用于水分子同位素（H_2O/HDO/D_2O）定量分析的理论浓度与ATR-FTIR光谱数据集

刘苗苗　刘 翔　秦懿琦　王建强　张林娟　静 超

（中国科学院上海应用物理研究所　上海 201800）

摘要　本研究旨在解决水分子同位素（H_2O、HDO、D_2O）定量难题，提供了理论含量计算方法，提出了基于衰减全反射-傅里叶变换红外光谱（Attenuated Total Reflection-Fourier Transform Infrared Spectroscopy，ATR-FTIR）的定量测试分析手段，利用约1 640 cm^{-1}、1 200 cm^{-1}、2 500 cm^{-1}特征峰测定H_2O、D_2O分子和O−D化学键含量，间接计算HDO分子含量。该测试分析技术不仅重复性好（5个浓度点3次重复测量的峰面积的相对标准偏差（Relative Standard Deviation，RSD）最大不超过7%）而且线性优异（三条峰面积-理论浓度校准曲线的拟合优度R^2均>0.99）。盲样测试中D_2O偏差为+4.0%，O−D键偏差+3.3%，H_2O偏差较大（−8.6%），推测受环境中水汽影响，后续可通过除空气措施改进。本研究突破了现有国家标准检测方法仅能检测O−D含量的局限，首次利用ATR-FTIR对三种分子的同步定量，现公开发布方法与数据集，填补该领域数据空白，为重水堆监测与氘代材料分析提供可靠支撑。

关键词　水分子同位素，HDO/D_2O区分，衰减全反射-傅里叶变换红外光谱，重水检测

中图分类号　O657.3，TL271

DOI: 10.3724/j.0253-3219.2026.hjs.49.250345　　**数据DOI:** 10.57760/sciencedb.hjs.00496

CSTR: 32193.14.hjs.CN31-1342/TL.2026.49.250345　　**数据CSTR:** 31253.11.sciencedb.hjs.00496

A dataset of theoretical concentrations and ATR-FTIR spectra for quantitative analysis of water isotopologues (H_2O, HDO, D_2O)

LIU Miaomiao　LIU Xiang　QIN Yiqi　WANG Jianqiang　ZHANG Linjuan　JING Chao

(*Shanghai Institute of Applied Physics*, *Chinese Academy of Sciences*, *Shanghai 201800*, *China*)

Abstract　**[Background]** The accurate molecular-level quantification of water isotopologues (H_2O, HDO, and D_2O) remains a significant analytical challenge in fields such as nuclear energy and materials science. Current standardized methods, including the Chinese National Standard GB/T 44647－2024, are limited to measuring total deuterium content using transmission-mode Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and cannot differentiate between HDO and D_2O molecules. This inability to distinguish individual species restricts advanced applications in heavy water reactor monitoring and deuterated material analysis. Although Attenuated Total Reflection-FTIR (ATR-FTIR)

中国科学院前瞻战略科技先导专项(No.XDA0400000)、中国科学院上海应用物理研究所育新计划(No.SINAP-YXJH-202302)、上海市科学仪器与化学试剂项目(No.24142202900)资助

第一作者：刘苗苗，女，1992年出生，2019年于华东理工大学获博士学位，研究领域为电化学储能机理及原位光谱分析技术

通信作者：静超，E-mail：chaojing@sinap.ac.cn

收稿日期：2025-09-10，修回日期：2025-10-13

Supported by the Strategic Priority Research Program of Chinese Academy of Sciences (No.XDA0400000), the Yuxin Program of Chinese Academy of Sciences (No.SINAP-YXJH-202302), and the Shanghai Scientific Instruments and Chemicals Project (No.24142202900)

First author: LIU Miaomiao, female, born in 1992, graduated from East China University of Science and Technology with a doctoral degree in 2019, focusing on elucidating electrocatalytic reaction mechanisms through spectroscopic analysis

Corresponding author: JING Chao, E-mail: chaojing@sinap.ac.cn

Received date: 2025-09-10, revised date: 2025-10-13

offers potential for in-situ and rapid analysis, a systematic methodology and public benchmark dataset for molecular-specific quantification are still lacking. **[Purpose]** This study aims to develop a robust quantitative method using ATR-FTIR spectroscopy to simultaneously discriminate and quantify H_2O, HDO, and D_2O molecules in heavy water samples. **[Methods]** A series of heavy water samples with varying initial D_2O concentrations were prepared as the research subjects. Spectra were collected using an ATR-FTIR spectrometer equipped with a diamond crystal under ambient temperature and constant pressure application to ensure optical contact and reproducibility. Then, three characteristic infrared absorption peaks, i. e., the H－O－H bending vibration (δ(H－O－H)) at about 1 640 cm^{-1} integrated to quantify H_2O, the D－O－D bending vibration (δ(D－O－D)) at about 1 200 cm^{-1} used for D_2O quantification, and the O−D stretching vibration (ν(O−D)) at about 2 500 cm^{-1} applied to determining the total O−D bond concentration, were selected for quantitative analysis. Finally, the HDO concentration was indirectly calculated using the stoichiometric relation, and each sample was measured in triplicate to evaluate repeatability. **[Results]** Measured results show that this method demonstrates high precision, with all peak area measurements exhibiting a relative standard deviation (RSD) of less than 7% across five concentration levels, and excellent linearity observed in the calibration curves for all three species, with coefficients of determination (R^2) exceeding 0.99. In blind testing, the deviation for D_2O quantification is +4.0%, and that for O－D bonds (directly related to HDO) is +3.3%. A larger deviation of −8.6% for quantification of H_2O may primarily be caused by interference from environmental moisture adsorption. **[Conclusions]** A novel, reliable, and practical ATR-FTIR-based method established in this study for the simultaneous quantification of H_2O, HDO, and D_2O, effectively overcomes the limitations of existing standards. The public release of the methodology and dataset provides a critical benchmark for future development of molecular-specific isotope analysis tools. These findings offer a valuable technical solution for real-time monitoring in nuclear reactors and precision detection in deuterated material research, with further improvements in H_2O accuracy expected through sample isolation techniques such as vacuum application.

