

食品中放射性物质检验
氢-3 的测定

GB 14883.2-94

Examination of radioactive materials for foods--
Determination of hydrogen-3

1 主题内容与适用范围

本标准规定了各类食品中氢-3(^3H)的测定方法。
本标准适用于各类食品中氢-3的测定。方法最低测定限为 11Bq/kg。

2 引用标准

GB 14883.1 食品中放射性物质检验 总则

3 原理

鲜样经燃烧-氧化,使游离水和有机物中氢全部转化成水。收集的水纯化后以电解法浓集氚,用液体闪烁计数器测量氚的放射性。

4 试剂和材料

4.1 闪烁液:取 6g 2,5-二苯基噁唑(PPO),0.3g 1,4-双-2-(5-苯基噁唑)-苯(POPOP)和 100g 苯,溶于蒸馏纯化过的二氧六圆中并稀释至 1L。保存在黑纸包好的棕色瓶内,避光备用。PPO 和 POPOP 均为闪烁纯。

4.2 标准氚水:已知准确 ^3H 活度,稀释后备用。

4.3 本底水:电导率小于 $2 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

4.4 过硫酸钾。

4.5 过氧化钠。

4.6 磷酸。

5 仪器和设备

5.1 液体闪烁计数器:本底计数率不大于 60 计数/min, ^3H 计数效率不小于 20%。

5.2 燃烧-氧化装置:见图 1。

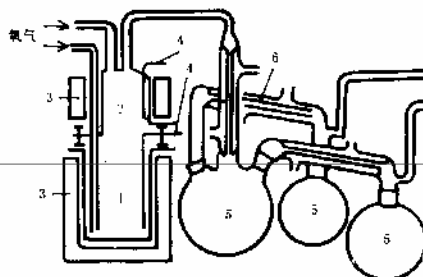


图1 燃烧-氧化装置

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

5.3 电解装置;见图2和图3。

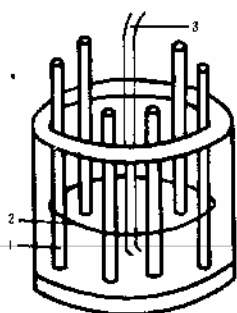


图2 电解装置

1—电解池;2—固定架;3—冷却水管

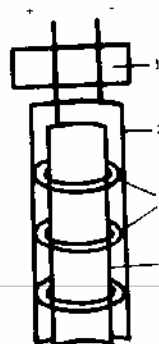


图3 电极

1—橡皮塞;2—镍阴极;3—镍阳极;4—塑料环

6 测定

6.1 样品采样和可食部分采集按GB 14883.1。

6.2 样品的燃烧-氧化

称取1.00kg洗净、晾干的食物鲜样,装入燃烧室内,按图1将燃烧-氧化装置连接好。先通氧气,流速控制在0.5~0.7L/min,赶走装置内空气。然后接通二个高温炉电源,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。当温度升到200~300℃时,升温要尽可能慢,并仔细观察通气情况。一般燃烧室温度升至500℃以上就无馏分流出。控制在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。

燃烧室中产生的气体经氧化室时被氧化,水蒸气通过冷凝管收集于接收瓶。

6.3 水样纯化

测量过所收集的水量总体积后转入 500mL 蒸馏瓶,加入 20~30g 过硫酸钾,氧化回流约 2h,若溶液仍带色,可再加 10g 左右过硫酸钾后回流 2h,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。

6.4 电解浓集

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。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(图 2)。电解时电流密度为 65mA/cm²,用自来水冷却。每次电解样品水的同时,在电解池的对称位置电解二个加有标准氚水与样品等体积的水样,以测定电解过程³H 的回收率。电解直到电解液体积缩小 10 倍左右结束,记录电解后体积。电解完毕后,直接蒸馏样品三次,把浓集了³H 的水从电解液中分离出来。

6.5 测量

准确吸取浓集后水样 2.00mL 于聚四氟乙烯测量瓶内,与 8.00mL 闪烁液混匀,放入液体闪烁计数器的样品室内避光数小时(一般是当天制的样品放入样品室,于第二天测量)。按样品——本底——样品的顺序在相同条件下进行放射性测量。

6.6 计算

$$A = \frac{NV}{60V_0PYEW} \dots\dots\dots (1)$$

$$A_r = \frac{138.9N}{V_0PYE} \dots\dots\dots (2)$$

式中: A——样品³H 含量, Bq/kg 或 Bq/L;

A_r ——样品³H 含量, 氚单位;

E——仪器对³H 的测量效率;

N——样品净计数率, 计数/min;

P——浓集系数, $P=V_0/V_1$ (V_0, V_1 分别为电解前、后样品水的体积);

V——燃烧过程收集样品水体积, mL;

V_0 ——测量样品体积, mL;

W——分析样品鲜样量, kg;

Y——电解过程³H 的回收率; $Y = \frac{I_1 V_1}{I_2 V_2}$ (I_1, V_1 和 I_2, V_2 分别为标准氚水电解前和电解后放射性活度、体积)。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由中国医学科学院放射医学研究所负责起草。

本标准的主要起草人韩佩珍、褚洪达。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。