ICS 73.080
CCS D59

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0184.25—202X
代替 DZ/T 0184.21-1997

地质样品同位素分析方法 第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法

Methods for isotope analysis of geological samples—Part 25: Determination of oxygen isotopic composition in natural water—Carbon dioxide-water equilibration-Isotope Ratio Mass Spectrometry

（报批稿）

202X－XX－XX 发布　　202X－XX－XX 实施

中华人民共和国自然资源部　　发 布

目　　次

前言 II
引言 IV
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　术语和定义 1
4　方法原理 1
5　试剂和材料 1
6　仪器设备 2
7　分析步骤 2
7.1　准备工作 2
7.2　样品分析步骤 3
8　分析结果的表述和计算 3
8.1　分析结果的表述 3
8.2　分析结果的计算 4
9　精密度 4
10　质量保证和控制 4
附录 A（资料性）　玻璃真空系统示意图 6
附录 B（资料性）　分析质量监控 7

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》和GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件为DZ/T 0184-202X的第25部分。DZ/T 0184已经发布了以下部分：

——第1部分：总则和一般规定；
——第2部分：锆石 铀-铅体系同位素年龄测定 热电离质谱法；
——第3部分：锆石 微区原位铀-铅年龄测定 激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法；
——第4部分：地质样品 钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值测定 热电离质谱法；
——第5部分：地质样品 铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值测定 热电离质谱法；
——第6部分：脉石英 铷-锶体系同位素年龄测定 热电离质谱法；
——第7部分：辉钼矿 铼-锇体系同位素年龄测定 电感耦合等离子体质谱法；
——第8部分：地质样品 钾-氩体系同位素年龄测定 熔炉法；
——第9部分：地质样品 氩-氩同位素年龄及氩同位素比值测定 熔炉法；
——第10部分：地质样品 碳-14地质年龄测定 液闪能谱法；
——第11部分：碳酸盐岩 铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值测定　α能谱法；
——第12部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 α能谱法；
——第13部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 γ能谱法；
——第14部分：沉积物 铯-137地质年龄测定 γ能谱法；
——第15部分：地质样品 铅同位素组成测定 热电离质谱法；
——第16部分：地质样品 铅同位素组成测定 多接收电感耦合等离子体质谱法；
——第17部分：岩石 锇同位素组成测定 负热电离质谱法；
——第18部分：锆石 微区原位铪同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法；
——第19部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法；
——第20部分：硫酸盐矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法；
——第21部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 六氟化硫法；
——第22部分：地质样品 硅同位素组成测定 四氟化硅法；
——第23部分：硅酸盐和氧化物矿物 氧同位素组成测定　五氟化溴法；
——第24部分：水和非含氧矿物包裹体水 氧同位素组成测定 五氟化溴法；
——第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法；
——第26部分：水 氧同位素组成测定 连续流水平衡法；
——第27部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第28部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 磷酸法；
——第29部分：微量碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第30部分：水中溶解无机碳 碳同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第31部分：水中颗粒有机碳 碳同位素组成测定 连续流燃烧法；
——第32部分：水中溶解有机碳 碳同位素组成测定 燃烧法；
——第33部分：天然气单体烃 碳同位素组成测定 连续流燃烧法；
——第34部分：水和含氢矿物 氢同位素组成测定 锌还原法；
——第35部分：水 氢同位素组成测定 连续流水平衡法；
——第36部分：水 氢氧同位素组成测定 激光光谱法；
——第37部分：富硼矿物 微区原位硼同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替 DZ/T 0184.21—1997《同位素地质样品分析方法 第 21 部分：天然水中氧同位素的二氧化碳——水平衡法测定》，与 DZ/T 0184.21—1997 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 文件名称改为“地质样品同位素分析方法 第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法”（见名称，1997年版的名称）；
b) 增加了“前言”、“引言”和“警示”（见前言、引言、警示）；
c) 将“主题内容与适用范围”改为“范围”，更改了其适用范围（见第1章，1997年版的第1章）；
d) 增加了“规范性引用文件”、“术语和定义”（见第2章、第3章）；
e) 将“方法提要”改为“方法原理”，更改了“方法原理”内容（见第4章，1997年版的第2章）；
f) 对“试剂和材料”内容重新排序，删除了实验室常规使用材料，增加了试剂警示内容（见第5章，1997年版的第3章）；
g) 将“仪器设备与装置”改为“仪器设备”，对其内容重新排序，删除了实验室常规使用设备（见第6章，1997年版的第4章）；
h) 更改了“分析结果的表述”和“分析结果的计算” 内容（见8.1、8.2，1997年版的6.1、6.2），增加了“双标准法”计算（见8.2.2），删除了“氧同位素的校正计算”（见1997年版的6.3）；
i) 将“重复性和再现性”改为“精密度”，重新评估了方法精密度（见第9章，1997年版的第7章）；
j) 增加了“质量保证和控制”（见第10章）；
k) 更改了“分析质量监控”，增加了用于质量控制的标准物质（见附录B，1997年版的附录B）；