Key words Water isotopologues, HDO/D_2O discrimination, Attenuated Total Reflection-Fourier Transform Infrared Spectroscopy (ATR-FTIR), Heavy water detection

水分子同位素包括轻水（H_2O）分子、氧化氘（D_2O）分子、半氘代水（HDO）分子，其精准分析对核能安全、新能源开发、环境监测及生物医学研究等领域具有关键意义。在核能工业中，重水堆运行与氘浓缩过程需实时监测同位素组成以保障安全与效率[1-2]；电解水制氢中的同位素分馏效应研究需以分子形态的精确区分为基础[3-6]；环境水文追踪依赖不同同位素形态的识别以解析水循环过程[7]；生物医学领域则需借助H/D交换反应的精准表征以揭示代谢机制[8]。然而，分析技术如质谱[9]、激光光谱[10]、X射线吸收谱[11]技术仍存在设备昂贵、样品处理复杂、轻（低原子序数）元素检测困难等局限。相比之下，傅里叶变换红外光谱（Fourier Transform Infrared Spectroscopy，FTIR）技术具有快速检测、样品无损及便携等优点[12]。

值得注意的是，现行国家标准《GB/T 44647－2024/ISO 23468：2021 重水同位素纯度的测定 傅里叶变换红外光谱法》[13]虽采用透射FTIR方法，但其仅通过O−D吸收峰测定总氘含量，无法区分HDO与D_2O分子形态，限制了其在分子水平诊断中的应用。近年来，衰减全反射红外光谱（Attenuated Total Reflection-FTIR，ATR-FTIR）技术因可规避透射法中高浓度样品信号饱和的难题而受到关注。Yang等[14]在研究论文中报道了基于ATR-FTIR技术定量分析H_2O、HDO、D_2O的可行性，但未系统验证其在多组分同步定量中的可靠性。

本研究构建了一个面向水分子同位素多组分同步定量分析的ATR-FTIR光谱与理论浓度数据集。通过采集不同浓度重水样品ATR-FTIR谱图，利用约1 640 cm^{-1}处的H−O−H弯曲振动（δ（H−O−H））峰面积定量H_2O分子浓度；利用约1 200 cm^{-1}处的D−O−D弯曲振动（δ（D−O−D））峰面积定量D_2O分子浓度；利用约2 500 cm^{-1}处的O−D伸缩振动（ν（O−D））峰面积定量总O−D键浓度，并据此间接计算出HDO分子浓度。数据生成过程重点关注以下三个核心环节：1）ATR-FTIR测试装置的结构设计与优化；2）不同初始浓度重水体系中几种分子理论浓度的精确计算；3）特征吸收峰的准确指认与谱学归属。通过建立峰面积与含量的定量校准曲线，实现了对未知样品中三种组分的同步测定。为评估数据质量，所有样品均进行三次独立测定，并通过计算相对标准偏差验证方法的精密度。本数据集系统提供了

不同初始重水浓度样品H_2O、HDO、D_2O、O−D质量分数和摩尔含量的计算方法，并建立了与红外光谱定量的精确对应关系，有效解决了传统方法无法区分HDO与D_2O分子的技术瓶颈，为开发分子特异性分析算法、验证化学计量学模型提供了可靠的数据基准，在重水堆监控、氘代化学与同位素示踪等领域具有重要应用价值。

1　数据采集和处理办法

1.1　实验试剂及设备

试剂材料：重水（D_2O，氘丰度99.9%，Adamas）；去离子水（实验室纯水机制备）；无水乙醇（Analytical Reagent，AR，泰坦）。仪器设备：傅里叶变换红外光谱仪（Bruker Vertex80，配置汞镉碲MCT检测器）、衰减全反射红外光谱测试附件（上海零露），ATR附件晶体为单次反射硒化锌ZnSe，顶角为45°，有效采样面积约为2 cm直径的圆形区域。测试期间，全程使用高纯干燥氮气（纯度≥99.999%）吹扫仪器光学系统和样品室，以消除环境中的水汽和CO_2干扰。

1.2　ATR衰减全反射红外吸收测试装置设计

测试系统主要包括傅里叶变换红外光谱仪及不同测试模式的样品室（图1）。本文件采用ATR模式测试装置，干涉光经反射镜导入ATR晶体，发生衰减全反射作用后，再经反射镜汇聚至检测器。相比之下，现行国标GB/T 44647－2024所采用的是透射模式测试装置，该方法将重水样品夹于两片CaF_2窗片之间，通过测定透射红外信号实现分析。透射池中样品厚度通常为微米至毫米级别（取决于垫片厚度），难以实现超薄液层控制，因此，易因样品过厚导致吸收峰饱和，尤其在O−H伸缩振动区域信号失真风险较高。

