

食品中²⁴¹Am 标准分析程序刘庆芬¹, 刘书田², 潘竞舜², 杨大亨², 诸洪达¹中图分类号: R142⁺.3 文献标识码: A 文章编号: 1004-714X(2005)04-0244-02

【摘要】目的 介绍《食品中²⁴¹Am 测定》标准分析程序实验验证依据。方法 根据标准分析流程进行全流程回收率、方法检测下限和去污试验;结果 全程回收率 $76.26 \pm 4.1\%$, 最小可探测下限为 3.4×10^{-5} Bq/g 灰, 方法对 Po 的去污系数(DF)大于 10^3 , 对 U、Th、Pu 的 DF 均大于 10^2 , 对 ²³⁷Np 的 DF 大于 60。结论 全程回收率高且稳定, 方法最小可探测下限可满足对食品中²⁴¹Am 限量监测的要求, 用²⁴³Am 标准溶液和²⁴¹Am 标准参考物质全程验证实验结果表明符合很好。

【关键词】食品检验; 放射分析; 电沉积; α 能谱

Experimental Verification for Standard Analysis Procedure of ²⁴¹Am in Food. LIU Qing-fen, LIU Shu-tian, PAN Jing-shun, et al. *Institute of Radiation Medicine, Chinese Academy of Medical Sciences & Peking Union Medical College, Tianjin 300192, China.*

【Abstract】Objective The briefly experimental verification for 《determination of ²⁴¹Am in food》has been described. Methods The overall recovery, the MDL of method and decontamination experiment has been done by standard analysis procedure. Results The overall recovery is $76.26 \pm 4.1\%$, The MDL is 3.4×10^{-5} Bq/g ash, decontamination factor is higher than 10^3 for Po, 10^2 for U, Th, Pu and 60 for ²³⁷Np. Conclusion The results showed that the overall recovery is quite high and reliable, the MDL of method is able to meet examining ²⁴¹Am limited values in foods. The obtained decontamination factors of recommended procedure can meet analysis of ²⁴¹Am in food examination. Verifying results of the procedure are satisfied by using ²⁴³Am spike and ²⁴¹Am standard reference material.

【Key words】Food Examination; Radiochemical analysis; Electrodeposition; α Spectrometer

食品放射性检验, 作为环境放射性测定方法应用一直受到人们的关注。核工业的发展及核能在全世界大规模生产和应用, 使放射性废物安全处置日渐迫切, 预计放射性废物贮存数百年后, 超铀元素将成为环境的主要危险来源^[1]。对切尔诺贝利事故后的监测调查(慕尼黑地区)表明, 事故后²⁴¹Am/^{239,240}Pu 呈上升趋势^[2], 据此预测, 生物样品中的²⁴¹Am 也会有一定程度的增高。²⁴¹Am 作为重要的超铀元素之一, 目前环境中存在量约为 32 kg(4 100T Bq)^[3]。自切尔诺贝利事故后, 食品放射性污染引起了国际社会广泛关注, 1989 年, WHO 和 FAO 下属的联合营养委员会对国际贸易食品中²⁴¹Am 的控制水平推荐值为: 奶制品及婴幼儿食品为 1 Bq kg⁻¹, 其余为 10 Bq kg⁻¹^[4]。20 世纪 90 年代初我国科学工作者对原子能院周围 12 种蔬菜和玉米中²⁴¹Am 进行了监测, 其测定结果为 0.04~0.94m Bq kg⁻¹(鲜)^[5]。

笔者介绍了受卫生部标准委员会委托所制定的《食品放射性检验—食品中²⁴¹Am 测定》的分析程序及其实验验证, 该项行业标准已通过卫生部相关机构审评、批准(SW/T 234-2002)。是实施国家标准“食品中²⁴¹Am 限量”的检测方法。

1 ²⁴¹Am 分析流程概述

食品样品中低水平²⁴¹Am 的放射分析, 一般包括三个步骤: 样品溶液制备、分离纯化和电沉积制源。锕的分离纯化涉及到三个方面的分离: ①从生物样品基质中含的常量组份 K、Na、Ca、Mg、Fe 等元素中分离 Am; ②从生物样品基质中含的微量组

份稀土及一些过渡族金属元素中分离 Am; ③放射化学分离去污: 天然放射性核素²¹⁰Pb, 天然 U, ²³³Th 的去污; 超铀元素(TPE), ^{239,240}Pu, ²³⁷Np 的去污。

