

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 841-2017

代替 GB/T13272-91, GB/T14674-93, GB/T13273-91

水、牛奶、植物、动物甲状腺中 碘-131 的分析方法

Analytical method for ^{131}I

in water, milk, plant and animal thyroid gland

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2017-7-7发布

2017-8-1实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前言.....	II
1 适用范围.....	1
2 方法提要.....	1
3 试剂和材料.....	1
4 仪器设备.....	2
5 采样.....	3
6 分析步骤.....	3
7 测量和计算.....	6
8 方法探测下限的计算.....	9
9 质量控制.....	11
附录 A（资料性附录）正确使用本标准的说明.....	13
附录 B（资料性附录）设备图.....	14

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国放射性污染防治法》，加强环境质量管理，规范环境监测方法，制定本标准。

本标准规定了水、牛奶、植物、动物甲状腺中碘-131的分析方法。

本标准对《水中碘-131的分析方法》(GB/T13272-91)、《牛奶中碘-131的分析方法》(GB/T14674-93)、《植物、动物甲状腺中碘-131的分析方法》(GB/T13273-91)进行了整合，其主要技术内容与原标准基本一致。

《水中碘-131的分析方法》(GB/T13272-91)首次发布于1991年，《牛奶中碘-131的分析方法》(GB/T14674-93)首次发布于1993年，《植物、动物甲状腺中碘-131的分析方法》(GB/T13273-91)首次发布于1991年，标准起草单位均为中国原子能科学研究院。本次为第一次修订，修订的主要内容：

- 将以上三项标准整合为一项标准；
- 增加了 γ 谱仪的效率刻度；
- 增加了方法探测下限的计算；
- 在计算公式(1)、(4)、(7)、(8)中引入测量期间的衰变校正系数；
- 对部分内容表述进行了修订。

本标准附录A为资料性附录。

本标准附录B为资料性附录。

自本标准实施之日起，《水中碘-131的分析方法》(GB/T13272-91)、《牛奶中碘-131的分析方法》(GB/T14674-93)、《植物、动物甲状腺中碘-131的分析方法》(GB/T13273-91)废止。

本标准由环境保护部核设施安全监管司、科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：浙江省辐射环境监测站、广西壮族自治区辐射环境监督管理站

本标准环境保护部于2017年7月7日批准。

本标准自2017年8月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水、牛奶、植物、动物甲状腺中碘-131 的分析方法

1 适用范围

本标准规定了水、牛奶、植物、动物甲状腺中碘-131 的分析方法。

本标准适用于环境中水、牛奶、羊奶等液体奶类样品和植物、动物甲状腺中碘-131 活度浓度的分析。

2 方法提要

水和牛奶样品中碘-131，用强碱性阴离子交换树脂浓集、次氯酸钠解吸、四氯化碳萃取、亚硫酸氢钠还原、水反萃、制成碘化银沉淀样。用低本底 β 测量仪或低本底 γ 谱仪测量。

植物样品、动物甲状腺中碘-131，用氢氧化物固定碘、过氧化氢助灰化、水浸取、四氯化碳萃取、水反萃、制成碘化银沉淀样。用低本底 β 测量仪或低本底 γ 谱仪测量。

3 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。其他等级的试剂只要预先确定其具有足够高的纯度，使用时不会降低测定准确度即可使用。

3.1 碘载体溶液

溶解 13.070 g 碘化钾于蒸馏水中，转入 1L 容量瓶。加少许无水碳酸钠，稀释至刻度。

3.2 碘-131 参考溶液：核纯；

3.3 次氯酸钠(NaClO)：活性氯含量 5.2%以上，低温下保存；

3.4 次氯酸钠(NaClO)：活性氯含量 2.6%以上，低温下保存；

3.5 四氯化碳(CCl₄)：质量浓度 99.5%；

3.6 盐酸羟胺溶液： $c(\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl})=3 \text{ mol/L}$ ；

3.7 硝酸银溶液(AgNO₃)：质量浓度 1%；

3.8 亚硫酸氢钠溶液(NaHSO₃)：质量浓度 5%；

3.9 氢氧化钠溶液(NaOH)：质量浓度 5%；

3.10 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ ；

3.11 硝酸 (HNO₃)：质量浓度 65.0%~68.0%

3.12 硝酸溶液(HNO₃)：1+1；

3.13 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ ；

- 3.14 亚硝酸钠溶液: $c(\text{NaNO}_2)=5 \text{ mol/L}$;
- 3.15 过氧化氢(H_2O_2): 质量浓度 30%;
- 3.16 2 mol/L 氢氧化钠溶液+ 2 mol/L 氢氧化钾溶液的混合溶液: (3+2);
- 3.17 甲醛(CH_2O): 质量浓度 37%;