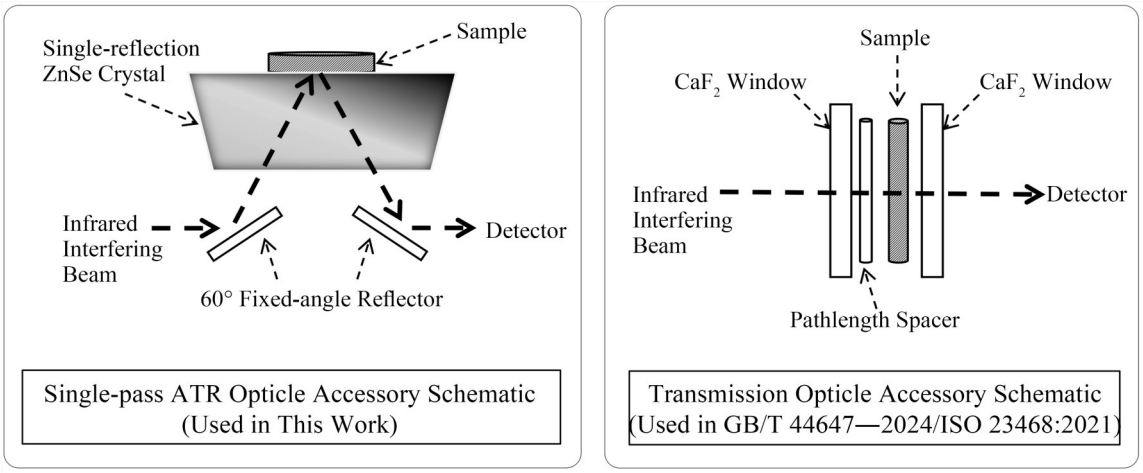

图1　ATR衰减全反射模式、透射模式的红外测试装置示意图
Fig.1　Schematic comparison of the infrared spectroscopy setups in the ATR and transmission mode

1.3　不同浓度（初始溶液中D_2O的质量分数）重水溶液的配置方法

根据GB/T 44647－2024[13]配置不同浓度的重水溶液，使用高浓度重水（D，99.9%质量分数：每100 g溶液含99.9 g D_2O）、除盐轻水配置，按照式（1）计算低浓度重水溶液的重水初始浓度（质量分数）：

$$c_r=\frac{c_D\times\omega_D+c_H\times\omega_H}{\omega_D+\omega_H} \tag{1}$$

式中：c_r为低浓度溶液的目标浓度，wt%；c_D为高浓度重水的浓度，wt%；c_H为除盐轻水的浓度，自然丰度数值约为0.017wt%；ω_D为称取的高浓度重水的质量，g；ω_H为称取的除盐轻水质量，g。

1.4　H_2O、HDO、D_2O分子和O−D化学键理论含量的计算方法

重水样品配置后，静置24 h，同位素交换反应式（2）达到平衡。

$$H_2O+D_2O\Leftrightarrow 2HDO \tag{2}$$

根据同位素交换反应原理，平衡时几种分子的质量分数（w[HDO]，wt%）符合式（3），计算可得的理论值：

$$w[HDO]=2\sqrt{w[H_2O]\times w[D_2O]_{wt\%}}\times\frac{\sqrt{M_{H_2O}M_{D_2O}}}{M_{HDO}} \tag{3}$$

其中：M_{H_2O}=18.02，M_{HDO}=19.02，M_{D_2O}=20.02，因此，

$\frac{\sqrt{M_{H_2O}M_{D_2O}}}{M_{HDO}}$约为0.998 6。

1）初始假设：D全部以D_2O形式存在，初始w（wt%）：[D_2O]=c，[H_2O]=100%−c，[HDO]=0%；

2）平衡后：x=w[H_2O]；y=w[HDO]；z=w[D_2O]，根据平衡公式和守恒条件，x、y、z需满足下面公式：

$$y = 2\sqrt{xz} \times 0.998\,6 \tag{4}$$

$$x + y + z = 100 \tag{5}$$

$$2\frac{z}{20.02} + \frac{y}{19.02} = 2 \times \frac{c}{20.02} \tag{6}$$

$$z < c \tag{7}$$

$$x < 100 - c \tag{8}$$

由于红外光谱遵循朗伯-比尔定律（Beer-Lambert Law）——式（9），该定律表明，在特定波长下，吸光度与物质的量浓度呈线性关系：

$$A = \epsilon \times c \times l \tag{9}$$

式中：A为吸光度；ϵ为摩尔吸光系数，L·mol^{-1}·cm^{-1}；c为物质的量浓度，mol·L^{-1}；l为光程长度，cm。

在本实验中，所有样品测试时量取的体积、与晶体接触的面积是相同且固定的。当体积相同时，红外吸收峰的峰面积（反映吸光度A的强度）与物质的量（n）成正比，可用于物质的定性或半定量比较。

因此，在获得各组分的质量分数后，设定样品总质量为100 g，其中含H_2O x g、HDO y g、D_2O z g。将其分别除以相应的摩尔质量（H_2O：18.02 g·mol^{-1}，HDO：19.02 g·mol^{-1}，D_2O：20.02 g·mol^{-1}），可计算出100 g样品中H_2O、HDO和D_2O的摩尔数分别为式（10~12）：

$$n_{H_2O} = \frac{x}{18.02} \tag{10}$$

$$n_{HDO} = \frac{y}{19.02} \tag{11}$$

$$n_{D_2O} = \frac{z}{20.02} \tag{12}$$

此时，样品中总O−D键的摩尔数为式（13）：

$$n_{O-D} = n_{HDO} + 2 \times n_{D_2O} \tag{13}$$

基于以上推理，后续将建立红外特征吸收峰面积与100 g样品中各组分的摩尔数的线性定量模型。

1.5 H_2O、HDO、D_2O三种分子红外吸收特征峰选择

根据文献，三种水分子同位素在中红外区域（1 000~4 000 cm^{-1}波数）具有不同的红外光吸收特征峰。如表1分析[14-16]，选取了三个特征红外吸收峰作为定量依据：利用约1 640 cm^{-1}处的H−O−H弯曲振动（δ（H−O−H））峰面积定量H_2O分子浓度；利用约1 200 cm^{-1}处的D−O−D弯曲振动（δ（D−O−D））峰面积定量D_2O分子浓度；利用约2 500 cm^{-1}处的O−D伸缩振动（ν（O−D））峰面积定量总O−D键浓度，并据此间接计算出HDO分子浓度。

