

气相色谱法测定硅凝胶填充乳房植入物中的寡聚硅氧烷类物质含量

GC-223

摘要：本文参考《YY/T 1555.2-2018 硅凝胶填充乳房植入物专用要求 硅凝胶填充物性能要求 第2部分：可浸提物质限量要求》，采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 建立了硅凝胶填充乳房植入物中寡聚硅氧烷类物质测定方法。该方法用丙酮超声提取后过 0.45 μm 有机滤膜，经气相色谱仪分析。结果显示：在 1~50 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，标准曲线线性相关系数均大于 0.999，线性关系良好；浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液连续进样 6 次，峰面积相对标准偏差 (RSD%) 均小于 2.5%，重复性良好；在 5 mg/kg 和 10 mg/kg 加标水平下平行处理 3 次，其平均回收率在 95.4%~99.1% 之间。本方法可用于硅凝胶填充乳房植入物中寡聚硅氧烷类物质的测定。

关键词：气相色谱仪 硅凝胶填充乳房植入物 寡聚硅氧烷类物质

2007 年 4 月，国家食品药品监督管理局发布《关于硅橡胶充填式人工乳房产品注册有关问题的通知》

(国食药监械【2007】203 号)，要求所有已批准上市的硅橡胶充填式人工乳房产品的境内外生产企业立即开展对相关产品安全性、有效性的再评价工作，其中包括如下规定：内容物为硅凝胶的，应提供硅凝胶充填材料的检测报告，应包括小分子、低分子物质的限定。YY/T 1457-2016 针对人工乳房壳体和硅凝胶填充物的特点，给出了人工乳房硅橡胶壳体和硅凝胶填充物中寡聚硅氧烷类物质的定性和定量测定方法；

YY/T 1555.2-2018 《硅凝胶填充乳房植入物专用要求 硅凝胶填充物性能要求 第2部分：可浸提物质限量要求》中规定了八甲基环四硅氧烷及十甲基环五硅氧烷残留量应不超过 50 mg/kg。

根据 YY/T 1555.2-2018 规定的检测方法，本文利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 建立了硅凝胶填充物中两种寡聚硅氧烷类物质的测定方法。该方法用丙酮超声提取，过 0.45 μm 有机滤膜，经气相色谱仪分析。该方法具有良好的线性、重复性和回收率，可用于硅凝胶填充乳房植入物中寡聚硅氧烷类物质的检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rtx-5 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温程序：60 $^{\circ}\text{C}$ (3 min) $_10^{\circ}\text{C}/\text{min}_300^{\circ}\text{C}$ (3 min)

载气控制方式：恒线速度 (26.5 cm/s)

进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

FID 温度：300 $^{\circ}\text{C}$

1.3 样品前处理

准确称取硅凝胶样品 1.0 g，加入 5 mL 丙酮，密封。(37 \pm 2) $^{\circ}\text{C}$ 环境下超声提取 30 min，冷却至室温后经 0.45 μm 有机滤膜过滤，取 1 μL 进 GC 分析。

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

两种寡聚硅氧烷化合物混合标准溶液色谱图如图 1 所示，化合物信息见表 1。

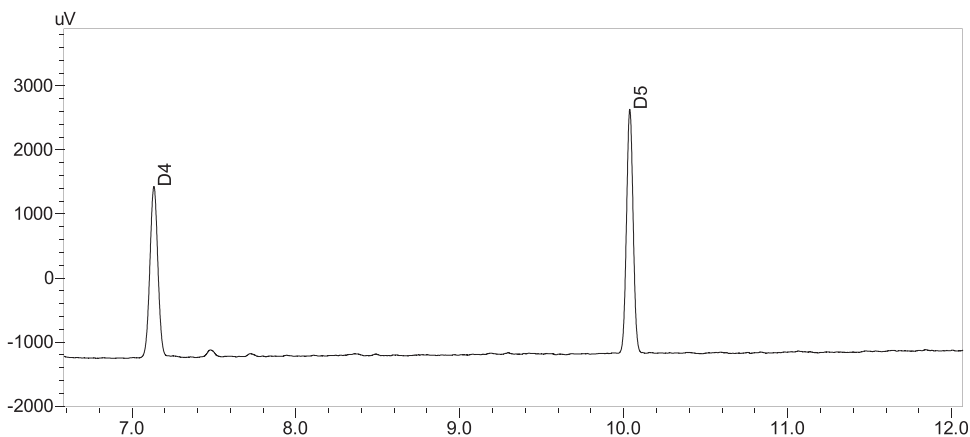
图 1 两种寡聚硅氧烷化合物色谱图 (1 $\mu\text{g/mL}$)

