

ICS 71.080.99

G15

CPCIF

中华人民共和国石化协会团体标准

CPCIF XXXX-XXXX

低氘水

Deuterium Depleted Water

(征求意见稿)

(本稿完成日期: 2018-9-30)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC105）归口。

本部分负责起草单位：上海化工研究院有限公司，上海联泓同位素科技有限公司，苏州联清科技有限公司。

本部分主要起草人：李猷、肖斌、周建跃、秦川江、刘严、谷宏森、林轶凡、蒋琮琪、池毅、张丽雅

本标准首次发布。

低氘水

1 范围

本标准规定了低氘水产品的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存等。
本标准适用于以天然水为原料，采用水精馏法得到的低氘水产品。

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，仅所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 5750.4-2006	生活饮用水标准检验方法-感官性状和物理指标
GB/T 6682	分析实验室用水规格和试验方法
GB/T8170	数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

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 同位素丰度(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 低氘水(Deuterium Depleted Water)

是指以天然水为原料，采用水精馏法得到的，水中氘同位素比值，即 $D/H \leq 130 \times 10^{-6}$ 的水。

4 符号和缩略语

4.1 同位素原子的表示： ${}^m\text{A}$

其中 A 表示元素符号，m 表示该元素的原子质量数。例如： ${}^1\text{H}$ 表示氢元素中质量数为 1 的同位素氢原子，中文名称为氕； ${}^2\text{H}$ 表示氢元素中质量数为 2 的同位素氢原子，中文名称为氘，又可以简写为 D。

4.2 同位素丰度：atom% ${}^m\text{A}$

表示 A 元素的质量数为 m 的原子占 A 元素的原子百分数。例如：atom% ${}^2\text{H}$ 表示质量数为 2 的同位素氢原子在氢元素中所占的原子百分数。

4.3 同位数比值的表示：R

同位素比值 R 为某一元素的重同位素原子丰度与轻同位素原子丰度之比，例如 D/H 、 ${}^{18}\text{O}/{}^{16}\text{O}$ 等。

4.4 样品的 δ 值

δ 值是待测样品(Sa)的同位素比值 R_{Sa} 与标准物质(St)的同位素比值 R_{St} 的千分差，称为样品的 δ 值，其定义为：

$$\delta(\text{‰}) = \left(\frac{R_{Sa}}{R_{St}} - 1 \right) \times 1000$$

例如相对于氘同位素:

$$\delta D(\text{‰}) = \left[\frac{(D/H)_{Sa}}{(D/H)_{St}} - 1 \right] \times 1000$$

上式中的标准物质是指标准平均大洋水(Standard Mean Ocean Water), 其氢同位素比值被定义为: $D/H = (155.76 \pm 0.10) \times 10^{-6}$ 。

δ 值应用广泛, 当 $\delta < 0$ 时, $R_{Sa} < R_{St}$, 即说样品比标准“轻”, 反之, $\delta > 0$ 时, $R_{Sa} > R_{St}$, 因此样品比标准“重”。

4.5 产品型号命名

DDW—×××

×××代表某个数值, 表示低氘水中 D/H 同位素比值不大于该数值 $\times 10^{-6}$ 。例如: DDW-100 表示该低氘水中 D/H 同位素比值不大于 100×10^{-6} , 即不大于 100ppm。

5 要求

5.1 外观

无色透明液体。

5.2 技术指标

产品的技术指标应符合表 1 的要求

表 1 产品的技术指标

项目	指标
氘同位素比值, $\times 10^{-6}$	0~130
电导率, $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ ≤	50
pH 值	6.5~8.0

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/T6682中二级水的规格

6.1 外观

目视法测定。

6.2 氘含量的测定——LGR 液态水同位素分析仪(Liquid Water Isotope Analyzer)法

6.2.1 原理

LGR 液态水同位素分析仪(LWIA)是基于高分辨率的离轴积分振腔输出光谱技术(Off-Axis Integrated Cell Output Spectroscopy)。OA-ICOS 技术通过两面高反射面组成的光腔, 将激光进行多达上万次的反射, 大大增加了有效光路长度, 提高了吸收率, 因此可以测量含量极低的气体, 进而能够极为精确的计算同位素含量。

6.2.2 试剂和材料

6.2.2.1 1.5mL 自动进样瓶。

- 6.2.2.2 一次性滴管。
- 6.2.2.3 可调移液器：1000 μ L、5000 μ L。
- 6.2.2.4 LGR 工作标准品。
- 6.2.2.5 氢氧同位素水国家一级标准物质 GBW04458-GBW04460。
- 6.2.2.6 屈臣氏蒸馏水

