

防护服、口罩中环氧乙烷残留含量测定

于媛婷

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 在一定的温度下, 顶空瓶内样品中的环氧乙烷向液上空间挥发, 在气液两相达到热力学动态平衡。气相中的环氧乙烷经色谱柱分离, 用氢火焰检测器检测, 以保留时间定性, 外标法定量。

关键词: 气相色谱法; 检测方法; 环氧乙烷残留

1 检测方法:

参照 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》

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 环氧乙烷, 分析纯

2.1.2 水: 娃哈哈纯净水

2.1.3 载气: 氮气, 纯度 99.999%

2.1.4 燃烧气: 氢气, 纯度 99.999%

2.2 材料与仪器

2.2.1 GC9720Plus 气相色谱仪, 附宽量程氢火焰检测器 (FID)

2.2.2 HS 930 全自动顶空进样器

2.2.3 RBX-624/60m*0.25mm*1.4um

2.3 色谱条件

仪器: 福立气相色谱仪(GC-9720Plus+HS930)	COL: 60°C (10min)
检测器: 宽量程 FID 氢火焰检测器	INJ: 200°C DET: 220°C
色谱柱: RBX-624/60m*0.25mm*1.4um	平衡温度: 60°C 取样针温度: 75°C 阀箱温度: 80°C
载气: N2 恒流: 1.0ml/min 分流比: 10: 1	传输管温度: 85°C 平衡时间: 40min 进样量: 1.0mL

3 溶液配制

3.1 环氧乙烷母液配制

在 10mL 容量瓶中加一定量的水, 称重, 加入 0.5657g 环氧乙烷, 摇匀后称重, 定容至 10mL, 环氧乙烷母液浓度为 56570mg/L。

3.2 样品溶液配制

取 1g 防护服 (或口罩) 样品剪碎置于 20mL 顶空瓶中, 加入 5mL 纯净水, 密封, 待测。

4 防护服分析结果

4.1 防护服环氧乙烷标准溶液配制

取 1g 防护服样品剪碎置于 20mL 顶空瓶中, 加入 5mL 纯净水, 分别加入 0、1、2、4、8uL 环氧乙烷母液 (3.1), 配制成 0、1.1314、2.2628、4.5256、9.0512mg/L 标准溶液。

4.2 标样谱图

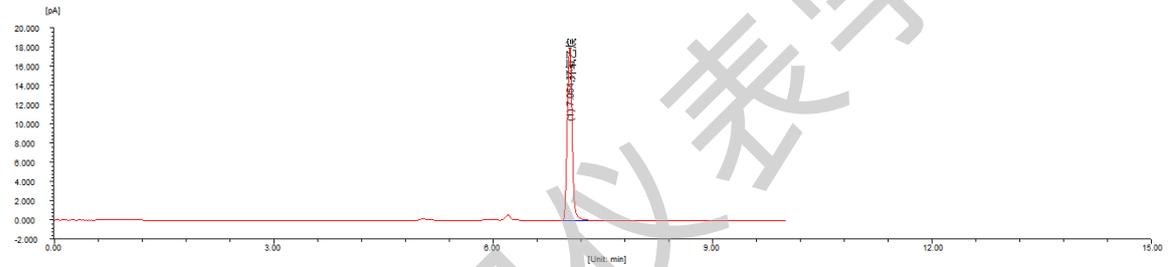
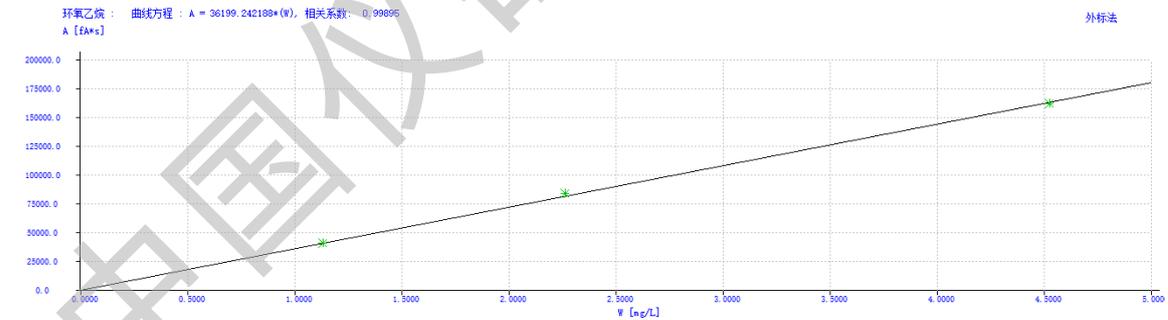
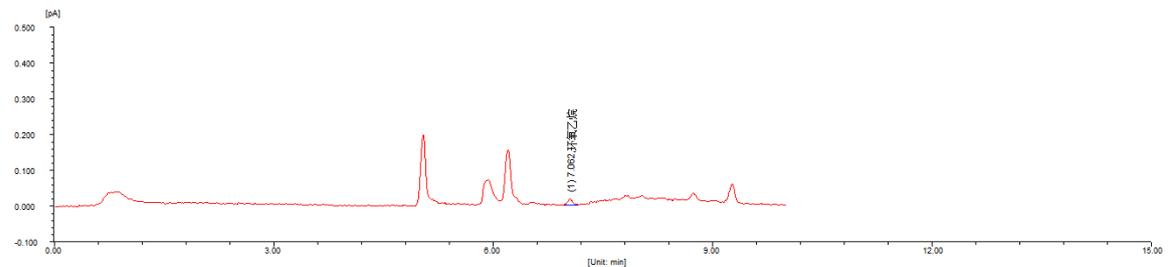


