

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4889—2017

出口食品中 γ 放射性核素的测定 无源效率刻度法

Determination of γ -radionuclides in foods for export—
Sourceless efficiency calibration method

2017-08-29 发布

2018-04-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国新疆出入境检验检疫局、中华人民共和国烟台出入境检验检疫局、中华人民共和国湖南出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：万永亮、杨忠、陆地、朱侠、铁列克、陈新焕、杨振宇。

出口食品中 γ 放射性核素的测定 无源效率刻度法

1 范围

本标准规定了用高纯锗(HPGe) γ 能谱仪分析出口食品中 γ 放射性核素活度浓度的无源效率刻度检测方法。

本标准适用于各类食品中铯-137、铯-134、碘-131、铀-238、钍-232、镭-226等 γ 放射性核素活度浓度的检测。

2 方法提要

把食品鲜样或制备后的食品样品封装于样品盒,用高纯锗 γ 能谱仪获取样品 γ 能谱并确定全能峰位置和净峰面积,根据 γ 谱仪能量刻度可以定性识别样品 γ 放射性核素种类,根据无源效率刻度法拟合出的全能峰效率刻度系数、 γ 射线发射几率、样品质量(或体积)以及有关参数可以计算出样品中 γ 放射性核素活度浓度。

3 仪器装置

3.1 高纯锗 γ 能谱仪:探测器对钴-60的1332.5 keV γ 射线能量的分辨力(FWHM)应优于2.5 keV,相对探测效率不低于20%。铅屏蔽应使积分本底小于2.5计数/s(50 keV~2000 keV)。多道分析器不少于8192道。应安装无源效率刻度软件。

3.2 样品盒:圆柱体杯或凹形马林杯(Marinalli Beaker)。

3.3 高速组织捣碎机。

3.4 食品粉碎机。

3.5 烘箱。

3.6 分析天平:感量为0.1 g。

4 γ 谱仪的刻度

4.1 能量刻度

用于确定谱仪系统中多道道址与 γ 射线能量之间的对应关系,是谱仪系统识别样品中 γ 放射性核素种类的基础。

能量刻度范围应从40 keV~2000 keV。适于能量刻度的单能和多能核素参见附录A,能量刻度至少包括四个能量均匀分布在所需刻度能区的刻度点。选取的全能峰应的计数应大于10000。记录刻度源特征 γ 射线能量和相应的全能峰峰位道址,通过手工或软件拟合。能量刻度非线性绝对值不应超过0.5%。

4.2 无源效率刻度

4.2.1 无源效率刻度软件

不使用放射性标准源或标准物质,采用计算机仿真模拟计算的方法对探测器的绝对探测效率进行

刻度。在给定测量条件下,利用无源效率刻度软件可直接拟合出 γ 射线能量与其全能峰效率关系的曲线。

4.2.2 无源效率刻度曲线

设置好封装样品与探测器的空间关系、样品几何构造、样品密度和化学组成等数据,无源效率刻度软件可拟合出 γ 能谱仪的效率曲线。拟合出的效率曲线表达式见式(1)。

$$\ln e = \sum_{i=0}^{N-1} a_i (\ln E)^i \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

e —— γ 射线全能峰效率;

a_i ——拟合常数;

E ——相应的 γ 射线能量,单位为千电子伏(keV)。

4.2.3 使用无源效率刻度软件的要求

使用无源效率刻度软件应符合如下要求:

- a) 无源效率刻度软件应对探测器经过效率响应表征,表征数据可溯源。
- b) 输入软件的样品及样品盒的几何量、样品与探测器的空间关系量、样品及样品盒密度的测量相对偏差应控制在 $\pm 5\%$ 以内;确定样品基质和样品盒主要元素质量百分比含量的相对偏差应控制在 $\pm 10\%$ 以内。
- c) 应定期用标准源或标准物质检验无源效率刻度曲线的准确性。

5 样品制备与封装

5.1 鲜样处理

将采集的食品样品去掉不可食部分。如蔬菜水果类,要去泥土、根须、籽、外皮,用清水洗净过的样品应控水或用吸水纸拭干;活虾蟹、贝类等,使其吐出泥沙,去外壳,取其软体部分;动物和鱼类样品应分别取其肌肉或内脏等。然后将其放入高速组织捣碎机(3.3)中充分捣碎并混合均匀,对于液体、粉状、酱状食品可直接装样。干燥的食品样品应用食品粉碎机(3.4)充分粉碎并混合均匀。将混匀的样品装入清洁的样品盒(3.2)中墩实、压紧后称量净重(精确至0.1 g),密封并标识。含水量较大的试样应冷藏保存,并尽快测量。

注:对于短半衰期的核素如 ^{131}I ,取样后尽快测量。

5.2 样品烘干

将不能直接测量的鲜样,经适当弄碎,放入清洁搪瓷盘内置于烘箱(3.5)中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下烘干,然后称重(精确至0.1 g)并求出干鲜比。烘干后用食品粉碎机(3.4)粉碎后直接装样密封。

若检测核素碘,如碘-131,烘干温度应低于 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$,防止碘升华。

5.3 样品封装

对含有易挥发核素或伴有放射性气体生成的样品,以及需要使母子体核素达到平衡后再测量的样品,装样后密封避光冷藏存放,达到平衡后再进行测量。如放射性核素 Ra-226 需要平衡 20 d 左右。

