

# 中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □□□□—202□

---

## 环境空气和废气 10 种乙酸酯类化合物的测定 固体吸附-溶剂解吸/气相色谱法

Ambient air and waste gas—Determination of 10 acetic esters compounds—Solid adsorption-solvent desorption/gas chromatography

(征求意见稿)

---

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

---

生态 环 境 部 发 布

# 目 次

前 言 .....	ii
1 适用范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 方法原理 .....	1
4 干扰和消除 .....	1
5 试剂和材料 .....	2
6 仪器和设备 .....	2
7 样品 .....	3
8 分析步骤 .....	5
9 结果计算与表示 .....	7
10 准确度 .....	7
11 质量保证和质量控制 .....	8
12 注意事项 .....	9
附 录 A (规范性附录) 方法的检出限和测定下限 .....	10
附 录 B (资料性附录) 方法的准确度 .....	11

## 前　　言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国大气污染防治法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范环境空气和废气中 10 种乙酸酯类化合物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定环境空气、无组织排放监控点空气和固定污染源有组织排放废气中 10 种乙酸酯类化合物的气相色谱法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：天津市生态环境监测中心。

本标准验证单位：重庆市生态环境监测中心、黑龙江省哈尔滨生态环境监测中心、内蒙古自治区环境监测总站鄂尔多斯分站、天津市滨海新区生态环境监测中心、湖北省生态环境监测中心站、广东省广州生态环境监测中心站、河北瑞天职业危害检测有限公司。

本标准生态环境部 202□年□□月□□日批准。

本标准自 202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 环境空气和废气 10 种乙酸酯类化合物的测定 固体吸附-溶剂解吸/气相色谱法

警告：实验中所使用的乙酸酯类化合物、二硫化碳等均具有一定的毒性。样品前处理和溶液配制应在通风柜中进行，操作时应按要求佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

## 1 适用范围

本标准规定了测定环境空气和废气中 10 种乙酸酯类化合物的固体吸附-溶剂解吸/气相色谱法。

本标准适用于环境空气、无组织排放监控点空气和固定污染源有组织排放废气中乙酸甲酯、乙酸乙烯酯、乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸异丙酯、乙酸异丙烯酯、乙酸丁酯、乙酸异丁酯、乙酸仲丁酯、乙酸戊酯的测定。

环境空气和无组织排放监控点空气采样体积为 30 L(标准状态)、解吸液体积为 1.00 mL，进样体积为 1.5  $\mu$ L 时，化合物方法检出限均为 0.02 mg/m<sup>3</sup>，测定下限为 0.08 mg/m<sup>3</sup>；固定污染源有组织排放废气采样体积为 5 L (标准状态干烟气)、解吸液体积为 1.00 mL，进样体积为 1.5  $\mu$ L 时，方法检出限为 0.09 mg/m<sup>3</sup>~0.1 mg/m<sup>3</sup>，测定下限为 0.36 mg/m<sup>3</sup>~0.4 mg/m<sup>3</sup>。详见附录 A。

## 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订，新文件适用于本标准。

- GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法
- HJ/T 47 烟气采样器技术条件
- HJ/T 55 大气污染物无组织排放监测技术导则
- HJ 194 环境空气质量手工监测技术规范
- HJ/T 373 固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）
- HJ/T 375 环境空气采样器技术要求及检测方法
- HJ/T 397 固定源废气监测技术规范
- HJ 1405 排污单位污染物排放口监测点位设置技术规范

## 3 方法原理

环境空气和废气中的 10 种乙酸酯类化合物经活性炭吸附管富集，二硫化碳解吸，解吸液经气相色谱分离，以氢火焰离子化检测器检测，根据色谱峰保留时间定性，外标法定量。

## 4 干扰和消除

高浓度废气样品中与 10 种乙酸酯类化合物保留时间相近的苯、甲苯、乙二醇乙醚乙酸酯等可能会产生干扰，可通过使用固定相为 100% 交联键合聚乙二醇的辅助定性色谱柱验证，或使用气相色谱-质谱仪确认定性结果。

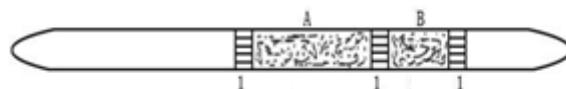
## 5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为新制备的不含目标化合物的纯水。

5.1 二硫化碳（CS<sub>2</sub>）：色谱纯，在气相色谱参考分析条件（8.1）下检验无干扰峰，或其中目标化合物的空白值低于方法检出限。

5.2 10 种乙酸酯类化合物标准溶液：浓度为 2000 μg/mL。直接购买市售有证 10 种乙酸酯类化合物标准溶液（二硫化碳介质），按照标准溶液证书要求保存，也可使用乙酸酯类标准品自行配制。标准溶液开启后，于棕色密实瓶内低温冷藏（0 ℃～4 ℃）或冷冻保存，保存期为 30 d。

5.3 活性炭吸附管：活性炭吸附管为玻璃材质，带封端，硅胶套或不含乙酸酯材质胶帽密封。规格Φ6 mm ×（80～120）mm，内装两段粒径 380 μm～830 μm（40 目～20 目）椰壳活性炭，其中 A 段（采样段）100 mg，B 段（指示段）50 mg，详见图 1。可购买市售商品化活性炭吸附管。



