

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF ××××—202×

食品及环境基质放射性标准物质的
研制计量技术规范

Technical Specification for Production of Radioactivity Reference

Materials with Food and Environmental Matrix

(征求意见稿)

202×-××-×× 发布

202×-××-×× 实施

国家市场监督管理总局 发布

食品及环境基质放射性 标准物质研制技术规范

JJF ××××—202×

Technical Specification for Production of Radioactivity

Reference Materials with Food and Environmental Matrix

归口单位：全国标准物质计量技术委员会

主要起草单位：中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全
医学所

参加起草单位：中国计量科学研究院
中国辐射防护研究院

本规范委托全国标准物质计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

吉艳琴（中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全医学所）

钱宇欣（中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全医学所）

尹亮亮（中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全医学所）

梁珺成（中国计量科学研究院）

任晓娜（中国辐射防护研究院）

参加起草人：

王瑞俊（中国辐射防护研究院）

范富有（中国计量科学研究院）

国家标准物质计量技术委员会征求意见稿

目 录

引 言.....	(III)
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
3.1 活度浓度.....	1
3.2 衰变校正.....	1
4 总则.....	1
4.1 一般原则.....	1
4.2 放射性标准物质操作原则.....	1
5 候选物选采与制备.....	1
5.1 选采.....	1
5.2 制备.....	(3)
6 均匀性评估.....	(4)
6.1 一般要求.....	(4)
6.2 样品抽取.....	(4)
6.3 测量程序.....	(5)
6.4 最小取样量.....	1
6.5 数据结果统计.....	1
7 稳定性评估与监测.....	1
7.1 稳定性评估.....	1
7.2 检验时间.....	1
7.3 数据结果统计.....	1
7.4 稳定性监测.....	1
8 定值.....	1
8.1 一般要求.....	1
8.2 计量学溯源性的建立与证明.....	1
8.3 合作实验室要求.....	1

8.4 定值方式.....	1
8.5 测量数据检验及认定值的确定.....	1
9 不确定度评定.....	1
10 定值结果表示.....	1
10.1 定值结果表示方式.....	1
10.2 数值修约.....	1
10.3 认定值修订.....	1
11 包装和贮存.....	1
11.1 包装.....	1
11.2 贮存.....	1
12 研制报告.....	1
13 认定证书.....	1
附录 A 茶叶中锶-90 标准物质制备实例.....	1

国家标准物质计量技术委员会征求意见稿

引言

放射性指标是食品及环境安全检测的重要项目。随着人们对放射性风险关注度的提升，对相关检测结果的准确性和实时性要求也愈来愈高。通过规范我国食品及环境基质放射性标准物质的研制过程，提高放射性标准物质的制备水平和质量，保证溯源有效性，为科技进步与创新、重大决策以及经济和社会发展中所涉及的标准制定与实施、民生保障等提供技术支撑。

本规范阐述了食品及环境基质放射性标准物质的研制过程中对基质的选采、基质中放射性核素的添加、均匀性评估、稳定性评估、定值、不确定度评定、包装和贮存、研制报告编写的要求，在附录 A 给出了制备实例。

本规范依据 JJF 1342《标准物质研制（生产）机构通用要求》、JJF 1343《标准物质的定值及均匀性、稳定性评估》、JJF 1218《标准物质研制报告编写规则》以及 GB 11930《操作非密封源的辐射防护规定》等文件要求，结合放射性标准物质特点而制定。使用本规范时，应同时执行上述相关规范。

本规范为首次发布。

全国标准物质计量技术委员会 征求意见稿

食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范

1 范围

本规范规定了食品及环境基质放射性标准物质的基质选采、基质中放射性核素的添加要求、均匀性评估、稳定性评估、定值、不确定度评定、包装和贮存、研制报告编写的要求及制备实例。

本规范适用于食品及环境基质放射性标准物质的研制，也可以为食品及环境基质放射性质量监控样品的研制提供参考。

本规范仅适用于豁免水平的标准物质。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1005 标准物质通用术语和定义

