《海产品中碳-14 的测定 管式燃烧法（征求意见稿）》

编制说明

《海产品中碳-14 的测定 管式燃烧法（征求意见稿）》编制组

二〇二三年九月

一、 工作简况，包括任务来源、起草单位、主要工作过程、标准编制组成员及其所做的主要工作等

1.1 任务来源

2023 年 1 月 13 日，北京预防医学会发出了关于开展 2023 年团体标准编制工作的通知，公开征集公共卫生与预防医学及相关专业领域的标准，旨在发挥学会的学术引领作用，完善北京卫生健康标准体系。食品安全关系公众身体健康，是公共卫生领域重点关注的学科之一。

近年来关于日本福岛核污水排入海洋的问题，引发各国强烈担忧。核污水含有大量长半衰期放射性核素，一旦排放入海将会对海洋生态环境、食品安全和人类健康造成潜在危害。为了科学评估日本核污水排放带来的影响，北京市疾病预防控制中心于 2021 年申报并通过了北京市科委的课题《海产品中放射性元素的检测技术及风险评估研究》立项，当年列入了北京市科技计划项目（课题编号：Z211100007021010），课题目标之一是建立并完善海产品中碳-14 等典型放射性核素的检测方法。在前期课题研究工作的基础上，北京市疾病预防控制中心牵头申请北京预防医学会团体标准《海产品中碳-14 的测定 管式燃烧法》，2023 年 3 月 23 日经北京市预防医学会团体标准立项论证会专家组协商一致同意立项，立项编号为“202324”。

1.2 起草单位和起草人及其所承担的工作

本标准起草单位：北京市疾病预防控制中心，核工业北京地质研究院，福建省职业病与化学中毒预防控制中心。

本标准主要起草人：孙亚茹，白斌，王欢，姚美男，马永忠，王铁健，冯硕，郑琪珊，刘萌萌。

具体任务分工见表 1.1。

表 1.1 任务分工

人员（单位）	承担工作
孙亚茹(北京市疾病预防控制中心)	全面负责标准的研制工作：包括文献资料的调研和方案制定、组织开展方法验证、汇总整理实验数据。 负责标准文本、研制方案和编制说明的起草撰写。
白斌（北京市疾病预防控制中心）	负责协调项目的实施、开展、上报以及材料的审核工作。

王欢（北京市疾病预防控制中心）	参与方法研制实验，汇总验证单位实验数据。
姚美男（北京市疾病预防控制中心）	参与方法研制实验，负责对标准文本的文字、公式的校准编辑。
马永忠（北京市疾病预防控制中心）	参加标准起草过程的研讨，并提出修改意见。
王铁健，冯硕（核工业北京地质研究院）	按照方法验证的方案分析给定样品中碳-14 的活度水平，完成方法验证报告。参加标准起草过程的研讨，并提出修改意见。
郑琪珊，刘萌萌（福建省职业病与化学中毒预防控制中心）	按照方法验证的方案分析给定样品中碳-14 的活度水平，完成方法验证报告。参加标准起草过程的研讨，并提出修改意见。

1.3 主要工作过程

2023 年 3～4 月	查阅文献资料调研，进行条件实验
2023 年 5 月	参与团体标准文本书写要求培训，形成初步的方法文本
2023 年 6 月	进一步完善方法，设计方法验证方案
2023 年 7～8 月	组织进行方法验证，撰写方法编制说明

二、标准编制的必要性和预期效果

碳-14 既是天然放射性同位素，也是重要的人工放射性核素，来源于宇宙射线的核反应、核反应堆的运行以及核爆实验等。碳-14 的半衰期为 5730a，纯β射线辐射体，最大能量为 156keV。由于碳元素是人体、动植物体的重要组成部分，碳-14 易与非放射性碳混合，参与动植物代谢过程并在体内富集，通过食物链进入人体，对人体持续产生内照射。碳-14 的β辐射作用，不仅会引起细胞核电离而使躯体受到损伤，也可使细胞的 DNA 单键断裂导致基因突变而引起遗传效应。由于碳-14 半衰期长，分布范围广，在人体内累积的辐射剂量不容忽视。世界卫生组织（WHO）、国际劳工组织（ILO）和联合国环境规划署（UNEP）将碳-14 列为影响人体健康的 8 个主要放射性核素之一。

碳-14 是核电站排放的关键放射性核素，据报道日本核污水中碳-14 的放射性活度高达 63.6GBq。国内外对碳-14 的排放和食品中碳-14 的含量都有严格的限制。《核动力厂环境辐射防护规定》（GB6249-2011）规定对于 3000MW 热功率的

反应堆，液态放射性流出物中碳-14 的排放限值分别为 1.5×10^{11}Bq/a（轻水堆）和 2×10^{11}Bq/a（重水堆）。联合国粮食及农业组织/世卫组织联合食品法典委员会发布的标准《核或放射紧急情况污染后进入国际贸易的食品中放射性核素的指导水平》（CAC/GL5-2006）中规定了食品中碳-14 的指导水平为 1000Bq/kg（婴儿食品）和 10000Bq/kg（除婴儿食品外的其他食品），ICRP 第 96 号出版物《Protecting people against radiation exposure in the event of a radiological attack》采用了此规定。

