



中华人民共和国国家标准

GB 14883.1—2016

食品安全国家标准 食品中放射性物质检验 总则

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 14883.1—1994《食品中放射性物质检验 总则》。

本标准与 GB 14883.1—1994 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中放射性物质检验 总则”;
- 按照食品安全国家标准的格式对文本进行了调整;
- 增加了“术语和定义”、“安全要求”和“检验结果的报告”3章;
- 对采样、预处理、检验方法的一般要求和说明、关于质量控制方法各章内容进行了梳理和调整。

食品安全国家标准

食品中放射性物质检验

总则

1 范围

本标准规定了 GB 14883 各部分测定方法标准中有关采样、预处理和检验结果报告等的共同要求（另有专门说明者除外）。

本标准适用于 GB 14883 各部分测定方法标准。

2 术语和定义

2.1 放射性核素

具有放射性的核素。按其来源，可分为天然放射性核素和人工放射性核素两大类。常见的放射性核素的衰变形式是 α 衰变、 β 衰变和 γ 衰变。

2.2 载体

能载带某种微量物质共同参与某化学或物理过程的另一种物质。放射化学操作的放射性核素的量往往非常少，难以用处理常量物质的方法进行分离或转移。使用与放射性核素化学性质相同的稳定性同位素或与其化学性质相近的物质作为载带的附着体，使两者共同参与全部处理过程，可有效解决这一难题。

3 采样

3.1 一般采样应遵循 GB/T 5009.1 规定的采样要求。

3.2 检验样品需要量可参照所用检验方法要求样品量或样品灰用量和该种食品的灰鲜比确定。采样量不应少于检验样品需要量的三倍，样品混合均匀后一式三份，一份供检验用，其余两份供复检、备查或仲裁用。

3.3 采集方法和工具不能对待测样品造成污染和使被测核素损失。样品采集后，应采用适当的方法储存，避免降解、变质、分解或污染；对挥发性放射性核素，应避免核素的丢失。

