

方法特点

- ◆ 可以对 EOG 灭菌后残留的环氧乙烷 (EO)、氯乙醇 (ECH) 和乙二醇 (EG) 同时进行分析。
- ◆ 符合 JIS T 0993-7:2012 中 EO 及 ECH 气相色谱仪测定相关要求。

■ 前言

环氧乙烷气体 (EO) 灭菌是对医疗现场所用医疗器械等进行灭菌的一种方法。国际标准化组织的 ISO 10993-7:2008 和基于 ISO 制定的日本工业标准 JIS T 0993-7:2012 对 EOG 灭菌后医疗器械中残留的环氧乙烷 (EO) 浓度作了规定。

EO 灭菌后的残留物不仅包括 EO, 也包括在灭菌过程中产生的氯乙醇 (ECH) 和乙二醇 (EG) 等次级化合物, 所以在标准中对 EO 及 ECH 的允许限度值也作了要求。此外, 可使用模拟萃取和极限萃取两种方法萃取这些化合物, 极限萃取需要使用溶剂, 后续仪器分析可选择进行气相色谱法或顶空 - 气相色谱法。

本文参考 JIS T 0993-7:2012, 使用水作为萃取溶剂进行模拟萃取和极限萃取法, 利用 GC 同时分析 EO、ECH、EG 的结果。

■ 标准溶液的制备

标准储备液使用 100 µg/mL EO 溶液 (P/N: 1021-31309 (由 GL 科学公司制造) 及本节制备的 500 µg/mL ECH/EG 混合溶液。

使用 500 µg/mL 的 ECH/EG 混合溶液和超纯水制备标准溶液, 稀释至 1、5、10、25 µg/mL 的最终浓度, 并在冰箱中冷却。最后, 向各浓度的 ECH/EG 混合溶液中加入在冰箱中冷却的适量 100 µg/mL EO 溶液, 制备 4 种浓度的混合标准溶液 (1、5、10、25 µg/mL EO/ECH/EG 混合标准溶液)。

表 1 显示了标准样品的制备方法。

※ 由于 EO 易挥发, 因此配制 ECH/EG 混合溶液后, 再加入 EO 溶液制成最终溶液。此外, 为了减少稀释时的 EO 挥发, 使用 1.5 mL 小瓶进行了制备。制备样品时所使用的器具以及溶液预先进行冷却。

表 1 混合标准溶液制备方法

混合标准溶液浓度 (µg/mL)	500 µg/mL ECH/EG 混合溶液 (µL)	超纯水 (µL)	100 µg/mL EO 溶液 (µL)
1	3	1482	15
5	15	1410	75
10	30	1320	150
25	75	1050	375

■ 仪器配置和分析条件

参照 JIS T 0993-7:2012 创建分析条件, 使用气相色谱仪 Nexis GC-2030 进行测定。本试验的仪器配置以及分析条件如表 2 所示。

表 2 设备配置和分析条件

型号	: Nexis GC-2030 + AOC-20i Plus
检测器	: 氢火焰离子化检测器 FID-2030
色谱柱	: SH-Stabilwax™ (30 m × 0.53 mm 内径, d.f.= 1 µm)
柱温	: 60 °C (3 mins)_20 °C /min_200 °C (10 mins)
进样温度	: 250 °C
进样模式	: 分流
分流比	: 3:1
载气	: N ₂
载气控制器	: 恒线速度 (40 cm/sec)
检测器温度	: 250 °C
氢气流量	: 32 mL/min
尾吹气流量	: 24 mL/min (N ₂)
空气流量	: 200 mL/min
进样量	: 0.5 µL
注射器	: 弹性注射器, AOC (P/N: 221-49548) *1

*1 使用具有钛柱塞的弹性注射器 AOC 可以稳定地导入样品。

本实验中, 需在分流衬管 (P/N: 221-41444-84) 距离顶部 20 mm 的位置填充惰性石英棉 (P/N: 221-48600) 20 mg。石英棉用量多于平时, 并将石英棉的填充位置设在标准位置以上, 可以使峰形稳定并提高重复性。

■ 设备配置和分析条件

JIS T 0993-7:2012 中针对 EO 和 ECH 测定作了以下要求。

注: 本标准对医疗器械中 EG 测定未作要求。

- 与 EO 或 ECH 相邻的谱峰的分离度不低于 2.0。
- EO 及 ECH 谱峰, 拖尾因子应小于 1.8。
- 标准曲线的相对标准偏差 (RSD) 不得超过用于 EO 及 ECH 的标准范围的 5%。
- EO 及 ECH 峰面积的 %RSD 不得超过所用标准溶液范围的 5%。
- 标准曲线的相关系数需大于 0.95。

