

顶空进样 GC 法测定医疗器械中残留的环氧乙烷（水萃取法）

01-00140-CN

岩佐 奈实

方法特点

- ◆ 参考 JIS T 0993-7:2012，建立了以水为溶剂的溶剂萃取顶空进样 GC 法测定医疗器械中残留的环氧乙烷 (EO) 含量的方法。
- ◆ 使用水作为萃取溶剂，可进行环保、安全和低成本的分析。

前言

医疗器械一般采用环氧乙烷气体 (EOG) 灭菌。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的 JIS T 0993-7:2012 规定了 EOG 灭菌后医疗器械中残留的环氧乙烷 (EO) 浓度。

标准中包含模拟萃取和极限萃取两种方法，极限萃取法使用溶剂萃取顶空进样 (HS) 气相色谱法。萃取溶剂需要根据样品及其使用目的来选择，但使用水作为萃取溶剂进行分析是一种很环保的分析方式，其越来越受到关注。

本文介绍参考 JIS T 0993-7:2012 的“K.4.4 基于乙醇的极限萃取以及乙醇萃取液的顶空进样气体分析”，以水作为萃取溶剂萃取残留 EO 的结果。

设备配置和分析条件

岛津顶空进样器 HS-20 连接气相色谱仪 Nexis GC-2030 进行测定。参考 JIS T 0993-7:2012 设定本试验的分析条件。GC 分析条件如表 1 所示，HS-20 分析条件如表 2 所示。

表 1 GC 分析条件

型号	: Nexis GC-2030
检测器	: 氢火焰离子化检测器
顶空进样器	: HS-20
色谱柱	: SH-Stabilwax™ (30 m × 0.53 mm 内径, d.f.= 2.00 μm)
柱温	: 40 °C (5 mins) _ 30 °C /min _ 200 °C (20 mins) 共 30.33 mins
进样模式	: 分流
分流比	: 20
载气控制方式	: 恒线速度
线速度	: 30 cm/sec (N ₂)
检测器温度	: 250°C
检测器气体	: H ₂ 32 mL/min, 空气 200mL/min
尾吹气	: N ₂ 24 mL/min
进样量	: 1 mL

表 2 HS-20 分析条件

平衡温度	: 70°C
样品流路温度	: 75°C
传输线温度	: 75°C
样品瓶容量	: 10 mL
样品瓶摇动水平	: 3
样品瓶平衡时间 *1	: 标准样品) 30 mins 实际样品) 180 mins
样品瓶加压时间	: 1min
样品瓶压力	: 100 kPa
进样时间	: 1 min
洗针时间	: 8 分钟

标准样品和实际样品的制备

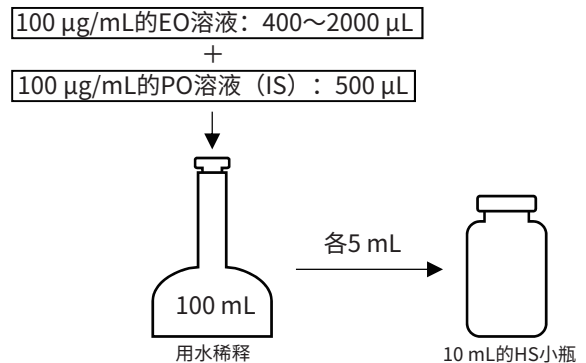
参考 JIS T 0993-7:2012，制备标准样品和实际样品。

制备 100 μg/mL 的 EO 溶液和 100 μg/mL 的环氧丙烷 (PO) 溶液 (内标物质)，用水将 100 μg/mL 的 EO 储备液分别稀释为 0.4 μg/mL、0.8 μg/mL、1.2 μg/mL、1.6 μg/mL、2.0 μg/mL 的 5 点校准溶液，且各校准溶液中内标物质 PO 的浓度为 0.5 μg/mL。将制备好的标准样品置于 10 mL 的顶空进样瓶中，每个瓶中装入 5 mL，密封。

在实际样品中，其中一例使用经 EOG 灭菌的胶布作为片状样品，另一例使用经 EOG 灭菌的抽吸导管作为管状样品。将 100 μg/mL 的 PO 溶液用水稀释至 0.5 μg/mL 作为萃取溶液。将片状样品 (胶布) 切成 10 mm 的正方形，将管状样品 (抽吸导管) 切成 5 mm 长的管段，将约 0.5g 放入 10 mL 顶空瓶中，并加入 5 mL 的 0.5 μg/mL PO 溶液，然后封装。

※ 为减少 EO 挥发，制备样品时所使用的器具 (例如容量瓶) 以及溶液预先进行了冷却。

<标准样品>



<实际样品>

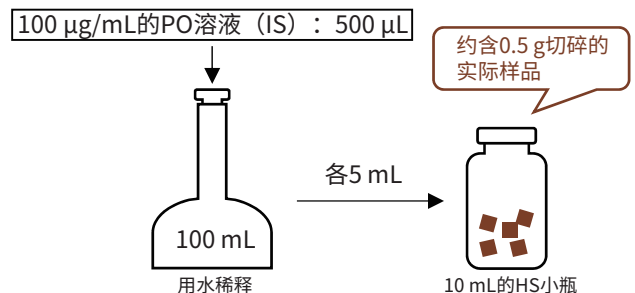


图 1 样品制备方法

标准样品色谱图和标准曲线

标准样品的色谱图如图 2 所示，标准曲线如图 3 所示，测定结果如表 3 所示。

JIS T 0993-7:2012 中针对测试系统作了以下要求：

- EO 与 PO 的分离度不小于 2.0。
- EO 色谱峰拖尾因子小于 1.8。
- 标准曲线相对标准偏差 (RSD) 不得超过所使用标准范围的 5%。
- EO 峰面积 RSD 不得超过所使用标准溶液范围的 5%。
- 标准曲线相关系数需大于 0.95