3.4 采样人员的辐射防护和个人防护应遵循 GB 18871 和 GBZ 128 的要求，并应防止工作场所和样品之间的交叉污染。

3.5 样品应妥善包装，明显标志后运送实验室。短半衰期核素检验项目应尽快预处理和分析测定。

4 预处理

4.1 样品预处理的通常要求

采取可食部分，对用干样分析的样品应进行干燥，对用灰样分析的样品应进行干燥、炭化和灰化。

选用的方法要严格防止待测核素的损失和污染。预处理过程中所用容器应保证洁净,防止容器和外界核素污染样品。

4.2 可食部分的采取

4.2.1 应按我国大多数居民食用习惯,选择附录 A 中的方法采取可食部分作为分析样品。

4.2.2 需水洗涤的样品,洗后用洁净干布吸净表面水或晾至表面水刚尽立即称量,其质量即为鲜样质量。

4.2.3 对于可用 γ 能谱仪直接测量的鲜样,可视不同情况将鲜样切碎、剪碎、搅拌或压碎后装入样品盒踏实、压紧后直接进行核素分析。

4.2.4 对氢-3(^3H)、钋-210(^{210}Po)和碘-131(^{131}I)的放射化学测定法应直接采用鲜样分析。

4.3 样品干燥

4.3.1 鲜样经切碎、剪碎、搅拌或压碎后置于 105 °C 烘箱内,在此温度下视不同样品选取不同干燥时间,一般为 10 h~40 h。

4.3.2 干燥前后要称量和记录样品鲜重、干重以计算干鲜比,计算后将样品密封在塑料袋内供分析用。

4.3.3 为了减少放射性核素的挥发损失,也可使用冷冻干燥的方法。

4.4 蒸发浓缩

4.4.1 对于液体样品,如不能直接测量,则一般采用蒸发浓缩的方法对放射性核素进行浓集。

4.4.2 蒸发浓缩过程中为避免样品(特别是奶类)的飞溅和损失,应控制蒸发温度或不断搅拌。

4.4.3 应选用不吸附放射性核素的容器进行蒸发浓缩。

4.5 样品炭化

4.5.1 食品的鲜样或干样可在电炉上炭化,炭化过程中应不时翻动或搅拌。

4.5.2 炭化过程中应防止着明火,以免细灰粒被气流带出致损失。

4.5.3 脂肪多的食品样品应加盖并留适当缝隙炭化或皂化(每 50 g 脂肪用 2 g 无水碳酸钠)后炭化,直到无烟为止。

4.6 样品灰化

4.6.1 对于需要灰化的蒸干样品或干燥样品,一般应首先将样品炭化。

4.6.2 将炭化后样品先在马弗炉中 200 °C~250 °C 温度下灰化数小时后,通常再在 450 °C 下灰化 12 h~24 h,或按照待检验核素要求的温度(见表 1)灰化 12 h~24 h,直到灰分呈白色或灰白色疏松颗粒或粉末状为止,必要时可延长灰化时间。

表 1 食品样品灰化最高温度

单位为摄氏度

分析项目	^{89}Sr 、 ^{90}Sr	^{137}Cs	^{147}Pm	^{226}Ra 、 ^{228}Ra	天然钍	天然铀	^{239}Pu
温度	550	450	450	550	550	550	450

4.6.3 灰化过程中应严格控制温度(可用石英温度计或校验合格的自动温度控制器控制),以免造成待测放射性核素损失或样品烧结。

4.6.4 大米等难灰化的食品,可在灰化最后阶段取出冷却后加入适量的硝酸、过氧化氢或亚硝酸钠等助灰化剂加快灰化速度,在电炉上蒸干后,再继续在马弗炉中灰化,但要注意助灰化剂对测量结果的影响,必要时需进行校正,也可将大米煮熟膨化、豆类浸泡打浆后再处理,可显著加快灰化速度。

- 4.6.5 载体元素和示踪放射性同位素应在灰化前加入样品中。
- 4.6.6 灰化后的食品灰应放在干燥器内冷却至室温称重,计算出灰鲜比。
- 4.6.7 食品灰经在瓷蒸发皿内用乳钵杵或玻璃棒研细、混匀,通过孔径 180 μm 筛,110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干后放入干燥器或磨口瓶内备用。

4.7 样品预处理的特别要求

对于某些核素检测中预处理的特别要求将在各相应标准中专门说明。

5 检验方法的一般要求和说明

- 5.1 同一检验项目如有两个或两个以上检验方法时,各地可根据条件选择使用,但以第一法为仲裁法,仲裁检验应选用仲裁法。
- 5.2 确定测量效率或化学回收率时,应使用有证书的标准溶液或标准参考物质按标准方法配制。
- 5.3 检验时,化学方法应做平行样品, γ 谱等物理方法尽量做平行样品。
- 5.4 检验分析方法使用的水,在没有注明其他要求时,系指纯度能满足一般分析要求的蒸馏水或去离子水(一般应符合 GB/T 6682 一级水要求)。
- 5.5 液体体积的“滴”是指蒸馏水自标准滴管流下的 1 滴的量,一般认为 20 滴相当于 1 mL。
- 5.6 配制溶液的所有试剂应符合分析项目要求,除列出特殊要求外均应为分析纯试剂:
- 配制标准溶液和载体溶液的试剂纯度应在分析纯以上;
 - 作标定的基准物质,纯度应为基准级或优级纯;
 - 放射性标准溶液或放射性示踪剂应为放化纯;
 - 放射性测定(特别是天然放射性核素)中应选用试剂空白值低的或事先纯化处理的试剂,必要时应对测定结果进行试剂空白校正;
 - 未指明溶剂的溶液均指水溶液。
- 5.7 溶液浓度的表示:
- 质量浓度指 100 mL 溶液中含该物质的克数。
 - 摩尔浓度指 1 L 溶液中含溶质的摩尔(mol)数。
 - 溶液比例浓度指液体溶质与溶剂体积的比。如 1 : 1 氨水指 1 个体积氨水与 1 个体积水混合而成的溶液。
 - 硫酸、盐酸、硝酸、过氧化氢指市售浓溶液。
- 5.8 检验方法中所列仪器和试剂为该方法所需特殊仪器,各地也可使用性能相当的仪器。一般实验室仪器和常用试剂不再列入。
- 5.9 食品放射性检验实验室和所用器皿应严防放射性污染。