■ 标准样品的色谱图和标准曲线

本文使用 EO/ECH/EG 的混合标准溶液同时进行分析，并确认了 EO 及 ECH 是否满足上述要求。EG 参考了类似要求。

EO/ECH/EG 混合标准样品的色谱图如图 1 所示，EO、ECH、EG 的放大色谱图和标准曲线如图 2~4 所示，测定结果如表 3~5 所示。

从标准样品的测定结果来看，满足 EO 及 ECH 相关要求，得到的分析结果良好。

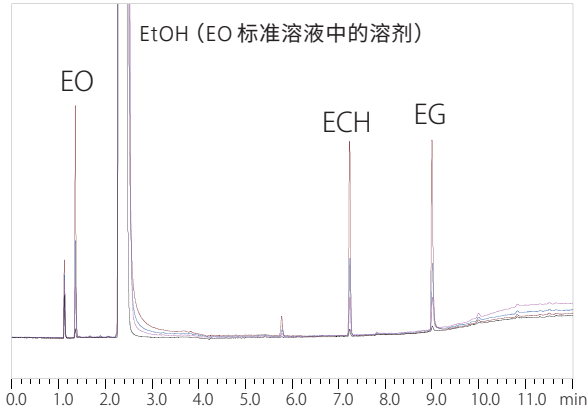


图 1 EO/ECH/EG 混合标准样品色谱图 (0~12 min)

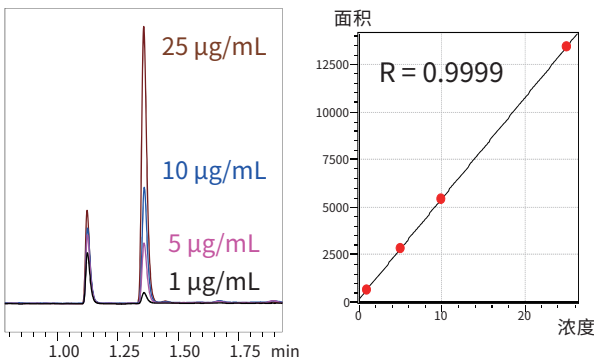


图 2 EO 放大色谱图和标准曲线

表 3 EO 测定结果 (n=6) *3

浓度 (µg/mL)	1	5	10	25
平均面积值	653	2833	5426	13401
面积值 %RSD	3.279	0.828	0.919	0.477
分离度	6.304	6.520	6.508	6.411
拖尾系数	1.471	1.369	1.357	1.385
检出限 (µg/mL) *2	0.106	0.113	0.122	0.122
定量限 (µg/mL) *2	0.355	0.377	0.407	0.407
S/N	27.9	136.8	245.7	642.5

*2 基于 S/N 比，检出限按照 S/N=3 计算，定量限则按照 S/N=10 计算。
*3 所述数值为参考值，并非保证值。

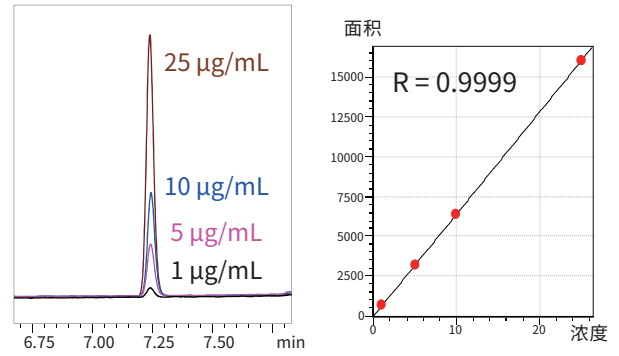


图 3 ECH 放大色谱图和标准曲线

表 4 ECH 的测定结果 (n=6) *3

浓度 (µg/mL)	1	5	10	25
平均面积值	632	3197	6384	16027
面积值 %RSD	1.390	0.723	0.644	0.341
分离度	65.77	23.34	23.18	23.21
拖尾因子	1.080	1.097	1.102	1.103
检出限 (µg/mL) *2	0.158	0.148	0.153	0.144
定量限 (µg/mL) *2	0.527	0.494	0.511	0.479
S/N	19.6	103.2	196.0	545.9

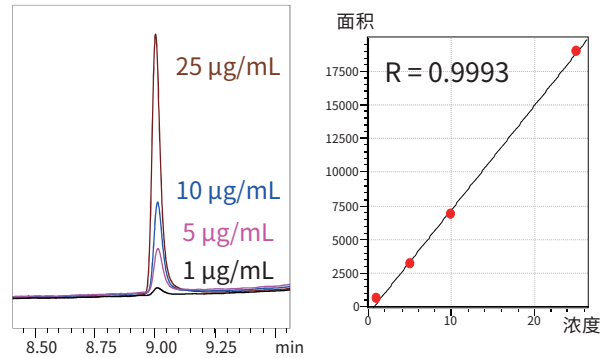


图 4 EG 放大色谱图和标准曲线

表 5 EG 的测定结果 (n=6) *3

浓度 (µg/mL)	1	5	10	25
平均面积值	578	3214	6884	19000
面积值 %RSD	5.814	1.176	1.463	1.125
分离度	21.73	27.86	28.36	29.03
拖尾系数	1.229	1.380	1.428	1.465
检出限 (µg/mL) *2	0.285	0.172	0.165	0.145
定量限 (µg/mL) *2	0.952	0.575	0.550	0.484
S/N	15.4	85.3	174.2	543.0

※EG 是一种高吸附性组分，很容易残留在注射器和进样口，故增加了使用溶剂洗针的次数，并在不同的样品之间进行空白分析。

■ 结论

参考 JIS T 0993-7:2012，使用气相色谱法对 EOG 灭菌后残留的 EO、ECH、EG 同时进行分析，获得了良好的分析结果。

岛津应用云



Nexis 是株式会社岛津制作所在日本及其他国家的商标。

Stabilwax 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的注册商标。



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2021年3月