图 1 2.2628 mg/L 环氧乙烷标样谱图

4.3 标准曲线

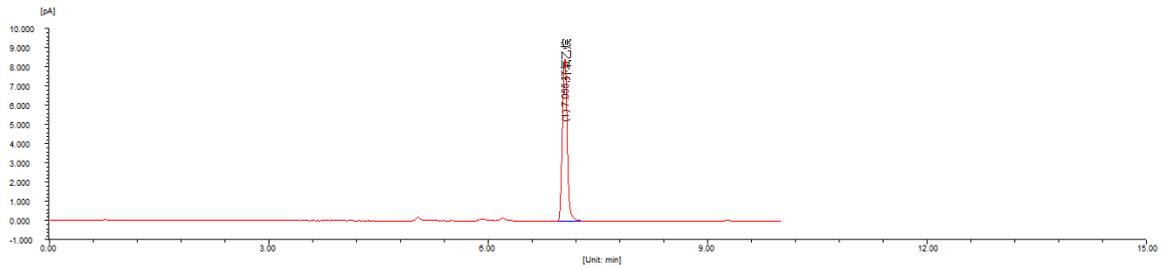


4.4 样品典型谱图



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	环氧乙烷	7.062	0.088	18.5	102.8	100.0000	0.0142
总计:				18.5	102.8	100.0000	0.0142

4.5 样品加标回收谱图及分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	环氧乙烷	7.055	0.072	8468.3	39727.5	100.0000	5.4841
总计:				8468.3	39727.5	100.0000	5.4841

组分名称	含量平均值 (mg/kg)	实测加标量 (mg/kg)	理论加标量 (mg/kg)	加标回收率%	平均加标回收率%
环氧乙烷	0.0122	5.4719	5.6570	96.73	97.29
		5.5582	5.6570	98.25	
		5.4804	5.6570	96.88	

注：1、防护服样品因开封时间久，且未密封保存，环氧乙烷残留含量仅供参考。

2、防护服样品保存时被其他有机试剂污染，样品分析后以柱流量 1mL/min，柱温 150°C后运行 10min。

5 口罩分析结果

5.1 口罩环氧乙烷标准溶液配制

取 1g 口罩样品剪碎置于 20mL 顶空瓶中，加入 5mL 纯净水，分别加入 0、1、2、4、8uL 环氧乙烷母液（3.1），配制成 0、1.1314、2.2628、4.5256、9.0512mg/L 标准溶液。

