

# 广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 014—2022

---

## 工作场所空气中正丁基硫醇的 溶剂解吸-气相色谱法

N-Butyl mercaptan in workplace air by solvent desorption-gas chromatography

2022-06-06 发布

2022-06-06 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

## 前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有深圳市职业病防治院、广州市职业病防治院、佛山市职业病防治所和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：吴邦华、阙冰玲、张子群、蒙瑞波、杨展鸿、戎伟丰、林佐侃、袁静、胡嘉雯、何嘉恒、谢玉璇、郭尧平、陈冠林、谭广辉。

## 工作场所空气中正丁基硫醇的溶剂解吸-气相色谱法

### 55 范围

本技术指南规定了工作场所空气中化学因素正丁基硫醇的溶剂解吸-气相色谱法。  
本技术指南适用于工作场所空气中蒸气态的正丁基硫醇浓度测定。

### 56 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质的测定方法

GBZ /T 300.1 工作场所空气有毒物质测定 第1部分：总则

### 57 原理

空气中蒸气态的正丁基硫醇用Tenax管采集，甲醇解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

### 58 仪器设备与材料

4.1 Tenax-TA 吸附管：溶剂解吸型，内装 200 mg/100 mg Tenax-TA 吸附剂（聚 2,6-二苯基对苯醚）。

4.2 空气采样器：满足 0.05~0.1L/min 的流量。

4.3 样品瓶：2mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。

4.4 精密微量注射器：10 $\mu$ L、50 $\mu$ L、100 $\mu$ L、250 $\mu$ L。

4.5 容量瓶：2mL、10mL。

4.6 分析天平：感量 0.01mg。

4.7 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

### 59 试剂

5.1 正丁基硫醇( $C_4H_9SH$ )，色谱纯（20℃时，1 $\mu$ L 液体的质量为 0.83mg）。

5.2 甲醇 ( $CH_3OH$ )，色谱纯。

5.3 标准储备溶液：在 10 mL 容量瓶中加入少量甲醇，准确吸取 100 $\mu$ L 的正丁基硫醇色谱纯溶液，用甲醇定容，作为正丁基硫醇标准储备液，浓度为 8.37mg/mL。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 标准应用溶液：准确吸取 200 $\mu$ L 的正丁基硫醇标准储备溶液至 2mL 容量瓶，用甲醇定容至刻度，配制成浓度为 837.00 $\mu$ g/mL 的正丁基硫醇标准应用溶液。

## 60 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 短时间采样

以 0.1L/min 流量，采集 15min 空气样品。

6.3 长时间采样

以 0.05L/min 流量，采集 2h~8h 空气样品。

6.4 样品空白

打开 Tenax-TA 吸附管两端，并立即封闭，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.5 采样后，立即封闭 Tenax-TA 吸附管两端，与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。样品在 -10℃ 冰箱中可稳定保存 7d。

## 61 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

ai) 色谱柱：30m $\times$ 0.25mm $\times$ 1.4 $\mu$ m，6%氰丙基苯基和 94%二甲基聚硅氧烷；

aj) 柱温：60℃，保持 1.0 min，以 20℃/min 升至 160℃；

ak) 进样口温度：250℃；

al) 进样模式：分流模式，分流比 5:1；

am) 检测器温度：300℃；

an) 载气（氮气）流量：1.0mL/min；

ao) 进样体积：1.0 $\mu$ L。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取 8 只 2mL 容量瓶，其中 1 只容量瓶加入试剂空白，其余容量瓶先加入适量甲醇，分别准确吸取 4、8、20、40、80、120、200 $\mu$ L 的正丁基硫醇标准应用溶液至容量瓶中，采用甲醇稀释并定容至刻度，配制成浓度分别为 0.00、1.67、3.35、8.37、16.74、33.48、50.22、83.70  $\mu$ g/mL 的标准系列溶液，测定范围根据样品溶液中正丁基硫醇的含量确定。

参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液，以测得的峰面积或峰高值对相应的正丁基硫醇浓度（ $\mu$ g/mL）计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前后段 Tenax-TA 吸附剂分别倒入样品瓶中，各加入 1.00mL 甲醇，封闭后不时振摇，解吸 30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品溶液，测得样品峰面积或峰高值后，由回归方程得正丁基硫醇的浓度（ $\mu$ g/mL）。