表1 H_2O、HDO、D_2O分子红外吸收峰及对应特点

Table 1 Characteristic infrared absorption peaks and spectral features of H_2O, HDO, and D_2O molecules

分子 Molecule	吸收峰 Absorption peak / cm	振动模式 Vibration mode	峰形特点 Peak characteristics
H_2O	3 400	O−H伸缩振动（ν(O−H)） O−H stretching vibration	液态H_2O主峰，宽而强Strong and broad band, main peak for liquid H_2O
	1 640	H−O−H弯曲振动（δ(H−O−H)） H−O−H bending vibration	中等强度，较尖锐 Medium intensity, relatively sharp
HDO	2 500~2 700	O−D伸缩振动（ν(O−D)） O−D stretching vibration	比D_2O的O−D峰略窄，D_2O、HDO该峰几乎重叠，难区分 Narrower than D_2O's ν(O—D) band, heavily overlaps with D_2O, difficult to distinguish
	1 450~1 500	H−O−D弯曲振动（δ(H−O−D)） H−O−D bending vibration	中等强度，较尖锐 Medium intensity, relatively sharp
	~3 700	游离O−H伸缩振动（ν(O−H)） Free O−H stretching vibration	弱（仅微量H_2O共存时出现） Weak (appears only when trace H_2O is present)
D_2O	~2 500	O−D伸缩振动（ν(O−D)） O−D stretching vibration	液态D_2O主峰，宽而强Strong and broad band, main peak for liquid D_2O
	~1 200	D−O−D弯曲振动（δ(D−O−D)） D−O−D bending vibration	中等强度，较尖锐 Medium intensity, relatively sharp

1.6 数据集采集步骤

1）参见本文§1.3配置不同浓度的重水溶液作为标样；参见本文§1.4计算同位素交换平衡后的物质的理论浓度（质量分数、100 g样品中的摩尔数）。

2）使用ATR-FTIR方法测试系列标样：组装使用60°固定角、单次反射的ZnSe晶体的ATR衰减全反射红外吸收光谱光路附件，并将该附件装配到红

外光谱仪仪器的样品室中；设置测试参数：光谱范围1 000~4 000 cm^{-1}，分辨率4 cm^{-1}，扫描次数32，点击测量背景谱图，采集未滴样品（大气环境）的红外吸收谱图作为背景；使用移液枪量取20 μL样品，滴在晶体中间；使用未滴样品的红外吸收谱图作为背景，点击测量样品谱图，获得样品红外吸收谱数据。

3）制作校准曲线：将已知H_2O、HDO、D_2O理论含量的重水样品的特征峰的面积进行积分（约1 640 cm^{-1}、1 200 cm^{-1}、2 500 cm^{-1}三个红外吸收峰），以x为特征峰面积数值、y为浓度（即含量/质量分数）作图，制得三条特征峰定量校准曲线。

4）测试未知氘含量的盲样，步骤同2）。

5）将盲样的约1 640 cm^{-1}、1 200 cm^{-1}、2 500 cm^{-1}三个红外吸收峰峰面积分别带入三条特征峰定量校准曲线，读取H_2O、D_2O、O−D物质的浓度（质量分数、100 g样品中的摩尔数）。

2 数据及数据描述

2.1 H_2O、HDO、D_2O分子和O−D化学键理论含量数据表

根据本文§1.4可得不同浓度重水样品平衡时HDO、H_2O、D_2O三种分子的质量分数。如表2所示，当初始w[D_2O]是80 wt%、85 wt%、90 wt%、95 wt%时，x的理论值是一个极小的正数，说明同位素交换平衡后样品中H_2O的浓度可忽略不计，趋近于0。当初始w[D_2O]低于35 wt%时，平衡后w[D_2O]低于10 wt%，利用ATR-FTIR方法很难分辨出来，因此，本研究测试区间为初始w[D_2O]为35~70 wt%。

2.2 已知浓度样品：ATR-FTIR光谱图；水同位素分子含量理论值、特征峰面积积分、平均值和偏差以及精度等的数据汇总表

依照前述方法，配制初始D_2O质量分数为33.35%、42.62%、52.31%、61.40%、68.47%的重水。该组样品的红外吸收谱图如图2所示。位于约1 640 cm^{-1}、1 450 cm^{-1}和1 200 cm^{-1}的吸收峰分别是H−O−H、H−O−D和D−O−D的弯曲振动，分别归属于H_2O、HDO和D_2O分子。位于约3 400 cm^{-1}、2 500 cm^{-1}的吸收峰分别是O−H、O−D的伸缩振动，特征峰强度随初始D_2O浓度变化而分别发生降低、升高的改变，是D元素含量增加的辅助证据。

根据本文§1.4计算了该组样品在同位素交换平衡后的物质的理论浓度（质量分数、100 g样品中的摩尔数），计算结果如表3所示。为了方便后续校准曲线的绘制，将表3中的H_2O、HDO、D_2O物质理论计

