



中华人民共和国国家标准

GB/T 42490—2023

土壤质量 土壤与生物样品中有机碳含量 与碳同位素比值、全氮含量与氮同位素 比值的测定 稳定同位素比值质谱法

Soil quality—Determination of total content and isotope ratio of organic carbon and nitrogen of soil and biological samples—Stable isotope ratio mass spectrometry

2023-03-17 发布

2023-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布



目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 缩略语	2
5 原理	2
6 试剂与材料	2
7 仪器与设备	2
8 试验步骤	3
9 计算	4
10 测定结果的精密度	5
11 质量保证和控制	6
附录 A (资料性) 标准物质	7
参考文献	8

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。

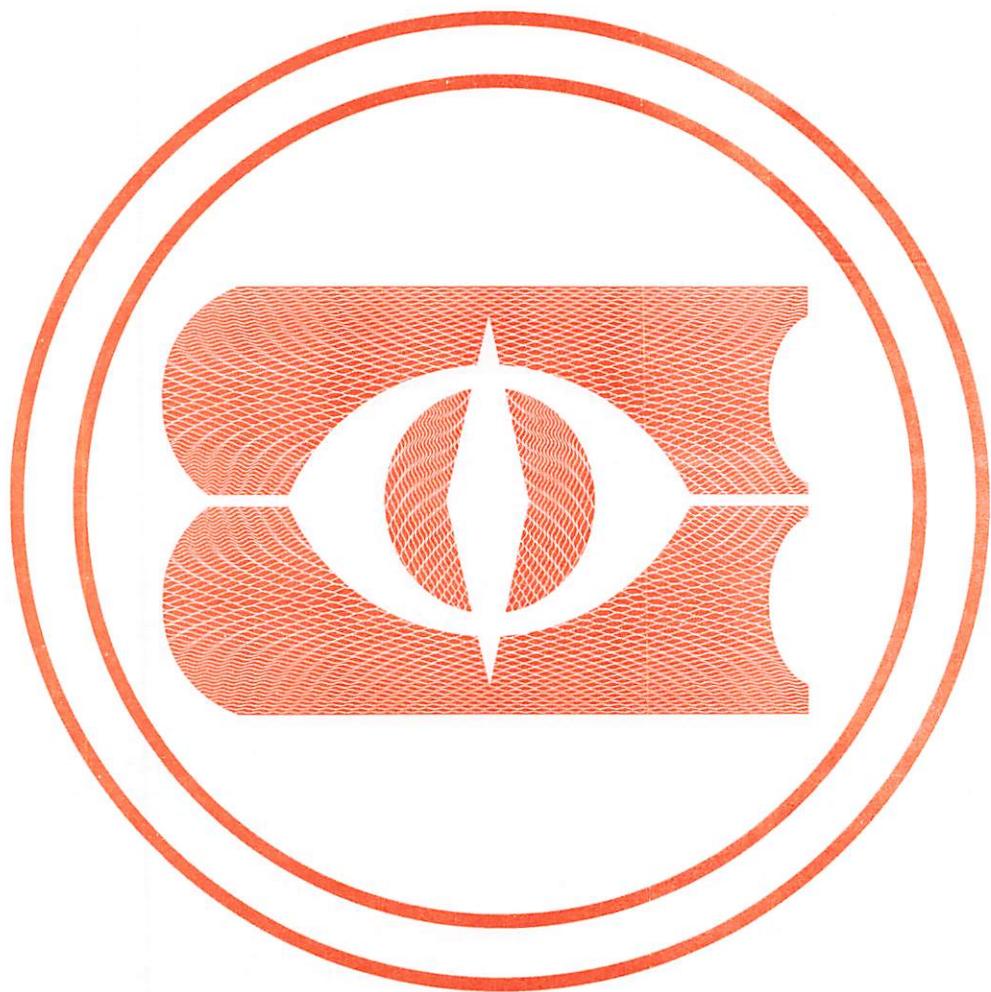
请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会(SAC/TC 404)归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所、中国科学院城市环境研究所、中国科学院亚热带农业生态研究所、南京师范大学、上海交通大学、北京科荟测试技术有限公司、江苏省质量和标准化研究院。

本文件主要起草人：曹亚澄、王曦、孙晓丽、孙德玲、张晗、袁红朝、温腾、张莉、杨禄、戴沈艳、贺珍、魏来、杨帆、张姗姗、查明霞、吴杰。



土壤质量 土壤与生物样品中有机碳含量 与碳同位素比值、全氮含量与氮同位素 比值的测定 稳定同位素比值质谱法

1 范围

本文件描述了使用元素分析-稳定同位素比值质谱联用仪(EA-IRMS)测定土壤与生物样品(植物、动物、微生物)中有机碳含量与碳同位素比值、全氮含量与氮同位素比值的方法。