尽管碳-14 是低毒性放射性核素，但由于它的广泛存在和长半衰期特性，碳-14 对人类健康的影响日益引起人们的重视和关注。2011 年福岛核电站泄漏事故发生后，我国加强对沿海省份周边海域辐射水平的监控，逐步开展海产品中碳-14 的监测。目前，我国对海产品中碳-14 的检测标准可借鉴现有国家标准《生物样品中 ^{14}C 的分析方法 氧弹燃烧法》（GB/T 37865-2019），采用氧弹燃烧法预处理样品对于少量样品的碳-14 制样比较方便。管式燃烧法样品处理量大，探测下限低，是目前使用较多且效果较好的方法。

本标准拟建立管式燃烧法测定海产品碳-14 的分析方法，应用于鱼、虾、蟹、贝、藻类海产品的检测，向开展海产品中放射性污染监测的单位和研究机构进行方法推广，为科学评估核污水带来的影响提供技术支持，对提高国家核应急监测水平、维护公众健康具有重要意义。

三、标准编制的原则和依据

本标准的编制既参考国内外最新和应用最广的方法技术，又考虑国内监测机构的监测能力和实际情况，制定的原则和依据如下：

（1）制定的方法适用于鱼、虾、蟹、贝、藻类等不同海产品中碳-14 的测定。

（2）前处理方法操作过程简便、回收率高，可操作性强，准确度和效率高，各项方法特性指标满足现有国内外相关方法要求。

（3）方法具有一定普遍适用性，易于推广使用。所用试剂价格合理，测量使用的液体闪烁谱仪涉及不同型号，适用于全国开展辐射监测的各个行业单位。

（4）本标准文本编制主要依据 GB/T1.1-2020《标准化工作导则—第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》。

四、主要技术内容的论据

4.1 样品的氧化燃烧

4.1.1 催化剂的选择

为确保海产品中碳-14 完全氧化成二氧化碳气体，常常会在氧化燃烧过程中加入催化剂。对催化剂材料的选择要求低温活性高，耐高温。低温活性高便于样品在升温过程中尽早开始反应，耐高温避免催化剂因熔融而降低活性。催化剂可分为贵金属类和非贵金属类。贵金属类有铂、钯、钌等，氧化活性高，易回收，但价格昂贵。非贵金属类主要是过渡族元素的氧化物以及稀土元素的氧化物，单组分的氧化物有氧化铜和氧化镍等，耐高温，稳定性好，价格低廉。本实验使用的催化剂主要是铜丝（经加热氧化成氧化铜），以及少量复合催化剂（氧化铝载钯、氧化铝载铂）。

4.1.2 惰性气体的选择

氧化燃烧海产品样品的过程中，随着温度的升高，样品逐渐达到临界着火点，如果氧气量较多，样品会瞬间起明火，使样品无法完全氧化，造成一定的损失。这种情况下，需要通入惰性气体防止样品产生明火，本实验选择使用氮气。

4.1.3 燃烧程序的设定

称取 3~5g 海产品干粉样品，装入样品燃烧舟内，置于氧化燃烧装置（图 4.1）的高温氧化区，通入氧气/氮气混合气体，检查装置气密性。确认气密性良好后，调节气体流速，设定氧化燃烧程序。

为了确保样品充分氧化燃烧，催化区温度设定在 700℃，回收区温度设定在 500℃，快速升至目标温度后保持恒定。样品区温度需严格控制，缓慢升温，防止着火。不同的样品在升温过程中失重速率不同，在失重速率较大的温度区间应停留一段时间，让样品充分反应。本实验采用热重分析手段研究了几种典型海产品的热解特性（如图 4.2 所示 TG-DTG 曲线，TG 为测量样品的质量随温度的变化，DTG 为样品的失重速率随温度的变化），再根据对多个样品的反复测试，推荐海产品氧化燃烧的程序见表 4.1，氧化燃烧总时长约 5.3 小时。

