ICS 73.080
CCS D59

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0184.32—202X

地质样品同位素分析方法 第32部分：水中溶解有机碳 碳同位素组成测定 燃烧法

Methods for analysis of geological samples—Part 32: Determination of carbon isotope composition of dissolved organic carbon in water samples—combustion-gas source 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 2
5 试剂和材料 2
5.1 试剂 2
5.2 材料 2
6 仪器设备 2
7 分析步骤 3
7.1 样品采集及保存 3
7.2 样品制备 3
7.3 质谱分析 4
8 分析结果的表述和计算 4
8.1 分析结果的表述 4
8.2 结果计算 5
8.3 有效位数 5
9 精密度与正确度 5
10 质量保证和控制 6
附　录　A　（资料性）　水中溶解有机碳国际标准物质 7
附　录　B　（资料性）　抽滤装置示意图 8
附　录　C　（资料性）　有机碳样品前处理装置示意图 9
参　考　文　献 10

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32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。

本次对于DZ/T 0184.1~22-1997的修订，将DZ/T 0184.2-1997和DZ/T 0184.3-1997合并为DZ/T 0184.2-202X，共修订21个部分，新制定16个部分，并按照年龄测定范围从老到轻、稳定同位素质量数从大到小的原则，对各部分的排序进行了调整。

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：中国地质科学院岩溶地质研究所。

本文件主要起草人：王华、蓝高勇、杨会、唐伟、吴夏、应启和。

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。是针对中国区域岩溶碳汇机理、清单及增汇潜力中溶解有机碳的研究和和地质大调查建立的标准方法。是研究碳汇项目的不可缺少的技术手段，该方法具有快捷、稳定、可靠的特点，其具有可溯源性，可为碳汇研究和应用提供规范的、准确的科学依据及方法保障。

地质样品同位素分析方法
第32部分：水中溶解有机碳 碳同位素组成测定 燃烧法

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

本文件规定了水中溶解有机碳碳同位素组成测定方法。

本文件适用于地表水（海洋水、湖泊水、水库水、河流水）溶解有机碳碳同位素组成测定。水中溶解有机碳碳同位素测定的最低碳含量≥15μg。

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

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

DZT 0184.1对涉及到的术语进行了定义。下列术语和定义适用于本文件。

3.1

溶解无机碳 dissolved inorganic carbon

水中溶解无机碳经盐酸酸化能够转化为CO_2的碳，主要存在形态，包括碳酸氢根、碳酸根及碳酸。

3.2

溶解有机碳 dissolved organic carbon

样品中能够被水或盐酸溶液浸提出的有机碳素。一般是指通过孔径为0.45 μm滤膜、并在分析过程中未蒸发失去的有机碳。

4 方法原理

水样中溶解的有机碳用冷冻干燥的方法转化为固体样品，固体样品中的有机碳(C)与CuO在高温高真空的条件下发生氧化还原反应生成CO_2，经纯化后的CO_2通过双路进样系统进入气体稳定同位素比值质谱仪进行稳定碳(C)同位素组成分析。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中所用试剂均为符合国家标准的分析纯化学试剂。所用纯水为符合GB/T6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 盐酸（ρ=1.179 g/mL），优级纯。
5.1.2 水，GB/T 6682，一级水。
5.1.3 盐酸（1+9），用盐酸（5.1.1）配制。
5.1.4 标准物质，国际原子能机构有机碳有证标准物质（见附录 A）。
5.1.5 氯化汞（$HgCl_2$），分析纯。
5.1.6 饱和氯化汞溶液［ρ($HgCl_2$)=80 g/L］，用氯化汞（5.1.5）配制。
5.1.7 线状氧化铜（CuO），分析纯。
5.1.8 液氮（-196 ℃）。
5.1.9 无水乙醇，分析纯。
5.1.10 干冰（沸点-78 ℃），由液氮（5.1.8）和无水乙醇（5.1.9）配制。

警告——氯化汞（5.1.5）和饱和氯化汞溶液（5.1.6）是剧毒品。

警告——液氮（5.1.8）和干冰（5.1.10）在常压下是超低温液体。

5.2 材料

5.2.1 棕色的玻璃瓶，1000 mL。
5.2.2 砂芯抽滤装置，示意图（见附录 B）。
5.2.3 隔膜真空泵。
5.2.4 玻璃纤维滤膜，直径 47 mm，孔径 0.45 μm。
5.2.5 高纯二氧化碳（CO_2），纯度≥99.999%。
5.2.6 离心管，100 mL。
5.2.7 小石英管，外径 ϕ5 mm×50 mm 。
5.2.8 长石英管，外径 ϕ9 mm×280 mm 。
5.2.9 集气瓶