表2 不同浓度重水样品在平衡态时H_2O、HDO与D_2O的质量分数

Table 2 Mass fractions of H_2O, HDO, and D_2O in heavy water samples at equilibrium with different concentrations

初始Inital w[D_2O] / wt%	w[H_2O] / wt%	w[HDO] / wt%	w[D_2O] / wt%
5.0	90.226	9.548	0.226
10.0	80.903	18.194	0.903
15.0	72.031	25.938	2.031
20.0	63.61	32.78	3.61
25.0	55.639	38.722	5.639
30.0	48.119	43.762	8.119
35.0	41.05	47.90	11.05
40.0	34.432	51.136	14.432
45.0	28.265	53.47	18.265
50.0	22.55	54.90	22.55
55.0	17.286	55.428	27.286
60.0	12.473	55.054	32.473
65.0	8.112	53.776	38.112
70.0	4.202	51.596	44.202
75.0	0.743	48.514	50.743
80.0	0.000*	44.721	55.279
85.0	0.000*	40.000	60.000
90.0	0.000*	34.641	65.359
95.0	0.000*	28.284	71.716
100.0	0	0	100.000

注：*在c=80, 85, 90, 95时，x的值是一个极小的正数（例如c=80时x≈7.7×10^{-9}），在表格中显示为0.000*以表示其物理含义（H_2O浓度可忽略不计）

Note: When c=80, 85, 90, and 95, the value of x is a very small positive number (e.g., x≈7.7×10^{-9} for c=80). These values are displayed as "0.000" in the table to indicate that the concentration of H_2O is negligible

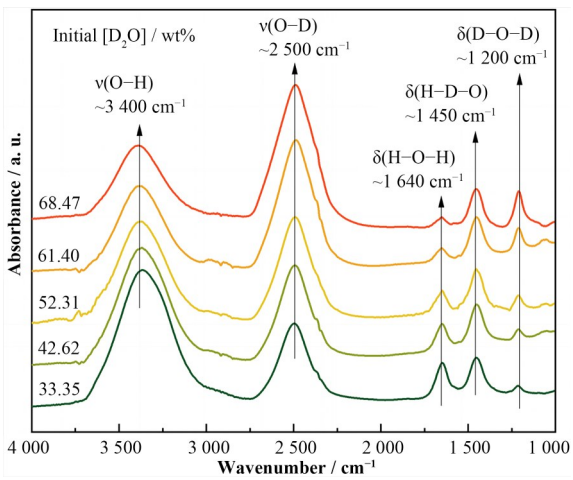

图2 不同浓度的重水溶液的红外吸收谱图（彩图见网络版）

Fig.2 Infrared absorption spectra of heavy water solutions at different concentrations (color online)

表3　重水样品在平衡态时H_2O、HDO、D_2O、O−D的理论含量

Table 3　Theoretical content of H_2O, HDO, D_2O, and O−D in heavy water samples at equilibrium state

初始重水浓度Inital w[D_2O] / wt%	质量分数（w） Mass fraction / wt%			100 g样品中的摩尔数 Amount of substance in 100 g sample / mol			
	H_2O	HDO	D_2O	H_2O	HDO	D_2O	O−D
33.35	44.52	45.85	9.63	2.47	2.41	0.48	3.37
42.62	31.21	52.36	16.43	1.73	2.75	0.82	4.39
52.31	19.83	55.20	24.97	1.10	2.90	1.25	5.40
61.40	10.18	54.46	35.36	0.56	2.86	1.77	6.40
68.47	6.17	52.58	41.25	0.34	2.76	2.06	6.89

算得到的摩尔填入表4中“100 g样品中的摩尔数”列所示。为确保数据采集方法的重复性与可靠性，对该系列梯度浓度样品进行了三次独立测试（分别标记为#1、#2、#3）。对所得红外吸收光谱中δ（H−O−H）、δ（D−O−D）和ν（O−D）三种红外吸收峰面积分别进行积分，数值如表4“峰面积”列所示。进一步，计算三次重复实验数据的平均值、标准偏差及相对标准偏差（Relative Standard Deviation，RSD，%）。该技术重复性良好（5个浓度点3次重复测量的峰面积的相对标准偏差RSD最大不超过7%）。

根据表4中最后两列的峰面积平均值与物质理论含量数据，以特征峰面积（x）对理论含量（y）进行线性拟合，绘制得到H_2O、D_2O与O−D三种组分的定量校准曲线，如图3~5所示。对应于H_2O分子约1 640 cm^{-1}特征峰，其面积与理论含量之间的线性拟合优度R^2=0.993 85；D_2O分子在约1 200 cm^{-1}处的特征峰面积与理论含量间拟合优度R^2=0.993 33；而O−D键在约2 500 cm^{-1}处的特征峰表现出更为优秀的线性关系，R^2=0.999 31。拟合结果表明，特征吸收峰面积与对应分子浓度之间呈现良好线性关系。

2.3　未知浓度样品：ATR-FTIR光谱特征峰面积积分、带入校准曲线计算得到的水同位素分子含量、平均值和偏差以及精度等的数据汇总表

依照前述实验方法，将高浓度重水样品与除盐水随机混合，制备了已知浓度的盲样，并采用与标准样品完全一致的测试条件采集了其红外吸收光谱。为评估方法的重复性，对盲样样品独立进行三次测试（分别记为#1、#2、#3）。对所得光谱中位于约1 640 cm^{-1}、1 200 cm^{-1}及2 500 cm^{-1}处的特征峰进行积分，获得的峰面积数据列于表5的“峰面积”列中。将这些峰面积的平均值分别代入相应分子（H_2O、D_2O、O−D）的校准曲线（图3~5），计算物质的含量—表5“校准曲线求得浓度（100 g样品中的摩尔数）”列。进一步，对三次重复测试得到的峰面积进行统

