

GC Smart 结合 HS-10 法测定医用纱布 中环氧乙烷残留

GC-106

摘要：本文利用岛津公司 HS-10 顶空自动进样器，结合 GC Smart 气相色谱仪，建立了医用纱布中环氧乙烷残留的测定方法。在 0.2~10 μ g 标准曲线浓度范围内线性关系良好，相关系数 R 为 0.9991，峰面积重现性良好，0.4 μ g 标准样品连续测定 6 次，RSD 为 2.64%。在 0.4 μ g/g 加标水平下样品平均加标回收率为 89.4%。该方法可用于医用纱布中环氧乙烷残留的快速定性定量测定。

关键词：HS-10 GC Smart 医用纱布 环氧乙烷残留

医疗器械大多采用环氧乙烷(EO)灭菌，环氧乙烷是一种气态广谱杀菌剂，可以杀灭各种微生物，然而过量的环氧乙烷对人体毒害较大，不仅会引起急性中毒，还具有致过敏、致突变和致癌作用。因此需要控制医疗器械中环氧乙烷的残留量。

国家标准《医疗器械生物学评价第七部分：环氧乙烷灭菌残留量》(GB/T16886.7-2015) 及 国际 标准 ISO 10993.7-2016 (Biological evaluation of medical devices) 规定了医疗器械中环氧乙烷的最大允许残留量。对于持久接触器械，环氧乙烷对患者的平均日剂量不应超过0.1mg，对于长期接触器械，平均日剂量不应超过2mg，对于短期接触器械，平均日剂量不应超过4mg。

国家标准GB/T16886.7-2015中推荐的测定方法为顶空进样。顶空进样法采用气体进样，操作简单，且分析速度快。本文建立了一种顶空进样测定医用纱布中环氧乙烷残留含量的应用方法，该方法灵敏度高、适用性强，可用于医用纱布中环氧乙烷残留的快速定性

定量测定。

实验部分

1.1 仪器

HS-10 顶空自动进样器 (岛津公司)

GC Smart 气相色谱仪

1.2 分析条件

HS-10条件：

平衡温度：70℃

定量环温度：100℃

传输线温度：110℃

平衡时间：30min

进样时间：0.5min

GC条件：

色谱柱：SH-Rxi-624Sil MS,

60m $\times$ 0.32mm $\times$ 1.8 μ m

进样口温度：220℃

柱温程序：40℃ (3min) _5℃/min_ 85℃
_30℃/min_200℃ (2min)

进样方式：分流，分流比：10:1

FID 检测器温度：250℃

1.3 样品前处理

精密称取 1g 样品至顶空瓶中，密封待测。

结果讨论

2.1 标准谱图

环氧乙烷标准样品色谱图如图 1 所示。

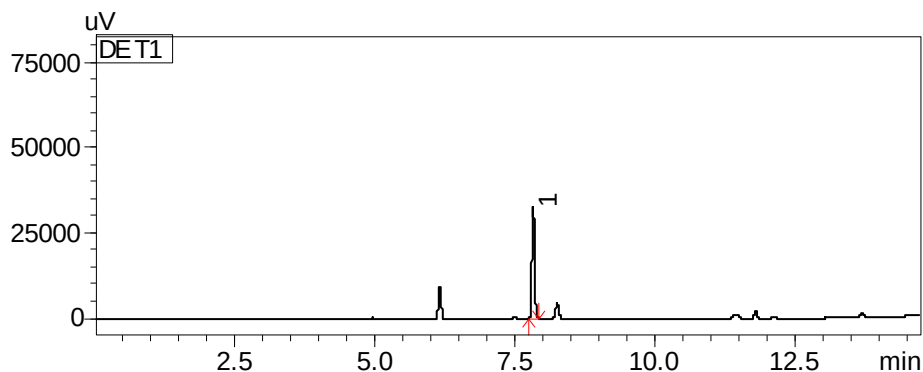


图 1. 环氧乙烷标准样品色谱图 (10µg)

表 1. 组分保留时间、中英文名称和 CAS 号

No.	保留时间	化合物名称	英文名称	CAS 号
1	7.929	环氧乙烷	Ethylene oxide	75-21-8

注：通过 GCMS 确认 1 号峰为环氧乙烷，其它色谱峰为环氧乙烷标准品中的杂质。

2.2 标准曲线

使用异辛烷配制环氧乙烷标准溶液系列，取不同浓度环氧乙烷标准溶液 10µL，快速加入到 20mL 顶空瓶中，得到浓度绝对量分别为 0.2、0.4、1.0、2.0、5.0、10.0µg 的标准样品系列，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线。标准曲线如下所示，线性相关系数为 0.9991。

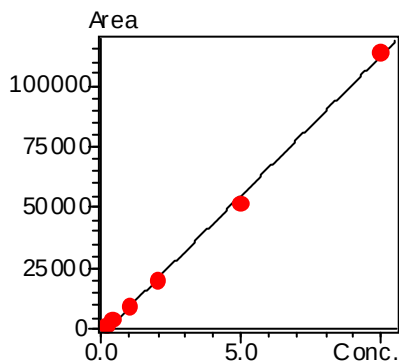


图 2. 环氧乙烷的标准曲线

2.3 检出限及重现性

根据 0.2 μ g 标准样品数据，计算方法检出限（3 倍噪声计算），检出限为 0.1 μ g/g。0.4 μ g 标准样品重复进样 6 次，峰面积重现性良好，相对标准偏差 RSD（%）为 2.64%（见表 2）。GC-106

表 2. 峰面积重现性 (n=6)

No.	化合物名称	1	2	3	4	5	6	RSD (%)
1	环氧乙烷	3447	3409	3568	3624	3565	3638	2.64

2.4 回收率

将环氧乙烷标准溶液添加到样品中（市售医用纱布），按照样品前处理方法制备，平行制样 3 次，样品中加标浓度分别为 0.4 μ g/g。回收率结果见表 3。

表 3. 样品测试结果及加标回收率

No.	化合物名称	样品检测结果 (μ g/g)	回收率 (%)			平均值 (%)	RSD (%)
			1	2	3		
1	环氧乙烷	N.D	93.0	85.8	89.5	89.4	3.62

结论

岛津公司 HS-10 顶空进样器采用高精度流量控制技术和均一稳定的恒温室控温技术，确保了峰面积良好的重复性，GC Smart 气相色谱仪搭载了 AFM 技术，手动调节也可以精准设定流量和分流比。两者通过 LabSolutions LE 工作站软件实现全自动化分析。本方法操作简单，重复性好，在 0.4 μ g/g 加标水平下样品平均加标回收率为 89.4%，适用于医用纱布中的环氧乙烷残留定性定量检测。