

# 医疗器械环氧乙烷残留量检测

## ——顶空/气相色谱法

此方法适用于医疗用品的灭菌过程中，纱布类、塑料类等医疗器械用品中的环氧乙烷残留量的检测。参考标准 GB/T 14233.1-2008 《医用输液、输血、注射器具检验方法 第 1 部分：化学分析方法》及 GB/T 16886.7-2015 《医疗器械生物学评价 第 7 部分：环氧乙烷灭菌残留量》。

### 1、方法原理

医疗用品中环氧乙烷残留量的检测方法是用顶空进样器进样后毛细管柱分离，氢火焰检测器检测其含量。利用被测样品（气-液和气-固）加热平衡后，取其挥发气体部分进入气相色谱仪。该方法操作简单，效果好，效率高，是医疗器械的灭菌质量控制必备的检测方案。

### 1、主要仪器配置

1) GC128 / GC112A 气相色谱仪

——带毛细柱进样口，FID 检测器

2) 自动/半自动顶空进样器

3) 毛细管色谱柱：

极性或中等极性色谱柱 PEG-20M

或者 DB-624 30m\*0.32mm

4) SF3000 色谱工作站软件



### 3、实验方法

#### 3.1 样品处理方法

取医疗器械产品与人体直接接触部位，剪为 5mm 的长碎条，准确称取 1.0g（精确至 0.001g）置于 20mL 顶空瓶中，加入 5mL 去离子水，密封，60℃平衡 40min。取其上层气体分析。

#### 3.2 环氧乙烷标准曲线绘制

从标准物质中心购得浓度为 50000mg/L 的环氧乙烷/甲醇标准溶液。准确移取 100μL 环氧乙烷/甲醇标准溶液于 200mL 容量瓶中，去离子水定容至刻度，摇匀后待用，环氧乙烷标准储备液浓度为 25μg/mL。

根据国家标准，取不同体积环氧乙烷标准储备液，配置浓度为 1-10 $\mu$ g/mL 的五个不同浓度点的标准工作液。准确移取 5mL 于 20mL 顶空瓶中，密封，恒温 60 $^{\circ}$ C 平衡 40min。取其上层气体进样，气相色谱仪分析后，以环氧乙烷浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制环氧乙烷工作曲线。

### 3.3 方法重复性

准确移取环氧乙烷标准储备液 10mL 于 50mL 容量瓶中，去离子水定容至刻度，摇晃均匀后，得到浓度为 5 $\mu$ g/mL 的环氧乙烷标准工作液。取若干 20mL 顶空瓶，准确移取 5 $\mu$ g/mL 的环氧乙烷工作液 5mL，密封后 60 $^{\circ}$ C 平衡 40min。取 1mL 上层气体分析，峰面积计算相对标准偏差（RSD）。

