广东省分析测试协会团体标准 《环境空气和废气 8种丙烯酸酯类化合物 的测定 气相色谱-质谱法》 编制说明

《环境空气和废气 8种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》编制组

2024 年 11 月 20 日

目录

1 本标准制定的目的与意义	1
2 任务来源和工作简介	3
2.1.任务来源	3
2.2 主要工作过程	
3.本标准与国内外标准关系的说明	6
4. 标准编制原则及确定标准主要内容	8
4.1 标准编制原则	8
4.2 确定标准主要内容的依据	9
5 标准实施建议	9
6 试验验证情况	9
6.1 基本情况	10
6.1.1 试剂和材料	10
6.1.2 仪器和设备	10
6.1.3 方法原理	11
6.1.4 实验方案	11
6.1.5 测试结果	12
6.2 试验情况	12
6.2.1 广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)	12
6.2.2 广东粤风检测技术有限公司	17
6.2.3 广州科元环境监测技术有限公司	21
6.2.4 信测标准环境技术服务(广东)有限公司	26
6.2.5 实验室间数据对比	30
7 重大分歧意见的处理经过和依据	33
8 贯彻国家标准的要求和措施建议	33
9 废止现行有关标准的建议	33
10 附件材料	33
附件 1.验证报告-广东粤风检测技术有限公司	33
附件 2.验证报告-广州科元环境监测技术有限公司	36
附件 3.验证报告-信测标准环境技术服务(广东)有限公司	39

1 本标准制定的目的与意义

丙烯酸酯类树脂具有耐热、耐水、耐紫外光等性能, 广泛应用于 医药、涂料、粘合剂、皮革、化纤、造纸、印刷等行业。其中,涂料 是丙烯酸酯的第一大应用领域,其次是胶黏剂和密封剂。(1)丙烯 酸酯类涂料品种很多,主要有水性型丙烯酸酯类涂料、溶剂型丙烯酸 酯类涂料、高固含量丙烯酸酯类涂料、丙烯酸酯类粉末涂料和丙烯酸 酯类辐射固化涂料等。(2)丙烯酸酯类胶黏剂是以(甲基)丙烯酸 乙酯、(甲基) 丙烯酸丁酯为主要单体, 并与其他不饱和烯类单体(如 苯乙烯、丙烯腈和醋酸乙烯等) 共聚而成的。丙烯酸酯类胶黏剂具有 良好的耐水性,对疏水表面材料也有优良的粘接性。(3) 丙烯酸酯 类橡胶是指以丙烯酸酯类为主要单体与少量硫化点单体经自由基共 聚制得的一类高温耐油特种橡胶。丙烯酸酯类橡胶被广泛应用于各种 高温、耐油环境中。(4) 丙烯酸酯类在塑料加工领域中最重要的应 用是用作塑料加工改性剂和抗冲击改性剂。丙烯酸酯类塑料加工助剂 的常用丙烯酸酯类单体有丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯和丙烯酸丁酯,其 他共聚单体主要有甲基丙烯酸甲酯、丙烯腈和苯乙烯等。(5)丙烯 酸酯类聚合物在纺织领域中主要应作织物整理剂、纺织经纱上浆浆 料、织物涂层剂、织物防水剂和织物柔软剂等。(6)在造纸领域中, 丙烯酸酯类聚合物主要是用作纸张增强剂和纸品胶黏剂。合成纸张增 强剂的丙烯酸(酯)单体主要有丙烯酸、 甲基丙烯酸、丙烯酸甲酯、 甲 基丙烯酸甲酯、丙烯酸丁酯和丙烯酸羟基乙酯等, 其他共聚单体有丙 烯腈、苯乙烯和 N-羟基丙烯酰胺等。丙烯酸及酯共聚物在皮革生产 中主要用作表面活性剂、制革填充剂、皮革防霉剂、皮革防污剂、皮革涂饰剂、皮革鞣剂等。而且,中国是世界丙烯酸酯类树脂需求最大的市场。

丙烯酸酯类化合物大部分沸点较低,属于挥发性有机物,具有特殊性气味,对眼睛、呼吸道及皮肤等具有强烈的刺激性,部分化合物还有一定的生殖毒性和致癌性。研究表明,丙烯酸甲酯有一定的生殖毒性,大鼠吸入最低中毒浓度为 109g/m³,比相应的饱和酯高 10 至13 倍,丙烯酸甲酯和丙烯酸乙酯也分别被世界卫生组织、国际癌症研究机构列入 3 类和 2B 类致癌物质清单。

国家环境保护部、国家质量监督检验检疫总局 2015 年 4 月 16 日 发布、2015 年 7 月 1 日实施的《合成树脂工业污染物排放标准》(GB 31571-2015),对相关企业排放废气污染物"丙烯酸甲酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸甲酯"(前者为 3 种,后者仅为甲基丙烯酸甲酯 1 种)规定了限值。上海、江苏等地也出台相应的大气污染物排放标准。如上海市《大气污染物综合排放标准》(DB 31/933-2015)、《恶臭(异味)污染物排放标准》(DB 31/1025-2016)、《涂料、油墨及其类似产品制造工业大气污染物排放标准》(DB 31/881-2015),江苏省《化学工业有机污染物排放标准》(DB 32/3151-2016)等。目前,广东没有发布相关大气污染物排放标准。

近年来,由于丙烯酸酯类树脂使用广泛,且大多数丙烯酸酯类化合物都具有一定的强烈恶臭异味和生态环境毒性,环境中丙烯酸酯类

的污染日益受到广泛重视。

本项目是以本省内有代表性的 10 多家丙烯酸酯类树脂生产加工和使用企业为调查研究对象,并以其中 2 家丙烯酸酯类树脂生产企业有代表,对其周边环境空气、厂界无组织排放废气中丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸正丙酯、甲基丙烯酸正丁酯、甲基丙烯酸异丁酯等 8 种丙烯酸酯类化合物进行采样和样品分析研究,建立一个实用性、适用性更强,操作更简单,定性定量分析更准确的标准方法。为政府相关管理对丙烯酸酯类树脂生产加工和使用企业大气污染物排放的监督管理提供有力的支撑,同时,为此类企业的生产经营管理提供重要保障。因此,本项目对环境保护工作具有重要意义。

2任务来源和工作简介

2.1.任务来源

根据《广东省分析测试协会关于下达 2024 年第一批团体标准立项的公》(粤测协字[2024]14 号),广东省分析测试协会下达了编制"环境空气和废气 8 种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法"的项目计划,项目计划编号为 GAIA/JH20240105,任务书起止时间为:2024 年 7 月至 2025 年 7 月。广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)承担该标准的制订工作。

2.2主要工作过程

2.2.1标准初稿的起草

2023年6月至2024年3月,标准负责起草单位查阅了大量文献与资料,了解了国内外相关分析方法的研究开展情况、相关质量标准,并

在文献资料调研的基础上确定了本标准制定拟采用的原则、方法和技术依据,确定了本标准使用范围,标准适用于我国大部分监测实验室和相关实验室的仪器设备、技术能力的要求。在上述工作的基础上,标准负责起草单位技术人员采用实际样品,经过实验室试验,开发了一种丙烯酸酯类化合物检测方法,该方法适用于环境空气和废气中8种丙烯酸酯类化合物的测定,并起草了标准文本的初稿。2024年4月,标准负责起草单位将完成的标准初稿和标准计划项目任务书提交至广东省分析测试协会。

2.2.2标准计划立项

在2024年7月由广东省分析测试协会组织召开的团体标准立项评估会上,该项目顺利通过专家质询,由广东省分析测试协会批准立项。根据《广东省分析测试协会关于下达2024年第一批团体标准立项的公》(粤测协字[2024]14号),"环境空气和废气 8种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法"计划项目编号为GAIA/JH20240105,计划完成时间为2025年7月。

2.2.3征求意见稿的起草

标准立项后,项目负责起草单位组织并邀请业内知名专家和企业专业技术人员参与标准的起草工作,并成立了标准起草小组。标准起草单位包括广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)、广州科元环境监测技术有限公司、广东易正检测科技有限公司。

- (1) 2023年6月~8月,建立标准编制小组,并制定本标准研制的技术路线。
- (2)2023年9月~12月,开展本标准的样品采集、样品制备、标准溶液的配制和样品检测方法的研究,并对方法的精密度、准确性和检出限等进行测定。

- (3) 2024年1月~5月,起草工作组完成《环境空气和废气 8种 丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》(讨论稿)及编制说明。
- (4) 2024年10月~11月,5个单位对本标准方法进行验证,根据验证结果和建议,对本标准方法进行完善,并完成《环境空气和废气8种丙烯酸酯类化合物的测定气相色谱-质谱法》(征求意见稿)及编制说明。
- (5) 2025年XX月,广泛征集高校、科研院所、企业单位等相关领域的专家意见,对专家意见进行汇总,根据专家意见对征求意见稿进行修改,完成《环境空气和废气 8种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》(送审稿)及相应的编制说明,并于2025年XX月XX日向广东省分析测试协会提交送审申请。
- (6) 2025年XX月,标准编制组根据广东省分析测试协会团标标准的要求对本标准送审稿进行了修改和完善,并完成团体标准送审稿后于2025年XX月提交给广东省分析测试协会。

2.2.4 标准的征求意见

2025年XX月,标准起草小组对《环境空气和废气 8种丙烯酸酯 类化合物的测定 气相色谱-质谱法》团体标准征求意见稿及编制说明 进行了意见征求。起草工作小组向高校、科研机构、化工企业、第三 方检测机构等企事业单位的XX名专家征求了意见,主要领域涉及分 析检测、环境、化工等,征求单位包括XXX、XXX、XXX、XXX、 XXX、XXX、截止到2025年X月X日,共征集意见XX条,其 中文本意见为XX条,技术意见为XX条。征集意见采纳XX条,不采 纳XX条,部分采纳XX条。根据回函处理情况,起草工作小组对《环 境空气和废气 8种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》征求 意见稿及编制说明进行了修改。 2025年X月XX日向广东省分析测试协会提交标准送审稿。

3.本标准与国内外标准关系的说明

丙烯酸酯类化合物的测定主要集中在食品、食品接触材料、纺织产品及环境中的水、大气、土壤等领域,测定方法主要包括GC法和GC-MS法。

在环境空气和废气检测领域,检索了国际标准化组织(ISO)、 美国环境保护署(EPA)、美国材料和试验协会(ASTM)、日本标准化组织(JIS)、欧盟(EU)等标准后,发现其中美国环境保护署挥发性有机物测定方法 EPA method TO 15中有甲基丙烯酸甲酯组分,EPA method TO 17中有丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸甲酯等3种组分。上述其他组织、国家和地区均没有环境空气和废气中丙烯酸酯类的分析方法。检索美国职业安全和卫生行业标准,美国职业安全和卫生管理局(OSHA)和美国国家职业安全和卫生研究所(NIOSH)均发布了工业场所空气中丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸乙酯等检测的标准方法。详见下表1

在环境空气和废气检测领域,检索了我国相关标准情况后,发现目前我国主要检测标准有4个:生态环境部发布2个,《环境空气挥发性有机物的测定罐采样/气相色谱-质谱法》(HJ 759-2015)和《环境空气和废气6种丙烯酸酯类化合物的测定气相色谱法》(HJ 1317-2023);国家卫生健康委员会发布了2个工作场所空气中丙烯酸酯类检测的标准方法《工作场所空气有毒物质测定第127部分:丙烯酸酯类》(GBZ/T 300.127-2017)和《工作场所空气有毒物质测定第128部分:甲基丙烯酸酯类》(GBZ/T 300.128-2018)。其中,HJ 759采用苏玛罐采样GC-MS法,测定的组分包含甲基丙烯酸甲酯;HJ 1317采用环境空气和厂界无组织排放废气采用活性碳吸附二氯甲烷解吸

附,固定污染源废气采用气袋采样直接进样GC-FID法,测定环境空气和废气中丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸丙酯、丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸丁酯等6种丙烯酸酯类化合物;GBZ/T300.127采用固体吸附剂富集工作场所空气中丙烯酸酯类(丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、丙烯酸丙酯、丙烯酸丁酯、丙烯酸戊酯),经溶剂解吸、气相色谱(氢火焰离子化检测器)检测,对丙烯酸甲酯采用固体吸附剂富集,热脱附-气相色谱分析的方法;GBZ/T300.128则采用了气袋采样,直接进样气相色谱法分析甲基丙烯酸甲酯,采用固体吸附剂富集,溶剂解吸-气相色谱法分析甲基丙烯酸丁酯。详见下表2

标准名称(编号)	目标组分 采样方法 样品制备方 法		样品制备方 法	色谱柱	检测仪 器	检出限 (mg/m³)
美国 EPAmethod TO15	甲基丙烯酸甲酯	不锈钢罐	低温浓缩-热 脱附	/	GC	/
美国 EPAmethod TO17	丙烯酸甲酯、丙烯酸 乙、甲基丙烯酸甲酯	固体吸附剂	热脱附	/	GC	/
美国 NIOSHmethod 1450	丙烯酸乙酯、乙酸酯 类等	固体吸附剂采样管(活性 炭)	溶剂解吸(二 硫化碳)	DBWAX 柱	GC-FID	$0.9 \mu \mathrm{g} \sim 2 \mu \mathrm{g}$
美国 NIOSHmethod 1459	丙烯酸甲酯	固体吸附剂采样管(活性 炭)	溶剂解吸(二 硫化碳)	FFAP 柱	GC-FID	7.0
美国 NIOSHmethod 2537	甲基丙烯酸甲酯、甲 基丙烯酸乙酯	固体吸附剂采样管 (XAD-2)	溶剂解吸(二 硫化碳)	35%二苯基-65%二 甲基-聚硅氧烷柱	GC-FID	0.30~ 0.50
美国 NIOSHmethod2552	丙烯酸甲酯	固体吸附剂采样管	溶剂解吸(二 硫化碳)	35%二苯基-65%二 甲基-聚硅氧烷柱	GC-FID	0.39
美国 NIOSHmethod PV2026	丙烯酸 2-乙基己酯	固体吸附剂采样管(TBC 的活性炭)4-叔丁基邻苯 二酚	溶剂解吸 (二 硫化 碳)	SB-1	GC-FID	0.075
美国 NIOSHmethod PV2011	丙烯酸丁酯	固体吸附剂采样管(TBC 的活性炭)	溶剂解吸(二 硫化碳)	DX-4	GC-FID	1.4
美国 OSHAmethod 92	丙烯酸甲酯、丙烯酸 乙酯	固体吸附剂采样管(TBC 的活性炭)	溶剂解吸(二 硫化	SPB-5	GC-FID	0.09~ 0.14

表 1 国外相关检测标准

国内相关文献对于丙烯酸酯类的检测方法进行了大量的研究,其中气体样品采集主要方式有活性炭吸附、Tenax GC 吸附、注射器直接采样等,前处理手段包括直接进样、二硫化碳解吸进样、热解吸进样等,分析仪器主要为气相色谱仪和气相色谱质谱仪。