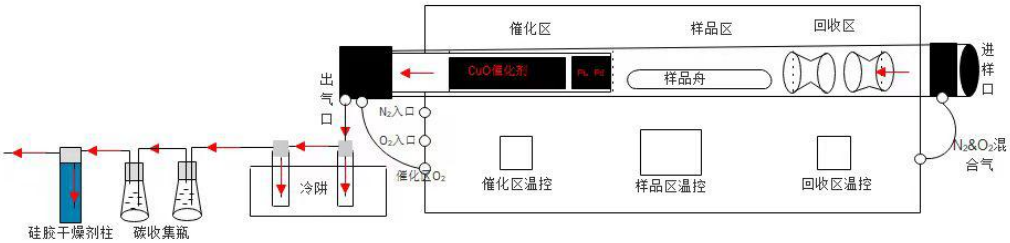
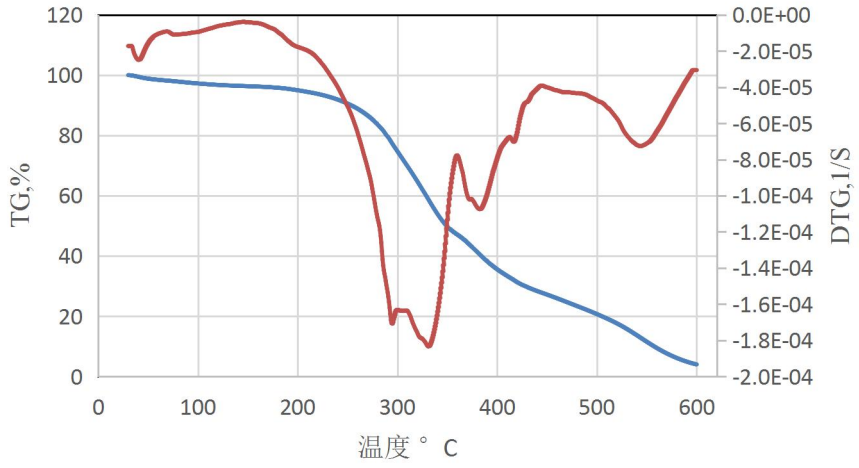
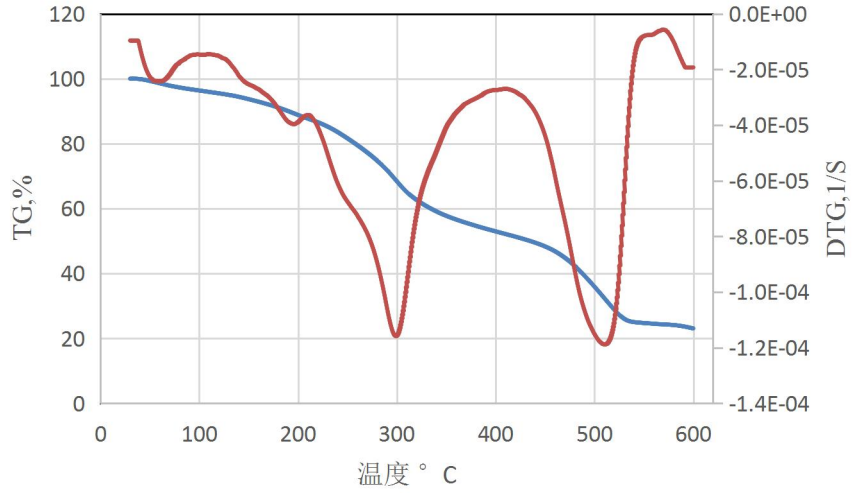