表 1 寡聚硅氧烷类化合物信息

No.	化合物名称	英文简称	保留时间 (min)	CAS 号
1	八甲基环四硅氧烷	D4	7.130	556-67-2
2	十甲基环五硅氧烷	D5	10.034	541-02-6

2.2 标准曲线

以丙酮为溶剂，配制浓度为 1、2、5、10、20 和 50 $\mu\text{g/mL}$ 六个浓度梯度的混合标准工作溶液，经 GC 分析。寡聚硅氧烷类化合物标准曲线如图 2 所示，相关系数、检出限等见表 2。

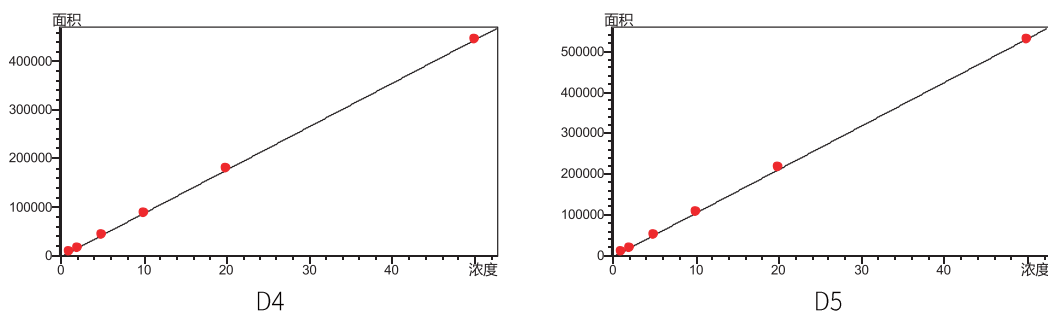


图 2 寡聚硅氧烷类物质标准曲线

2.3 重复性与检出限

取浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 的寡聚硅氧烷类物质标准溶液，连续进样 6 次，考察重复性，并计算仪器检测限 ($S/N=3$)，各组分峰面积 RSD 值及仪器检出限结果见表 2。

表 2 寡聚硅氧烷类化合物标准曲线信息、重复性及检测限结果

No.	化合物名称	相关系数	峰面积 RSD (%)	仪器检出限 ($\mu\text{g/mL}$)
1	D4	0.9997	2.5	0.088
2	D5	0.9996	2.4	0.061

2.4 回收率测试

按照 1.3 样品前处理过程进行硅凝胶加标测试，加标浓度为 5 mg/kg 和 10 mg/kg ，以上述前处理方法进行处理，平行 3 次，回收率结果见表 3。

表 3 回收率结果

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	
		5 mg/kg	10 mg/kg
1	D4	99.0	99.1
2	D5	95.4	96.3

2.5 实际样品测试结果

按照 1.3 样品前处理过程进行硅凝胶样本测试，色谱图见图 3，测定结果见表 4。

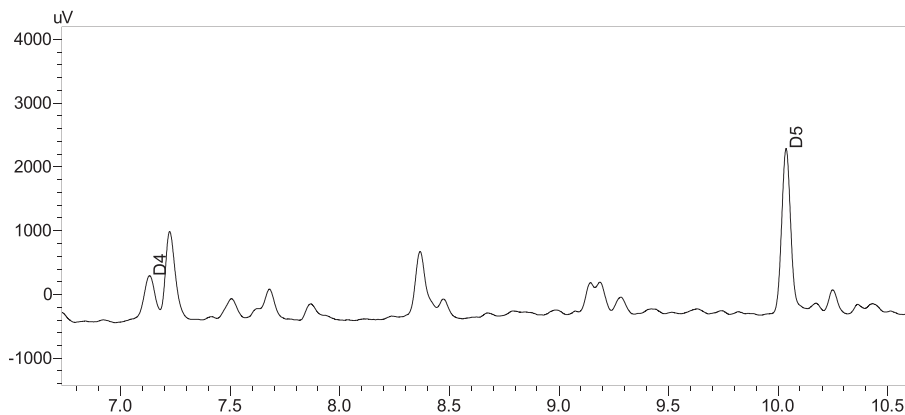


图 3 硅凝胶样品色谱图

表 4 样品测试结果

No.	化合物名称	浓度 (mg/kg)
1	D4	2.4
2	D5	4.4

■ 结论

本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪建立了硅凝胶填充乳房植入物中寡聚硅氧烷类物质的测定方法。在 1~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，标准曲线线性良好，相关系数均大于 0.999。取浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准品连续进样 6 次，峰面积相对标准偏差 (RSD%) 均小于 2.5%，重复性良好。在 5 mg/kg 和 10 mg/kg 加标水平下，寡聚硅氧烷类物质回收率在 95.4~99.1% 之间。该方法具有良好的线性、重复性和回收率，可用于硅凝胶填充乳房植入物中寡聚硅氧烷类物质的检测。

岛津应用云

