

ICS 65.080

G 21

备案号:20512—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3930—2007

重氧(^{18}O)水

Heavy oxygen(^{18}O) water

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：上海化工研究院。

本标准主要起草人：伍昭化、李猷、杜晓宁、肖斌、陈代传、张丽雅。

本标准为首次发布。

重氧(^{18}O)水

1 范围

本标准规定了重氧(^{18}O)水产品的技术要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存等。

本标准适用于通过水精馏法所制得的重氧(^{18}O)水。

分子式: H_2^{18}O

相对分子质量:20.0148(按 2002 国际同位素相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是标注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1250 数值极限的表示方法和判定方法

GB/T 6682—1992 实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

同位素(isotope)

是指具有相同原子序数但质量数不同的核素。

3.2

同位素含量(isotope enrichment)

是指某一元素的同位素混合物中某种同位素在该元素中所占的原子百分比。

3.3

重氧水(heavy oxygen water)

即 H_2^{18}O ,是指水中的氧元素是由质量数为 18 的同位素氧原子组成。

4 符号和缩略语

下列符号和缩略语适用于本标准。

4.1 同位素原子的表示: ^mA

其中 A 表示元素符号, m 表示该元素的原子质量数。例如: ^{18}O 表示氧元素中质量数为 18 的同位素氧原子。

4.2 同位素含量的单位: $\text{atom}\%{}^m\text{A}$

表示 A 元素的质量为 m 的同位素原子占 A 元素的原子百分数。例如: $\text{atom}\%{}^{18}\text{O}$ 表示质量数为 18 的同位素氧原子在氧元素中所占的原子百分数。

4.3 缩略语

$\text{atom}\%{}^m\text{A}$ 可用缩略形式表示为:at. $\%{}^m\text{A}$ 。

5 技术要求

5.1 外观

无色透明液体。

5.2 产品中¹⁸O 同位素含量和产品纯度

低含量产品的质量技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 低含量¹⁸O 重氧水技术指标

项 目	指标
¹⁸ O 同位素含量:at. % ¹⁸ O	≥ 10.0
纯度(以电导率表示,25 ℃)/(μS/cm)	≤ 3.00

高含量产品的质量技术指标应符合表 2 的要求。

表 2 高含量¹⁸O 重氧水技术指标

项 目	指标
¹⁸ O 同位素含量:at. % ¹⁸ O	≥ 95.0
纯度(以电导率表示,25 ℃)/(μS/cm)	≤ 3.00

6 试验方法

试验中所用试剂和水,在没有特殊说明时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682—1992 实验室用水规格和试验方法中的二级规格的水。

6.1 外观

目测。

6.2 重氧水中¹⁸O 同位素含量的测定

6.2.1 原理

微量重氧水在真空状态下与定量的盐酸胍发生反应,产生的 CO₂ 气体经过冷冻除去杂质气体后,通过进样装置将纯净的 CO₂ 气体引入气体同位素质谱计进行¹⁸O 同位素含量的测定,由质荷比为 44~49 的峰强度数据,计算得到 CO₂ 中¹⁸O 同位素的含量,进而便可得知该重氧水中¹⁸O 同位素的含量。

6.2.2 试剂和材料

6.2.2.1 盐酸胍。

6.2.2.2 无水乙醇。

6.2.2.3 乙醇:工业用。

6.2.2.4 基准水样:95.0 atom%。

6.2.2.5 玻璃管:内径 10 mm。

6.2.2.6 液氮。

6.2.2.7 冷冻液:将液氮注入盛有酒精的容器中,不停搅拌,溶液温度逐渐降低,保持溶液温度稳定在 -75 ℃~-85 ℃之间。

6.2.2.8 真空油脂:2 号。

6.2.3 仪器设备和装置

6.2.3.1 常用实验室设备。

6.2.3.2 分析天平:分度值为 1 mg。

6.2.3.3 机械真空泵:抽气速率 2 l/s。

6.2.3.4 真空计:检测限在 1×10⁻¹ Pa 以下。

6.2.3.5 高温电阻炉:温度能控制在(120±5) ℃~(400±5) ℃。

6.2.3.6 微量注射器:量程 10 μL 。

6.2.3.7 气体同位素质谱计,仪器分辨率大于 200,同位素灵敏度大于 10^{-5} A/Pa,仪器的真空系统应达到 5×10^{-6} Pa。

6.2.3.8 样品转化管(参见附录 A 中 A.1)。

6.2.3.9 样品转化真空系统(参见附录 A 中 A.2)。

6.2.3.10 样品进样器(参见附录 A 中 A.3)。

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 样品转化管及微量进样器的清洗

样品转化管依次用自来水和二级水清洗烘干,存放于干燥器中备用。

微量注射器在使用之前必须用待测样品清洗 5 次以上。

6.2.4.2 玻璃毛细管的制备

分别用自来水和二级水清洗玻璃管,并烘干,在氧气-煤气火焰上拉成毛细管,毛细管的一端被拉细拉长,并用火焰将其封死。

6.2.4.3 封样

用微量注射器从取样瓶中吸取 10 μL 水样,注入毛细管中,仔细检查,当管口不存在水珠时,用小火将其封死。

6.2.4.4 真空系统的准备

用无水乙醇清洗真空活塞,待干燥后,涂上 2 号真空油脂,确保真空活塞密封完好,塞芯转动自如。启动机械真空泵,系统抽真空,当真空计指示到 5×10^{-1} Pa 以下后,可以进行样品的转化。

