



中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.38—2017

代替 GBZ/T 160.33—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 38 部分：二硫化碳

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 38: Carbon disulfide

2017 – 11 – 09 发布

2018 – 05 – 01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300的第38部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分由GBZ/T 160.33—2004《工作场所空气有毒物质测定 硫化物》中分出，单独成为本部分，并做了如下主要修改：

——修改了标准名称；

——增加了待测物的基本信息；

——改进了空气采样和标准系列浓度的表达；

——补充了样品空白要求和方法性能指标。

本部分中的主要起草单位和主要起草人：

——二硫化碳的溶剂解吸-二乙胺分光光度法

主要起草单位：黑龙江省劳动卫生职业病研究所。

主要起草人：侯树椿、王福云。

——二硫化碳的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：天津市疾病预防控制中心。

主要起草人：李建国、刘黛莉、李志华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16028—1995；

——GBZ/T 160.33—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 38 部分：二硫化碳

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中二硫化碳的溶剂解吸-气相色谱法和溶剂解吸-二乙胺分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中蒸气态二硫化碳浓度的检测。

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。

GBZ 159 工作场所空气中有毒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

3 二硫化碳的基本信息

二硫化碳的基本信息见表1。

表1 二硫化碳的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
二硫化碳 (Carbon disulfide)	75-15-0	CS ₂	76.14

4 二硫化碳的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态二硫化碳用活性炭采集，苯解吸，经气相色谱柱分离，用火焰光度检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

- 4.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 100 mg/50 mg 活性炭。
- 4.2.2 空气采样器，流量范围为 0 L/min~0.5 L/min。
- 4.2.3 溶剂解吸瓶，5 mL。
- 4.2.4 微量注射器。

4.2.5 气相色谱仪,具火焰光度检测器,394 nm 滤光片,仪器操作参考条件:

- a) 色谱柱: 30 m×0.32 mm×0.5 μm, FFAP;
- b) 柱温: 80℃;
- c) 气化室温度: 150℃;
- d) 检测室温度: 150℃;
- e) 载气(氮)流量: 1 mL/min;
- f) 分流比: 10:1。

4.3 试剂

4.3.1 苯,色谱鉴定无干扰峰。

4.3.2 标准溶液: 在 5 mL 容量瓶中,加入约 2mL 苯,用气密式微量注射器准确加入一定量的二硫化碳,加苯至刻度。由二硫化碳加入量计算此溶液的浓度,为标准贮备液。置于冰箱内保存。临用前,用苯稀释成 10.0 μg/mL 二硫化碳标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

4.4 样品的采集、运输和保存

4.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

4.4.2 短时间采样: 在采样点,用活性炭管以 200 mL/min 流量采集 15 min 空气样品。

4.4.3 长时间采样: 在采样点,用活性炭管以 50 mL/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。

4.4.4 采样后,立即封闭活性炭管两端,置清洁容器内运输和保存。样品在冰箱内可保存 7 d。

4.4.5 样品空白: 在采样点,打开活性炭管两端,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。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理: 将采过样的前后段活性炭分别倒入两支溶剂解吸瓶中,各加 5.0 mL 苯,解吸 30 min,不时振摇。样品溶液供测定。

4.5.2 标准曲线的制备: 取 4 支~7 支容量瓶,用苯稀释标准溶液成 0.0 μg/mL~10.0 μg/mL 浓度范围的二硫化碳标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,进样 1.0 μL,分别测定标准系列各浓度的峰高或峰面积。以测得的峰高或峰面积对相应的二硫化碳浓度(μg/mL)绘制标准曲线或计算回归方程,其相关系数应≥0.999。

4.5.3 样品测定: 用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液,测得的峰高或峰面积值由标准曲线或回归方程得样品溶液中二硫化碳的浓度(μg/mL)。若样品溶液中二硫化碳浓度超过测定范围,用苯稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(1)计算空气中二硫化碳的浓度。

$$C = \frac{5(C_1 + C_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——空气中二硫化碳的浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

5 ——样品溶液的体积,单位为毫升(mL);

C_1 、 C_2 ——测得的前后段样品溶液中二硫化碳的浓度(减去样品空白),单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——标准采样体积, 单位为升 (L);

D ——解吸效率, %。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 0.01 $\mu\text{g/mL}$, 定量下限为 0.033 $\mu\text{g/mL}$, 定量测定范围为 0.033 $\mu\text{g/mL}$ ~10 $\mu\text{g/mL}$; 以采集 3 L 空气样品计, 最低检出浓度为 0.02 mg/m^3 , 最低定量浓度为 0.06 mg/m^3 ; 相对标准偏差为 0.8%~4.8%, 平均采样效率为 94.4%, 穿透容量 (100 mg 活性炭) >2.6 mg, 平均解吸效率为 89%。每批活性炭管应测定解吸效率。

4.7.2 硫化氢和硫代乙酸不干扰测定。

4.7.3 本法也可采用等效的其他气相色谱柱测定。根据测定需要可以选用恒温测定或程序升温测定。

4.7.4 使用苯的操作要在通风柜内进行, 注意个人防护!

