

中华人民共和国国家标准

食品中放射性物质检验
钷-147 的测定

GB 14883.4-94

Examination of radioactive materials for foods—
Determination of promethium-147

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品中钷-147(^{147}Pm)的测定方法。

本标准适用于各类食品中钷-147 的测定。方法的测定限为 $1.2 \times 10^{-2} \text{Bq/g}$ 灰。

2 引用标准

GB 14883.1 食品中放射性物质检验 总则

3 原理

以铈和钆作为钷-147 的载体,食品灰用硝酸和过氧化氢浸取,钷和其他稀土元素以草酸盐形式沉淀,然后吸附在涂有二-(2-乙基己基)磷酸的聚三氟氯乙烯(简称 HDEHP-Kel-F)柱上。用纸上层析法将钷-147 与其他稀土元素分离。用低本底 β 射线测量仪测量 ^{147}Pm 的 β 放射性。

4 试剂和材料

4.1 二-(2-乙基己基)磷酸:化学纯。

4.2 正庚烷。

4.3 盐酸羟胺-乙酸钠缓冲液:向 1L 水中加入 10g 盐酸羟胺和 9g 无水乙酸钠,用硝酸调节溶液 pH 至 1.5。

4.4 一氯乙酸缓冲液-铈试剂 III 混合液:将 1.00g 铈试剂 III 溶于 120mL 1mol/L 氢氧化钠溶液中。以 500mL 水溶解 100g 一氯乙酸,将两者混合,用水稀释至 1L。

4.5 钆、钐标准溶液:准确称取光谱纯的氧化钆(Nd_2O_3)和氧化钐(Sm_2O_3)各 1.000 0g,溶于少量浓硝酸,用 0.5mol/L 硝酸配成 1L,此溶液为每毫升含 Nd_2O_3 和 Sm_2O_3 各 1.0mg 的标准储备液。用移液管准确移取 10.0mL 标准储备液,用 0.5mol/L 硝酸稀释至 100mL。此溶液为每毫升含有 Nd_2O_3 和 Sm_2O_3 各 100 μg 的标准溶液。

4.6 ^{147}Pm 标准溶液:放射性强度约为 1×10^3 衰变/ $\text{min} \cdot \text{mL}$ 。

4.7 淋洗液:加 2.5g 硫酸铵于 300mL 丁酮中,溶解后加入 4mL 水,不断搅拌下加入 3mL 浓硝酸。取上清液使用。

4.8 铈试剂 I 显层剂:称取 0.10g 铈试剂 I,溶于 35mL 饱和六次甲基四胺水溶液,以无水乙醇稀释至 100mL,混匀、澄清、过滤。使用时盛于容积约 150mL 的喷雾器中。

中华人民共和国卫生部 1994-02-22 批准

1994-09-01 实施

5 仪器和器材

5.1 色层柱:称 3g60~80 目的聚三氟氯乙烯粉,放入烘干的小烧杯中。加入 6mL25%二-(2-乙基己基)磷酸-正庚烷溶液,充分混匀后放置 24h,放入 80~90℃ 烤箱烘干。用 0.1mol/L 硝酸装入下端填有玻璃棉的 25mL 酸式滴定管中,床高 13~14cm,床的上面用少量玻璃棉填充。使用前用 20mLpH1.5 的盐酸羟胺-乙酸钠缓冲溶液以 1mL/min 的流通过柱。

5.2 纸色层分离筒:内径 20cm、高 100cm 的玻璃圆筒,筒内用玻璃三角架承托一个大玻璃培养皿盛放淋洗液。培养皿上放一个玻璃棒制的三角形框架供支持色层纸条用。分离筒上口用带孔的真空干燥器盖密封,盖上圆孔用带有一个分液漏斗的橡皮塞塞紧,分液漏斗供加入淋洗液用。为使整个筒内被淋洗液“蒸气”所饱和,需在筒内悬挂几条浸有淋洗液的色层纸条。

5.3 色层纸条:用国产中速色层纸剪成长 60cm、宽 7.5cm 的长条。浸入 15%硝酸铵后,立即取出晾干备用。在距纸端 6cm 处折叠以便挂靠在三角形框架上。在距纸端 7.5cm、距边缘 1.5cm 处用铅笔轻轻划线,作为涂层析液的标线。距纸端 1cm 处有两个小孔供穿挂玻璃钩加重用(见图 1)。

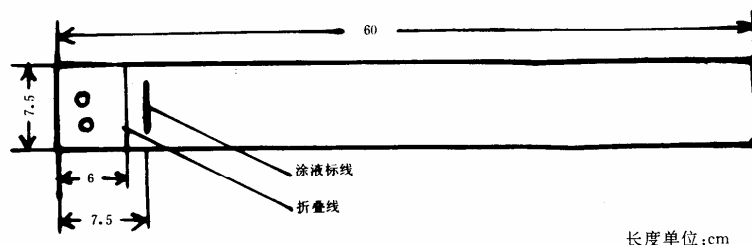


图 1 色层纸

5.4 分光光度计。

5.5 低本底 β 射线测量仪:用流气式正比计数器(本底计数率不大于 4 计数/min)或其他适于 ^{137}Pm 低能 β 射线测量的 β 测量仪器(附录 A A1)。

6 工作曲线的绘制

以微量取样器分别移取 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0mL 铀、钍标准溶液(4.5)入 6 只比色管。各加入 1 滴 6mol/L 硝酸,用水稀释至 10mL。以下按照 8.15.2 条的程序测量吸光度。在坐标纸上画出吸光度-铀、钍总含量工作曲线。