表4　H_2O、D_2O和O−D特征峰面积积分结果

Table 4　Integrated peak areas of characteristic absorption bands for H_2O, D_2O, and O−D

初始Inital w[D_2O] / wt%	物质Substance	红外吸收特征峰Characteristic IR absorption bands and their positions	峰面积Peak area / cm^{-1}						100 g样品中的摩尔数 Amount of substance in 100 g sample / mol
			#1	#2	#3	Standard deviation	RSD / %	Average	
33.35	H_2O	δ(H−O−H)	2.01	2.02	1.99	0.02	0.89	2.01	2.47
	D_2O	δ(D−O−D)	0.24	0.22	0.21	0.02	6.80	0.22	0.48
	O−D	ν(O−D)	12.46	13.25	13.23	0.45	3.48	12.98	3.37
42.62	H_2O	δ(H−O−H)	1.47	1.47	1.48	0.00	0.27	1.47	1.73
	D_2O	δ(D−O−D)	0.35	0.36	0.36	0.01	1.79	0.36	0.82
	O−D	ν(O−D)	16.98	16.94	17.35	0.23	1.34	17.09	4.39
52.31	H_2O	δ(H−O−H)	1.07	1.02	1.07	0.03	2.85	1.05	1.10
	D_2O	δ(D−O−D)	0.66	0.63	0.70	0.03	4.99	0.66	1.25
	O−D	ν(O−D)	20.37	20.63	21.15	0.40	1.93	20.72	5.40
61.4	H_2O	δ(H−O−H)	0.74	0.73	0.73	0.00	0.61	0.73	0.56
	D_2O	δ(D−O−D)	0.97	0.96	1.01	0.02	2.38	0.98	1.77
	O−D	ν(O−D)	25.11	24.93	25.09	0.10	0.40	25.04	6.40
68.47	H_2O	δ(H−O−H)	0.41	0.47	0.44	0.03	6.68	0.44	0.34
	D_2O	δ(D−O−D)	1.28	1.25	1.14	0.07	5.93	1.22	2.06
	O−D	ν(O−D)	26.05	27.55	27.02	0.76	2.83	26.87	6.89

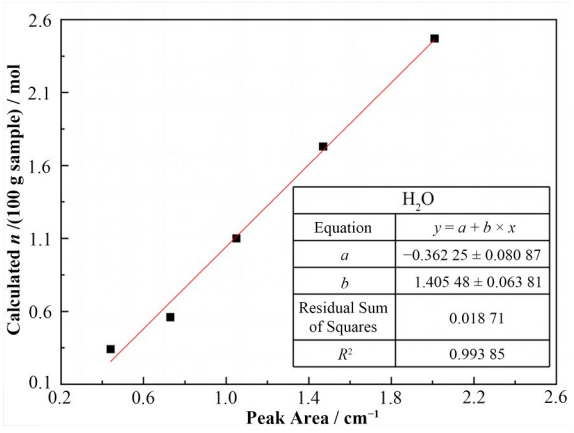

图3 H_2O分子的特征峰面积平均值—理论摩尔含量的校准曲线

Fig.3 Calibration curve of theoretical molar content versus average characteristic peak area for H_2O molecule

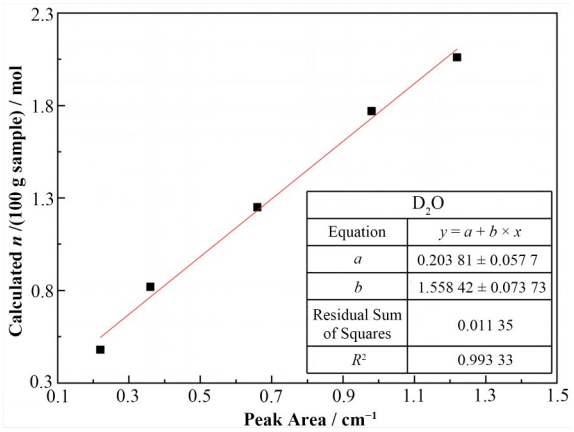

图4 D_2O分子的特征峰面积平均值—理论摩尔含量的校准曲线

Fig.4 Calibration curve of theoretical molar content versus average characteristic peak area for D_2O molecule

计分析，计算其平均值、标准差及精密度RSD。最大RSD仍小于7%，显示出可接受的重复性水平。

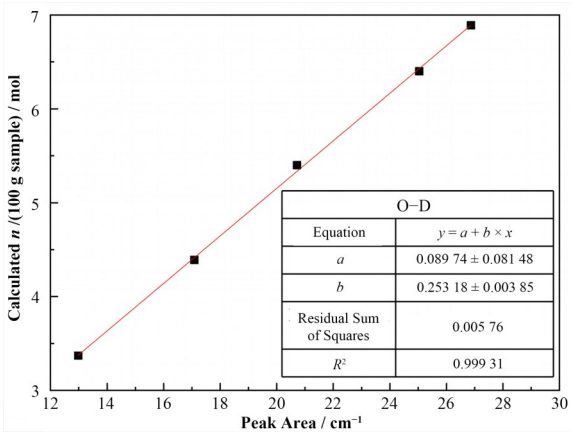

图5 O−D化学键的特征峰面积平均值—理论摩尔含量的校准曲线

Fig.5 Calibration curve of theoretical molar content versus average characteristic peak area for O−D chemical bonds

