

## 食品中氚之檢驗方法

### Method of Test of Tritium in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於水產品中氚放射性比活度之檢驗。
2. 檢測方法：檢體經前處理後，於氚水分離裝置及高溫燃燒裝置分別分離出組織自由水氚及有機鍵結氚，再經蒸餾純化後，以液態閃爍計數器(liquid scintillation counter, LSC)分析之方法。
  - 2.1. 裝置：
    - 2.1.1. 氚水分離裝置：
      - 2.1.1.1. 冷凍乾燥機(Freeze dryer)：UTEK BT-55-M&Edwards RV12，或同級品。
    - 2.1.2. 高溫燃燒裝置：
      - 2.1.2.1. 管型高溫爐(Combustion furnace)：RADDEC Pyrolyser-6 Trio Gen III，或同級品，含冷凝裝置。
    - 2.1.3. 液態閃爍計數器(LSC)：PerkinElmer Tri-Carb Liquid Scintillation Counter，或同級品。
    - 2.1.4. 分光光度計(Spectrophotometer)：VARIAN CARY 4000，或同級品。
    - 2.1.5. 電導度測定儀(Conductivity/resistivity meter)：SUNTEX SC-2300，或同級品。
    - 2.1.6. 迴流裝置(Reflux unit)：含加熱包。
    - 2.1.7. 蒸餾裝置(Distillation unit)：含加熱包。
    - 2.1.8. 烘箱(Oven)：具自動控溫裝置。
    - 2.1.9. 攪拌均質機(Blender)。
    - 2.1.10. 乾燥器(Desiccator)：內含乾燥劑。
  - 2.2. 試藥：過錳酸鉀(potassium permanganate)、過氧化鈉(sodium peroxide)及硝基甲烷(nitromethane)<sup>(註)</sup>均採用分析級；氚檢驗用閃爍液(Ultima Gold LLT，或同級品)；沸石、鉑-氧化鋁(Pt-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)及石英棉均採用試藥級；pH試紙(pH 1-14)；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；空氣及氧氣，純度99.8%以上；氚標準射源水溶液(須追溯至國家/國際標準)。

註：硝基甲烷為消光曲線製作時採用之消光劑，可依所使用之液態閃爍計數器選擇其他消光劑如水、四氯

化碳、丙酮及氯仿等。

### 2.3. 器具及材料：

2.3.1. 燒瓶：50~500 mL，玻璃材質。

2.3.2. 冷凝管。

2.3.3. 加熱包：具控溫裝置。

2.3.4. 檢體盛裝容器：115 mL，PP、玻璃或陶瓷材質容器，附蓋。

2.3.5. 石英管：內管長88 cm × 內徑2.6 cm；外管長100 cm × 內徑3.2 cm。

2.3.6. 計測瓶：20 mL，PE或玻璃(低鉀)材質，附蓋。

### 2.4. 標準溶液之配製：

取適量氚標準射源水溶液，精確稱定，以去離子水稀釋至300~400 Bq/mL。

### 2.5. 消光曲線(Quench curve)之製作<sup>(註)</sup>

取10個計測瓶，分別加入硝基甲烷0、2、5、10、15、20、30、50、75及100  $\mu$ L，再加入氚標準溶液0.5 mL及去離子水，使體積為10 mL。另取1個計測瓶，加入去離子水10 mL，作為空白試驗。將上述計測瓶，分別加入氚檢驗用閃爍液10 mL，搖晃混勻後，於暗處靜置過夜或12小時以上，放入液態閃爍計數器中進行100分鐘計測，製作氚核種之消光曲線。

註：消光曲線之製作可依所使用之液態閃爍計數器選擇適合之消光劑及配製方式。

### 2.6. 第一階段篩檢：

#### 2.6.1. 組織自由水氚(Tissue free water tritium, TFWT)之測定：

將檢體可食用部位細切成小塊後，取約至少0.7 kg，置於預經乾燥恆重之檢體盛裝容器( $m_0$ )中，精確稱定( $m_1$ )，經冷凍後，置於氚水分離裝置中，經分離取得檢體中之組織自由水。稱取組織自由水至少50 g，加入過錳酸鉀0.5 g及過氧化鈉0.1 g，使其溶解，加入少量沸石後，置於蒸餾裝置中，加熱蒸餾收集蒸餾液。若蒸餾液呈過錳酸鉀顏色，則加入少量過氧化鈉，依上述步驟加熱蒸餾，收集蒸餾液。蒸餾液先以pH試紙確認為中性、以分光光度計確認於波長200 nm之吸收度小於0.1及以電導度測定儀確認其導電度小於10  $\mu$ S/cm後，取蒸餾液10 mL，置於計測瓶中，加入氚檢驗用閃爍液10 mL，搖晃混勻後，於暗處靜置過夜或12小時以上，以液態閃爍計數器分析

氚之放射性比活度，即為TFWT之放射性比活度(Bq/L)，計測時間依液態閃爍計數器量測效率而訂，其最小可測量(minimum detectable amount, MDA)需小於10 Bq/L。當量測到檢體中TFWT之放射性比活度超過10 Bq/L時，依下列計算式求出檢體中TFWT之放射性比活度(Bq/kg)<sup>(註)</sup>，並進行第二階段有機鍵結氚(organically bound tritium, OBT)之測定。

$$\text{檢體中TFWT之放射性比活度(Bq/kg)} = \frac{A \times \left(\frac{R}{100}\right)}{D}$$

A：由消光曲線計算求得檢體中TFWT之放射性比活度(Bq/L)

