

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.79—2004

工作场所空气有毒物质测定 药物类化合物

Methods for determination of medicines
in the air of workplace

2004-05-21 发布

2004-12-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

为贯彻执行《工业企业设计卫生标准》(GBZ 1)和《工作场所有害因素职业接触限值》(GBZ 2),特制定本标准。本标准是为工作场所有害因素职业接触限值配套的监测方法,用于监测工作场所空气中药物类化合物[包括可的松(Cortisone)和炔诺孕酮(Norgestrel)等]的浓度。本标准是总结、归纳和改进了原有的标准方法后提出。这次修订将同类化合物的同种监测方法和不同种监测方法归并为一个标准方法,并增加了长时间采样和个体采样方法。

本标准从2004年12月1日起实施。同时代替GB 16250—1996附录A。

本标准首次发布于1996年,本次是第一次修订。

本标准由全国职业卫生标准委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位:天津市疾病预防控制中心、北京市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:米亚娴、刘黛莉、雍爱伦和孙炎等。

工作场所空气有毒物质测定

药物类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中药物类化合物浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中药物类化合物浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款,通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GBZ 159 工作场所空气中有毒物质监测的采样规范

3 可的松和炔诺孕酮的溶剂解吸—高效液相色谱法

3.1 原理

空气中气溶胶态的可的松和炔诺孕酮用微孔滤膜采集,甲醇洗脱后进样,经色谱柱分离,紫外检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

3.2 仪器

- 3.2.1 微孔滤膜,孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。
- 3.2.2 采样夹,滤料直径 40mm。
- 3.2.3 小型塑料采样夹,滤料直径 25mm。
- 3.2.4 空气采样器,流量 $0\sim 3\text{L}/\text{min}$ 。
- 3.2.5 具塞试管,5ml。
- 3.2.6 液体快速混合器。
- 3.2.7 微量注射器, $10\mu\text{l}$ 。
- 3.2.8 高效液相色谱仪,紫外光检测器。

仪器操作参考条件

色谱柱: $250\text{mm}\times 4.6\text{mm } 5\mu\text{m}, \text{C}_{18}$;

波长: 240nm ;

柱温: 55°C (用于可的松)或室温(用于炔诺孕酮);

流动相 1(用于可的松):甲醇:水=7:3;

流量: $1.0\text{ml}/\text{min}$;

流动相 2(用于炔诺孕酮): 0.967g 四丁基溴化铵溶于 750ml 甲醇中,加水至 1000ml ;

流量: $0.8\text{ml}/\text{min}$ 。

3.3 试剂

实验用水为重蒸馏水,试剂为优级纯。

3.3.1 无水甲醇。

3.3.2 标准溶液:准确称取 0.0050g 可的松(纯度为 99.90%)或 0.1000g 炔诺孕酮(纯度为 99.90%),溶于少量无水甲醇,定量转移入 10ml 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液为 $500\mu\text{g}/\text{ml}$ 可的松标准溶液或

10.0mg/ml 炔诺孕酮标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

3.4.1 短时间采样:在采样点,将装有微孔滤膜的采样夹,以 2L/min 流量(用于采集烟雾状态的可的松),以 10L/min 流量(用于采集粉尘状态的可的松或炔诺孕酮),采集 15min 空气样品。

3.4.2 长时间采样:在采样点,将装有微孔滤膜的小型塑料采样夹,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

3.4.3 个体采样:在采样点,将装有微孔滤膜的小型塑料采样夹佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

3.4.4 样品空白:将装有微孔滤膜的采样夹带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,将滤膜的接尘面朝里对折 2 次,置具塞试管内运输和保存。样品在室温下至少可保存 7d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:向装有滤膜的具塞试管中,加入 2.0ml 无水甲醇,浸泡 30min 后,于液体快速混合器上混旋 1min,洗脱液供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用无水甲醇稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:用无水甲醇稀释标准溶液成 0.0、10.0、30.0 和 50.0 $\mu\text{g/ml}$ 可的松标准系列,或 0.0、10.0、100 和 1 000 $\mu\text{g/ml}$ 炔诺孕酮标准系列。参照仪器操作条件,将高效液相色谱仪调节至最佳测定状态,进样 1.0 μl (用于可的松)或 20 μl (用于炔诺孕酮),分别测定标准系列;每个浓度重复测定 3 次,以测得的峰高或峰面积均值对可的松或炔诺孕酮浓度($\mu\text{g/ml}$)绘制标准曲线。

3.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白洗脱液,测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得可的松或炔诺孕酮的浓度($\mu\text{g/ml}$)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

$$V_0 = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——标准采样体积,L;

V ——采样体积,L;

t ——采样点的温度, $^{\circ}\text{C}$;

P ——采样点的大气压,kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中可的松或炔诺孕酮的浓度:

$$C = \frac{2c}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——空气中可的松或炔诺孕酮的浓度, mg/m^3 ;

c ——测得洗脱液中可的松或炔诺孕酮的浓度(减去样品空白), $\mu\text{g/ml}$;

2——洗脱液的体积,ml;

V_0 ——标准采样体积,L;

3.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限:可的松为 0.3 $\mu\text{g/ml}$,炔诺孕酮为 1.0 $\mu\text{g/ml}$;最低检出浓度:可的松烟雾为 0.02 mg/m^3 (以采集 30L 空气样品计),粉尘为 0.008 mg/m^3 (以采集 75L 空气样品计);炔诺孕酮为 0.027 mg/m^3 (以采集 75L 空气样品计)。测定范围:可的松为 0.3~50 $\mu\text{g/ml}$,炔诺孕酮为 1~1 000 $\mu\text{g/ml}$;

相对标准偏差为 2.1%~3.5%。

3.7.2 本法的平均采样效率:可的松为 97.6%,炔诺孕酮为 98.3%。平均洗脱效率:可的松为 94.0%,炔诺孕酮为 95%。