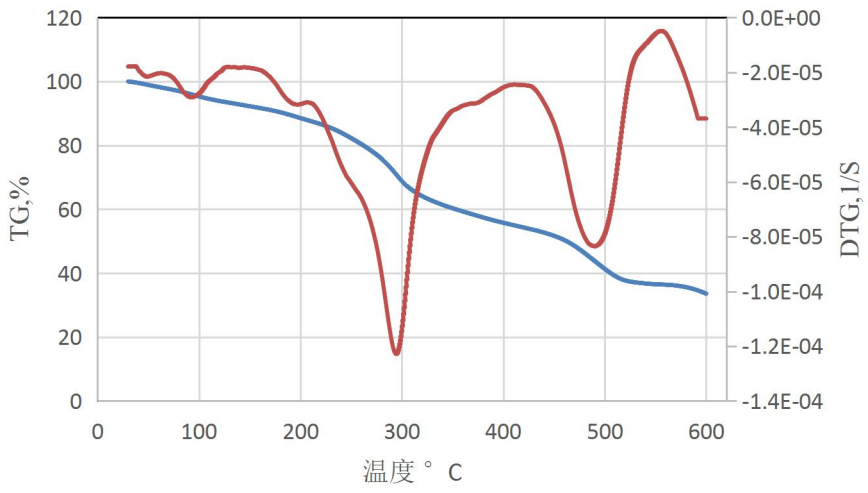
图 4.1 海产品中碳-14 氧化燃烧装置示意图



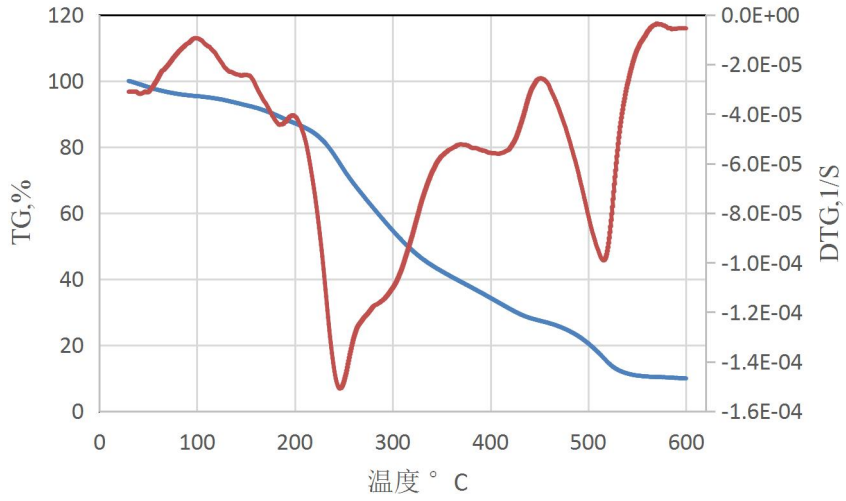
a) 黄花鱼 TG（蓝色）和 DTG（棕色）曲线



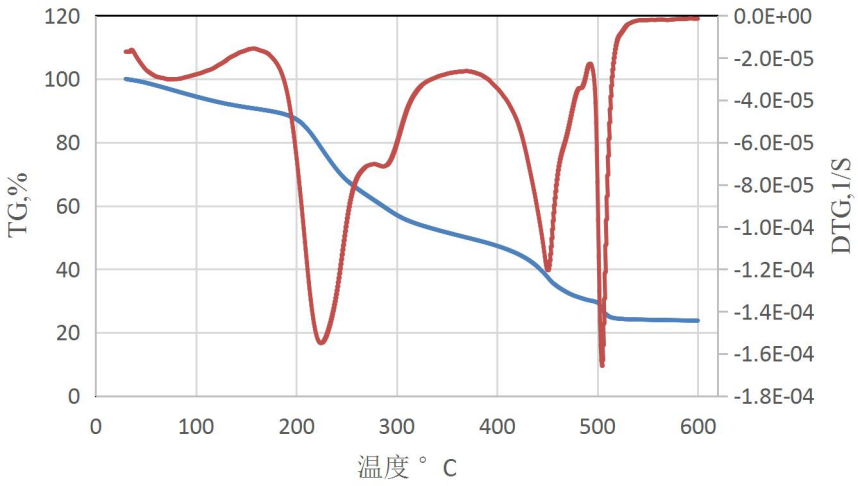
b) 海白虾 TG（蓝色）和 DTG（棕色）曲线



c) 梭子蟹 TG（蓝色）和 DTG（棕色）曲线



d) 蛏子 TG（蓝色）和 DTG（棕色）曲线



e) 海藻 TG（蓝色）和 DTG（棕色）曲线

图 4.2 典型海产品的热失重曲线

表 4.1 海产品中碳-14 氧化燃烧推荐程序

阶段	温度	升温速率℃/min 或保温时间 min	催化区 O_2 L/min	燃烧区 N_2 L/min	燃烧区 O_2 L/min
1	160	5℃/min	0.2	0.4	0.1
2	160	20 min	0.2	0.4	0.1
3	260	2℃/min	0.2	0.4	0.1
4	260	20min	0.2	0.4	0.1
5	460	2℃/min	0.2	0.4	0.1
6	460	30 min	0.2	0.1	0.4
7	600	5℃/min	0.2	0.1	0.4
8	600	40 min	0.2	0.1	0.4

4.1.4 燃烧效率

本实验采用表 4.1 推荐的氧化燃烧程序考察了几种不同种类海产品的燃烧效果，利用元素分析仪分析样品燃烧前后碳元素的质量分数，按公式（4-1）计算燃烧效率：

$$\varepsilon = \frac{m_1 p_1 - m_2 p_2}{m_1 p_1} \quad (4\text{-}1)$$

式中：

ε：燃烧效率，%；

m_1：氧化燃烧前样品质量，g；

p_1：氧化燃烧前样品中碳含量，%；

m_2：氧化燃烧后样品灰质量，g；

p_2：氧化燃烧后样品灰中碳含量，%；

从表 4.2 可以看出，管式氧化燃烧装置在推荐程序下对大部分海产品的燃烧效率在 98%以上，梭子蟹的燃烧效率稍低一些，约为 94%。文献表明，脂肪、

蛋白质等有机质在升温至600℃时可完全分解，而虾壳、蟹壳中的碳酸钙等无机盐在670℃以上才分解，虾壳中的有机质含量更多一些，碳酸钙对燃烧效率的影响不如蟹壳明显。碳酸钙的热解速率很慢，即使升温至900℃仍有部分未分解，综合考虑样品处理时间和燃烧效率，推荐样品的燃烧温度最高为600℃，可使大部分海产品燃烧完全。

表 4.2 不同海产品的燃烧效率

序号	样品名称	干样质量 g	干样中碳的质量分数%	灰样质量 g	灰样中碳的质量分数%	燃烧效率%
1	黄花鱼	5.001	59.83	0.158	2.25	99.9
2	海鲈鱼	5.000	40.38	0.835	4.81	98.0
3	海白虾	5.001	42.21	0.608	2.81	99.2
4	皮皮虾	5.002	37.17	1.192	3.41	97.8
5	梭子蟹	5.001	34.45	1.709	6.25	93.8
6	生蚝	5.002	42.92	0.538	1.84	99.5
7	蛏子	5.000	41.95	0.676	1.20	99.6
8	海藻	5.000	31.17	1.130	1.59	98.8
平均值±标准偏差		/	/	/	/	98.3±2.0