5.2 标样谱图

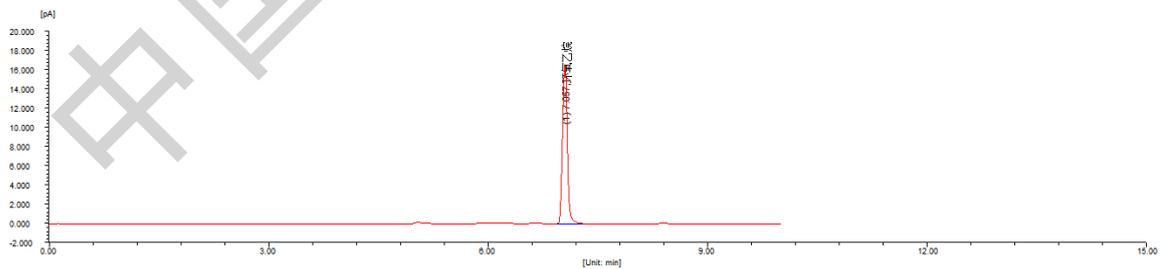
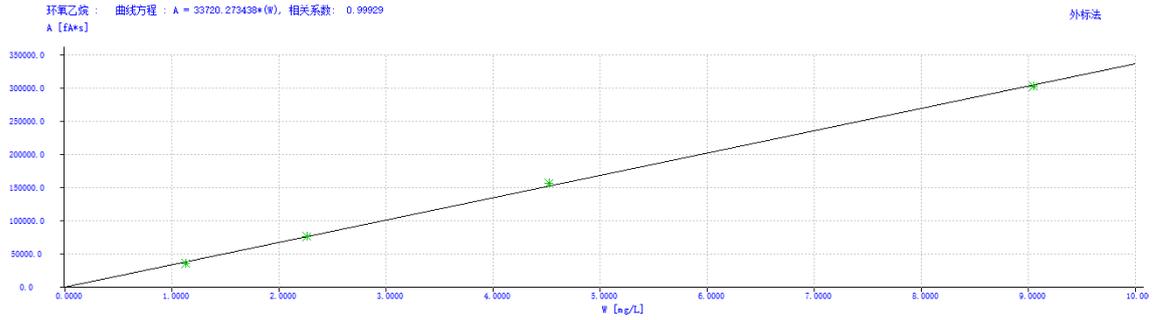
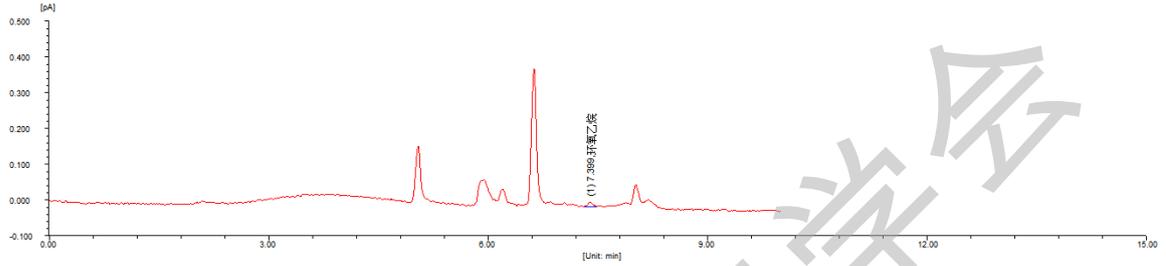