1——玻璃棉；A——100 mg 活性炭；B——50 mg 活性炭。

图 1 活性炭吸附管

5.4 载气：氮气，纯度≥99.999%。

5.5 燃烧气：氢气，纯度≥99.99%。

5.6 助燃气：空气，经硅胶除湿和脱烃管除烃，或者 5A 分子筛净化。

## 6 仪器和设备

6.1 环境空气采样器：采样流量范围 0.1 L/min～1.0 L/min，流量精度±5%，可设置并显示采样流量、加热温度、采样时间和样品编号等关键参数，有数据记录、存储、打印和断电保护等功能；其他性能和技术指标应符合 HJ/T 375 规定。

6.2 烟气采样器：包括采样管、除湿装置、采样控制器和采样泵等。采样流量范围 0.1 L/min～1.0 L/min，流量精度±5%；采样管应使用不锈钢等类似惰性材质，要求不与乙酸酯反应，应具备滤尘、加热和保温功能，加热温度不低于 120 ℃±5 ℃；可设置并显示采样流量、加热温度、采样时间和样品编号等关键参数，有数据记录、存储、打印和断电保护等功能；其他性能和技术指标应符合 HJ/T 47 有关要求。

6.3 气相色谱仪：具有分流/不分流进样口、程序升温功能和氢火焰离子化检测器（FID）。

**6.4 色谱柱：**石英毛细管色谱柱，选择两根固定相极性不同的色谱柱。推荐定量色谱柱， $30\text{ m (柱长)} \times 0.32\text{ mm (内径)} \times 1.80\text{ }\mu\text{m (膜厚)}$ ，固定相为 6% 氯丙基苯基-94% 二甲基聚硅氧烷；辅助定性色谱柱， $30\text{ m (柱长)} \times 0.25\text{ mm (内径)} \times 0.50\text{ }\mu\text{m (膜厚)}$ ，固定相为 100% 交联键合聚乙二醇；或其他等效色谱柱。

**6.5 制冷除湿装置：**市售制冷除湿装置或自制冰水浴除湿装置，气路部分和连接部件宜使用石英玻璃、氟聚合物或经惰性化处理的不锈钢等材质，制冷除湿装置的制冷温度应能控制在  $0\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 6\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。非冰水浴制冷除湿装置如半导体制冷除湿装置，压缩机制冷除湿装置等应通过验证，适用于本标准。

**6.6 具塞玻璃试管：** $5\text{ mL}$  或  $10\text{ mL}$ ，试管塞为聚四氟乙烯、玻璃等不含乙酸酯的材质。

**6.7 进样瓶：** $2.0\text{ mL}$ ，玻璃材质，具聚四氟乙烯涂层隔垫。

**6.8 微量注射器：** $5\text{ }\mu\text{L}$ 、 $10\text{ }\mu\text{L}$ 、 $50\text{ }\mu\text{L}$ 、 $100\text{ }\mu\text{L}$  等不同规格。

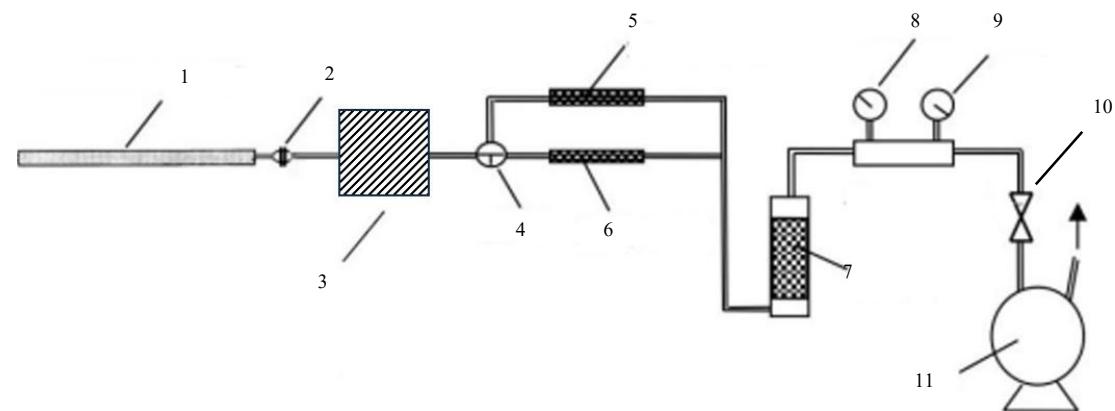
**6.9 一般实验室常用仪器和设备。**

## 7 样品

### 7.1 样品采集

#### 7.1.1 固定污染源有组织排放废气样品

固定污染源有组织排放废气监测采样位置与采样点的确定、废气参数的测定和采样操作按照 GB/T 16157、HJ/T 397 和 HJ 1405 中有关规定执行，固定污染源有组织排放废气采样装置如图 2 所示。



1——带加热装置的采样管；2——滤膜夹套；3——制冷除湿装置；4——三通阀；5——旁路吸附管；6——活性炭吸附管；7——干燥器；8——温度计；9——压力表；10——流量控制器；11——抽气泵。

图 2 固定污染源有组织排放废气采样装置示意图

将除去两端封口的活性炭吸附管（5.3）的 B 段连接到采样装置后，按照气态污染物采集方法，用烟气采样器（6.2）以  $0.5\text{ L/min}$  的流量，连续采样  $1\text{ h}$ ，或在  $1\text{ h}$  内以等时间间隔采集 3 个~4 个样品，每个样品至少采集  $10\text{ min}$ 。

