

ICS 71. 100. 99

G 86

备案号: 16333—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3789—2005

稳定性同位素
氖气

Stable isotope gaseous neon

2005-07-10 发布

2006-01-01 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。

本标准由上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人：杜晓宁、李良君、李虎林、赵诚、宋明鸣。

本标准属首次发布。

引 言

本标准根据氖的稳定同位素(^{20}Ne , ^{21}Ne , ^{22}Ne)气体的研发与生产过程中的同位素质谱计分析的特性而制定。

本标准依据用户的需求和技术能力确定了产品的技术要求。

在自然界大气层的氖气含量仅为 18×10^{-6} 。氖同位素的天然丰度为 ^{20}Ne : 90.51 at. %, ^{21}Ne : 0.27 at. %, ^{22}Ne : 9.22 at. %。氖气通常是通过低温分馏空气而得到的产品。而氖同位素则是以此为原料,通过热扩散法将氖同位素分离,可得到 ^{20}Ne 或 ^{22}Ne 丰度达 99.9 at. % 以上的高丰度产品,中等丰度的氖同位素混合气可以采用纯氖同位素气体按所要求配制而成,也可由直接分离得到。

为了规范氖同位素气体的测定,有必要制定统一的测定方法,以保证产品的质量,同时也为用户正确地分析和使用该产品提供便利。

目前国内外尚未见公开发布稳定同位素 Ne 的有关标准。

稳定性同位素 氖气

1 范围

本标准规定了稳定同位素氖气的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存、安全要求。本标准适用于以纯氖气为原料、用热扩散法生产的稳定同位素氖气。

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 8176—87 数值修约规则

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

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 abundance

一种元素的同位素混合物中,某特定同位素的原子数与该元素的总原子数之比。

3.3

稳定性同位素 stable isotope

某元素中不发生或极不易发生放射性衰变的同位素。

3.4

核素 nuclide

具有特定质量数、原子序数和核能态,而且其平均寿命长得足以被观察的一类原子。

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 表示该元素的同位素的原子质量数。例如: ${}^{22}\text{Ne}$ 表示氖元素中质量数为 22 的同位素氖原子。

4.2 同位素丰度的单位表示: $\text{atom}\% {}^m\text{A}$

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: $\text{atom}\% {}^{22}\text{Ne}$ 表示质量数为 22 的同位素氖原子在氖元素中所占的原子百分数。 $\text{atom}\% {}^m\text{A}$ 可用缩略形式 $\text{at.}\% {}^m\text{A}$ 表示。

5 技术要求

5.1 外观

在通常情况下为无色气体,高频激发时显橘红色。

5.2 产品的丰度与纯度

产品的丰度与纯度应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	²⁰ Ne		²² Ne		Ne 同位素混合气	
	优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品
纯度(体积分数), %	≥ 99.90	99.0	99.90	99.0	99.90	99.0
丰度 at. % ²⁰ Ne	≥ 99.90		—		51.70° ± 0.25	
丰度 at. % ²² Ne	—		≥ 99.90		47.50° ± 0.25	
a 此数据可依据客户的需求确定。						

6 试验方法

6.1 外观

在装有氖同位素产品的透明玻璃封闭容器外,用高频电火花检测器激发,可见瓶内气体发出橘红色特征光。

6.2 氖同位素气体丰度与纯度的测定——质谱法

6.2.1 方法原理

将气体样品引入质谱计的离子源中,样品气体分子在离子源中生成质量为 m 、电荷为 z 的离子,在加速电压 u 的作用下,离子以速度 v 进入强度为 H 的均匀磁场,受到与离子运动方向和磁场方向垂直的力,沿着曲率半径为 r 的轨迹运动。离子经过质量分析器,按质核比(m/z)分离并聚焦。离子的质核比与各参数的关系式如下:

$$\frac{m}{z} = k \cdot \frac{r^2 H^2}{u}$$

当 H 或 u 连续变化(扫描)时,各质量数相对应的离子束依次通过收集狭缝进入检测器。经过法拉第筒收集、放大,输出相应的电信号,经计算机处理得到待测气体样品的峰强度数据。同位素质谱计的峰强度值定量的反映了相应气体的量,依据相应的计算公式即可计算出待测气体样品的同位素丰度。

6.2.2 仪器和设备

6.2.2.1 取样系统

如图 1 与氖同位素分离制备系统相连的真空取样系统,此系统的真空度应能达到 9×10^{-2} Pa。

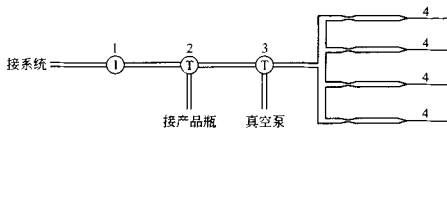


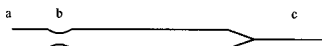
图 1 真空取样系统示意

6.2.2.2 气体同位素质谱计

仪器的分辨率大于 200、同位素丰度灵敏度大于 10^{-5} A/Pa、仪器的真空系统应达 5×10^{-6} Pa。

6.2.2.3 取样管

如图 2 所示取样管由 $\phi 7 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 的玻璃管热拉制而成,取样管的有效长度为 55 mm~60 mm。