R：檢體之水分含量(%)

D：水密度(1.0 kg/L)

註：檢體中TFWT之放射性比活度以鮮重計。

#### 2.6.2. 水分含量之測定：

將2.6.1節氚水分離後之檢體，放入烘箱中，於105°C乾燥至少3天後，將檢體盛裝容器蓋上蓋子，置於乾燥器中放冷30分鐘後稱量( $m_2$ )，再將檢體盛裝容器移入烘箱中乾燥1天，依上述稱量步驟，至檢體重量相較 $m_2$ 之變動範圍在檢體取樣重之0.1%以下，即為烘乾後之重量( $m_3$ )，並依下列公式計算檢體之水分含量(%)：

$$\text{檢體之水分含量(R)}(\%) = \frac{m_1 - m_3}{m_1 - m_0} \times 100$$

$m_0$ ：含蓋檢體盛裝容器之重量(g)

$m_1$ ：含蓋檢體盛裝容器及檢體取樣之重量(g)

$m_3$ ：含蓋檢體盛裝容器及檢體烘乾後之重量(g)

#### 2.7. 第二階段有機鍵結氚(OBT)之測定：

將2.6.2節經乾燥後之檢體絞碎後，取約0.2 kg，精確稱定(M)，置於石英管(使用前，先充填鉑-氧化鋁催化劑15 g，兩端並以石英棉固定)中，再置於高溫燃燒裝置中，通入空氣及氧氣(流量各約150 mL/min)，以600°C至800°C進行燃燒，燃燒產生之氣體以冷凝裝置收集有機鍵結水，精確稱定(W)。稱取有機鍵結水至少50 g，加入過錳酸鉀10 g，使其溶解，加入少量沸石後，置於迴流裝置中，加熱迴流4小時以上，若液色未呈過錳酸鉀顏色(紅

紫色)，則續加過錳酸鉀1 g，依上述步驟加熱迴流直至液色呈紅紫色，放置冷卻過夜。於冰浴中加入過氧化鈉0.1 g進行中和，且添加少量過氧化鈉使其呈鹼性(以pH試紙確認)，置於蒸餾裝置中，加熱蒸餾收集蒸餾液。若蒸餾液呈過錳酸鉀顏色，則加入少量過氧化鈉，依上述步驟加熱蒸餾，收集蒸餾液。蒸餾液先以pH試紙確認為中性、以分光光度計確認於波長200 nm之吸收度小於0.1及以電導度測定儀確認其導電度小於10  $\mu$ S/cm後，取蒸餾液10 mL，置於計測瓶中，加入氚檢驗用閃爍液10 mL，搖晃混勻後，於暗處靜置過夜或12小時以上，以液態閃爍計數器分析氚之放射性比活度，即為OBT之放射性比活度(Bq/L)，計測時間依液態閃爍計數器量測效率而訂，其MDA換算至檢體重量後需小於1 Bq/kg，並依下列計算式求出檢體中OBT之放射性比活度(Bq/kg)<sup>(註)</sup>：

$$\text{檢體中OBT之放射性比活度(Bq/kg)} = \frac{A \times W \times \left(1 - \frac{R}{100}\right)}{M \times D}$$

A：由消光曲線計算求得乾燥後檢體中OBT之放射性比活度(Bq/L)

W：由高溫燃燒裝置中燃燒取得凝結水之重量(kg)

R：檢體之水分含量(%)

M：取樣分析乾燥後檢體之重量(kg)

D：水密度(1.0 kg/L)

註：檢體中OBT之放射性比活度以鮮重計。

附註：1. 對於乾燥檢體(如：海苔、小魚乾、魷魚乾、藻類、魚貝類等)，直接進行第二階段有機鍵結氚(OBT)之測定，其放射性比活度以原乾燥狀態下之重量計算。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. Kim, S. B., Shultz, C., Stuart, M., McNamara, E., Festarini, A. and Bureau, D. P. 2013. Organically bound tritium (OBT) formation in rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*): HTO and OBT-spiked food exposure experiments. Appl. Radiat. Isot. 72: 114-122.
2. Kim, S. B., Bredlaw, M., Rousselle, H. and Stuart, M. 2019. Distribution of organically bound tritium (OBT) activity

- concentrations in aquatic biota from eastern Canada. J. Environ. Radioact. 208-209: 105997.
3. Kuwata, H., Misono, T., Fujiwara, K., Takeishi, M., Manabe, S. and Kitamura, A. 2020. Rapid tritium analysis for marine products in the coastal area of Fukushima. Radiat. Environ. Med. 9: 28-34.
  4. Ohtsuki, S., Shirotani, Y. and Takata, H. 2023. Distributions of tritium and  $^{137}\text{Cs}$  in coastal seawater and biota off Aomori and Iwate prefectures, Japan. J. Oceanogr. 13 August published online.
  5. 曾我慶介、亀井俊之、蜂須賀暁子、最上（西巻）知子。2016。食品中自由水に含まれるトリチウムの共沸蒸留による分離・分析法。食衛誌，57: 81-88。
  6. 原子力規制庁監視情報課。2023。トリチウム分析法。42-79頁及90-92頁。原子力規制委員会，日本。
  7. Ministry of Environment, Japan. 2023. Comprehensive radiation monitoring plan. pp. 15-16. Monitoring Coordination Meeting.
  8. Lin, F., Yu, W., Guo, J., Liao, H., Wang, Y. 2020. A method for the determination of organically bound tritium in marine biota based on an improved tubular-combustion system. J. Environ. Radioact. 211 : 106084.