



中华人民共和国国家标准

GB/T 35957—2018

化妆品中禁用物质铯-137、铯-134 的测定 γ 能谱法

Determination of prohibited substances cesium-137, cesium-134 in cosmetics—
Gamma spectrometry

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由中国轻工业联合会提出。
本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。
本标准起草单位:上海出入境检验检疫局、上海市质量监督检验技术研究院。
本标准主要起草人:杨振宇、张辉、倪昕路、李颀、陈章庭、石玲玲、印杰、褚佳玥。



引 言

本标准的被测物质是我国《化妆品安全技术规范(2015 年版)》规定的禁用物质。

禁用物质是指不能作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中的物质。《化妆品安全技术规范(2015 年版)》规定:若技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时,应进行安全性风险评估,确保在正常、合理及可预见的使用条件下不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定这些物质的限量值,本标准的制定,仅为测定化妆品中这些物质提供检测方法。

化妆品中禁用物质铯-137、铯-134 的测定

γ 能谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中禁用物质放射性核素铯-137、铯-134 含量的 γ 能谱测定方法的试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算、回收率与精密度、允许差等内容。

本标准适用于粉状、膏霜、乳液、液体类化妆品中铯-137、铯-134 的测定。

本标准铯-137、铯-134 的探测下限为 10 Bq/kg。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品直接定量装入一定形状和体积的样品盒内，在 γ 能谱仪上测量铯-137、铯-134 的 γ 射线特征峰强度，并与标准品比对以测定铯-137、铯-134 放射性比活度。

4 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的实验室三级水。

4.1 2%硝酸。

4.2 标准样品：铯-137、铯-134 标准溶液，比活度约 500 Bq/g 或 500 Bq/mL 左右，有权威部门的赋值证书，其中包括比活度值、不确定度、有效期和定值日期。

4.3 铯-137、铯-134 标准储备溶液：准确称取或吸取一定量的铯-137、铯-134 标准品(4.2)，分别加入体积合适的容量瓶，用 2%硝酸定容。此标准储备溶液中铯-137、铯-134 的比活度约为 200 Bq/mL。该储备液在室温条件下至少可保存一个月。

5 仪器和设备

5.1 γ 能谱仪

该仪器应满足以下要求。同轴高纯锗探测器：对钴-60 的 1 332.5 keV γ 射线全能峰的能量分辨率小于 3 keV，相对效率高于 15%。屏蔽体：主屏蔽体为等效铅当量不小于 10 cm，内衬原子序数由外而内逐渐递减的多层材料重金属屏蔽体。 γ 能谱仪积分本底应小于 2.5 计数/s(50 keV~2 500 keV)。多道分析器在 1 024 道以上。并有配套的可密封塑料样品测量盒，一般样品盒的尺寸为 75 mm(直径)×75 mm(高度)，可以使用其他测量盒。

5.2 分析天平

感量为 1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样制备

直接称取约(50±1)g 样品(精确至 0.01 g)到样品测量盒内,轻轻晃动测量盒使样品均匀充满测量盒底部。加盖密封后待测。

6.2 测定

6.2.1 仪器准备

γ 能谱仪应先经过能量刻度,铯-137 的特征能量峰(能量 661.6 keV)、铯-134 的特征能量峰(604.7 keV) 大约在整个能谱测量范围的 1/4 处。检测前,仪器应加高压完毕,并且预热至稳定状态。

6.2.2 标准溶液的测量

分别吸取一定量(各约 5 Bq)的铯-137、铯-134 标准储备液,加入已称量的样品测量盒中,并加入水使溶液的量 为 50 g(精确至 0.1 g),加盖密封混匀。该样品盒中的铯-137、铯-134 的活度应按吸取量计算得到,并应按定值日期和使用日期进行放射性衰变校正。

将样品盒放置在 γ 能谱仪探测器上测量,放置位置应让探测器和样品盒的中轴线在一直线上。测量活时间可根据仪器效率自行设定,但应保证特征能量峰的峰面积计数不小于 1 000。测量结束后,记录测量活时间、铯-137 的特征能量峰(能量 661.6 keV)和铯-134 的特征能量峰(604.7 keV)的峰面积净计数。铯-137、铯-134 标准溶液的 γ 能谱图参见附录 A 中的图 A.1。

6.2.3 样品的测量

将样品的测量盒放置在 γ 能谱仪探测器上测量,其位置应与标准溶液测量时的位置保持一致。测量活时间一般在 10 000 s 左右。测量活时间在保证定量检出限的前提下,可根据探测器效率和样品中放射性核素含量进行调整。测量结束后,记录测量活时间、铯-137 的特征能量峰(能量 661.6 keV)和铯-134 的特征能量峰(604.7 keV)的峰面积净计数。

6.3 空白试验

空白试验系指用 50 g 水作为试样,按上述测定条件和步骤进行的试验。

7 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留 2 位有效数字。

$$X = \frac{A_1 \times \left(\frac{n_2}{t_2} - \frac{n_0}{t_0} \right)}{\frac{m}{1\,000} \times \left(\frac{n_1}{t_1} - \frac{n_0}{t_0} \right)}$$

.....(1)

式中:

X ——样品中铯-137、铯-134 的比活度量,单位为贝可每千克(Bq/kg);