(1) 采样前，在采样系统连接好以后，应按照 HJ/T 397 对采样系统进行气密性检查。

(2) 采样管进气口应靠近管道中心位置，连接采样管与吸附管之间的导管应尽可能短。

(3) 吸附管应尽可能靠近采样管出口，采样前使待测废气通过旁路 5 min，将吸附管前管路内的空气彻底置换；采样期间保持流量恒定，波动在±10%以内。

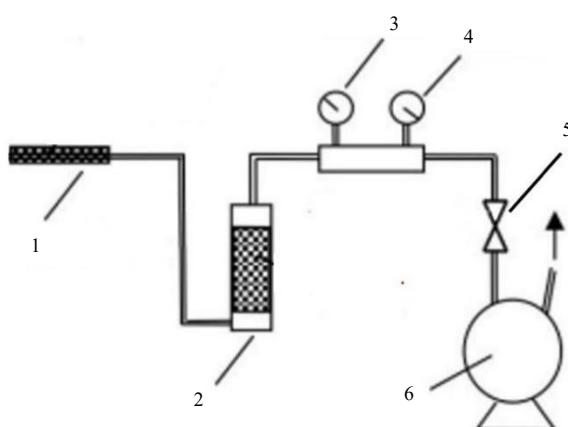
采样结束后迅速取下活性炭吸附管（5.3），密封活性炭吸附管两端，避光保存。

注 1：烟气含湿量（体积百分数）<3%时可不加除湿装置。

注 2：若废气样品分析时发现乙酸甲酯或乙酸乙烯酯出现穿透或吸附容量过饱和时，可针对乙酸甲酯或乙酸乙烯酯减少采样体积或者使用大容量活性炭吸附管进行样品采集。

### 7.1.2 环境空气和无组织排放监控点空气样品

环境空气和无组织排放监控点空气样品采集点的布设、采样频次、采样时间和采样操作按照 HJ/T 55 和 HJ 194 的相关规定执行，环境空气和无组织排放监控点空气采样装置如图 3 所示。



1——活性炭吸附管；2——干燥器；3——温度计；4——压力表；5——流量控制器；6——抽气泵。

图 3 环境空气和无组织排放监控点空气采样装置示意图

将除去两端封口的活性炭吸附管（5.3）B 段连接到环境空气采样器（6.1）后，打开采样器，堵住活性炭吸附管进气端，使流量计的示值归零。用环境空气采样器（6.1）以 0.5 L/min 的流量采样，采样 60 min。若流量计示值不能归零，应检查采样系统是否漏气。采样结束后迅速取下活性炭吸附管（5.3），密封活性炭吸附管（5.3）两端，避光保存。

### 7.1.3 全程序空白

每次采样时应至少带一支同批次活性炭吸附管（5.3）作为全程序空白样品。在采样现场除去活性炭吸附管（5.3）两端封口后立即密封，随同批次样品一并存放并送回实验室分析。

## 7.2 样品保存

采集样品的活性炭吸附管常温避光保存，5 d 内完成解吸；或 4 °C 以下冷藏避光保存，7 d 内完成解吸。

## 7.3 试样的制备

采集样品的活性炭吸附管（5.3），去掉两端密封胶帽，将 A 段、B 段中活性炭取出，分别转移至具塞玻璃试管（6.6）中，在每个具塞玻璃试管（6.6）中分别加入 1.00 mL 二硫化碳（5.1）密封，轻轻振摇，在室温下静置解吸约 30 min，取上清液置于样品瓶（6.7）中待测。

## 7.4 空白试样的制备

### 7.4.1 全程序空白试样

按照与试样的制备（7.3）相同的步骤制备全程序空白试样（7.1.3）。

### 7.4.2 实验室空白试样

取同批次空白活性炭吸附管（5.3），按照与试样的制备（7.3）相同的步骤制备实验室空白试样。

## 8 分析步骤

### 8.1 气相色谱参考条件

进样口：220 °C；分流进样，分流比为 10:1；进样量：1.5 μL。

升温程序：初始温度 32 °C 保持 10 min，以 10 °C/min 升至 180 °C，以 20 °C/min 升至 200 °C；载气：氮气（5.4），柱流量：1.0 mL/min。

FID 检测器：250 °C；燃烧气（5.5）流量：40 mL/min；助燃气（5.6）流量：450 mL/min；尾吹气为氮气（5.4），流量：25 mL/min。

## 8.2 校准

### 8.2.1 低浓度标准曲线的建立

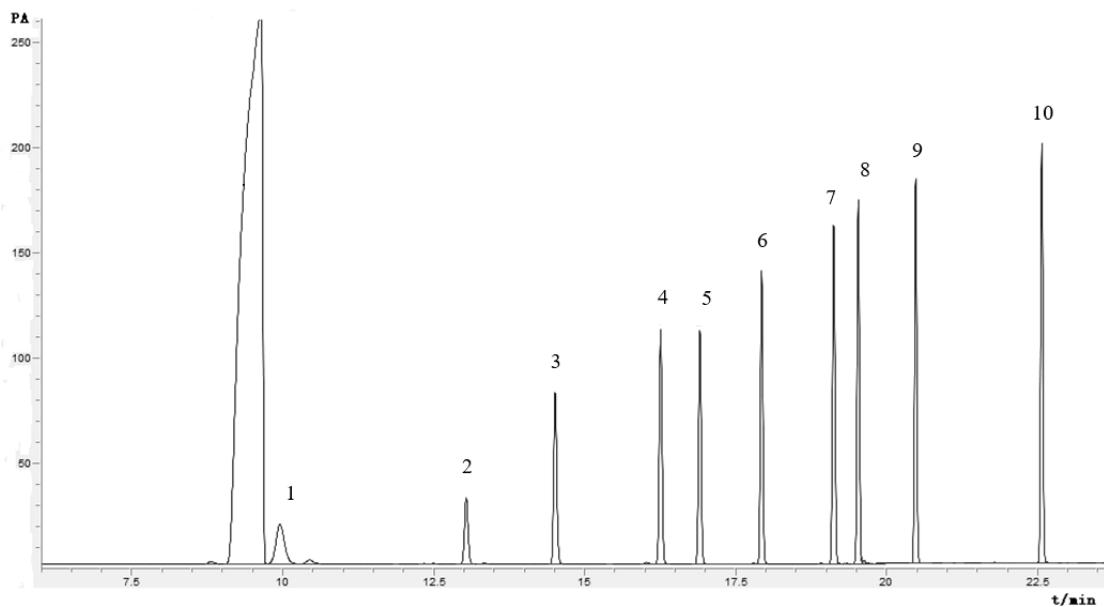
移取 10 种乙酸酯类化合物标准溶液（5.2），用二硫化碳（5.1）稀释，配制至少 5 个浓度点的标准系列，参考质量浓度分别为 2.00 μg/mL、5.00 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、150 μg/mL。按照气相色谱参考条件（8.1），依次由低浓度到高浓度测定，以质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，建立低浓度标准曲线。