若样品溶液中正丁基硫醇浓度超过测定范围，可用甲醇稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

## 62 计算

8.1 按式（1）将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积（ $V_{20}$ ）：

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V_{20}$ —样品的标准采样体积，单位为升（L）；

$V$ —样品的采样体积，单位为升（L）；

$t$ —样品采集时的空气温度，单位为温度（℃）；

$P$ —样品采集时的空气大气压强度，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中正丁基硫醇的浓度：

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\rho$ —空气中正丁基硫醇的浓度，单位为毫克每立方米（ $\text{mg}/\text{m}^3$ ）；

$\rho_1, \rho_2$ —测得样品前段Tenax-TA吸附剂解吸液和后段Tenax-TA吸附剂解吸液中正丁基硫醇的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

$v$ —样品解吸液的体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$V_{20}$ —标准采样体积，单位为升（L）；

$D_1, D_2$ —与样品前段Tenax-TA吸附剂、后段Tenax-TA吸附剂中正丁基硫醇剂量相当的解吸效率。

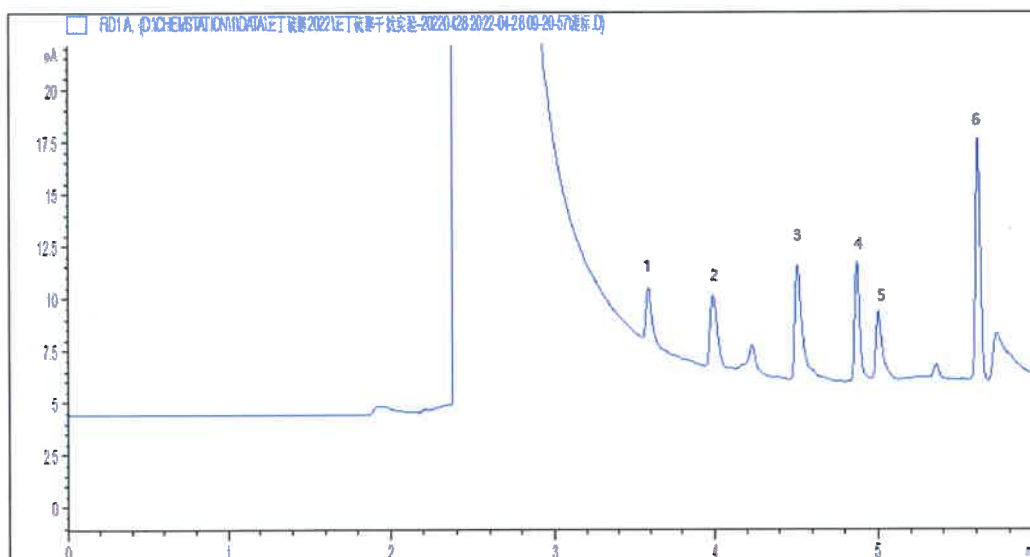
8.3 空气中的时间加权平均接触浓度（ $\rho_{\text{TWA}}$ ）按 GBZ 159 规定计算。

## 63 说明

9.1 本技术指南按照GBZ/T 210.4的方法和要求进行研制。

9.2 本技术指南的定量下限为 $0.25\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 $0.25\mu\text{g}/\text{mL} \sim 83.70\mu\text{g}/\text{mL}$ ，最低定量浓度为 $0.17\text{mg}/\text{m}^3$ （以采集1.5L空气样品计）；相对标准偏差为 $0.90\% \sim 3.69\%$ ，吸附容量（200mg Tenax-TA吸附剂）大于 $0.10\text{mg}$ ，平均采样效率为 $98.7\% \sim 100.0\%$ ，平均解吸效率为 $90.67\% \sim 92.47\%$ 。应测定每批Tenax-TA吸附管的空白和解吸效率。

9.3 在本技术指南的仪器操作参考条件下，现场空气中可能共存的乙硫醇、丁酮、正己烷、苯、甲苯、二甲苯（全部异构体）等化学物质不干扰测定（乙硫醇和邻二甲苯在该条件下未出色谱峰）。正丁基硫醇与共存物的色谱分离图见图 1。



说明:

1—正己烷, 3.58min;

2—丁酮, 3.99min;

3—苯, 4.51min;

4—甲苯, 4.87min;

5—正丁基硫醇, 5.01min;

6—对/间二甲苯, 5.81min;

图 1 正丁基硫醇与共存物的色谱分离图