ICS 73.080
D59

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0064.74—2021
代替 DZ/T 0064.74-1993

地下水质分析方法 第74部分：氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢的测定 气相色谱法

Methods for analysis of groundwater quality
—Part 74：Determination of helium, hydrogen, oxygen, argon, nitrogen, methane, carbon monoxide, carbon dioxide, hydrogen sulfide
—Gas chromatography

2021－02－22 发布　　2021－07－01 实施

中华人民共和国自然资源部　发布

前　言

DZ/T 0064《地下水质分析方法》分为85个部分：

——第1部分：一般要求

——第2部分：水样的采集和保存

——第3部分：温度的测定 温度计（测温仪）法

——第4部分：色度的测定 铂-钴标准比色法

——第5部分：pH值的测定 玻璃电极法

——第6部分：电导率的测定 电极法

——第7部分：Eh值的测定 电位法

——第8部分：悬浮物的测定 重量法

——第9部分：溶解性固体总量的测定 重量法

——第10部分：砷量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

——第11部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——第12部分：钙和镁量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第13部分：钙量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第14部分：镁量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第15部分：总硬度的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第17部分：总铬和六价铬量的测定 二苯碳酰二肼分光光度法

——第18部分：总铬和六价铬量的测定 催化极谱法

——第20部分：铜、铅、锌、镉、镍和钴量的测定 螯合树脂交换富集-火焰原子吸收分光光度法

——第21部分：铜、铅、锌、镉、镍、铬、钼和银量的测定 无火焰原子吸收分光光度法

——第22部分：铜、铅、锌、镉、锰、铬、镍、钴、钒、锡、铍和钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

——第23部分：铁量的测定 二氮杂菲分光光度法

——第24部分：铁量的测定 硫氰酸盐分光光度法

——第25部分：铁量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第26部分：汞量的测定 冷原子吸收分光光度法

——第27部分：钾和钠量的测定 火焰发射光谱法

——第28部分：钾、钠、锂和铵量的测定 离子色谱法

——第29部分：锂量的测定 火焰发射光谱法

——第30部分：锂量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第31部分：锰量的测定 过硫酸铵分光光度法