JJF 1006 一级标准物质技术规范

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

JJF 1186 标准物质证书和标签要求

JJF 1218 标准物质研制报告编写规则

JJF 1342 标准物质研制（生产）机构通用要求

JJF 1343 标准物质的定值及均匀性、稳定性评估

JJF1854 标准物质计量溯源性的建立、评估与表达计量技术规范

GB 11930 操作非密封源的辐射防护规定

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修订本）适用于本规范。

3 术语和定义

JJF1001、JJF1005中规定的有关术语和定义及以下术语和定义适用于本规范。

3.1 活度浓度 activity concentration

以单位体积活度表示的放射性的量，如 Bq/L 或 Bq/kg。

3.2 衰变校正 decay correction

依据放射性衰变规律，将测量时刻的活度浓度校正到参考时刻的活度浓度。

4 总则

4.1 一般原则

4.1.1 食品及环境基质放射性标准物质研制前应开展策划工作，确定预期目标。

注：预期目标包括标准物质中放射性核素的特性、基质、数量和目标核素的量值水平及测量不确定度等。

4.1.2 食品及环境基质放射性标准物质的活度浓度范围应适合该标准物质的用途。

4.2 放射性标准物质操作原则

4.2.1 防护要求

对研制放射性标准物质的工作人员受到的正常照射应加以监督和限制，剂量限值、表面污染控制水平以及剂量约束值的确定均应遵循国家标准、防护与安全最优化等原则。

4.2.2 操作条件

放射性标准物质的研制应在丙级或以上非密封放射性物质工作场所进行，操作时根据所操作的放射性物质的活度水平和特性，选择符合安全与防护要求的环境条件。操作过程中所用的设备及仪器等应符合安全与防护要求。

4.2.3 废物管理

放射性废物的管理应遵循国家标准或实验室的相关规定，进行优化管理。

5 候选物选采与制备

5.1 选采

5.1.1 候选物的选择应满足适用性、代表性（代表一类物质），及容易复制的原则。

5.1.2 应有足够大的需求，数量能满足至少 10 年的使用需求。

5.1.3 一般应采集自然状态的样品作为候选物。特殊情况下，若自然状态的样品

不能满足实际研究需要，也可通过混合、添加等方式制备，此时要求候选物与食品或环境放射性检测对象一致或相近。

5.2 制备

5.2.1 一般要求

5.2.1.1 根据候选物的性质，选择合理的加工程序、制备工艺。

5.2.1.2 候选物的制备应保证物料均匀，避免污染，防止放射性活度浓度变化。

5.2.1.3 候选物制备前应根据物料的不同情况进行预处理。

5.2.2 候选物中放射性核素的添加要求

无法在自然状态的样品中获得可定值的目标核素情况下，或用于仪器刻度校准时，可在候选物中人工添加放射性核素，应满足以下要求：

添加的核素应有公认的检测方法；为避免物质局部组成和颗粒大小的差异对所添加核素的吸附差别对最终标准物质的均匀性产生影响，可选择逐级添加与稀释法制备标准物质。

5.2.3 固体标准物质的制备

5.2.3.1 固体标准物质的制备一般分为干燥、破碎、研磨、混匀（添加）、分装等五个步骤。食品及生物干样分装后可选择钴-60(^{60}Co)辐照灭菌（按相关要求进行剂量不小于 20 kGy 的辐照灭菌）。

5.2.3.2 固体的粒度一般要求小于 0.25 mm 或过 60 目筛。

注1：放射性标准物质固体基质一般指食品干样（灰）、生物干样（灰）、土壤、沉降物、沉积物。

注2：固体基质的制备示例参见附录A。

5.2.4 液体标准物质的制备

5.2.4.1 液体标准物质的制备一般分为过滤、混匀、分装等步骤，分装后可选择钴-60(^{60}Co)辐照灭菌（按相关要求进行剂量不小于 20 kGy 的辐照灭菌）。

