

# GCMS 法测定无源外科植入物人工乳房中寡聚硅氧烷类物质含量

GCMS-423

**摘要：**本文参考《YY/T 1457-2016 无源外科植入物 硅凝胶填充乳房植入物寡聚硅氧烷类物质测定方法》，采用岛津气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了无源外科植入物人工乳房中寡聚硅氧烷类物质测定方法。该方法以丙酮超声提取，过 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜，经气相色谱质谱联用仪分析。在 1~50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，标准曲线相关系数均大于 0.999，线性良好。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 8.1%，重复性良好。本方法可用于无源外科植入物中寡聚硅氧烷类物质的测定。

**关键词：**气相色谱质谱联用仪 无源外科植入物人工乳房 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。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 建立了无源外科植入物中寡聚硅氧烷类物质的测定方法。方法以丙酮超声提取，过 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜，经气相色谱质谱联用仪分析。该方法准确、精密度高，可用于无源外科植入物中寡聚硅氧烷类物质的检测。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱质谱联用仪：GCMS-QP2020 NX

### 1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5 Sil ms, 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

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 (35.7 cm/s)

进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：分流进样

分流比：10:1

进样量：1  $\mu\text{L}$

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

采集方式：SIM, 化合物信息见表 1。

### 1.3 样品前处理

准确称取样品 1.0 g（其中硅橡胶壳体材料需剪成约 1  $\text{cm}^2$  小块），加入 5 mL 丙酮，密封。室温下，以 40 kHz 频率超声 30 min，经 0.45  $\mu\text{m}$  有机滤膜过滤，取 1  $\mu\text{L}$  GCMS 分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准色谱图