通过制备已知浓度的标准物质，测试其红外吸收光谱，制作红外吸收特征峰面积、摩尔数的校准曲线。测试盲样的红外吸收光谱，根据其红外吸收特征峰面积，带入校准曲线，计算H_2O分子、D_2O分子、O−D键的摩尔数。本文制备了初始D_2O质量分数为49.54 wt%的样品作为盲样，利用上述方法测得的H_2O分子、D_2O分子、O−D键的摩尔数分别为1.27、1.05、5.06，而理论计算得到的H_2O分子、D_2O分子、O−D键的摩尔数分别为1.39、1.01、4.9。盲样测试发现，本研究提出的分析方法，对于D_2O分子测量结果优秀（偏差：+4.0%），对于O−D键测量结果良好（偏差：+3.3%），对于H_2O分子测量结果偏差较大（−8.6%）可能的主要误差来源于水汽干扰。通过一些改进措施可以进一步提升精度。比如：1）严格干燥系统，在测试过程中，使用干燥的氮气或空气吹扫样品室和光学系统，最大限度降低水蒸气干扰；2）实验室严格控温，减少温度变化引起的光谱基线漂移和峰位移动。

表5 盲样红外特征峰定量分析H_2O、D_2O和O−D含量的结果

Table 5 Quantitative analysis of H_2O, D_2O, and O−D content in blind samples based on infrared characteristic peak

盲样初始 Blind sample inital $w[D_2O]$ / wt%	物质 Substance	峰面积 Peak area / cm^{-1} #1	#2	#3	标准差 Standard deviation	RSD / %	平均值 Average	校准曲线求得浓度（100 g样品中摩尔数） Amount of substance in 100 g sample derived from calibration curve / mol	理论计算浓度（100 g样品中摩尔数） Amount of substance in 100 g sample calculated / mol	偏差 Deviation / %
49.54	H_2O	1.19	1.12	1.17	0.03	3.01	1.16	1.27	1.39	−8.6
	D_2O	0.52	0.49	0.56	0.04	6.70	0.52	1.05	1.01	+4.0
	O−D	20.01	19.24	19.62	0.39	1.96	19.62	5.06	4.90	+3.3

3 数据质量控制和评估

为保障本数据集的可靠性、准确性与可重用性，本研究在数据生成的各个环节实施了严格的质量控制措施，并进行了系统的评估。

1）数据生成过程的质量控制

样品制备：所有重水样品均采用高纯度试剂（D_2O，99.9%；去离子水）配制，并使用百万分之一分析天平（精度0.01 mg）进行精确称量，以确保初始浓度的准确性。

测量条件标准化：所有光谱数据均在固定的仪器参数下采集（分辨率：4 cm^{-1}，扫描次数：32次，扫描范围：4 000~1 000 cm^{-1}），确保数据一致性和可比性。每次测试前均进行背景扫描，以消除环境干扰。

检测范围：对于D_2O分子，其定量基于约1 200 cm^{-1}处的δ（D−O−D）特征峰。根据信噪比（*S*/*N*=3）估算，本实验系统对D_2O的检测限约为质量分数5%。当平衡后D_2O浓度低于10%时，其特征峰面积较小，重复测量波动性显著增大（RSD>10%），鉴于此原因，本研究将有效的物质定量下限定为H_2O、D_2O、HDO三种水同位素分子的质量分数约为10 wt%，对应重水样品的初始D_2O物质的质量分数约为35 wt%。

重复性试验：每个浓度水平的样品均进行三次独立重复测量（*n*=3），以评估方法的精密度。

2）数据质量评估指标与结果

数据集的质量通过以下指标进行定量评估。

精密度：计算三次重复测量峰面积值的RSD。对于主要组分（H_2O，HDO，D_2O），绝大多数浓度点的RSD<5%；低浓度组分（质量分数<1 wt%），RSD控制在7%以内，符合微量分析的可接受标准。

准确性：通过盲样回收率实验进行评估。使用未参与校准曲线构建的未知浓度样品进行测定，其计算浓度与理论浓度的相对偏差在10%之间，表明方法具有较高的准确性。

线性关系：通过各组分校准曲线的决定系数（R^2）评估。H_2O、HDO和D_2O在各自线性范围内的R^2值均大于0.99，表明峰面积与浓度之间存在良好的线性关系，满足定量分析要求。

特异性：通过分析特征吸收峰的分离度和峰形进行评估。结果表明，各特征峰分离良好，无明显重叠干扰，确保了指认和积分的准确性。

通过上述质量控制措施和系统评估，本数据集具有高度的可靠性、良好的精密度与准确性，能够为水分子同位素的精准定量分析提供有效的数据支撑。

4 数据价值

本数据集的核心价值在于其高度的可重用性与可靠性。一方面，数据集系统构建了重水体系中H_2O、HDO和D_2O分子在氢-氘交换平衡态下的理论浓度与ATR-FTIR光谱间的定量对应关系，为水分子同位素的精准鉴别和同步分析提供了关键的数据基准；另一方面，数据具有较高的重现性、准确性，可直接支持重水堆安全监控、氘代化学反应动力学研究与同位素示踪等领域的定量分析，为核能、化学及生命科学等领域的研究提供了一种高效、无损的数据驱动型分析工具。

作者贡献声明 刘苗苗、刘翔、秦懿琦负责实验的完成，负责文章的起草、撰写和修改工作；王建强、张林娟负责实验主体设计以及实验指导，负责文章审阅和修改；静超负责实验指导和文章的审阅和修改。

参考文献

1 Dileep B N, Ravi P M, Sangamesh M, *et al*. An advanced method for quick detection of heavy water leak in steam generators of pressurized heavy water reactors[J]. Nuclear Engineering and Design, 2020, **359**: 110447. DOI: 10.1016/j.nucengdes.2019.110447.