注：放射性标准物质液体基质一般指水溶液。

5.2.4.2 需添加保护剂或稳定剂的液体基质应符合相关标准的要求。

5.2.5 其他标准物质的制备

其他标准物质如气溶胶滤膜等，均匀性和稳定性评估可参照本标准执行。

6 均匀性评估

6.1 一般要求

6.1.1 放射性标准物质的研制应进行均匀性评估。

6.1.2 开展均匀性评估之前应设计均匀性评估方案。方案中应明确抽取样品方案、测量分析方法、统计方法等内容。

6.1.3 放射性标准物质的活度浓度值应是均匀的。虽然一个标准物质的其他性质可能不均匀，但只要这种不均匀对活度浓度不产生可检测出的影响，则可认为该标准物质均匀。

6.2 样品抽取

6.2.1 抽样方案

6.2.2 抽样方案应考虑制备及保存方法可能存在的缺陷，从可能出现差异的部位抽取，抽样位置的分布对于总体样品应有足够的代表性。

6.2.3 抽样方式可分为简单随机抽样、分层随机抽样、系统抽样及其他抽样方式，但应证明此方案得到的方差估计是无偏的。

6.2.4 抽取单元数

6.2.4.1 抽取单元数目应对标准物质总体数量有足够的代表性。

6.2.4.2 抽取单元数取决于总体样品的单元数，并且抽取单元数以及每个样品的重复测量次数应适合所采用的统计检验要求。

6.2.4.3 若记总体单元数为 N ，抽取单元数为 q ，抽取单元数与总体单元数的对应关系见表 1。

表 1 抽取单元数与总体单元数的对应关系

总体单元数 N	抽取单元数 q
$N \leq 100$	$q=10$

100<N≤200	q≥11
200<N≤500	q≥15
500<N≤1000	q≥25
N>1000	q=30
液体样品, N≤500	q≥10
液体样品, N>500	q≥15

6.3 测量程序

6.3.1 一般应选择不低于定值方法精密度、具有足够灵敏度的测量程序。

6.3.2 样品称取质量取决于测量程序。

6.3.3 一般情况下, 每个抽取单元应独立取样重复测量次数≥2次, 当一个标准物质单元只能取一个子样时(如 γ 能谱测量), 可对该子样进行多次测量, 测量次数≥2次。

6.3.4 所有测量分析结果均应参与均匀性评估数据处理。

6.4 最小取样量

6.4.1 放射性标准物质均匀性评估后应给出最小取样量。

6.4.2 当有多个核素时, 应以最大的最小取样量表示该标准物质的最小取样量或者分别给出每个核素的最小取样量。

6.4.3 放射性标准物质的最小取样量取决于检测方法, 根据要求的灵敏度获得最小取样量。

6.5 数据结果统计

均匀性评估的数据结果统计应符合 JJF 1343 的要求。

注1: 放射性标准物质的均匀性评估, 大多数情况下采用单因素方差分析法进行均匀性评估。在某些情况下, 也可采用双因素方差分析法进行均匀性评估。

注2: 虽然其他类型的多种统计方法(例如平均值一致性检验方法、t检验法、极差法等)也可用于放射性标准物质的均匀性评估。

7 稳定性评估与监测

7.1 稳定性评估

7.1.1 放射性标准物质的研制过程中应进行稳定性评估，应在均匀性评估通过后进行。

7.1.2 开展稳定性评估之前应设计稳定性评估方案，方案中应明确保存条件、样品抽取方式、测量分析方法、检验时间点、统计方法等内容。

7.1.3 应在明确的条件下，在较长周期内定期地进行放射性的稳定性评估。必要时，应通过模拟运输及恶劣条件下的温度、放置方式等考察标准物质在特定条件下的短期稳定性。

7.1.4 放射性测量本质是对原子核衰变数的测量，原子核的衰变不会受到外界任何因素的影响而发生改变，因此理论上讲，放射性标准物质长期稳定有效。但对于短半衰期放射性核素来说，长期稳定性带来的不确定度不可忽视，同时为确保放射性标准物质研制期间未被污染，所以在此期间应进行长期及短期稳定性评估。