3.18 离子交换树脂

3.18.1 水样分析用树脂

3.18.1.1 树脂型号

201×7Cl-型阴离子交换树脂, 20 目~50 目;

251×8Cl-型阴离子交换树脂, 20 目~50 目;

3.18.1.2 树脂处理

将新树脂用蒸馏水浸泡 2h, 洗涤并除去漂浮在水面的树脂。用氢氧化钠溶液(3.9)浸泡 16 h, 弃去氢氧化钠溶液。蒸馏水洗涤树脂至中性。再用盐酸溶液 (3.13)浸泡 2 h 后, 弃盐酸溶液 溶液, 树脂转为 Cl-型。用蒸馏水洗至中性。

3.18.1.3 树脂装柱

将树脂(3.18.1.2)装入玻璃交换柱中(4.6), 柱床高 10.4 cm, 柱的上下端用少量聚四氟乙烯细丝堵塞。再用 20 ml 蒸馏水洗柱。

3.18.1.4 树脂再生

用 50 ml 蒸馏水将树脂洗至中性。再用 50 ml 盐酸溶液(3.13)以 1 ml/min 的流速通过树脂柱, 树脂转为 Cl-型。最后用蒸馏水洗至中性。

3.18.2 牛奶分析用树脂

3.18.2.1 树脂型号

同 3.18.1.1。

3.18.2.2 树脂处理

按 3.18.1.2 步骤操作。

4 仪器设备

4.1 低本底 β 测量仪: 本底小于 1cpm;

4.2 低本底 γ 谱仪;

4.2.1 NaI γ 谱仪: 尺寸不少于 $\Phi 7.5\text{cm} \times 7.5\text{cm}$ 的圆柱型 NaI (Tl) 晶体, 对 ^{137}Cs 的 661.6keV 全能峰分辨率小于 9%。

4.2.2 高纯锗 γ 谱仪: 灵敏体积应大于 50cm^3 , 对 ^{60}Co 的 1332.5keV γ 射线的能量分辨率小于

2.2keV。

- 4.3 分析天平：可读性 0.1 mg；
- 4.4 电动搅拌器；
- 4.5 高频热合机；
- 4.6 玻璃交换柱：见附录 B 中图 B.1；
- 4.7 玻璃解吸柱：见附录 B 中图 B.2；
- 4.8 玻璃可拆式漏斗：见附录 B 中图 B.3；
- 4.9 不锈钢压源模具：见附录 B 中图 B.4；
- 4.10 封源铜圈：见附录 B 中图 B.5；
- 4.11 研钵锤；
- 4.12 瓷蒸发皿：600 ml~750 ml。

5 采样

5.1 水样：选择有代表性的点采样。河流或湖泊一般选其中心区域采样，自来水采集自来水管末端水，井水采自饮用水井。采样前洗净采样设备，采样时用采样水洗涤三次后采集，尽量避免扰动水体和杂物进入。

5.2 牛奶：采样点设在奶牛（羊）场，采集搅拌均匀后的新鲜奶汁，采样前洗净采样设备，采样时用采样奶洗涤三次后采集，样品采集后应立即分析，如需放置时，要在鲜奶中加甲醛(3.17)防腐(加入量为 5 ml/L)。

5.3 植物：以当地居民消费较多和(或)种植面积较大的植物为采样对象，于收获季节现场采集，采集后的样品去掉不可食部分，注意保鲜，防止变质。

5.4 动物甲状腺：选择健康的禽、畜群体，随机选取若干个体为采样对象，采样时，要防止样品破损，液汁外流，并注意保鲜。

6 分析步骤

6.1 碘载体溶液的标定

在 6 个 100ml 烧杯中，分别用移液管吸取 5 ml 碘载体溶液(3.1)，加 50 ml 蒸馏水，搅拌下滴加硝酸(3.11)，溶液呈金黄色，加 10 ml 硝酸银溶液(3.7)。加热至微沸，冷却后用 G4 玻璃砂芯漏斗抽滤。依次用 5 ml 水和 5 ml 无水乙醇各洗 3 次。在烘箱内 110℃ 烘干，冷却后称重。计算碘的浓度。