——第32部分：锰量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第33部分：钼量的测定 催化极谱法

——第36部分：铷和铯量的测定 火焰发射光谱法

——第37部分：硒量的测定 催化极谱法

——第38部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——第39部分：锶量的测定 火焰发射光谱法

——第42部分：钙、镁、钾、钠、铝、铁、锶、钡和锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

——第43部分：酸度的测定 滴定法

——第44部分：硼量的测定 H酸-甲亚胺分光光度法

——第45部分：硼量的测定 甘露醇碱滴定法
——第46部分：溴化物的测定 溴酚红分光光度法
——第47部分：游离二氧化碳的测定 滴定法
——第48部分：侵蚀性二氧化碳的测定 滴定法
——第49部分：碳酸根、重碳酸根和氢氧根的测定 滴定法
——第50部分：氯化物的测定 银量滴定法
——第51部分：氯化物、氟化物、溴化物、硝酸盐和硫酸盐的测定 离子色谱法
——第52部分：氰化物的测定 吡啶-吡唑啉酮分光光度法
——第53部分：氟化物的测定 茜素络合物分光光度法
——第54部分：氟化物的测定 离子选择性电极法
——第55部分：碘化物的测定 催化还原分光光度法
——第56部分：碘化物的测定 淀粉分光光度法
——第57部分：氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法
——第58部分：硝酸盐的测定 二磺酸酚分光光度法
——第59部分：硝酸盐的测定 紫外分光光度法
——第60部分：亚硝酸盐的测定 分光光度法
——第61部分：磷酸盐的测定 磷铋钼蓝分光光度法
——第62部分：硅酸的测定 硅钼黄分光光度法
——第63部分：硅酸的测定 硅钼蓝分光光度法
——第64部分：硫酸盐的测定 乙二胺四乙酸二钠-钡滴定法
——第65部分：硫酸盐的测定 比浊法
——第66部分：硫化物的测定 碘量法
——第67部分：硫化物的测定 对氨基二甲基苯胺分光光度法
——第68部分：耗氧量的测定 酸性高锰酸钾滴定法
——第69部分：耗氧量的测定 碱性高锰酸钾滴定法
——第70部分：耗氧量的测定 重铬酸钾滴定法
——第71部分：α-六六六、β-六六六、γ-六六六、δ-六六六、六氯苯、p, p′-滴滴伊、p, p′-滴滴滴、o,p′-滴滴涕和p,p′-滴滴涕的测定 气相色谱法
——第72部分：敌敌畏、甲拌磷、乐果、甲基对硫磷、马拉硫磷、毒死蜱和对硫磷的测定 气相色谱法
——第73部分：挥发性酚的测定 4-氨基安替吡啉分光光度法
——第74部分：氡气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢的测定 气相色谱法
——第75部分：镭和氡放射性的测定 射气法
——第76部分：总α和总β放射性的测定 放射化学法
——第77部分：^{18}O的测定 CO_2-H_2O平衡-气体同位素质谱法
——第78部分：氘的测定 金属锌还原—气体同位素质谱法
——第79部分：氚的测定 放射化学法
——第80部分：锂、铷、铯等40个元素量的测定 电感耦合等离子体质谱法
——第81部分：汞量的测定 原子荧光光谱法
——第82部分：钠量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第83部分：铜、锌、镉、镍和钴量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第84部分：锶量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第85部分：挥发性酚的测定 流动注射在线蒸馏法
——第86部分：氰化物的测定 流动注射在线蒸馏法
——第87部分：^{13}C的测定 在线磷酸酸解-气体同位素质谱法
——第88部分：^{14}C的测定 合成苯-液体闪烁计数法
——第89部分：氘的测定 在线高温热转换-气体同位素质谱法

——第90部分：^{18}O的测定 在线CO_2-H_2O平衡-气体同位素质谱法

——第91部分：二氯甲烷、氯乙烯、1,1-二氯乙烷等24种挥发性卤代烃类化合物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

本部分为 DZ/T 0064 的第 74 部分。

本部分按照 GB/T1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2015 给出的规则起草。

本部分代替 DZ/T 0064.74—1993《地下水质检验方法 气相色谱法测定气体》。

本部分与原部分相比，主要变化如下：

——标准名称改为“地下水质分析方法 第74部分：氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢的测定 气相色谱法；

——增加了规范性引用文件；

——增加了警示内容；

——调整了检测范围；

——修改了计算公式；

——修改了分析流程；

——修订了精密度和准确度数据；

——增加了质量保证和质量控制内容。

本部分由中华人民共和国自然资源部提出。

本部分由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：饶竹、刘晨、李松、李庆霞、杨志鹏、郭晓辰、黄毅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——DZ/T 0064.74—1993。

地下水质分析方法
第74部分：氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢的测定 气相色谱法

警示——使用本部分的人员应具有气相色谱使用经验或在有气相色谱使用经验的分析人员指导下操作；分析中使用的部分气体有毒、易燃、易爆，请注意通风、防爆，防中毒。本警示并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当措施，确保安全，并保证符合国家相关法规和标准。

1 范围

DZ/T 0064的本部分规定了气相色谱法测定地下水中自然逸出的氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢等气体以及真空脱气得到的地下水中溶解性氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷等气体的方法。

DZ/T 0064的本部分适用于地下水中自然逸出的氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢等气体以及真空脱气得到的地下水中溶解性氦气、氢气、氩气、甲烷等气体的测定。

当气体进样体积为100 μL时，本方法检出限、定量限见表1。

表1 方法检出限及方法定量限 单位：μL/L

组分	方法检出限	方法定量限
氦气	30.0	120
氢气	50.0	200
氧气	50.0	200
氩气	50.0	200
氮气	50.0	200
甲烷	30.0	120
一氧化碳	50.0	200
二氧化碳	50.0	200
硫化氢	50.0	200