注：海白虾、皮皮虾、梭子蟹处理时未去壳。

4.2 管式氧化燃烧装置回收率的测定

管式氧化燃烧装置的回收率是指样品经氧化燃烧得到的碳含量实验值与理论值的比值。碳含量实验值测定方法有两种：一是称量氧化燃烧产物收集后产生的碳酸钙质量，通过计算碳酸钙中碳的含量得到样品中碳含量的实验值；二是称量装有氢氧化钠碱性溶液的吸收瓶和硅胶干燥管前后质量差，获得收集的二氧化碳质量，通过计算二氧化碳中碳的含量得到样品中碳含量的实验值。编制组通过对某种样品进行多次氧化燃烧实验发现，称量碳酸钙质量的平行性不如二氧化碳，原因是生成碳酸钙需要溶液转移、调 pH、抽滤、烘干等多项操作，容易带来人为误差，导致回收率平行性不好。因此，编制组建议采用第二种方法测量样品中

碳含量的实验值。

海产品中碳含量的理论值可通过元素分析仪测得，但元素分析仪的价格昂贵，维护繁琐，很多实验室没有配备。编制组建议采用定量葡萄糖粉末测定氧化燃烧装置的回收率：

准确称取 5g 优级纯无水葡萄糖按照样品氧化燃烧步骤操作，通过称量装有氢氧化钠碱性溶液的吸收瓶和硅胶干燥管前后质量差，获得收集的二氧化碳质量，与理论应该生成的二氧化碳的质量比较，计算装置对碳的回收率。

一方面，氧化燃烧装置对大部分海产品的燃烧效率在 98%以上，接近于葡萄糖的完全燃烧（100%）；另一方面，通过测定几种已知碳含量的海产品的碳回收率与葡萄糖的回收率相比较（表 4.3 和表 4.4），回收率接近，均在 95%以上，满足方法使用要求。同时编制组比较了葡萄糖和糖碳的碳回收率，平行性较好，糖碳是一种纯碳的标准物质，可以排除燃烧生成的水分对碳回收率的影响。葡萄糖价格低廉，操作简单，编制组使用该物质测定氧化燃烧装置的回收率平均值为 96.9%，满足要求，推荐使用。

表 4.3 氧化燃烧装置对海产品干样中碳回收率的测定

序号	样品名称	碳含量理论值 g	碳含量实验值 g	化学回收率%
1	黄花鱼	2.992	2.864	95.7
2	海鲈鱼	2.019	1.936	95.9
3	海白虾	2.111	2.073	98.2
4	蛏子	2.098	2.018	96.2
5	生蚝	2.146	2.045	95.3
6	海藻	1.559	1.500	96.2
平均值±标准偏差		/	/	96.2±1.0

表 4.4 氧化燃烧装置对糖碳和葡萄糖中碳回收率的测定

序号	样品名称	碳含量理论值 g	碳含量实验值 g	化学回收率%
1	糖碳	1.500	1.445	96.4
2	糖碳	1.500	1.473	98.2

3	糖碳	1.500	1.418	94.6
4	葡萄糖	1.998	1.909	95.6
5	葡萄糖	1.998	1.964	98.3
6	葡萄糖	1.998	1.936	96.9
平均值±标准偏差		/	/	96.7±1.5

4.3 制样和测量

4.3.1 待测样品的制备和测量

本实验通过两种方法制备待测样品：一种是吸收法，将制成的碳酸钙沉淀粉末用盐酸进行滴定，释放出的二氧化碳经干燥后用专用吸收液吸收，再与闪烁液混合制成待测样品；另一种是悬浮法，将制成的碳酸钙沉淀粉末研磨均匀后，称取适量粉末，加入去离子水和闪烁液制成待测样品。最后放入液体闪烁计数器选择碳-14 测量模式进行放射性测量。两种方法制备的待测样品如图 4.3 所示，悬浮法制备样品过程更简单，但需要冷藏并尽快测量，过一段时间后有些样品会出现固液分层现象，影响测量结果。

图 4.3 悬浮法制备的样品（图左）和吸收法制备的样品（图右）

图 4.4 为吸收法中二氧化碳吸收装置简图，加入碳酸钙粉末，用 2mol/L 盐酸进行滴定，3-甲氧基丙胺吸收释放出来的二氧化碳，通过称量液闪计数瓶前后的质量差计算吸收二氧化碳的质量，与理论产生的二氧化碳质量相比，得到吸收装置的化学回收率。编制组多次滴定 5.0g 碳酸钙，吸收二氧化碳的质量范围值为 1.465～1.558g，平均值为 1.521g；吸收装置的化学回收率范围值为 66.6%～

70.8%，平均值为 69.1%。实验过程中发现碳酸钙沉淀刚完全消失时，二氧化碳的回收率仅 50%，延长通氮气时间可提高吸收装置对二氧化碳的回收率，本标准建议延长通气 20 分钟。文献表明有的实验室吸收二氧化碳的回收率能达到 80%，有的在 60%左右，不管回收率多少，只要相对稳定即可。9mL 3-甲氧基丙胺最大吸收能力约为 1.9g 二氧化碳，滴定 5.0g 碳酸钙产生的二氧化碳量一般不会超过 3-甲氧基丙胺的吸收能力。

