



中华人民共和国国家标准

GB 8921—2011
代替 GB 8921—1988

磷肥及其复合肥中²²⁶Ra 限量卫生标准

Limit standards for ²²⁶Ra in phosphate
fertilizer and its compound fertilizer

2011-12-30 发布

2012-05-01 实施



中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第4章、5.1,第6章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB 8921—1988《磷肥放射性镭-226 限量卫生标准》,与 GB 8921—1988 相比,本标准主要修改如下:

——标准适用范围由磷肥扩展为磷肥及其复合肥料;

——本次修订保留了 GB 8921—1988 对磷肥中²²⁶Ra的限值要求,删去了对磷矿石的要求;

——用附录的形式给出采集样品和制备样品的方法,并增加 γ 能谱分析²²⁶Ra的方法。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位:吉林省卫生厅卫生监督所。

本标准主要起草人:闫闯、孙武长、李涛、石岩、安福才、朴永德、王可心。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 8921—1988。

磷肥及其复合肥中²²⁶Ra 限量卫生标准

1 范围

本标准规定了磷肥及其复合肥(以下合称含磷肥料)中²²⁶Ra的限量卫生指标及其相应的采样、检验要求及其结果判定。

本标准适用于农业(包括蔬菜、果树等食用作物)用含磷肥料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 11713 用半导体 γ 谱仪分析低比活度 γ 放射性样品的标准方法

GB 11743 土壤中放射性核素的 γ 能谱分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

磷肥 phosphate fertilizer

主要营养元素仅是磷元素的化学肥料。

3.2

含磷复合肥料 compound phosphorus fertilizer

同时含磷及其他主要营养元素(如氮、钾)的化学肥料。

4 含磷肥料中²²⁶Ra限量

含磷肥料中²²⁶Ra的含量不得高于 $500\text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

5 检验要求

5.1 由生产厂家质量检验部门每年进行一次样品采集,当改变生产工艺流程或原料及其配比时应采集样品,送具有相应资质的检测机构检验。

5.2 含磷肥料的样品采集和制备可按照附录A的方法进行。

5.3 含磷肥料中²²⁶Ra含量的测定及其仲裁,可按照附录B中的闪烁射气法进行。

5.4 含磷肥料中²²⁶Ra含量的测定也可按照GB 11713和GB 11743中的 γ 能谱法进行。

6 结果判定

当含磷肥料中²²⁶Ra的检验结果低于 $500\text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ 时,即认为含磷肥料符合标准要求。²²⁶Ra的检验结果超过 $500\text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ 时,应重新采集样品复检,复检结果仍超过 $500\text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ 时,则判定不符合标准要求。

附 录 A
(规范性附录)
样品的采集和制备

A.1 样品的采集

过磷酸钙的生产工艺大体是一致的,产品含磷量不同,往往是含磷量高的,其放射性核素含量也高。磷肥厂一般是搭配使用不同产地的磷矿石,采样时要分别采集以不同产地的磷矿石为原料的化肥成品。

A.2 袋装含磷肥料的取样要求

袋装含磷肥料取样,总袋数不超过 500 袋的,按表 A.1 规定随机取样。袋装含磷肥料置于平放位置,从最长对角线插入取样针至袋的三分之一深处,取出不少于 0.1 kg 的样品。所取总量不少于 6 kg (考虑 γ 谱仪分析用量)。

超过 500 袋以上按式(A.1)计算:

$$\text{袋装含磷肥料取样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{n} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

n —— 每批含磷肥料总袋数。

表 A.1 袋装含磷肥料取样袋数

总袋数	取 样 袋 数	总袋数	取 样 袋 数
1~10	全部袋数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~500	24
152~181	17	—	—

A.3 堆放含磷肥料的取样要求

堆放含磷肥料应在堆的斜面上,自离底部约 0.3 m 开始至高度可达到的部位,划出若干水平线,在各线相隔一定距离按图 A.1 拟定取样点。还应在含磷肥料堆的另一侧同样设置取样点。