7.2 检验时间

7.2.1 短期稳定性评估通常考察周期较短，但至少应与标准物质的运输时间一样长。短期稳定性评估，一般选择的时间点 ≥ 2 个。

7.2.2 长期稳定性考虑周期应 ≥ 6 个月，一般选择的时间点 ≥ 4 个。

7.3 数据结果统计

7.3.1 稳定性评估的数据结果统计应符合 JJF 1343 的要求。

7.3.2 按时间顺序进行的测量结果在测量方法的统计涨落范围内波动（放射性核素测量结果经过衰变校正后），则该认定值在实验的时间间隔内稳定，可以持续跟踪量值稳定性。

7.4 稳定性监测

7.4.1 在标准物质的研制及使用期间应定期进行稳定性监测，至少每半年监测一次，确保发布认定值的准确可靠。

7.4.2 将监测结果与认定值比较，满足下述条件时，则可推断标准物质稳定。

$$|y_{CRM} - y_{meas}| \leq k\sqrt{u_{CRM}^2 + u_{meas}^2}$$

式中：

y_{CRM} —标准物质的认定值；

y_{meas} —标准物质的测量值；

k —包含因子；

u_{CRM} —标准物质的合成标准不确定度；

u_{meas} —稳定性监测测量结果的标准不确定度。

8 定值

8.1 一般要求

8.1.1 放射性标准物质的认定值应尽可能溯源到 SI 单位或参考标准，并注明衰变校正的参考日期。

8.1.2 定值前，研制者应制定标准物质定值作业指导书，内容包括标准物质的预计认定值范围、加工制备及均匀性评估等情况，并制定简明的指导原则：如分析方法应达到的精密度指标、分析操作中应注意的问题、所用试剂的要求、分析结果报出的形式和定值时间等。

8.2 计量学溯源性的建立与证明

放射性标准物质的溯源方式应符合 JJF 1343 及 JJF1854 的要求。

8.3 合作实验室要求

8.3.1 合作定值实验室应具有一定的技术权威性，在测定标准物质的放射性活度方面应具有必备的条件及同等的技术能力和经验。

8.3.2 参加定值的实验人员应具有熟练的操作技术和工作经验。

8.3.3 必要时，定值前，可采用实验室间比对的方式确认合作实验室。

8.4 定值方式

8.4.1 由一家实验室采用基准测量程序定值。

注：基准测量方法是一类重要的方法。只有在设备和专门技术知识能保证溯源至SI单位制系统时，才能采用单一基准法的方式。

8.4.2 由一家或多家有能力的实验室采用两种或两种以上可证明准确度的方法，或由多家实验室采用一种方法定值。

8.4.2.1 合作实验室的数目或独立定值组数应符合统计学的要求。当采用同一种方法时，独立定值组数一般 ≥ 9 个，当采用多种方法时，独立定值组数一般 ≥ 6 个。

8.4.2.2 每个参加定值的实验室应至少测定2个最小单元，每个单元至少测2次，提供 ≥ 4 次独立重复测量数据。

8.4.3 利用国家一级标准物质进行比较定值。

当有一种已知国家一级标准物质与待研制的标准物质基质一致或相近，量值匹配时，可以使用一种准确可靠的分析方法，将待研制的标准物质与该已知的一级标准物质直接进行比较，测得待研究标准物质的量值。使用该方式定值时，所采用方法的准确度和精密度一般不能低于已知标准物质所使用方法的准确度和精密度。此定值方式主要适用于二级标准物质。

8.5 测量数据检验及认定值的确定

测量数据检验及认定值的确定应符合 JJF 1343 的要求，包括正态分布检验、可疑值检验、等精度检验和认定值确定等。

8.5.1 测量数据要求

8.5.1.1 不应随意取舍数据，当统计方法检验测量数据为可疑值时，在进行技术审查后再决定是否予以剔除。

8.5.1.2 放射性标准物质的相对扩展不确定度原则上应 $\leq 30\%$ ，对于目前分析技术水平暂时达不到的情况（如低能 γ 核素），可根据需求结合不确定度评定实际情况确定。