现有国内外标准、方法包括采用苏玛罐采样 GC-MS 法和吸附管 采样 GC-FID 法检测。其中,苏玛罐采样 GC-MS 法存在设备昂贵, 苏玛罐清洗及操作不便等缺点;吸附管采样虽然操作简单但 GC-FID 法处理复杂样品容易产生假阳性。

标准名称 (编号)	目标组分	采样方法	样品制备方法	色谱柱	检测仪器	检出限 (mg/m³)
环境空气 挥发性有机物的测 定 罐采样 气相色谱-质谱 法 HJ 759-2015	甲基丙烯酸甲酯	不锈钢罐	低温浓缩-热 脱附	/	GC	0.0005
环境空气和废气 6 种丙烯酸 酯类化合物的测定 气相色谱	丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、 甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸		溶剂解吸(二 氯甲烷)	-35 柱	GC-FID	0.02
法 HJ 1317-2023	丙酯、丙烯酸丁酯、甲基 丙烯酸丁酯	固定源废气:气袋采 样	/	-33 1工	GC-FID	1-2
工作场所空气有毒物质测定第 127 部分: 丙烯酸酯类	丙烯酸甲酯、丙烯酸乙酯、 丙烯酸丙酯、丙烯酸丁酯、 丙烯酸戊酯	固体吸附剂采样管 (活性炭)	溶剂解吸(二 硫化碳)	FFAP 柱	GC-FID	0.6~1.6
GBZ/T 300.127-2017	丙烯酸甲酯	固体吸附剂采样管 (硅胶)	热脱附	FFAP 柱	GC-FID	0.9
工作场所空气有毒物质测定	甲基丙烯酸甲酯	气袋采样	/	FFAP 柱	GC-FID	1
第 128 部分: 甲基丙烯酸酯类 GBZ/T 300.128-2018	甲基丙烯酸丁酯	固体吸附剂采样管 (活性炭)	溶剂解吸(二 硫化碳)	FFAP 柱	GC-FID	0.1

表 2 国内相关检测标准

本项目所建立标准方法,从本省相关企业的生产和污染物排放情况出发,方法实用性、适用性更强,样品采样、样品运输及样品制备操作更简单,定性、定量分析更准确。

4. 标准编制原则及确定标准主要内容

4.1 标准编制原则

本标准的制定工作遵循"统一性、协调性、适用性、一致性、规范性"的原则,注重标准的可操作性,按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分:标准的结构和编写规则》给出的规则进行编写和表述,同时根据 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分:试验方法标准》的要求进行编制。

- (1) 建立的标准分析方法能够满足各项方法特性指标的要求。
- (2) 方法的检出限和测定范围满足相关环保标准和环境监测工作的要求;
- (3)建立的标准分析方法的准确度、精密度方法准确可靠,满足各项方法特性指标的要求;

- (4)建立的标准分析方法符合监测行业人员的技术水平,能被国内主要的环境分析实验室所使用并达到所规定的要求;
 - (5) 建立的标准分析方法具有普遍适用性,易于推广使用。

另外,标准内容符合国家法律、法规的有关要求,未与已有标准 冲突;符合我国标准制修订管理工作规程对编制程序和工作的规定和 要求;符合标准的科学性、先进性、实用性的要求。

4.2 确定标准主要内容的依据

在按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分:标准的结构和编写规则》要求的基础上,同时参考 GB/T20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分:试验方法标准》和 HJ 168-2020《环境监测分析方法标准制修订技术导则》的有关要求,确定了本标准的主要内容应包括以下十二个部分:范围、规范性引用文件、方原理、试剂和材料、仪器和设备、样品、分析步骤、结果计算、结果表示、精密度和正确度、质量保证和质量控制和安全注意事项。

在确定以上 12 部分具体内容时,首先标准起草小组根据查阅的相关资料和多年的工作经验进行总结,初步拟定了标准草稿。然后向业内专家和专业技术人员进行咨询,就相关内容进行补充和修正。经认真分析和归纳整理,形成了标准文稿。标准文稿经多次认真讨论,以及详尽的实验验证后,对标准文稿相关内容进行了修改完善。

5标准实施建议

本标准属于基础标准,建议作为推荐性标准批准发布。

6试验验证情况

6.1 基本情况

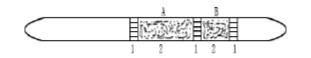
为确保本方法通则的统一性、协调性、适用性、一致性、规范性和可操作性,标准起草工作小组组织5个实验室,包括广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)、广东粤风检测技术有限公司、广州科元环境监测技术有限公司、信测标准环境技术服务(广东)有限公司对本标准方法进行了验证。

6.1.1 试剂和材料

- (1) 水:实验用水应符合GB/T 6682要求的一级水规格。
- (2) 二氯甲烷: 色谱纯。
- (3) 丙烯酸酯类标准贮备液: ρ= 1000mg/L,直接购买市售有证标准溶液,或用标准物质配制,标准物质纯度大于99.0%,用二氯甲烷溶解,在-10℃以下冷冻,避光保存。
- (4)混合标准溶液使用液:ρ=100.0mg/L,准确移取各标准溶液 贮备液,用二氯甲烷稀释,配制丙烯酸酯类化合物浓度为100.0mg/L 的混合标准使用液。
- (5) 内标贮备液: ρ=1000mg/L, 推荐内标物为甲基丙烯酸甲酯 -D8。直接购买市售有证标准溶液,在-10℃以下冷冻,避光保存。
- (6) 内标使用液: ρ=100.0 mg/L,取内标贮备液按需要用二氯甲烷稀释,在-10℃以下冷冻,避光保存。
 - (7) 氦气,应符合GB/T 8979 要求,体积分数≥99.999%。
 - (8) 氮气,应符合GB/T 8979 要求,体积分数≥99.999%。

6.1.2 仪器和设备

- (1) 气相色谱-质谱联用仪: 电子轰击(EI) 电离源。
- (2)色谱柱: 60 m×0.25 mm×1.4μm(6%氰丙基苯、94%二甲基硅氧烷),也可使用其他等效的毛细管柱。
- (3) 采样器: 能在0.1 L/min~1.0 L/min 内精确保持流量,流量误差应在±5%以内。
- (4)活性炭采样管:采样管内装有2 段活性炭,颗粒大小为0.4 mm~0.8 mm(20 目~40 目),A 段100 mg,B 段50 mg,见图1。



1-玻璃棉; 2-活性炭; A-100 mg 活性炭; B-50 mg 活性炭

图1 活性炭采样管

- (5) 无油采样泵:采样流量应能达到10 mL/min~200 mL/min, 采样泵最好采用具有恒定质量流量控制的采样泵。
 - (6) 微量注射器: 5.0 μL、10.0 μL、25.0 μL、50.0 μL和100 μL。
 - (7) 棕色样品瓶: 2 mL。

6.1.3 方法原理

环境空气和废气中的丙烯酸酯类化合物经活性炭采样管富集后, 用二氯甲烷解吸,用质谱检测,根据保留时间、质谱图或特征离子定性,内标法定量。

6.1.4 实验方案

将采集好的采样管中活性炭取出,放入样品瓶中,加入1.00mL 二氯甲烷(4.1)密闭,轻轻振动,在室温下解吸30min后,-18℃以下 避光冷冻保存,30d内完成分析。

6.1.5 测试结果

各实验室的测试工作均由经验丰富的应用工程师完成。从测试过程和测试结果看,本方法通则规定的方法切合实际、具有很强的操作性和适用性,达到了方法统一的目标。

因此,测试结果达到了预期目标,实验过程和结果显示,本方法 通则具有统一性、协调性、适用性、规范性和可操作性。

6.2 试验情况

参与本次方法验证的实验室分别为广东省科学院测试分析研究 所(中国广州分析测试中心)、广东粤风检测技术有限公司、广州科 元环境监测技术有限公司、信测标准环境技术服务(广东)有限公司。

6.2.1 广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)

6.2.1.1 基本信息

仪器型号	安捷伦7890B-5977B
色谱柱型号	SH-Rtx-624(60m×0.25mm×1.4μm)毛细管柱
测试日期	2024年10月19日~2024年11月6日
测试人员	黄宏
遵守本标准规定的程度	遵守
测定过程中观察到的异常现象	无

表3 基本信息表

6.2.1.2 仪器参考条件

6.2.1.2.1 色谱参考条件

进样口温度: 250 °C; 检测器温度: 280 °C; 载气: 氦气,流速(恒流模式) 2.1 mL/min; 柱温: 初始温度60°C, 保持2 min, 以15°C/min的速度升温至210°C, 在210°C保持1 min。分流比: 10:1; 进样量: 1.0 μL。

6.2.1.2.2 质谱分析参考条件

扫描方式:全扫描+选择离子扫描;扫描范围: 30amu~550amu;溶剂延迟: 5.5 min; 离子化能量: 70eV; 传输线温度: 230 ℃; 特征离子选择参照下表1。

序号	目标物	英文名称	CAS 号	定量离子	定性离子
1	甲基丙烯酸甲酯-D8(内标物)	Methyl methacryLate-d8	35233-69-3	46	74,108
2	丙烯酸甲酯	Methyl acrylate	96-33-3	55	85,42,58
3	丙烯酸乙酯	Ethyl acrylate	140-88-5	55	73,99,56
4	甲基丙烯酸甲酯	Methyl methacrylate	80-62-6	69	41,39,100
5	丙烯酸正丙酯	n-Propyl acrylate	925-60-6	55	73,85,59
6	丙烯酸(正)丁酯	Butyl Acrylate	141-32-2	55	56,73,85
7	丙烯酸异丁酯	Isobutyl acrylate	106-63-8	55	56,73,85
8	甲基丙烯酸异丁酯	Isobutyl methacrylate	97-86-9	69	56,87,41
9	甲基丙烯酸正丁酯	Butyl methacrylate	97-88-1	69	56,87,41

表4 目标化合物和内标的定性定量参数

6.2.1.3 验证结果

6.2.1.3.1 标准曲线的绘制过程及主要结果

以标准溶液浓度为横坐标,以标准溶液中待测目标物峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标,绘制内标法校准曲线,计算回归方程及其相关系数。

	77 1 20 (
目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=1.5846x+0.0000	0.9987
丙烯酸乙酯	y=1.7876x+0.0000	0.9987
甲基丙烯酸甲酯	y=1.0157x+0.0000	0.9994
丙烯酸正丙酯	y=1.9128x+0.0000	0.9990
丙烯酸正丁酯	y=2.2148x+0.0000	0.9981
丙烯酸异丁酯	y=1.9105x+0.0000	0.9955
甲基丙烯酸异丁酯	y=1.9527x+0.0000	0.9987
甲基丙烯酸正丁酯	y=1.3781x+0.0000	0.9976

表 5 环境空气

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=1.5991x+0.0000	0.9985

丙烯酸乙酯	y=1.8841x+0.0000	0.9982
甲基丙烯酸甲酯	y=1.0082x+0.0000	0.9990
丙烯酸正丙酯	y=2.0572x+0.0000	0.9976
丙烯酸正丁酯	y=2.2865x+0.0000	0.9977
丙烯酸异丁酯	y=2.1719x+0.0000	0.9974
甲基丙烯酸异丁酯	y=2.2218x+0.0000	0.9975
甲基丙烯酸正丁酯	y=1.5535x+0.0000	0.9974

6.2.1.3.2 方法检出限和测定下限

在仪器处于正常工作状态下,按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ168-2020)的相关规定进行检出限、测定下限测定。重复分析7个浓度为1ug/L空白加标样品,计算其标准偏差S。用公式:MDL=S×t(n-1,0.99)[重复分析7个样品,在99%的置信区间,t(6,0.99)=3.143]进行计算。其中:t(n-1,0.99)为置信度为99%、自由度为n-1时的t值;n为重复分析的样品数。测定下限为4倍检出限。

表 7 环境空气

目标化合物			测定	值(mg/	m ³)			平均值	标准偏差	检出限	测定下限
日你化百初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m³)	(%)	(mg/m^3)	(mg/m^3)
丙烯酸甲酯	0.025	0.025	0.026	0.024	0.025	0.022	0.024	0.024	5.2	0.004	0.016
丙烯酸乙酯	0.030	0.029	0.027	0.026	0.030	0.026	0.024	0.027	8.4	0.007	0.028
甲基丙烯酸甲酯	0.024	0.024	0.025	0.025	0.025	0.026	0.025	0.025	2.8	0.002	0.008
丙烯酸正丙酯	0.028	0.030	0.029	0.027	0.027	0.031	0.028	0.029	5.3	0.005	0.020
丙烯酸正丁酯	0.025	0.024	0.025	0.026	0.027	0.031	0.031	0.027	11	0.009	0.036
丙烯酸异丁酯	0.027	0.032	0.029	0.027	0.030	0.034	0.030	0.030	8.5	0.008	0.032
甲基丙烯酸异丁酯	0.027	0.028	0.029	0.027	0.030	0.033	0.030	0.029	7.3	0.007	0.028
甲基丙烯酸正丁酯	0.032	0.030	0.034	0.033	0.027	0.034	0.033	0.032	8.0	0.008	0.032

表8废气

目标化合物			测定	值(mg/	m ³)		平均值	标准偏差	检出限	测定下限	
日你化百初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m³)	(%)	(mg/m^3)	(mg/m^3)
丙烯酸甲酯	0.28	0.29	0.28	0.32	0.31	0.33	0.27	0.30	7.7	0.07	0.28
丙烯酸乙酯	0.24	0.29	0.27	0.29	0.29	0.29	0.25	0.27	7.8	0.07	0.28
甲基丙烯酸甲酯	0.29	0.30	0.35	0.32	0.30	0.30	0.29	0.31	7.0	0.07	0.28
丙烯酸正丙酯	0.26	0.26	0.34	0.29	0.30	0.27	0.29	0.29	9.8	0.09	0.36
丙烯酸正丁酯	0.27	0.26	0.24	0.23	0.29	0.32	0.27	0.27	11	0.1	0.40
丙烯酸异丁酯	0.29	0.24	0.24	0.26	0.30	0.32	0.27	0.27	11	0.1	0.40
甲基丙烯酸异丁酯	0.26	0.23	0.25	0.25	0.27	0.25	0.27	0.25	5.5	0.04	0.16
甲基丙烯酸正丁酯	0.26	0.24	0.29	0.23	0.24	0.22	0.27	0.25	9.8	0.08	0.32

6.2.1.3.3 方法精密度及正确度

方法正确度通过加标回收率考查方法正确度。在环境空气和废气中加入一定量的丙烯酸酯类化合物标准(详细见表9和表10),测试的结果通过标准曲线计算的浓度测量值及采样体积,再计算所含目标物的实际浓度值,加标回收率通过浓度值回收率计算得出。方法精密度通过重复测定同一样品6次的结果的相对标准偏差考查方法精密度。结果如表9和表10所示。环境空气在3个浓度加标水平(0.027mg/m³、0.109mg/m³、0.272mg/m³)的回收率范围为85.2%~117%,废气在3个浓度加标水平(1.09mg/m³、5.43mg/m³、27.2mg/m³)的回收率范围为77.2%~119%。8种丙烯酸酯类目标物三个浓度水平环境空气加标样品测定结果的相对标准偏差为0.90%~13%,废气加标样品测定结果的相对标准偏差为0.90%~13%,废气加标样品测定结果的相对标准偏差为2.4%~10%。