6.2 水样

6.2.1 水样制备

取 10L 环境水样品于 20L 聚乙烯塑料桶中，调 pH 为 6.5~7.0，经澄清后，取 4L 上清液。

6.2.2 吸附

在试样 (6.2.1) 中加入 20 mg 碘载体 (6.1)，用电动搅拌器(4.4)搅拌 15 min。以 50 ml/min~120 ml/min 流速通过离子交换柱(3.18.1.3)，用蒸馏水洗柱，至流出液中无 I⁻。

6.2.3 解吸

用 60mlNaClO(3.4) 解吸液，流速为 0.5 ml/min 解吸，解吸的适宜温度控制在 10~32℃。解吸液转入 250 ml 分液漏斗中。

6.2.4 萃取

向分液漏斗中加入 20 ml 四氯化碳(3.5)，6 ml 盐酸羟胺(3.6)和 5 ml 硝酸(3.11)，振荡 2 min(注意放气)，四氯化碳呈紫色。静置分相，有机相转移到 100ml 分液漏斗中。用 15 ml 和 5 ml 四氯化碳分别进行第二次、第三次萃取。各振荡 2 min，静置后合并有机相。

6.2.5 水洗

用等体积蒸馏水洗涤有机相，振荡 2 min，静置分相，有机相转入另一个 250ml 分液漏斗中，弃水相。

6.2.6 反萃

在有机相中加等体积的蒸馏水，加亚硫酸氢钠溶液(3.8)8 滴。振荡 2 min(注意放气)。紫色消退，静置分相，弃有机相。水相移入 100 ml 烧杯中。

6.2.7 沉淀

将上述烧杯加热至溶液微沸，除净剩余的四氯化碳。冷却后，在搅拌下滴加硝酸(3.11)，当溶液呈金黄色时，立即加入 7 ml 硝酸银溶液(3.7)。加热至微沸，取下冷却至室温。

6.2.8 制样

将碘化银沉淀 (6.2.7) 转入垫有已恒重滤纸的玻璃可拆式漏斗(4.8)抽滤。用蒸馏水和无水乙醇各洗三次。取下载有沉淀的滤纸，放上不锈钢压源模具(4.9)，置烘箱中，于 110℃ 烘干 15 min。在干燥器中冷却后称重。计算化学产额。

6.2.9 封样

将沉淀源（6.2.8）夹在两层质量厚度为 3 mg/cm^2 的塑料薄膜中间（塑料薄膜的本底应在仪器本底涨落范围内），放好封源铜圈(4.10)。将高频热合机刀(4.5)压在封源铜圈上。加热 5s，封好后取下，剪齐外缘，待测。

6.3 牛奶

6.3.1 吸附

将牛奶样品搅拌均匀，每份试样 4 L，装入 5 L 烧杯中。加入 30 mg 碘载体 (6.1)，用电动搅拌器(4.4)搅拌 15 min。加入 30 ml 阴离子交换树脂(3.18.2.2)，搅拌 30 min，静置 5 min，将牛奶转移到另一个 5 L 烧杯中，再加入 30 ml 阴离子交换树脂(3.18.2.2)，重复以上步骤。将树脂合并于 150 ml 烧杯中，用蒸馏水漂洗树脂中残余牛奶。

6.3.2 硝酸处理

向装有树脂的烧杯中，加入硝酸溶液(3.12) 40 ml，在沸水浴中煮沸 1 h（不时搅拌）。冷却至室温，把树脂转入玻璃解吸柱(4.7)内，弃酸液。加入 50 ml 蒸馏水洗涤树脂，弃洗液。

6.3.3 解吸

向玻璃解吸柱内加入 30 ml 次氯酸钠(3.3)，用电动搅拌器(4.4)搅拌 30 min，解吸的适宜温度控制在 $10\sim 32^\circ\text{C}$ 。将解吸液收集到 500 ml 分液漏斗中，重复一次上次解吸程序。再用 15 ml 次氯酸钠(3.3)和 15 ml 蒸馏水搅拌解吸 20 min，合并三次解吸液。用 40 ml 蒸馏水分两次洗涤解吸柱，每次搅拌 3 min~5 min，将洗液与解吸液合并于 500ml 分液漏斗中。

6.3.4 萃取

向解吸液（6.3.3）中加入四氯化碳(3.5)30 ml、8 ml 盐酸羟胺溶液(3.6)。搅拌下加硝酸(3.11)调水相酸度，至 pH 值为 1（水相酸度用精密 pH 试纸从分液漏斗下端管口取少许水相测试）。振荡 2 min（注意放气），静置。把有机相转入 250 ml 分液漏斗中，再重复萃取两次。每次用四氯化碳(3.5)15 ml，合并有机相，弃水相，将有机相转入另一个 250ml 分液漏斗中。

