

顶空 - 气相色谱法测定医用口罩和防护服中环氧乙烷和 2- 氯乙醇

GC-144

摘要： 本文使用岛津 HS-10 顶空进样器结合 GC-2010 Pro 气相色谱仪，建立了顶空 - 气相色谱法测定医用口罩和防护服中环氧乙烷和 2- 氯乙醇含量的方法。环氧乙烷和 2- 氯乙醇在配制标样浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数在 0.999 以上，仪器检出限分别为 0.012 和 0.13 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。以 6 针平行进样测试考察方法重复性，两个组分的峰面积 RSD 均小于 5.0%。本方法可应用于医用口罩、防护服等医用防护用品中环氧乙烷和 2- 氯乙醇含量的快速定量测定。

关键词： 气相色谱 顶空进样 环氧乙烷 2- 氯乙醇 医用口罩

环氧乙烷 (EO) 是一种良好的灭菌剂，具有低腐蚀性、无残留气味、高穿透性等特点，常用于医用口罩、医用防护服等医用防护用品的灭菌，但环氧乙烷同时是一种中枢神经抑制剂、刺激剂和致癌物质。2- 氯乙醇 (ECH) 是环氧乙烷灭菌过程中衍生的有机物，可通过皮肤、口服和胃肠外接触进入全身循环。越来越多的资料显示 2- 氯乙醇的毒性不亚于环氧乙烷。

GB/T 16886.7- 2015 《医疗器械生物学评价第七部分：环氧乙烷灭菌残留量》及 ISO 10993.7: 2008

(Biological evaluation of medical devices) 规定了经环氧乙烷灭菌的医疗器械中环氧乙烷和 2- 氯乙醇的最大允许残留量。GB/T 14233.1-2008 《医用输液、输血、注射器具检验方法 第 1 部分：化学分析方法》也规定采用浸提法（模拟使用浸提法或极限浸提法）进行前处理，然后使用气相色谱法进行定量分析。

本研究建立了顶空 - 气相色谱法分析方法测定医用口罩和防护服中的环氧乙烷和 2- 氯乙醇含量。

实验部分

1.1 仪器

HS-10 顶空自动进样器 (岛津公司)

GC-2010 Pro (搭载 FID 检测器)

1.2 分析条件

HS 参数

平衡温度：90°C

定量环温度：100°C

传输线温度：110°C

GC 参数

色谱柱：Rtx-1701 (60 m \times 0.32 mm \times 1.0 μm)

柱温程序：35°C (6 min)_25°C /min_135°C (5min)
_20°C /min_240°C (2 min)

进样口温度：150°C

载气控制方式：恒线速度

平衡时间：20min

进样时间：0.5min

样品瓶加压用气压：100 kPa

线速度：22.7 cm/sec

进样方式：分流进样 (分流比：5:1)

检测器：FID

检测器温度：260°C

1.3 样品前处理

样品前处理参考 GB/T 14233.1-2008 《医用输液、输血、注射器具检验方法 第 1 部分：化学分析方法》。取医用口罩和防护服 0.5 g (精确至 0.1 mg)，放入 20 mL 顶空瓶中，加入 5 mL 水，摇匀后压盖密封。

■ 结果讨论

2.1 标准品图谱

环氧乙烷和 2- 氯乙醇标准品色谱图如图 1，相关信息如表 1 所示。

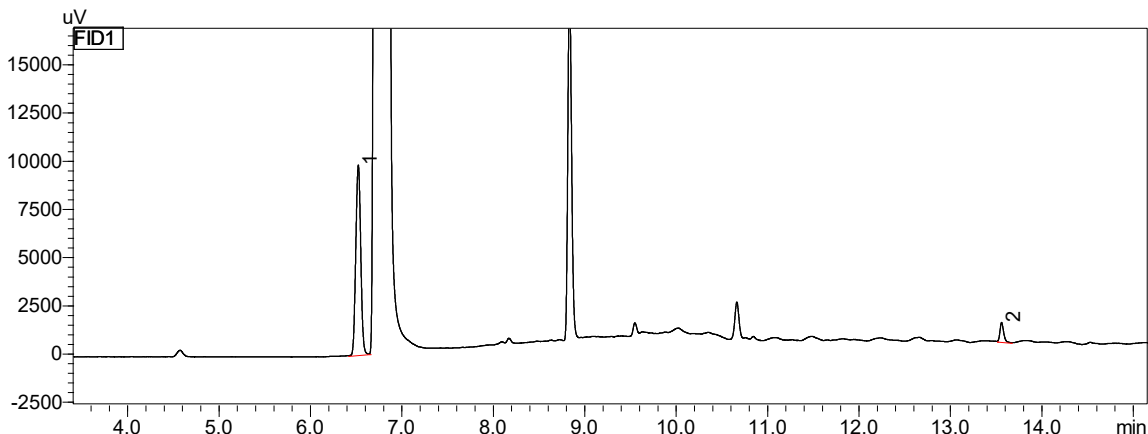


图 1 环氧乙烷和 2- 氯乙醇标准品 (绝对量分别为 12.5 和 25 μ g) 色谱图

表 1 组分保留时间、中英文名称和 CAS 号

No.	保留时间	组分名称	英文名称	CAS 号
1	6.521	环氧乙烷	ethylene oxide	75-21-8
2	13.555	2- 氯乙醇	2-chloroethanol	107-07-3

