

T/BJWA

团 体 标 准

T/BJWA 001—2022

水质 ^{17}O -NMR 半高峰宽测定 核磁共振法

Determination of ^{17}O full width at half maximum intensity NMR method

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

北京包装饮用水行业协会 发 布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利，本文件的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本文件由北京包装饮用水行业协会提出和归口。

本文件起草单位：上海井泰生物科技有限公司、新疆雪都冰川水有限公司、弥勒市叮当泉水业有限公司、浙江桐庐白云源饮品有限公司、山西恒悦饮用水有限公司、广西中源山泉有限公司、中国检验检疫科学研究院、中国检验检疫科学研究院粤港澳大湾区研究院、中检科（北京）测试技术有限公司、检科测试集团有限公司、标管准家（北京）标准化服务中心。

本文件主要起草人：杨利军、乐粉鹏、张紫娟、

本文件为首次发布。

引 言

目前国家还没有相应的半高峰宽测定标准，本文件的提出，旨在统一规范目前市场上 ^{17}O -NMR半高峰宽的测定技术。

水质 ^{17}O -NMR 半高峰宽测定 核磁共振法

1 范围

本文件规定了采用核磁共振法测定水质 ^{17}O 半高峰宽的方法。
本文件适用于水质 ^{17}O 半高峰宽的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

HJ 493 水质采样 样品的保存和管理技术规定

HJ 494 水质 采样技术指导

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

^{17}O -NMR 波谱法

采用核磁共振波谱仪，样品中 ^{17}O 信号进行采集的方法

3.2

半高峰宽（FWHM, full width at half maximum intensity）

在核磁共振波谱图中， ^{17}O 信号峰强度的1/2处谱线宽度。

4 原理

任何一种光谱的吸收或者发射并不是出现在某一确定的频率，而是呈现了具有一定宽度的分布。光谱线的宽度用半极大强度处的全宽(FWHM, Full width at half maximum intensity)（在本文中简称为半高峰宽）来度量。核磁共振半高峰宽示意图见图1。

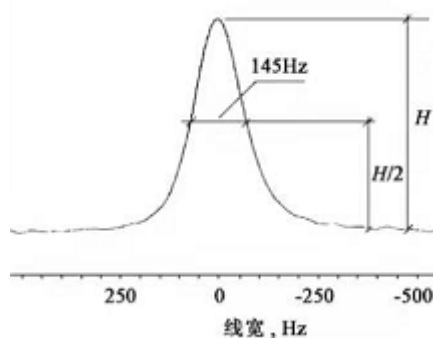


图1 核磁共振半高峰宽示意图

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

5.1 实验用水

二次蒸馏水或纯水设备制备的水；

5.2 重水： $99.9 \geq \text{atom}\% \text{D}$ ；

5.3 毛细管。

6 仪器和设备

6.1 配有 ^{17}O 或 OneProbe 探头的 400 MHz 以上，核磁共振波谱仪；

6.2 5mm 核磁管。

7 实验室环境要求

7.1 核磁共振波谱仪应远离电磁干扰。

7.2 实验室应远离大的压缩机、发电机、中央空调等机械设备。

7.3 实验室环境温度应控制在 17-25℃，湿度应控制在 30-70% 范围内。

8 样品采集和制备

8.1 水质的采集应具有代表性。

8.2 水质的采集和保存应符合 GB17378.3、HJ493 和 HJ494 的要求。

8.3 样品保存

样品运回实验室后，应于 4℃ 以下冷藏，避光和密封保存。

8.4 试样制备

将样品恢复至室温后，待测。

9 分析步骤

9.1 取 0.55 ml 样品加入核磁管内。

9.2 设定核磁共振分析参考条件：

- a) ^{17}O 共振频率: 67.77 MHz;
- b) 脉冲宽度: 5.7 us;
- c) 采样点数: 32768 复数点;
- d) 脉冲间隔: 1 s;
- e) 观测阶段对质子去耦;
- f) 检测温度: 25℃。

9.3 将样品放入核磁共振波谱仪内进行测定，保存检测结果。

9.4 结果计算

依据核磁共振波谱仪谱图，从谱图中直接得出。 ^{17}O 核磁共振波谱仪谱图示例见图2。

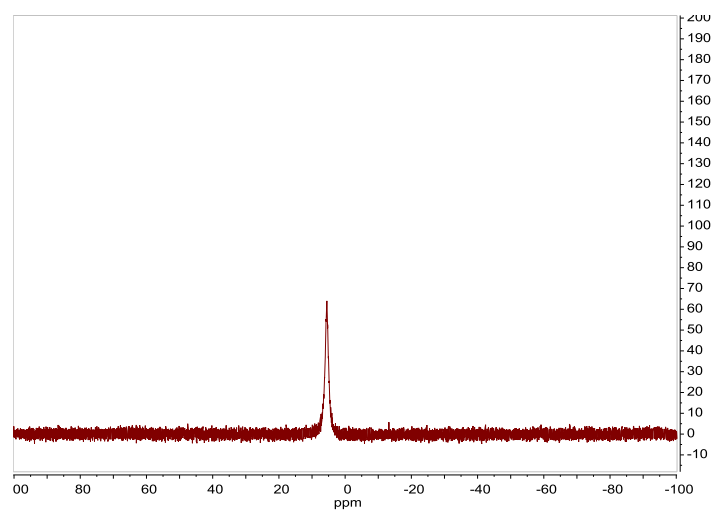


图2 ^{17}O 核磁共振波谱仪谱图示例

9.5 精密度

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15%。

10 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- 报告编号；
- 关于样品的详细说明；
- 使用仪器型号和实验条件；
- 试验结果；
- 试验日期。