### 8.2.2 高浓度标准曲线的建立

移取 10 种乙酸酯类化合物标准溶液（5.2），用二硫化碳（5.1）稀释，配制至少 5 个浓度点的标准系列，参考质量浓度分别为 20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、200 μg/mL、400 μg/mL、800 μg/mL。按照气相色谱参考条件（8.1），依次由低浓度到高浓度测定，以质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，建立高浓度标准曲线。

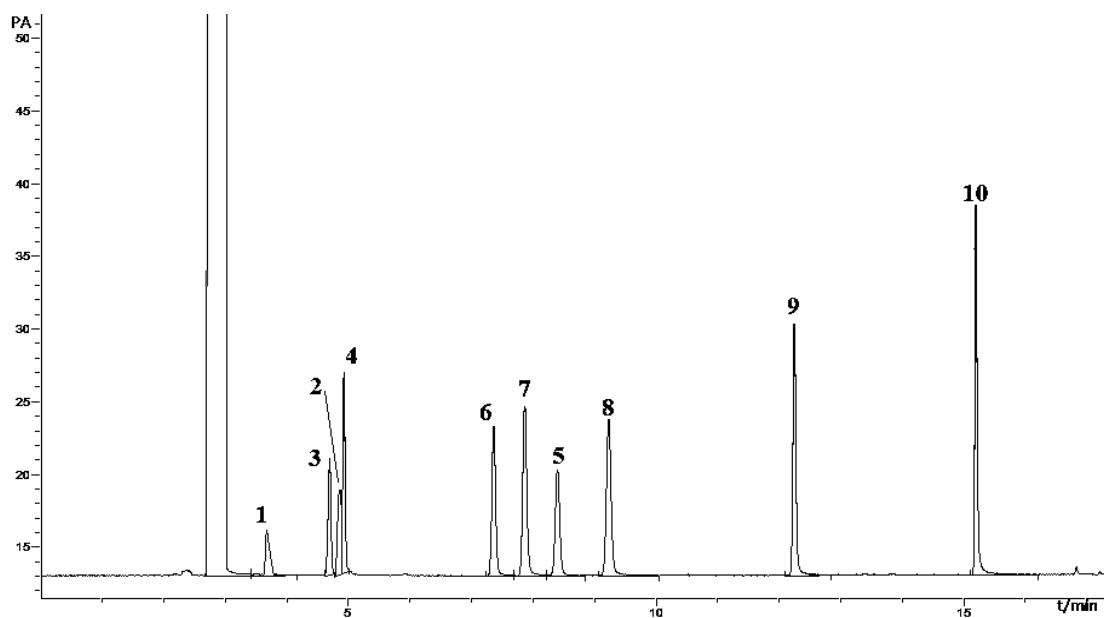
### 8.2.3 标准色谱图

本标准气相色谱参考条件（8.1）下，10 种乙酸酯类化合物标准溶液参考色谱图见图 4 和图 5。



1——乙酸甲酯；2——乙酸乙烯酯；3——乙酸乙酯；4——乙酸异丙酯；5——乙酸异丙烯酯；6——乙酸丙酯；7——乙酸仲丁酯；8——乙酸异丁酯；9——乙酸丁酯；10——乙酸戊酯。

图4 10种乙酸酯类化合物的标准溶液参照色谱图(固定相为6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷)



1——乙酸甲酯；2——乙酸乙烯酯；3——乙酸乙酯；4——乙酸异丙酯；5——乙酸异丙烯酯；6——乙酸丙酯；7——乙酸仲丁酯；8——乙酸异丁酯；9——乙酸丁酯；10——乙酸戊酯。

图5 10种乙酸酯类化合物的标准溶液参考色谱图(固定相为100%交联键合聚乙二醇)

### 8.3 试样测定

按照与标准曲线的建立(8.2)相同的仪器条件测定试样(7.3)。

## 8.4 空白试样的测定

按照与试样测定（8.3）相同的仪器条件测定空白试样（7.4）。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 定性分析

根据样品中目标化合物的保留时间定性。

样品分析前，确定保留时间范围为  $t \pm 3S$ 。 $t$  为初始校准时各浓度水平目标化合物的保留时间均值， $S$  为初始校准时各浓度水平目标化合物保留时间的标准偏差。样品分析时，目标化合物应在保留时间范围  $t \pm 3S$  内出峰。