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）

GB/T 29173-2012 油气地球化学勘探试样测定方法

3 原理

5A 分子筛色谱柱能够按分子大小将混合气中的氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳分组分离；多孔层壁聚苯乙烯-二乙烯基苯色谱柱（PLOT-Q）则利用吸附能力不同将混合气中二氧化碳、硫化氢分离。气相色谱-热导检测器通过比较被测组分与载气的热导系数差异对组分进行定性、定量分析。地下水中自然逸出的或真空脱出的溶解性气体经 5A 分子筛色谱柱、多孔层壁聚苯乙烯-二乙烯基苯色谱柱分离，气相色谱-热导检测器检测，以色谱峰保留时间定性、峰面积（峰高）定量分析。

4 试剂或材料

4.1 氢气

纯度为 99.999%。

警告：爆炸危险品，防止爆炸！

4.2 氦气

纯度为 99.999%。

4.3 氩气

纯度为 99.999%。

4.4 氧气

纯度为 99.999%。

警告：爆炸危险品，高浓度下易引起中毒，防止爆炸和中毒！

4.5 氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳标准气体

为已知浓度的单一或混合有证标准气体。

4.6 硫化氢

已知单一浓度有证标准气体。

警告：有毒危险品，必要时佩戴防毒面具，并注意通风，防止中毒！

4.7 盐酸

优级纯，ρ_{20}=1.19g/mL， 经检查合格后使用。

4.8 氯化钠

分析纯。

4.9 饱和氯化钠水溶液

1 % 盐酸（V+V），氯化钠加入蒸馏水中溶解至过量，煮沸 0.5 h，冷却，添加浓盐酸至盐酸浓度为 1 %（V+V），密闭保存备用。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪

色谱炉具有程序升温、升压功能；并配置分流/不分流进样口，热导检测器及色谱工作站。仪器应检定合格后使用，仪器灵敏度达到方法检出限。

5.2 色谱柱

填料分别为5 A 分子筛和聚苯乙烯-二乙烯苯的 PLOT 毛细管气相色谱柱。

5.3 气密注射器

容积 250 μL，1.00 mL，100 mL。

5.4 样品瓶

20 mL 螺纹口隔垫样品瓶或顶空瓶；1 L 细颈螺口棕色玻璃瓶，瓶盖内衬聚四氟乙烯膜。

5.5 封口钳

用于 20 mL 样品瓶密封的封口钳。

6 样品采集与保存

6.1 排水集气法

将充满饱和氯化钠水溶液(4.9)的 20 mL 样品瓶(5.4)置入地下水中并利用气体排水法采集气体。待气体进入瓶中 2/3 体积时迅速水下密封样品瓶。倒置并确保瓶中饱和氯化钠水溶液充满整个瓶盖。样品应尽快检测。本方法适用于地下水中自然逸出的气体检测。

6.2 真空脱气法

利用1 L棕色样品瓶(5.4) 现场水下采集地下水样品至瓶满，不留顶空间。样品应倒置并尽快真空脱气检测，最长不超过10 d。脱气方法参考GB/T 29173-2012 中的“6 溶解烃测定 气相色谱法”。本方法适用于地下水中可真空脱出的氡气、氢气、氩气、甲烷等气体检测。

7 分析步骤

7.1 参考分析条件

7.1.1 氧气、氩气、氮气、甲烷和一氧化碳分析

5 A分子筛色谱柱，规格30 m×0.53 mm i.d，50 μm。柱升温程序为初温30 ℃，保持4 min，以15 ℃/min升温至120 ℃。 柱升压程序：初压27.58 KPa，保持4 min，以137.9 KPa/min 升至82.7 KPa,保持2.5 min，再以137.9 KPa/min 升至110.32 KPa，保持1.6 min。进样口温度160 ℃。分流进样，分流比12:1。热导检测器，温度200 ℃，参比流量25 mL/min。负极性关闭。尾吹气2 mL/min。氦气为载气(4.2)。进样量100 μL。