从分析方法来说, 锕的分离纯化方法有沉淀和共沉淀法^[6,7]、溶剂萃取法^[8,9]、离子交换法^[10,11]和反相色谱法^[12,13]。在分析评估文献和对初选的三种不同程序预实验的基础上, 拟定了“食品中²⁴¹Am 推荐分析程序”。程序主要由食品灰样全溶解制备样品溶液、萃取纯化和醇—水体系阴离子交换树脂分离^[14]和电沉积构成。食品灰经全溶解后, 先以 PMBP(1—苯基—3 甲基—4 苯甲酰基吡啶酮—5)去除 Fe 等杂质, 再用 HDEHP-P₂O₅(二(2—乙基己基磷酸酯)在 4M HNO₃ 体系中萃取 Am, 经碳酸铵反萃^[15], 将含 Am 组分经 HNO₃、H₂O₂ 消解后, 在醇—酸体系过阴离子交换柱进一步纯化, 去除稀土、Ra、U、Np、Po 等干扰核素, 最后在(NH₄)₂C₂O₄-H₂SO₄-HCl 体系中电沉积制源, α 谱仪测量。

2 食品灰制备

按 GB-14883.1 食品卫生放射性检验总则部分的相关规定, 进行采样和样品前处理。

对食品原样, 按我国大多数居民的实用习惯采取可食部分用作分析样品。鲜样洗净切碎匀浆后, 炭化至无烟为止。炭化后置于 450℃马福炉中灰化, 直到灰分呈白色或灰白色疏松颗粒或粉末为止。整个灰化过程所有器皿保持洁净, 严格防治样品的放射性污染。

灰化后样品置于干燥器内冷却后称重, 计算灰鲜比。研细后过 80 目筛, 置于干燥器内备用。本次验证实验选用豆类、薯类和谷类的混合灰样。

3 结论

本案提示, 由于立法的变化及法律间存在着冲突, 卫生行政机关在行使放射管理职权时, 必须熟悉所有相关法律, 按照法律层级选择适用, 而不应仅限于适用部门法; 行政法规作为国家立法, 效力当然优于中编办非规范性文件, 卫生行政机关只能依据立法履行职责。此外, 建议立法机关就全部放射立法进行梳理, 修改矛盾之处, 形成内容协调的法律体系, 利于法律实施。

(收稿日期: 2005-04-11)

作者单位: 1 中国医学科学院放射医学研究所, 天津 300192;

2 中国原子能科学研究院 北京 102413

作者简介: 刘庆芬(1965~), 女, 天津人, 副主任技师, 从事放射卫生及放射分析工作。

及卫生行政规章, 给予 2 万元以下罚款, 但依据环境行政法律《放射性污染防治法》第五十五条, 违反本法规定, 有下列行为之一的, 由县级以上人民政府环境保护行政主管部门或者其他有关部门依据职权责令限期改正; 逾期不改正的, 责令停产停业, 并处二万元以上十万元以下罚款; 构成犯罪的, 依法追究刑事责任: (一)不按照规定设置放射性标识、标志、中文警示说明的……而此案中被处罚方就设置警示标志未问题已经改正, 且该法效力高于《放射性同位素与射线装置放射防护条例》, 故应适用该法, 不予处罚。

3 验证实验结果和讨论

3.1 全程回收率实验 准确称取 5.00 g 混合食品灰样, 加入已知量的标准²⁴¹Am 示踪剂, 按推荐分析程序操作, 用大面积屏栅电离室(300 cm²)α 能谱仪较长时间(数小时)测定加入示踪剂量及电沉积源的回收量, (测量探测下限 10-4Bq), 计算全程回收率 结果见表 1 所示。从表 1 可见 平均回收率较高, 且稳定。