2 Dileep B, Mana R, Nerugundi K, *et al*. A new method for D_2O to H_2O leak detection and identification of leaky heat exchanger in PHWR by Cerenkov photon counting technique[J]. Nuclear Technology and Radiation Protection, 2018, **33**(4): 325 – 333. DOI: 10.2298/ntrp180606012d.

3 Rebollar L, Intikhab S, Snyder J D, *et al*. Kinetic isotope effects quantify pH-sensitive water dynamics at the Pt electrode interface[J]. The Journal of Physical Chemistry Letters, 2020, **11**(6): 2308 – 2313. DOI: 10.1021/acs.jpclett.0c00185.

4 Zhang J G, Zhang C Y, Wang M, *et al*. Isotopic labelling of water reveals the hydrogen transfer route in electrochemical CO_2 reduction[J]. Nature Chemistry, 2025, **17**(3): 334 – 343. DOI: 10.1038/s41557-024-01721-8.

5 夏梓汀, 张宇轩, 王建强, 等. 用于可逆固体氧化物燃料电池的新型B位高熵空气电极材料[J]. 核技术, 2025, **48**(6): 060009. DOI: 10.11889/j. 0253-3219.2025. hjs. 48. 250078. CSTR: 32193.14. hjs. CN31-1342/TL. 2025.48. 250078.

XIA Ziting, ZHANG Yuxuan, WANG Jianqiang, *et al*. Novel B-site high-entropy air electrode material for

reversible solid oxide fuel cells[J]. Nuclear Techniques, 2025, **48**(6): 060009. DOI: 10.11889/j. 0253-3219.2025.hjs.48.250078. CSTR: 32193.14.hjs.CN31-1342/TL.2025.48.250078.

6 雷金勇, 黄旭锐, 崔景赠, 等. 双钙钛矿氧化物中B位掺杂对固体氧化物燃料电池性能的影响[J]. 核技术, 2023, **46**(6): 060502. DOI: 10.11889/j. 0253-3219.2023. hjs. 46.060502.
LEI Jinyong, HUANG Xurui, CUI Jingzeng, *et al*. B-site doping effect of double perovskite for cathodes of solid oxide fuel cells[J]. Nuclear Techniques, 2023, **46**(6): 060502. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2023.hjs.46.060502.

7 Liu J M, Ding J L, Wang J J, *et al*. Predicting the isotopic composition of precipitation in China via interpretable machine learning techniques[J]. Journal of Hydrology, 2025, **663**: 134190. DOI: 10.1016/j.jhydrol.2025.134190.

8 Gant T G. Using deuterium in drug discovery: leaving the label in the drug[J]. Journal of Medicinal Chemistry, 2014, **57**(9): 3595–3611. DOI: 10.1021/jm4007998.

9 Huang J Y, Zuo Q N, Wang X L, *et al*. Real-time detection of gaseous isotopic water molecules via photoinduced associative ionization mass spectrometry: Direct identification realized by distinctive mass spectrum patterns[J]. Talanta, 2025, **286**: 127481. DOI: 10.1016/j.talanta.2024.127481.

10 Gupta A, Prasad S, Prabhu S A, *et al*. Laser based technique for monitoring heavy water leaks in nuclear reactors: performance validation with conventional techniques[J]. Journal of Instrumentation, 2020, **15**(3): P03018. DOI: 10.1088/1748-0221/15/03/p03018.

11 樊亚磊, 周靖, 胡志伟, 等. 3d过渡金属软X射线吸收谱学的理论计算进展[J]. 核技术, 2024, **47**(4): 040001. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2024.hjs.47.040001.
FAN Yalei, ZHOU Jing, HU Zhiwei, *et al*. Progress in theoretical calculation of soft X-ray absorption spectroscopy of 3d transition metals[J]. Nuclear Techniques, 2024, **47**(4): 040001. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2024.hjs.47.040001.

12 Choi S Y, Choo J, Chung H, *et al*. Feasibility of Fourier Transform (FT) Infrared spectroscopy for monitoring heavy water concentration in pressurized heavy water reactor[J]. Vibrational Spectroscopy, 2003, **31**(2): 251–256. DOI: 10.1016/S0924-2031(03)00016-X.

13 国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. 重水同位素纯度的测定 傅里叶变换红外光谱法: GB/T 44647—2024[S]. 北京: 中国标准出版社, 2024.
State Administration for Market Regulation, Standardization Administration of the People's Republic of China. Determination of heavy water isotopic purity—Fourier transform infrared spectrometry: GB/T 44647—2024[S]. Beijing: Standards Press of China, 2024.

14 Yang D K, Wegrzynowski N, Szczepanska A, *et al*. Rapid identification of hydrogen isotopes in water mixtures by FTIR spectroscopy[J]. ACS Omega, 2025, **10**: 25801–25809. DOI: 10.1021/acsomega.5c01180.

15 Max J J, Chapados C. Isotope effects in liquid water by infrared spectroscopy. III. H_2O and D_2O spectra from 6 000 to 0 cm^{-1}[J]. Journal of Chemical Physics, 2009, **131**(18): 184505. DOI: 10.1063/1.3258646.

16 Belhadj H, Hakki A, Robertson P K J, *et al*. In situ ATR-FTIR study of H_2O and D_2O adsorption on TiO_2 under UV irradiation[J]. Physical Chemistry Chemical Physics, 2015, **17**(35): 22940–22946. DOI: 10.1039/c5cp03947a.