7.1.2 氦气、氢气组分分析

5 A分子筛色谱柱，规格30 m×0.53 mm i.d，50 μm。柱升温程序：初温30 ℃，保持4 min，以10 ℃/min升温至120℃。柱升压程序：初压27.58 KPa，保持3 min，以137.9 KPa/min 升至55.16 KPa。进样口温度160 ℃。分流进样，分流比5:1。负极性开启。热导检测器，温度200 ℃。尾吹气2 mL/min。氩气为载气 (4.3)。进样量100 μL。

7.1.3 二氧化碳、硫化氢分析

POLT-Q柱，规格15 m×0.53 mm i.d，10 μm。柱升温程序：初温30 ℃，保持1.4 min，以15 ℃/min升温至120 ℃。柱升压程序：初压27.58 KPa，保持1.4 min, 以137.9 KPa/min 升至68.95 KPa。进样口温度160 ℃；分流进样，分流比10:1。热导检测器，温度200 ℃，参比流量25 mL/min。负极性关闭。尾吹气2 mL/min。氦气载气 (4.2)。进样量100 μL。

注 1:氧气、氮气、氩气、甲烷、一氧化碳、氦气、氢气、二氧化碳和硫化氢等标准样品的气相色谱图分别见附录 B 图 B.1、图 B.2 和图 B.3。

7.2 校准

7.2.1 标准曲线

根据方法检出限、线性范围以及样品浓度定购有证标准曲线。也可利用有证纯标准气体（4.5，4.6）、溶剂气体（4.2，4.3）配制标准曲线。自行配制的标准气体应用不同源的标准气体校核。标准曲线应采用 3～5 个体积浓度水平。最高浓度不超过方法线性范围上限，最低浓度以四倍检出限为宜。

7.2.2 初始校准

将7.2.1标准系列作为初始校准标准。用中间浓度的初始校准标准连续测定3~5次，其相对误差小于±5 %，测定的检出限满足表1要求，可开始标准曲线分析。根据标准气体浓度与对应响应值（峰面积或峰高）计算响应因子或建立标准曲线。初始校准质量控制要求应满足11.4。

7.2.3 持续校准

配制标准曲线中等浓度的标准样品作为确证标准。每分析完一批样品后应用确证标准检查仪器是否偏离初始标准，确证结果应满足质量保证和质量控制11.2和11.5。

8 测定

8.1 向样品瓶中注入饱和氯化钠水（4.9）使瓶内气体呈正压。

8.2 将样品瓶倒置于 40 ℃水浴中平衡 1 h 后测定。

8.3 样品应与标准样品同时、同条件测定。

8.4 定性分析

采用色谱峰保留时间定性。在相同分析条件下，若待测组分与标准气体组分具有相同保留时间(Rt/min)或在时间窗内（Rt±3S，其中S为7次测定标准气体组分保留时间的标准偏差），即待测组分定性为标准气体组分，必要时可采用气体质谱定性。

8.5 定量分析

采用标准曲线或响应因子法进行定量分析。对检出浓度接近检出限的样品宜采用接近检出限浓度的标准单点校正。

9 结果计算

9.1 响应因子法

9.1.1 响应因子计算公式

$$RF_i=\rho_{is}/A_{is} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

RF_i ———i 组分响应因子；

A_{is}———标准样品中 i 组分色谱峰峰面积（峰高）；

ρ_{is}———标准样品中 i 组分体积浓度，单位 μL/L。

9.1.2 样品体积浓度计算公式

$$\rho(B)=f \times A_i \times \overline{RFi} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