从标准溶液的测定结果来看，本实验满足上述 5 项要求。

※ 进行水萃取法时，需要评估 EO 转化为乙二醇 (EG) 或氯乙醇 (ECH) 的可能性，但本文中未进行评估。关于 EO、ECH、EG 的同时分析，请参考应用新闻 01-00139-JP。

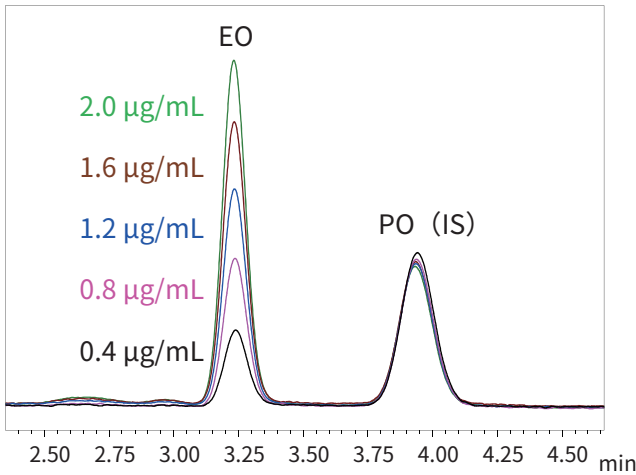


图 2 标准样品色谱图 (溶剂为水)

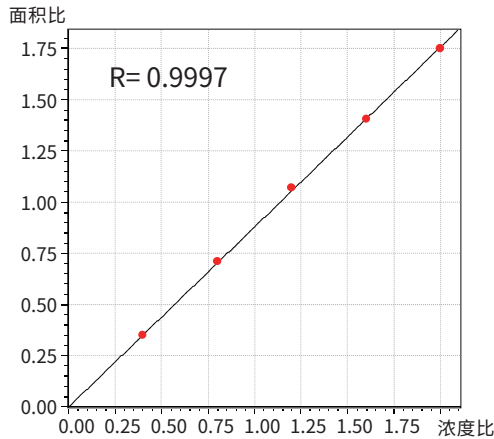


图 3 标准曲线 (溶剂为水)

表 3 标准样品的系统适用性 (n=6) *3

浓度 (µg/mL)	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0
平均面积值	3197	6178	9025	11803	14058
面积值 %RSD	3.341	0.965	0.950	0.474	4.683
平均面积比	0.359	0.717	1.079	1.402	1.735
面积比 %RSD	2.200	1.402	0.842	0.747	1.268
分离度	3.325	3.325	3.328	3.330	3.324
拖尾因子	1.095	1.072	1.063	1.060	1.058
检出限 (µg/mL) *2	0.030	0.030	0.031	0.030	0.033
定量限 (µg/mL) *2	0.099	0.100	0.105	0.100	0.110

*2 基于 S/N 比，检测限按照 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。

实际样品的色谱图和定量结果

实际样品胶布以及抽吸导管的色谱图如图 4 所示，EO 定量结果如表 4 所示。

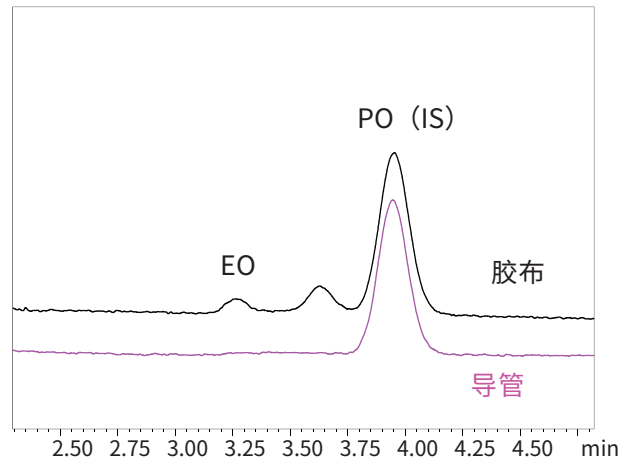


图 4 实际样品色谱图

表 4 0.5g 实际样品中的 EO 定量值 (µg) *3

	胶布	导管
数据 1	0.480	ND
数据 2	0.400	ND
数据 3	0.425	ND
平均	0.435	

结论

参考 JIS T 0993-7:2012，使用水作为萃取溶剂，采用顶空进样 GC 法对医疗器械中的残留环氧乙烷进行分析，得到了良好的分析结果。

GC-2030 + HS-20 系统完全满足 JIS T 0993-7:2012 的要求。关于乙醇的萃取结果，请参考应用新闻 No. G336。

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