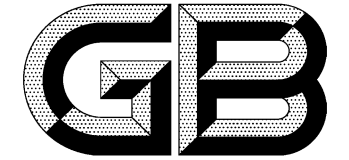


UDC 613.2 : 539.16 : 543.063
C 53



中华人民共和国国家标准

GB 14883.3—94

GB 14883.3—94

食品中放射性物质检验 锶-89 和锶-90 的测定

Examination of radioactive materials for foods—
Determination of strontium-89 and strontium-90

中华人民共和国
国家标准
食品中放射性物质检验
锶-89 和锶-90 的测定
GB 14883.3—94

*
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

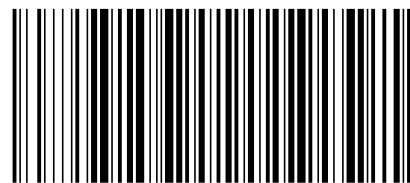
网址 www.bzchs.com
电话:68523946 68517548

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 1 字数 21 千字
1994 年 12 月第一版 2005 年 8 月第二次印刷

*
书号: 155066·1-24577 定价 12.00 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 14883.3—1994

1994-02-22 发布

1994-09-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

中华人民共和国国家标准

食品中放射性物质检验
锶-89和锶-90的测定

GB 14883.3—94

Examination of radioactive materials for foods—
Determination of strontium-89 and strontium-90

1 主题内容与适用范围

本标准规定了各类食品中锶-89(^{89}Sr)和锶-90(^{90}Sr)的测定方法。

本标准适用于各类食品中 ^{89}Sr 和 ^{90}Sr 的测定。 ^{90}Sr 扣除法和铝片吸收法对 ^{89}Sr 的测定限为 2.3×10^{-2} 和 $4.2 \times 10^{-2}\text{Bq/g}$ 灰, ^{90}Sr 测定限均为 $1.6 \times 10^{-2}\text{Bq/g}$ 灰。

2 引用标准

GB 14883.1 食品中放射性物质检验 总则

3 锶-90测定方法——发烟硝酸法

3.1 原理

王水浸取食品灰,发烟硝酸沉淀法分离锶,经硝酸洗涤、铬酸钡和氢氧化铁沉淀纯化后,放置14d,以低本底 β 测量仪测量钇-90(^{90}Y)的放射性,从而计算 ^{90}Sr 放射性浓度。

3.2 试剂

3.2.1 锶载体溶液:50mg Sr^{2+}/mL 。称取150g氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),用1%硝酸溶液溶解,稀释至1L。

标定:2.00mL锶载体溶液置于锥形瓶中,加入25mL水,用氨水调至碱性,加入10mL饱和碳酸铵溶液,加热煮沸,冷却30min。将沉淀过滤于已恒重过的4号砂芯玻璃坩埚中,用水、无水乙醇每次各10mL依次洗涤2次,105℃干燥0.5h,称至恒重。

3.2.2 钇载体溶液:10mg Y^{3+}/mL 。称取43.1g硝酸钇 [$\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,分析纯],加热溶于50mL6mol/L硝酸溶液中,用水稀释至1L。

标定:2.00mL钇载体溶液置于锥形瓶中,加入30mL水和2mL饱和草酸溶液,用氨水或2mol/L硝酸溶液调节溶液pH至1.5,加热凝聚,冷却。将草酸钇沉淀过滤于可拆卸漏斗中已恒重的滤纸上,依次用水、无水乙醇每次各10mL洗涤2次,置干燥箱45~50℃下干燥,称至恒重。在该温度时,草酸钇沉淀组成为 $\text{Y}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 。

3.2.3 钡载体溶液:10mg Ba^{2+}/mL 。称取17.8g氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于0.1mol/L盐酸中并稀释至1L。

3.2.4 铁载体溶液:10mg Fe^{3+}/mL 。称取50g氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于1L0.5mol/L盐酸溶液中。

3.2.5 无二氧化碳氨水:蒸馏氨水,收集馏出液,密封备用。新鲜氨水用钙离子检查无二氧化碳亦可使用。

3.2.6 发烟硝酸:95%或密度1.495g/mL以上。

中华人民共和国卫生部 1994-02-22 批准

1994-09-01 实施

- 3.2.7 硝酸:65%~68%。
 3.2.8 草酸溶液:饱和溶液。
 3.2.9 碳酸铵溶液:饱和溶液。
 3.2.10 铬酸钠溶液:1.5mol/L。
 3.2.11 过氧化氢。
 3.2.12 甲基橙指示剂:0.1%溶液。
 3.2.13 胰岛素溶液:20单位/mL。
 3.2.14 ^{90}Sr - ^{90}Y 标准溶液:含 ^{90}Sr 约为 1×10^3 衰变/min·mL,含铯、钇载体各为 $5 \mu\text{g}/\text{mL}$ 左右的0.1mol/L硝酸溶液。

3.3 仪器及设备

- 3.3.1 可拆卸漏斗。
 3.3.2 砂芯玻璃坩埚:G4号。
 3.3.3 离心机:离心管容积80mL以上。
 3.3.4 低本底 β 测量仪:本底不大于3计数/min。