以下按 6.2.5~6.2.9 步骤水洗、反萃、沉淀、制样和封样，待测。

6.4 植物、动物甲状腺

6.4.1 样品制备

6.4.1.1 植物样品

6.4.1.1.1 将采集的各种植物样品，称取 250 g 鲜样，切碎，放入 750 ml 瓷蒸发皿中。加 20 mg

碘载体(6.1)，并按 1 g 样品加入 1 ml 混合溶液(3.16)的比例，搅拌均匀。

6.4.1.1.2 样品在电炉上蒸干后，将瓷蒸发皿转移在 450℃马福炉内灰化 1 h。冷却、研碎，用 30% 过氧化氢(3.15)湿润后完全蒸干，放入马福炉内 450℃灰化 30 min。如灰仍有明显的碳粒，再加入助灰化剂过氧化氢(3.15)，继续在马福炉内 450℃灰化，直至样品呈灰白色。

6.4.1.2 动物甲状腺

称 5 g 甲状腺样品的腺体组织。剪碎，置于 600 ml 瓷蒸发皿中。加入 10 mg 碘载体(6.1)和 10 ml 混合溶液(3.16)。搅拌均匀，按 6.4.1.1.2 步骤灰化。

6.4.2 浸取

将灰样转入到 100 ml 离心管，每次用 30 ml 水浸取三次。离心，上清液转移到 250 ml 分液漏斗中。

6.4.3 萃取

向分液漏斗(6.4.2)中加入 20 ml 四氯化碳(3.5)、2 ml 亚硝酸钠溶液(3.14)，逐滴加入硝酸(3.11)，调水相酸度，至 pH 值为 1（水相酸度用精密 pH 试纸从分液漏斗下端管口取少许水相测试）。振荡 2 min(注意放气)，静置分相。有机相转移到 100 ml 分液漏斗中。用 15 ml 和 5 ml 四氯化碳(3.5)分别进行第二次、第三次萃取。各振荡 2 min，静置后合并有机相。

以下按 6.2.5~6.2.9 步骤水洗、反萃、沉淀、制样和封样，待测。

7 测量和计算

7.1 β 测量

7.1.1 绘制自吸收曲线

取 0.1 ml 适当活度的碘-131 参考溶液(3.2)滴在不锈钢盘内。加 1 滴氢氧化钠溶液(3.10)，将其慢慢烘干，制成与样品测定条件一致的薄源。在低本底 β 测量仪上(4.1)测量，其放射性活度为 I_0 。

取 6 个 100 ml 烧杯分别加入 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 ml 碘载体溶液(3.1)，加适量蒸馏水。各加入 0.1 ml 碘-131 参考溶液(3.2)，在搅拌下滴加硝酸(3.11)，当溶液呈金黄色时，立即加入 7ml 硝酸银溶液(3.7)。加热至微沸，取下冷却至室温。按 6.2.8~6.2.9 步骤操作制源。将薄源和制备的 6 个沉淀源，同时在低本底 β 测量仪上测定放射性活度。各源的放射性活度经化学产额校正为 I ，以 I_0 为标准，求出不同样品厚度的碘化银沉淀源的自吸收系数 E 。然后，以自吸收系数为纵坐标，以碘化银沉淀源质量厚度为横坐标，绘制自吸收标准曲线。

7.1.2 仪器探测效率

用已知准确活度的铯-137 参考溶液制备薄源用于测定 β 探测效率。

7.1.3 计算

用公式(1)计算水、牛奶中碘-131 活度浓度, 用公式(4)计算植物、动物甲状腺中碘-131 活度浓度。

$$A_{\beta} = \frac{(N_c - N_b) \times F}{\eta_{\beta} \times E \times Y \times V \times e^{-\lambda t}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- A_{β} ——碘-131 活度浓度, Bq/L;
- N_c ——试样测得的计数率, s^{-1} ;
- N_b ——空白试样本底计数率, s^{-1} ;
- η_{β} ——β 探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;
- E ——碘-131 的自吸收系数;
- Y ——化学产额;
- V ——所测试样的体积, L;
- λ ——碘-131 的衰变常数, s^{-1} ;
- t ——采样到开始测量的时间间隔, s;
- F ——样品在测量期间的衰变校正因子。

化学产额 Y 的计算公式为:

$$Y = \frac{W_1}{W_2} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- W_1 ——测得样品中碘载体的重量, mg;
- W_2 ——样品中加入碘载体的重量, mg。