2.2 标准曲线与检出限

将环氧乙烷和 2- 氯乙醇配置成混标，以纯水为溶剂进行稀释，配制成不同浓度的标准溶液，取 5mL 溶液于 20 mL 顶空瓶中，压盖密封。顶空瓶中环氧乙烷绝对量分别为 0.20、0.50、1.0、2.5、5.0、12.5、25 和 62.5 μ g；2- 氯乙醇绝对量为 2.0、5.0、10、25、50 和 125 μ g。以绝对量 (μ g) 为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线 (图 2)。以 3 倍信噪比计算仪器检出限。线性相关系数和检出限见表 2。

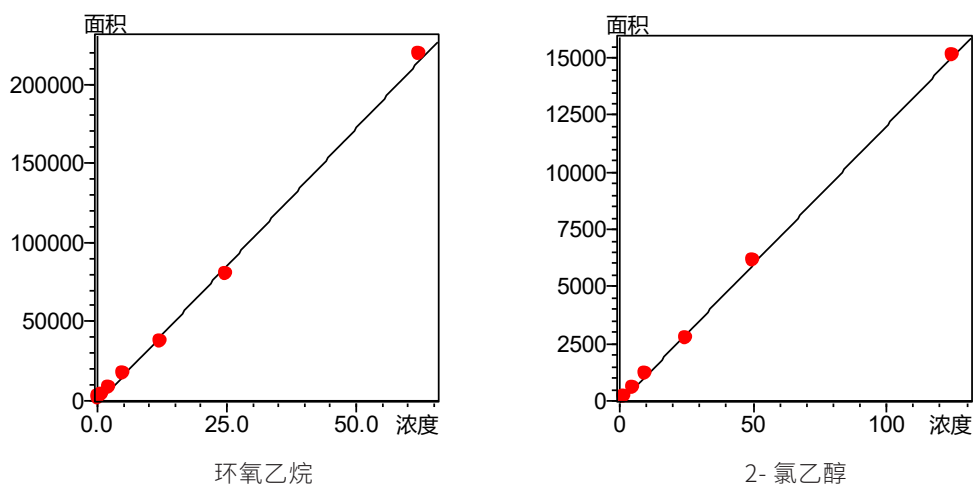


图 2 校准曲线

表 2 校准曲线相关系数和检出限 ($\mu\text{g/mL}$)

No.	化合物名称	相关系数	检测限
1	环氧乙烷	0.9991	0.012
2	2-氯乙醇	0.9994	0.13

2.3 重复性结果

取环氧乙烷和 2-氯乙醇浓度分别为 0.5 μg 和 10 μg 的标准溶液，重复进样 6 次，考察方法重复性，峰面积及 RSD% 见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

组分名称	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	面积 6	平均面积	RSD (%)
环氧乙烷	1704	1800	1816	1669	1644	1627	1710	4.70
2-氯乙醇	1600	1612	1495	1612	1603	1551	1578	2.98

2.4 样品测试

按照 1.3 步骤对市售两个不同品牌医用口罩和某品牌医用防护服进行处理，测试结果如表 4 所示。典型样品谱图如图 3 所示。

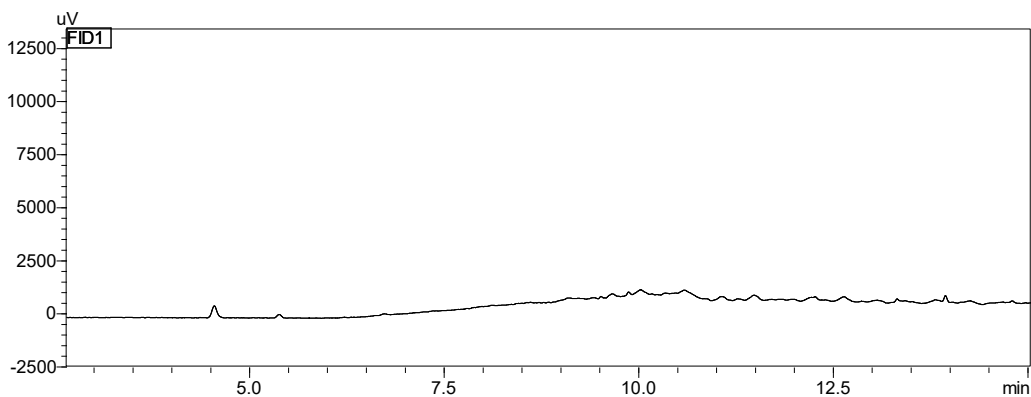


图 3 某品牌医用口罩样品色谱图

表 4 样品测试结果 ($\mu\text{g/g}$)

No.	组分名称	医用口罩 (白色)	医用口罩 (蓝色)	医用防护服
1	环氧乙烷	N.D	N.D	N.D
2	2-氯乙醇	N.D	N.D	N.D

注：N.D 表示未检出

■ 结论

使用岛津 HS-10 结合 GC-2010 Pro 建立了顶空 - 气相色谱法测定环氧乙烷和 2- 氯乙醇含量的方法。两个目标组分在配制浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数在 0.999 以上，仪器检出限分别为 0.012 和 0.13 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。以 6 针平行进样测试考察方法重复性，峰面积 RSD 在 5.0% 以内，方法重复性良好。本方法可应用于医用口罩、防护服等医用防护用品中环氧乙烷和 2- 氯乙醇的快速定量检测。

岛津应用云