表 9 环境空气

				ान		(mg/m ³)				加标回		
目标化 合物	本底值 (mg/m³)	加标量 (mg/m³)	1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/m³)	标准 偏差	相对标准偏差	加林四 收率 (%)
工区政	0.000	0.027	0.023	0.027	0.024	0.026	0.025	0.024	0.025	0.024	5.3	92.6
丙烯酸	0.000	0.109	0.124	0.114	0.105	0.098	0.087	0.093	0.104	0.25	13	95.4
甲酯	0.000	0.272	0.251	0.265	0.257	0.249	0.258	0.260	0.257	0.11	2.4	94.5
LX =4	0.000	0.027	0.028	0.027	0.026	0.028	0.027	0.027	0.027	0.012	2.5	100
丙烯酸	0.000	0.109	0.125	0.122	0.111	0.105	0.109	0.101	0.112	0.18	8.5	103
乙酯	0.000	0.272	0.269	0.277	0.272	0.266	0.271	0.268	0.271	0.073	1.5	99.6
田甘田	0.000	0.027	0.025	0.026	0.025	0.025	0.025	0.025	0.025	0.004	0.9	92.6
甲基丙 烯酸甲										0		
施政中	0.000	0.109	0.120	0.121	0.109	0.104	0.109	0.102	0.111	0.15	7.3	102
田田	0.000	0.272	0.268	0.269	0.272	0.272	0.277	0.276	0.272	0.063	1.3	100
丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.022	0.024	0.024	0.022	0.024	0.023	0.021	4.9	85.2
正丙酯	0.000	0.109	0.136	0.124	0.110	0.103	0.114	0.111	0.116	0.22	10	106
止内阳	0.000	0.272	0.278	0.271	0.280	0.288	0.288	0.270	0.279	0.14	2.8	103
LX =4	0.000	0.027	0.024	0.026	0.027	0.027	0.027	0.026	0.026	0.017	3.6	96.3
丙烯酸 正丁酯	0.000	0.109	0.130	0.126	0.110	0.115	0.117	0.115	0.119	0.14	6.4	109
TT 1 相	0.000	0.272	0.286	0.274	0.285	0.298	0.286	0.275	0.284	0.16	3.1	104

丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.024	0.022	0.022	0.025	0.027	0.024	0.037	8.5	88.9
异丁酯	0.000	0.109	0.124	0.136	0.118	0.122	0.126	0.134	0.127	0.13	5.4	117
开了阳	0.000	0.272	0.315	0.298	0.304	0.315	0.299	0.304	0.306	0.14	2.4	113
甲基丙	0.000	0.027	0.023	0.023	0.023	0.023	0.026	0.025	0.024	0.024	5.6	88.9
烯酸异	0.000	0.109	0.128	0.141	0.120	0.115	0.130	0.135	0.128	0.17	7.3	117
丁酯	0.000	0.272	0.311	0.302	0.308	0.309	0.310	0.301	0.307	0.083	1.5	113
甲基丙	0.000	0.027	0.022	0.024	0.022	0.027	0.025	0.025	0.024	0.034	7.6	88.9
烯酸正	0.000	0.109	0.130	0.135	0.120	0.115	0.126	0.132	0.126	0.14	6.0	116
丁酯	0.000	0.272	0.308	0.302	0.318	0.315	0.318	0.292	0.309	0.19	3.3	114

表 10 废气

目标化	本底值	加标量		狈		(mg/m ³)			平均值	标准	相对标	加标回
合物	本版但 (mg/m³)	加松里 (mg/m³)	1	2	3	4	5	6	一均但 (mg/m³)	偏差	准偏差	收率 (%)
TT 1/4 THE	2.15	1.09	3.39	3.13	3.57	3.35	3.38	3.47	3.38	0.27	4.4	113
丙烯酸 甲酯	2.15	5.43	6.58	6.59	6.13	6.61	6.32	7.22	6.58	0.68	5.6	81.6
十阳	2.15	27.2	26.0	25.5	24.9	26.5	27.4	25.5	26.0	1.6	3.4	87.7
丙烯酸	0.00	1.09	1.23	1.13	1.29	1.13	1.14	1.16	1.18	0.12	5.5	108
乙酯	0.00	5.43	4.48	4.76	4.30	4.60	4.39	4.55	4.51	0.30	3.6	83.1
乙間	0.00	27.2	22.3	23.4	21.8	23.0	22.9	22.9	22.7	1.1	2.6	83.5
甲基丙	0.00	1.09	1.36	1.22	1.35	1.30	1.27	1.28	1.30	0.10	4.2	119
烯酸甲	0.00	5.43	4.77	5.04	4.57	4.83	4.59	4.75	4.76	0.32	3.6	87.7
酯	0.00	27.2	23.4	23.9	22.5	23.9	24.0	23.8	23.6	1.0	2.4	86.8
丙烯酸	0.00	1.09	1.20	1.14	1.27	1.16	1.12	1.29	1.20	0.13	5.8	110
正丙酯	0.00	5.43	4.58	4.82	4.40	4.67	4.32	4.42	4.54	0.35	4.2	83.6
工以開	0.00	27.2	21.3	24.9	21.5	23.7	21.7	21.2	22.4	2.8	6.9	82.4
丙烯酸	0.00	1.09	1.26	1.10	1.25	1.20	1.14	1.14	1.18	0.12	5.6	108
正丁酯	0.00	5.43	4.70	4.88	4.22	4.54	4.20	4.40	4.49	0.49	6.0	82.7
117 1 月日	0.00	27.2	20.5	23.3	20.6	21.5	21.3	22.6	21.6	2.0	5.0	79.4
丙烯酸	2.91	1.09	4.32	3.86	4.26	3.96	3.96	3.93	4.05	0.35	4.7	105
异丁酯	2.91	5.43	7.52	7.83	7.08	7.38	6.91	6.83	7.26	0.71	5.3	80.1
开了阳	2.91	27.2	23.2	25.8	23.4	24.2	23.8	23.1	23.9	1.9	4.2	77.2
甲基丙	0.00	1.09	1.25	1.08	1.20	1.12	1.13	1.18	1.16	0.11	5.2	106
烯酸异	0.00	5.43	4.47	4.84	4.40	4.47	4.17	4.25	4.43	0.43	5.3	81.6
丁酯	0.00	27.2	20.7	23.4	22.9	21.8	23.3	21.1	22.2	2.1	5.2	81.6
甲基丙	0.00	1.09	1.22	1.09	1.21	1.14	1.05	1.08	1.13	0.13	6.4	104
烯酸正	0.00	5.43	4.27	5.35	4.38	4.91	4.15	4.27	4.56	0.87	10	84.0
丁酯	0.00	27.2	21.0	23.8	21.1	21.8	24.8	21.2	22.3	2.9	7.1	82.0

6.2.1.4 验证结果

实验结果表明:该方法检出限和测定下限较低,重复性好、方法准确可靠,具有普遍适用性,满足环境空气和废气中8种丙烯酸酯类

化合物检测的工作要求。

6.2.2 广东粤风检测技术有限公司

6.2.2.1 基本信息

表11 基本信息表

仪器型号	赛默飞TRACE1300-ISQ7000
色谱柱型号	SH-Rtx-624(60m×0.25mm×1.4μm)毛细管柱
测试日期	2024年10月19日~2024年11月6日
测试人员	夏沛淇
遵守本标准规定的程度	遵守
测定过程中观察到的异常现象	无

6.2.2.2 仪器参考条件

6.2.2.2.1 色谱参考条件

进样口温度: 250 °C; 检测器温度: 280 °C; 载气: 氦气,流速(恒流模式) 2.1 mL/min; 柱温: 初始温度60°C, 保持2 min, 以 15°C/min的速度升温至210°C, 在210°C保持1 min。分流比: 不分流; 进样量: 1.0μL。

6.2.2.2.2 质谱分析参考条件

扫描方式:全扫描+选择离子扫描;扫描范围: 30amu~550amu;溶剂延迟: 5.5 min; 离子化能量: 70eV; 传输线温度: 230℃; 特征离子选择参照下表1。

表12 目标化合物和内标的定性定量参数

序号	目标物	英文名称	CAS 号	定量离子	定性离子
1	甲基丙烯酸甲酯-D8(内标物)	Methyl methacryLate-d8	35233-69-3	46	74,108
2	丙烯酸甲酯	Methyl acrylate	96-33-3	55	85,42,58
3	丙烯酸乙酯	Ethyl acrylate	140-88-5	55	73,99,56
4	甲基丙烯酸甲酯	Methyl methacrylate	80-62-6	69	41,39,100
5	丙烯酸正丙酯	n-Propyl acrylate	925-60-6	55	73,85,59
6	丙烯酸(正)丁酯	Butyl Acrylate	141-32-2	55	56,73,85
7	丙烯酸异丁酯	Isobutyl acrylate	106-63-8	55	56,73,85

序号	目标物	英文名称	CAS 号	定量离子	定性离子
8	甲基丙烯酸异丁酯	Isobutyl methacrylate	97-86-9	69	56,87,41
9	甲基丙烯酸正丁酯	Butyl methacrylate	97-88-1	69	56,87,41

6.2.2.3 验证结果

6.2.2.3.1 标准曲线的绘制过程及主要结果

以标准溶液浓度为横坐标,以标准溶液中待测目标物峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标,绘制内标法校准曲线,计算回归方程及其相关系数。

线性方程 相关系数/r² 目标化合物 丙烯酸甲酯 y=34.1409x+0.0000 0.9994 丙烯酸乙酯 y=40.2230x+0.0000 0.9994 甲基丙烯酸甲酯 y=25.8561x+0.0000 0.9993 丙烯酸正丙酯 y=45.5079x+0.0000 0.9995 丙烯酸正丁酯 y=50.9694x+0.0000 0.9995 丙烯酸异丁酯 y=49.8204x+0.0000 0.9993 甲基丙烯酸异丁酯 y=57.1414x+0.0000 0.9993 甲基丙烯酸正丁酯 y=38.7806x+0.0000 0.9996

表 13 环境空气

		\rightarrow \leftarrow
龙	14	废气

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=38.5614x+0.0000	0.9998
丙烯酸乙酯	y=47.8733x+0.0000	0.9994
甲基丙烯酸甲酯	y=33.5258x+0.0000	0.9999
丙烯酸正丙酯	y=53.6975x+0.0000	0.9996
丙烯酸正丁酯	y=60.1632x+0.0000	0.9994
丙烯酸异丁酯	y=57.4535x+0.0000	0.9996
甲基丙烯酸异丁酯	y=72.9371x+0.0000	0.9998
甲基丙烯酸正丁酯	y=50.1048x+0.0000	0.9999

6.2.2.3.2 方法检出限和测定下限

在仪器处于正常工作状态下,按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ168-2020)的相关规定进行检出限、测定下限测定。重复分析7个浓度为1 ug/L空白加标样品,计算其标准偏差S。用公式: MDL=S×t(n-1,0.99)[重复分析7个样品,在99%的置信区间,t(6,0.99)

=3.143]进行计算。其中: t (n-1,0.99) 为置信度为99%、自由度为n-1 时的t值; n为重复分析的样品数。测定下限为4倍检出限。

表 15 环境空气

目标化合物			测定	值(mg/	m ³)			平均值	标准偏差	检出限	测定下限
	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m³)	(%)	(mg/m^3)	(mg/m^3)
丙烯酸甲酯	0.025	0.025	0.025	0.026	0.025	0.027	0.025	0.025	3.1	0.002	0.008
丙烯酸乙酯	0.023	0.023	0.023	0.023	0.023	0.023	0.022	0.023	1.7	0.001	0.004
甲基丙烯酸甲酯	0.023	0.024	0.024	0.024	0.025	0.026	0.022	0.024	5.4	0.004	0.016
丙烯酸正丙酯	0.021	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.020	0.022	3.6	0.002	0.008
丙烯酸正丁酯	0.021	0.021	0.021	0.021	0.022	0.021	0.020	0.021	2.7	0.002	0.008
丙烯酸异丁酯	0.020	0.021	0.021	0.021	0.021	0.020	0.019	0.020	3.9	0.002	0.008
甲基丙烯酸异丁酯	0.020	0.021	0.021	0.021	0.022	0.022	0.018	0.021	6.7	0.004	0.016
甲基丙烯酸正丁酯	0.020	0.021	0.021	0.021	0.022	0.022	0.018	0.021	6.7	0.004	0.016

表 16 废气

目标化合物			测定	值(mg/	平均值	标准偏差	检出限	测定下限			
日你化百初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m^3)	(%)	(mg/m^3)	(mg/m³)
丙烯酸甲酯	0.23	0.23	0.22	0.22	0.22	0.22	0.24	0.23	3.5	0.02	0.08
丙烯酸乙酯	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.22	0.20	3.7	0.02	0.08
甲基丙烯酸甲酯	0.20	0.20	0.21	0.21	0.21	0.22	0.24	0.21	6.5	0.04	0.16
丙烯酸正丙酯	0.19	0.19	0.20	0.19	0.19	0.19	0.21	0.19	4.0	0.02	0.08
丙烯酸正丁酯	0.19	0.18	0.19	0.18	0.18	0.18	0.20	0.19	4.2	0.02	0.08
丙烯酸异丁酯	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.20	0.18	4.1	0.02	0.08
甲基丙烯酸异丁酯	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.18	0.19	0.17	4.5	0.02	0.08
甲基丙烯酸正丁酯	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.18	0.20	0.18	6.5	0.04	0.16

6.2.2.3.3 方法精密度及正确度

方法正确度通过加标回收率考查方法正确度。在环境空气和废气 中加入一定量的丙烯酸酯类化合物标准(详细见表17和表18),测试 的结果通过标准曲线计算的浓度测量值及采样体积,再计算所含目标 物的实际浓度值,加标回收率通过浓度值回收率计算得出。方法精密 度通过重复测定同一样品6次的结果的相对标准偏差考查方法精密 度。结果如表17和表18所示。环境空气在3个浓度加标水平 (0.027mg/m³、0.109mg/m³、0.272mg/m³) 的回收率范围为81.5%~ 124%, 废气在3个浓度加标水平(1.09mg/m³、5.43mg/m³、27.2mg/m³) 的回收率范围为71.8%~108%。8种丙烯酸酯类目标物三个浓度水平环境空气加标样品测定结果的相对标准偏差为0.50%~4.6%,废气加标样品测定结果的相对标准偏差为0.3%~4.8%。