对于短半衰期的核素,如碘-131,取样后应尽快测量。

6 测量

6.1 本底测量

应定期测量空样品盒的本底谱,本底谱的获取时间推荐为 48 h。

6.2 样品能谱的获取

6.2.1 确认探头处于工作温度(液氮冷却温度或电制冷正常),然后逐渐加载高压,待谱仪稳定 1 h,开始测量。

6.2.2 若能量刻度曲线的非线性绝对值不超过 0.5%,可利用已有的刻度数据,否则应重新刻度。

6.2.3 将样品置于屏蔽室内探测器上,保持与无源效率刻度软件建模相同的空间几何条件。

6.2.4 选择合适的无源效率刻度曲线、本底谱和核素库及样品相关参数。

6.2.5 样品能谱获取时间,一般视样品中放射性强弱和对特征峰面积统计不确定度的要求而定。但是通常认为 24 h 数是合理的最长计数时间。

6.3 样品活度浓度计算

被测样品第 j 种核素的活度浓度,见式(2)。

$$A_j = \frac{n_{ji}}{P_{ji}\epsilon_i m \eta D_j} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_j ——被测样品第 j 种核素的活度浓度, Bq/kg;

n_{ji} ——被测样品第 j 种核素的第 i 个特征峰的全能峰面积净计数率, s^{-1} ;

m ——样品质量,单位为千克(kg);

D_j ——第 j 种核素校正到采样时的衰变校正系数;对长寿命核素(如 ^{238}U 、 ^{232}Th 、 ^{226}Ra 等)取 1;

η ——鲜样直接测量,取 1,烘干后测量,为鲜干比;

ϵ_i ——第 i 个特征峰所对应的效率值;

P_{ji} ——被测样品中第 j 种核素的第 i 个特征峰的 γ 射线发射几率。

7 干扰和影响因素

7.1 γ 射线重峰干扰

当两种或两种以上核素发射的 γ 射线能量相近,全能峰重叠或不能完全分开时,彼此形成干扰;在核素的活度相差很大或能量高的核素在活度上占优势时,对活度较小、能量较低的核素的分析也带来干扰。应尽量避免利用重峰进行计算以减少由此产生的附加分析误差。如:铀系的主要 γ 射线是钍-234 的 92.6 keV,钍系有一个 93.4 keV 的 X 射线,当被测样品中钍活度高时,93.4 keV 的 X 射线将对铀系的 92.6 keV 的峰产生严重干扰。

7.2 基底干扰

复杂 γ 能谱中,曲线基底和斜坡基底对位于其上的全能峰分析构成干扰,只要有其他替代全能峰,就不应利用这类全能峰。

7.3 级联加和干扰

级联 γ 射线在探测器中产生级联加和现象。增加源(或样品)到探测器的距离,可减少级联加和的

影响。

7.4 全谱计数

应将全谱计数率限制到小于 1 000 计数/s,使随机加和损失降到 1%以下。

8 结果表示

8.1 样品中待测核素的放射性活度浓度以 Bq/kg 计。

8.2 对于低于探测下限的核素其浓度以“小于探测下限”表示,探测下限的计算方法参见附录 B。

附录 A

(资料性附录)

适于作能量刻度和效率标准源的主要 γ 放射性核素

表 A.1 适于能量刻度和效率标准源的主要核素及其主要核参数参考值

核素	半衰期	主要 γ 射线能量/keV
^{241}Am	433 年	59.54(0.359)
^{133}Ba	10.9 年	81.0(0.36), 302.7(0.196), 355.9(0.67)
^{57}Co	270 天	122.06(0.852), 136.47(0.111)
^{137}Cs	30.174 年	661.64(0.851)
^{54}Mn	312.5 天	834.83(1.00)
^{65}Zn	244 天	1 115.52(0.507 5)
^{60}Co	5.26 年	1 173.2(0.998 6), 1 332.46(0.999 86)
^{152}Eu	13.2 年	121.78(0.254), 344.31(0.245), 778.87 (0.120), 964.01(0.132), 1 085.83(0.097), 1 112.04(0.124), 1 408.2(0.198)
^{40}K	1.26×10^9 年	1 460.75(0.106 7)
注：表中“()”内数字表示相应能量 γ 射线的发射几率。		

附 录 B
(资料性附录)
探测下限

置信度为 95%，发生第一、二类错误概率为 5% 的情况下，食品样品中放射性核素的活度浓度的探测下限 (Lower Limit of Detection, 或 LLD) 可近似表示为 [见式 (B.1)]：

$$LLD \approx \frac{4.66}{\epsilon P m} \sqrt{n_b/t} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- ϵ ——相应全能峰所对应的效率值；
- P ——相应全能峰所对应的 γ 射线的发射几率；
- m ——样品的质量，单位为千克 (kg)；
- n_b —— t 时间内测量的选用峰区本底计数率；
- t ——测量时间 (本底和样品测量时间相同)。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口食品中 γ 放射性核素的测定
无源效率刻度法
SN/T 4889—2017

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2018 年 5 月第一版 2018 年 5 月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32894 定价 16.00 元



SN/T 4889—2017