样品在测量期间的衰变校正因子 F 的计算公式为:

$$F = \frac{\lambda \times T}{1 - e^{-\lambda T}} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- λ ——碘-131 的衰变常数, s^{-1} ;
- T ——样品测量时间, s。

$$A_{\beta} = \frac{(N_c - N_b) \times F}{\eta_{\beta} \times E \times Y \times W \times e^{-\lambda t}} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

A_{β} ——碘-131 活度浓度, Bq/kg 或 Bq/g;

W ——所测试样的重量, kg 或 g;

其余同公式(1)。

7.2 γ 测量

7.2.1 γ 谱仪的效率刻度

7.2.1.1 γ 谱仪的效率刻度指在给定测量条件下, 建立 γ 射线能量与其全能峰效率的关系曲线, 或者确定一些具体核素的刻度系数。

7.2.1.2 选定的刻度源与待测样品的几何形状和包装盒材料应完全相同, 核素含量和能量大小都准确知道, 且具备良好的均匀性和稳定性。

7.2.1.3 刻度源与样品(包括本底样)测量时的几何条件必须保持一致。根据刻度的精度要求确定刻度的全能峰计数, 一般要求每条 γ 射线全能峰的总计数不小于 10000。

7.2.1.4 用公式(5)计算 γ 射线能量为 E 的全能峰效率:

$$\eta_{\gamma} = \frac{N_s - N_b}{A \times p} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

η_{γ} —— γ 射线能量为 E 的全能峰探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;

A ——刻度源在测量时相应核素的活度, Bq;

N_s —— γ 射线能量为 E 的全能峰计数率, s^{-1} ;

N_b —— γ 射线能量为 E 全能峰下相应的本底计数率, s^{-1} ;

p —— γ 射线能量为 E 全能峰的发射几率。

7.2.1.5 在一组全能峰效率 η_{γ} 和相应能量 E 实验点确定后, 用计算机对实验点作最小二乘法拟合求效率曲线, 在 50keV~3MeV 能量范围内用公式(6)计算:

$$\ln(\eta_{\gamma}) = \sum_{i=0}^{n-1} a_i \times (\ln E)^i \dots\dots\dots(6)$$

式中:

η_{γ} —— γ 射线能量为 E 的全能峰探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;

a_i ——拟合系数;

$n-1$ ——拟合阶数, 一般取 $n-1=2$ 或 3。

7.2.2 计算

用低本底 γ 谱仪(4.2)测量 0.364 MeV 全能峰的计数率。用公式(7) 计算水、牛奶中碘-131 活度浓度，用公式(8)计算植物、动物甲状腺中碘-131 活度浓度。

$$A_{\gamma} = \frac{(N_c - N_b) \times F}{\eta_{\gamma} \times Y \times V \times p \times e^{-\lambda t}} \dots\dots\dots(7)$$

式中：

- A_{γ} ——碘-131 活度浓度，Bq/L；
- N_c ——0.364 MeV 全能峰的计数率， s^{-1} ；
- N_b ——0.364 MeV 全能峰下相应的本底计数率， s^{-1} ；
- η_{γ} ——谱仪的探测效率， $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$ ；
- Y ——化学产额（计算方法同公式 2）；
- V ——所测试样的体积，L；
- p ——0.364 MeV 全能峰的发射几率，可取 81.1%；
- λ ——碘-131 的衰变常数， s^{-1} ；
- t ——采样到测量开始的时间间隔，s；
- F ——样品在测量期间的衰变校正因子（计算方法同公式 3）。

$$A_{\gamma} = \frac{(N_c - N_b) \times F}{\eta_{\gamma} \times Y \times W \times p \times e^{-\lambda t}} \dots\dots\dots(8)$$

式中：

- A_{γ} ——碘-131 活度浓度，Bq/kg 或 Bq/g；
- W ——所测试样的重量，kg 或 g；
- 其余同公式(7)。

8 方法探测下限的计算

8.1 低本底 β 测量仪测量

低本底 β 测量仪测量时，用公式(9)计算水、牛奶中碘-131 的探测下限，用公式(10)计算植物、动物甲状腺中碘-131 的探测下限：

$$L_D = \frac{4.65}{\eta_{\beta} \times Y \times V \times E} \sqrt{\frac{N_b}{t_b}} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

L_D ——碘-131 探测下限, Bq/L;

η_β —— β 探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;

Y ——化学产额;

V ——所测试样的体积, L;

E ——碘-131 的自吸收系数;