3.4 标准源校正监督源

- 3.4.1 ^{90}Sr - ^{90}Y 监督源的制备:在内面光滑洁净的不锈钢测量盘上一直径与样品源相同的圆面积内,均匀滴入0.1mL胰岛素溶液,铺匀晾干,再滴入 ^{90}Sr - ^{90}Y 标准溶液,铺匀晾干,然后滴上1滴1%火棉胶溶液覆盖表面,晾干备用。源的强度约为 2×10^3 衰变/min。使用活性区直径与样品源相同的平板标准源更好。
 3.4.2 ^{90}Y 标准源的制备:移取2.00mL钇载体溶液、2.00mL ^{90}Sr - ^{90}Y 标准溶液和2.00mL铯载体溶液,按测定程序3.5.10~3.5.12操作。
 3.4.3 用 ^{90}Y 标准源校正 ^{90}Sr - ^{90}Y 监督源:制得的 ^{90}Y 标准源(草酸钇)稍干后在低本底 β 测量仪上测量,再测量 ^{90}Sr - ^{90}Y 监督源。按式(1)计算监督源强度 A_1 。

3.5 测定

- 3.5.1 采样、预处理按GB 14883.1规定。
 3.5.2 称取1~10g(精确至0.001g)食品灰于蒸发皿,加2.00mL铯载体溶液(3.2.1)和少量水润湿灰。慢慢滴入40mL王水,在沸水浴上蒸干,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30~50mL 6mol/L盐酸溶液浸煮并趁热离心,保留上清液。然后用热的2 mol/L盐酸溶液和水20mL交替洗涤残渣2次。重复前述浸煮一次,弃去残渣,上清液与洗液合并。
 3.5.3 上清液中加入足量固体草酸(加入量视样品含钙量而定,分析10g灰时一般为4~6g),加水至150mL。溶解后用50%氢氧化钠溶液调节溶液pH至4,冷至室温。用饱和草酸溶液检查草酸盐沉淀是否完全。转入离心管中离心,沉淀每次用20mL水洗1~2次(上清液与洗涤液合并,可供 ^{137}Cs 测定用)。
 3.5.4 沉淀中缓缓加入40mL发烟硝酸(若沉淀全被溶解或沉淀很少,可再加1~2倍量发烟硝酸),放离心管在冰浴中冷却5min,并不时搅拌,离心倾去上清液,用100~120mL硝酸分3~4次洗涤转化成的硝酸铯沉淀和管壁,充分搅碎沉淀,放置5min后离心,弃去上清液。本步骤应连续操作完成。
 3.5.5 向硝酸铯沉淀中加入30mL水、1mL钇载体溶液(3.2.3)和几滴甲基橙指示剂。用6mol/L氢氧化铵溶液或6mol/L盐酸溶液调节溶液至刚呈黄色。加入1mL 6mol/L乙酸溶液和2mL 3mol/L乙酸铵溶液,加热至沸,搅拌下逐滴加入1mL 1.5mol/L铬酸钠溶液。继续加热3min,冷至室温后过滤,用少量水洗沉淀。弃去铬酸钇沉淀。
 3.5.6 用氨水调节溶液pH至8,加入10mL饱和碳酸铵溶液,加热近沸。冷却,离心,弃去上清液。
 3.5.7 滴加2mol/L硝酸溶液使碳酸铯沉淀溶解,用水稀释至30mL,加入1mL铁载体溶液(3.2.4)和3~5滴过氧化氢,煮沸片刻,用无二氧化碳氨水调节溶液pH至8~9,趁热过滤或离心,用10mL热水洗沉淀2次。合并滤液和洗涤液,弃去氢氧化铁沉淀。记录除铁时间,作为 ^{90}Y 生长的起点。

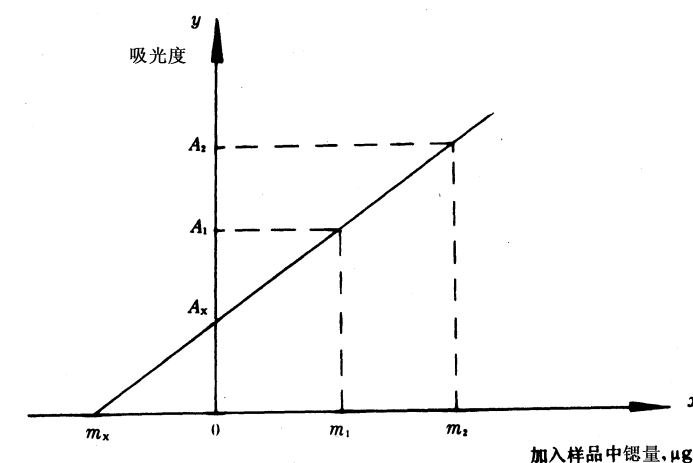


图 A1 增量法测定铯

A5 计算

$$G = \frac{V_1 m_x}{V_2 W} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: G ——样品稳定铯含量, $\mu\text{g}/\text{g}$ 灰;
 m_x ——第一个容量瓶中含铯量, μg ;
 V_1 ——样品浸取液稀释后体积,mL;
 V_2 ——三个容量瓶中加入样品液的体积,mL;
 W ——分析所用样品灰质量,g。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。
 本标准由江苏省卫生防疫站、四川省放射卫生防护所和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石玉成、谢明义、诸洪达。
 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。