ICS 73.080
CCS D59

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0184.29—202X
代替 DZ/T 0184.18-1997

地质样品同位素分析方法 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

Methods for isotope analysis of geological samples—Part 29: Determination of carbon and oxygen isotope composition for small amount carbonatite and mineral samples—Continuous-flow phosphoric acid analytic method

（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 试样前处理 2
7.2 开机准备 2
7.3 参考气标定 2
7.4 试样测试 3
8 分析结果的计算和表述 3
8.1 分析结果的表述 3
8.2 分析结果的计算和校准 3
8.3 测定结果的报出 3
9 精密度和正确度 3
10 质量保证和控制 3
附　录　A　（资料性）　100%磷酸的配制 5
附　录　B　（资料性）　常用标准物质 6

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29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 0184.18—1997《同位素地质样品分析方法 第18部分：微量古生物化石中碳酸盐的碳、氧同位素组成的测定》，与DZ/T 0184.18—1997相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 增加了“前言”和“引言”（见前言、引言）；
b) 增加了一般性警示内容（见警示）；
c) 修改了方法原理（见4）；
d) 修改了试剂与材料（见5）；
e) 修改了仪器设备参数，增加了液氮罐、磨口样品反应瓶和玛瑙研钵（见6）；
f) 修改了分析步骤（见7）；
g) 增加了质量保证与控制（见10）；
h) 删除了附录B（见1997版的附录B）；
i) 删除了附录C，内容纳入质量保证与控制部分（见10）。

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：中国地质调查局青岛海洋地质研究所。

本文件主要起草人：张剑、刁少波、贺行良。

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 0184.18—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29部分，采用磷酸法转化出样品中的二氧化碳，再使用连续流进样气体同位素质谱技术，实现了微量碳酸盐岩和古生物化石中碳氧同位素组成的在线测定。

地质样品同位素分析方法
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

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了微量碳酸盐岩和矿物中碳、氧同位素组成的测定方法。

本文件适用于微量（1 mg以下）古生物化石（有孔虫、介形虫等）中碳酸盐的碳、氧同位素测定，也适用于微量方解石、石灰石等碳酸盐矿物中碳、氧同位素的测定。

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。

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

在真空条件下，将磷酸加入到微量化石（碳酸盐）样品中，在70℃±0.3℃下反应，生成的CO_2经去水后，送质谱仪进行碳、氧同位素分析。

5 试剂和材料

5.1 磷酸，ρ=1.55 g/mL，分析纯。

5.2 五氧化二磷，ρ=2.39 g/cm^3，分析纯。

5.3 过氧化氢，φ(H_2O_2)=30%，分析纯。**警示——过氧化氢具有极强的腐蚀性，如接触皮肤或进入眼睛会造成难以治愈的灼伤，需小心操作!**

5.4 无水乙醇，ρ=0.79 g/mL，分析纯。

5.5 三氯甲烷，ρ=1.50 g/mL，分析纯。

5.6 甲醇，ρ= 0.79 g/mL，分析纯。

5.7 去离子水（符合 GB 6682 规定的二级水）。

5.8 二氧化碳，纯度≥99.99%。
5.9 液氮。**警示——液氮具有极低的温度，如接触皮肤易造成冻伤，需小心操作！**
5.10 变色硅胶。
5.11 玻璃烧杯，2000 mL。
5.12 玻璃烧杯，100 mL。
5.13 玻璃烧杯，50 mL。
5.14 玻璃试管，5 mL。
5.15 100%磷酸，由 5.1、5.2 配制，见附录 A。
5.16 有证碳酸盐碳、氧同位素标准物质。

6 仪器设备

6.1 气体同位素质谱仪，分析精度≤0.005‰。
6.2 碳酸盐装置（Carbonate Device），与质谱仪连接。
6.3 分析天平，感量 0.01 mg。
6.4 高温燃烧定碳炉，室温~900℃。
6.5 石英管，直径 15 mm，长度 400 mm。
6.6 真空泵，抽气速率 4L/s，极限真空 6×10^{-2} Pa。
6.7 真空表，0 MPa ~ -0.1 MPa。
6.8 样品预处理装置，由 6.4、6.5、6.6 和 6.7 组成。
6.9 超声波清洗器。
6.10 干燥器。
6.11 具塞磨口锥形烧瓶，1000 mL。
6.12 干燥箱，室温~250 ℃。
6.13 自增压式液氮罐，90 L。
6.14 磨口样品反应瓶。
6.15 玛瑙研钵。
6.16 玻璃样品舟。