表 17 环境空气

日長ル	大房店	加标具		狈	定结果	(mg/m³))		亚拉佐	+= ¥c	10711 -	加标回
目标化 合物	本底值 (mg/m³)	加标量 (mg/m³)	1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/m³)	标准偏差	相对标准偏差	收率 (%)
丙烯酸	0.000	0.027	0.027	0.027	0.027	0.026	0.026	0.026	0.027	0.010	1.5	100
甲酯	0.000	0.109	0.132	0.125	0.127	0.127	0.126	0.127	0.127	0.040	1.8	117
中陷	0.000	0.272	0.276	0.279	0.295	0.283	0.291	0.278	0.284	0.14	2.6	104
丙烯酸	0.000	0.027	0.023	0.024	0.024	0.024	0.024	0.024	0.024	0.000	1.0	88.9
乙酯	0.000	0.109	0.120	0.118	0.120	0.117	0.118	0.119	0.119	0.020	1.1	109
盟	0.000	0.272	0.268	0.269	0.275	0.272	0.273	0.275	0.272	0.050	1.1	100
甲基丙	0.000	0.027	0.024	0.024	0.025	0.026	0.026	0.026	0.025	0.020	3.7	92.6
烯酸甲	0.000	0.109	0.132	0.135	0.135	0.135	0.135	0.138	0.135	0.040	1.5	124
酯	0.000	0.272	0.322	0.321	0.321	0.320	0.320	0.323	0.321	0.030	0.50	118
丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.022	0.023	0.023	0.023	0.023	0.023	0.010	1.4	85.2
正丙酯	0.000	0.109	0.111	0.116	0.115	0.111	0.115	0.115	0.114	0.040	2.0	105
山口田	0.000	0.272	0.265	0.262	0.263	0.267	0.262	0.273	0.265	0.080	1.6	97.4
丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.021	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.010	1.7	81.5
正丁酯	0.000	0.109	0.107	0.114	0.113	0.108	0.111	0.113	0.111	0.060	2.7	102
工 1 語	0.000	0.272	0.261	0.259	0.255	0.261	0.252	0.268	0.259	0.11	2.3	95.2
丙烯酸	0.000	0.027	0.021	0.021	0.022	0.022	0.022	0.021	0.022	0.010	1.6	81.5
异丁酯	0.000	0.109	0.104	0.113	0.112	0.104	0.110	0.111	0.109	0.070	3.5	100
开】阳	0.000	0.272	0.263	0.257	0.252	0.258	0.248	0.268	0.258	0.13	2.8	94.9
甲基丙	0.000	0.027	0.021	0.021	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.010	3.6	81.5
烯酸异	0.000	0.109	0.112	0.125	0.122	0.116	0.122	0.124	0.120	0.10	4.4	110
丁酯	0.000	0.272	0.301	0.303	0.285	0.293	0.284	0.307	0.296	0.18	3.3	109
甲基丙	0.000	0.027	0.021	0.021	0.022	0.023	0.023	0.023	0.022	0.020	4.0	81.5
烯酸正	0.000	0.109	0.114	0.129	0.124	0.118	0.124	0.128	0.123	0.11	4.6	113
丁酯	0.000	0.272	0.311	0.308	0.289	0.301	0.287	0.316	0.302	0.22	3.9	111

表 18 废气

目标化	本底值	加标量		狈	定结果	(mg/m^3)	平均值	标准	相对标	加标回		
					2							收率
合物	(mg/m³)	(mg/m³)	1	2	3	4	5	6	(mg/m³)	偏差	准偏差	(%)
五烃酚	1.94	1.09	3.09	3.13	3.11	3.14	3.20	3.04	3.12	0.10	1.7	108
丙烯酸 甲酯	1.94	5.43	6.38	6.26	6.17	6.24	6.38	6.52	6.33	0.23	1.9	80.8
丁阳	1.94	27.2	23.9	24.0	23.6	23.3	23.6	23.4	23.6	0.48	1.1	79.6
丙烯酸	0.00	1.09	1.01	1.01	1.02	1.02	1.02	1.02	1.02	0.01	0.60	93.6
乙酯	0.00	5.43	4.02	4.05	4.03	3.93	4.03	4.02	4.01	0.08	1.0	73.8

	0.00	27.2	21.6	21.6	21.4	21.4	21.1	21.0	21.4	0.47	1.2	78.7
甲基丙	0.00	1.09	1.11	1.12	1.11	1.11	1.11	1.11	1.11	0.01	0.30	102
烯酸甲	0.00	5.43	4.34	4.36	4.34	4.31	4.28	4.26	4.32	0.07	0.90	79.6
酉旨	0.00	27.2	22.6	22.3	21.9	21.6	20.9	20.6	21.7	1.40	3.5	79.8
五烃酚	0.00	1.09	0.98	1.00	1.02	1.00	0.98	1.02	1.00	0.03	1.5	91.7
丙烯酸 正丙酯	0.00	5.43	4.05	4.04	4.09	3.85	4.03	4.05	4.02	0.15	2.1	74.0
止内阳	0.00	27.2	21.8	22.0	21.7	21.7	21.0	21.0	21.5	0.80	2.0	79.0
工以系	0.00	1.09	0.92	0.93	0.96	0.93	0.92	0.96	0.94	0.04	2.1	86.2
丙烯酸 正丁酯	0.00	5.43	3.91	3.91	4.02	3.70	3.88	3.99	3.90	0.21	2.9	71.8
11. 1 問	0.00	27.2	21.6	21.7	21.4	21.7	20.7	20.9	21.3	0.76	1.9	78.3
	2.44	1.09	3.35	3.37	3.49	3.41	3.36	3.54	3.42	0.15	2.3	89.9
丙烯酸 异丁酯	2.44	5.43	6.64	6.59	6.68	6.14	6.41	6.77	6.54	0.42	3.5	75.5
升月阳	2.44	27.2	24.5	24.6	24.4	24.6	23.4	23.9	24.2	0.86	1.9	80.0
甲基丙	0.00	1.09	0.92	0.93	0.96	0.92	0.90	0.96	0.93	0.04	2.5	85.3
烯酸异	0.00	5.43	4.08	4.07	4.18	3.81	3.90	4.19	4.04	0.28	3.8	74.4
丁酯	0.00	27.2	22.2	22.4	22.0	22.2	20.7	21.1	21.8	1.30	3.3	80.1
甲基丙	0.00	1.09	0.93	0.93	0.96	0.92	0.90	0.97	0.94	0.04	2.6	86.2
烯酸正	0.00	5.43	4.11	4.11	4.24	3.79	3.88	4.29	4.07	0.36	4.8	75.0
丁酯	0.00	27.2	22.6	22.6	22.3	22.3	21.0	21.5	22.1	1.19	2.9	81.3

6.2.2.4 验证结果

实验结果表明:该方法检出限和测定下限较低,重复性好、方法 准确可靠,具有普遍适用性,满足环境空气和废气中8种丙烯酸酯类 化合物检测的工作要求。

6.2.3 广州科元环境监测技术有限公司

6.2.3.1 基本信息

表19 基本信息表

仪器型号	赛默飞TRACE1300-ISQ7600
色谱柱型号	SH-Rtx-624(60m×0.25mm×1.4μm)毛细管柱
测试日期	2024年10月19日~2024年11月6日
测试人员	黄博能
遵守本标准规定的程度	遵守
测定过程中观察到的异常现象	无

6.2.3.2 仪器参考条件

6.2.3.2.1 色谱参考条件

进样口温度: 250 °C; 检测器温度: 280 °C; 载气: 氦气,流速(恒流模式) 2.1 mL/min; 柱温: 初始温度60°C,保持2 min,以 15°C/min的速度升温至210°C,在210°C保持1 min。分流比:不分流;进样量: 1.0μL。

6.2.3.2.2 质谱分析参考条件

扫描方式:全扫描+选择离子扫描;扫描范围: 30amu~550amu;溶剂延迟: 5.5 min; 离子化能量: 70eV; 传输线温度: 230℃; 特征离子选择参照下表1。

序号	目标物	英文名称	CAS 号	定量离子	定性离子
1	甲基丙烯酸甲酯-D8(内标物)	Methyl methacryLate-d8	35233-69-3	46	74,108
2	丙烯酸甲酯	Methyl acrylate	96-33-3	55	85,42,58
3	丙烯酸乙酯	Ethyl acrylate	140-88-5	55	73,99,56
4	甲基丙烯酸甲酯	Methyl methacrylate	80-62-6	69	41,39,100
5	丙烯酸正丙酯	n-Propyl acrylate	925-60-6	55	73,85,59
6	丙烯酸(正)丁酯	Butyl Acrylate	141-32-2	55	56,73,85
7	丙烯酸异丁酯	Isobutyl acrylate	106-63-8	55	56,73,85
8	甲基丙烯酸异丁酯	Isobutyl methacrylate	97-86-9	69	56,87,41
9	甲基丙烯酸正丁酯	Butyl methacrylate	97-88-1	69	56,87,41

表20 目标化合物和内标的定性定量参数

6.2.3.3 验证结果

6.2.3.3.1 标准曲线的绘制过程及主要结果

以标准溶液浓度为横坐标,以标准溶液中待测目标物峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标,绘制内标法校准曲线,计算回归方程及其相关系数。

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=107.6295x+4.0282	0.9992
丙烯酸乙酯	y=63.0144x+0.2806	0.9998
甲基丙烯酸甲酯	y=72.4323x+3.2461	0.9994
丙烯酸正丙酯	y=206.2737x+1.4745	0.9995

表 21 环境空气

丙烯酸正丁酯	y=234.0493x+3.4973	0.9994
丙烯酸异丁酯	y=257.6987x+1.4497	0.9995
甲基丙烯酸异丁酯	y=211.1878x+2.6034	0.9995
甲基丙烯酸正丁酯	y=193.0511x+1.7446	0.9994

表 22 废气

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=1113.5440x-50.0019	0.9998
丙烯酸乙酯	y=628.9207x-3.3568	0.9999
甲基丙烯酸甲酯	y=738.8797x-7.2113	0.9997
丙烯酸正丙酯	y=2017.2983x+1.8944	0.9999
丙烯酸正丁酯	y=2235.0747x+58.2384	0.9999
丙烯酸异丁酯	y=2491.6125x+14.1446	0.9999
甲基丙烯酸异丁酯	y=2175.1191x-93.2944	0.9998
甲基丙烯酸正丁酯	y=2062.2158x-167.2877	0.9993

6.2.3.3.2 方法检出限和测定下限

在仪器处于正常工作状态下,按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ168-2020)的相关规定进行检出限、测定下限测定。重复分析7个浓度为1ug/L空白加标样品,计算其标准偏差S。用公式:MDL=S×t(n-1,0.99)[重复分析7个样品,在99%的置信区间,t(6,0.99)=3.143]进行计算。其中:t(n-1,0.99)为置信度为99%、自由度为n-1时的t值;n为重复分析的样品数。测定下限为4倍检出限。

表 23 环境空气

目标化合物			测定	值(mg/	m ³)			平均值	标准偏差	检出限	测定下限
日你化百初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m^3)	(%)	(mg/m^3)	(mg/m³)
丙烯酸甲酯	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.024	0.022	3.4	0.002	0.008
丙烯酸乙酯	0.024	0.024	0.023	0.024	0.024	0.024	0.026	0.024	3.7	0.003	0.012
甲基丙烯酸甲酯	0.021	0.021	0.020	0.021	0.021	0.021	0.023	0.021	4.3	0.003	0.012
丙烯酸正丙酯	0.022	0.022	0.021	0.021	0.021	0.021	0.023	0.022	3.6	0.002	0.008
丙烯酸正丁酯	0.021	0.021	0.020	0.021	0.021	0.021	0.023	0.021	4.3	0.003	0.012
丙烯酸异丁酯	0.020	0.019	0.018	0.018	0.018	0.018	0.021	0.019	6.4	0.004	0.016
甲基丙烯酸异丁酯	0.019	0.019	0.018	0.019	0.019	0.019	0.021	0.019	4.7	0.003	0.012
甲基丙烯酸正丁酯	0.019	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.021	0.019	6.1	0.004	0.016

表 24 废气

目标化合物			测定	值(mg/	m ³)	平均值	标准偏差	检出限	测定下限		
日你化百初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m^3)	(%)	(mg/m^3)	(mg/m^3)
丙烯酸甲酯	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.26	0.23	4.8	0.04	0.16

丙烯酸乙酯	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.26	0.23	4.8	0.04	0.16
甲基丙烯酸甲酯	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.26	0.24	3.1	0.02	0.08
丙烯酸正丙酯	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.27	0.24	4.6	0.04	0.16
丙烯酸正丁酯	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.26	0.24	3.1	0.02	0.08
丙烯酸异丁酯	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.27	0.25	3.0	0.02	0.08
甲基丙烯酸异丁酯	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.23	0.21	3.6	0.02	0.08
甲基丙烯酸正丁酯	0.19	0.19	0.20	0.20	0.19	0.20	0.22	0.20	5.4	0.03	0.12

6.2.3.3.3 方法精密度及正确度

方法正确度通过加标回收率考查方法正确度。在环境空气和废气 中加入一定量的丙烯酸酯类化合物标准(详细见表25和表26),测试 的结果通过标准曲线计算的浓度测量值及采样体积,再计算所含目标 物的实际浓度值,加标回收率通过浓度值回收率计算得出。方法精密 度通过重复测定同一样品6次的结果的相对标准偏差考查方法精密 度。结果如表25和表26所示。环境空气在3个浓度加标水平 $(0.027 \text{mg/m}^3, 0.109 \text{mg/m}^3, 0.272 \text{mg/m}^3)$ 的回收率范围为68.4%~ 108%,废气在3个浓度加标水平 (1.09mg/m³、5.43mg/m³、27.2mg/m³) 的回收率范围为71.8%~108%。8种丙烯酸酯类目标物三个浓度水平 环境空气加标样品测定结果的相对标准偏差为0.40%~6.1%,废气加 标样品测定结果的相对标准偏差为0.70%~5.1%。

测定结果(mg/m³) 加标回 目标化 本底值 加标量 平均值 标准 相对标 收率 合物 (mg/m^3) $(\,mg/m^3\,)$ 1 2 3 4 (mg/m^3) 偏差 准偏差 5 (%) 0.000 0.027 0.022 0.021 0.022 0.022 0.022 0.024 0.022 0.020 5.0 81.5 丙烯酸 0.000 0.109 0.127 0.128 0.018 0.80 0.128 0.126 0.128 0.127 0.129 117 甲酯 0.000 0.272 0.280 0.276 0.277 0.278 0.274 0.270 0.276 0.060 1.2 101 0.027 0.024 0.020 0.000 0.024 0.024 0.024 0.024 0.027 0.025 4.6 92.6 丙烯酸 0.000 0.109 0.124 0.124 0.124 0.125 0.125 0.029 115 0.124 0.128 1.3 乙酯 0.268 0.000 0.272 0.268 0.275 0.276 0.268 0.276 0.272 0.070 1.4 100 0.000 0.027 0.021 0.021 0.021 0.021 0.021 0.024 0.022 0.022 5.4 81.5 甲基丙 0.121 0.122 烯酸甲 0.000 0.109 0.121 0.120 0.039 1.8 0.121 0.121 0.126112 0.272 0.279 0.279 0.277 0.275 0.277 0.030 酯 0.000 0.275 0.277 0.70 102