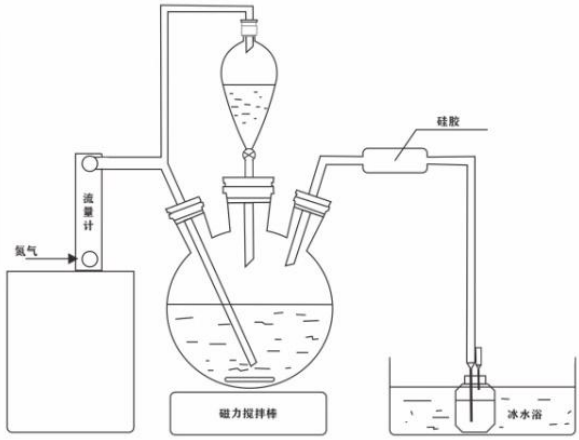


图 4.4 二氧化碳吸收装置简图

4.3.2 本底样品的制备和测量

由于市售碳酸钙粉末的生产工艺多样，可能有含有碳-14 的石油及有机矿物制品，导致本底放射性较高。建议采用优级纯碳酸钠制成碳酸钙粉末或者滴定生成二氧化碳，进一步制成悬浮法或吸收法的本底样品。

4.3.3 吸收法淬灭曲线

向图 4.4 三口烧瓶中加入不同质量的无水碳酸钠，释放和吸收二氧化碳，加入闪烁液制备吸收不同重量二氧化碳的本底样品。用液体闪烁计数器测量本底样品后，各加入不大于 0.1g 的碳-14 标准溶液制成加标样品，再用液体闪烁计数器进行测量。按公式（4-2）计算每次测量的计数效率：

$$E = \frac{N_s - N_b}{60D} \qquad (4\text{-}2)$$

式中：

E—仪器的探测效率；

N_s—标准样品的计数率，count/min；

N_b—本底样品的计数率，count /min；

60—时间转换系数；

D—加入到标准样品中碳-14 的放射性活度，Bq。

本实验对吸收二氧化碳重量分别为 0.452g，0.805g，1.319g，1.430g，1.455g，1.546g 的样品进行标定，绘制淬灭曲线，得到计数效率 E 随淬灭参数 SQP（E）的变化趋势，如图 4.5 所示。随着吸收二氧化碳重量的增加，淬灭参数 SQP（E）值增加，计数效率增大。从淬灭曲线拟合公式可以看出，随着淬灭参数 SQP（E）值增加，计数效率增大越来越缓慢。采用吸收法制样时，为了简化操作步骤，编制组建议不绘制淬灭曲线，选取计数效率随淬灭参数 SQP（E）值变化相对稳定的区间，加标样品和待测样品使用相同碳含量的碳酸钙或者无水碳酸钠进行滴定，测量结果进行相对比较。本标准建议滴定碳酸钙的质量为 5.0g，此时二氧化碳的吸收质量约 1.5g，SQP（E）值约为 700，使用 Quantulus 1220 液体闪烁计数器的计数效率为 62%左右。

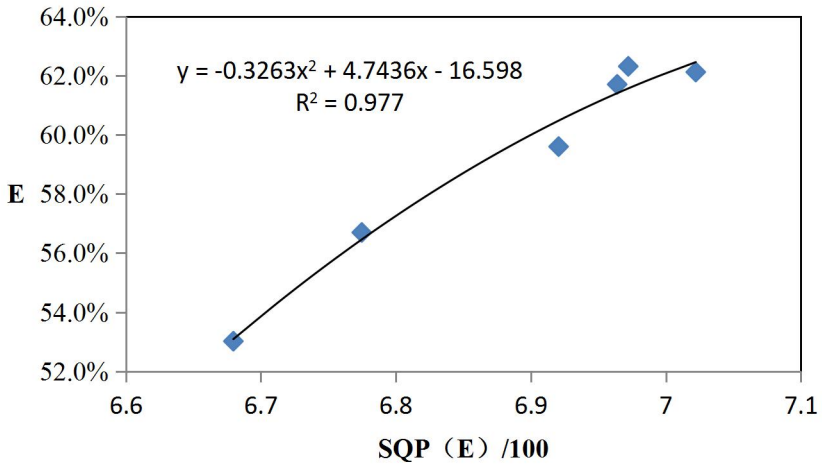


图 4.5 吸收法淬灭曲线

4.4 探测下限的估算

本标准采用 IAEA SAFETY STANDARDS SERIES No.GSG-7 2018 建议的探测下限计算方法。当样品与本底的测量时间相近，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（4-3）计算：