- A_1 ——标准溶液中铯-137、铯-134 的活度标准值,单位为贝可(Bq);
- n_2 ——样品中铯-137、铯-134 的净计数,单位为个(counts);
- n_0 ——空白样中铯-137、铯-134 的净计数,单位为个(counts);
- t_2 ——样品的测量活时间,单位为秒(s);
- t_0 ——空白样的测量活时间,单位为秒(s);
- m ——样品测试样质量,单位为克(g);
- n_1 ——标准溶液中铯-137、铯-134 的净计数,单位为个(counts);
- t_1 ——标准溶液的测量活时间,单位为秒(s);
- 1 000——换算系数(由 g 换算成 kg 的换算因子)。

8 回收率与精密度

按本测定方法所确定的试验条件,在添加浓度 10 Bq/kg ~ 50 Bq/kg 范围内,回收率在 80% ~ 120%之间,相对标准偏差小于 10.0%。

9 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。



附 录 A
(资料性附录)

铯-137、铯-134 标准溶液的 γ 能谱图

铯-137、铯-134 标准溶液的 γ 能谱图参见图 A.1, 铯-137 标准含量为 5 Bq、铯-134 标准含量为 5 Bq。

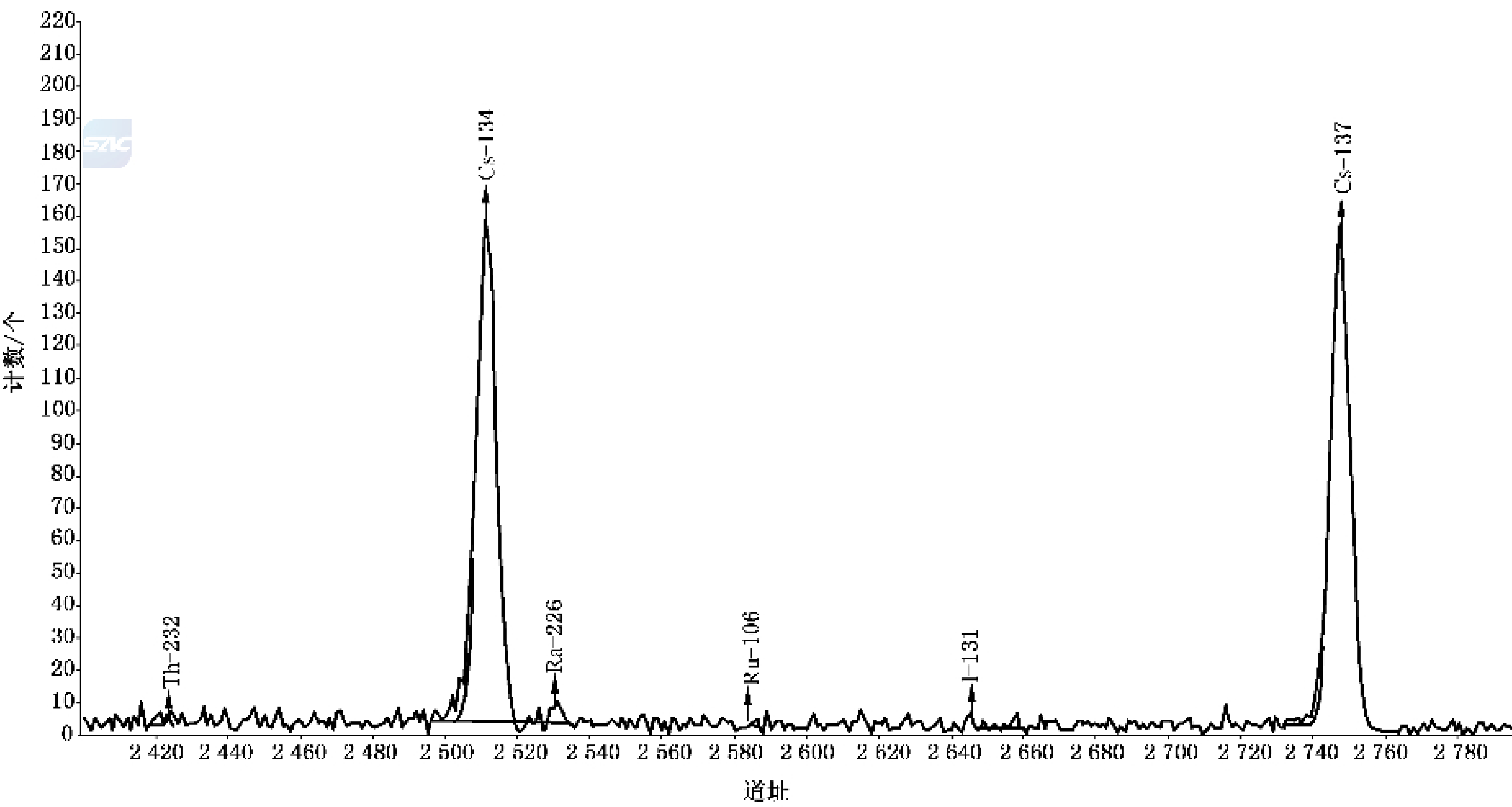


图 A.1 铯-137、铯-134 标准溶液的 γ 能谱图