表 25 环境空气

丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.022	0.021	0.022	0.022	0.024	0.022	0.018	4.3	81.5
正丙酯	0.000	0.109	0.120	0.119	0.120	0.118	0.121	0.126	0.121	0.047	2.1	111
止闪钿	0.000	0.272	0.277	0.280	0.277	0.275	0.275	0.279	0.277	0.040	0.70	102
丙烯酸	0.000	0.027	0.021	0.021	0.020	0.021	0.021	0.023	0.021	0.021	5.4	77.8
正丁酯	0.000	0.109	0.121	0.120	0.120	0.120	0.121	0.125	0.121	0.038	1.7	111
11. 1 問	0.000	0.272	0.278	0.279	0.277	0.276	0.276	0.276	0.277	0.020	0.40	102
田怪歌	0.000	0.027	0.019	0.019	0.018	0.019	0.019	0.021	0.019	0.018	5.0	70.4
丙烯酸 异丁酯	0.000	0.109	0.118	0.117	0.118	0.117	0.118	0.123	0.119	0.039	1.8	109
升月阳	0.000	0.272	0.275	0.276	0.273	0.272	0.273	0.273	0.274	0.030	0.50	101
甲基丙	0.000	0.027	0.020	0.020	0.019	0.020	0.020	0.022	0.020	0.022	5.9	74.1
烯酸异	0.000	0.109	0.119	0.118	0.120	0.117	0.118	0.123	0.119	0.042	1.9	109
丁酯	0.000	0.272	0.279	0.279	0.274	0.274	0.274	0.276	0.276	0.050	0.90	101
甲基丙	0.000	0.027	0.019	0.019	0.018	0.019	0.019	0.022	0.019	0.022	6.1	70.4
烯酸正	0.000	0.109	0.117	0.117	0.119	0.116	0.117	0.123	0.118	0.046	2.1	108
丁酯	0.000	0.272	0.279	0.277	0.273	0.273	0.272	0.276	0.275	0.050	1.0	101

表 26 废气

→ 1 → 11	1 -2- 64-	1 1- 0		狈	定结果	(mg/m³)			1-1-10	111-	加标回
目标化合物	本底值 (mg/m³)	加标量 (mg/m³)	1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/m³)	标准 偏差	相对标准偏差	收率 (%)
丙烯酸	1.96	1.09	3.07	3.09	3.04	3.09	3.05	3.10	3.07	0.040	0.70	102
甲酯	1.96	5.43	5.98	5.79	5.83	5.82	6.15	6.03	5.93	0.26	2.4	73.1
中阳	1.96	27.2	21.1	21.6	21.3	21.3	21.5	23.4	21.7	1.6	4.0	72.6
工区政	0.00	1.09	1.13	1.14	1.14	1.14	1.14	1.16	1.14	0.020	0.80	105
丙烯酸 乙酯	0.00	5.43	4.38	4.13	4.12	4.14	4.38	4.48	4.27	0.30	3.8	78.6
△贈	0.00	27.2	20.0	20.1	19.9	20.1	20.0	22.1	20.4	1.6	4.2	75.0
甲基丙	0.00	1.09	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.14	1.11	0.030	1.4	102
烯酸甲	0.00	5.43	4.26	4.01	3.98	3.99	4.24	4.36	4.14	0.31	4.0	76.2
酯	0.00	27.2	19.5	19.5	19.3	19.5	19.3	21.3	19.7	1.5	4.0	72.4
正区映	0.00	1.09	1.14	1.14	1.15	1.16	1.16	1.23	1.16	0.060	2.9	106
丙烯酸	0.00	5.43	4.46	4.18	4.16	4.17	4.44	4.53	4.32	0.31	3.9	79.6
正丙酯	0.00	27.2	20.1	19.9	19.7	20.0	19.8	21.8	20.2	1.4	3.8	74.3
正区映	0.00	1.09	1.16	1.15	1.17	1.17	1.18	1.25	1.18	0.060	3.0	108
丙烯酸 工工配	0.00	5.43	4.50	4.23	4.21	4.20	4.47	4.57	4.36	0.31	3.8	80.3
正丁酯	0.00	27.2	19.9	19.7	19.5	19.8	19.6	21.5	20.0	1.4	3.8	73.5
正区映	2.78	1.09	3.90	3.89	3.95	3.93	3.96	3.89	3.92	0.060	0.80	105
丙烯酸	2.78	5.43	7.08	6.65	6.64	6.60	6.99	6.78	6.79	0.37	3.0	73.8
异丁酯	2.78	27.2	21.5	21.3	21.1	21.4	21.1	22.8	21.5	1.2	3.0	68.8
甲基丙	0.00	1.09	1.05	1.04	1.06	1.06	1.06	1.18	1.08	0.090	4.8	99.1
烯酸异	0.00	5.43	4.13	3.87	3.86	3.83	4.07	4.17	3.99	0.28	3.8	73.5
丁酯	0.00	27.2	18.9	18.7	18.5	18.8	18.6	20.4	19.0	1.3	3.6	69.9
甲基丙	0.00	1.09	1.00	0.99	1.01	1.01	1.01	1.13	1.03	0.10	5.1	94.5
烯酸正	0.00	5.43	4.01	3.77	3.75	3.73	3.96	4.04	3.88	0.26	3.7	71.5
丁酯	0.00	27.2	18.6	18.3	18.2	18.3	18.2	20.0	18.6	1.3	3.8	68.4

6.2.3.4 验证结果

实验结果表明:该方法检出限和测定下限较低,重复性好、方法准确可靠,具有普遍适用性,满足环境空气和废气中8种丙烯酸酯类化合物检测的工作要求。

6.2.4 信测标准环境技术服务(广东)有限公司

6.2.4.1 基本信息

仪器型号	安捷伦7890B-5977B
色谱柱型号	SH-Rtx-624(60m×0.25mm×1.4μm)毛细管柱
测试日期	2024年10月19日~2024年11月6日
测试人员	吴晓鸿
遵守本标准规定的程度	遵守
测定过程中观察到的异常现象	无

表27 基本信息表

6.2.4.2 仪器参考条件

6.2.4.2.1 色谱参考条件

进样口温度: 250 °C; 检测器温度: 280 °C; 载气: 氦气,流速(恒流模式) 2.1 mL/min; 柱温: 初始温度60°C, 保持2 min, 以 15°C/min的速度升温至210°C, 在210°C保持1 min。分流比: 10:1; 进样量: 1.0 μL。

6.2.1.2.2 质谱分析参考条件

扫描方式:全扫描+选择离子扫描;扫描范围: 30amu~550amu;溶剂延迟: 5.5 min; 离子化能量: 70eV; 传输线温度: 230 ℃; 特征离子选择参照下表1。

序号	目标物	英文名称	CAS 号	定量离子	定性离子
1	甲基丙烯酸甲酯-D8(内标物)	Methyl methacryLate-d8	35233-69-3	46	74,108

序号	目标物	英文名称	CAS 号	定量离子	定性离子
2	丙烯酸甲酯	Methyl acrylate	96-33-3 55		85,42,58
3	丙烯酸乙酯	Ethyl acrylate	140-88-5	55	73,99,56
4	甲基丙烯酸甲酯	Methyl methacrylate	80-62-6	69	41,39,100
5	丙烯酸正丙酯	n-Propyl acrylate	925-60-6	55	73,85,59
6	丙烯酸(正)丁酯	Butyl Acrylate	141-32-2	55	56,73,85
7	丙烯酸异丁酯	Isobutyl acrylate	106-63-8	55	56,73,85
8	甲基丙烯酸异丁酯	Isobutyl methacrylate	97-86-9	69	56,87,41
9	甲基丙烯酸正丁酯	Butyl methacrylate	97-88-1	69	56,87,41

6.2.4.3 验证结果

6.2.4.3.1 标准曲线的绘制过程及主要结果

以标准溶液浓度为横坐标,以标准溶液中待测目标物峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标,绘制内标法校准曲线,计算回归方程及其相关系数。

表 29 环境空气

目标化合物	线性方程	相关系数/r2
丙烯酸甲酯	y=1.4143x+0.0000	0.9979
丙烯酸乙酯	y=1.6875x+0.0000	0.9984
甲基丙烯酸甲酯	y=0.9314x+0.0000	0.9973
丙烯酸正丙酯	y=1.7648x+0.0000	0.9987
丙烯酸正丁酯	y=1.8605x+0.0000	0.9992
丙烯酸异丁酯	y=1.8506x+0.0000	0.9996
甲基丙烯酸异丁酯	y=1.7791x+0.0000	0.9987
甲基丙烯酸正丁酯	y=1.281x+0.0000	0.9982

表 30 废气

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=1.5558x+0.0000	0.9982
丙烯酸乙酯	y=1.8456x+0.0000	0.9982
甲基丙烯酸甲酯	y=0.954x+0.0000	0.9985
丙烯酸正丙酯	y=1.8711x+0.0000	0.9988
丙烯酸正丁酯	y=1.9746x+0.0000	0.9991
丙烯酸异丁酯	y=1.9194x+0.0000	0.9986
甲基丙烯酸异丁酯	y=1.8487x+0.0000	0.9990
甲基丙烯酸正丁酯	y=1.3473x+0.0000	0.9986

6.2.4.3.2 方法检出限和测定下限

在仪器处于正常工作状态下,按照《环境监测分析方法标准制修

订技术导则》(HJ168-2020)的相关规定进行检出限、测定下限测定。 重复分析7个浓度为1ug/L空白加标样品,计算其标准偏差S。用公式: MDL=S×t(n-1,0.99)[重复分析7个样品,在99%的置信区间,t(6,0.99) =3.143]进行计算。其中:t(n-1,0.99)为置信度为99%、自由度为n-1 时的t值;n为重复分析的样品数。测定下限为4倍检出限。

	农31 外現工 (
目标化合物			测定	值(mg/	m ³)			平均值	标准偏差	检出限	测定下限
日你化百物	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m^3)	(%)	(mg/m^3)	$(mg\!/\!m^3)$
丙烯酸甲酯	0.027	0.026	0.027	0.024	0.027	0.026	0.023	0.026	6.2	0.005	0.020
丙烯酸乙酯	0.024	0.022	0.026	0.022	0.026	0.024	0.025	0.024	6.9	0.005	0.020
甲基丙烯酸甲酯	0.028	0.024	0.026	0.022	0.027	0.027	0.024	0.025	8.5	0.007	0.028
丙烯酸正丙酯	0.023	0.023	0.025	0.022	0.024	0.026	0.023	0.024	5.8	0.004	0.016
丙烯酸正丁酯	0.026	0.024	0.026	0.022	0.024	0.022	0.020	0.023	9.5	0.007	0.028
丙烯酸异丁酯	0.028	0.022	0.024	0.023	0.024	0.025	0.024	0.024	7.8	0.006	0.024
甲基丙烯酸异丁酯	0.027	0.028	0.024	0.024	0.027	0.027	0.024	0.026	6.9	0.006	0.024
甲基丙烯酸正丁酯	0.025	0.032	0.028	0.027	0.028	0.028	0.033	0.029	9.8	0.009	0.036

表 31 环境空气

#	22	応 左
表	32	废气

目标化合物			测定	值(mg/	m ³)			平均值	标准偏差	检出限	测定下限
日你化百初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m^3)	(%)	(mg/m^3)	(mg/m³)
丙烯酸甲酯	0.22	0.24	0.22	0.21	0.23	0.24	0.24	0.23	5.3	0.04	0.16
丙烯酸乙酯	0.23	0.26	0.22	0.21	0.24	0.25	0.22	0.23	7.7	0.06	0.24
甲基丙烯酸甲酯	0.22	0.23	0.21	0.23	0.25	0.22	0.26	0.23	7.7	0.06	0.24
丙烯酸正丙酯	0.23	0.22	0.23	0.22	0.22	0.24	0.24	0.23	3.9	0.03	0.12
丙烯酸正丁酯	0.23	0.23	0.20	0.20	0.22	0.23	0.24	0.22	7.1	0.05	0.20
丙烯酸异丁酯	0.22	0.23	0.24	0.21	0.22	0.23	0.23	0.23	4.3	0.03	0.12
甲基丙烯酸异丁酯	0.25	0.24	0.27	0.24	0.24	0.22	0.23	0.24	6.5	0.05	0.20
甲基丙烯酸正丁酯	0.27	0.29	0.26	0.31	0.24	0.28	0.26	0.27	8.4	0.07	0.28

6.2.4.3.3 方法精密度及正确度

方法正确度通过加标回收率考查方法正确度。在环境空气和废气中加入一定量的丙烯酸酯类化合物标准(详细见表33和表34),测试的结果通过标准曲线计算的浓度测量值及采样体积,再计算所含目标物的实际浓度值,加标回收率通过浓度值回收率计算得出。方法精密度通过重复测定同一样品6次的结果的相对标准偏差考查方法精密

度。结果如表33和表34所示。环境空气在3个浓度加标水平 (0.027mg/m³、0.109mg/m³、0.272mg/m³)的回收率范围为85.2%~ 114%,废气在3个浓度加标水平(1.09mg/m³、5.43mg/m³、27.2mg/m³)的回收率范围为79.4%~114%。8种丙烯酸酯类目标物三个浓度水平 环境空气加标样品测定结果的相对标准偏差为1.8%~14%,废气加标样品测定结果的相对标准偏差为0.90%~4.4%。