## 4、实验谱图

### 4.1 1mL(顶空) 7.5ppm EO 环氧乙烷标准工作液直接进样

毛细柱：DB-624 30m\*0.32mm\*1.8 $\mu$ m

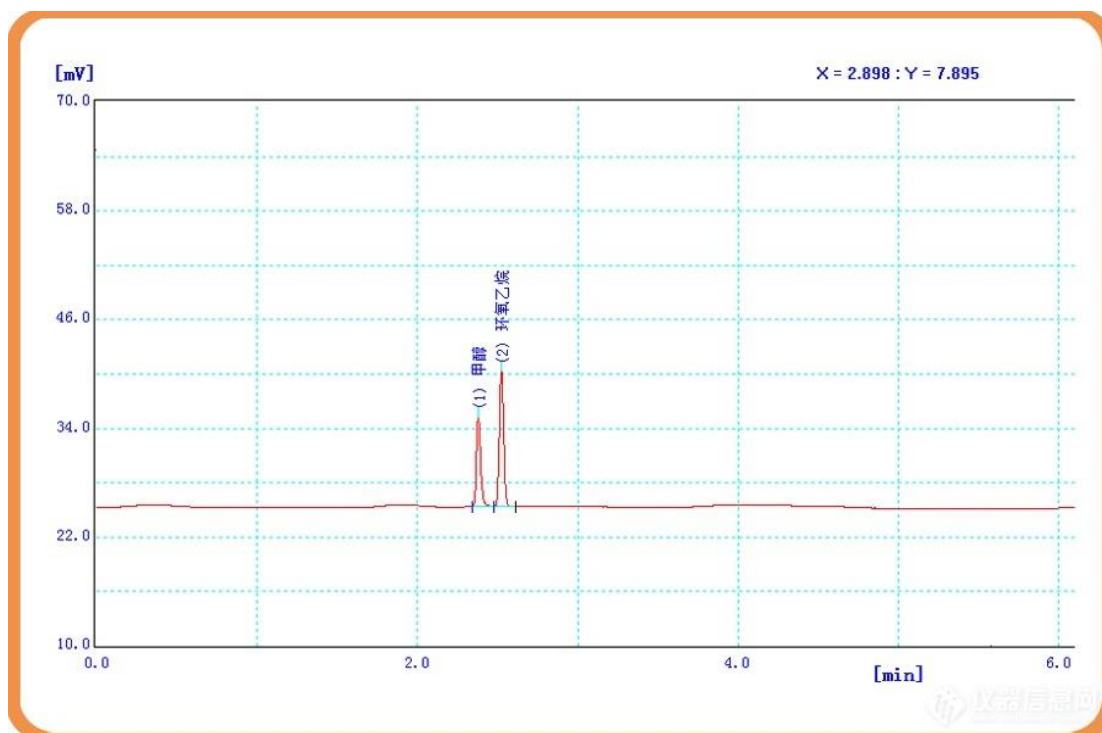
柱箱：恒温 60 $^{\circ}$ C

进样器：250 $^{\circ}$ C

检测器：FID, 250 $^{\circ}$ C

柱前压：0.04MPa

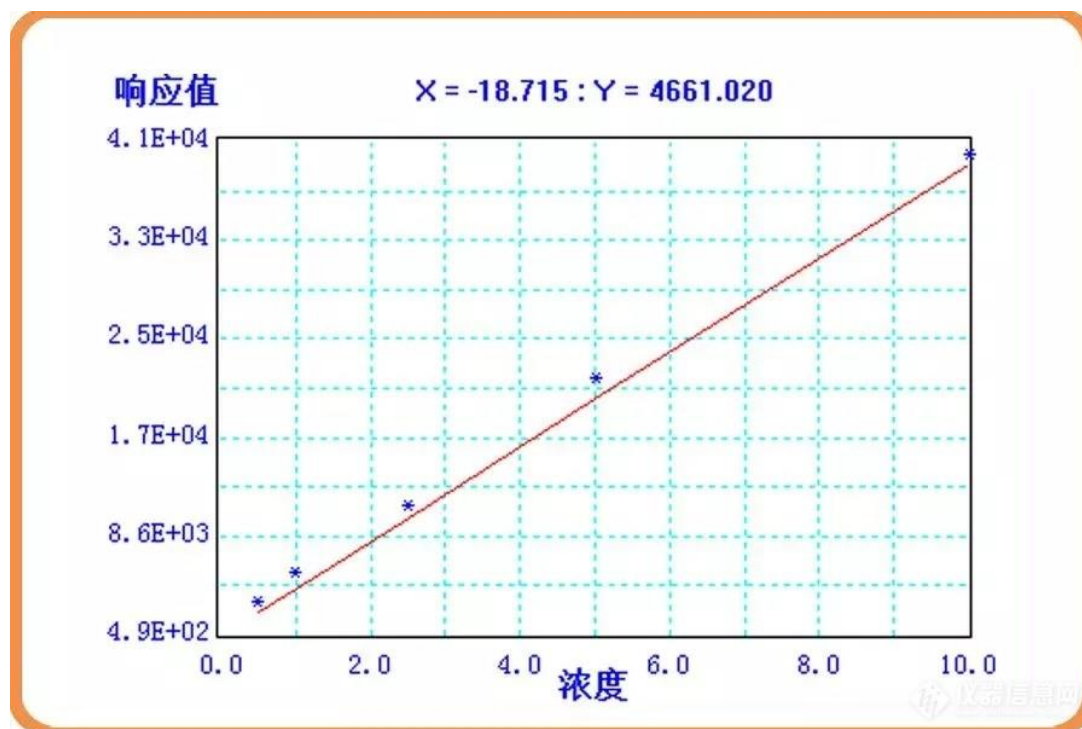
分流比：20:1



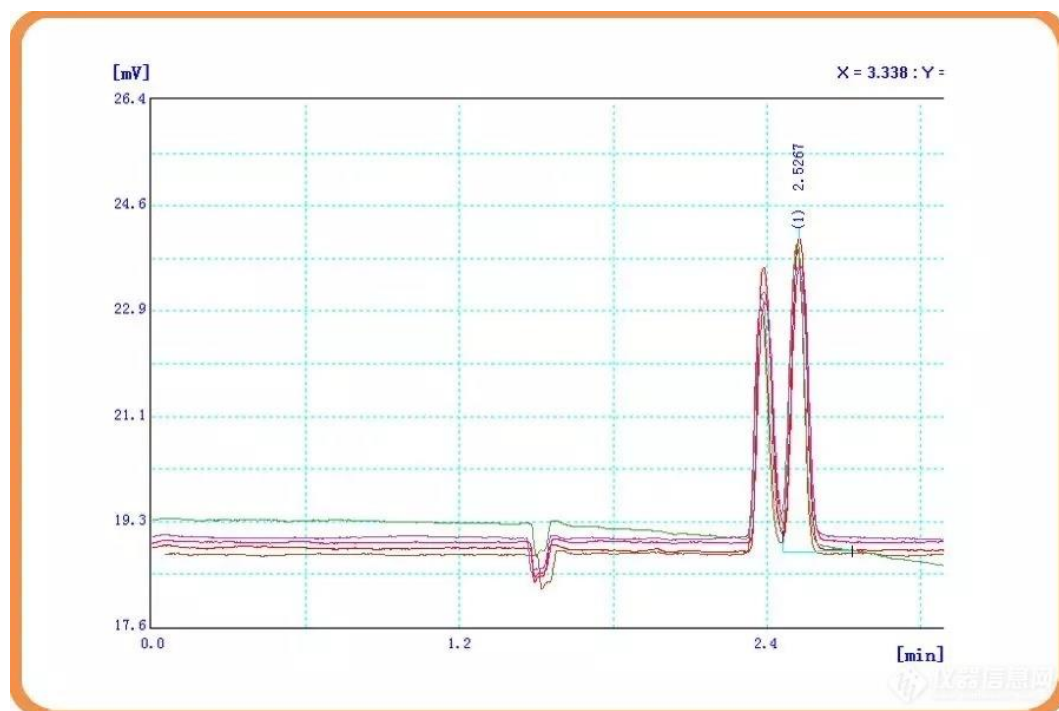
1mL(顶空) 7.5ppm EO 直接进样

#### 4.2 工作曲线的绘制

环氧乙烷工作曲线为： $y=489.986+3889*x$  相关系数：0.9997



#### 4.3 1mL(顶空) 5ppm EO 环氧乙烷标准工作液时间及峰面积重复性



1mL(顶空) 5ppm EO 直接进样重复性