$\rho(B)$ ———样品气体组分体积浓度，单位μL/L；

f———样品稀释倍数；

A_i———样品 i 组分色谱峰峰面积（峰高）；

$\overline{RFi}$ ———i 组分平均响应因子。

9.2 标准曲线法

检测结果按式（3）计算。

$$\rho(B)=f\times(kx+b) \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

$\rho(B)$———样品中待测组分体积浓度，单位 μL/L；

f———样品稀释倍数；

x———待测组分色谱峰峰面积（峰高）；

k———回归系数；

b———回归方程截距。

10 准确度

依据 GB/T 6379 计算方法正确度和精密度。

10.1 正确度

按照 GB/T 6379 开展共同精密度实验。7 家实验室使用不同设备、按照相同测试方法、在较短时间内分别测定 5 个体积浓度水平、每个水平 3 份平行气体验证样品，其实验室间正确度见附录 A 中表 A.1。

10.2 精密度

7 家实验室使用不同设备、按照相同测试方法、在较短时间内分别测定 5 个体积浓度水平、每个水平 3 份平行气体验证样品，评价方法精密度，其重复性、再现性以 95 %的置信度计算。

10.3 重复性

同一实验室、同一操作者使用相同设备按相同测试方法在短时间内对同一组分进行独立检测，获得的两次体积浓度绝对差值不超过重复性限 r，超过 r 的情况不超过 5 %。样品中待测组分体积浓度 m 与 r 的关系式见表 2。如果两次测定的体积浓度差值超过了 r，应舍去检测结果并重新完成两次独立检测。

10.4 再现性

不同实验室、不同操作者使用不同设备按相同测试方法对同一组分进行独立检测，获得的两次体积浓度绝对差值不超过再现性R，超过R的情况不超过5 %。样品中待测组分体积浓度m与其R关系式见表2。如果两次测定体积浓度差值超过了R，应舍去检测结果并重新完成两次独立检测。

表2 样品组份体积浓度(m)与重复性限(r)、再现性限(R)的关系

组分	体积浓度范围 /μL/L	重复性限/r 与 m 的关系	再现性限/R 与 m 的关系
氩气	104-101000	$r= 0.0767\ m$	$R = 0.3244\ m^{0.9013}$
氧气	223-199000	$r = 0.5909\ m^{0.7625}$	$R = 1.4088\ m^{0.7545}$
氮气	328-105000	$r = 0.1090\ m$	$R = 0.1639\ m$
甲烷	102-99400	$r = 0.1236\ m^{0.9256}$	$R = 0.4438\ m^{0.8713}$
一氧化碳	200-98600	$r = 0.4839\ m^{0.7900}$	$R = 0.5371\ m^{0.8419}$
氦气	98.7-100000	$r = 0.3179\ m^{0.7633}$	$R = 0.5382\ m^{0.7554}$
氢气	99.7-100000	$r = 0.0530\ m$	$R = 0.0916\ m$
二氧化碳	98.2-99700	$r = 0.1319\ m^{0.8916}$	$R = 0.1854\ m^{0.9195}$
硫化氢	207-20400	$r = 0.1941\ m^{0.8401}$	$R = 0.2508\ m^{0.8891}$
注：m 表示两次测定结果的算术平均值，单位为 μL/L。			

11 质量保证和质量控制

11.1 实验室初始检测能力确认

利用标准气体样品按照本部分方法进行组分分析，其测得的方法检出限、定量限和重复性限应满足表 1 和表 2。

11.2 实验室空白试样分析

定义 20 个样品为一批，总量不足 20 个样品也为一批。每批至少应进行一个实验室空白样品分析，以监测环境空气、溶剂气体等带来的干扰。

11.3 实验室平行试样分析

每批样品至少应进行一个实验室平行样分析，以评价检测是否稳定。

11.4 校准

标准曲线法线性相关系数(R)应满足 $R^2 \geqslant 0.9950$。平均响应因子（$\overline{RF}i$ ）的相对标准偏差 RSD 小于 15 %。若待测组份检出浓度超出标准曲线上限应稀释后重测，使其峰面积保持在标准曲线范围内；或提高标准曲线上限但不超出方法线性范围。