表 33 环境空气

H #= //k	土 庄 佳	-tt = .		狈	定结果	(mg/m³)		亚 <i>1</i> 5	4	4n -44-	加标回
目标化 合物	本底值 (mg/m³)	加标量 (mg/m³)	1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/m³)	标准 偏差	相对标准偏差	收率 (%)
丙烯酸	0.000	0.027	0.026	0.026	0.025	0.026	0.027	0.026	0.026	0.010	2.2	96.3
甲酯	0.000	0.109	0.122	0.122	0.131	0.122	0.124	0.122	0.124	0.068	3.0	114
1 日日	0.000	0.272	0.275	0.287	0.259	0.270	0.279	0.272	0.274	0.17	3.4	101
丙烯酸	0.000	0.027	0.026	0.026	0.023	0.024	0.026	0.026	0.025	0.021	4.5	92.6
乙酯	0.000	0.109	0.116	0.125	0.116	0.122	0.122	0.120	0.120	0.065	3.0	110
乙阳	0.000	0.272	0.273	0.279	0.267	0.267	0.284	0.268	0.273	0.13	2.6	100
甲基丙	0.000	0.027	0.025	0.028	0.024	0.023	0.028	0.028	0.026	0.044	9.2	96.3
烯酸甲	0.000	0.109	0.115	0.121	0.128	0.121	0.126	0.121	0.122	0.088	3.9	112
酯	0.000	0.272	0.265	0.277	0.254	0.265	0.274	0.265	0.267	0.15	3.0	98.2
TI 184 THE	0.000	0.027	0.024	0.023	0.024	0.023	0.025	0.023	0.024	0.015	3.4	88.9
丙烯酸 正丙酯	0.000	0.109	0.114	0.123	0.123	0.117	0.121	0.114	0.119	0.076	3.5	109
正闪阳	0.000	0.272	0.271	0.284	0.260	0.258	0.277	0.269	0.270	0.18	3.6	99.3
丙烯酸	0.000	0.027	0.023	0.023	0.022	0.022	0.025	0.023	0.023	0.021	4.9	85.2
正丁酯	0.000	0.109	0.117	0.121	0.118	0.114	0.119	0.118	0.118	0.040	1.8	108
17. 1 問	0.000	0.272	0.266	0.278	0.261	0.264	0.278	0.265	0.269	0.14	2.9	98.9
	0.000	0.027	0.022	0.021	0.022	0.022	0.024	0.024	0.023	0.022	5.2	85.2
丙烯酸 异丁酯	0.000	0.109	0.117	0.121	0.117	0.117	0.121	0.116	0.118	0.040	1.9	108
升月阳	0.000	0.272	0.273	0.277	0.264	0.277	0.284	0.267	0.274	0.14	2.7	101
甲基丙	0.000	0.027	0.025	0.024	0.025	0.024	0.026	0.027	0.025	0.019	4.0	92.6
烯酸异	0.000	0.109	0.114	0.121	0.125	0.119	0.123	0.117	0.120	0.074	3.4	110
丁酯	0.000	0.272	0.274	0.278	0.259	0.263	0.283	0.266	0.271	0.17	3.4	99.6
甲基丙	0.000	0.027	0.027	0.024	0.023	0.030	0.032	0.032	0.028	0.071	14	104
烯酸正	0.000	0.109	0.125	0.125	0.124	0.117	0.121	0.122	0.122	0.057	2.5	112
丁酯	0.000	0.272	0.274	0.295	0.259	0.274	0.283	0.270	0.276	0.22	4.4	101

表 34 废气

目标化	本底值	加标量		测定结果(mg/m³)						标准	相对标	加标回
合物	(mg/m^3)	(mg/m^3)	1	2	3	4	5	6	(mg/m^3)	偏差	准偏差	收率

												(%)
	2.05	1.09	3.18	3.29	3.16	3.17	3.21	3.08	3.18	0.13	2.2	104
丙烯酸	2.05	5.43	6.23	6.45	6.66	6.30	6.42	6.07	6.36	0.37	3.2	79.4
甲酯	2.05	27.2	24.1	23.9	24.1	23.7	23.6	23.8	23.9	0.39	0.90	80.3
	0.00	1.09	1.09	1.15	1.10	1.14	1.15	1.11	1.12	0.050	2.3	103
丙烯酸 乙酯	0.00	5.43	4.18	4.43	4.56	4.30	4.49	4.20	4.36	0.29	3.6	80.3
乙阳	0.00	27.2	22.3	22.5	22.3	22.0	21.9	21.9	22.2	0.46	1.1	81.6
甲基丙	0.00	1.09	1.20	1.20	1.14	1.14	1.23	1.13	1.17	0.080	3.8	107
烯酸甲	0.00	5.43	4.47	4.65	4.74	4.53	4.72	4.36	4.58	0.28	3.3	84.3
酯	0.00	27.2	22.5	22.6	22.7	22.4	22.1	22.3	22.4	0.41	1.0	82.4
五烃酚	0.00	1.09	1.15	1.17	1.13	1.14	1.20	1.14	1.16	0.050	2.3	106
丙烯酸 正丙酯	0.00	5.43	4.40	4.58	4.61	4.46	4.58	4.41	4.51	0.17	2.1	83.1
正闪铜	0.00	27.2	22.8	22.7	22.8	22.1	22.4	22.3	22.5	0.52	1.3	82.7
丙烯酸	0.00	1.09	1.16	1.18	1.14	1.14	1.21	1.14	1.16	0.050	2.4	106
正丁酯	0.00	5.43	4.43	4.65	4.76	4.57	4.56	4.50	4.58	0.21	2.5	84.3
亚 1 問	0.00	27.2	22.7	23.0	23.1	22.5	22.4	22.6	22.7	0.48	1.2	83.5
丙烯酸	2.89	1.09	4.09	4.30	4.03	4.04	4.20	4.14	4.13	0.19	2.5	114
异丁酯	2.89	5.43	7.38	7.63	7.72	7.52	7.66	7.22	7.52	0.35	2.5	85.3
开】阻	2.89	27.2	25.6	26.0	25.8	25.1	25.1	25.3	25.5	0.66	1.4	83.1
甲基丙	0.00	1.09	1.18	1.16	1.13	1.14	1.16	1.22	1.17	0.060	2.8	107
烯酸异	0.00	5.43	4.42	4.57	4.76	4.52	4.58	4.51	4.56	0.21	2.5	84.0
丁酯	0.00	27.2	22.9	23.1	23.0	22.5	22.4	22.6	22.8	0.51	1.2	83.8
甲基丙	0.00	1.09	1.22	1.28	1.12	1.18	1.21	1.18	1.20	0.10	4.4	110
烯酸正	0.00	5.43	4.51	4.71	4.73	4.59	4.59	4.52	4.61	0.17	2.0	84.9
丁酯	0.00	27.2	22.9	23.1	23.0	22.3	22.6	22.5	22.7	0.56	1.3	83.5

6.2.4.4 验证结果

实验结果表明:该方法检出限和测定下限较低,重复性好、方法 准确可靠,具有普遍适用性,满足环境空气和废气中8种丙烯酸酯类 化合物检测的工作要求。

6.2.5 实验室间数据对比

4个实验室分别对8种丙烯酸酯类化合物加标浓度为0.027mg/m³、0.109mg/m³、0.272mg/m³的环境空气和无组织排放监控点空气统一空白加标样品重复测定6次:实验室内相对标准偏差分别为0.90%~14%、0.80%~13%、0.40%~4.4%;实验室间相对标准偏差分别为

 $3.5\%\sim16\%$ 、 $2.6\%\sim9.4\%$ 、 $0.3\%\sim8.7\%$; 重复性限分别为0.056mg/m $^3\sim0.11$ mg/m 3 、0.22mg/m $^3\sim0.36$ mg/m 3 、0.22mg/m $^3\sim0.50$ mg/m 3 ; 再现性限分别为0.056mg/m $^3\sim0.11$ mg/m 3 、0.22mg/m $^3\sim0.36$ mg/m 3 、0.22mg/m $^3\sim0.36$ mg/m 3 、

4个实验室分别对8种丙烯酸酯类化合物加标浓度为1.09mg/m³、5.43mg/m³、27.2mg/m3的固定污染源有组织排放废气统一样品加标样品重复测定6次:实验室内相对标准偏差分别为0.30%~6.4%、0.90%~10%、0.90%~7.1%;实验室间相对标准偏差分别为4.3%~11%、4.3%~8.4%、4.6%~8.9%;重复性限分别为0.20mg/m³~0.59mg/m³、0.73mg/m³~1.4mg/m³、2.9mg/m³~4.8mg/m³;再现性限分别为0.25mg/m³~1.0mg/m³、0.90mg/m³~1.7mg/m³、3.8mg/m³~6.9mg/m³。

4个实验室对8种丙烯酸酯类化合物加标浓度为0.027mg/m3、0.109mg/m3、0.272mg/m3的环境空气和无组织排放监控点空气统一空白加标样品重复测定6次:加标回收率范围分别为70.4%~104%、95.4%~124%、94.5%~118%。

4个实验室对8种丙烯酸酯类化合物加标浓度为1.09mg/m3、5.43mg/m3、27.2mg/m3的固定污染源有组织排放废气统一样品加标重复测定6次:加标回收率范围分别为85.3%~119%、71.5%~87.7%、68.4%~87.7%。

精密度和正确度结果见表43和表44。

表 43 环境空气和无组织排放监控点空气的精密度和正确度

		空白加			精密度				正确度	
序号	化合物		测定结果平 均值(mg/m³)	实验室内相 对标准偏差 (%)		重复性限 r(mg/m³)	再现性限 R(mg/m³)	P̄(%)	$S_{\overline{P}}(\%)$	DZS _P (%)
		0.109	0.03	1.5~5.3	8.6	0.056	0.056	92.6	16	92.6±16
1	丙烯酸甲酯	0.272	0.12	0.80~13	9.4	0.36	0.36	111	21	111±21
		0.027	0.27	1.2~3.4	4.2	0.36	0.36	100	8.0	100±8.0
		0.109	0.03	1.0~4.6	5.0	0.056	0.056	93.5	9.3	93.5±9.3
2	丙烯酸乙酯	0.272	0.12	1.1~8.5	4.5	0.28	0.28	109	9.8	109±9.8
		0.027	0.27	1.1~2.6	0.3	0.25	0.25	99.9	0.40	99.9±0.40
	甲基丙烯酸	0.109	0.02	0.90~9.2	7.1	0.084	0.084	90.8	13	90.8±13
3	中国内州政	0.272	0.12	1.5~7.3	8.0	0.25	0.25	113	18	113±18
	丁 相	0.027	0.28	0.50~3.0	8.7	0.22	0.22	105	18	105±18
	丙烯酸正丙	0.109	0.02	1.4~4.9	3.5	0.056	0.056	85.2	6.0	85.2±6.0
4	内麻散止內 酯	0.272	0.12	2.0~10	2.6	0.34	0.34	108	5.5	108±5.5
	ĦĦ	0.027	0.27	0.70~3.6	2.4	0.34	0.34	100	5.1	100±5.1
	丙烯酸(正)	0.109	0.02	1.7~5.4	9.4	0.056	0.056	85.2	16	85.2±16
5	丁酯	0.272	0.12	1.7~6.4	3.7	0.22	0.22	108	7.7	108±7.7
	2 111	0.027	0.27	0.40~3.1	3.9	0.34	0.34	100	7.7	100±7.7
	丙烯酸异丁	0.109	0.02	1.6~8.5	9.8	0.056	0.056	81.5	16	81.5±16
6	10 / 加設升 1	0.272	0.12	1.8~5.4	6.2	0.22	0.22	109	14	109±14
	HB	0.027	0.28	0.50~2.8	7.2	0.34	0.34	102	15	102±15
	甲基丙烯酸	0.109	0.02	1.6~8.5	9.8	0.056	0.056	81.5	16	81.5±16
7	中 至 内 师 政 异 丁 酯	0.272	0.12	1.8~5.4	6.2	0.22	0.22	109	14	109±14
	71 J FII	0.027	0.28	0.50~2.8	7.2	0.34	0.34	102	15	102±15
	田基丙烃酸	0.109	0.02	1.6~8.5	9.8	0.056	0.056	81.5	16	81.5±16
8	甲基丙烯酸	0.272	0.12	1.8~5.4	6.2	0.22	0.22	109	14	109±14
	11.11	0.027	0.28	0.50~2.8	7.2	0.34	0.34	102	15	102±15

表 44 固定污染源有组织排放废气的精密度和正确度

		样品加			精密度		正确度			
序号	化合物	标质量 浓度 (mg/m³)	测定结果平	对标准偏差	实验室间相 对标准偏差 (%)	重复性限 r(mg/m³)	再现性限 R(mg/m³)	P̄(%)	S _P (%)	DZS _{P̄} (%)
		1.09	3.19	0.70~4.4	4.3	0.45	0.56	107	10	107±10
1	丙烯酸甲酯	5.43	6.30	1.9~5.6	4.3	1.2	1.3	78.7	7.7	78.7±7.7
		27.2	23.8	0.90~4.0	7.4	3.3	5.8	80.1	12	80.1±12
		1.09	1.12	0.60~5.5	6.1	0.20	0.25	102	12	102±12
2	丙烯酸乙酯	5.43	4.29	1.0~3.8	4.9	0.73	0.90	79.0	7.8	79±7.8
		27.2	21.7	1.1~4.2	4.6	2.9	3.8	79.7	7.4	79.7±7.4

		样品加			精密度				正确度	
序号	化合物	标质量 浓度 (mg/m³)	测定结果平 均值(mg/m³)		实验室间相对标准偏差(%)	重复性限 r(mg/m³)	再现性限 R(mg/m³)	Ē(%)	$S_{\overline{P}}(\%)$	DZS _P (%)
		1.09	1.17	0.30~4.2	7.6	0.20	0.31	108	16	108±16
3	甲基丙烯酸	5.43	4.45	0.90~4.0	6.2	0.76	1.0	82.0	10	82±10
	甲酯	27.2	21.9	1.0~4.0	7.5	3.2	5.4	80.4	12	80.4±12
	五赵松玉玉	1.09	1.13	1.5~5.8	7.8	0.22	0.31	103	16	103±16
4	丙烯酸正丙	5.43	4.35	2.1~4.2	5.5	0.73	0.92	80.1	8.8	80.1±8.8
	酯	27.2	21.7	1.3~6.9	4.9	4.6	5.2	79.6	7.8	79.6±7.8
	工 赵 联 / 丁 /	1.09	1.12	2.1~5.6	10	0.20	0.36	102	21	102±21
5	丙烯酸(正) 丁酯	5.43	4.33	2.5~6.0	7.0	0.92	1.2	79.8	11	79.8±11
	J HH	27.2	21.4	1.2~5.0	5.2	3.6	4.6	78.7	8.2	78.7±8.2
	五赵松巳丁	1.09	3.88	0.80~4.7	8.2	0.59	1.0	103	20	103±20
6	丙烯酸异丁 酯	5.43	7.03	2.5~5.3	6.3	1.3	1.7	78.7	10	78.7±10
	Ħ目	27.2	23.8	1.4~4.2	7.0	3.5	5.7	77.3	12	77.3±12
	田甘玉烃酚	1.09	3.88	0.80~4.7	8.2	0.59	1.0	103	20	103±20
7	甲基丙烯酸 异丁酯	5.43	7.03	2.5~5.3	6.3	1.3	1.7	78.7	10	78.7±10
	开了陌	27.2	23.8	1.4~4.2	7.0	3.5	5.7	77.3	12	77.3±12
	甲基丙烯酸	1.09	3.88	0.80~4.7	8.2	0.59	1.0	103	20	103±20
8	中奉内	5.43	7.03	2.5~5.3	6.3	1.3	1.7	78.7	10	78.7±10
	11.11月	27.2	23.8	1.4~4.2	7.0	3.5	5.7	77.3	12	77.3±12

7重大分歧意见的处理经过和依据

无。

8贯彻国家标准的要求和措施建议

标准实施后应及时予以宣贯。

9废止现行有关标准的建议

该标准属于首次发布的推荐性标准, 未替代现有的标准。

10附件材料

附件 1.验证报告-广东粤风检测技术有限公司

验证试验报告

环境空气和废气 8 种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法
广东省科学院测试分析研究所 (中国广州分析测试中心)
广东粤风检测技术有限公司
粤测协字 [2024] 14 号
标准曲线、相关系数、方法的检出限、测定下限、精密度、正确度
广东省分析测试协会 2024年团体标准,项目计划编号为: GAIA/JH2024010: (草案): 《环境空气和废气 8 种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》
气相色谱-质谱仪: 赛默飞 TRACE1300-ISQ7000 色谱柱: SH-Rtx-624 (60m×0.25mm×1.4μm) 毛细管柱

1、标准曲线、相关系数

环境空气

y=34.1409x+0.0000	0.9994
y=40.2230x+0.0000	0.9994
y=25.8561x+0.0000	0.9993
y=45.5079x+0.0000	0.9995
y=50.9694x+0.0000	0.9995
y=49.8204x+0.0000	0.9993
y=57.1414x+0.0000	0.9993
y=38.7806x+0.0000	0.9996
	y=40.2230x+0.0000 y=25.8561x+0.0000 y=45.5079x+0.0000 y=50.9694x+0.0000 y=49.8204x+0.0000 y=57.1414x+0.0000

座左	
	₹
	τ.