- a——至系统取样口；
b——融封点；
c——毛细管。

图 2 取样管示意

6.2.3 采样

取样时,先关闭二通阀门 1,阀门 2 关闭接样品瓶端,开启真空泵,待真空度达到 $1.0 \times 10^{-1} \text{ Pa} \sim 1.30 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ 时,关闭三通阀门 3 接真空泵端,打开阀门 1,充入氦同位素气体置换取样系统的杂质气体。然后将阀门 1 关闭、接通阀门 3,抽去置换气体;反复操作 3 次,第三次从系统充入取样管的气体,即可作为分析用样品气。用煤气灯将取样管 b 处熔融封口,取下样品管供质谱分析。

6.2.4 样品的测定

将样品管放入带有 10° 标准玻璃磨口的专用进样器,与已经正常开启且校准好待用的气体同位素质谱计相连接,在整个进样系统的真空度达到 $1.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 时,即可做仪器的本底测定。然后将样品管的毛细管夹碎,使样品管内的气体进入质谱计的储样器。

进样量控制在 $10 \text{ Pa} \sim 20 \text{ Pa}$ 范围,关闭进样阀,设定计算机参数,整个测定过程由计算机自动控制,对气体进行连续扫描,从而得到质量数设定范围内的氦同位素峰强度值和可能含有的杂质气体峰强度值。

6.2.5 分析结果的表述

6.2.5.1 Ne 同位素丰度的计算结果的表述

同位素质谱计的峰强度值 I 定量的反映了相应气体的量。因此,依照式(1)计算:

$$A = \frac{I_{22}}{I_{20} + I_{21} + I_{22}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——表示 ^{22}Ne 的同位素丰度,单位为 $\text{at. \%}^{22}\text{Ne}$;

I_{22} ——表示质量数为 22 的电信号强度,单位为毫伏(mV);

I_{20} ——表示质量数为 20 的电信号强度,单位为毫伏(mV);

I_{21} ——表示质量数为 21 的电信号强度,单位为毫伏(mV)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

将计算机输出的 ^{20}Ne 、 ^{21}Ne 、 ^{22}Ne 峰强度值代入计算,即可得出相应的同位素丰度。依此类推可同样求得 ^{20}Ne 和 ^{21}Ne 的同位素丰度。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.2.5.2 氮气含量的计算结果的表述

依照式(2)将计算机输出的气体的峰强度值 I 代入,可以计算出稳定同位素氮气的体积百分含量,也可以求出气体中的杂质的体积百分含量

$$X = \frac{I/S}{\sum_{i=1}^n (I_i/S_i)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——氮气所占所测气体的体积分数,单位为百分数(%);

I ——表示氮气的峰强度,单位为毫伏(mV);

S ——表示氮气的检测灵敏度,此值可以通过对 99.5% 以上纯度的气体测定而得到;

I_i ——表示气体各组分峰的强度,单位为毫伏(mV);下标 i 表示进样气体中不同气体种类; i 可以

是Ne气,也可以是O₂、H₂、N₂、CO₂等在连续扫描中出现的杂质气体;
S_i——表示相应气体峰的检测灵敏度。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.2.6 允许差

测定误差应符合以下要求:

平行测定同位素丰度结果的绝对差值不大于0.10 at. %²²Ne。

不同实验室测定结果的差值不大于0.20 at. %²²Ne。

平行测定氖气含量结果的绝对差值不大于0.10%。

不同实验室测定结果的差值不大于0.20%。

7 检验规则

7.1 以每一气体收集瓶的每一次纯化、包装得到的产品为一个批次。

7.2 每批产品取样时同时熔封四只样品管,其中2只做平行测定,2只作为留存备查。样品管上贴有标签、标识,应注明产品名称、生产日期或批号批量、取样日期与取样人姓名,以便于核对,留样保存6个月。

7.3 产品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。如果检验结果不符合本标准的要求,应重新自该批产品中取双倍样进行检验。重新检验结果中即使有一项指标不符合本标准的要求亦应判该批产品不合格。

7.4 用户有权按本标准规定,对产品进行验收,以核实产品是否符合本标准的要求。

7.5 供需双方在产品质量发生争议时双方可协商解决,也可由双方同意的产品质量监督检验机构进行检验。

8 标识、包装、运输和贮存

8.1 标识

8.1.1 每批出厂产品应附有质量证明书,内容有:生产厂名、厂址、产品名称、分子式、净含量、氖同位素的丰度值、氖同位素气体的纯度、生产批号、日期、本标准号和检验员签字。

8.1.2 每个内包装单元上应有标签,内容有:生产厂名、产品名称、分子式、净含量、Ne同位素丰度值、产品纯度、生产日期。

8.1.3 外包装上应印有生产厂名、厂址、产品名称、批号、总质量和本标准号。

8.2 包装

8.2.1 内包装:有玻璃瓶、钢瓶包装两种形式。玻璃瓶体积为800 mL,压力0.1 MPa。钢瓶的体积依用户要求而定,压力为0.1 MPa~3.0 MPa。

8.2.2 外包装:在玻璃瓶包装的外面用定型泡沫塑料包覆,再用木质纤维板箱包装;钢瓶包装的外面要有钢架固定,再用木质纤维箱包装。

8.3 运输和贮存

8.3.1 本产品在校运时,要避免震荡,防止雨淋和受热(温度不高于60℃)。

8.3.2 本产品经检验合格后可长期贮存。