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC 93）归口。

本文件起草单位：中国地质调查局武汉地质调查中心。

本文件主要起草人：蔡应雄、韩友科、杨红梅、段瑞春。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1997年首次发布为DZ/T 0184.21-1997；

——本次为第一次修订。

引　言

运用地质样品同位素分析方法行业标准，严格规范分析技术要求，提交客观、可靠的同位素测试数据，是地质调查和地球科学研究工作可持续发展的重要保证。现行的行业标准 DZ/T 0184.1～22-1997《同位素地质样品分析方法》，在地质样品同位素分析工作中发挥了重要作用。然而，自 1997 年发布实施以来一直未作过相应修订。随着地球科学研究的纵深发展，新的同位素实验室、新技术方法与新仪器日益增多，DZ/T 0184-1997 已无法满足实际应用需求，修订该系列标准已是迫在眉睫。

本次修订工作，依据各方法使用和发展状况，将原22个标准修订为21个标准（DZ/T 0184.2-1997与DZ/T 0184.3-1997合并修订为1个方法），新制定16个标准方法。修订后的DZ/T 0184更名为《地质样品同位素分析方法》，由37个部分构成。

——第1部分：总则和一般规定。旨在确立同位素分析中需要遵守的总体原则和相关规则。

——第2部分：锆石 铀-铅体系同位素年龄测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定锆石铀-铅体系同位素年龄的分析方法。

——第3部分：锆石 微区原位铀-铅年龄测定 激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法测定锆石铀-铅体系同位素年龄的分析方法。

——第4部分：地质样品 钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值的分析方法。

——第5部分：地质样品 铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值的分析方法。

——第6部分：脉石英 铷-锶体系同位素年龄测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、同位素稀释热电离质谱法测定脉石英铷-锶体系同位素年龄的分析方法。

——第7部分：辉钼矿 铼-锇体系同位素年龄测定 电感耦合等离子体质谱法。旨在确立混合酸分解、蒸馏法分离—电感耦合等离子体质谱法测定辉钼矿铼-锇体系同位素年龄的分析方法。

——第8部分：地质样品 钾-氩体系同位素年龄测定 熔炉法。旨在确立熔炉—惰性气体质谱法测定地质样品钾-氩体系同位素年龄的分析方法。

——第9部分：地质样品 氩-氩同位素年龄及氩同位素比值测定 熔炉法。旨在确立熔炉—惰性气体质谱法测定地质样品氩-氩同位素年龄及氩同位素比值的分析方法。

——第10部分：地质样品 碳-14地质年龄测定 液闪能谱法。旨在确立液体闪烁能谱法测定地质样品碳-14地质年龄的分析方法。

——第11部分：碳酸盐岩 铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值测定 α能谱法。旨在确立α能谱法测定碳酸盐岩铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值的分析方法。

——第12部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 α能谱法。旨在确立α能谱法测定海洋、湖泊沉积物^{210}Pb地质年龄的分析方法。

——第13部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 γ能谱法。旨在确立γ能谱法测定海洋、湖泊沉积物中^{210}Pb地质年龄的分析方法。

——第14部分：沉积物 铯-137地质年龄测定 γ能谱法。旨在确立γ能谱法测定海洋、湖泊沉积物中^{137}Cs含量及其地质年龄的分析方法。

——第15部分：地质样品 铅同位素组成测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品铅同位素组成的分析方法。

——第16部分：地质样品 铅同位素组成测定 多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、多接收电感耦合等离子体质谱法测定地质样品铅同位素组成的分析方法。

——第17部分：岩石 锇同位素组成测定 负热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、四氯化碳萃取分离、微蒸馏纯化、负热电离质谱法测定岩石样品锇同位素组成的分析方法。

——第18部分：锆石 微区原位铪同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法测定锆石铪同位素组成的分析方法。