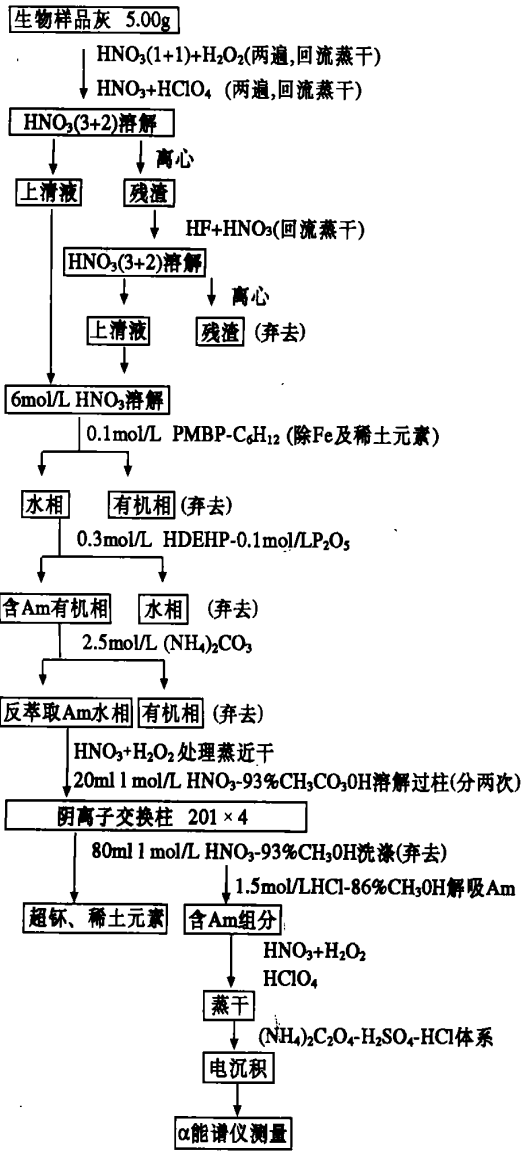


图 1 推荐标准程序流程图

表 1 食品灰中²⁴¹Am 全程回收率

编号	加入量(Bq)	回收量(Bq)	回收率(%)
1	0.219	0.180±0.004	82.19
2	0.219	0.163±0.003	74.43
3	0.219	0.160±0.003	73.06
4	0.219	0.165±0.003	75.35
平均回收率±SD		76.26±4.10	

3.2 用²⁴³Am 和²⁴¹Am 做回收率示踪剂的一致性检验 鉴于环境中²⁴¹Am 的本底有升高趋势, 为避免分析操作中来自环境中²⁴¹Am 本底的贡献, 最好采用²⁴³Am 做收率示踪剂。为此, 我们采用英国进口²⁴³Am 标准溶液作为收率示踪剂进行全流程实验, 并与²⁴¹Am 的结果进行比较。准确称取 5.00 g 混和食品灰样, 加入已知量的²⁴³Am 收率示踪剂, 按推荐分析程序操作, 用大面积屏栅电离室α 能谱仪 24 h 测定电沉积源, 计算²⁴³Am 绝对量, 结果列于表 2。

表 2 ²⁴³Am 作示踪剂的全程回收率

编号	²⁴³ Am 加入量(Bq)	²⁴³ Am 回收量(Bq)	回收率(%)
101	0.30	0.20	73.0
102	0.30	0.22	73.3

平均回收率±SD 73.15±0.21

由实验结果可见, ²⁴³Am 平均收率(73.15±0.21)%, 相对于²⁴¹Am 平均回收率(76.26±4.1)%, 在实验操作误差范围内相一致。

3.3 试剂空白实验和方法检测下限估算 准确称取 5.00 g 混合食品灰样, 不加放射性示踪剂, 按推荐程序操作。用低本底α 计数器长时间测定(12~24 h), 测量结果表明: 试剂空白在仪器本底涨落范围内。

采用大面积屏栅电离室α 能谱仪在²⁴¹Am 道址连续测量 24 h, 本底涨落结果见表 3。

表 3 α 能谱仪²⁴¹Am 道址区本底水平

编号	计数率(s ⁻¹)
2-1	3.7×10 ⁻⁴
2-2	4.7×10 ⁻⁴
2-3	3.6×10 ⁻⁴
2-4	4.3×10 ⁻⁴
2-5	4.6×10 ⁻⁴
2-6	4.0×10 ⁻⁴
平均值±SD (41.5±4.57)×10 ⁻⁵	

按本底涨落的 3 倍, 分析食品灰样 5.00 g 时, 采用该α 能谱仪估算的分析方法的检测下限为: 3.4×10⁻⁵ Bq/g 灰。完全可满足²⁴¹Am 限量标准所提出检测下限的要求^[6]。

3.4 去污实验 在α 能谱上测量²⁴¹Am 特征能区(Eα 5.48 MeV)时, 可能产生干扰的α 核素主要是²²⁸Th(Eα 5.40 MeV)和²³⁸Pu(Eα 5.49 MeV), ²²⁸Th 属天然钍系核素, ²³⁸Pu 是人工放射性核素。为了考验方法对一般α 核素的去污, 我们检验了对某些常见α 核素的去污, 包括: 天然 U, ²³²Th, ²¹⁰Po, ²³⁸Pu 和²³⁷Np。称取 5.00 g 混合样品灰, 准确加入一定量的干扰核素(A₀), 按标准推荐程序操作, 用大面积屏栅电离室测定电沉积源(A), 计算去污系数, 实验结果见表 4 所示。