图 2 2.2628 mg/L 环氧乙烷标样谱图

5.3 标准曲线

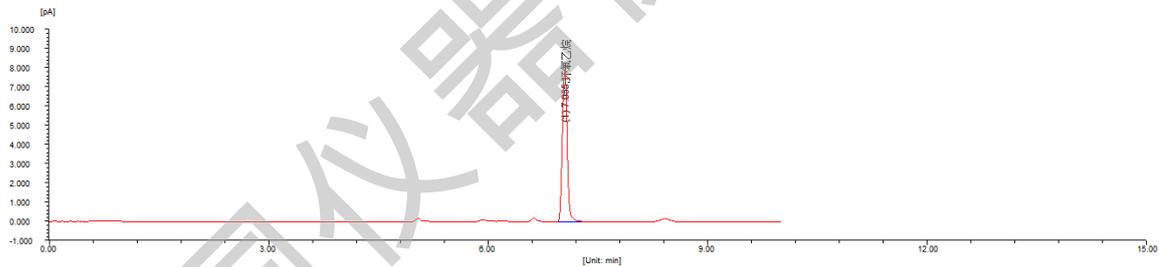


5.4 蓝色口罩样品及加标回收率谱图



样品谱图

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	环氧乙烷	7.399	0.073	13.0	68.2	100.0000	0.0101
总计:				13.0	68.2	100.0000	0.0101

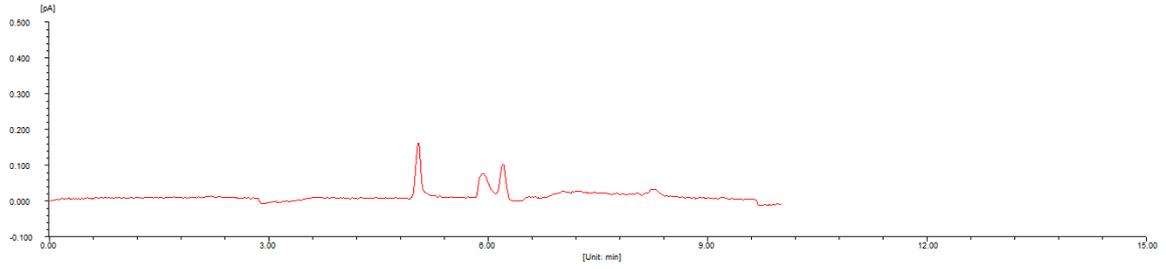


加标谱图

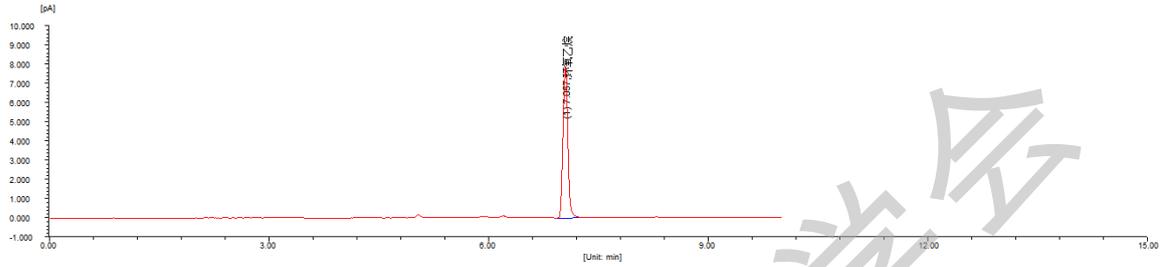
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	环氧乙烷	7.055	0.072	7948.6	37178.6	100.0000	5.5128
总计:				7948.6	37178.6	100.0000	5.5128

组分名称	含量平均值 (mg/kg)	实测加标量 (mg/kg)	理论加标量 (mg/kg)	加标回收率%	平均加标回收率%
环氧乙烷	0.0104	5.4295	5.6570	95.98	97.82
		5.5024	5.6570	97.27	
		5.6696	5.6570	100.22	

5.5 白色口罩样品及加标回收率谱图



环氧乙烷未检出



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	环氧乙烷	7.057	0.072	7887.9	37137.7	100.0000	5.5067
总计:				7887.9	37137.7	100.0000	5.5067

组分名称	含量平均值 (mg/kg)	实测加标量 (mg/kg)	理论加标量 (mg/kg)	加标回收率%	平均加标回收率%
环氧乙烷	未检出	5.5067	5.6570	97.03	96.97
		5.5540	5.6570	98.18	
		5.4130	5.6570	95.69	