必要时，可在气相色谱参考条件（8.1）下采用另一根不同极性的毛细管色谱柱进行辅助定性确认。

### 9.2 结果计算

样品中目标化合物的质量浓度（ $\text{mg}/\text{m}^3$ ）按公式（1）计算：

$$\rho = \frac{(\rho_A + \rho_B) \times V_f}{V_0} \quad (1)$$

式中： $\rho$ ——样品中目标化合物的质量浓度， $\text{mg}/\text{m}^3$ ；

$\rho_A$ ——由标准曲线所得活性炭吸附 A 段试样中目标化合物的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$\rho_B$ ——由校准曲线所得活性炭吸附 B 段试样中目标化合物的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$V_f$ ——解吸溶剂体积， $\text{mL}$ ；

$V_0$ ——采样体积， $\text{L}$ 。应按照相应质量标准或排放标准的要求，采用规定状态的采样体积。

### 9.3 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

## 10 准确度

### 10.1 精密度

7 家实验室分别对加标量为  $10.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $40.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $120 \text{ mg}/\text{m}^3$  的固定污染源有组织排放废气统一空白样品重复测定 6 次。实验室内相对标准偏差分别为  $3.9\% \sim 12\%$ 、 $1.3\% \sim 20\%$ 、 $1.4\% \sim 15\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为  $5.2\% \sim 14\%$ 、 $6.5\% \sim 14\%$ 、 $7.5\% \sim 14\%$ ；重复性限分别为  $2.1 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 2.3 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $13 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 14 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $17 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 32 \text{ mg}/\text{m}^3$ ；再现性限分别为  $2.4 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 3.9 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $14 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 18 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $30 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 43 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

7 家实验室分别对加标量为  $0.20 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $1.00 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $4.00 \text{ mg}/\text{m}^3$  的环境空气和无组织排放监控点空气统一空白样品重复测定 6 次。实验室内相对标准偏差分别为  $1.5\% \sim 20\%$ 、 $1.6\% \sim 9.1\%$ 、 $3.1\% \sim 17\%$ ；实验室间相对标准偏差分别为  $8.9\% \sim 14\%$ 、 $5.8\% \sim 14\%$ 、 $8.3\% \sim 16\%$ ；重复性限分别为  $0.03 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 0.06 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $0.14 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 0.15 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $0.94 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 0.99 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

$\text{mg}/\text{m}^3$ ；再现性限分别为  $0.05 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 0.08 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $0.20 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 0.37 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $1.2 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 1.9 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

7家实验室分别对10种乙酸酯加标浓度 $0.6 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 4.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的固定污染源有组织排放废气非统一加标样品重复测定6次，实验室内相对标准偏差分别为 $0.7\% \sim 20\%$ 。

7家实验室分别对10种乙酸酯加标浓度 $0.07 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的环境空气非统一加标样品重复测定6次，实验室内相对标准偏差分别为 $0.8\% \sim 16\%$ 。

7家实验室分别对10种乙酸酯加标浓度 $0.40 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的无组织排放监控点空气非统一加标样品重复测定6次，实验室内相对标准偏差分别为 $1.8\% \sim 7.7\%$ 。

精密度结果统计参见附录B的表B.1-1~表B.1-3。

## 10.2 正确度

7家实验室分别对加标量为 $10.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $40.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $120 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的固定污染源有组织排放废气统一空白样品重复测定6次。加标回收率范围分别为 $79.1\% \sim 112\%$ 、 $71.8\% \sim 106\%$ 、 $72.3\% \sim 117\%$ ；加标回收率最终值分别为 $92.6\% \pm 24.2\% \sim 95.1\% \pm 11.4\%$ 、 $87.0\% \pm 23.2\% \sim 95.8\% \pm 14.8\%$ 、 $86.9\% \pm 23.2\% \sim 103\% \pm 23.4\%$ 。

7家实验室分别对加标量为 $0.20 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $1.00 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $4.00 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的环境空气和无组织排放监控点空气统一空白样品重复测定6次。加标回收率范围分别为 $72.0\% \sim 114\%$ 、 $77.5\% \sim 119\%$ 、 $74.5\% \sim 116\%$ ；加标回收率最终值分别为 $88.9\% \pm 22.6\% \sim 97.7\% \pm 20.2\%$ 、 $86.8\% \pm 13.0\% \sim 94.1\% \pm 25.0\%$ 、 $82.5\% \pm 14.2\% \sim 92.3\% \pm 29.0\%$ 。

7家实验室分别对10种乙酸酯加标浓度 $0.6 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 4.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的固定污染源有组织排放废气非统一加标样品重复测定6次，加标回收率范围为 $77.5\% \sim 118\%$ ，加标回收率最终值为 $95.2\% \pm 25.8\% \sim 102\% \pm 23.8\%$ 。

7家实验室分别对10种乙酸酯加标浓度 $0.07 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的环境空气非统一加标样品重复测定6次，加标回收率范围为 $72.7\% \sim 117\%$ ，加标回收率最终值为 $94.1\% \pm 26.6\% \sim 102\% \pm 14.8\%$ 。

7家实验室分别对10种乙酸酯加标浓度 $0.40 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的无组织排放监控点空气非统一加标样品重复测定6次，加标回收率范围为 $79.0\% \sim 114\%$ ，加标回收率最终值为 $90.3\% \pm 17.4\% \sim 96.8\% \pm 15.6\%$ 。

正确度结果统计参见附录B的表B.2-1~表B.2-3。

## 11 质量保证和质量控制

11.1 采样前后采样系统的流量相对误差应在 $\pm 5\%$ 以内。

11.2 每20个样品或每批次样品( $\leq 20$ 个)至少分析1个全程序空白和1个实验室空白，测定结果应低于方法检出限。

11.3 标准曲线至少绘制5个浓度点，标准曲线的线性相关系数应 $\geq 0.995$ 。连续分析时，每20个样品或每批次样品( $\leq 20$ 个/批)应分析1个标准曲线中间点浓度，测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 20\%$ 以内。

