



团 体 标 准

T/SPMA XXXX—20XX

海产品中钋-210 的测定方法

Determination Method of Polonium-210 in Seafood

(征求意见稿)

(本草案完成时间: 2025.6.20)

在提交反馈意见时, 请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

上海市预防医学会 发布

目 次

| | |
|-----------------|----|
| 前 言 | II |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 方法原理 | 1 |
| 4 试剂和材料 | 1 |
| 5 仪器和设备 | 1 |
| 6 样品采集 | 2 |
| 7 样品预处理 | 2 |
| 8 分析步骤 | 2 |
| 9 试剂空白 | 3 |
| 10 本底 | 3 |
| 11 结果计算 | 3 |
| 12 探测下限 | 4 |
| 13 其他 | 4 |

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由上海市预防医学会提出并归口。

本文件由上海市预防医学会归口。

本文件起草单位：上海市疾病预防控制中心、上海市虹口区疾病预防控制中心（上海市虹口区卫生健康监督所）、上海市肺科医院、复旦大学放射医学研究所

本文件主要起草人：钱爱君、高林峰、温学新、何佳伟、姚杰，翟江龙、陈晓文、黄敏鹏、罗发坚

海产品中钋-210 的测定方法

1 范围

本标准适用于鱼、虾、蟹、贝等海产品中钋-210的测定，规定了海产品中钋-210的方法原理、试材料、仪器设备、测量方法等内容。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 14883.5 《食品中放射性物质钋-210的测定》

HJ 813 《水中钋-210的分析方法》

3 方法原理

在食品干样中加入²⁰⁹Po示踪剂，用硝酸-过氧化氢-高氯酸湿法消解法或微波消解法破坏有机物，以银片或铜片自沉积法分离²⁰⁹Po和²¹⁰Po，用α能谱仪测量²¹⁰Po与²⁰⁹Po放射性，计算食品中²¹⁰Po浓度。

自沉积原理：Po在溶液中以+4价的离子形式存在，电极电位较高，能在Ag、Cu等光亮整洁的金属表面上发生自发沉积，使电势较高的Po把Ag、Cu等电位低的金属离子置换出来。

Cu²⁺电位：0.337V；Ag⁺/AgCl电位：0.2339V；Po⁴⁺电位：0.77V

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。

4.1 试剂

4.1.1 ²⁰⁹Po 标准溶液。

4.1.2 盐酸：浓度 36%~38%。

4.1.3 硝酸：浓度 65.0%~68.0% (m/m)。

4.1.4 过氧化氢：浓度不低于 30% (m/m)。

4.1.5 高氯酸：浓度 70.0%~72.0% (m/m)。

4.1.6 HCl+NaCl 混合溶液 (0.5 mol/L HCl, 3.5 mol/L NaCl)。

4.1.7 盐酸：体积分数 5%。

4.1.8 无水乙醇：含量不少于 95% (m/m)。

4.1.9 超纯水。

4.2 材料

4.2.1 银片/铜片。

4.2.2 烧杯 (100mL)。

4.2.3 锥形瓶 (100mL)。

5 仪器和设备

5.1 α 谱仪，本底计数率 $<1/\text{min}$ 。

5.2 分析天平，感量 0.1mg。

5.3 电热板。

5.4 微波消解仪。

5.5 移液枪（1 mL、5 mL）。

5.6 水浴恒温振荡器。

6 样品采集

按照 GB 14883.1-2016 中的相关规定进行采样。

7 样品预处理

按照 GB 14883.1-2016 中 4.3 的要求将样品进行烘干或冷冻干燥。

8 分析步骤

8.1 样品消解

8.1.1 湿法消解法

8.1.1.1 取干粉样品 5g 加入到聚四氟乙烯烧杯中，加入 0.1 Bq~0.2 Bq 示踪剂 ^{209}Po 标准溶液，加入 15 mL 硝酸，放置过夜。

8.1.1.2 在烧杯上盖好玻璃表面皿使加热时形成回流，在电热板上 120℃ 加热消解 3h，放至室温。

8.1.1.3 缓慢加入 10 mL 双氧水在电热板上继续加热消解，至溶液澄清。（若溶液无法澄清，可补加 5 mL 硝酸继续消解直至溶液澄清），挪去表面皿，加热蒸发至近 5mL。

8.1.1.4 加入 10 mL 硝酸和 2 mL 高氯酸，继续在电热板上蒸发。

注：当溶液中硝酸蒸发尽并升温与高氯酸反应时，若烧杯中溶液颜色很深，可加入 2mL 双氧水继续消解，若溶液颜色呈黑色，可加入 1mL 硝酸继续消解，直至黑色消失，稍冷后，加入 2 mL 硝酸并小心加热，直至溶液变清。