表 4 去污系数实验结果

编号	核素	A ₀ (Bq)	A(Bq)	DF
D-102	²¹⁰ Po	23.67	0.013	1.8×10 ³
D-103	²¹⁰ Po	23.67	0.016	1.5×10 ³
D-10	天然 U	21.0	0.029	7.2×10 ²
D-11	天然 U	21.0	0.034	6.2×10 ²
D-12	²³⁸ Pu	5.36×10 ²	0.96	5.6×10 ²
D-15	²³⁸ Pu	5.36×10 ²	1.10	5.4×10 ²
D-16	²³⁷ Np	3.09×10 ²	10.0	61.8
D-18	²³⁷ Np	3.09×10 ²	8.20	75.5
D-20	²³² Th	30.14	0.09	3.4×10 ²
D-23	²³² Th	30.14	0.13	2.3×10 ²

从表列结果可见, 除 Np 的 DF 在 100 以下外, 其余核素 DF 均大于 10², 且²³⁷Np(Eα 5.48 MeV)能谱与²⁴¹Am 能谱可分开, 不影响²⁴¹Am 测量, 而对与²⁴¹Am 能量接近的 Pu 和 Th 的去污效果满足测量要求。

3.5 用标准参考物质检验分析方法 ²⁴¹Am 标准参考物质采用国家计量科学研究院研制的内控 SRM, (CaSO₄ 基质), 与 5.00 g 混合灰样充分混匀, 按推荐的分析程序操作, 用屏栅电离室α 能谱仪测定电沉积源, 结果见表 5。由表 5 结果可见, 分析方法测定标准物质的结果在±1.6% 范围内相一致。

表 5 ²⁴¹Am 标准参考物质的分析结果

编号	SRM 加入量(g)	测量值(Bq)	经收率校正后值(Bq)	标称值(Bq)	误差(%)
105	0.5000	4.79	6.28	6.30	-0.32
106	0.5000	4.88	6.40	6.30	+1.6

大鼠气管-支气管上皮细胞的分离、鉴定和培养

崔凤梅, 苏世标, 聂继华, 李冰燕, 童建*

中图分类号: R967 文献标识码: A 文章编号: 1004-714X(2005)04-0246-02

【摘要】目的 探讨大鼠气管-支气管上皮细胞的分离、鉴定和培养的方法。方法 采用链酶蛋白酶消化联合细胞刷刷洗气管-支气管分离上皮细胞, 激光共聚焦显微镜下鉴定, 于无血清完全 F12 培养基中培养。结果 实验中可得到大约 10^6 个细胞/鼠, 并且有较高的成活率和细胞纯度, 在无血清完全 F12 培养基中细胞生长良好。结论 消化后刷洗法是一种实用的大鼠气管-支气管上皮细胞提取方法, 无血清完全 F12 培养基是一种可行的培养体系。

【关键词】气管-支气管上皮细胞; 分离; 鉴定; 培养

A Method for Isolating, Identifying and Culturing of Rat Trachea-bronchia Epithelial Cells. CUI Feng-mei, SU Shi-biao, NIE Ji-hua, et al. *School of Radiation Medicine and Public Health, Soochow University, Suzhou 215007, China.*

【Abstract】Objective To explore a method for isolating, identifying and culturing the rat trachea-bronchia epithelial cells. Methods The rat trachea-bronchia epithelial cells were isolated by digestion with pronase and brushing with cell brush, identified using confocal and cultured in entire F12 media with no serum. Results With this method, cells in high purity and high viability could be obtained, and about 10^6 cells per rat. The cells grow well in entire F12 media with no serum. Conclusion The method is useful for isolating rat trachea-bronchia epithelial cells and the entire F12 media with no serum is effective for culturing.

【Key words】Trachea-bronchia Epithelial Cell; Isolate; Identify; Culture

80%~90%的人类癌症起自上皮组织, 因此以上皮细胞为靶细胞来研究致癌机理具有重要的理论及实际意义。大鼠气管-支气管上皮细胞是研究氡及其子体致肺癌机理及放射毒理学的良好模型, 上皮细胞的分离和培养是进行后续研究的关键。获得大鼠气管-支气管上皮细胞的常用方法是链酶蛋白酶消化法^[1], 但该法在细胞收获量、纯度和成活率等方面尚存在不足。本研究联合应用链酶蛋白酶消化加细胞刷刷洗法提取大鼠气管-支气管上皮细胞, 以获得适用于后续研究的细胞数量和质量, 以得到可以更好支持上皮细胞较长时间增殖的改良