N_b ——本底计数率, s^{-1} ;

t_b ——本底测量时间, s。

$$L_D = \frac{4.65}{\eta_\beta \times Y \times W \times E} \sqrt{\frac{N_b}{t_b}} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

L_D ——碘-131 探测下限, Bq/kg 或 Bq/g;

W ——所测试样的重量, kg 或 g;

其余同公式(9)。

8.2 低本底 γ 谱仪

低本底 γ 谱仪测量时, 用公式(11)计算水、牛奶中碘-131 的探测下限, 用公式(12)计算植物、动物甲状腺中碘-131 的探测下限:

$$L_D = \frac{4.65}{\eta_\gamma \times Y \times V \times p} \sqrt{\frac{N_b}{t_b}} \dots\dots\dots(11)$$

式中:

L_D ——碘-131 探测下限, Bq/L;

η_γ ——谱仪的探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;

Y ——化学产额;

V ——所测试样的体积, L;

p ——0.364 MeV 全能峰的发射几率, 可取 81.1%;

N_b ——0.364 MeV 全能峰下相应的本底计数率, s^{-1} ;

t_b ——本底测量时间, s。

$$L_D = \frac{4.65}{\eta_\gamma \times Y \times W \times p} \sqrt{\frac{N_b}{t_b}} \dots\dots\dots(12)$$

式中:

L_D ——碘-131 探测下限, Bq/kg 或 Bq/g;

W ——所测试样的重量, kg 或 g;

其余同公式(11)。

9 质量控制

9.1 空白试验

每当更换试剂时, 必须进行空白试验。

9.1.1 水样

样品数不能少于 6 个, 量取 10 L 蒸馏水于 10 L 下口瓶中。按 6.2.2~6.2.9 操作, 并计算空白试样平均计数率和标准偏差, 并检验其与仪器本底计数率在 95%的置信度下是否有显著性差异。

9.1.2 牛奶

样品数不少于 6 个, 取未污染的牛奶样 4 L 于 5 L 烧杯中。按分析步骤 6.3.1~6.3.4 操作, 并计算空白试样的平均计数率和标准偏差, 并检验其与仪器本底计数率在 95%的置信度下是否有显著性差异。

9.1.3 植物、动物甲状腺

样品数不能少于 6 个, 取未被污染的植物样 250 g, 或羊甲状腺 5 g。按 6.4.1~6.4.3 操作, 并计算空白试样平均计数率和标准偏差, 并检验其与仪器本底计数率在 95%的置信度下是否有显著性差异。

9.2 精密度

9.2.1 水样

本精密度数据是由 3 个实验室对 3 个水平的试样所做的实验确定的。每个实验室对 3 个水平各做 4 个平行测试样品。

表 1 精密度测试结果

单位: Bq

水平	I	II	III
均值 m	6.38	51.25	112.23
重复性 r	0.78	7.31	13.30
再现性 R	3.25	16.94	29.23

9.2.2 牛奶

本精密度数据由 3 个实验室对 3 个水平的试样所做的实验确定的。每个实验室对 3 个水平各做

4 个平行测试样品。

表 2 精密度测试结果

单位: Bq

水平	I	II	III
均值 m	6.14	52.10	112.44
重复性 r	0.87	5.91	5.96
再现性 R	1.51	23.90	35.31

9.2.3 植物、动物甲状腺

本精密度数据是由 3 个实验室对 3 个水平的试样所做的实验确定的。每个实验室对 3 个水平各做 4 个平行测试样品。

表 3 植物样精密度测试结果

单位: Bq

水平	I	II	III
均值 m	7.05	49.93	108.12
重复性 r	0.95	5.99	6.97
再现性 R	2.3	15.23	25.96

表 4 羊甲状腺精密度测试结果

单位: Bq

水平	I	II	III
均值 m	6.57	48.17	109.88
重复性 r	1.74	5.64	11.83
再现性 R	2.8	15.63	17.47

附录 A

(资料性附录)

正确使用本标准的说明

A.1 按公式 (A.1) 决定样品测量的时间 t_c (s):

$$t_c = \frac{N_c + \sqrt{N_c \times N_b}}{(N_c - N_b)^2 \times S^2} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- t_c —样品计数时间, s;
- N_c —样品源加本底的计数率, s^{-1} ;
- N_b —本底计数率, s^{-1} ;
- S —预定的相对标准偏差。