6 仪器设备

6.1 气体稳定同位素比值质谱仪，测量 $\delta^{13}C$ 精度≤0.02‰。

注：与分析方法的精度不同，此处的“精度”为仪器的一项技术指标，指双路进样系统与质谱连续流分析采集的多组数据的偏差。

6.2 双路进样系统。
6.3 真空冷冻干燥机，冷冻温度在-50 ℃～-30 ℃范围内。

6.4 冰箱,冷冻温度误差小于±0.5 ℃。
6.5 马弗炉，最高温度 1200 ℃。
6.6 有机碳样品前处理装置（系统），示意图（见附录 C）。
6.7 机械真空泵，4 L/min。
6.8 真空压力表，0 MPa～-0.1 MPa。
6.9 复合真空计。

7 分析步骤

7.1 样品采集及保存

7.1.1 取样瓶的准备

野外取样瓶是1000 mL棕色的玻璃瓶（5.2.1），先用2 mol/L的盐酸浸泡24 h，再用自来水和超纯水清洗至中性，置于马弗炉（6.5）450 ℃灼烧4 h，去除可能存在的有机碳，避免对水样产生污染。

7.1.2 水样的采集

将水样装满棕色的玻璃瓶（5.2.1）至无气泡，取样过程中加入1‰（V/V）饱和氯化汞溶液[$\rho(HgCl_2)$=80 g/L］(5.1.5)，防止水中微生物二次降解和转化，扭紧瓶盖。

7.1.3 样品保存

样品采集后，用黑色塑料袋包装密闭、避光，在4 ℃条件下迅速冷藏保存，在一周内运至实验室检测。

7.2 样品制备

7.2.1 材料的准备

玻璃纤维滤膜（5.2.4），放入马弗炉（6.5）450 ℃灼烧4 h，待冷却至室温后，置于干燥器保存待用。

7.2.2 去除颗粒有机碳[1)]

将隔膜真空泵（5.2.3）与砂芯抽滤装置（5.2.2）连接，用玻璃纤维滤膜（5.2.4）将1000 mL水样在负压状态下抽滤，将滤液收集在离心管（5.2.6）中。

7.2.3 去除无机碳

在滤液中加入盐酸（5.1.1）酸化处理，pH值调至2，去除溶解性无机碳。将离心管（5.2.6）封口放入冰箱（6.4）冷冻成冰。

7.2.4 样品冷冻干燥

将结成冰的样品放入真空冷冻干燥机（6.3）中冷冻干燥成固体。

7.2.5 样品的熔封

1）颗粒有机碳通常规定为不能通过孔径为0.45 μm的那部分有机碳。

将滤液冷冻干燥后的残留固体转移到小石英管（5.2.7）中，加入3 g线状氧化铜（5.1.7），将小石英管（5.2.7）放进长石英管（5.2.8）中，将长石英管（5.2.8）连接到有机碳样品前处理装置（6.6）上抽真空，待真空度小于$n\times10^{-3}$ Pa，将长石英管熔封。

7.2.6 样品的灼烧

将熔封的长石英管（5.2.8）放入马弗炉（6.5）中850 ℃灼烧5 h，取出冷却至室温。

7.2.7 有机碳样品前处理装置（系统）的准备

将有机碳样品前处理装置（系统）（6.6）连接好，启动机械真空泵（6.7），对系统（6.6）抽真空，当复合真空计（6.9）检测达到 $n\times10^{-3}$ Pa，确认系统不漏气。

7.2.8 气体 CO_2 提取

冷却后的石英管接入有机碳样品前处理装置（系统）（6.6），抽真空，待真空达到$n\times10^{-3}$ Pa时断开机械真空泵（6.7）。掰弯波纹管与石英管的连接处，将石英管折断，CO_2气体充填整个真空系统，用2个干冰冷阱（5.1.10）纯化CO_2气体，平衡5 min～10 min，用液氮（5.1.8）将CO_2气体冷冻收集在集气瓶（5.2.9）内，待收集完成后，连通机械真空泵（6.7）抽除杂气5 min～10 min，取下集气瓶（5.2.9）待测。

7.3 质谱分析

7.3.1 开机

打开气体稳定同位素比值质谱仪（6.1）电源及计算机软件，启动机械泵和涡轮分子泵对质谱分析系统抽真空，使真空度达到仪器分析的要求，一般为$n\times10^{-6}$ pa。