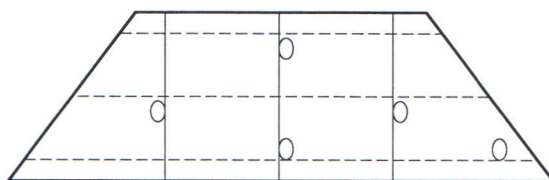


图 A.1 堆放含磷肥料取样点布局

小于 50 t 的堆拟定 10 个点, 50 t~200 t 的堆拟定 10~20 个点, 200 t 以上的堆拟定 30 个点。用取样针或取样铲等取样工具, 在取样点离表面 0.2 m 深处选取样品, 每个取样点所取样品量不少于 0.1 kg, 所取样品量应不少于 6 kg。

A.4 试样制备

将所选取的样品充分混匀, 然后平均分成两份, 每份 3 kg, 分装在一个干净的塑料袋内, 在采样单上注明生产厂名称、产品名称、批号、取样日期和取样人姓名等装入样品袋内, 一袋送检, 一袋保存备用。取足量样品称其鲜重, 110 °C 烘干, 冷却研细到 150 μm~250 μm 备用。



附录 B
(规范性附录)

^{226}Ra 测定方法——闪烁射气法

B.1 方法提要

试样经碱熔融或酸浸、水浸取、过滤、沉淀用盐酸溶解，制成透明镭溶液，封闭两周，将累积的 ^{222}Rn 全部转入闪烁室，测定 α 计数，计算出 ^{226}Ra 的含量。

B.2 试剂

- B.2.1 无水碳酸钠，分析纯。
- B.2.2 过氧化钠，分析纯。
- B.2.3 硝酸钡 0.2 mol/L，分析纯。
- B.2.4 盐酸 3 mol/L，分析纯。
- B.2.5 柠檬酸，分析纯。
- B.2.6 ^{226}Ra 标准溶液(0.04 Bq/L~0.4 Bq/L)。

B.3 仪器和设备

- B.3.1 自动定标器。
- B.3.2 室内氦、钍分析器。
- B.3.3 球型闪烁室(500 mL)。
- B.3.4 镍坩埚(50 mL)。
- B.3.5 扩散器(100 mL)。
- B.3.6 真空泵(30 L/min)。
- B.3.7 盒式压力计。

B.4 试验步骤

B.4.1 熔样

精确称取试样 1.00 g 于镍坩埚内，加入 2 g~4 g 无水碳酸钠、6 g 过氧化钠，搅拌均匀后，再均匀覆盖一层约 3 g 的过氧化钠。将坩埚放入 650 °C~700 °C 的马福炉内，熔融 7 min~8 min，当熔融物呈红色流体时取出，稍冷。

B.4.2 提取

将坩埚外壁放在冷水中“脱壳”，然后放入 500 mL 烧杯中，用 200 mL 热蒸馏水提取，待剧烈反应停止后，用少量稀盐酸清洗坩埚，再用蒸馏水将坩埚和表面皿冲洗干净，加入 3 mL 0.2 mol 硝酸钡溶液，加热近沸，取下。

B.4.3 分离

将上述溶液过滤于定性滤纸上,用 0.1 mol 碳酸钠溶液洗涤沉淀 3 次,用蒸馏水洗涤一次,弃去滤液。

B.4.4 溶解和封样

沉淀物用 3 mol 盐酸和少量柠檬酸的混合液溶解于 50 mL 烧杯中,将溶液转入 100 mL 扩散器中,用热蒸馏水洗涤滤纸至无黄色,将洗液合并于扩散器内。溶液总量控制在 35 mL 左右,用真空泵排气 5 min 后,封闭一周,记下封闭时间。

B.4.5 送气

将已抽成真空并测出本底的闪烁室、干燥管、装有试样溶液的扩散器、活性炭管以及鼓泡管按附图所示连接起来。送气时先打开闪烁室、扩散器的开头,再缓慢打开活性炭管的玻璃开头,控制气流速度约为 120 个气泡/min,10 min 后可加快送气速度,送气时间控制在 15 min 左右。