7 分析步骤

7.1 试样前处理

将碳酸盐试样研磨至粒径小于0.10 mm，在干燥箱（6.12）中于105 ℃烘干2 h，再放入干燥器（6.10）中待用。有孔虫试样或含有机质的碳酸盐试样先在甲醇（5.6）中超声清洗（6.9），然后放在玻璃样品舟（6.16）中研碎，再放入样品预处理装置（6.8）中于低真空下350 ℃烘烤35 min，取出放入干燥器（6.10）中待用。

7.2 开机准备

按照仪器规定的程序启动仪器，样品室和分析室的真空均达到10^{-5} Pa后，用双路微体积进样系统测定CO_2气体中碳和氧的同位素组成。

7.3 参考气标定

使用CO_2气体（5.8）作为参考气，并用有证碳酸盐碳、氧同位素标准物质（5.16）进行标定。

7.4 试样测试

称取50~100 μg样品置入磨口样品反应瓶（5.14）中，磨口样品反应瓶接入恒温碳酸盐装置（6.2），在真空状态下滴入100%磷酸（5.15），控制反应温度在70℃ ±0.3 ℃，使碳酸盐样品反应完全。反应生成的CO_2气体经去水后，通过毛细管导入气体同位素质谱仪（6.1）进行测定。

8 分析结果的计算和表述

8.1 分析结果的表述

碳酸盐中碳、氧同位素组成以其对标准样品中相应同位素比值的千分差表示，即：

$$\delta^{13}C_{SA-ST}(‰) = \left[\left(^{13}C/^{12}C\right)_{SA}/\left(^{13}C/^{12}C\right)_{ST} - 1\right] \times 10^3 \quad \cdots\cdots(1)$$

$$\delta^{18}O_{SA-ST}(‰) = \left[\left(^{18}O/^{16}O\right)_{SA}/\left(^{18}O/^{16}O\right)_{ST} - 1\right] \times 10^3 \quad \cdots\cdots(2)$$

式中SA代表待测样品，ST代表标准样品。

为了便于国际上的认同和交流，所有测定结果，不管用何种工作标准或中间参考气体，最后都必须以样品相对于国际公认标准物质的同位素比值的千分差表述，即：$\delta^{13}C_{SA\text{-}PDB}$和$\delta^{18}O_{SA\text{-}PDB}$。

8.2 分析结果的计算和校准

8.2.1 采用待测样品与工作标准直接比较时，先计算样品对工作标准的 $\delta^{13}C$ 和 $\delta^{18}O$ 值，即：

$$\delta^{13}C_{SA-ST}(‰) = A \cdot \delta^{45}M - B\delta^{46}M \quad \cdots\cdots(3)$$

$$\delta^{18}C_{SA-ST}(‰) = C \cdot \delta^{46}M - D\delta^{45}{}_{SA-ST} \quad \cdots\cdots(4)$$

式中A、B、C和D分别为用工作标准导出的同位素校正常数，SA、ST分别为样品和工作标准。

然后根据下述公式：

$$\delta^{13}C_{SA-PDB}(‰) = \delta^{13}C_{SA-ST} + \delta^{13}C_{ST-PDB} + \delta^{13}C_{SA-ST} \cdot \delta^{13}C_{ST-PDB} \cdot 10^{-3} \quad \cdots\cdots(5)$$

$$\delta^{18}O_{SA-PDB}(‰) = \delta^{18}O_{SA-ST} + \delta^{18}O_{ST-PDB} + \delta^{18}O_{SA-ST} \cdot \delta^{18}O_{ST-PDB} \cdot 10^{-3} \quad \cdots\cdots(6)$$