6 检验结果的数据处理

6.1 运算中的数字修约

运算中的数字修约应符合 GB/T 8170 的要求。

6.2 回收率测定

在等量待测样品灰(或干、鲜样)中,加入已知量标准物质或放射性示踪剂,称加标样品,按所用测定程序同样测定待测和加标样品可计算出回收率。

回收率可按式(1)计算:

$$R = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- R ——回收率, %;
- m_1 ——加标样品和待测样品的测出量增值,或加入示踪剂的测出量,单位为克(g)或贝可(Bq);
- m ——加入标准物质量或示踪剂放射性的量,单位为克(g)或贝可(Bq)。

7 关于质量控制方法

- 7.1 进行食品放射性检验的实验室应采取质量控制措施。
- 7.2 实验人员在承担新的食品放射性物质检验项目前应对该项目的分析方法进行适用性检验,包括空白值测定、分析方法检出限的估算、方法误差预测,如精密性、准确度及干扰因素等。熟悉检验方法原理、分析程序及注意事项,并具备相应的分析操作基本技能,应尽可能防止和减少非系统误差。
- 7.3 实验室内应定期进行标准参考物质的分析,以检验系统误差,当发现较大系统误差时必须及时查找产生原因并采取纠正的措施。每天尽量用所用测量仪器测量标准源一次,以校验测量仪器是否处于正常状态及测量效率波动情况。

8 安全要求

- 8.1 实验人员应严格按照各标准方法中规定的分析步骤进行操作。对于有毒、有害或有潜在危险的试剂或材料,应严格按照试剂或材料所注明的注意事项进行操作,并做好个人安全防护。
- 8.2 对实验中的不安全因素(如中毒、爆炸、腐蚀、烧伤等),实验室都应建立相应应急预案,并采取专门防护措施。
- 8.3 放射性标准溶液的取放、施用均应有适当的屏蔽防护。
- 8.4 试验操作结束后应当对场所表面进行放射性污染监测,如监测结果超过 GB 18871 所规定的表面污染控制水平,应及时去污,直至符合要求。
- 8.5 人员、物品离开实验室时应对人员表面和物品进行放射性污染监测,如监测结果超过 GB 18871 所规定的表面污染控制水平,应及时去污,直至符合要求。
- 8.6 含放射性的废液的通用管理应符合 GB 18871 和 GB 14500 的规定。
- 8.7 放射性标准溶液的存储和保管应符合 WS 457 的规定。

9 检验结果的报告

- 9.1 检验结果应报告平行样的测定值的算术平均值,并报告计算结果表示到小数点后的位数或有效位数。有效数的位数应能满足 GB 14882 的要求,数值的修约应符合 GB/T 8170 的规定。
- 9.2 检验结果的单位应使用法定计量单位,并与 GB 14882 中相应的单位一致。
- 9.3 对于低于检出限的检验结果,报告为“小于检出限”,同时给出检出限(检出限的计算可参见 GB/T 5009.1 或 GB 14883 各部分)。

附 录 A
食品平均灰鲜比参考值及可食部分要求

部分食品平均灰鲜比参考值及对其可食部分的预处理要求见表 A.1。

表 A.1 部分食品平均灰鲜比参考值及可食部分预处理要求

样品种类	平均灰鲜比 g/kg(鲜牛奶为 g/L)	可食部分预处理要求	
粮食类	大米	5.7	
	面粉	10	
	小麦	17	
	玉米	12	除去砂粒、灰土等杂物
	高粱	9.6	
	小米	14	
	青稞	18	
薯类	红薯	7.8	用水洗去泥沙,除去腐烂部分
	土豆	8.3	
	木薯	12	
蔬菜类	青菜	12	除去不可食的根、叶、把及腐烂部分,水洗去泥沙
	白菜	7.1	
	菠菜	16	
	萝卜	8.7	
	茄子	5.3	
果类	苹果	3.4	水洗、去核
	香蕉	8.0	去皮
	核桃	9.2	去壳
肉类	猪肉	5.6	肥瘦中等、去骨,水洗
	羊肉	9.3	
	牛肉	9.3	
水产类	淡水鱼	12	取鱼肉、水洗
	海鱼	13	
	淡水虾	10	取虾仁、水洗
	对虾	12	
奶类	鲜牛奶	7.2	市售或原奶