B.4.6 测量

送气结束后,闪烁室放置 3 h,在已选择好的工作条件下测量三次,每次测量 10 min。

B.4.7 排气

测量结束后,马上用真空泵排除闪烁室内氦气及其子体并用氮气冲洗,使闪烁室恢复至正常本底。

B.4.8 K 值标定

测样以装有 ^{226}Ra 标准溶液的扩散器代替装有样品溶液的扩散器,按 B.4.5~B.4.7 的步骤操作。

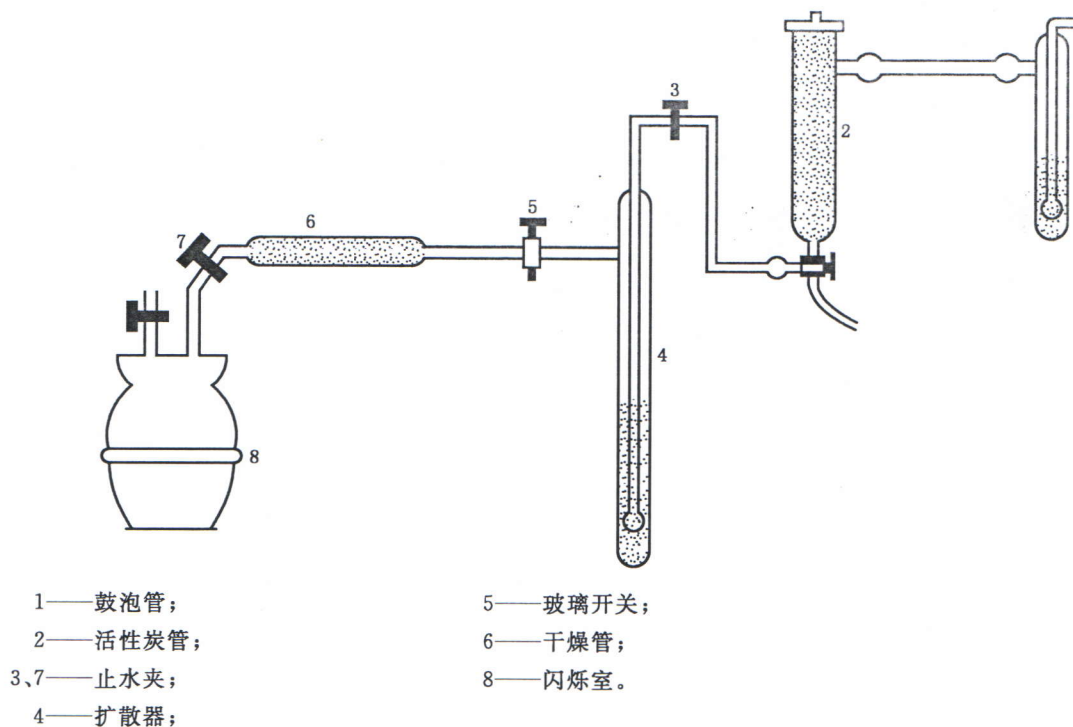


图 B.1 送气系统联结图

B.5 计算

B.5.1 K 值计算 闪烁室的 K 值(Bq/cpm)按式(B.1)计算:

$$K = \frac{A_{\text{Ra标}}(1 - e^{-\lambda t})}{I_{\text{标}}} \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

式中:

K 值——闪烁室换算系数,为仪器响应 1 计数/min 相当的²²⁶Ra 贝可数,单位为贝可分钟每计数(Bq·min/计数);

$A_{\text{Ra标}}$ ——扩散器中²²⁶Ra 标准溶液的活性,单位为贝可(Bq);

λ ——氡的衰变常数,单位为每天(d⁻¹);

t ——氡的累积时间,单位为天(d);

$I_{\text{标}}$ ——测得的²²⁶Ra 标准溶液的净计数率,单位为计数每分钟(计数/min)。

B.5.2 试样²²⁶Ra 含量的计算

试样²²⁶Ra 含量 c_{Ra} (Bq·kg⁻¹)按式(B.2)计算:

$$c_{\text{Ra}} = \frac{K \cdot I}{m(1 - e^{-\lambda t})} \dots\dots\dots(\text{B.2})$$

式中:

c_{Ra} ——试样中²²⁶Ra 含量,单位为贝可每千克(Bq·kg⁻¹);

K ——闪烁室换算系数,为仪器响应 1 计数/min 相当的²²⁶Ra 贝可数,单位为贝可分钟每计数(Bq·min/计数);

I ——被测试样的净计数率,单位为计数每分钟(计数/min);

m ——被测试样的重量,单位为千克(kg);

λ ——氡的衰变常数,单位为每天(d⁻¹);

t ——氡的累积时间,单位为天(d)。

B.6 精确度

两次平行测定结果之差,应不大于 20%。