8.1.1.5 待烧杯中高氯酸大量冒白烟，继续蒸发成为白色残渣（溶液将干未干的状态为佳）。

8.1.1.6 加入 3 mL 去离子水蒸至近干，反复三次，使体系酸度降低后，冷却

8.1.2 微波消解法

8.1.2.1 取干粉样品 0.5g，加入 0.05 Bq~0.1 Bq 示踪剂 ^{209}Po 标准溶液，加入 5 mL 硝酸，放置过夜。

8.1.2.2 加入 2 mL 双氧水在微波消解仪中消解。

8.1.2.3 微波消解程序：

第一步：1500W 3min 105℃ 30atm

第二步：1500W 10min 150℃ 30atm

第三步：1500W 30min 200℃ 30atm

8.1.2.4 消解完毕后，将消解液转移至烧杯中在电热板上 120℃ 以下赶酸，蒸发成为白色残渣。

8.1.2.5 加入 3 mL 去离子水蒸至近干，反复三次，使体系酸度降低后，冷却。

8.2 自沉积

8.2.1 配置 500 mL 0.5 mol/L 盐酸和 3.5 mol/L NaCl 混合液备用。

- 8.2.2 在烧杯中加入 10mL 盐酸和 NaCl 混合液，使其溶解样品的白色残渣（可适当加热，加速溶解）。将溶解后的混合溶液转移至锥形瓶中。
- 8.2.3 继续在烧杯中加入 15 mL 上述盐酸和 NaCl 混合液，再次洗涤容器，待充分溶解后将洗涤液转移至上述锥形瓶中。
- 8.2.4 将准备好自沉积用的银片/铜片用 5%盐酸浸泡约十分钟，主要目的是去除银片/铜片表面的锈迹，使待镀银/铜片光亮，选择相对较光亮的一面进行沉积。
- 8.2.5 取 0.3~0.6g（可以多加，以颜色改变为主）抗坏血酸加入上述锥形瓶滤液中，使其成为还原的环境，有利于钋的沉积。
- 8.2.6 将处理好的银片/铜片放入上述溶解样品残渣的溶液中，瓶口盖上保鲜膜，用橡皮筋扎紧。
- 8.2.7 将该锥形瓶置于水浴恒温振荡器中，温度设置 80℃，转速为 150r/min，自沉积 2h。
- 8.2.8 2h 后取出上述银片/铜片，先用蒸馏水冲洗，后用无水乙醇淋洗，90℃烘干，待测。

8.3 探测效率的测定

在每个待分析样品中加入定量的²⁰⁹Po示踪剂，进行全流程实验。待测核素²¹⁰Po与示踪剂²⁰⁹Po在α谱仪上同时测量，用²⁰⁹Po计算总效率。

8.4 样品测量

- 8.4.1 将待测样品的沉积片置入 α 能谱仪上测量²¹⁰Po 和示踪核素²⁰⁹Po，连续计数 24h 以上。
- 8.4.2 测量结束后，分别记录²¹⁰Po 和²⁰⁹Po 在一定道址范围内的总计数（积分），在相应的道址区间内扣除本底计数，然后再进行计算。

9 试剂空白

每批样品分析时，应进行试剂空白试验；每当更换试剂时，应进行试剂空白试验。

- 9.1 分别取 2 个聚四氟乙烯烧杯，加入 0.1 Bq~0.2 Bq 示踪剂²⁰⁹Po 标准溶液，加入 15 mL 硝酸，放置过夜。
- 9.2 按 8.1.1.2~8.1.1.6 或 8.1.2.2~8.1.2.5 的步骤进行全流程实验后，按 8.28 步骤自沉积后，在 α 能谱仪上测量空白样中²¹⁰Po 和²⁰⁹Po 计数。

10 本底

- 10.1 空白的沉积片用 5%盐酸浸泡后洗净烘干，在 α 谱仪上测量²¹⁰Po 和示踪核素²⁰⁹Po，由于仪器每道探测效率不同，需要测试沉积片在每个通道上的本底。
- 10.2 在每测量 2~3 个样品源后，应间隔进行本底测量，以确认仪器本底计数率稳定。

11 结果计算

11.1 探测效率计算

探测效率计算公式（1）为：

$$\varepsilon = \frac{n_s - n_{b,Po-209}}{A_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ε —探测效率；

n_s —²⁰⁹Po计数率，单位为计数每秒（s⁻¹）；

$n_{b,Po-209}$ —²⁰⁹Po谱峰区本底计数率，单位为计数每秒（s⁻¹）；

A_s —加入的²⁰⁹Po标准溶液的活度，单位为贝可（Bq）。

11.2 活度计算

海产品中²¹⁰Po的放射性活度浓度计算公式(2)为:

$$A = \frac{n_X - n_{b,Po-210}}{\varepsilon W} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

A —样品中²¹⁰Po的放射性比活度,单位为贝可每千克(Bq·g⁻¹);

n_X —²¹⁰Po计数率,单位为计数每秒(s⁻¹);

$n_{b,Po-210}$ —²¹⁰Po谱峰区本底计数率,单位为计数每秒(s⁻¹);

W —分析样品质量,单位为克(g)。

12 探测下限

当样品与本底的测量时间相近,采用泊松分布标准差,统计置信水平为95%时,最小可探测样品净计数率 LLD_n 可用公式(3)计算:

$$LLD_n = 4.65\sqrt{n_0/t_0} \dots \dots \dots (3)$$

式中:

LLD_n —最小可探测样品净计数率,单位为单位为计数每秒(s⁻¹);

n_0 —本底样品的平均计数率,单位为单位为计数每秒(s⁻¹);

t_0 —本底的测量时间,单位为秒(s)。

海产品中²¹⁰Po测量的探测下限按公式(4)进行计算:

$$A = \frac{4.65\sqrt{n_0/t_0}}{\varepsilon W} \dots \dots \dots (4)$$

13 其他

加入的标准²⁰⁹Po需要进行衰变校正,将购买时活度校准至测量时的活度。

$$A_s = A_0 e^{-\lambda t}$$

$$\lambda = \frac{\ln 2}{T_{1/2}}$$

A_s —测试时²⁰⁹Po的活度,单位为贝可每克(Bq);

A_0 —购买时²⁰⁹Po的活度,单位为贝可每克(Bq);

λ —衰变因子;

$T_{1/2}$ —²⁰⁹Po半衰期,单位为年(a);

t —测量时间与购买时间的差值,单位为年(a)。