

食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范

编制说明

一、任务来源

本规范制定任务由国家市场监督管理总局于 2021 年 12 月下达全国标准物质计量技术委员会（市监计量函〔2021〕2062 号），根据全国标准物质计量技术委员会关于制定《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》的工作安排，由中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全医学所作为起草单位组织修订工作，中国计量科学研究院，中国辐射防护研究院参加规范的修订工作。

二、编写的必要性和重要性

随着国民经济的发展，食品及环境安全问题日趋成为人们关注的焦点，其中放射性指标作为食品及环境安全检测的一项重要，对其检测结果的准确性和实时性的要求亦愈来愈高。自 2011 年日本福岛核事故以来，政府和公众高度重视与关注食品及环境的放射性安全问题。检测分析的准确与可靠直接影响评估和决策的科学性与正确性。标准物质作为测量标准，在改进分析质量、提高检测水平、保证检测结果的有效性等方面具有重要意义。国内食品及环境基质放射性标准物质/参考物质的研制起步较晚，种类缺乏且核素单一，对于基质复杂的食品和环境样品，缺少研制规范。解决食品及环境基质放射性标准物质研制中存在的关键技术难点及共性问题，规范食品及环境基质放射性标准物质制备技术，对于研制拥有我国自主知识产权的放射性标准物质，打破国外技术垄断，提高低水平放射性核素的检测准确度，解决放射性检测效率刻度难、准确度低、溯源难具有重要意义。通过规范我国食品及环境基质放射性标准物质的研制，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。

美国国家标准与技术研究院（NIST）、欧盟联合研究中心（JRC）、国际原子能机构（IAEA）、英国皇家物理研究所（NPL）、日本计量科学研究院（NMIJ）等国际机构开展了放射性标准物质的研发。从 80 年代末 90 年代初开始研制食品、环境和生物基质的放射性标准物质，早期的原材料主要来自于 1986 年切尔诺贝利核事故以后采集的样品。自 90 年代末期，食品和环境样品基质放射性标准物

质更多地采取了添加人工放射性核素的技术，基质类型也越来越多样，包括基质鱼类、菜叶或植物、越橘和动物骨头基质等。

近年来，我国计量发展规划进一步提出了加强标准物质研究和研制的工作任务。包括开展基础前沿标准物质研究、扩大国家标准物质覆盖面，以填补国家标准物质体系的缺项和不足；加强标准物质定值、分离纯化、制备、保存等相关技术，提高技术指标；加快标准物质研制，提高质量和数量，满足食品安全、生物、环保等领域和新兴产业检测技术配套和支撑需求；完善标准物质质量溯源体系，保证检测、监测数据结果的溯源性、可比性和有效性。我国现有核材料分析与放射性测量的有证标准物质（CRM）共 279 种，其中主要涉及产铀矿石和岩石、核材料以及稳定同位素丰度和比值等标准物质。食品及环境基质放射性标准物质/参考物质较少，主要依靠国外进口。中国疾控中心辐射安全所研制了茶叶、奶粉和菠菜等国家放射性标准物质，但基质种类覆盖面不能满足实际应用需求。各实验室自行配置则存在研制过程不规范或无法溯源等问题。随着国家各类科技项目对标准物质研制的支持以及市场需求带动的民间标准物质研发活动的活跃，规范放射性标准物质研制，尤其是对于基质复杂且放射性水平较低的食品和环境样品，如何分类研制，天然和人工放射性核素的统筹选择等共性问题亟待规范，以指导共性标准物质的研制，满足国内放射性核素检测的需求。

目前放射性标准物质的研制主要依据 JJF 1006《一级标准物质》计量技术规范。该规范的使用范围广，适用于化学成分、物理化学特性及工程技术特性一级标准物质的研制。由于放射性标准物质具有其自身的特殊性，在使用现有的 JJF 1006 进行研制的过程中，难以解决放射性标准物质的工艺要求、均匀性检验和稳定性检验指标的有效选择、定值方法的确定、标准值数据的判定和不确定度有效评估等方面的问题。因此，根据放射性标准物质的行业特点，非常有必要制定相应的放射性标准物质研制计量技术规范。

本项目组拟制定的《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》，是指导和规范放射性标准物质研制的标准，该技术规范的制订将使放射性标准物质的研制有一个统一的、适应行业特点的、规范化的技术准则和依据，以确保标准物质的均匀性、稳定性、溯源性和定值准确性，有效提升放射性分析标准物质的研制水平。

三、编写过程

2021年12月至今，该规范在前期文献调研，形成初稿的基础上，大量听取放射领域标准物质研制专家的意见及建议，经过反复修改，最终形成现今的《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》征求意见稿。具体工作过程如下：

(1)2021年12月，开展文献调研

本项目组进行了大量的前期文献调研工作，重点研究并学习了一些相关的标准物质研制技术标准、规范和指南等，主要包括：

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

JJF 1344 气体标准物质研制（生产）通用技术要求

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

ISO 17034 标准物质研制（生产）者能力的通用要求（ISO 17034: General requirements for the competence of reference material producers）