——第19部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法。旨在确立氧化亚铜法转化收集SO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硫化物矿物硫同位素组成的分析方法。

——第20部分：硫酸盐矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法。旨在确立碳酸钠-氧化锌半熔法和五氧化二钒法转化收集SO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硫酸盐矿物硫同位素组成的分析方法。

——第21部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 六氟化硫法。旨在确立五氟化溴法转化收集SF_6、双路进样气体同位素质谱法测定硫化物矿物硫同位素组成的分析方法。

——第22部分：地质样品 硅同位素组成测定 四氟化硅法。旨在确立五氟化溴法转化收集SiF_4、双路进样气体同位素质谱法测定地质样品硅同位素组成的分析方法。

——第23部分：硅酸盐和氧化物矿物 氧同位素组成测定 五氟化溴法。旨在确立五氟化溴氟化—石墨还原法转化收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硅酸盐和氧化物矿物氧同位素组成的分析方法。

——第24部分：水和非含氧矿物包裹体水 氧同位素组成测定 五氟化溴法。旨在确立五氟化溴氟化—石墨还原法转化收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定水和非含氧矿物包裹体水氧同位素组成的分析方法。

——第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法。旨在确立二氧化碳-水平衡交换法收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定水样中氧同位素组成的分析方法。

——第26部分：水 氧同位素组成测定 连续流水平衡法。旨在确立水平衡—连续流进样气体同位素质谱法在线测定水样中氧同位素组成的分析方法。

——第27部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定碳酸盐岩和矿物碳氧同位素组成的分析方法。

——第28部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 磷酸法。旨在确立磷酸法转化收集二氧化碳、双路进样气体同位素质谱法测定碳酸盐岩和矿物碳氧同位素组成的分析方法。

——第29部分：微量碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定微量古生物化石中碳酸盐碳氧同位素组成的分析方法。

——第30部分：水中溶解无机碳 碳同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定地下水、地表水、大气降水中溶解无机碳碳同位素组成的分析方法。

——第31部分：水中颗粒有机碳 碳同位素组成测定 连续流燃烧法。旨在确立燃烧法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定地下水、地表水、海水中颗粒有机碳碳同位素组成的分析方法。

——第32部分：水中溶解有机碳 碳同位素组成测定 燃烧法。旨在确立燃烧法转化收集二氧化碳、双路进样气体同位素质谱法测定地表水中溶解有机碳碳同位素组成的分析方法。

——第33部分：天然气单体烃 碳同位素组成测定 连续流燃烧法。旨在确立气相色谱分离—燃烧—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定天然气单体烃碳同位素组成的分析方法。

——第34部分：水和含氢矿物 氢同位素组成测定 锌还原法。旨在确立金属锌还原法转化收集氢气、双路进样气体同位素质谱法测定水和含氢矿物氢同位素组成的分析方法。

——第35部分：水 氢同位素组成测定 连续流水平衡法。旨在确立水平衡—连续流进样气体同位素质谱法在线测定地下水、地表水、大气降水氢同位素组成的分析方法。

——第36部分：水 氢氧同位素组成测定 激光光谱法。旨在确立激光光谱法测定地下水、地表水、大气降水氢氧同位素组成的分析方法。

——第37部分：富硼矿物 微区原位硼同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法测定电气石、硼镁石等富硼矿物硼同位素组成的分析方法。

本文件为DZ/T 0184-202X《地质样品同位素分析方法》的第25部分，采用二氧化碳-水平衡法测定天然水中氧同位素组成。本次修订，除注重表述规范外，重点修改了分析结果的计算公式、方法的精密度、质量保证和控制等内容，提高了文件的质量和应用效率及实验室间的测试数据比对水平。

地质样品同位素分析方法 第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了用二氧化碳—水平衡法测定天然水中氧同位素组成的方法。

本文件适用于地下水、地表水、大气降水等各种天然水体氧同位素组成的离线制备后质谱测定。

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/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

DZ/T 0130.8 地质矿产实验室测试质量管理规范 第8部分：地质样品同位素分析

3 术语和定义

DZ/T 0184.1对涉及到的术语进行了定义，本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

在恒温（25℃）条件下，水样中的氧与已知氧同位素组成的二氧化碳标准气体（高纯钢瓶二氧化碳）通过二氧化碳-水交换平衡，用冷冻法分离平衡后的水，收集二氧化碳（CO_2）气体通过双路系统导入气体质谱仪进行同位素组成分析，通过与监测的标准物质水的氧同位素组成比对，得到样品相对于国际标准的$\delta^{18}O_{V\text{-}PDB}$值。

