 mL 蒸馏水,搅拌下滴加浓硝酸(3.6),溶液呈金黄色,加 10 mL 硝酸银溶液(3.7)。加热至微沸,冷却后用 G4 玻璃砂坩埚抽滤。依次用 5 mL 水和 5 mL 无水乙醇各洗三次。在烘箱内 110°C 下烘干,冷却后称重。计算碘的浓度。

3.2 ^{131}I 参考溶液:核纯;

3.3 四氯化碳(CCl_4):99.5%;

3.4 亚硝酸钠溶液(NaNO_2):5 mol/L;

3.5 过氧化氢(H_2O_2):30%;

3.6 硝酸(HNO_3): $\rho = 1.40 \text{ g/mL}$;

3.7 硝酸银溶液(AgNO_3):1% (m/m);

3.8 亚硫酸氢钠溶液(NaHSO_3):5% (m/m);

3.9 2 mol/L 氢氧化钠+2 mol/L 氢氧化钾混合溶液(3+2);

3.10 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4 仪器和设备

4.1 低本底 β 测量装置:

对铯-137 平面源测量 100 min,置信度为 95%时,最小探测限 0.05 Bq;

4.2 低本底 γ 谱仪或 γ 测量装置:

对单一的铯-137 薄源测量 1 000 min,置信度为 95%时,最小探测限 0.1 Bq;

4.3 高频热合机;

4.4 玻璃可拆式漏斗:见附录 A(补充件)中图 A1;

4.5 不锈钢压源模具:见附录 A(补充件)中图 A2;

4.6 封源铜圈:见附录 A(补充件)中图 A3;

4.7 研钵锤;

4.8 瓷蒸发皿:750~600 mL。

5 采样与样品制备

5.1 取样

按国家有关环境辐射监测中生物采样的基本规定(HB)执行。

5.2 试样制备

5.2.1 植物样品

5.2.1.1 将采集的各种植物样品,称取 250 g 鲜样,放入 750 mL 瓷蒸发皿中。加 20 mg 碘载体,并按 1 g 样品加入 1 mL 混合溶液(3.9),搅拌均匀。

5.2.1.2 样品在电炉上蒸干后,将瓷蒸发皿转移在 450℃马福炉内灰化 1 h。冷却、研碎,用 30%过氧化氢湿润后完全蒸干,放入马福炉内 450℃灰化 30 min。如灰仍有明显的碳粒,再加入助灰化剂过氧化氢(3.5),继续在马福炉内 450℃灰化,直至样品呈灰白色。

5.2.2 动物甲状腺

称 5 g 甲状腺样品的腺体组织。剪碎,置于 60 mL 瓷蒸发皿中。加入 10 mg 碘载体和 10 mL 混合碱溶液(3.9)。搅拌均匀,样品按(5.2.1.2)步骤灰化。

6 分析步骤

6.1 浸取

将灰样转入到 100 mL 离心管,每次用 30 mL 水浸取三次。离心,上清液转移到 250 mL 分液漏斗中。

6.2 萃取

向分液漏斗中加入 20 mL 四氯化碳(3.3),加 2 mL 亚硝酸钠溶液(3.4),逐渐加入浓硝酸,调 pH 为 1。振荡 2 min(注意放气),静置分相。有机相转移到 100 mL 分液漏斗中。用 15 mL 和 5 mL 四氯化碳分别进行第二次、第三次萃取。各振荡 2 min,静置后合并有机相。

6.3 水洗

用等体积蒸馏水洗涤有机相,振荡 2 min,静置分相。有机相转入另一个分液漏斗中,弃水相。

6.4 反萃

在有机相中加等体积的蒸馏水,加亚硫酸氢钠溶液(3.8)8 滴。振荡 2 min(注意放气)。紫色消退,静置分相。弃有机相。水相移入 100 mL 烧杯中。

6.5 沉淀

将上述烧杯加热至微沸,除净剩余的四氯化碳。冷却后,在搅拌下滴加浓硝酸(3.6),当溶液呈金黄色时,立即加入 6 mL 硝酸银溶液(3.7)。加热至微沸,取下冷却至室温。

粒子平均最大能量值为 0.547 MeV,碘-131 β 粒子平均最大能量值为 0.576 MeV,二者相对偏差为 4.9%。由此引起探测效率(包括空气层自吸收、反散射等)偏差在实验误差范围之内,因此用铯-137 薄源刻度 β 探测效率是可行的。

附加说明:

本标准由国家环境保护局和中国核工业总公司提出。

本标准由中国原子能科学研究院负责起草。

本标准主要起草人胡征兰、杜秀领。