**11.4** 采集环境空气和无组织排放监控点空气样品，每 20 个样品或每批次样品（≤20 个）应至少分析 1 个平行样，当测定结果大于测定下限时平行样测定结果的相对偏差应在±20% 以内。

**11.5** 如果活性炭吸附采样管中后段待测物的质量≥前段待测物的质量 10%，表明有穿透，应重新采样。

## 12 注意事项

**12.1** 新购买的活性炭吸附管需对 10 种乙酸酯类化合物的吸附效率进行检查。检查方式：将活性炭吸附管两端开封后，注入一定量的 10 种乙酸酯类化合物标准溶液，按照试样的制备（7.3）相同的步骤制备后，解吸液使用气相色谱分析，吸附效率应达到 90% 以上。若不满足，可将活性炭吸附管两端开封后置于烘箱（120 °C）中烘烤 30 min 以上。如烘烤后吸附效率仍未达到要求，应重新购置活性炭吸附管。

**12.2** 开封后的 10 种乙酸酯类化合物标准溶液避免反复冻融，瓶内尽量充满溶液减少顶部空气。

附录 A  
 (规范性附录)  
 方法的检出限和测定下限

固定污染源有组织排放废气采样体积为 5 L、解吸液体积为 1.00 mL 时；当环境空气和无组织排放监控点空气采样体积为 30 L、解吸液体积为 1.00 mL 时，10 种乙酸酯类化合物的方法检出限和测定下限见表 A.1。

表 A.1 10 种乙酸酯类化合物的检出限和测定下限

序号	化合物名称	CAS 号	固定污染源有组织排放废气		环境空气和无组织排放监控点空气	
			检出限 (mg/m <sup>3</sup> )	测定下限 (mg/m <sup>3</sup> )	检出限 (mg/m <sup>3</sup> )	测定下限 (mg/m <sup>3</sup> )
1	乙酸甲酯	79-20-9	0.1	0.4	0.02	0.08
2	乙酸乙烯酯	108-05-4	0.1	0.4	0.02	0.08
3	乙酸乙酯	141-78-6	0.1	0.4	0.02	0.08
4	乙酸异丙酯	108-21-4	0.1	0.4	0.02	0.08
5	乙酸异丙烯酯	108-22-5	0.09	0.36	0.02	0.08
6	乙酸丙酯	109-60-4	0.1	0.4	0.02	0.08
7	乙酸仲丁酯	105-46-4	0.1	0.4	0.02	0.08
8	乙酸异丁酯	110-19-0	0.1	0.4	0.02	0.08
9	乙酸丁酯	123-86-4	0.1	0.4	0.02	0.08
10	乙酸戊酯	628-63-7	0.1	0.4	0.02	0.08

附录 B  
(资料性附录)  
方法的准确度

表 B.1-1 固定污染源有组织排放废气空白加标样品的精密度汇总表

化合物名称	加标浓度 (mg/m <sup>3</sup> )	测定均值 (mg/m <sup>3</sup> )	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重复性限 (mg/m <sup>3</sup> )	再现性限 (mg/m <sup>3</sup> )
乙酸甲酯	10.0	9.26	3.9~12	14	2.1	3.9
	40.0	34.8	1.5~20	14	14	18
	120	124	1.4~8.9	12	20	43
乙酸乙烯酯	10.0	9.41	4.2~12	7.4	2.2	2.8
	40.0	36.0	2.1~19	9.0	14	16
	120	104	2.3~7.5	14	17	42
乙酸乙酯	10.0	9.51	4.5~11	6.0	2.2	2.6
	40.0	37.4	1.4~18	8.5	14	16
	120	113	2.2~6.8	7.9	18	30
乙酸异丙酯	10.0	9.51	4.6~11	5.2	2.2	2.5
	40.0	38.1	1.3~18	7.3	14	15
	120	118	2.6~7.1	8.1	19	32
乙酸异丙烯 酯	10.0	9.44	4.6~11	5.2	2.2	2.4
	40.0	37.9	1.9~18	7.5	14	15
	120	116	2.6~7.1	7.8	19	30
乙酸丙酯	10.0	9.43	4.7~11	5.5	2.2	2.5
	40.0	37.9	2.6~18	6.5	13	14
	120	115	3.5~7.6	7.5	20	30
乙酸仲丁酯	10.0	9.38	4.7~11	6.3	2.2	2.6
	40.0	38.0	2.8~18	6.7	13	14
	120	115	4.9~9.2	7.7	22	32
乙酸异丁酯	10.0	9.35	4.7~11	6.4	2.2	2.6
	40.0	38.0	2.8~18	6.6	13	14
	120	114	5.3~9.7	7.6	22	32
乙酸丁酯	10.0	9.33	4.8~11	7.1	2.2	2.8
	40.0	37.9	2.9~18	6.8	13	14
	120	115	5.3~12	7.9	24	34
乙酸戊酯	10.0	9.32	4.5~11	8.5	2.3	3.0
	40.0	38.3	1.7~18	7.6	14	15
	120	120	4.9~15	9.1	32	42