5 试剂和材料

5.1 水的氢、氧同位素标准物质（参考附录B）。

5.2 高纯钢瓶二氧化碳（CO_2）：≥99.999%。

5.3 无水乙醇 ρ（C_2H_6O）=0.790 g/mL，分析纯。

5.4 液氮。**警示—常压下是超低温液体，操作不当易引起冻伤。**

5.5 冷冻剂，由 5.3 和 5.4 配制，沸点-78 ℃，现配现用。**警示—常压下是低温液体，操作不当易引起冻伤。**

5.6 去离子水（25 ℃时电阻率大于 10 MΩ·cm）。

5.7 汽油。**警示——易燃易爆，操作不当易引起爆炸或燃烧。**

5.8 2 号真空油脂。

5.9 平衡器，特制，其容积经精确标定。

5.10 收样管。

6 仪器设备

6.1 试样制备装置（离线制样系统）一套（见附录 A）。

6.2 气体质谱仪，分析精度优于 0.05%。

注：与分析方法的精密度不同，此处的“分析精度”为仪器的一项技术指标，指单次质谱分析采集的多组数据的标准偏差。

6.3 注射器，0.1 mL～5 mL。

6.4 机械真空泵，极限真空 10^{-1} Pa。

6.5 复合真空计。

6.6 油扩散泵，极限真空 10^{-4} Pa。

6.7 真空探漏仪。

6.8 恒温水浴振荡器。

7 分析步骤

7.1 准备工作

7.1.1 样品的预处理

7.1.1.1 高盐度样品处理

对于高盐度水样，采用微量水样真空蒸馏法去除盐份。

7.1.1.2 含油性样品处理

对于含有油性的水样，用滤纸滤去油污。

7.1.2 平衡器、收样管及注射器的清洗

平衡器（5.9）、收样管（5.10）及注射器（6.3）用去离子水（5.1）和无水乙醇（5.3）清洗，烘干，存放在干燥皿中备用。

7.1.3 玻璃真空系统的准备

试样制备装置（见附录 A）中接头和活塞磨口部分的油脂依次用汽油（5.7）和无水乙醇（5.3）清洗干净，吹风机吹干后，重新涂以 2 号真空油脂（5.8）并使其密封良好，塞芯转动自如。

启动机械真空泵（6.4），用真空探漏仪（6.7）检查系统有无漏气，当真空计（6.5）指示达到3 Pa后，启动油扩散泵（6.6），系统剩余气体压强达到4×10^{-1} Pa以下真空即符合要求，可以开始样品分析。

7.2 样品分析步骤

7.2.1 取样及平衡交换

将4～5个水样分别用注射器（6.3）取2 ml注入不同平衡器（5.9）中，并立即将这些平衡器接入试样制备装置（6.1）。系统抽真空4～5分钟，当真空度达到4×10^{-1} Pa后，关闭活塞V_4。打开平衡器所有活塞（V_1，…..），随即关上，打开活塞V_3抽真空，如此反复2～3次。打开平衡器所有活塞，直接对试样水抽真空，真空度达到4×10^{-1} Pa后，关闭活塞V_3。将高纯钢瓶二氧化碳（5.2）扩散到缓冲瓶3，压力表头4指示稍低于101 KPa时，关闭高纯二氧化碳钢瓶阀门，关闭活塞V_7、V_8。打开活塞V_6、V_5、V_4将CO_2气体放入平衡器（用活塞V_7控制进气量），气压达到53 kPa时停止充气。关闭活塞V_4和平衡器上的活塞。取下平衡器，放入恒温水浴振荡器（6.8），在25 ℃下恒温振荡反应3 h。

7.2.2 二氧化碳试样的提取

从恒温水浴振荡器中取出已达到平衡的水样平衡器，接入真空系统的标准磨口（附录A中9）上，并在标准磨口（附录A中7）上接一个大样品管，将系统抽真空至4×10^{-1} Pa后关闭所有活塞。给大样品管（附录A中7）套上装有液氮（5.4）的保温杯，打开活塞V_4和平衡器上的活塞，平衡后的二氧化碳扩散到大样品管中，约2分钟后，关闭活塞V_4和平衡器上的活塞，将套在大样品管上装有液氮的保温杯迅速套在冷阱6上，并将装有-78 ℃冷冻剂（5.5）的保温杯套在大样品管上。打开活塞V_5约3分钟，随即关上。冷阱6改套装有冷冻剂的保温杯，打开活塞V_6，通向接在标准接口（附录A中10）上的收样管（5.10），用装有液氮的保温杯套在收样管上收集。约2分钟后，关闭样品管上活塞，取下样品管完成二氧化碳的收集。