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=38.5614x+0.0000	0.9998
丙烯酸乙酯	y=47.8733x+0.0000	0.9994
甲基丙烯酸甲酯	y=33.5258x+0.0000	0.9999
丙烯酸正丙酯	y=53.6975x+0.0000	0.9996
丙烯酸正丁酯	y=60.1632x+0.0000	0.9994
丙烯酸异丁酯	y=57.4535x+0.0000	0.9996
甲基丙烯酸异丁酯	y=72.9371x+0.0000	0.9998
甲基丙烯酸正丁酯	y=50.1048x+0.0000	0.9999

2、检出限、测定下限

目标化合物			测定	值(mg/	m ³)		平均值	标准偏差	检出限	测定下限	
H 10.10 H 10	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m³)	(%)	(mg/m³)	(mg/m³)
丙烯酸甲酯	0.025	0.025	0.025	0.026	0.025	0.027	0.025	0.025	3.1	0.002	0.008





丙烯酸乙酯	0.023	0.023	0.023	0.023	0.023	0.023	0.022	0.023	1.7	0.001	0.004
甲基丙烯酸甲酯	0.023	0.024	0.024	0.024	0.025	0.026	0.022	0.024	5.4	0.004	0.016
丙烯酸正丙酯	0.021	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.020	0.022	3.6	0.002	0.008
丙烯酸正丁酯	0.021	0.021	0.021	0.021	0.022	0.021	0.020	0.021	2.7	0.002	0.008
丙烯酸异丁酯	0.020	0.021	0.021	0.021	0.021	0.020	0.019	0.020	3.9	0.002	0.008
甲基丙烯酸异丁酯	0.020	0.021	0.021	0.021	0.022	0.022	0.018	0.021	6.7	0.004	0.016
甲基丙烯酸正丁酯	0.020	0.021	0.021	0.021	0.022	0.022	0.018	0.021	6.7	0.004	0.016

发气

目标化合物			测定	值(mg	m^3)			平均值	标准偏差	检出限	测定下限
日弥托日初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m³)	(%)	(mg/m³)	(mg/m³)
丙烯酸甲酯	0.23	0.23	0.22	0.22	0.22	0.22	0.24	0.23	3.5	0.02	0.08
丙烯酸乙酯	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.22	0.20	3.7	0.02	0.08
甲基丙烯酸甲酯	0.20	0.20	0.21	0.21	0.21	0.22	0.24	0.21	6.5	0.04	0.16
丙烯酸正丙酯	0.19	0.19	0.20	0.19	0.19	0.19	0.21	0.19	4.0	0.02	0.08
丙烯酸正丁酯	0.19	0.18	0.19	0.18	0.18	0.18	0.20	0.19	4.2	0.02	0.08
丙烯酸异丁酯	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.20	0.18	4.1	0.02	0.08
甲基丙烯酸异丁酯	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.18	0.19	0.17	4.5	0.02	0.08
甲基丙烯酸正丁酯	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.18	0.20	0.18	6.5	0.04	0.16

3、正确度和精密度

目标化	本底值	加标量		测	定结果	(mg/r	n ³)		平均值	4= \A-	40.444-	加标回
合物	(mg/m³)	(mg/m³)	1	2	3	4	5	6	(mg/m³)	标准偏差	相对标准偏差	收率 (%)
丙烯酸	0.000	0.027	0.027	0.027	0.027	0.026	0.026	0.026	0.027	0.010	1.5	100
甲酯	0.000	0.109	0.132	0.125	0.127	0.127	0.126	0.127	0.127	0.040	1.8	117
1 111	0.000	0.272	0.276	0.279	0.295	0.283	0.291	0.278	0.284	0.14	2.6	104
丙烯酸	0.000	0.027	0.023	0.024	0.024	0.024	0.024	0.024	0.024	0.000	1.0	88.9
乙酯	0.000	0.109	0.120	0.118	0.120	0.117	0.118	0.119	0.119	0.020	1.1	109
CH	0.000	0.272	0.268	0.269	0.275	0.272	0.273	0.275	0.272	0.050	1.1	100
甲基丙	0.000	0.027	0.024	0.024	0.025	0.026	0.026	0.026	0.025	0.020	3.7	92.6
烯酸甲	0.000	0.109	0.132	0.135	0.135	0.135	0.135	0.138	0.135	0.040	1.5	124
酯	0.000	0.272	0.322	0.321	0.321	0.320	0.320	0.323	0.321	0.030	0.50	118
丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.022	0.023	0.023	0.023	0.023	0.023	0.010	1.4	85.2
正丙酯	0.000	0.109	0.111	0.116	0.115	0.111	0.115	0.115	0.114	0.040	2.0	105
TT-1.3 EB	0.000	0.272	0.265	0.262	0.263	0.267	0.262	0.273	0.265	0.080	1.6	97.4
丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.021	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.010	1.7	81.5
正丁酯	0.000	0.109	0.107	0.114	0.113	0.108	0.111	0.113	0.111	0.060	2.7	102
т. 1 на	0.000	0.272	0.261	0.259	0.255	0.261	0.252	0.268	0.259	0.11	2.3	95.2
丙烯酸	0.000	0.027	0.021	0.021	0.022	0.022	0.022	0.021	0.022	0.010	1.6	81.5
异丁酯 -	0.000	0.109	0.104	0.113	0.112	0.104	0.110	0.111	0.109	0.070	3.5	100
) 1 J III	0.000	0.272	0.263	0.257	0.252	0.258	0.248	0.268	0.258	0.13	2.8	94.9
甲基丙	0.000	0.027	0.021	0.021	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.010	3.6	81.5



烯酸异	0.000	0.109	0.112	0.125	0.122	0.116	0.122	0.124	0.120	0.10	4.4	110
丁酯	0.000	0.272	0.301	0.303	0.285	0.293	0.284	0.307	0.296	0.18	3.3	109
甲基丙	0.000	0.027	0.021	0.021	0.022	0.023	0.023	0.023	0.022	0.020	4.0	81.5
烯酸正	0.000	0.109	0.114	0.129	0.124	0.118	0.124	0.128	0.123	0.11	4.6	113
丁酯	0.000	0.272	0.311	0.308	0.289	0.301	0.287	0.316	0.302	0.22	3.9	111
						废气						
目标化	本底值	加标量		测算	定结果	(mg/n	n ³)		双丛体	1-14-	In all I	加标
合物	(mg/m³)		1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/m³)	标准偏差	相对标准偏差	收率
bid mis	1.94	1.09	3.09	3.13	3.11	3.14	3.20	3.04	3.12	0.10	1.7	108
丙烯酸	1.94	5.43	6.38	6.26	6.17	6.24	6.38	6.52	6.33	0.23	1.9	80.8
甲酯	1.94	27.2	23.9	24.0	23.6	23.3	23.6	23.4	23.6	0.48	1.1	79.6
	0.00	1.09	1.01	1.01	1.02	1.02	1.02	1.02	1.02	0.01	0.60	93.6
丙烯酸	0.00	5.43	4.02	4.05	4.03	3.93	4.03	4.02	4.01	0.08	1.0	73.8
乙酯	0.00	27.2	21.6	21.6	21.4	21.4	21.1	21.0	21.4	0.47	1.2	78.7
甲基丙	0.00	1.09	1.11	1.12	1.11	1.11	1.11	1.11	1.11	0.01	0.30	102
烯酸甲	0.00	5.43	4.34	4.36	4.34	4.31	4.28	4.26	4.32	0.07	0.90	79.6
酯	0.00	27.2	22.6	22.3	21.9	21.6	20.9	20.6	21.7	1.40	3.5	79.8
	0.00	1.09	0.98	1.00	1.02	1.00	0.98	1.02	1.00	0.03	1.5	91.7
正丙酯	0.00	5.43	4.05	4.04	4.09	3.85	4.03	4.05	4.02	0.15	2.1	74.0
	0.00	27.2	21.8	22.0	21.7	21.7	21.0	21.0	21.5	0.80	2.0	79.0
	0.00	1.09	0.92	0.93	0.96	0.93	0.92	0.96	0.94	0.04	2.1	86.2
丙烯酸	0.00	5.43	3.91	3.91	4.02	3.70	3.88	3.99	3.90	0.21	2.9	71.8
正丁酯	0.00	27.2	21.6	21.7	21.4	21.7	20.7	20.9	21.3	0.76	1.9	78.3
77 18 76	2.44	1.09	3.35	3.37	3.49	3.41	3.36	3.54	3.42	0.15	2.3	89.9
丙烯酸	2.44	5.43	6.64	6.59	6.68	6.14	6.41	6.77	6.54	0.42	3.5	75.5
异丁酯 -	2.44	27.2	24.5	24.6	24.4	24.6	23.4	23.9	24.2	0.86	1.9	80.0
甲基丙	0.00	1.09	0.92	0.93	0.96	0.92	0.90	0.96	0.93	0.04	2.5	85.3
烯酸异	0.00	5.43	4.08	4.07	4.18	3.81	3.90	4.19	4.04	0.28	3.8	74.4
丁酯	0.00	27.2	22.2	22.4	22.0	22.2	20.7	21.1	21.8	1.30	3.3	80.1
甲基丙	0.00	1.09	0.93	0.93	0.96	0.92	0.90	0.97	0.94	0.04	2.6	86.2
烯酸正	0.00	5.43	4.11	4.11	4.24	3.79	3.88	4.29	4.07	0.36	4.8	75.0
丁酯	0.00	27.2	22.6	22.6	22.3	22.3	21.0	21.5	22.1	1.19	2.9	81.3
常现象		无	The state of the s	Name of the last								
验证结论	-	-	可检测	环境生	()	 麦气中	上述 8	种丙烯	一份酸酯类化	七合物	0	1
验证人(签名)	E	夏油	建	黑		职	除/职组	务	分	析是	
並证单位		173	A S	- Comment	Di						, , ,	
(盖章)		No.	*0.	. 45								

附件 2.验证报告-广州科元环境监测技术有限公司

验证试验报告

验证项目	环境空气和废气 8 种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法
主持单位	广东省科学院测试分析研究所 (中国广州分析测试中心)
验证单位	广州科元环境监测技术有限公司
计划编号	粤测协字 [2024] 14 号
验证内容	标准曲线、相关系数、方法的检出限、测定下限、精密度、正确度
验证方法	广东省分析测试协会 2024 年团体标准, 项目计划编号为: GAIA/JH2024010: (草案): 《环境空气和废气 8 种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》
仪器和设备 型号	气相色谱-质谱仪: 赛默飞 TRACE1300-ISQ7600 色谱柱: SH-Rtx-624(60m×0.25mm×1.4 μm)毛细管柱

1、标准曲线、相关系数

环境空气

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=107.6295x+4.0282	0.9992
丙烯酸乙酯	y=63.0144x+0.2806	0.9998
甲基丙烯酸甲酯	y=72.4323x+3.2461	0.9994
丙烯酸正丙酯	y=206.2737x+1.4745	0.9995
丙烯酸正丁酯	y=234.0493x+3.4973	0.9994
丙烯酸异丁酯	y=257.6987x+1.4497	0.9995
甲基丙烯酸异丁酯	y=211.1878x+2.6034	0.9995
甲基丙烯酸正丁酯	y=193.0511x+1.7446	0.9994
	座左	

废气

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=1113.5440x-50.0019	0.9998
丙烯酸乙酯	y=628.9207x-3.3568	0.9999
甲基丙烯酸甲酯	y=738.8797x-7.2113	0.9997
丙烯酸正丙酯	y=2017.2983x+1.8944	0.9999
丙烯酸正丁酯	y=2235.0747x+58.2384	0.9999
丙烯酸异丁酯	y=2491.6125x+14.1446	0.9999
甲基丙烯酸异丁酯	y=2175.1191x-93.2944	0.9998
甲基丙烯酸正丁酯	y=2062.2158x-167.2877	0.9993

2、检出限、测定下限

					 小現	プラ					
目标化合物			测定	值 (mg/	m ³)			平均值	标准偏差	检出限	測定下限
H 1/3 PL D 1/3	1	1 2	3	4	5	6	7	(mg/m^3)	(%)	(mg/m³)	
丙烯酸甲酯	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.022	0.024	0.022	3.4	0.002	0.008



丙烯酸乙酯	0.024	0.024	0.023	0.024	0.024	0.024	0.026	0.024	3.7	0.003	0.012
甲基丙烯酸甲酯	0.021	0.021	0.020	0.021	0.021	0.021	0.023	0.021	4.3	0.003	0.012
丙烯酸正丙酯	0.022	0.022	0.021	0.021	0.021	0.021	0.023	0.022	3.6	0.002	0.008
丙烯酸正丁酯	0.021	0.021	0.020	0.021	0.021	0.021	0.023	0.021	4.3	0.003	0.012
丙烯酸异丁酯	0.020	0.019	0.018	0.018	0.018	0.018	0.021	0.019	6.4	0.004	0.016
甲基丙烯酸异丁酯	0.019	0.019	0.018	0.019	0.019	0.019	0.021	0.019	4.7	0.003	0.012
甲基丙烯酸正丁酯	0.019	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.021	0.019	6.1	0.004	0.016

废气

目标化合物			测定	值 (mg	m^3			平均值	标准偏差	检出限	测定下限
日标化合物	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m ³)	(%)	(mg/m³)	(mg/m³)
丙烯酸甲酯	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.26	0.23	4.8	0.04	0.16
丙烯酸乙酯	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.23	0.26	0.23	4.8	0.04	0.16
甲基丙烯酸甲酯	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.26	0.24	3.1	0.02	0.08
丙烯酸正丙酯	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.27	0.24	4.6	0.04	0.16
丙烯酸正丁酯	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.26	0.24	3.1	0.02	0.08
丙烯酸异丁酯	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.27	0.25	3.0	0.02	0.08
甲基丙烯酸异丁酯	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.23	0.21	3.6	0.02	0.08
甲基丙烯酸正丁酯	0.19	0.19	0.20	0.20	0.19	0.20	0.22	0.20	5.4	0.03	0.12