11.5 持续校准

当分析超过 12 h 或每分析一批样品后应用确证标准持续校准、评价仪器工作状态，当确证标准与初始标准的相对偏差超过±20 %时，应重新建立校准曲线，重新测定超差样品。

附 录 A
（资料性附录）
分析方法有效性评价

标准方法的准确度及精密度见表 A.1

表A.1 多家实验室标准气体样品测定回收率及精密度

组分	气体浓度/μL/L	回收率/ R/%							平均回收率 R/%	相对标准偏差 RSD,%，n=7
		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	实验室 7		
氩气	104	103	105	104	102	97.1	101	109	103	3.62
氧气	223	95.1	105	100	108	79.4	92.8	96.4	96.9	9.75
氮气	328	100	101	98.5	102	94.5	93.0	92.4	97.3	4.15
甲烷	102	98.0	107	97.5	103	92.6	101	100	100	4.49
一氧化碳	200	99.5	108	96.5	100	90.5	103	98.5	99.5	5.32
氦气	98.7	94.2	101	101	100	93.3	100	104	99.1	4.00
氢气	99.7	101	103	99.9	100	103	104	100	102	1.76
二氧化碳	98.2	99.7	101	101	99.4	99.0	99.0	98.3	99.6	1.00
硫化氢	207	106	100	100	100	98.1	109	96.1	101	4.42
氩气	1090	95.0	95.3	93.6	100	87.0	116	97.2	97.7	9.04
氧气	1010	96.7	106	93.7	114	122	108	94.8	105	10.1
氮气	1100	94.7	89.7	102	88.1	113	108	96.0	98.9	9.54
甲烷	1070	92.6	105	108	95.3	76.0	113	108	99.6	12.7
一氧化碳	1060	93.1	107	106	102	102	121	108	105	7.88
氦气	986	111	99.8	98.7	101	101	101	108	103	4.52
氢气	989	100	96.9	96.8	104	109	100	108	102	4.94
二氧化碳	983	101	100	98.6	95.5	101	101	98.3	99.3	2.02
硫化氢	1060	104	102	95.3	104	99.7	102	98.6	101	3.20

表 A.1 多家实验室标准气体样品测定回收率及精密度(续 1)

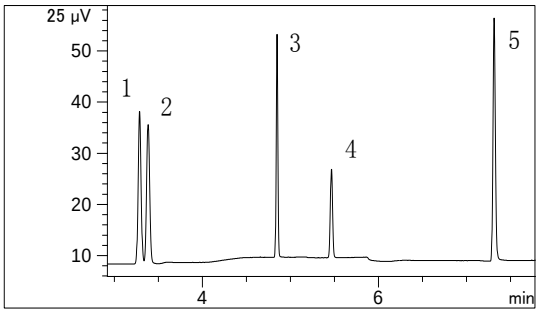
组分	气体浓度 μL/L	回收率/R/%							平均回收率 R/%	相对标准偏差 /RSD/%，n=7
		实验室 1	实验室 2	实验室 3	实验室 4	实验室 5	实验室 6	实验室 7		
氩气	10200	96.2	108	103	101	104	99.0	100	102	3.64
氧气	9950	98.2	103	97.8	101	103	102	90.1	99.3	4.62
氮气	10100	111	105	111	101	99.1	108	102	105	4.62
甲烷	10300	95.1	105	97.7	96.6	97.8	94.6	94.3	97.3	3.68
一氧化碳	30100	97.7	104	100	98.7	102	94.8	98.3	99.4	3.04
氦气	5048	99.0	101	103	98.9	100	101	101	101	1.52
氢气	4975	99.8	102	104	97.7	98.1	103	97.9	100	2.74
二氧化碳	5042	94.5	99.4	98.0	98.5	101	102	107	100	3.94
硫化氢	5050	98.3	97.4	98.6	96.4	103	102	105	100	3.34
氩气	49010	99.5	102	99.4	98.8	99.0	92.3	96.1	98.1	3.10
氧气	25710	98.7	86.4	99.0	98.8	95.8	95.2	102	96.5	5.14
氮气	48980	103	102	105	102	101	99.4	101	102	1.68
甲烷	48170	98.5	102	94.2	101	99.4	99.1	91.8	98.0	3.76
一氧化碳	50630	98.2	97.1	96.7	100	99.1	98.3	94.6	97.7	1.87
氦气	9920	98.6	100	96.2	100	99.7	100	96.4	98.8	1.85
氢气	9940	99.9	101	96.4	100	100	102	95.3	99.1	2.35
二氧化碳	9890	94.5	98.4	101	106	105	97.4	98.8	100	4.19
硫化氢	9890	102	106	101	102	96.6	102	104	102	2.72

