

(京)新登字 023 号

UDC 546.15 : 543.52  
Z 33



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14674—93

GB/T 14674—93

## 牛奶中碘-131的分析方法

Analytical method for <sup>131</sup>I in milk

中华人民共和国  
国家标准  
牛奶中碘-131的分析方法  
GB/T 14674—93

\*  
中国标准出版社出版  
(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售  
版权专有 不得翻印

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 15 千字  
1994年4月第一版 1995年7月第二次印刷

印数 2 001—4 000

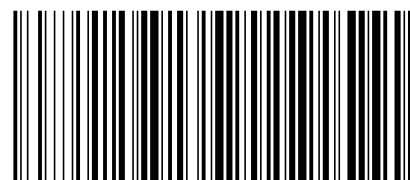
\*  
书号: 155066·1-10477 定价 10.00 元

\*  
标目 237—36

1993-10-27 发布

1994-05-01 实施

国家环境保护局  
国家技术监督局 发布



GB/T 14674—1993

$S$ ——预定的相对标准偏差。

**B6** 碘化银源必须用塑料膜封源,膜的质量厚度为  $3 \text{ mg/cm}^2$ 。膜的本底在仪器涨落范围内。

**B7** 如果没有高频热合机的条件,可将沉淀源夹在塑料膜内,盖上一层黄蜡绸,用  $5 \text{ W}$  电烙铁沿沉淀源周围画一圈封合,剪齐外缘,待测。

**B8** 关于用铯-137 薄源代替碘-131 源测定  $\beta$  探测效率的问题。按铯-137 $\beta$  衰变的分之比,加权以后的  $\beta$  粒子平均最大能量值为  $0.547 \text{ MeV}$ ,碘-131 $\beta$  粒子平均最大能量值为  $0.576 \text{ MeV}$ ,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  $\beta$  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。

本标准主要起草人杜秀领、胡征兰。

## 中华人民共和国国家标准

GB/T 14674—93

### 牛奶中碘-131的分析方法

Analytical method for  $^{131}\text{I}$  in milk

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了牛奶样品中碘-131 含量的分析方法。

本标准适用于牛奶样品中碘-131 含量的分析,也适用于羊奶等样品中碘-131 含量的分析。本方法  $\beta$  放射性的探测下限为  $7 \times 10^{-3} \text{ Bq/L}$  和测  $\gamma$  放射性的探测下限为  $1 \times 10^{-2} \text{ Bq/L}$ 。对环境中的裂变核素  $^{99}\text{M}-^{99\text{m}}\text{Tc}$  和总裂片去污系数分别为  $5.2 \times 10^4$  和  $1.3 \times 10^5$ 。

#### 2 方法提要

牛奶样品中碘-131 用强碱性阴离子交换树脂浓集。次氯酸钠解吸,四氯化碳萃取,亚硫酸氢钠还原。水反萃,制成碘化银沉淀源。用低本底  $\beta$  测量装置或低本底  $\gamma$  谱仪测量。

#### 3 试剂和材料

所用试剂,除特别注明者外,均使用符合国家标准和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  $13.070 \text{ g}$  碘化钾于蒸馏水中,转入  $1 \text{ L}$  容量瓶内,加少许无水碳酸钠,稀释至刻度。碘的浓度为  $10 \text{ mg/mL}$ 。

###### 3.1.2 标定

在 6 个  $100 \text{ mL}$  烧杯中,用移液管分别吸取  $5 \text{ mL}$  碘载体溶液(3.1.1),加  $50 \text{ mL}$  蒸馏水,搅拌下滴加浓硝酸。溶液呈金黄色,加  $10 \text{ mL}$  硝酸银溶液(3.8)。加热至微沸,冷却后,用 G4 玻璃砂坩埚抽滤。依次用  $5 \text{ mL}$  水和  $5 \text{ mL}$  无水乙醇各洗三次。在烘箱内  $110^\circ\text{C}$  烘干、冷却后称重。计算碘的浓度。

##### 3.2 碘-131 参考溶液:核纯;

##### 3.3 次氯酸钠( $\text{NaClO}$ ):活性氯含量 $5.2\%$ 以上;

##### 3.4 四氯化碳( $\text{CCl}_4$ ): $99.5\%$ ;

##### 3.5 盐酸羟胺溶液: $c(\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl})=3 \text{ mol/L}$ ;

##### 3.6 硝酸( $\text{HNO}_3$ ): $\rho=1.40 \text{ g/mL}$ ;

##### 3.7 硝酸溶液( $\text{HNO}_3$ ): $1+1(\text{V/V})$ ;

##### 3.8 硝酸银溶液( $\text{AgNO}_3$ ): $1\%(\text{m/m})$ ;

##### 3.9 亚硫酸氢钠溶液( $\text{NaHSO}_3$ ): $5\%(\text{m/m})$ ;

##### 3.10 氢氧化钠溶液( $\text{NaOH}$ ): $5\%(\text{m/m})$ ;

##### 3.11 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ ;

##### 3.12 甲醛( $\text{CH}_2\text{O}$ ): $37\%$ ;

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

国家环境保护局 1993-09-18 批准

1994-05-01 实施

## 3.14 离子交换树脂:

## 3.14.1 树脂型号

- 201×7 Cl<sup>-</sup>型阴离子交换树脂 20~50 目;  
251×8 Cl<sup>-</sup>型阴离子交换树脂 20~50 目。

## 3.14.2 树脂处理

将新树脂于蒸馏水中浸泡 2 h, 洗涤并除去漂浮在水面的树脂。用氢氧化钠溶液(3.10)浸泡 16 h, 弃氢氧化钠溶液。蒸馏水洗涤树脂至中性。再用盐酸溶液(3.11)浸泡 2 h 后, 弃盐酸溶液, 树脂转为 Cl<sup>-</sup>型。用蒸馏水洗至中性。