7.3.2 预热

将质谱仪（6.1）设置为双路测试，离子源、针阀等部件通电预热1h以上，使其工作稳定。

7.3.3 稳定性测试

为了保证仪器稳定性处于最佳状态，两个储样器中充入相同量工作标准（或参考气）CO_2（5.2.5），利用相同离子流强度的连续5个~6个工作标准（或参考气）CO_2（5.2.5）的脉冲进行内精度测试，测得$\delta^{13}C_{V\text{-}PDB}$（‰）标准偏差值在0.06‰之内，表明仪器工作状态正常，方可进行样品测试。

7.3.4 样品分析

质谱仪（5.1）采用双路进样系统，一路引入样品CO_2，一路引入工作标准（或参考气）CO_2（5.2.5），调整储样器中样品的压力，使样品气体与工作标准气体（或参考气）CO_2离子流强度基本相同。通过待测试样和工作标准（参考气）CO_2进行比较，由计算机直接给出试样相对工作标准（或参考气）CO_2，的$\delta^{13}C_{V\text{-}PDB}$（‰）值，并经校准到试样相对与国际标准物质的$\delta^{13}C_{V\text{-}PDB}$（‰）值。样品分析由试样与标准物质（或参考气）不少于5次的比较测量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

碳（C）同位素分析结果以其相对标准样品中相应同位素比值的千分差表示，即：

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

式中：

SA——待测样品；

ST——标准物质。

8.2 结果计算

所测的碳(C)同位素组成结果，工作标准校准到国际标准V-PDB的值，按下述公式自动计算$\delta^{13}C$值：

$$\delta^{13}C_{V-PDB} = \frac{\delta^{13}C_{SA-RE}+10^3}{\delta^{13}C_{ST-RE}+10^3} \times \left(\delta^{13}C_{ST-V-PDB} + 10^3\right) - 10^3 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

RE——参考气

$\delta^{13}C_{V\text{-}PDB}$——样品相对标准样品的$^{13}C$同位素值，‰；

$\delta^{13}C_{SA\text{-}RE}$——样品相对参考气体的$^{13}C$同位素值，‰；

$\delta^{13}C_{ST\text{-}RE}$——标准物质相对参考气体的$^{13}C$同位素值，‰；

$\delta^{13}C_{ST\text{-}V\text{-}PDB}$——标准物质相对国际标准物质气体的$^{13}C$同位素值，‰。

8.3 有效位数

碳同位素值（$\delta^{13}C_{V\text{-}PDB}$）给出一位小数。数字修约按GB 8170执行。具体检测项目有效位数的保留见DZ/T 0184的各部分及DZ/T0130.8《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》中的规定。

9 精密度与正确度

按照GB/T 6379.2规定的方法，选择3个不同值的同位素水平试样，3个不同的实验人员进行了方法精密度试验(参见表1)。

表1 水中溶解有机碳 $\delta^{13}C_{V\text{-}PDB}$ ‰同位素组成测定的精密度及方法偏倚估计

统计参数	水平		
	1	2	3
参加试验人数目（p）	3	3	3
可接受结果数目（p）	3	3	3
真值或接受值（μ)	-10.40	-11.70	-28.26
总体平均值（m）	-10.46	-11.73	-28.20
标准偏差 (s)	0.12	0.14	0.18
测量方法偏倚 δ	-0.073	-0.019	0.089
δ-A*S_R	-0.226	-0.196	-0.136
δ+A*S_R	0.081	0.159	0.314
注：A*S_R为测量方法偏倚的95%置信区间			

统计参数	水平		
	1	2	3
参加试验人数目（p）	3	3	3
可接受结果数目（p）	3	3	3
真值或接受值（μ)	-10.40	-11.70	-28.26
总体平均值（m）	-10.46	-11.73	-28.20
标准偏差 (s)	0.12	0.14	0.18
测量方法偏倚 δ	-0.073	-0.019	0.089
$\delta-A*S_R$	-0.226	-0.196	-0.136
$\delta+A*S_R$	0.081	0.159	0.314
注：$A*S_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间			

按照按GB/T6379.4的规定方法，选择3个不同类型同位素比值范围的水试样由3个不同实验人员进行了方法精密度试验。

10 质量保证和控制

每批样品按不少于10%的比例插入标准物质和重复样品进行全流程监控，标准物质及控制样应按照头、中、尾分布在每批试样中，测定结果必须满足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》的规定要求。