本文件适用于土壤与生物样品中有机碳和全氮含量的测定,也适用于非标记(自然丰度)和示踪试验($f_{^{13}\text{C}} \leq 30\%$, $f_{^{15}\text{N}} \leq 30\%$)的土壤与生物样品中有机碳和全氮的碳、氮同位素比值测定。

本文件测定土壤与生物样品中有机碳、全氮含量和碳、氮同位素比值的定量限(以绝对碳、氮量计):碳 30 μg ;氮 20 μg 。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 37847—2019 同位素组成质谱分析方法通则

GB/T 37885 化学试剂 分类

3 术语和定义

GB/T 37847—2019界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

同位素 isotope

具有相同质子数、不同中子数(或不同质量数)的同一元素的不同原子。

3.2

同位素比 isotope ratio

两种同位素的摩尔数或原子个数、离子个数的数量比。

3.3

同位素丰度 isotope abundance

同位素原子数量在该元素总原子数量中所占的百分比。

注:同位素丰度用百分数(%)表示。

3.4

同位素组成 isotope composition

以原子百分比表示的某元素中各同位素所占的比例,且它们的总和等于1。

注 1：同位素组成用丰度表示，也用比值或 δ 值表示。

注 2： δ 值是指质谱分析给出的样品的同位素比值对标准样品的比值的相对差值，用千分数(‰)表示。

4 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

EA-IRMS:元素分析-稳定同位素比值质谱联用仪(Elemental Analyzer-Isotope Ratio Mass Spectrometer)。

VPDB:维也纳-PeeDee 箭石(Vienna Pee Dee Belemnite)。

5 原理

土壤或生物样品置于元素分析仪中，在高纯氧氛围下闪燃。样品中的有机碳和全氮在高温炉中氧化剂和还原剂的氧化还原作用下分别转化为二氧化碳和氮气。产生的二氧化碳和氮气经过纯化、分离，进入同位素比值质谱仪。通过对应质荷比(m/z)（二氧化碳：质荷比为 44 和 45；氮气：质荷比为 28 和 29）的离子流强度得到样品有机碳和全氮的碳、氮稳定同位素比值，并根据质谱峰面积得到样品有机碳和全氮的含量。

6 试剂与材料

除非另有规定，分析时均使用符合 GB/T 37885 的分析纯试剂。

- 6.1 试验用水：应符合 GB/T 6682 中二级水要求。
- 6.2 氧化剂：根据仪器类型进行选择(如三氧化二铬、氧化铜)。
- 6.3 还原剂：根据仪器类型进行选择(如铜丝)。
- 6.4 吸附剂(化学阱填料)，根据仪器类型和测试项目进行选择(如高氯酸镁、烧碱石棉)。
- 6.5 锡杯。
- 6.6 盐酸[$c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$]：量取 25 mL 浓盐酸，用去离子水稀释至 50 mL。
- 6.7 氦气(He)：纯度(摩尔分数)不小于 99.999%。
- 6.8 氧气(O₂)：纯度(摩尔分数)不小于 99.999%。
- 6.9 二氧化碳(CO₂)：纯度(摩尔分数)不小于 99.999%，并用碳同位素有证标准物质标定其碳同位素比值，作为实验室参比气体。
- 6.10 氮气(N₂)：纯度(摩尔分数)不小于 99.999%，并用氮同位素有证标准物质标定其氮同位素比值，作为实验室参比气体。
- 6.11 标准物质：选择常见的同类参考物质，见附录 A。

7 仪器与设备

- 7.1 EA-IRMS:元素分析仪配备氧化还原炉或氧化、还原双炉，并通过接口与质谱仪相连；质谱仪带有万用三杯，以连续流模式进行测定，分析的内精度应优于 0.06‰。
- 7.2 天平：感量 0.001 mg。
- 7.3 天平：感量 0.1 mg。
- 7.4 pH 计：pH 测量范围为 0.0~14.0。
- 7.5 烘箱。

结果保留两位小数。

注：式中^mX 表示¹³C 或¹⁵N,^{m-1}X 表示¹²C 或¹⁴N。

9.2.2 测定结果的计算和校准

所有样品中稳定同位素比值的测定结果需校准到国际基准,按公式(4)或公式(5)计算并校准至国际基准的值:

$$\delta^{13}C_{SA-VPDB} = \delta^{13}C_{SA-ST} + \delta^{13}C_{ST-VPDB} + \frac{\delta^{13}C_{SA-ST} \cdot \delta^{13}C_{ST-VPDB}}{1\,000} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots(4)$$

式中：

$\delta^{13}C_{SA-VPDB}$ ——样品的碳同位素比值相对于 VPDB 的碳同位素比值的千分差,%;

$\delta^{13}C_{SA-ST}$ ——样品的碳同位素比值相对于参比物质碳同位素比值的千分差,%;