7.2.3 同位素质谱分析

待气体质谱仪（6.2）的真空达到要求（$n\times10^{-6}$ Pa）后，开启高压，调节好磁场强度及灯丝发射电流，依次对二氧化碳（5.2）参考气进行峰对中、聚焦和精度测试（精度测试过程中同时监测质量数为44、45和46的离子流强度），当离子流强度峰型、灵敏度、稳定性处于最佳状态，且δ^{45}和δ^{46}测定精度都好于0.05‰，完成质谱仪性能调试。

将收集有二氧化碳的样品管接入气体质谱仪（6.2）的双路进样系统，通过标准气（或参考气）与样品气依次进样，由联机计算机计算得出样品相对于标准物质（或参考气）的δ^{46}值。分析数据按编定程序取6～8组数据，计算平均值并给出标准偏差。

8 分析结果的表述和计算

8.1 分析结果的表述

氧同位素组成采用相对于标准物质的千分差表示，用δ符号，以‰为单位，见式(1)：

$$\delta^{18}O_{SA\text{-}ST}(‰)=\left[\frac{(^{18}O/^{16}O)_{SA}}{(^{18}O/^{16}O)_{ST}}-1\right]\times10^{3} \quad \cdots\cdots (1)$$

最后换算成$\delta^{18}O_{SA\text{-}V\text{-}SMOW}$

式中：

SA —— 待测样品；

ST —— 标准样品。

8.2 分析结果的计算

8.2.1 单标准法

$$\delta^{18}O_{SA\text{-}V\text{-}SMOW}(‰)=\left[\frac{(\delta^{18}O_{SA-M}+1000)(\delta^{18}O_{ST-V\text{-}SMOW}+1000)}{(\delta^{18}O_{ST-M}+1000)}\right]-1000 \quad \text{.....(2)}$$

式中：

$\delta^{18}O_{SA\text{-}V\text{-}SMOW}$ —— 样品对国际标准 V-SMOW 的 $\delta^{18}O$ 值，以千分号（‰）表示；

$\delta^{18}O_{ST\text{-}V\text{-}SMOW}$ —— 标准对国际标准 V-SMOW 的 $\delta^{18}O$ 值，以千分号（‰）表示；

$\delta^{18}O_{SA\text{-}M}$ —— 样品对参考气的 $\delta^{18}O$ 值，以千分号（‰）表示；

$\delta^{18}O_{ST\text{-}M}$ —— 标准对参考气的$\delta^{18}O$值，以千分号（‰）表示。

8.2.2 双标准法

$$\delta^{18}O_{SA\text{-}V\text{-}SMOW}(‰)=\frac{\delta^{18}O_{ST1\text{-}V\text{-}SMOW}-\delta^{18}O_{ST2\text{-}V\text{-}SMOW}}{\delta^{18}O_{ST1\text{-}M}-\delta^{18}O_{ST2\text{-}M}}\times(\delta^{18}O_{SA\text{-}M}-\delta^{18}O_{ST2\text{-}M})+\delta^{18}O_{ST2\text{-}V\text{-}SMOW} \quad (3)$$

式中：

$\delta^{18}O_{ST1\text{-}V\text{-}SMOW}$ —— 标准 1 对国际标准 V-SMOW 的 $\delta^{18}O$ 值，以千分号（‰）表示；

$\delta^{18}O_{ST2\text{-}V\text{-}SMOW}$ —— 标准 2 对国际标准 V-SMOW 的 $\delta^{18}O$ 值，以千分号（‰）表示；

$\delta^{18}O_{ST1\text{-}M}$ —— 标准 1 对参考气的 $\delta^{18}O$ 值，以千分号（‰）表示；

$\delta^{18}O_{ST2\text{-}M}$ —— 标准2对参考气的$\delta^{18}O$值，以千分号（‰）表示。

9 精密度

根据 GB/T 6379.2 规定，选择不同同位素水平试样，进行了方法精密度计算，精密度结果见表 1。

表 1 本方法对氧同位素组成测定的精密度

分析项目	水平范围 m（‰）	重复性标准差 S_r	再现性标准差 S_R
$\delta^{18}O_{V\text{-}SMOW}$	0.32～-55.16	0.09	0.13
注：m 为测试结果的总平均值			