3、正确度和精密度

目标化	本底值	加标量		测知	定结果	(mg/n	n ³)		平均值	标准	相对标	加标回
合物	(mg/m³)		1	2	3	4	5	6	(mg/m³)	偏差	准偏差	收率 (%)
丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.021	0.022	0.022	0.022	0.024	0.022	0.020	5.0	81.5
甲酯	0.000	0.109	0.127	0.128	0.126	0.128	0.127	0.129	0.128	0.018	0.80	117
1.00	0.000	0.272	0.280	0.276	0.277	0.278	0.274	0.270	0.276	0.060	1.2	101
丙烯酸	0.000	0.027	0.024	0.024	0.024	0.024	0.024	0.027	0.025	0.020	4.6	92.6
乙酯	0.000	0.109	0.124	0.124	0.124	0.124	0.125	0.128	0.125	0.029	1.3	115
乙曲	0.000	0.272	0.268	0.268	0.275	0.276	0.268	0.276	0.272	0.070	1.4	100
甲基丙	0.000	0.027	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.024	0.022	0.022	5.4	81.5
烯酸甲	0.000	0.109	0.121	0.121	0.121	0.120	0.121	0.126	0.122	0.039	1.8	112
酷	0.000	0.272	0.279	0.279	0.277	0.275	0.275	0.277	0.277	0.030	0.70	102
丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.022	0.021	0.022	0.022	0.024	0.022	0.018	4.3	81.5
	0.000	0.109	0.120	0.119	0.120	0.118	0.121	0.126	0.121	0.047	2.1	111
正丙酯	0.000	0.272	0.277	0.280	0.277	0.275	0.275	0.279	0.277	0.040	0.70	102
丙烯酸	0.000	0.027	0.021	0.021	0.020	0.021	0.021	0.023	0.021	0.021	5.4	77.8
正丁酯	0.000	0.109	0.121	0.120	0.120	0.120	0.121	0.125	0.121	0.038	1.7	111
TC 1 HU	0.000	0.272	0.278	0.279	0.277	0.276	0.276	0.276	0.277	0.020	0.40	102
丙烯酸	0.000	0.027	0.019	0.019	0.018	0.019	0.019	0.021	0.019	0.018	5.0	70.4
内	0.000	0.109	0.118	0.117	0.118	0.117	0.118	0.123	0.119	0.039	1.8	109
开月間	0.000	0.272	0.275	0.276	0.273	0.272	0.273	0.273	0.274	0.030	0.50	101
甲基丙	0.000	0.027	0.020	0.020	0.019	0.020	0.020	0.022	0.020	0.022	5.9	74.1



烯酸异	0.000	0.109	0.119	0.118	0.120	0.117	0.118	0.123	0.119	0.042	1.9	109
丁酯	0.000	0.272	0.279	0.279	0.274	0.274	0.274	0.276	0.276	0.050	0.90	101
甲基丙	0.000	0.027	0.019	0.019	0.018	0.019	0.019	0.022	0.019	0.022	6.1	70.4
烯酸正	0.000	0.109	0.117	0.117	0.119	0.116	0.117	0.123	0.118	0.046	2.1	108
丁酯	0.000	0.272	0.279	0.277	0.273	0.273	0.272	0.276	0.275	0.050	1.0	101
						废气	8					
目标化	本底值	加标量		测知	定结果	(mg/n	n ³)		VI 16-66	标准	40214E	加标回
合物	(mg/m ³)	0.1/2/98/0.41/20/0	1	2	3	4	5	6	平均值 (mg/m³)	标准偏差	相对标准偏差	收率
1110	vingin /	ving/iii /	1		3	4	3	0	(mg/m)	7佣左	任佣左	(%)
丙烯酸	1.96	1.09	3.07	3.09	3.04	3.09	3.05	3.10	3.07	0.040	0.70	102
甲酯	1.96	5.43	5.98	5.79	5.83	5.82	6.15	6.03	5.93	0.26	2.4	73.1
1 110	1.96	27.2	21.1	21.6	21.3	21.3	21.5	23.4	21.7	1.6	4.0	72.6
丙烯酸	0.00	1.09	1.13	1.14	1.14	1.14	1.14	1.16	1.14	0.020	0.80	105
乙酯	0.00	5.43	4.38	4.13	4.12	4.14	4.38	4.48	4.27	0.30	3.8	78.6
CHH	0.00	27.2	20.0	20.1	19.9	20.1	20.0	22.1	20.4	1.6	4.2	75.0
甲基丙	0.00	1.09	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.14	1.11	0.030	1.4	102
烯酸甲	0.00	5.43	4.26	4.01	3.98	3.99	4.24	4.36	4.14	0.31	4.0	76.2
酯	0.00	27.2	19.5	19.5	19.3	19.5	19.3	21.3	19.7	1.5	4.0	72.4
丙烯酸	0.00	1.09	1.14	1.14	1.15	1.16	1.16	1.23	1.16	0.060	2.9	106
正丙酯	0.00	5.43	4.46	4.18	4.16	4.17	4.44	4.53	4.32	0.31	3.9	79.6
II. PUHH	0.00	27.2	20.1	19.9	19.7	20.0	19.8	21.8	20.2	1.4	3.8	74.3
丙烯酸	0.00	1.09	1.16	1.15	1.17	1.17	1.18	1.25	1.18	0.060	3.0	108
正丁酯	0.00	5.43	·4.50	4.23	4.21	4.20	4.47	4.57	4.36	0.31	3.8	80.3
TT 1 DH	0.00	27.2	19.9	19.7	19.5	19.8	19.6	21.5	20.0	1.4	3.8	73.5
丙烯酸	2.78	1.09	3.90	3.89	3.95	3.93	3.96	3.89	3.92	0.060	0.80	105
异丁酯	2.78	5.43	7.08	6.65	6.64	6.60	6.99	6.78	6.79	0.37	3.0	73.8
升 1 日日	2.78	27.2	21.5	21.3	21.1	21.4	21.1	22.8	21.5	1.2	3.0	68.8
甲基丙	0.00	1.09	1.05	1.04	1.06	1.06	1.06	1.18	1.08	0.090	4.8	99.1
烯酸异	0.00	5.43	4.13	3.87	3.86	3.83	4.07	4.17	3.99	0.28	3.8	73.5
丁酯	0.00	27.2	18.9	18.7	18.5	18.8	18.6	20.4	19.0	1.3	3.6	69.9
甲基丙	0.00	1.09	1.00	0.99	1.01	1.01	1.01	1.13	1.03	0.10	5.1	94.5
烯酸正	0.00	5.43	4.01	3.77	3.75	3.73	3.96	4.04	3.88	0.26	3.7	71.5
丁酯	0.00	27.2	18.6	18.3	18.2	18.3	18.2	20.0	18.6	1.3	3.8	68.4
异常现象	ŧ	无										
金证结论	}	本方法	可检测	环境的	图气和	废气中	上述 8	种丙烷	希酸酯类	化合物	0	
验证人(签名)	10	His	At		*	H	识称/职	务	高级	27541	2 р.
公证单位	Ĺ		1	X		加爾				157	成是人	1
(盖章)			(证别)	检测去	H.							
企证日期	1	2024 年	10月	19日	2024	年 11	月6日	1				



3

附件 3.验证报告-信测标准环境技术服务(广东)有限公司

验证试验报告

验证项目	环境空气和废气 8种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法
主持单位	广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)
验证单位	信测标准环境技术服务(广东)有限公司
计划编号	粤测协字 [2024] 14 号
验证内容	标准曲线、相关系数、方法的检出限、测定下限、精密度、正确度
验证方法	广东省分析测试协会 2024 年团体标准,项目计划编号为: GAIA/JH20240105(草案):《环境空气和废气 8 种丙烯酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》
仪器和设备 型号	气相色谱-质谱仪: 安捷伦 7890B-5977B 色谱柱: SH-Rtx-624(60m×0.25mm×1.4μm)毛细管柱

1、标准曲线、相关系数

环境空气

	21.20 T (
目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=1.4143x+0.0000	0.9979
丙烯酸乙酯	y=1.6875x+0.0000	0.9984
甲基丙烯酸甲酯	y=0.9314x+0.0000	0.9973
丙烯酸正丙酯	y=1.7648x+0.0000	0.9987
丙烯酸正丁酯	y=1.8605x+0.0000	0.9992
丙烯酸异丁酯	y=1.8506x+0.0000	0.9996
甲基丙烯酸异丁酯	y=1.7791x+0.0000	0.9987
甲基丙烯酸正丁酯	y=1.281x+0.0000	0.9982
	3.1.	

废气

目标化合物	线性方程	相关系数/r²
丙烯酸甲酯	y=1.5558x+0.0000	0.9982
丙烯酸乙酯	y=1.8456x+0.0000	0.9982
甲基丙烯酸甲酯	y=0.954x+0.0000	0.9985
丙烯酸正丙酯	y=1.8711x+0.0000	0.9988
丙烯酸正丁酯	y=1.9746x+0.0000	0.9991
丙烯酸异丁酯	y=1.9194x+0.0000	0.9986
甲基丙烯酸异丁酯	y=1.8487x+0.0000	0.9990
甲基丙烯酸正丁酯	y=1.3473x+0.0000	0.9986

2、检出限、测定下限

pl						ピて					
目标化合物	1		测定	值(mg/	/m³)	平均值	标准偏差	检出限	测定下限		
日孙化日初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m³)	(%)	(mg/m³)	(mg/m³)
丙烯酸甲酯	0.027	0.026	0.027	0.024	0.027	0.026	0.023	0.026	6.2	0.005	0.020



丙烯酸乙酯	0.024	0.022	0.026	0.022	0.026	0.024	0.025	0.024	6.9	0.005	0.020
甲基丙烯酸甲酯	0.028	0.024	0.026	0.022	0.027	0.027	0.024	0.025	8.5	0.007	0.028
丙烯酸正丙酯	0.023	0.023	0.025	0.022	0.024	0.026	0.023	0.024	5.8	0.004	0.016
丙烯酸正丁酯	0.026	0.024	0.026	0.022	0.024	0.022	0.020	0.023	9.5	0.007	0.028
丙烯酸异丁酯	0.028	0.022	0.024	0.023	0.024	0.025	0.024	0.024	7.8	0.006	0.024
甲基丙烯酸异丁酯	0.027	0.028	0.024	0.024	0.027	0.027	0.024	0.026	6.9	0.006	0.024
甲基丙烯酸正丁酯	0.025	0.032	0.028	0.027	0.028	0.028	0.033	0.029	9.8	0.009	0.036

废气

目标化合物			测定	值(mg/	m ³)			平均值	标准偏差	检出限	测定下限
日孙托日初	1	2	3	4	5	6	7	(mg/m³)	(%)	(mg/m³)	(mg/m³)
丙烯酸甲酯	0.22	0.24	0.22	0.21	0.23	0.24	0.24	0.23	5.3	0.04	0.16
丙烯酸乙酯	0.23	0.26	0.22	0.21	0.24	0.25	0.22	0.23	7.7	0.06	0.24
甲基丙烯酸甲酯	0.22	0.23	0.21	0.23	0.25	0.22	0.26	0.23	7.7	0.06	0.24
丙烯酸正丙酯	0.23	0.22	0.23	0.22	0.22	0.24	0.24	0.23	3.9	0.03	0.12
丙烯酸正丁酯	0.23	0.23	0.20	0.20	0.22	0.23	0.24	0.22	7.1	0.05	0.20
丙烯酸异丁酯	0.22	0.23	0.24	0.21	0.22	0.23	0.23	0.23	4.3	0.03	0.12
甲基丙烯酸异丁酯	0.25	0.24	0.27	0.24	0.24	0.22	0.23	0.24	6.5	0.05	0.20
甲基丙烯酸正丁酯	0.27	0.29	0.26	0.31	0.24	0.28	0.26	0.27	8.4	0.07	0.28

3、正确度和精密度

目标化	本底值	加标量		测知	定结果	(mg/n	n ³)		平均值	标准	相对标	加标回
合物	(mg/m³)	(mg/m³)	1	2	3	4	5	6	(mg/m³)	偏差	准偏差	收率 (%)
丙烯酸	0.000	0.027	0.026	0.026	0.025	0.026	0.027	0.026	0.026	0.010	2.2	96.3
甲酯	0.000	0.109	0.122	0.122	0.131	0.122	0.124	0.122	0.124	0.068	3.0	114
丁阳	0.000	0.272	0.275	0.287	0.259	0.270	0.279	0.272	0.274	0.17	3.4	101
丙烯酸	0.000	0.027	0.026	0.026	0.023	0.024	0.026	0.026	0.025	0.021	4.5	92.6
乙酯	0.000	0.109	0.116	0.125	0.116	0.122	0.122	0.120	0.120	0.065	3.0	110
OH	0.000	0.272	0.273	0.279	0.267	0.267	0.284	0.268	0.273	0.13	2.6	100
甲基丙	0.000	0.027	0.025	0.028	0.024	0.023	0.028	0.028	0.026	0.044	9.2	96.3
烯酸甲	0.000	0.109	0.115	0.121	0.128	0.121	0.126	0.121	0.122	0.088	3.9	112
酯	0.000	0.272	0.265	0.277	0.254	0.265	0.274	0.265	0.267	0.15	3.0	98.2
丙烯酸	0.000	0.027	0.024	0.023	0.024	0.023	0.025	0.023	0.024	0.015	3.4	88.9
正丙酯	0.000	0.109	0.114	0.123	0.123	0.117	0.121	0.114	0.119	0.076	3.5	109
TLAIH	0.000	0.272	0.271	0.284	0.260	0.258	0.277	0.269	0.270	0.18	3.6	99.3
丙烯酸	0.000	0.027	0.023	0.023	0.022	0.022	0.025	0.023	0.023	0.021	4.9	85.2
正丁酯	0.000	0.109	0.117	0.121	0.118	0.114	0.119	0.118	0.118	0.040	1.8	108
11. 1 自日	0.000	0.272	0.266	0.278	0.261	0.264	0.278	0.265	0.269	0.14	2.9	98.9
丙烯酸	0.000	0.027	0.022	0.021	0.022	0.022	0.024	0.024	0.023	0.022	5.2	85.2
异丁酯 异丁酯	0.000	0.109	0.117	0.121	0.117	0.117	0.121	0.116	0.118	0.040	1.9	108
升月間	0.000	0.272	0.273	0.277	0.264	0.277	0.284	0.267	0.274	0.14	2.7	101
甲基丙	0.000	0.027	0.025	0.024	0.025	0.024	0.026	0.027	0.025	0.019	4.0	92.6