$\delta^{13}C_{ST-VPDB}$ ——参比物质的碳同位素比值相对于 VPDB 的碳同位素比值千分差,%。

结果保留两位小数。

$$\delta^{15}N_{SA-Air} = \delta^{15}N_{SA-ST} + \delta^{15}N_{ST-Air} + \frac{\delta^{15}N_{SA-ST} \cdot \delta^{15}N_{ST-Air}}{1\,000} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots(5)$$

式中：

$\delta^{15}N_{SA-Air}$ ——样品的氮同位素比值相对于 Air 的氮同位素比值的千分差,%;

$\delta^{15}N_{SA-ST}$ ——样品的氮同位素比值相对于参比物质的氮同位素比值的千分差,%;

$\delta^{15}N_{ST-Air}$ ——参比物质的氮同位素比值相对于 Air 的氮同位素比值千分差,%。

结果保留两位小数。

注 1: Air: 大气氮, 氮稳定同位素比值的国际基准。

注 2: VPDB: 碳稳定同位素比值的国际基准。

9.3 富集同位素样品测定结果的计算

富集同位素样品的稳定同位素组成均以原子百分数(%)表示,按公式(6)计算:

$$f_{^mX} = \frac{^{^mX}}{^{^mX} + {^{m-1}X}} \times 100 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots(6)$$

式中：

$f_{^mX}$ ——样品的重质量稳定同位素的丰度,%;

$^{^mX}$ ——样品的重质量稳定同位素的原子数量;

^{m-1}X ——样品的轻质量稳定同位素的原子数量。

结果保留三位有效数字。

注：式中^mX 表示¹³C 或¹⁵N,^{m-1}X 表示¹²C 或¹⁴N。

10 测定结果的精密度

10.1 精密度计算

数据的精密度按照 GB/T 6379.2 的规定确定,重复性和再现性的值以 95%置信限计算。

10.2 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)。本文件六个参数的重复性限(r)见表 1。

如果差值超过重复性限(r),应当舍弃本次试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

10.3 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R)。本文件六个参数的再现性限(R)见表1。

表1 各测定参数的重复性限(r)和再现性限(R)

项目	$w_{OC}/\%$	$f_{^{13}C}/\%$	$\delta^{13}C_{VPDB}/\text{‰}$	$w_{TN}/\%$	$f_{^{15}N}/\%$	$\delta^{15}N_{Air}/\text{‰}$
r	0.521	0.039	0.57	0.123	0.006	0.27
R	1.21	0.059	1.46	0.216	0.017	0.53

注1: w_{OC} 是土壤与生物样品中的有机碳质量分数(%)。
注2: w_{TN} 是土壤与生物样品中的全氮质量分数(%)。

11 质量保证和控制

11.1 空白试验

每次试验前应做仪器空白和锡杯空白试验,空白的质荷比(m/z)为44或28的峰的信号值应小于100 mV(或100 nA)。

11.2 平行和质量控制试验

测试每批样品时,应测定样品总数10%的平行样品和10%的标准物质。平行样品测定结果的绝对差值应满足第10章的规定。

附录 A
(资料性)
标准物质

常见碳氮同位素有证标准物质认定值见表 A.1。

表 A.1 标准物质示例

标准物质	$\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}/\text{\textperthousand}$	$w_{\text{OC}}/\%$	$\delta^{15}\text{N}_{\text{Air}}/\text{\textperthousand}$	$f_{^{15}\text{N}}/\%$	$w_{\text{TN}}/\%$
GBW04407	-22.43	—	—	—	—
GBW04408	-36.91	—	—	—	—
USGS-40	-26.39	8.16	-4.50	—	—
IAEA-N-1	—	—	0.43	—	10.6
IAEA-N-2	—	—	20.41	—	10.6
IAEA-311	—	—	—	2.05	10.6

参 考 文 献

- [1] 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 同位素质谱法
 - [2] GB/T 20622—2006 稳定性同位素¹⁵N 无机标记化合物
 - [3] GB/T 32267—2015 分析仪器性能测定术语
 - [4] JJF 1158—2006 稳定同位素气质质谱仪校准规范
 - [5] JJF 1508—2015 同位素丰度测量基准方法
 - [6] 曹亚澄等.稳定同位素示踪技术与质谱分析[M].北京:科学出版社,2018
 - [7] 曹亚澄等.气体同位素质谱分析 300 问[M].北京:科学出版社,2020
-

中华人民共和国
国家标 准

土壤质量 土壤与生物样品中有机碳含量
与碳同位素比值、全氮含量与氮同位素
比值的测定 稳定同位素比值质谱法

GB/T 42490—2023

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字
2023年3月第一版 2023年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-72380 定价 26.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 42490—2023



码上扫一扫 正版服务到