5 二硫化碳的溶剂解吸-二乙胺分光光度法

5.1 原理

空气中蒸气态二硫化碳用活性炭采集, 用苯解吸后, 二硫化碳与二乙胺和铜离子反应生成黄棕色二乙氨基二硫代甲酸铜, 用分光光度计在 435 nm 波长下测量吸光度, 进行定量。

5.2 仪器

5.2.1 活性炭管, 溶剂解吸型, 内装 100 mg/50 mg 活性炭。

5.2.2 空气采样器, 流量范围为 0 mL/min~500 mL/min。

5.2.3 溶剂解吸瓶, 5 mL。

5.2.4 具塞试管, 5 mL。

5.2.5 分光光度计, 具 1 cm 比色皿。

5.3 试剂

5.3.1 实验用水为蒸馏水, 试剂为分析纯。

5.3.2 乙醇, 95% (体积分数)。

5.3.3 硫酸铜乙醇溶液: 0.01 g 硫酸铜溶于 20 mL 水, 用乙醇稀释至 100 mL。

5.3.4 显色剂: 0.5 g 盐酸二乙胺溶于 20.0 mL 硫酸铜乙醇溶液和 0.4 mL 氨水 ($\rho_{25}=0.9 \text{ g/mL}$) 中, 用乙醇稀释至 100 mL。

5.3.5 标准溶液: 在 5 mL 容量瓶中, 加入约 2 mL 苯, 用气密式微量注射器准确加入一定量的二硫化碳, 加苯至刻度。由二硫化碳加入量计算此溶液的浓度, 为标准贮备液。置于冰箱内保存。临用前, 用苯稀释成 50.0 $\mu\text{g/mL}$ 二硫化碳标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 样品的采集、运输和保存

5.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

5.4.2 短时间采样: 在采样点, 用活性炭管以 200 mL/min 流量采集 15 min 空气样品。

5.4.3 长时间采样: 在采样点, 用活性炭管以 50 mL/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。

5.4.4 采样后, 立即封闭活性炭管的两端, 置清洁容器内运输和保存。样品在冰箱内可保存 7 d。

5.4.5 样品空白：在采样点，打开活性炭管两端，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。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理：将采过样的前后段活性炭分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加5.0 mL苯，解吸30 min，不时振摇。取0.5 mL样品溶液，置具塞试管中，加4.5 mL显色液，摇匀，供测定。

5.5.2 标准曲线的制备：取5支~8支具塞比色管，分别加入0.0 mL~0.50 mL二硫化碳标准溶液，加苯至0.50 mL，配成0.0 μg/mL~50.0 μg/mL浓度范围的二硫化碳标准系列。各加4.5 mL显色剂，摇匀，放置15 min。用分光光度计在435 nm波长下，分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的二硫化碳浓度(μg/mL)绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。

5.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中二硫化碳的浓度(μg/mL)。若样品溶液中二硫化碳的浓度超过测定范围，用苯稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

5.6 计算

5.6.1 按GBZ 159的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式(2)计算空气中二硫化碳的浓度。

$$C = \frac{5(C_1 + C_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C ——空气中二硫化碳的浓度，单位为毫克每立方米(mg/m^3)；

5 ——样品溶液的体积，单位为毫升(mL)；

C_1 、 C_2 ——测得的前后段样品溶液中二硫化碳的浓度(减去样品空白)，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V_0 ——标准采样体积，单位为升(L)；

D ——解吸效率，%。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度(C_{TWA})按GBZ 159规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法按照GBZ/T 210.4的方法和要求进行研制。本法的定量下限为0.4 μg/mL，定量测定范围为0.4 μg/mL~50 μg/mL；以采集3 L空气样品计，最低定量浓度为0.7 mg/m^3 ；相对标准偏差为1.5%~10%，平均采样效率为94.4%，穿透容量(100 mg活性炭)为2.6 mg，平均解吸效率为89%。每批活性炭管应测定解吸效率。

5.7.2 盐酸二乙胺与乙醇的质量很重要，标准系列的第一管应无色。

5.7.3 硫代乙酸有干扰，在活性炭管前接一个装乙酸铅棉花的玻璃管，可消除干扰。

5.7.4 使用苯的操作要在通风柜内进行，注意个人防护。