附 录 A
（资料性）
水中溶解有机碳国际标准物质

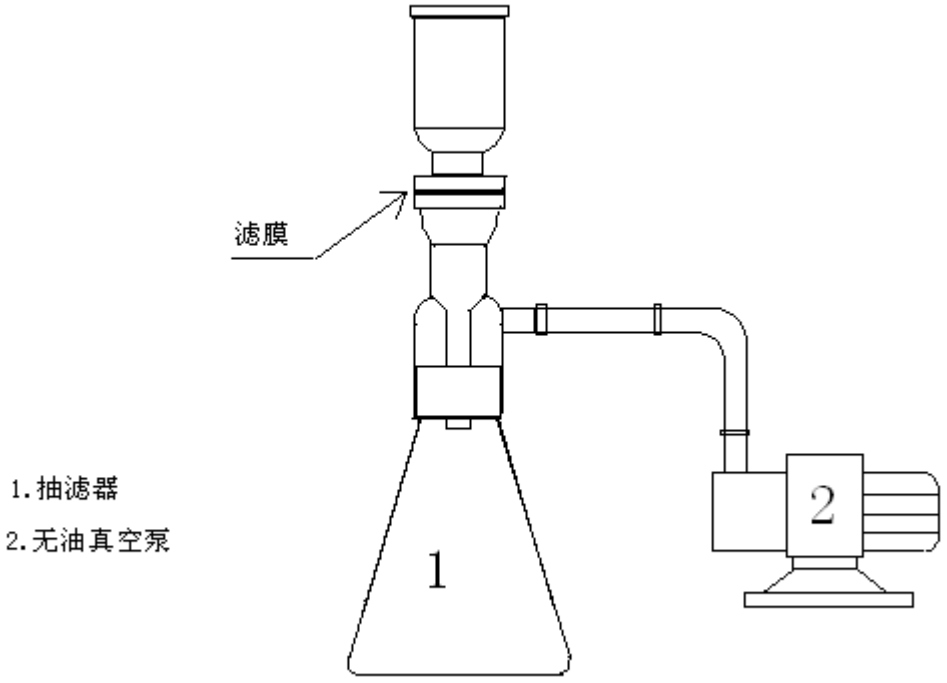
水中溶解有机碳国际标准物质参见表A.1。

表A.1 国际标准物质推荐值

标准物质	类型	$\delta^{13}C_{V\text{-}PDB}$ ‰
IAEA-CH-6	固体	-10.40±0.2

附 录 B
（资料性）
抽滤装置示意图

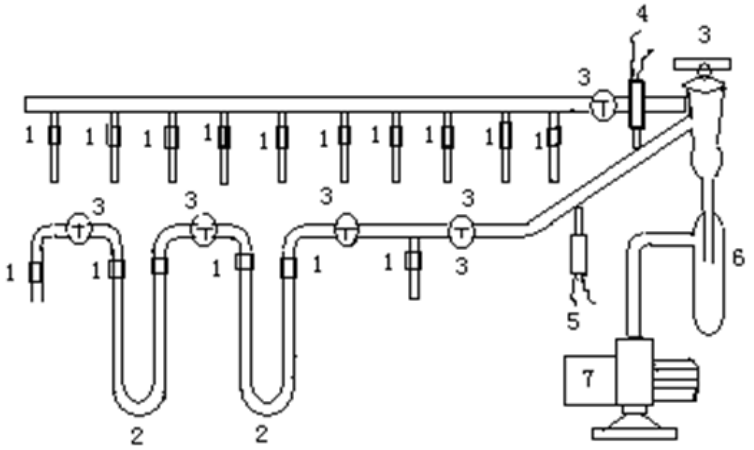
抽滤装置示意图见图B.1。



图B.1 抽滤装置示意图

附 录 C
（资料性）
有机碳样品前处理装置示意图

有机碳样品前处理装置示意图见图C.1。



1. 金属接头
2. 冷井
3. 无油活塞
4. 电离硅管
5. 电阻硅管
6. 缓冲井
7. 真空机械泵

图C.1 有机碳样品前处理装置示意图

参 考 文 献

[1] GB/T 19143—2003 岩石有机质中碳、氢、氧元素分析方法. 中国标准出版社, 2003.

[2] GB/T 18340.2—2010 地质样品有机地球化学分析方法第2部分:有机质稳定碳同位素测定同位素气体稳定同位素比值质谱法[S]. 中国标准出版社,2004.