计算样品对国际标准物质PDB的$\delta^{13}C$和$\delta^{18}O$值。

8.2.2 采用试样和工作标准同时对参考气体进行比较时，先计算出 $\delta^{45}{}_{SA\text{-}ST}$ 和 $\delta^{46}{}_{SA\text{-}ST}$ 值，即：

$$\delta^{45}{}_{SA-ST}(‰) = \left[\left(\delta^{45}{}_{SA-CO_2} - \delta^{45}{}_{ST-CO_2}\right)/\left(\delta^{45}{}_{SA-CO_2} + 1000\right)\right] \times 10^3 \quad \cdots\cdots(7)$$

$$\delta^{46}{}_{SA-ST}(‰) = \left[\left(\delta^{46}{}_{SA-CO_2} - \delta^{46}{}_{ST-CO_2}\right)/\left(\delta^{46}{}_{SA-CO_2} + 1000\right)\right] \times 10^3 \quad \cdots\cdots(8)$$

然后按照8.2.1的步骤进行计算，最后求得待测样品对国际标准PDB的$\delta^{13}C_{PDB}$和$\delta^{18}O_{PDB}$值。

8.3 测定结果的报出

碳、氧同位素组成测定结果由试样与标准物质（或参考气）6次以上的比较测量数据计算出平均δ值，并给出由$\sigma = \pm[\sum(\chi_i\text{-}X)^2/(n\text{-}1)]^{1/2}$ 计算的标准偏差。

9 精密度和正确度

当有孔虫或介形虫为同一种属，大小一致而且生物壳体中的填充物很少，并没有钙质化时，本方法测定碳、氧同位素的精密度小于0.2 ‰，重复样品分析的相对偏差小于0.5 ‰，其准确度由标准物质的测定结果间接给出，其相对偏差小于0.2 ‰。

10 质量保证和控制

10.1　样品测试过程中，质量控制要求应符合 DZ/T 0130.8《地质矿产实验室测试质量管理规范 第 8 部分：同位素地质样品分析》的规定。使用的仪器应定期进行检定或校准，确保有效期内使用。

10.2　测试过程中，每隔 10 个样品进行 1~2 个标准物质（5.16）的测量。

10.3　样品测定过程中，应进行 10%的重复样分析。

10.4　尽可能使反应的产率达到 100%，以避免反应不完全而产生同位素分馏。

10.5　反应生成的 CO_2 要尽可能 100%地收集起来进行分析，以避免在去水、收集和转移中因凝结、蒸发和扩散等过程而发生同位素分馏影响测定结果。

10.6　测试过程中要保证使用的器具清洁无污染，使用优质试剂，以防止样品受到污染而引起同位素成份的改变。

10.7　实验中要保证仪器的真空系统不存在漏气，确保碳酸盐装置的温度控制正常运行，有效去除水气，否则都会导致同位素分馏，严重干扰和影响同位素测定结果。

附 录 A
（资料性）
100%磷酸的配制

将85%的磷酸（5.1）倒入2000 mL烧杯（5.11）中，在搅动中缓慢加入五氧化二磷（5.2），将烧杯置于凉水中冷却，防止因放热导致温度过高生成焦磷酸酐，当溶液密度达到1.85 g/mL时，转移至适当容器并保存在干燥器中备用，以防止吸入空气中的水分。

附 录 B
（资料性）
常用标准物质

常用有证标准物质的同位素数据列于表B1。其中$\delta^{13}C$和$\delta^{18}O$值均以国际标准物质PDB为比照标准。

表B.1 常用碳、氧同位素标准物质的数据

标准物质	类型	$\delta^{13}C_{PDB}$/‰	$\delta^{18}O_{PDB}$/‰
GBW04405	$CaCO_3$	0.57±0.03	-8.49±0.14
GBW04406	$CaCO_3$	-10.85±0.05	-12.40±0.15
GBW04416	$CaCO_3$	1.61±0.03	-11.59±0.11
GBW04417	$CaCO_3$	-6.06±0.06	-24.12±0.19
NBS 18	$CaCO_3$	-5.01±0.04	-23.2±0.10
NBS 19	$CaCO_3$	1.95	-2.20
PDB	$CaCO_3$	0	0
注：PDB为美国南卡罗来纳州白垩系皮狄组的美洲拟箭石			