表 B. 1-2 环境空气和无组织排放监控点空气空白加标样品的精密度汇总表

化合物名称	加标浓度 (mg/m <sup>3</sup> )	测定均值 (mg/m <sup>3</sup> )	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重复性限 (mg/m <sup>3</sup> )	再现性限 (mg/m <sup>3</sup> )
乙酸甲酯	0.20	0.178	2.6~20	13	0.04	0.07
	1.00	0.869	1.9~8.5	7.5	0.14	0.22
	4.00	3.30	3.1~17	8.6	0.98	1.2
乙酸乙烯酯	0.20	0.190	4.7~20	12	0.06	0.08
	1.00	0.892	2.5~8.2	5.8	0.15	0.20
	4.00	3.44	4.7~17	8.3	0.96	1.2
乙酸乙酯	0.20	0.186	2.4~20	14	0.04	0.08
	1.00	0.911	2.4~9.1	5.9	0.15	0.21
	4.00	3.49	3.9~16	8.6	0.94	1.2
乙酸异丙酯	0.20	0.194	2.8~6.6	13	0.03	0.07
	1.00	0.924	2.4~8.1	7.9	0.14	0.24
	4.00	3.53	4.2~16	9.2	0.96	1.3
乙酸异丙烯 酯	0.20	0.194	1.5~13	11	0.03	0.06
	1.00	0.925	2.5~7.4	7.9	0.14	0.24
	4.00	3.54	4.2~16	9.2	0.96	1.3
乙酸丙酯	0.20	0.190	4.7~13	12	0.04	0.07
	1.00	0.929	2.5~7.6	9.4	0.14	0.28
	4.00	3.58	3.8~16	11	0.99	1.4
乙酸仲丁酯	0.20	0.191	2.7~6.6	8.9	0.03	0.05
	1.00	0.936	2.5~7.7	12	0.14	0.32
	4.00	3.63	3.6~16	13	0.98	1.5
乙酸异丁酯	0.20	0.195	2.9~6.2	11	0.03	0.06
	1.00	0.936	2.6~7.8	12	0.14	0.32
	4.00	3.64	3.5~16	13	0.98	1.6
乙酸丁酯	0.20	0.193	3.7~6.3	14	0.03	0.08
	1.00	0.915	2.3~8.2	14	0.14	0.37
	4.00	3.66	3.5~16	14	0.98	1.7
乙酸戊酯	0.20	0.194	4.2~7.9	12	0.03	0.07
	1.00	0.941	1.6~7.8	14	0.14	0.37
	4.00	3.70	3.4~16	16	0.98	1.9

表 B.1-3 非统一加标样品的精密度汇总表

化合物名称	样品类型	加浓度 (mg/m <sup>3</sup> )	测定均值 (mg/m <sup>3</sup> )	实验室内相对标准偏差 (%)
乙酸甲酯	固定源	0.6~4.0	2.3	1.1~20
	环境空气	0.07	0.06	2.7~16
	无组织	0.40	0.36	1.8~5.2
乙酸乙烯酯	固定源	0.6~4.0	2.4	0.7~17
	环境空气	0.07	0.06	2.3~11
	无组织	0.40	0.36	3.5~5.7
乙酸乙酯	固定源	0.6~4.0	2.8	1.2~13
	环境空气	0.07	0.06	3.2~15
	无组织	0.40	0.37	3.7~7.7
乙酸异丙酯	固定源	0.6~4.0	2.4	1.0~11
	环境空气	0.07	0.07	2.1~5.0
	无组织	0.40	0.38	4.1~6.0
乙酸异丙烯酯	固定源	0.60~4.00	2.42	1.0~11
	环境空气	0.07	0.07	0.8~13
	无组织	0.40	0.38	4.0~6.2
乙酸丙酯	固定源	0.6~4.0	2.4	0.7~10
	环境空气	0.07	0.07	1.1~9.7
	无组织	0.40	0.38	4.0~7.0
乙酸仲丁酯	固定源	0.6~4.0	2.3	0.7~11
	环境空气	0.07	0.07	1.0~5.0
	无组织	0.40	0.39	3.9~6.8
乙酸异丁酯	固定源	0.6~4.0	2.4	1.4~13
	环境空气	0.07	0.07	1.4~4.5
	无组织	0.40	0.39	4.0~6.6
乙酸丁酯	固定源	0.6~4.0	2.3	1.4~11
	环境空气	0.07	0.07	1.9~7.7
	无组织	0.40	0.38	3.9~7.1
乙酸戊酯	固定源	0.6~4.0	2.7	1.3~13
	环境空气	0.07	0.07	1.1~7.4
	无组织	0.40	0.39	3.6~5.5

表 B. 2-1 固定污染源有组织排放废气空白加标样品的正确度汇总表

化合物名称	加标浓度 (mg/m <sup>3</sup> )	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
乙酸甲酯	10.0	79.1~112	92.6	92.6±24.2
	40.0	71.8~100	87.0	87.0±23.2
	120	84.2~117	103	103±23.4
乙酸乙烯酯	10.0	82.7~105	94.1	94.1±14.0
	40.0	81.0~98.5	90.0	90.0±16.2
	120	72.3~105	86.9	86.9±23.2
乙酸乙酯	10.0	84.3~103	95.1	95.1±11.4
	40.0	83.0~104	93.5	93.5±16.2
	120	83.3~104	94.0	94.0±14.8
乙酸异丙酯	10.0	85.1~100	95.1	95.1±9.8
	40.0	84.0~106	95.4	95.4±13.8
	120	83.3~107	98.6	98.6±16.0
乙酸异丙烯酯	10.0	84.9~98.9	94.4	94.4±9.8
	40.0	83.2~106	94.8	94.8±14.4
	120	83.3~102	96.2	96.2±14.6
乙酸丙酯	10.0	85.1~98.6	94.3	94.3±10.4
	40.0	84.5~105	94.7	94.7±12.6
	120	85.0~104	95.8	95.8±14.4
乙酸仲丁酯	10.0	84.8~101	93.8	93.8±11.8
	40.0	84.8~105	95.0	95.0±12.6
	120	85.8~105	96.0	96.0±15.0
乙酸异丁酯	10.0	84.9~101	93.5	93.5±12.0
	40.0	85.0~105	95.0	95.0±12.6
	120	85.8~105	95.2	95.2±14.6
乙酸丁酯	10.0	84.4~102	93.3	93.3±13.4
	40.0	84.8~104	94.6	94.6±12.6
	120	85.0~106	95.9	95.9±15.2
乙酸戊酯	10.0	83.6~105	93.2	93.2±15.8
	40.0	84.5~106	95.8	95.8±14.8
	120	85.8~108	100	100±18.2