ISO 指南 31 标准物质-证书、标签及附带文档的内容（ISO Guide 31: Reference materials —Contents of certificates, labels and accompanying documentation）

ISO 指南 30 标准物质—选定的术语及定义（ISO Guide 30,Reference materials-Selected terms and definitions）

ISO 指南 34 标准物质标准样品生产者能力认可准则（ISO Guide 34,General requirements for the competence of reference material producers）

ISO 指南 35 标准物质—定值及均匀性、稳定性评估指南（ISO Guide 35:Reference materials —Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability）

其他行业制定的相关标准物质技术规范等。

(2)2022年1月-2月，形成初稿

通过文献调研，并结合实验室标准物质研制的实际工作情况，形成了《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》的初稿。

(3)2022年3月-4月，起草组召开2次研讨会

项目承担单位和2个参加单位的研究人员及外部专家2名先后于3月14日和4月8日召开了两次线下线上相结合的研讨会，并针对会上提出的意见，进行了认真的修改，最终编写形成《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》征求意见初稿及编制说明，已反馈技术委员会。

(4)2022年4月-12月，形成规范的征求意见稿

项目承担单位的研究人员进一步汇总分析和研讨了国际上食品和环境基质放射性标准物质研制报告以及发表的相关文献，11月对照新发布的规范 JJF 1343-2022《标准物质的定值及均匀性、稳定性评估》，针对初稿修改完善，并进一步与2个参加单位的人员和放射性监测的专家征求意见，最终编写形成《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》征求意见稿及编制说明。

四、编写依据及原则

我国标准物质研制主要依据的是 JJF 1006《一级标准物质》、JJF 1005《标准物质常用术语和定义》、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》等标准，本规范在采用这些通用标准物质研制技术规范的基础上，在技术要求上与这些通用的国家标准保持了较好的一致性，同时根据目前食品及环境基质放射性标准物质研制的实际工作情况，将各项技术指标的具体要求细化。该规范的专业性和可操作性更强，以便于食品及环境基质放射性标准物质研制工作的管理和使用。

根据国家标准要求和标准物质的实际研制情况，目前标准物质的研制都有统一的规定流程和工作步骤，本规范也根据实际情况，确定了该规范的主体框架。从整体结构来看，《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》与 JJF 1006大致相同，均是按照标准物质研制的工作流程构建主体框架，但同时参照了 JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》等编写规则，增加了引言、范围、规范性引

用文件部分。除此之外，《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》中给出了对于放射性标准物质研制的总体要求(总则)以及研制报告等相关章节内容。

根据目前放射性标准物质研制的实际工作情况和行业特色,特制定适用于我国放射性标准物质研制应用的《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》。该标准根据征求的专家的意见和建议,突出重点,将放射性标准物质研制的各项工作及技术指标细化,详细的阐述工作流程和步骤,可操作性强,适用于放射性标准物质的研制,也可以为放射性质量监控样品的研制提供参考。

五、规范的主要内容与技术关键

本规范的主要内容与关键技术包括以下几部分:

1、范围

JJF 1006《一级标准物质》相比较而言,此规范的适用范围较宽,适用于化学成分、物理化学特性及工程技术特性一级标准物质的研制。而《食品及环境基质放射性标准物质研制技术规范》是行业标准,适用范围相对较窄,内容及技术指标(参数)更为具体,本规范适用于食品及环境基质放射性标准物质的研制,也可以为相应放射性质量监控样品的研制提供参考。

2、规范性引用文件

本规范引用了其他标准的相关内容,参照 JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》要求,增添了规范性引用文件部分。

3、术语和定义

添加放射性专业术语部分,解释了“活度浓度”及“衰变校正”。

4、总则

本规范总则描述了对食品及环境基质放射性标准物质研制的总体要求,明确研制工作的总体目标。并根据放射性行业的特殊性,增加食品及环境基质放射性标准物质操作原则章节,包括防护要求、操作条件、废物管理等。

5、候选物选采与制备

在候选物的选采方面, JJF 1006 中强调了候选物选择的适用性、代表性、容易复制、足够数量以及量值分布梯度等要求。本规范中在满足以上条件要求的基础上,根据食品及环境基质放射性标准物质的研制实际情况,提出了一般情况下采集自然状态的样品作为候选物。特殊情况下,也可通过混合、添加等方式制备。并对候选物的需求,数量做出了规定。

在食品及环境基质标准物质的制备方面，JJF 1006 的制备内容编写范围较宽泛，适用范围广，缺少具体制备工艺的详细介绍。由于食品及环境基质放射性标准物质类型较多，不同基体的样品有不同的制备方法，在本规范中对固体标准物质、液体标准物质的制备分别做了规范。根据专家的意见和建议，为尽量涵盖所有种类标准物质，增加其他标准物质如气溶胶滤膜等的研制，同时为使该规范的操作性更强，在附录 A 中对茶叶标准物质具体的制备工艺进行详细的论述，以便于研制者使用。

