



中华人民共和国气象行业标准

QX/T 799—2025

温室气体 本底大气二氧化碳中碳氧稳定 同位素分析方法 质谱法

Greenhouse gas—Methods for stable carbon and oxygen isotopes analysis
of carbon dioxide in background atmosphere—Mass spectrometry

2025-12-26 发布

2026-05-01 实施

中 国 气 象 局 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 环境条件	2
5 材料	2
6 分析系统	2
7 样品条件	3
8 分析步骤	3
9 数据处理	4
10 质量保证	4
参考文献	5

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这些专利的责任。

本文件由全国气候与气候变化标准化技术委员会大气成分观测预报预警服务分技术委员会(SAC/TC 540/SC 1)提出并归口。

本文件起草单位：中国气象局气象探测中心、江西省气候中心、中国气象科学研究院。

本文件主要起草人：刘立新、夏玲君、许丽娜、周凌晞、温民。

温室气体 本底大气二氧化碳中碳氧稳定同位素分析方法 质谱法

1 范围

本文件规定了采用质谱法分析本底大气二氧化碳(CO₂)中碳、氧稳定同位素的环境条件、材料、分析系统、样品条件、分析步骤、数据处理和质量保证。

本文件适用于实验室利用质谱法开展大气 CO₂ 中碳、氧稳定同位素分析。

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 37847—2019 同位素质谱分析方法通则

JJF 1158—2006 稳定同位素气体质谱仪校准规范

QX/T 164—2012 温室气体玻璃瓶采样方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

本底大气 background atmosphere

远离局地排放源、不受局地环境直接影响、基本混合均匀的大气。

[来源:QX/T 125—2011,3.3]

3.2

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。

[来源:GB/T 37847—2019,3.1]

3.3

稳定同位素 stable isotope

某元素不发生或极不易发生放射性衰变的同位素,即半衰期大于 10¹⁵年的元素的同位素。

[来源:GB/T 37750—2019,3.1.12]

3.4

δ 值 δ-value

用于描述同位素丰度微小变化的量。通常以它与某一标准物质的同位素比值的千分差(δ‰)来表示。

$$\delta = \left(\frac{R_{\text{样品}}}{R_{\text{标准品}}} - 1 \right) \times 1000\text{‰}$$

[来源:GB/T 37750—2019,3.4.4]

3.5

标气 standard gas

以干洁空气为底气、目标物质量值已知的混合气体。

[来源:QX/T 125—2011,10.2,有修改]

4 环境条件

- 4.1 室内温度应保持相对稳定,宜为 $(20\pm 2)^{\circ}\text{C}$,相对湿度 20%~70%。
- 4.2 室内空气应保持洁净,不受灰尘、烟和其他颗粒物、高浓度有机溶剂蒸汽或腐蚀性气体等影响。
- 4.3 避免振动、阳光直接照射、各种强磁场、高频电场的干扰。
- 4.4 应具备废气排放口。

5 材料

5.1 工作标气

工作标气是用于定量样品中目标物种的气体。应至少选取 1 瓶工作标气,当工作标气数量为 1 瓶时,其目标物种的量值宜与样品中目标物种量值接近;当工作标气数量超过 1 瓶时,其量值应覆盖样品中目标物种的变化范围。

5.2 目标标气

目标标气是用于检验分析系统的运行情况的气体。应至少选取 1 瓶目标标气,其量值可根据需要选取,宜与样品中目标物种量值接近。

5.3 参比气

参比气是用于准确测定同位素质谱仪器接收杯间的相对放大倍数而提供标准信号的气体。选取纯 CO_2 气体作为参比气,纯度应优于 99.995%。

5.4 检漏气

选取氩气(Ar)作为检漏气,纯度应优于 99.995%。

5.5 冷凝材料

选取干冰、液氮和纯度 99%以上的乙醇作为冷凝材料。

6 分析系统

6.1 气体自动选择进样单元

用于按照设定方法自动选择标气和样品气的进气顺序,进样口真空度应优于 0.5 hPa。

6.2 CO_2 提取单元

用于将大气中的 CO_2 自动分离和高纯提取出来以进行其碳、氧稳定同位素的 δ 值分析, CO_2 回收率应达到 90%以上,且满足提纯后 CO_2 中 Ar 和氧气(O_2)的质谱响应信号强度低于 0.1 V、水汽(H_2O)的质谱响应信号强度低于 0.5 V。

6.3 质谱分析单元

用于将含有不同碳、氧同位素的 CO_2 气体分子进行离子化,并按离子的质荷比(m/z)分离,然后检测各离子的电流强度,并根据标气信息最终得到碳、氧稳定同位素的 δ 值。

质谱分析单元应包括双路进样系统、电子轰击型离子源、磁式双聚焦质量分析器、法拉第杯离子检测器、计算机控制系统、真空系统等部分,各部分组成及性能应符合 GB/T 37847—2019 中 4.2 和 JJF 1158—2006 第 5 章的规定。