6.2.4.5 重氧水的转化

准确称取 0.025 0 g~0.030 0 g(称准至 0.000 1 g)存放于干燥器中的盐酸胍,与毛细管水样同时移入样品转化管(附录 A.1)中,并将其接入附录 A.2 中所示样品转化真空系统中,抽真空达到 5×10^{-1} Pa 以下,用火焰将样品转化管的融封处封口。然后用力将样品转化管中的毛细管摔破,使盐酸胍和重氧水样品在样品转化管中充分接触。将此样品转化管放入马弗炉中,在 (280 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ 下反应 3 h。

6.2.4.6 二氧化碳试样的提取

将 6.2.4.5 中处理好的样品管放入进样器(附录 A.3)中,将进样器与质谱计进样口连接,另一端插入冷冻液中以除去反应过程产生的杂质气体,然后通过质谱计将进样器抽至真空,再转动进样器侧面的扭断装置 1,扭断样品转化管的细端 2,使 CO_2 进入气体同位素质谱计中。

6.2.4.7 同位素质谱分析

对同位素质谱计进行必要的校正之后进样,记录质荷比为 44~49 的峰强度数据。同一样品按照上述方法平行测定两次。

6.2.5 测定结果的计算和表述

CO_2 气体中 ^{18}O 同位素含量的表示按式(1)计算

$$\text{at. } \% ^{18}\text{O} = \frac{I_{46} + I_{47} + 2I_{48} + 2I_{49}}{\sum_{i=44}^{49} 2I_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

I_{44} —— $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$ 的峰强度,单位为毫伏(mV);

I_{45} —— $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{17}\text{O}$ 和 $^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$ 的峰强度之和,单位为毫伏(mV);

I_{46} —— $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$, $^{12}\text{C}^{17}\text{O}^{17}\text{O}$ 和 $^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{17}\text{O}$ 的峰强度之和,单位为毫伏(mV);

I_{47} —— $^{12}\text{C}^{17}\text{O}^{18}\text{O}$, $^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$ 和 $^{13}\text{C}^{17}\text{O}^{17}\text{O}$ 的峰强度之和,单位为毫伏(mV);

I_{48} —— $^{12}\text{C}^{18}\text{O}^{18}\text{O}$ 和 $^{13}\text{C}^{17}\text{O}^{18}\text{O}$ 的峰强度之和,单位为毫伏(mV);

I_{49} —— $^{13}\text{C}^{18}\text{O}^{18}\text{O}$ 的峰强度,单位为毫伏(mV)。

由于自然界中 ^{13}C 和 ^{17}O 的含量都非常低,它们之间互相结合的概率就更低,所以 $^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{17}\text{O}$, $^{12}\text{C}^{17}\text{O}^{17}\text{O}$, $^{13}\text{C}^{17}\text{O}^{17}\text{O}$, $^{13}\text{C}^{17}\text{O}^{18}\text{O}$ 的峰强度贡献值可以忽略不计。

将44~49各峰的强度值代入上式计算,即可得到 CO_2 中 ^{18}O 同位素的含量,此含量即为重氧水中 ^{18}O 同位素的含量。

取两次平均值为产品的 ^{18}O 同位素含量。

6.2.6 允许误差

平行测量相对误差要求如下:

$$\begin{aligned} \geq 10\% ^{18}\text{O} \text{ 重氧水} & \leq \pm 1\% \\ \geq 95\% ^{18}\text{O} \text{ 重氧水} & \leq \pm 0.1\% \end{aligned}$$

6.3 纯度

6.3.1 原理

采用测量产品的电导率的方法来确定产品纯度。

6.3.2 仪器

6.3.2.1 通常用实验室仪器。

6.3.2.2 电导率仪,测量范围:0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ~10 $\mu\text{S}/\text{cm}$,精度为0.01 $\mu\text{S}/\text{cm}$,仪器具有温度补偿设置功能。

6.3.3 试剂

无水乙醇。

6.3.4 分析步骤

6.3.4.1 清洗电极

用无水乙醇清洗光亮电极三次以上,晾干备用。

6.3.4.2 测定

将电极插入取样瓶内的待测样品中,待读数稳定后记录测量值,平行测量两次。

6.3.5 测定结果的计算和表述

以两次测定的平均值为测定结果。

6.3.6 允许误差

平行测量结果的相对误差不大于2.0%。

7 检验规则

7.1 本标准规定的项目为出厂检验的项目

7.2 以连续生产重氧水为一个批次,每个批次不得超过1 kg。

7.3 每批产品的取样,应采用未拆封的医用一次性针筒移取1 mL产品两次分别装入两个小的洁净色谱取样瓶中并密封,其中一个立刻进行检验;另一个作为留样,密封保存,同时注明生产厂名、产品名称、批号批量、取样日期和取样人姓名。留样应保存1个月。

