

# 顶空 - 气相色谱法测定医用输液器中环氧化乙烷残留量

GC-258

**摘要：**本文使用 Nexis GC-2030 结合 HS-10 顶空进样器建立了医用输液器中环氧化乙烷的定量分析方法。结果表明，在 0.5 ~ 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的浓度范围内，环氧化乙烷标准曲线的线性相关系数  $r$  为 0.9997，线性关系良好。样品加标溶液重复进样 6 次，测定值相对标准偏差为 2.58%，加标回收率在 92.8% ~ 99.4% 之间。该方法操作简单，结果准确，可用于医用输液器中环氧化乙烷残留量的测定。

**关键词：**气相色谱仪 医用输液器 环氧化乙烷

## 技术特点：

- ❖ 参考 GB14233.1-2008，使用 HS-GC 进行定量分析。
- ❖ 采用极限浸提法，以水为提取溶剂，提取方法简单、安全、易操作。

环氧化乙烷 (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，常用于医用输液、输血、注射器等医疗器械的灭菌，但环氧化乙烷同时是一种中枢神经抑制剂、刺激剂和致癌物质。

GB/T 16886.7- 2015《医疗器械生物学评价第七部分：环氧化乙烷灭菌残留量》及 ISO 10993.7: 2008 规定了经环氧化乙烷灭菌的医疗器械中环氧化乙烷最大允许残留量。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。

参照 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》，使用 Nexis GC-2030 结合 HS-10 顶空进样器建立了医用输液器中环氧化乙烷的定量分析方法。该方法灵敏度高、结果准确，满足并优于该标准的要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

顶空自动进样器：HS-10

气相色谱仪：Nexis GC-2030

### 1.2 顶空分析条件

恒温炉温度：60°C

样品流路温度：80°C

传输线温度：100°C

样品瓶恒温时间：40 min

样品瓶加压压力：50 kPa

进样量：1 mL

### 1.3 GC 分析条件

色谱柱：SH- 624, 30 m $\times$ 0.25 mm  $\times$ 1.4  $\mu\text{m}$

柱温程序：50°C (10 min) $_30^\circ\text{C}/\text{min}_200^\circ\text{C}$  (7 min)

进样口温度：200°C

进样方式：分流进样，分流比 10:1

进样量：1 mL

载气：氮气

色谱柱流量：1.5 mL/min

载气控制方式：恒线速度

检测器：FID

检测器温度：250°C

空气流量：200 mL/min

氢气流量：32 mL/min

## ■ 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》。取产品上与人体接触的 EO 相对残留含量最高的部件进行试验，截为 5 mm 长碎块 (或 10 mm<sup>2</sup> 片状物)，取 1.0 g 放入 20 mL 顶空瓶中，精密加入 5 mL 水，摇匀后压盖密封。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

环氧乙烷对照品溶液的 GC-FID 色谱图见图 1，环氧乙烷信息见表 1。

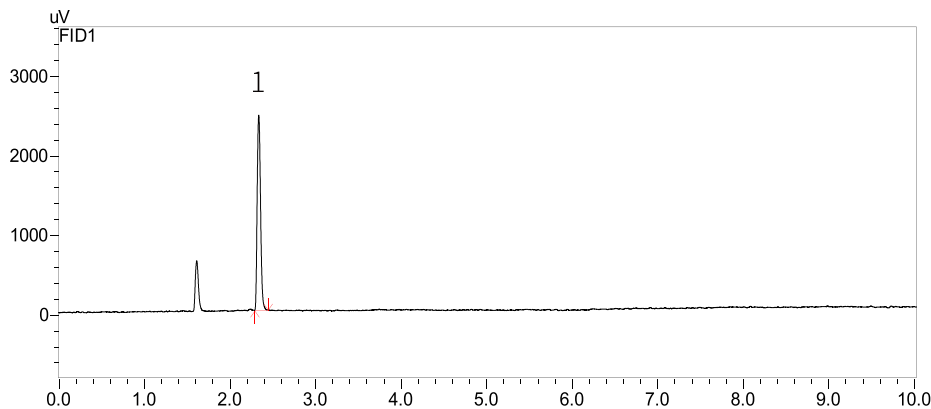


图 1 环氧乙烷对照品溶液的 GC-FID 色谱图 (5.0 µg/mL)

表 1 化合物信息表

| No. | 化合物名称 | 英文名称           | CAS 号   | 保留时间 (min) |
|-----|-------|----------------|---------|------------|
| 1   | 环氧乙烷  | Ethylene Oxide | 75-21-8 | 2.341      |

### 3.2 标准曲线和检出限

将环氧乙烷标准溶液，以纯水为溶剂进行稀释，配制成不同浓度的标准溶液，取 5 mL

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 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100 µg。以绝对量 (µg) 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。