A.2 若使用容易解吸的树脂, 在牛奶样品分析过程中可以省去分析步骤中的 6.3.2。

A.3 动物甲状腺必须进行样品自身的稳定碘含量的测定。相应地取其腺体(如颌下腺等)为对照样。并在计算碘的化学产额时将其扣除。

A.4 如果没有高频热合机, 可将沉淀源夹在塑料膜内, 盖一层黄蜡绸, 用 5W 电烙铁沿沉淀源周围画一圈封合, 剪齐外缘, 待测。

A.5 关于用铯-137 薄源代替碘-131 源刻度 β 探测效率的问题。按铯-137 β 衰变的发射几率, 加权以后的 β 粒子平均最大能量值为 0.547 MeV, 碘-131 β 粒子平均最大能量值为 0.576 MeV, 二者相对偏差为 4.9%。由此引起探测效率(包括空气层自吸收、反散射等)偏差在实验误差范围之内, 因此可以用铯-137 薄源代替碘-131 源刻度 β 探测效率。

附录 B

(资料性附录)

设备图

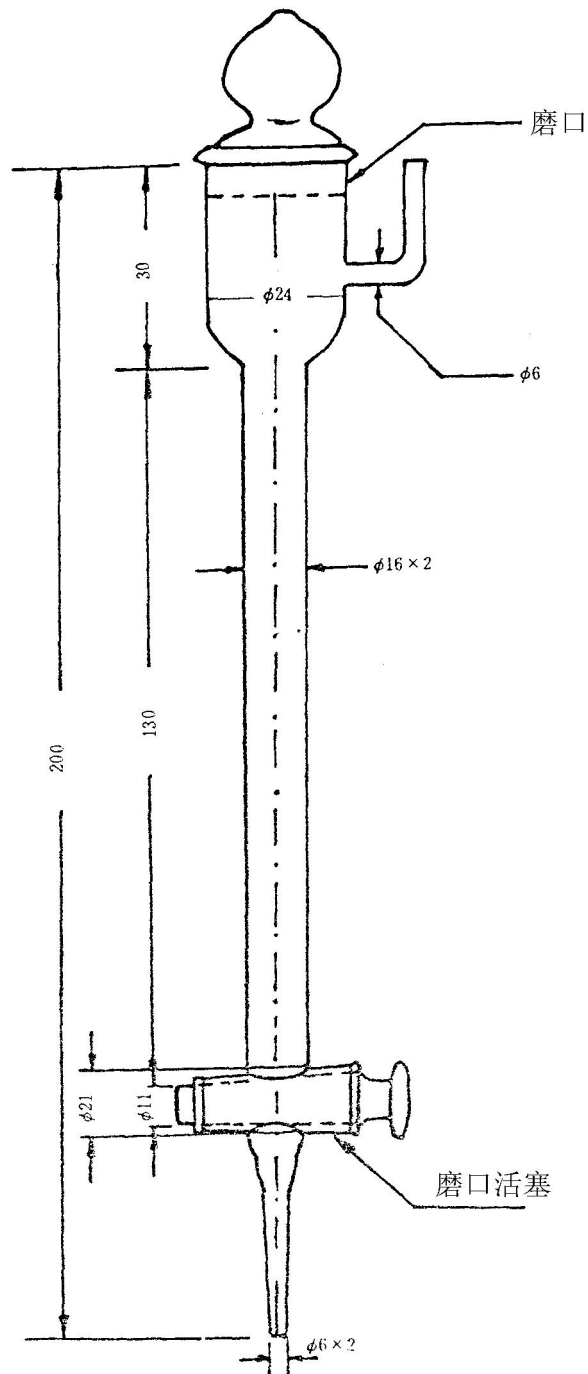


图 B.1 玻璃交换柱(单位:mm)

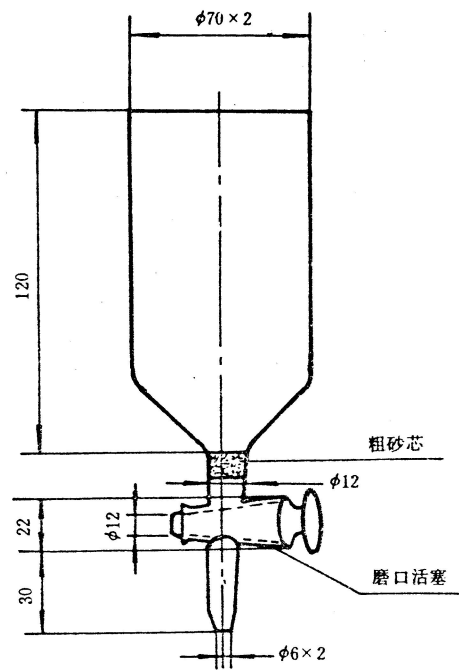


图 B. 2 玻璃解吸柱(单位:mm)