$$LLD_n = 4.65\sqrt{N_b/t_b} \qquad (4\text{-}3)$$

式中：

LLD_n—最小可探测样品净计数率，count/min；

N_b—本底样品的计数率，count /min；

t_b—本底的测量时间，min。

（1） 海产品样品中碳-14 的测量（吸收法）探测下限按公式（4-4）和公式（4-5）进行计算：

$$L_D(C_1) = \frac{4.65\sqrt{N_b/t_b}}{60\omega_1 E_{吸} W_5} \tag{4-4}$$

式中：

$L_D(C_1)$ —样品中碳-14 测量探测下限，Bq/(kgC)；

ω_1—二氧化碳中碳的质量分数，%；

$E_{吸}$—吸收法中液体闪烁器对碳-14 的探测效率，%；

W_5—待测样品计数瓶吸收二氧化碳的重量，kg。

其它参数同前。

$$L_D(C_2) = \frac{4.65\sqrt{N_b/t_b} W_2 W_4}{60 E_{吸} W_5 W_1 W_3 Y_C} \tag{4-5}$$

式中：

$L_D(C_2)$ —样品中碳-14 测量探测下限，Bq/(kg·鲜)；

W_1—样品鲜重，kg;

W_2—样品干重，kg;

W_3—燃烧时称取干样的重量，kg;

W_4—燃烧后生成二氧化碳的重量，即碱液吸收瓶和硅胶干燥管在吸收二氧化碳前后的重量差，kg;

Y_C—氧化燃烧装置对生物样品中碳的回收率。

其它参数同前。

（2） 海产品样品中碳-14 的测量（悬浮法）探测下限按公式（4-6）和公式（4-7）进行计算：

$$L_D(C_1) = \frac{4.65\sqrt{N_b/t_b}}{60\omega_2 E_{悬} W_6} \tag{4-6}$$

式中：

ω_2—碳酸钙中碳的质量分数；

$E_{悬}$—悬浮法中液体闪烁器对碳-14 的探测效率；

W_6—悬浮法制样时称取的碳酸钙的重量，kg。

$$L_D(C_2) = \frac{4.65\sqrt{N_b/t_b} W_2 W_4}{60 E_{悬} W_6 W_1 W_3 Y_C} \tag{4-7}$$

参数同前。

（3） 不同液闪设备的本底和探测效率不同，对同一样品的探测下限不同，见表 4.5。不同海产品的含碳率不同，用同一液闪设备测量的探测下限（Bq/(kg·鲜)）也不同，见表 4.6。

表 4.5 不同液闪设备对黄花鱼中碳-14 的探测下限 L_D

液闪序号	吸收法				悬浮法			
	本底 (min^{-1})	仪器效率(%)	$L_D(C_1)$	$L_D(C_2)$	本底 (min^{-1})	仪器效率(%)	$L_D(C_1)$	$L_D(C_2)$
1	3.74	81.0	25.62	5.26	2.87	42.0	75.27	15.45
2	3.76	62.1	33.99	7.02	3.25	30.9	108.70	22.51
3	2.11	46	32.4	6.74	2.19	31	87.8	18.54
4	0.47	40.4	19.01	6.57	0.32	18.7	56.7	11.77

注：本底样品的测量时间为 300min。

表 4.6 同一液闪设备对不同海产品中碳-14 的探测下限 L_D

样品类别	鲜样含碳率（g/g）	吸收法		悬浮法	
		$L_D(C_1)$	$L_D(C_2)$	$L_D(C_1)$	$L_D(C_2)$
黄花鱼	0.205	25.62	5.26	75.27	15.45
海白虾	0.106	25.62	2.72	75.27	7.98
梭子蟹	0.059	25.62	1.51	75.27	4.44
蛏子	0.088	25.62	2.25	75.27	6.62
海藻	0.050	25.62	1.28	75.27	3.76

注：本底样品的测量时间为 300min。

五、主要试验（或验证）的分析、综述报告

5.1 方法验证的组织实施

方法验证单位共 4 家：北京市疾病预防控制中心，核工业北京地质研究院，福建省职业病与化学中毒预防控制中心和浙江省疾病预防控制中心。由北京市疾病预防控制中心负责制定方法验证方案并准备方法验证样品，验证开展时间为 2023 年 7 月～2023 年 8 月。

5.2 验证单位使用的仪器设备

实验室编号	单位名称	管式氧化燃烧装置	液体闪烁计数器
1	北京市疾病预防控制中心	OTCS11/3 上海怡星	PerkinElmer Tri～carb3170 TR/SL
2	核工业北京地质研究院	QSK2-5-12 西尼特电炉有限公司	PerkinElmer Quantulus 1220
3	福建省职业病与化学中毒预防控制中心	GR-TC0-2 中检维康	PerkinElmer Quantulus 1220
4	浙江省疾病预防控制中心	OTCS11/3 上海怡星	PerkinElmer Quantulus 1220

5.3 方法验证样品

5.3.1 中国糖碳

中国糖碳，国家实物标准 GSBA650001-87。它是采用 1977 年生长在内蒙古的甜菜炼制成蔗糖，再由上海试剂一厂提炼为分析纯试剂糖再干馏成纯碳，最后由中国社会科学院考古研究所 ^{14}C 实验室、北京大学历史学考古学 ^{14}C 室和中国科学院地球化学研究所 ^{14}C 实验室进行标定。糖碳标准放射性对国际现代碳标准的比值为 1.362±0.002，现代碳的放射性比活度为 13.56 dpm/g，计算得到糖碳的放射性比活度为 307.8 Bq/kg。