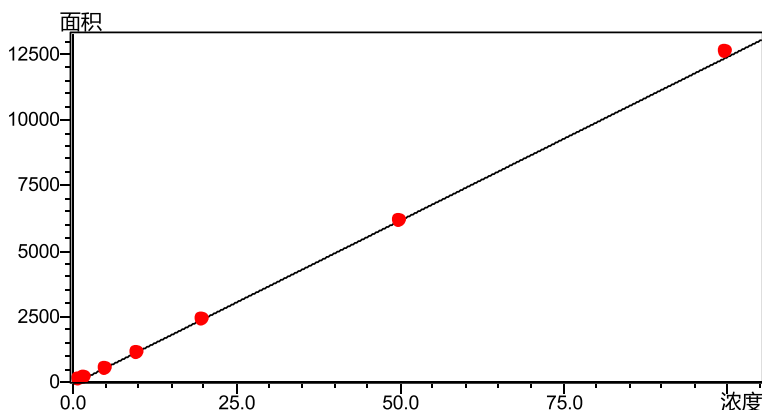


图 2 环氧乙烷标准曲线

表 2 环氧乙烷线性相关系数及仪器检出限

| No. | 化合物名称 | 相关系数 r | 检出限 (µg) |
|-----|-------|--------|----------|
| 1   | 环氧乙烷  | 0.9997 | 0.058    |

### 3.3 重复性及回收率

取 20 mL 顶空瓶 7 个, 取输液器上与人体接触的 EO 相对残留含量最高的部件进行试验, 截为 5 mm 长碎块 (或 10 mm<sup>2</sup> 片状物), 取 1.0 g 放入 20 mL 萃取容器中, 精密加入 5 mL 水, 摇匀后, 取一份压盖密封作为空白样品, 另 6 瓶中加入微量环氧乙烷标准溶液, 制备绝对量为 15 μg 环氧乙烷加标溶液 6 份, 连续测定, 考察重复性及回收率, 结果见表 3。

表 3 重复性及回收率结果

| No. | 化合物  | 加标量 (μg) |    | 加标样品检出量 (μg) |        |        |        |        |        |
|-----|------|----------|----|--------------|--------|--------|--------|--------|--------|
|     |      | 标准品      | 样品 | 加标 -1        | 加标 -2  | 加标 -3  | 加标 -4  | 加标 -5  | 加标 -6  |
| 1   | 环氧乙烷 | 15       | 0  | 14.087       | 13.935 | 14.329 | 13.918 | 14.907 | 14.211 |
|     |      | 重复性 RSD% |    | 2.58         |        |        |        |        |        |
|     |      | 回收率 %    |    | 93.9         | 92.9   | 95.5   | 92.8   | 99.4   | 94.7   |
|     |      | 平均回收率 %  |    | 94.9         |        |        |        |        |        |

### 3.4 样品测试结果

取某品牌供试输液器产品, 经样品前处理后, 上机分析。样品中未检出环氧乙烷, 测试样品色谱图见图 3。

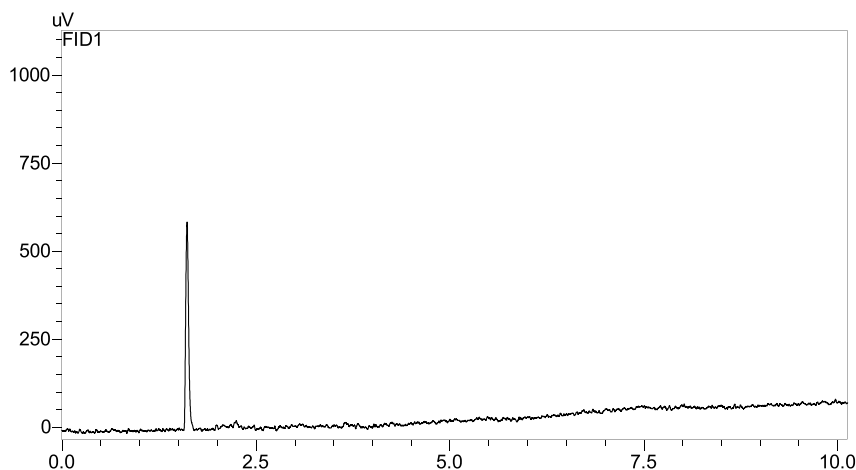


图 3 某品牌输液器产品 GC 色谱图

## ■ 结论

本文使用 Nexis GC-2030 结合 HS-10 建立了医用输液器中残留环氧乙烷的定量分析方法。实验结果表明, 在 0.5 ~ 100 μg 的检测范围内, 环氧乙烷标准曲线线性相关系数  $r$  为 0.9997, 线性关系良好。平行 6 份加标样品 (15 μg) 的检出量相对标准偏差 (RSD%) 为 2.58%, 精密度良好。加标回收率在 92.8% ~ 99.4% 之间, 准确度良好。该方法操作简单、结果准确, 满足 GB/T 14233.1-2008 要求, 可用于医用输液器中环氧乙烷残留量检测。

岛津应用云