表 A.1 多家实验室标准气体样品测定回收率及精密度(续 2)

组分	标准浓度/μL/L	回收率/R/%							平均回收率 R/%	相对标准偏差/RSD/%，n=7）
		实验室1	实验室2	实验室3	实验室4	实验室5	实验室6	实验室7		
氩气	101000	97.0	105	107	101	99.8	100	107	102	3.87
氧气	199000	101	104	104	100	99.8	102	103	102	1.69
氮气	105000	101	103	112	104	103	104	111	105	4.07
甲烷	99400	96.6	105	101	100	99.0	98.4	102	100	2.81
一氧化碳	98600	101	106	109	102	100	101	110	104	3.88
氦气	100000	99.7	99.7	101	100	99.8	98.8	111	102	4.26
氢气	100000	99.9	101	101	100	99.7	98.8	106	101	2.25
二氧化碳	99700	99.4	103	99.8	100	100	97.6	101	100	1.59
硫化氢	20400	99.4	106	99.6	99.4	97.7	103	101	101	2.69

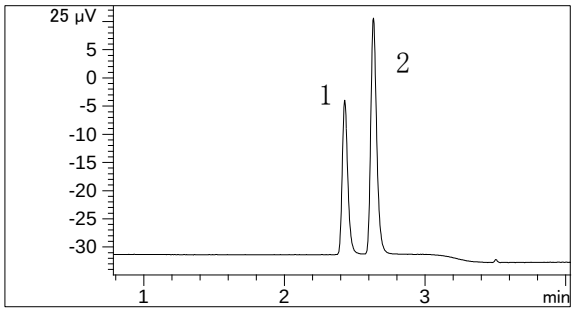
附 录 B
（资料性附录）
标准气体气相色谱图

氦气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢等组分气相色谱图见图 B.1、B.2 和 B.3。



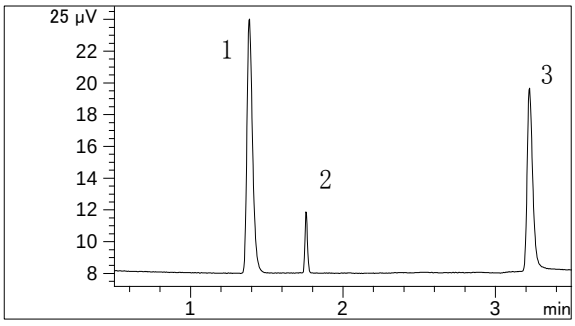
氩气、氧气、氮气、一氧化碳、甲烷标准气体气相色谱图（TCD 检测器）

出峰顺序：1.氩气；2.氧气；3.氮气；4.一氧化碳；5.甲烷。



图B.1　氦气、氢气标准气体气相色谱图（TCD 检测器）

出峰顺序：1.氦气；2.氢气。



图B.2　二氧化碳、硫化氢标准气体气相色谱图（TCD 检测器）

出峰顺序：1.氧氮合峰；2.二氧化碳；3.硫化氢。