7.4 检测结果按GB/T 1250数值极限的表示方法和判定方法中修约值比较法判定。

7.5 产品检验部门按照本标准规定进行检验,所有出厂产品都应符合本标准要求。如果某一项指标不符合要求,则应重新自该批产品中取双倍量样品进行复验。若复验结果仍有一项指标不合格,则判该批产品为不合格品。

8 标识、包装、运输和贮存

8.1 标识

每批出厂产品应附有质量证明书,内容有:企业名称和地址、产品名称、净质量、 ^{18}O 的含量值、产品纯度、生产批号、日期、本标准号。

每个内包装单元上都应有标签,内容有:企业名称和地址、产品名称、净质量、 ^{18}O 的含量值、产品纯

度、生产日期。

外包装上应印有生产厂名、厂址、产品名称、批号、本标准号和总质量。

8.2 包装

8.2.1 内包装

采用硼硅酸盐玻璃瓶,聚四氟乙烯/硅橡胶垫,铝塑膜封口,产品包装规格有 (10 ± 0.1) g、 (30 ± 0.1) g、 (50 ± 0.1) g 三种规格,并可以根据客户要求包装。

8.2.2 外包装

在硼硅酸盐玻璃瓶外用定型泡沫塑料包覆,再用木质纤维板箱包装或钙塑箱包装。

8.3 运输与贮存

本产品运输与贮存时,防止雨淋、受潮、受冷和受热(温度不低于 5°C 、不高于 60°C)。

附录 A (资料性附录)

A.1 样品转化管示意图

图 A.1 为样品转化管示意图。

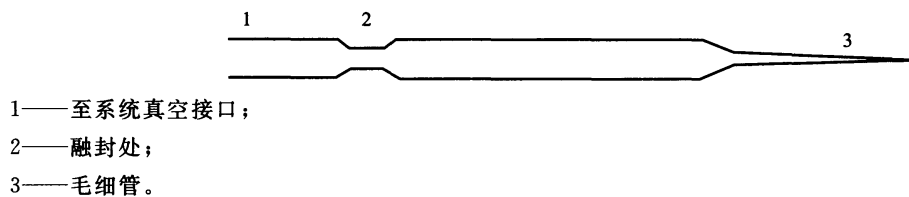


图 A.1 样品转化管示意图

A.2 样品转化真空系统示意图

图 A.2 为样品转化真空系统示意图。

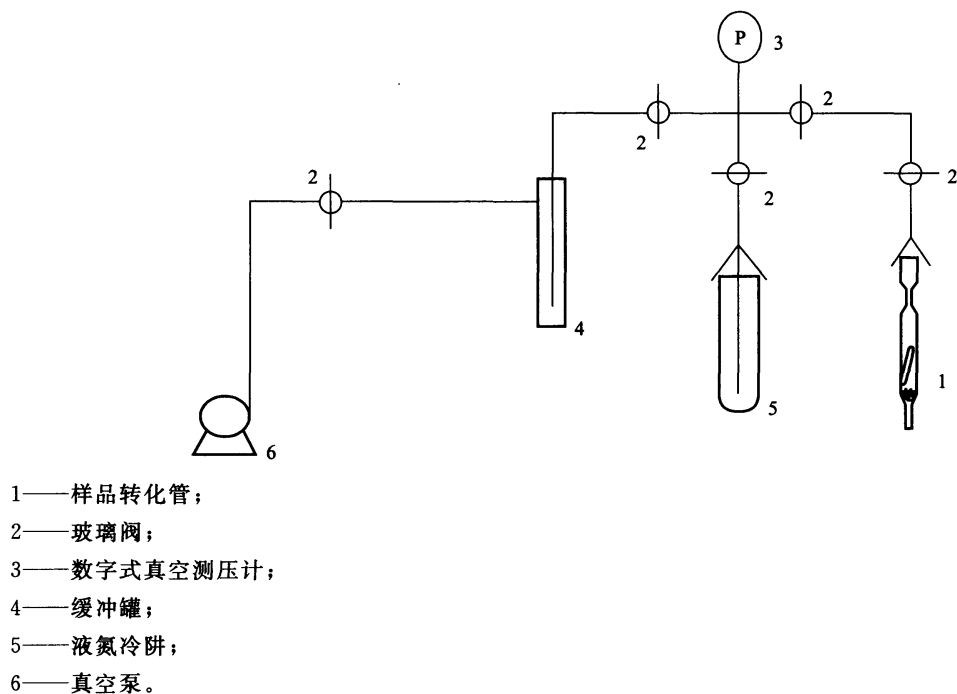
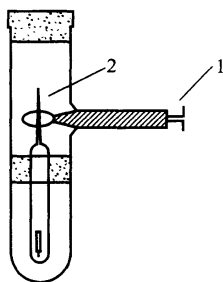


图 A.2 样品转化真空系统示意图

A.3 样品进样器

图 A.3 为样品进样器。



1——旋转扭断装置；

2——样品转化管。

图 A.3 样品进样器