寡聚硅氧烷类化合物混合标准溶液色谱图如图 1 所示，质量色谱图见图 2，相关信息见表 1。

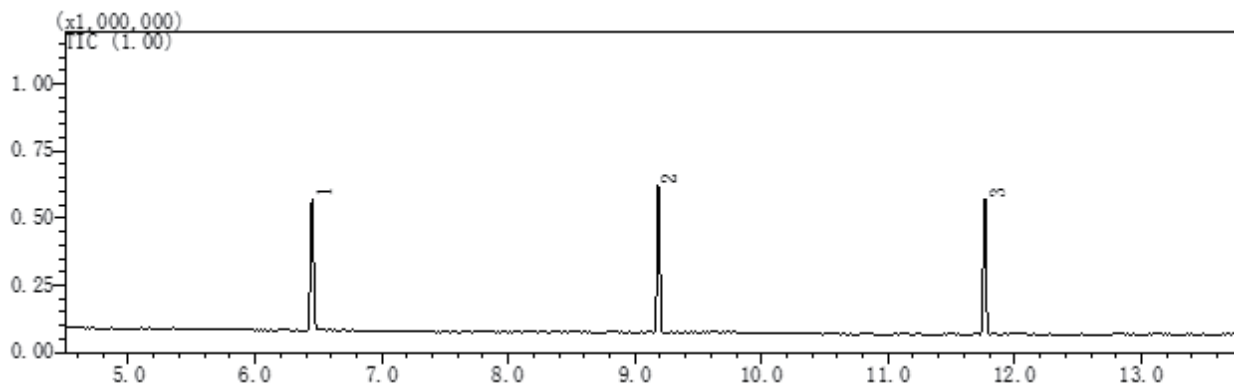


图 1 寡聚硅氧烷类化合物色谱图

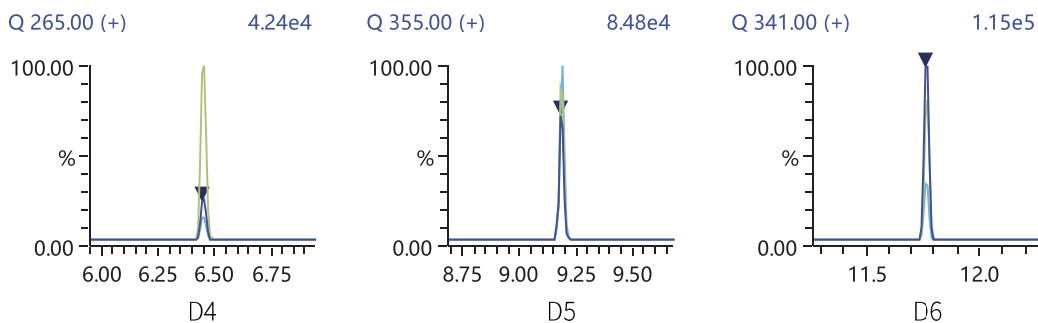


图 2 寡聚硅氧烷类物质质量色谱图

表 1 寡聚硅氧烷类化合物信息

No.	化合物名称	英文简称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	八甲基环四硅氧烷	D4	556-67-2	6.454	281	265, 349
2	十甲基环五硅氧烷	D5	541-02-6	9.189	355	267, 73
3	十二甲基环六硅氧烷	D6	540-97-6	11.765	341	73, 429

### 2.2 标准曲线

精密称取 D4、D5、D6 等寡聚硅氧烷类物质各 0.05 g，用丙酮定容至 50 mL；将该溶液用丙酮依次稀释，配置成浓度为 1、5、10、25 和 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  五个浓度梯度的混合标准工作溶液，经 GCMS 分析。得到寡聚硅氧烷类化合物标准曲线如图 2 所示，线性方程及相关系数见表 2。

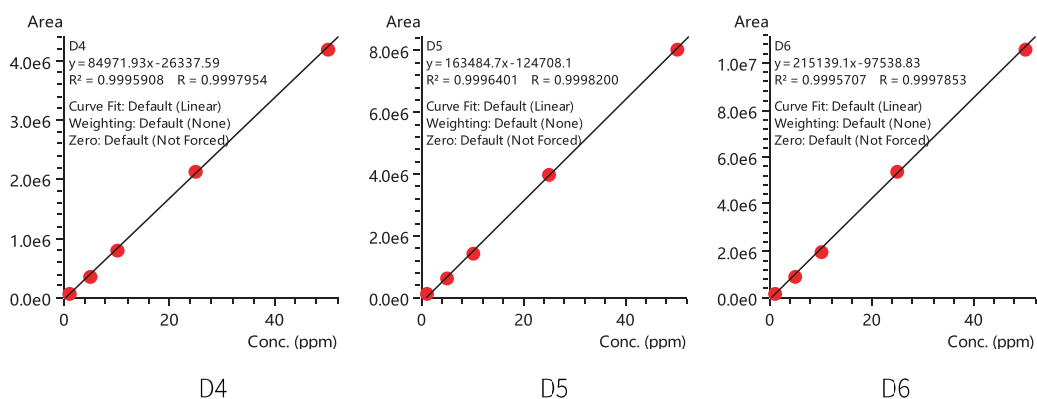


图3 寡聚硅氧烷类物质标准曲线

### 2.3 检测限及重复性

取浓度为 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的寡聚硅氧烷类物质标准溶液，连续进样 6 次，考察仪器重复性，并计算检测限 (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 (ng/mL)
1	D4	0.9997	6.0	4.82
2	D5	0.9998	8.0	2.27
3	D6	0.9997	8.1	2.02

### 2.4 回收率测试

按照 1.3 样品前处理过程进行硅橡胶壳体、硅凝胶加标测试，加标浓度为 5  $\text{mg}/\text{kg}$ ，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 (%)	
		壳体	硅凝胶
1	D4	90.4	67.7
2	D5	83.0	62.7
3	D6	103	98.8