7 样品条件

7.1 空气样品量宜不少于 2 L。

7.2 采样条件、样品容器、采样方法、存储和运输方法等要求应符合 QX/T 164—2012 中 4.3、第 6 章、第 7 章、第 8 章的规定。

8 分析步骤

8.1 准备工作

样品分析前,应确认样品瓶外观无破损、样品记录单信息完整、分析过程中所需工作标气和目标标气压力不低于 2 MPa。

8.2 气体选择进样

8.2.1 信息录入

将样品气、工作标气和目标标气接入进样口,记录瓶号与进样口号、样品信息(采样点、采样日期等)、标气信息(标定日期、标称值等)。

8.2.2 压力及气密性检查

检查标气瓶压力,并反复冲洗气瓶减压阀及连接管路 2 次至 3 次;检查进样口及管路气密性。

8.2.3 分析序列编制

将样品、工作标气和目标标气根据实际需求按照时间序列编制。一个序列的开始和结束均应进行工作标气分析,工作标气分析间隔不宜超过 6 h,且每个分析序列中至少分析一次目标标气。

8.3 CO_2 提取

8.3.1 提取方法

宜使用二级冷凝提取方法,首先用干冰和乙醇的混合物对样品除水,再利用液氮进行 CO_2 回收。

8.3.2 提取操作

根据二级冷阱性能编制提取方法,设置阀切换位置、时间参数和样品流速,确保样品中 H_2O 和 CO_2 气体有充分的冷凝和释放时间,且样品间无交叉污染。

8.4 质谱分析单元测试与样品分析

8.4.1 设定进样方法

选择双路进样模式,设置参比气信息(标称值、溯源信息等),设置样气和参比气进样方法(进样位置、流速等),用参比气冲洗参比调压风箱,抽真空至 10^{-3} hPa 以下,然后将参比气释放入相应风箱并调节风箱压力。

8.4.2 设置分析参数

设定标准参数、内循环分析次数、峰扫描参数,检测离子源真空度、离子源电离效率、配置法拉第接收杯等,设置分析数据存储路径和文件格式。

8.4.3 系统测试

调用分析方法,重复分析至少 3 次目标标气,其碳、氧同位素的 δ 值的样本标准偏差应优于 0.03‰ 和 0.05‰ ;调出提取方法(见 8.3.2)和分析序列方法(见 8.2.3),开始工作标气、目标标气和样气序列的自动分析。

8.5 数据信息导出

分析完成后,在质谱分析单元的数据处理模块中根据需要选择导出结果。

9 数据处理

9.1 从系统分析结果中调出工作标气、目标标气和样气二氧化碳中碳、氧同位素 δ 值。

9.2 选用一个工作标气进行分析时,利用工作标气的标称值和系统分析的 δ 值,得到线性比例系数;再利用线性比例系数和系统测量的目标标气或样气二氧化碳中碳、氧同位素 δ 值,计算得到目标标气或样气的 δ 值。

9.3 选用两个或多个工作标气进行测量时,利用多个工作标气的标称值和系统测量的二氧化碳中碳、氧同位素 δ 值进行最小二乘法线性拟合,得到线性回归方程;再利用线性回归方程和系统测量的目标标气或样气二氧化碳中碳、氧同位素 δ 值,计算得到目标标气或样气 δ 值。

10 质量保证

为保障分析结果的准确和可靠,分析过程中应采取下列质量保证措施:

- a) 使用具有溯源性的有证标准物质,或国际公认的同位素标准物质;
- b) 使用具有有效的计量检定或校准证书的仪器设备;
- c) 每 3 个月至 6 个月对工作标气、目标标气和参比气进行标定更新;
- d) 定期对仪器设备进行参数调节和优化;
- e) 每年至少对真空系统进行一次维护。

参 考 文 献

- [1] GB/T 20622—2006 稳定同位素¹⁵N 无机标记化合物
- [2] GB/T 27417—2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南
- [3] GB/T 33864—2017 质谱仪通用规范
- [4] QX/T 125—2011 温室气体本底观测术语
- [5] 中国气象局综合观测司. 大气成分观测业务技术手册(第一分册: 温室气体及相关微量成分)[M]. 北京: 气象出版社, 2014
- [6] ALLISON C, FRANCEY R, MEIJER H. Recommendation for the Reporting of Stable Isotope Measurements of Carbon and Oxygen in CO₂ Gas[R]. Vienna: IAEA-TECDOC, 1995: 155-162
- [7] BRAND W A, ASSONOV S S, COPLEN T B. Correction for the ¹⁷O interference in δ¹³C measurements when analyzing CO₂ with stable isotope mass spectrometry (IUPAC Technical Report)[J]. Pure Appl Chem, 2010, 82 (8): 1719-1733
- [8] PROSENJIT G, WILLI A B. The effect of N₂O on the isotopic composition of air-CO₂ samples, Rapid Commun[J]. Mass Spectrum, 2004(18): 1830-1838.
-

中 华 人 民 共 和 国
气 象 行 业 标 准
温室气体 本底大气二氧化碳中碳氧稳定同位素分析方法 质谱法
QX/T 799—2025

*

气象出版社出版发行
北京市海淀区中关村南大街 46 号
邮政编码:100081
网址:<http://www.qxcbs.com>
发行部:010-68408042
北京建宏印刷有限公司印刷

*

开本:880 mm×1230 mm 1/16 印张:0.75 字数:22.5 千字
2026 年 1 月第 1 版 2026 年 1 月第 1 次印刷

*

书号:135029-6491 定价:20.00 元

如有印装差错 由本社发行部调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68406301