7 计数效率的测定

在 5 个 50mL 烧杯中加入不同量的 ^{137}Pm 标准溶液(200~1500 衰变/min),各加入 0.5mL 铀、钍标准溶液。按照 8.14 条在样品分析相同条件下制源和进行 β 放射性测量。在坐标纸上画出 β 计数率与样品实际放射性活度的对画图,该直线的斜率即为 ^{137}Pm 的计数效率。

8 测定

8.1 采样、预处理按 GB 14883.1 规定。

8.2 称取 5~10g(精确至 0.001g)食品灰于 150mL 瓷坩埚,准确加入铀、钍标准溶液各 1.0mL。用水润湿灰样后加 5~10mL 硝酸和 3mL 过氧化氢,沙浴上蒸干,在高温炉中 600℃ 灰化 30min。

8.3 冷却至室温,加入 50mL 硝酸,盖上表面皿加热煮沸,滴入 5mL 过氧化氢,再加热 15min。离心,上

清液倾入 200mL 烧杯中。残渣再用 40mL 硝酸和 3mL 过氧化氢加热浸取,离心。用 20mL 水洗残渣,离心。合并上清液,弃去残渣。

8.4 向上清液中加入 4~6g 草酸(附录 A A2)。用氨水调溶液 pH 至 1.5,水浴加热 20min,冷却,过滤。沉淀连同滤纸转入 100mL 瓷坩埚。炭化后在 600℃ 高温炉中灼烧 1h。

8.5 冷却至室温,加入 30mL 硝酸,加热至沸。滴入 2~3mL 过氧化氢,继续加热 15min,过滤。依次用 10mL 硝酸和水洗涤。弃去不溶物,收集滤液于 150mL 烧杯中。

8.6 向滤液中加入 500mg 盐酸羟胺和 450mg 无水乙酸钠,用氨水调节溶液 pH 至 1.5。

8.7 将溶液以 2mL/min 的流速通过色层柱(5.1),用 20mL pH 1.5 的盐酸羟胺-乙酸钠缓冲液洗涤色层柱,弃去流出液。用 40mL 2mol/L 硝酸以 1mL/min 流速洗脱稀土元素。流出液收集于 100mL 烧杯中。

8.8 用氨水调节溶液 pH 至 9~10。加热至沸,冷却至室温。用中速定量滤纸过滤,用 pH 9~10 的氨性水洗涤。

8.9 沉淀连同滤纸转入 5mL 坩埚中。炭化后在高温炉中 600℃ 灼烧 20min。冷却后滴入 10 滴硝酸和 2 滴过氧化氢,沙浴蒸至近干。冷却至室温。

8.10 滴入 3 滴 0.1mol/L 硝酸,在红外灯下用毛细管将溶液涂于色层纸的涂液标线上。再分别以 2 滴和 1 滴 0.1mol/L 硝酸洗涤坩埚,洗涤液亦涂于标线上。将纸条上端穿上玻璃钩加重,放入层析筒浸泡于盛有淋洗液的大培养皿中。

8.11 下行层析时间一般为 40~80h(视室温及筒内密闭程度等而定)。

8.12 取出纸条,晾干。用铀试剂 I 显层剂向纸条喷雾,直至显示蓝色斑层为止。

8.13 剪下铀和钍的两个蓝色斑层,放入 15mL 坩埚中(坩埚 I)。剪下铀、钍斑层之间的紫红色纸段,放入另一坩埚(坩埚 II),加铀、钍标准溶液各 0.5mL,两个坩埚炭化后转移入高温炉 600℃ 灼烧 20min。取出冷却,加 1mL 硝酸和 2~3 滴过氧化氢,沙浴上蒸至近干,冷却。

8.14 用约 10mL 1mol/L 硝酸和 10mL 水将坩埚 II 中的内容物转移入 50mL 烧杯。用氨水调节溶液 pH 至 9~10,加热至沸,冷却至室温。在垫有中速定量滤纸片(φ20mm)的可拆卸漏斗上抽滤,用 pH 9~10 的氨性水洗涤。取下纸片,在红外灯下烘干,用低本底 β 测量仪测量 β 放射性。

8.15 化学回收率的测定

8.15.1 将坩埚 I 内容物用水转移至带刻度的比色管中,用水稀释至 10mL,摇匀。

8.15.2 移取 5mL 溶液放入容积为 25mL 比色管中,加入 0.2mL 10% 磷基水杨酸、0.2mL 新配制的 1% 抗坏血酸和 1 滴 2,4-二硝基酚指示剂。用 2mol/L 氢氧化钠溶液中和至黄色,再用 0.5mol/L 盐酸中和至无色,用水稀释至 15mL,加入 5mL 一氯乙酸缓冲液-铀试剂 III 混合液。用水稀释至 25mL,摇匀。盛入 1cm 比色杯,在分光光度计上(λ=665nm)测量吸光度。

8.15.3 在工作曲线上查出铀、钍回收的微克数,除以铀、钍的加入量,即为 ¹⁴⁷Pm 的化学回收率。

9 计算

$$A = \frac{NM}{60WERe^{-\lambda t}}$$

式中:A——食品中 ¹⁴⁷Pm 浓度, Bq/kg 或 Bq/L;

E——¹⁴⁷Pm 的计数效率;

M——灰样比, g/kg 或 g/L;

N——样品的净计数率, 计数/min;

R——化学回收率;

t——采样至测量的时间, d;

W——分析样品灰质量, g;

λ——¹⁴⁷Pm 的衰变常数, d⁻¹。

附录 A
正确使用标准的说明
(参考件)

- A1 ^{147}Pm 的低能 β 射线亦可用低本底 β 液体闪烁计数器进行测量。
A2 对含钙量少的食品,在 8.4 条中如发现草酸盐沉淀太少,可加入适当钙载体。
-

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由中国辐射防护研究院、河北省放射卫生研究所、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沙连茂、孙克新、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。