

医疗器械中环氧乙烷 残留量的检测

GB/T 16886.7-2015: part 7

前言

在抗击新型冠状病毒疫情的这场战争中，国家面临着巨大的口罩紧缺的缺口，为了解决这一问题。中国作为全球的制造大国，正在进行史无前例的大规模口罩扩产，据统计，自2020年1月1日至2月7日，中国超过3000家企业的经营范围新增了“口罩、防护服、消毒液、测温仪、医疗器械”等业务（数据来源中新网）。

而环氧乙烷作为一种广谱的灭菌剂，灭菌效果好、性质活泼、穿透力强，广泛地应用于医疗防护设备的生产中。但是由于环氧乙烷有毒致癌的原因，在使用其进行灭菌的环节中，必须进行环氧乙烷残留量的检测，以确保不会对人体造成伤害。

Abstract

本方案使用赛里安456C气相色谱仪配备顶空自动进样器建立了医疗器械中环氧乙烷残留量测定的分析方法，该方法操作简便、分析速度快，并具有良好的准确度和重现性，完全满足国家标准响应的检测要求，可用于口罩、纱布等医疗防护设备的检测。

参考《GB/T 16886.7-2015医疗器械生物学评价第七部分：环氧乙烷灭菌残留量》标准的要求，本方案使用赛里安456C气相色谱仪配备Tekmar HT3顶空自动进样器建立分析方法，对环氧乙烷进行检测，该方法操作简便，分析速度快，可用于口罩、纱布等医疗防护设备的检测。



实验条件

使用赛里安456C气相色谱仪配置Tekmar HT3顶空自动进样器进行实验。工作站为CompassCDS。

样品处理

标准溶液配制：在容量瓶内预先加入一定量超纯水，分别量取适量的标准品溶液(5000 μ g/mL)，并用超纯水定容混匀。标准溶液浓度分别为2.0 μ g/mL、5.0 μ g/mL、10.0 μ g/mL、20.0 μ g/mL、50.00 μ g/mL，待上机测试。

样品制备：将口罩样品截为5mm左右碎块后，称取1.0g放入20mL顶空瓶中，精密加入5mL水，密封。待上机测试。

气相色谱条件

色谱柱	SCION-Waxms 30m*0.32mm*0.25 μ m
进样口温度	200 °C
载气	N ₂
载气流速	2.5 mL/min
分流比	分流/不分流
进样量	1 μ L
检测器	FID 200°C
升温程序	初始50 °C，保持1.0min； 以10°C/min的速率升至150 °C，保持2min；

顶空条件

平衡温度	60°C
定量环温度	80°C
传输线温度	85°C
平衡时间	1h
震荡时间	5min
定量环loop时间	0.1min
定量环loop压力	7psi

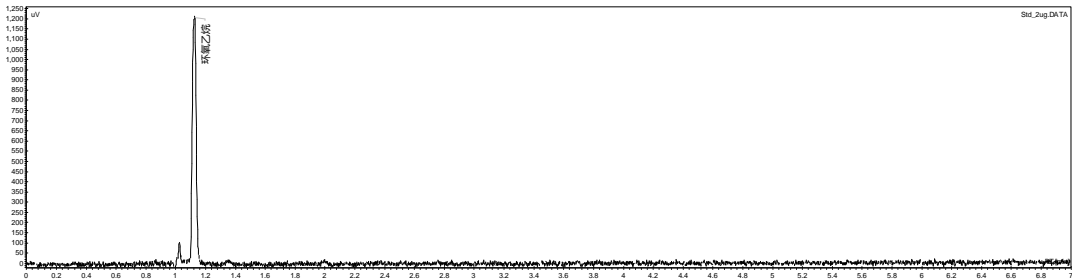


图1. 上样2μg环氧乙烷得到的色谱图

实验条件

参照上述仪器条件，移取1mL标准溶液添加到20mL顶空瓶中后，再加入4mL超纯水后立即压盖密封。得到含有2.0μg、5.0μg、10.0μg、20.0μg、50.00μg环氧乙烷的标准溶液。从低到高浓度依次进样，2μg得到色谱图如图1所示。其中进样2μg环氧乙烷信噪比为31.89。

线性和重复性结果

根据标准溶液结果，拟合工作曲线如图2所示，回归系数R²为0.9998，线性良好。选取低中高三个不同浓度水平连续进样6次，考察方法的重复性，RSD值均在3%以下。

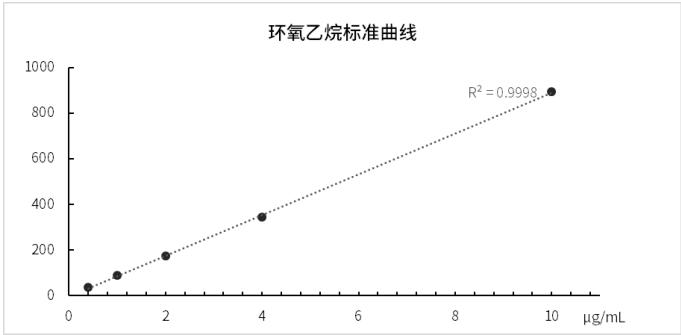
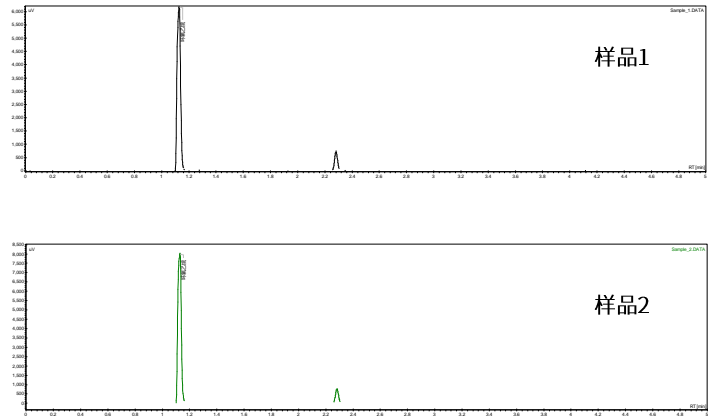


图2. 环氧乙烷线性拟合结果

EO浓度(μg/mL)	峰面积RSD(%)
0.4	2.7
2	2.4
10	1.8

样品测试结果

制备样品2个，其中样品1称重为0.958g，样品2称重为1.079g。进样后谱图如图3所示，样品1中环氧乙烷含量为10.64μg，样品2为13.80μg。计算结果平均值为：11.95μg/g



实验结论

综上可以看出，该方法快速、准确、重现性好。且仪器运行稳定、灵敏度高，完全满足国家标准相应的检测要求，可供参考。



天美集团总部

香港九龙葵涌青山道552-566号美达中心6楼
t 00852-27519488
e techcomp@techcomp.com.hk

北京分公司

北京市朝阳区红军营南路天畅园7号楼1、3层(100107)
t 010-64010651
e TIL_CH@techcomp.cn

天美仪拓实验室设备(上海)有限公司

上海市松江新桥民益路201号16幢(201612)
t 021-67687200
e TIL_CH@techcomp.cn

广州分公司

广州市天河区体育西路109号高盛大厦16C(510620)
t 020-38899384
e TIL_CH@techcomp.cn

上海分公司

上海市徐汇区桂平路333号5号楼6楼(200233)
t 021-64870138
e TIL_CH@techcomp.cn

400-810-7898

www.techcomp.cn

www.techcomp.com.hk



天美集团官方网站



天美集团官方微信