6.2.3 仪器设备和装置

- 6.2.3.1 LGR 液态水同位素分析仪(Liquid Water Isotope Analyzer)。

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 仪器的校准

分别将 3 个覆盖样品比值范围的 LGR 工作标准品和氢氧同位素水国家一级标准物质 1ml 移入 1.5mL 顶空试剂瓶，放置在自动进样盘中，按照仪器操作步骤设置好进样程序。每个样品进样 10 针，舍去前 4 针数据，保留后 6 针数据，经仪器专用软件处理后输出结果。仪器输出结果都是以 δD 值来表示。

6.2.4.2 工作曲线的绘制

以氢氧同位素水国家一级标准物质的输出结果为横坐标，以该标准物质的认定值(真值)为纵坐标，绘制标准工作曲线。

6.2.4.3 低氘水样品的分析

对每个低氘水样品先进行预测量，每个样品进样 10 针，舍去前 4 针，保留后 6 针，求得后 6 针 δD 的平均值 $\overline{\delta D}$ 。

如果 $-600\% \leq \overline{\delta D} \leq -165\%$ ，则采用屈臣氏蒸馏水：低氘水样品=5:1 的比例稀释样品。

如果 $-1000\% \leq \overline{\delta D} < -600\%$ ，则采用屈臣氏蒸馏水：低氘水样品=9:1 的比例稀释样品。

分别将 3 个覆盖样品比值范围的 LGR 工作标准品和稀释后的低氘水样品以及用于稀释样品的屈臣氏蒸馏水 1mL 水移入 1.5ml 顶空试剂瓶，放置在自动进样盘中，按照仪器操作步骤设置好进样程序。每个样品进样 10 针，舍去前 4 针数据，保留后 6 针数据，经仪器专用软件处理后输出结果。

6.2.4.4 分析结果的表述

仪器输出结果中，样品的平均标准偏差(Avg of Std Dev)，即满足 $\delta D < 0.4\%$ 的情况下，本次测量结果方为有效。

样品测量后的输出结果，根据 6.2.4.2 绘制的标准工作曲线，对输出数据进行校正，得到样品的校正后的 δD 值。

如果样品经过稀释，则根据稀释后样品的校正结果、稀释比和屈臣氏蒸馏水 δD 校正值计算该样品的 δD 值。

即： $\delta D_{\text{样品}} = \delta D_{\text{稀释样品校正值}} \times (\text{稀释比} + 1) - \delta D_{\text{屈臣氏蒸馏水校正值}} \times \text{稀释比}$

根据 δ 值的定义，便可根据下式计算样品的氘同位素比值 R_{Sa}

$$R_{\text{Sa}} = (1 + 10^{-3} \delta D) \times R_{\text{St}} = (1 + 10^{-3} \delta D) \times 155.76 \times 10^{-6}$$

6.3 电导率

按照 GB/T 5750.4-2006 中电极法进行检测。

6.4 pH 值

按照 GB/T 5750.4-2006 中玻璃电极法进行检测。

7 检验规则

7.1 检验型式

7.1.1 出厂检验项目为表 1 中的全部项目。

出厂产品必须由质量检测部门逐批检验，检验合格才能出厂。

每批出厂产品应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、批号、批量、产品质量符合本标准的证明及本标准号。

7.2 组批

以相同原材料、相同工艺和基本相同的生产条件生产的产品为一批，每批产品最大批量不超过20000kg。用户以收到的同一批号的产品为一批，应在收到产品后2周内完成检测验收。

7.3 采样

每批样品的采样，应用清洁干燥的一次性针头，从产品容器中采样。采样量约为 150mL，平行采样装入两个清洁干燥且密封良好的洁净玻璃瓶中，并在瓶上粘贴标签，其内容包括生产厂名、产品名称、批号批量、采样量、采样日期和采样人姓名。一瓶作产品质量分析，另一瓶作为留样，留样应保存 6 个月。

7.4 结果判定

本标准中产品质量指标合格判断，采用 GB/T8170 中“修约值比较法”。

产品由质量检验部门按本标准规定进行检验。所有出厂产品都应符合本标准的要求。如果有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装单元中采取样品进行检验，重新检验结果中，即使有一项指标不符合本标准要求时，则该批产品为不合格。

如果产品第一项技术指标氘同位素比值 $D/H \times 10^{-6}$ 大于产品型号 DDW— $\boxed{\times \times \times}$ 中的数值 $\boxed{\times \times \times}$ 时，应重新自两倍量的包装单元中采取样品进行检验，重新检验结果中，若该比值仍大于该产品型号的标注时，则对该产品进行降级处理。

8 标识、包装、运输和贮存

8.1 标识

每个包装单元上都应有标签，内容有：企业名称和地址、产品名称、型号、净质量、技术质量指标、生产日期和批号。

8.2 包装

采用高密聚乙烯专用树脂的容器盛装产品，每个包装的容量为 1000kg，也可根据用户需要采用其他材料（不得影响产品质量）和规格的包装，整个包装保持密封。

8.3 运输和贮存

本产品在与运输与贮存时，防止雨淋、结冰和受潮受热（温度不高于 60℃），不能与化学试剂及毒物等混运、混贮。