10 质量保证和控制

对离线制样系统、平衡器、样品收样管活塞的油脂定期清洗、更换，定期检查离线制样系统的气密性；

试样质谱测量前，应先使用标准物质样品检验仪器性能，标准物质测量值满足证书给定值范围方可进行试样测量；

整个试验流程采用标准物质和重复分析均匀分布在试样中进行质量监控，质量控制符合 DZ/T 0130.8《地质矿产实验室测试质量管理规范 第8部分：地质样品同位素分析》质量要求。

附 录 A
（资料性）
玻璃真空系统示意图.

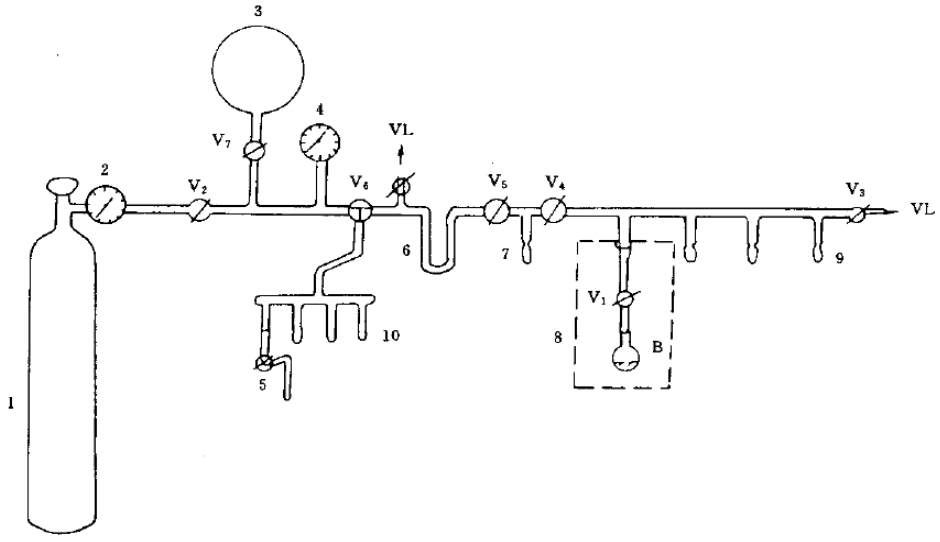


图 A.1 玻璃真空系统示意图

1-钢瓶CO_2；2-氧气表头；3-缓冲瓶；4-真空表头；5-收样管；6-冷阱；7-标准磨口；8-平 衡 器；9, 10-标准磨口；V_1~V_8-真空活塞；VL-通真空泵

附 录 B
（资料性）
分析质量监控

分析质量的监控参照DZ/T 0130.8《地质矿产实验室测试质量管理规范 第8部分：地质样品同位素分析》执行。

常用有关标准物质的同位素数据列于表B.1。其δD和δ^{18}O均以国际标准物质V-SMOW为比照标准。

表B.1常用氢、氧同位素标准水样的数据

标准物质	类型	δD/‰	δ^{18}O/‰
V-SMOW	水	-0.2	0
SLAP(~V-SMOW)	水	-428	-55.5
GISP(~V-SMOW)	水	-189.7	-24.79
USGS45	水	-10.3	-2.238
USGS46	水	-235.8	-29.80
USGS47	水	-150.2	-19.80
GBW04401	水	-0.4±1.0	0.32±0.19
GBW04402	水	-64.8±1.1	-8.79±0.14
GBW04403	水	-189.1±1.1	-24.52±0.20
GBW04404	水	-428.3±1.2	-55.16±0.24
GBW04458	水	-1.7±0.4	-0.15±0.07
GBW04459	水	-63.4±0.6	-8.61±0.08
GBW04460	水	-144.0±0.8	-19.13±0.07
GBW04461	水	-433.3±0.9	-55.73±0.08
GBW(E)070016	水	-4.8±0.9	-0.90±0.04
GBW(E)070017	水	-157.6±0.6	-19.74±0.14
注：V-SMOW 为以大洋海水为主配制的国际通用标准，其 δD 和 δ^{18}O 被定义为 0，该标准水的 D/H 比的绝对值为 $(155.76\pm0.05)\times10^{-6}$；$^{18}O/^{16}O$ 比的绝对值为$(2005.20\pm0.45)\times10^{-6}$			