6、均匀性评估

(1) 一般要求中，基本内容与 JJF 1343 的要求相一致。

(2) 抽取单元数方面，数量的要求更为具体。除参照 JJF 1343 要求，设置总体单元数与抽取单元数的阶梯限值外，还单独对液体样品进行了数量上的要求。

(3) 在重复测量次数方面，针对特殊情况下（如 γ 能谱测量），一个标准物质单元只能取一个子样时，明确可对该子样进行多次测量。

(4) 在均匀性检验方面，与 JJF 1006 相比较，增加了“统计方法”，该部分应用 JJF 1343 相关内容。

7、稳定性评估

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。

(1) 一般要求中规定了稳定性检验之前要设计稳定性检验方案，明确具体的保存条件、检验时间点、检验方法等。要求必须开展长期稳定性检验，必要时进行短期稳定性检验工作。

(2) 在检验时间上，根据放射性特征值的稳定性以及检测流程的复杂性，相对减少稳定性评估的检测时间点。

(3) 在有效期问题上，未采用一级标准物质有效期 1 年以上的要求，而是规定在放射性核素测量结果经过衰变校正后，某一时间间隔内的测量结果在测量方法的统计涨落范围内波动。

(4) 标准物质的使用过程中的稳定性监测具有重要的意义，而且是一个长期的过程。在以往的工作中，部分研制者在标准物质发布后，会忽略后期的稳定性

监测问题，特性量值发生变化，影响标准物质的使用。因此在本规范中将稳定性监测进行了规范。

8、定值

(1)在标准物质定值中，JJF 1006 中对溯源性进行了单款简单介绍。标准物质特性量值溯源是重要的环节。本规范应用 JJF 1343 的溯源性部分。

(2)参与定值实验室的能力关乎定值数据的质量，对其能力的认定是非常重要的。由于放射性标准物质的研制大多采用多家实验室联合定值的方式，因此对其定值实验室能力认定至关重要。因此本规范设置了“合作实验室要求”章节。

(3)定值方式章节，要求总体与 JJF 1343 要求相一致。

9、不确定度评定

在 JJF 1006 不确定度计算要求的基础上，根据 JJF 1343 的具体要求，明确了不确定度由 3 部分组成，分别为：均匀性引入的不确定度，稳定性引入的不确定度以及定值过程引入的不确定度。同时在定值过程引入的 B 类不确定度中，明确需包含由核素半衰期引入的不确定度，并给出了计算公式。

10、定值结果表示

本规范与 JJF 1006 中要求一致。数值修约采用只进不舍的规则，参见 ISO / IEC 导则 98-3《测量不确定度表示指南》，JJF1059.1《测量结果不确定度评定与表示》。

11、包装与贮存

(1)食品及环境基质标准物质的包装与贮存中，对于最小包装单元的质量允许误差给出了具体的量化指标“应小于其包装量的 5%”。

(2)对于包装瓶及包装的步骤给出了具体的建议“一般情况下选用密封性好、便于使用和品质良好的玻璃瓶或中高密度的聚乙烯瓶包装，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。”在此类标准物质的贮存方面，对于有特殊贮存要求的，给出了具体的规定“例如干粉标准物质应存放于避光、凉爽和干燥环境中，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

主要依据 JJF 1218《标准物质研制报告编写规则》，主要内容基本一致，重点介绍标准物质的研制过程。该规范附录中给出了研制报告封面和目录的格式、内容要求。

13、证书

主要参考 JJF 1186《标准物质证书和标签要求》编写，内容基本一致，增加“应注明放射性核素活度浓度的参考日期”的要求。

14、附录

为使该规范的操作性更强，在附录 A 中对茶叶标准物质具体的制备工艺进行详细的论述，以便于研制者使用。

参考文献

- [1] GB 11930 操作非密封源的辐射防护规定
- [2]ISO 17034: General requirements for the competence of reference material producers
- [3]ISO Guide 31: Reference materials —Contents of certificates, labels and accompanying documentation
- [4] ISO Guide 34: General requirements for the competence of reference material producers
- [5]ISO Guide 35:Reference materials —Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability, 2017
- [6] NIST Procedure 16v500: Natural-Matrix Radionuclide Standard Reference Materials
- [7] IAEA Certified Reference Material Certificate: IAEA -464
- [8] IAEA Certified Reference Material Certificate: IAEA -437
- [9]Julian, Dean, Sean, et al. Consensus evaluation of radioactivity-in-soil reference materials in the context of an NPL Environmental Radioactivity Proficiency Test Exercise[J]. Applied Radiation & Isotopes, 2017.
- [10]Certified reference materials for radionuclides in Bikini Atoll sediment (IAEA-410) and Pacific Ocean sediment (IAEA-412)[J]. Applied radiation and isotopes: including data, instrumentation and methods for use in agriculture, industry and medicine, 2016, 109:101-104.
- [11]李红梅. 标准物质质量控制及不确定度评定[M]. 中国标准出版社, 2014.