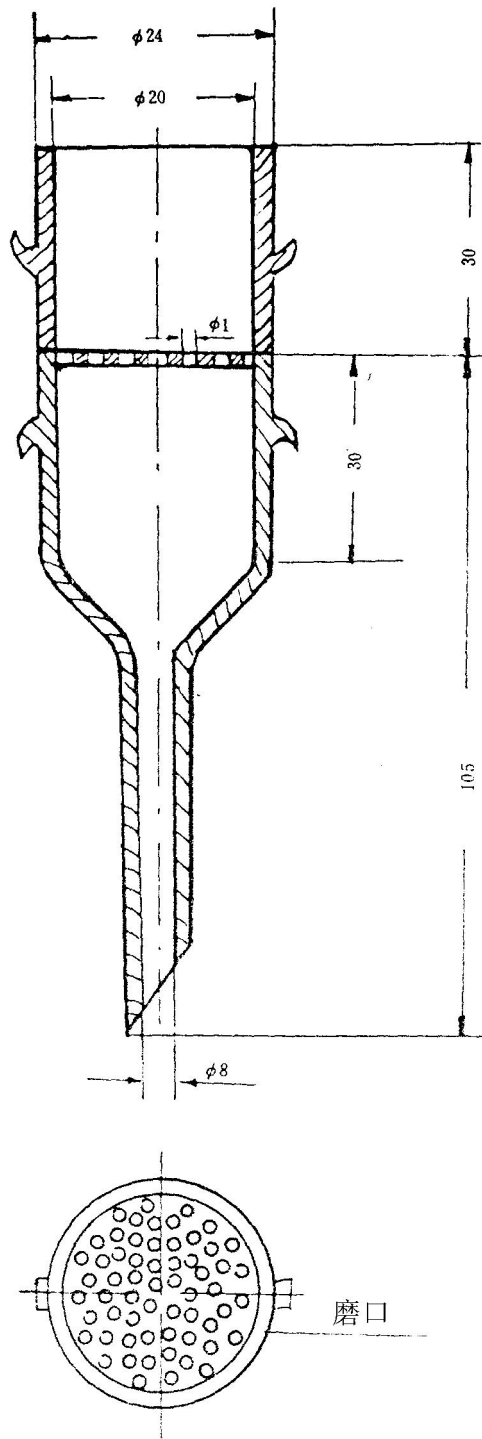


图 B.3 玻璃可拆式漏斗(单位:mm)

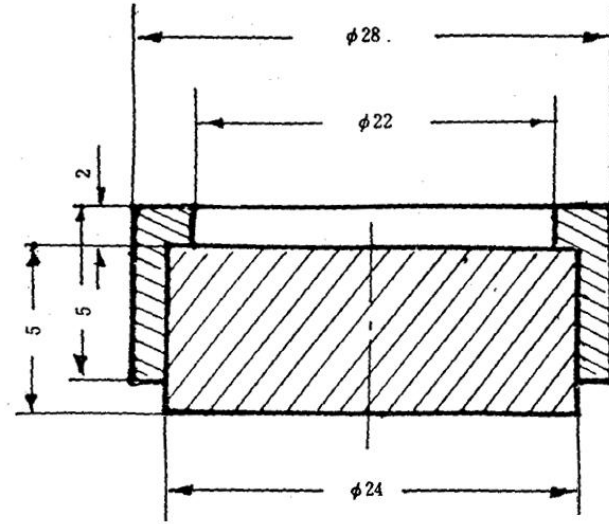


图 B. 4 不锈钢压源模具(单位:mm)

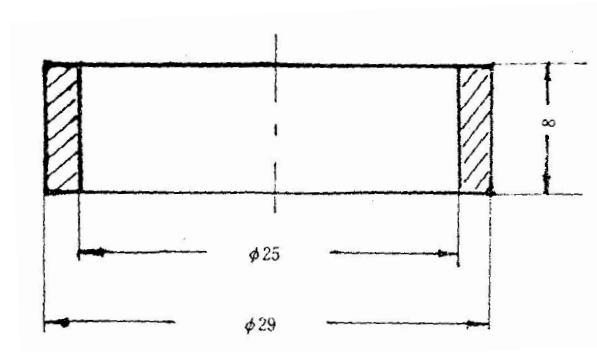


图 B. 5 封源铜圈(单位:mm)