表 B. 2-2 环境空气和无组织排放监控点空气空白加标样品的正确度汇总表

化合物名称	加标浓度 (mg/m <sup>3</sup> )	加标回收率范围 (%)	$\bar{P}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
乙酸甲酯	0.20	76.0~106	88.9	88.9±22.6
	1.00	77.5~97.3	86.8	86.8±13.0
	4.00	74.5~96.5	82.5	82.5±14.2
乙酸乙烯酯	0.20	76.0~108	95.1	95.1±21.6
	1.00	82.6~96.0	89.1	89.1±10.4
	4.00	77.2~99.8	85.9	85.9±14.2
乙酸乙酯	0.20	72.0~108	93.1	93.1±25.6
	1.00	81.8~96.7	91.1	91.1±10.8
	4.00	78.8~102	87.3	87.3±15.2
乙酸异丙酯	0.20	82.0~112	97.1	97.1±23.6
	1.00	80.6~103	92.4	92.4±14.6
	4.00	79.2~103	88.3	88.3±16.2
乙酸异丙烯酯	0.20	86.0~114	97.1	97.1±20.0
	1.00	80.7~103	92.5	92.5±14.6
	4.00	79.0~103	88.5	88.5±16.2
乙酸丙酯	0.20	82.0~108	94.9	94.9±21.4
	1.00	79.8~108	92.9	92.9±17.4
	4.00	78.8~104	89.6	89.6±18.6
乙酸仲丁酯	0.20	84.0~108	95.4	95.4±17.0
	1.00	79.3~113	93.6	93.6±21.0
	4.00	78.5~106	90.8	90.8±22.6
乙酸异丁酯	0.20	84.0~108	97.7	97.7±20.2
	1.00	79.2~113	93.6	93.6±21.0
	4.00	78.5~107	90.9	90.9±23.2
乙酸丁酯	0.20	74.0~108	96.6	96.6±25.8
	1.00	79.1~115	91.5	91.5±25.0
	4.00	78.0~110	91.4	91.4±25.2
乙酸戊酯	0.20	80.0~108	97.1	97.1±22.2
	1.00	79.4~119	94.1	94.1±25.0
	4.00	77.8~116	92.3	92.3±29.0

表 B. 2-3 非统一加标样品的正确度汇总表

化合物名称	样品类型	加标浓度 (mg/m <sup>3</sup> )	加标回收率 范围(%)	$\bar{P}$ (%)	$\bar{P} \pm 2S_{\bar{P}}$ (%)
乙酸甲酯	固定源	0.6~4.0	80.5~113	96.5	96.5±23.8
	环境空气	0.07	72.7~107	94.1	94.1±26.6
	无组织	0.40	79.0~103	90.3	90.3±17.4
乙酸乙烯酯	固定源	0.6~4.0	80.4~113	98.1	98.1±25.2
	环境空气	0.07	74.2~108	96.0	96.0±23.4
	无组织	0.40	80.8~100	91.2	91.2±13.8
乙酸乙酯	固定源	0.6~4.0	78.0~111	95.2	95.2±25.8
	环境空气	0.07	78.8~108	96.3	96.3±21.2
	无组织	0.40	86.0~102	93.3	93.3±10.6
乙酸异丙酯	固定源	0.6~4.0	81.5~112	101	101±20.8
	环境空气	0.07	90.9~114	100	100±16.4
	无组织	0.40	87.5~103	95.6	95.6±11.0
乙酸异丙烯酯	固定源	0.60~4.00	80.5~117	102	102±23.8
	环境空气	0.07	89.4~114	100	100±17.0
	无组织	0.40	87.0~103	95.7	95.7±11.6
乙酸丙酯	固定源	0.6~4.0	85.0~116	99.8	99.8±25.6
	环境空气	0.07	90.9~111	98.5	98.5±15.0
	无组织	0.40	87.0~107	95.4	95.4±12.6
乙酸仲丁酯	固定源	0.6~4.0	86.0~118	99.8	99.8±21.8
	环境空气	0.07	92.4~113	101	101±14.0
	无组织	0.40	87.2~111	96.8	96.8±15.6
乙酸异丁酯	固定源	0.6~4.0	84.0~117	99.2	99.2±25.6
	环境空气	0.07	92.4~115	102	102±14.8
	无组织	0.40	87.2~111	96.5	96.5±15.4
乙酸丁酯	固定源	0.6~4.0	77.5~113	97.1	97.1±25.8
	环境空气	0.07	86.4~116	100	100±20.6
	无组织	0.40	85.5~113	94.4	94.4±18.4
乙酸戊酯	固定源	0.6~4.0	84.0~111	97.3	97.3±20.0
	环境空气	0.07	74.2~117	98.2	98.2±26.0
	无组织	0.40	86.2~114	96.1	96.1±18.2