## 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, 最小探测限为 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, 最小探测限为 0.1 Bq;  
4.3 电动搅拌器;  
4.4 玻璃解吸柱: 见附录 A(补充件)中图 A1;  
4.5 分析天平: 感量 0.1 mg;  
4.6 高频热合机;  
4.7 玻璃可拆式漏斗: 见附录 A(补充件)中图 A2;  
4.8 不锈钢压源模具: 见附录 A(补充件)中图 A3;  
4.9 封源铜圈: 见附录 A(补充件)中图 A4。

## 5 取样

按国家关于《环境辐射监测中生物采样的基本规定(HB)》执行。

## 6 分析步骤

## 6.1 吸附

将牛奶样品搅拌均匀, 每份试样 4 L, 装入 5 L 烧杯中。加入 30 mg 碘载体溶液(3.1), 用电动搅拌器(4.3)搅拌 15 min。加入 30 mL 阴离子交换树脂(3.14.2), 搅拌 30 min, 静置 5 min, 将牛奶转移到另一个 5 L 烧杯中, 再加入 30 mL 阴离子交换树脂(3.14.2), 重复以上步骤。将树脂合并于 150 mL 烧杯中, 用蒸馏水漂洗树脂中残余牛奶。

## 6.2 硝酸处理

向装有树脂的烧杯中, 加入硝酸溶液(3.7)40 mL, 在沸水浴中煮沸 1 h(不时搅拌)。冷却至室温, 把树脂转入玻璃解吸柱(4.4)内, 弃酸液。加入 50 mL 蒸馏水洗涤树脂, 弃洗液。

## 6.3 解吸

向玻璃解吸柱(4.4)内加入 30 mL 次氯酸钠(3.3), 用电动搅拌器(4.3)搅拌 30 min。将解吸液收集到 500 mL 分液漏斗中, 重复上次解吸程序。再用 15 mL 次氯酸钠(3.3)和 15 mL 蒸馏水搅拌解吸 20 min。合并三次解吸液。用 40 mL 蒸馏水分两次洗涤, 每次搅拌 3~5 min, 将洗液与解吸液合并。

## 6.4 萃取

向解吸液中加入四氯化碳 30 mL(3.4), 加 8 mL 盐酸羟胺溶液(3.5)。搅拌下加硝酸(3.6)调水相酸度, 调 pH 值为 1, 振荡 2 min(注意放气), 静置。把四氯化碳转入 250 mL 分液漏斗中, 再重复萃取两次。每次用四氯化碳(3.4)15 mL, 合并有机相, 弃水相, 将有机相转入另一个分液漏斗中。

## 6.5 水洗

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

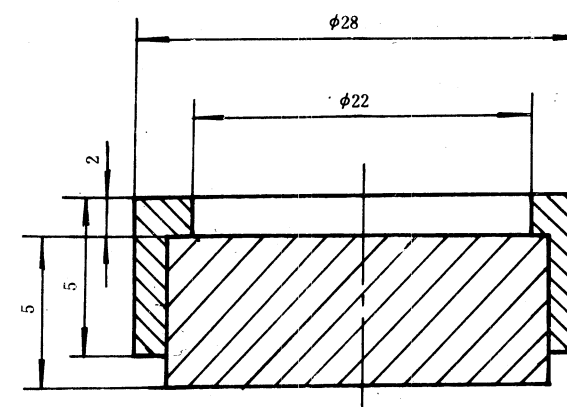


图 A3 不锈钢压源模具

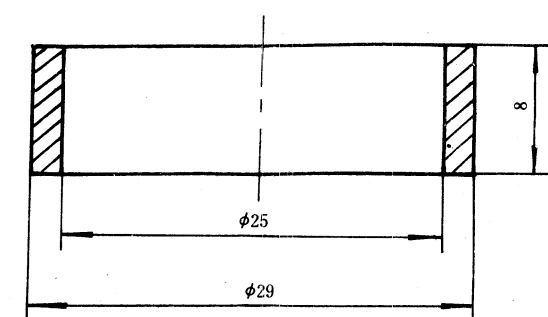


图 A4 封源铜圈

## 附录 B

## 正确使用标准的说明

(参考件)

- B1** 牛奶鲜样应立即分析。如需放置时, 要在牛奶中加 37% 甲醛(3.12)防腐(5 mL/L)。  
**B2** 若使用容易解吸的树脂, 可以省去分析步骤中的 6.2。  
**B3** 本标准分析流程中用次氯酸钠溶液解吸。解吸与温度有关, 适宜温度在 10~32℃。次氯酸钠在 35℃ 将分解失效。  
**B4** 本标准所采用次氯酸钠化学试剂必须在低温下保存。  
**B5** 按式(B1)决定样品测量的时间  $t_c$ 。

$$t_c = \frac{N_c + \sqrt{N_c \cdot N_b}}{N^2 \cdot S^2} \dots\dots\dots (B1)$$

式中:  $t_c$ ——样品计数时间, min;

$N_c$ ——样品源加本底的计数率, 计数/min;

$N_b$ ——本底计数率, 计数/min;

$N$ ——样品源净计数率, 计数/min;