

# 单体烃系列碳同位素标准物质研制

廖永胜 李钜源 李祥臣 王宝山

单 梅 卫英杰 许世红 陶军明

(胜利石油管理局地质科学研究院 东营 257015)

八十年代末，色谱-同位素质谱仪的商品化，使有机混合物中各种分子稳定同位素组成测量实现了样品的化学制备与质谱仪联机在线检测，能够连续测定气相色谱仪分离出来的单化合物的碳同位素组成。但是，目前国内外还没有统一的单体有机化合物系列碳同位素标准物质，各实验室一般采用钢瓶高纯 CO<sub>2</sub> 的 δ<sup>13</sup>C 值为工作标准物质，其对测量 δ<sup>13</sup>C 值准确度影响大，为了适应这类大型精密仪器准确测定有机质各种单体化合物碳同位素组成的需要，在石油天然气股份有限公司的支持下，研制 C<sub>12</sub>~C<sub>36</sub> 单体烃系列碳同位素标准物质，确定标准物质的 δ<sup>13</sup>C 值，要求不确定度优于 1.0‰。

选用德国 FLUKQ 公司生产的色谱纯 C<sub>12</sub>~C<sub>36</sub> 正构烷烃为原料（缺 C<sub>25</sub> 和 C<sub>33</sub>），此类化合物在低于 10°C 温度保存不发生氧化和霉变，确保其碳同位素组成长期稳定不变。其次，高分子正构烷烃易溶于低分子烃，所以用分析纯的正己烷作溶剂配制的正构烷烃混合化合物溶液保证其均匀性和稳定性，并且便于色谱分离和质谱测量。

采用两种方法进行 C<sub>12</sub>~C<sub>36</sub> 正构烷烃的 δ<sup>13</sup>C 定值测量，即非在线质谱测量和在线质谱测量，同时将标准物质送北京石油勘探开发科学研究所和英国 VG 公司外检测量，并将外检测量的 δ<sup>13</sup>C 值也作为综合计算定值数据。定值用的标准物质是 GBW04408 碳黑中碳同位素标准物质。经过 4 年零 6 个月的研制、均匀性和稳定性检验，得到了 C<sub>12</sub>~C<sub>36</sub> 单体烃系列碳同位素工作标准物质的 δ<sup>13</sup>C 值，其总标准偏差最小为 0.14‰ 最大为 0.42‰，由总标准偏差计算得出标准物质单次测量的不确定度在 0.34‰ 至 0.89‰ 之间，优于研制设计的目标。定值结果见表 1。

表 1 单体烃系列碳同位素标准物质 δ<sup>13</sup>C<sub>PDB</sub> 值和不确定度

正构烷烃	C <sub>12</sub>	C <sub>13</sub>	C <sub>14</sub>	C <sub>15</sub>	C <sub>16</sub>	C <sub>17</sub>
δ <sup>13</sup> C ‰	-30.0	-31.9	-33.2	-29.2	-43.5	-22.5
正构烷烃	C <sub>18</sub>	C <sub>19</sub>	C <sub>20</sub>	C <sub>21</sub>	C <sub>22</sub>	C <sub>23</sub>
δ <sup>13</sup> C ‰	-44.4	-26.1	-34.8	-24.9	-28.6	-31.8
正构烷烃	C <sub>24</sub>	C <sub>26</sub>	C <sub>27</sub>	C <sub>28</sub>	C <sub>29-28.6</sub>	C <sub>30</sub>
δ <sup>13</sup> C ‰	-25.9	-32.6	-26.3	-41.7	-28.7	-33.0
正构烷烃	C <sub>31</sub>	C <sub>32</sub>	C <sub>34</sub>	C <sub>35</sub>	C <sub>36</sub>	
δ <sup>13</sup> C ‰	-30.2	-26.9	-29.2	-27.6	-26.8	
不确定度 ‰ (a=0.05)	0.9					

# Preparation of Standard Material of Individual n-alkane Serial Carbon Isotope

Liao Yongsheng, Li Juyuan, Li Xiangchen, Wang Baoshan,

Shan Mei, Wei Yingjie, Xu Shihong, Tao Junming

(Geological Scientific Research Institute, Shengli Petroleum administration, Dongying  
257015, China)

## Abstract

In order to meet the accurate  $\delta^{13}\text{C}$  measurement of organic individual compound on chromatography analyzer and isotope mass spectrometry, the standard material of  $\text{C}_{12}\sim\text{C}_{36}$  n-alkane serial isotope has been prepared. The prepared solution of  $\text{C}_{12}\sim\text{C}_{36}$  in which n-hexane is used as solvent is even and stable. The standard material has been measured in two ways by all three laboratories, and the uncertainty degree of single measurement result is 0.9‰.