9 不确定度评定

放射性标准物质定值结果的不确定度应由3部分组成，分别为：标准物质均匀性引入的不确定度，标准物质稳定性引入的不确定度以及标准物质的定值过程

引入的不确定度。定值不确定度评定应符合 JJF 1343 的要求。

其中定值过程引入的 B 类不确定度需包含由核素半衰期引入的不确定度 $u_{T_{1/2}}$ 按下式计算：

$$u_{T_{1/2}} = \frac{U_{T_{1/2}}}{T_{1/2} \cdot k} \quad (1)$$

式中：

$u_{T_{1/2}}$ ——核素半衰期引入的不确定度分量；

$U_{T_{1/2}}$ ——核素半衰期的拓展不确定度；

k ——包含因子

10 定值结果表示

10.1 定值结果表示方式

10.1.1 定值结果一般表示为：认定值±扩展不确定度，即：

$$y \pm U_{CRM}$$

式中：

y —标准物质的认定值；

U_{CRM} —标准物质认定值的扩展不确定度。

注：应明确指出扩展不确定度的含义并指明所选择的包含概率。

10.1.2 结果中的不确定度也可以用相对扩展不确定度 U_{rel} 表示，即：

$$U_{rel} = U_{CRM}/y$$

式中：

U_{rel} —标准物质认定值的相对扩展不确定度。

10.1.3 当某些核素的定值未达到规定要求或不能给出不确定度的确切值时，可作为参考值给出。参考值的表示方式是以带括号的数值表示。

10.1.4 定值结果的计量单位应符合国家颁布的法定计量单位的规定。

10.2 数值修约

10.2.1 扩展不确定度一般根据需要保留一位或两位有效数字，数值修约采用只进

不舍的规则。

10.2.2 认定值的最后一位应与扩展不确定度的相应位数对齐。

10.2.3 数值修约规则应遵照 JJF 1059.1 《测量不确定度评定与表示》。

10.3 认定值修订

当标准物质的实际活度浓度经衰变校正后，仍超过认定值范围，或原有标准物质不再满足测量要求或测量不确定度可再进一步减小时，可采取以下方法解决：取消原有标准物质或对标准物质重新定值。

11 包装和贮存

11.1 包装

11.1.1 最小包装单元的质量根据分析的取样量和样品稳定时间确定，也可根据用户的实际需要配备数种不同质量和规格的包装。

11.1.2 最小包装单元的质量的允许误差一般应小于其包装量的 5%。

11.1.3 标准物质的最小包装单元应贴有标准物质标签，标签的内容应包括编号、中英文名称和研制单位。

11.1.4 标准物质的包装应满足该标准物质的用途。一般情况下应选用密封性好、便于使用和质量好的玻璃瓶或中高密度聚乙烯瓶包装，用热缩薄膜或白蜡封口，必要时外部可采用塑料薄膜袋真空封装。

11.2 贮存

11.2.1 标准物质的贮存条件应适合该标准物质的要求并有利于基质的稳定。

11.2.2 放射性标准物质应有单独贮存空间。

11.2.3 应贮存于干燥、阴凉、洁净的环境中。

例：干粉应存放于避光、阴凉和干燥环境中，保存温度一般不超过25℃，相对湿度低于60%；易变质的标准物质应用铝塑复合膜抽真空或在充填惰性气体的容器中于低温下保存。

12 研制报告

研制报告应描述标准物质研制的全过程和数据分析的充分信息，并符合 JJF 1218 的要求。在标准物质评审时，研制报告应作为技术依据提交相关的评审机构。

13 标准物质证书

放射性标准物质证书应符合 JJF 1186 的要求，应注明放射性核素活度浓度的参考日期。

全国标准物质计量技术委员会征求意见稿

附录 A

茶叶中锶-90 标准物质制备实例

选择 ^{90}Sr 含量相对较高的某茶叶，采用分体式超微粉碎机完成样品的研磨，研磨后茶叶样品的粒度直径为 $63\ \mu\text{m}$ （相当于 200 目筛孔），将茶叶干粉混匀 8 小时，将茶叶粉末样品装入白色样品瓶，每瓶 300 g。以 $0.8\ \text{kGy/h}$ 的辐照计量率照射 32 小时，辐照剂量总计 $25.6\ \text{kGy}$ 。辐照后的样品瓶，贴上标识后，装入密封塑料袋置于冰柜 $4\ ^\circ\text{C}$ 保存。

国家标准物质计量技术委员会征求意见稿