

中华人民共和国国家标准

食品中放射性物质检验  
铯-137的测定

GB 14883.10—94

Examination of radioactive materials for foods—  
Determination of cesium-137

1 主题内容与适应范围

本标准规定了各类食品中铯-137(<sup>137</sup>Cs)的放射化学测定方法。

本标准适用于各类食品中铯-137的测定。方法测定限对磷钼酸铵法、亚铁氰化钴钾法为  $1.3 \times 10^{-2}$  Bq/g 灰,对  $\gamma$ 能谱法为 3.7Bq/kg 样。

2 引用标准

GB 14883.1 食品中放射性物质检验 总则

GB 14883.4 食品中放射性物质检验 碘-131的测定

3 磷钼酸铵法

3.1 原理

王水浸取食品灰,经磷钼酸铵吸附分离,在柠檬酸掩蔽下以碘铯酸盐沉淀纯化铯后,低本底  $\beta$ 射线测量仪测量<sup>137</sup>Cs放射性。

3.2 试剂

3.2.1 磷钼酸铵:8g 磷酸氢二铵溶于 250mL 水中。10g 硝酸铵溶于 50mL 水和 30mL 硝酸中。将上述两种溶液合并,加热至 80℃。然后在不断搅拌下缓慢加入 250mL 28% 钼酸铵溶液,加热片刻,放置冷却,倾去上清液,用 G5 号砂芯漏斗抽滤,先后以 1% 硝酸和无水乙醇洗涤。110℃ 烘干后,存放于棕色广口瓶内。

3.2.2 碘铯酸钠:称 5g 三氧化二铯和 15g 碘化钠混合,加入 50mL 冰乙酸和 50mL 水,搅拌溶解,加热近沸,过滤,滤液装入棕色试剂瓶中。

3.2.3 铯载体溶液:10mgCs<sup>+</sup>/mL,称取 12.67g 氯化铯于小烧杯中,加水溶解后滴加 3 滴浓盐酸,定量转入 1L 容量瓶,用水稀释到刻度。

标定:可用下列两法之一。

3.2.3.1 标定方法 1——高氯酸铯法:准确吸取 4.00mL 铯载体溶液入 125mL 锥形瓶,加 1mL 硝酸和 5mL 高氯酸,蒸发至冒白烟几分钟。取下,冷至室温。加入 15mL 无水乙醇,摇匀后在冰浴中冷数分钟。将沉淀抽滤于已称量的 G4 砂芯玻璃坩埚,用 10mL 无水乙醇洗涤一次,105℃ 烘干 15min 干燥器内冷却后称量。

3.2.3.2 标定方法 2——四苯硼铯法:取 2.00mL 铯载体溶液,盛于 100mL 烧杯中,加 20mL 水和 1mL 6mol/L 乙酸溶液,搅拌均匀。加入 10mL 3% 四苯硼钠溶液,稍加热,冷至室温。在已恒量的 G5 砂芯漏斗上抽滤,用 20mL 1% 乙酸溶液洗涤烧杯,并定量转入砂芯漏斗,最后在 110℃ 下烘干,称至恒量。

中华人民共和国卫生部 1994-02-22 批准

1994-09-01 实施

- 3.2.4 5%乙酸溶液。
- 3.2.5 冰乙酸。
- 3.2.6 草酸。
- 3.2.7 氢氧化钠溶液:2mol/L。
- 3.2.8 30%柠檬酸溶液。
- 3.2.9 王水:1体积硝酸与3体积盐酸混合。
- 3.2.10  $^{137}\text{Cs}$  标准溶液: $1 \times 10^3$  衰变/min·mL左右,含0.1mgCs<sup>+</sup>/mL的0.1mol/L盐酸溶液。

### 3.3 仪器和器材

- 3.3.1 可拆卸漏斗:内径2cm。
- 3.3.2 砂芯玻璃坩埚:G5(或G4)。
- 3.3.3 离心机:离心管容积80mL以上。
- 3.3.4 低本底 $\beta$ 测量仪:本底小于3计数/min。
- 3.4 标准源校正监督源及计数效率-质量曲线的绘制
- 3.4.1  $^{137}\text{Cs}$  标准源校正 $^{137}\text{Cs}$  监督源

将内面光滑的不锈钢测量盘洗净烘干,用铅笔画上与测量样品相同直径的圆,滴入0.1mL胰岛素溶液(20万单位/mL),使在圆内均匀分布,烘干。往胰岛素圆面上准确加入 $^{137}\text{Cs}$ 标准溶液( $10^2 \sim 10^3$  衰变/min),仔细均匀铺开烘干。再滴上1滴1%火棉胶溶液,均匀地覆盖于源上,晾干后即得 $^{137}\text{Cs}$ 监督源(使用活性区直径与样品相同的 $^{137}\text{Cs}$ 平板标准源更好)。

准确移取2.00mL铯载体和1.00mL $^{137}\text{Cs}$ 标准溶液(3.2.10)于50mL烧杯中,按3.5.5~3.5.6条进行操作,得 $^{137}\text{Cs}$ 标准源。

连续在测量样品的低本底 $\beta$ 测量仪上测量以上两种源,按3.6条计算公式(1)计算出校正后的 $^{137}\text{Cs}$ 监督源强度。

### 3.4.2 计数效率-质量曲线的绘制

准确配制一系列含铯量不同的溶液,各加入等量的 $^{137}\text{Cs}$ 标准溶液(3.2.10),然后按3.5.5~3.5.6条进行操作。以实得碘铯质量作为横坐标,测得的放射性强度I为纵坐标在半对数坐标纸上作图,得一直线。将直线延长与纵坐标相交得I<sub>0</sub>,以实得碘铯质量作为横坐标,I/I<sub>0</sub>为纵坐标,在普通坐标纸上绘制出计数效率-质量曲线。

## 3.5 测定

### 3.5.1 采样、预处理按GB 14883.1规定进行。

3.5.2 称取1~10g(精确至0.001g)灰样于250mL蒸发皿,加入2.00mL铯载体溶液和少量水润湿灰。慢慢滴入40mL王水,在沸水浴上蒸干,再在电炉上低温加热到无烟后,于高温炉中450℃灼烧0.5h。冷却,用30~50mL6mol/L硝酸溶液浸煮并趁热离心,保留上清液。然后用热的2mol/L硝酸溶液和水20mL交替洗涤残渣2次。重复前述浸煮和洗涤一次,弃去残渣,合并上清液与洗出液于250mL烧杯。

3.5.3 用浓氨水调浸出液pH至1左右,加水稀释至200mL左右。加入1g磷酸铵,搅拌30min,放置,让沉淀沉降完全。

3.5.4 用虹吸法吸去大部分清液,剩余部分转入离心管离心,弃去上清液。用1%(V/V)硝酸和水各15mL分别洗沉淀一次,离心。弃去上清液。然后加入10mL2mol/L氢氧化钠溶液,搅拌使沉淀溶解。加5mL30%柠檬酸溶液,小心加热,如有不溶物应趁热在定量滤纸上过滤,用10mL水依次洗涤烧杯和滤纸,合并滤液和洗涤液入50mL烧杯中,在电炉上缓缓蒸发至5~8mL。

3.5.5 将烧杯放在冰浴中冷却,加入2mL冰乙酸和2.5mL碘铯酸钠溶液,用玻璃棒擦壁搅拌3min左右。碘铯酸钠沉淀在冰浴放置15min左右。将溶液和沉淀转入10mL离心管中离心,弃去上清液。用10mL冰乙酸洗涤烧杯后转入离心管,搅起沉淀进行洗涤,离心,弃去上清液。