培养体系。

1 材料和方法

1.1 试剂和仪器 链酶蛋白酶、牛垂体提取物、牛血清白蛋白、磷酸乙醇胺、胰岛素、转铁蛋白、氢化可的松均为 Sigma 产品, 丙酮酸钠由苏州大学设备处领取。Pan cytokeratin, Goat anti mouse IgG-FITC, DAPI 由博士德有限公司购入。Han's F12 培养基 Gibco 产品。细胞刷由李冰燕老师赠送。培养皿为 Corning 产品。倒置显微镜是 Olympus 产品。激光共聚焦显微镜为 Leica TCS SPZ CLSM。

1.2 气管-支气管无血清完全 F12 培养基的制备 气管-支气管无血清完全 F12 培养基是由 Han's F12 培养基补以 $5 \mu\text{g/ml}$ 牛垂体提取物, 3 mg/ml 牛血清白蛋白, $5 \mu\text{g/ml}$ 上皮生长因子,

作者单位: 苏州大学放射医学与公共卫生学院, 江苏 苏州 215007

*导师

作者简介: 崔凤梅(1975~), 女, 河南南阳人, 医学博士在读, 讲师, 主要从事放射毒理学研究。

4 结论

(1)在文献评估和过去方法研究基础上, 开展了总体方案预先实验研究, 补充了某些重要的条件实验研究, 选择设计了“食品中 ^{241}Am 分析程序”。标准分析程序总体合理, 操作简便, 便于标准使用的省级研究单位推广使用。

(2)标准分析程序实验验证结果表明, 全程回收率较高, 且较稳定, 其最小可探测下限满足对食品中 ^{241}Am 限量监测的要求。

(3)程序的去污系数实验表明, 方法对 Po 的 DF 大于 10^3 , 对 U 、 Th 、 Pu 等 α 核素的 DF 均大于 10^2 , 对 ^{237}Np 的 DF 较低, 但也可满足食品检验要求。

参考文献:

- [1] 饶林峰. 钢系元素环境化学[J]. 核化学与放射化学, 1986, 8(3): 188.
- [2] Bunzl K. Simultaneous determination of ^{238}Pu , $^{239+240}\text{Pu}$, ^{241}Am , ^{242}Cm , ^{88}Sr , and ^{90}Sr in vegetation samples, and application to chernobyl-fallout contaminated grass[J]. JRNC, 1990, 138 (1): 83-91.
- [3] 沙连茂. 环境中的超铀元素及其放射化学分析的进展[J]. 辐射防护, 1998, 18(3): 205.
- [4] WHO/FAO, Codes Alimentarius Commission adopts guidelines [R]. IAEA Bulletin, 1989, 31(3): 60.
- [5] 李云龙. 原子能院周围环境土壤和生物样品中 ^{241}Am 含量的调查研究[J]. 同位素, 1994, 7(2): 86.

- [6] 刘书田. 环境样品 α 核素的同时测定[J]. 核技术, 1980, 4: 1.
- [7] 刘书田, 等. 环境水中 U , Np , Pu , Am , Cm 的共浓缩研究[J]. 辐射防护, 1982, 2(5): 30.
- [8] 日本科技厅. P 、 M 、 I 、 M 分析法[M]. 成平二年.
- [9] V. N. K osyakov. Separation of transplutonium and rare-earth elements by extractin with HDEHP from DTPA solutions[J]. Radioanal. Chem, 1978, 43: 37.
- [10] A. Yamato. An anion exchange method for the determination of ^{241}Am and plutonium in environmental and biological samples[J]. Radioanal Chem, 1982, 75 (1-2): 265-273.
- [11] S. hisamatsu, Y. Takizawa et al. Fallout ^{241}Am concentration in food and Ruman tissue. [J]. JRNC, 1990, 138 (2): 303-319.
- [12] Site A. D. Nomal levels of trace elements in human blood plasma or serum[J]. Anal Chim Acta, 1980, 117: 217.
- [13] G. GIA, C. Testa, et al. Simultaneous determination of plutonium and americium in soils by extraction chromatography[J]. JRNC, 1989, 133 (2): 227-236.
- [14] V. A. Glebov. Quantum-chemical investigation of the nature of interatomic bonding in molybdenum and uranium clusters [J]. JRNC, 1990, 143 (2): 143-148.
- [15] 李云龙. 土壤中镅的测定[J]. 原子能科学技术, 1986, 20 (2): 243.
- [16] 诸洪达, 刘书田, 刘庆芬.《食品中 ^{241}Am 限量标准》制定依据介绍[J]. 中国辐射卫生, 2002, 11(4): 202-204.

收稿日期: 2005-04-15)