5.3.2 黄花鱼

冰鲜黄花鱼样品取鱼肉进行冷冻干燥后，将干样粉碎、过筛，分发给 4 家实验室进行碳-14 测量。

5.4 方法的精密度试验

测定 6 个平行样品，每次取 5.0g 黄花鱼干样进行管式氧化燃烧，再分别采用吸收法和悬浮法进行制样测量。

表 5.1 碳-14 方法精密度测量

实验室编号	制样方法	碳-14 放射性比活度 Bq/(kg·鲜)						RSD %
1	吸收法	44.00	44.66	42.61	46.85	46.32	43.14	3.82
	悬浮法	48.11	55.70	43.14	51.43	50.06	44.83	9.35

2	吸收法	44.57	46.91	48.96	50.20	48.42	46.79	4.16
	悬浮法	46.80	52.32	43.71	47.26	48.99	41.75	8.02
3	吸收法	45.03	48.19	46.98	47.57	46.04	44.06	3.39
	悬浮法	45.28	46.91	44.55	48.58	48.51	51.15	5.11
4	吸收法	41.85	45.94	47.39	43.67	50.19	45.14	6.36
	悬浮法	42.79	43.97	47.63	41.20	42.58	47.98	6.34

5.5 方法的准确度试验

测定 3 个平行样品，每次取 1.5g 糖碳标准样品进行管式氧化燃烧，再分别采用吸收法和悬浮法进行制样测量。

表 5.2 碳-14 标准样品测试结果

实验室编号	制样方法	碳-14 放射性比活度 Bq/kg				相对误差 RE(%)
		1	2	3	平均值	
1	吸收法	296.3	324.8	318.0	313.0	1.70
	悬浮法	296.2	345.4	313.3	318.3	3.41
2	吸收法	295.9	306.1	291.4	297.8	-3.25
	悬浮法	336.2	322.8	295.7	318.3	3.40
3	吸收法	309.4	307.0	303.6	306.6	-0.39
	悬浮法	312.9	310.3	314.9	312.7	1.59
4	吸收法	277.6	329.4	303.6	303.5	-1.38
	悬浮法	292.3	297.6	324.0	304.6	-1.03

5.6 小结

根据 4 家验证单位的方法学验证结果，本方法检测海产品中碳-14 方法精密度试验 RSD<10%，相对误差 RE 绝对值<5%，表明方法精密度和准确性能满足标准规定的要求，适用于海产品中碳-14 的测定。

六、采用国际标准的程度与水平的简要说明

6.1 采用国内标准的程度与水平

《生物样品中 ^{14}C 的分析方法 氧弹燃烧法》（GB/T 37865-2019）采用氧弹燃烧法预处理样品，用粉末悬浮法和直接吸收法制备样品，液体闪烁计数法测量样品。本标准采用的是管式燃烧法预处理样品，与 GB/T 37865-2019 相比，样品

预处理方式不同。同时本标准对直接吸收法制备样品的操作进行了优化。

《塑料 生物基含量 第 2 部分：生物基碳含量的测定》（GB/T 39715.2-2021 等效于 ISO 16620-2-2019）用于塑料-生物基样品中碳含量的测定。该标准介绍了三种测量 ^{14}C 的方法：液体闪烁计数法（LSC）、β-电离（BI）和加速器质谱法（AMS）。其中，β-电离法要求使用低压实验室和气体净化装置，样品测量时间较长；质谱仪价格昂贵，维护成本高；液闪谱仪价格较低，抗干扰性强，维护方便，在监测机构中得到广泛应用。因此，本标准优先选用液体闪烁计数法测量碳-14。

6.2 采用国外标准的程度与水平

《Water quality- Simultaneous Determination of Tritium and Carbon 14 Activities- Test method using liquid scintillation counting》（ISO 13168-2015）采用液体闪烁计数法测量水中碳-14 含量，样品预处理方式不适用于海产品样品。美国测试材料协会标准《Standard Test Methods for Determining the Biobased Content of Solid, Liquid, and Gaseous Samples Using Radiocarbon Analysis》（ASTM D6866-2018）用于固体、液体、气溶胶等样品中碳-14 的测定，前处理方法分为氧弹燃烧法和管式氧化燃烧法，通过闪烁液吸收二氧化碳气体或将二氧化碳气体合成苯后再与闪烁液混合，用液体闪烁谱仪进行碳-14 的测量。苯合成法虽然具有较高的计数效率和较低的探测下限，但制备样品过程复杂和所需真空条件苛刻，本标准样品制备中未采用此方法。

七、标准涉及的专利及相关知识产权说明

本标准未涉及专利及相关知识产权。

八、重大意见分歧的处理经过和依据

本标准在制定过程中未出现重大分歧意见。

九、其他应予说明的事项

无