### 2.5 实际样品测试结果

按照 1.3 样品前处理过程进行壳体、硅凝胶两份样本测试，色谱图见图 4、图 5。测定结果见表 4。

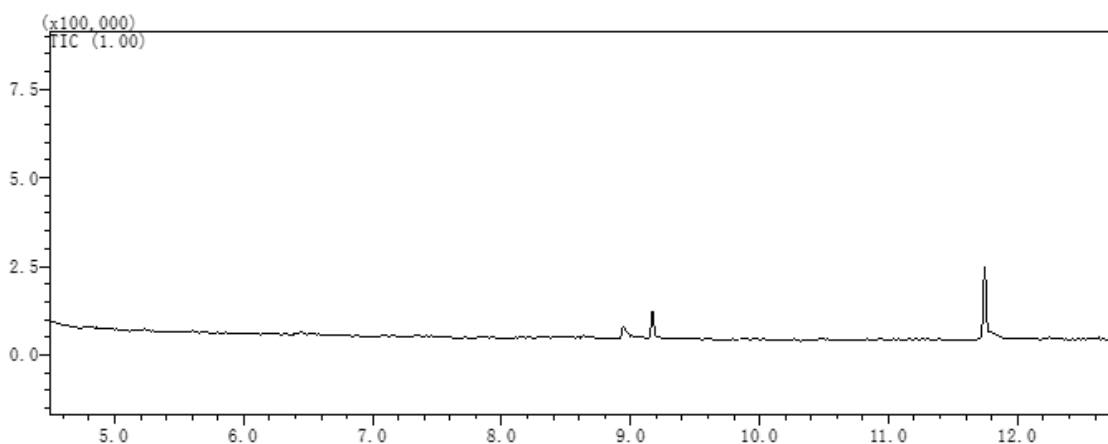


图 4 壳体样品色谱图

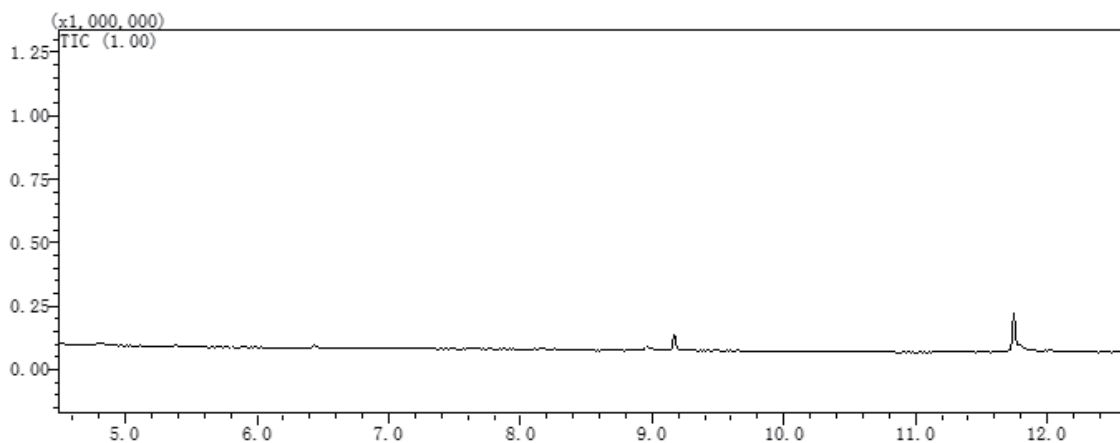


图 5 硅凝胶样品色谱图

表 4 样品结果

No.	化合物名称	样品测试结果 (mg/kg)	
		壳体	硅凝胶
1	D4	1.60	1.65
2	D5	4.35	4.25
3	D6	3.95	3.60

## ■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪建立了测定无源外科植入物中寡聚硅氧烷类物质的方法。在 1~50  $\mu\text{g/mL}$  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  $\mu\text{g/mL}$  标准品连续进样 6 次, 峰面积相对标准偏差 (RSD%) 均小于 8.1%, 重复性良好。在 5 mg/kg 加标水平下, 寡聚硅氧烷类物质回收率在 62.7~103% 之间。本方法准确, 精密度高, 适用于无源外科植入物中寡聚硅氧烷类物质的测定。

岛津应用云

