

ヘッドスペースGC法による医療用具中の 残留エチレンオキサイド分析（水抽出）

岩佐 奈実

ユーザーベネフィット

- ◆ JIS T 0993-7:2012を参考に、水を溶媒に用いた溶媒抽出ヘッドスペースGC法による医療用具中の残留エチレンオキサイド（EO）の分析条件を作成しました。
- ◆ 抽出溶媒に水を使用することで、環境にやさしく安全で安価な分析が可能になりました。

■はじめに

医療用具の滅菌方法としてエチレンオキサイドガス（EOG）滅菌があります。EOG滅菌後の医療用具における残留エチレンオキサイド（EO）濃度について、国際標準化機構のISO 10993-7:2008や、ISOに基づいて制定された日本工業規格のJIS T 0993-7:2012に規定されています。

規格には模擬使用抽出と徹底抽出があり、徹底抽出においてはガスクロマトグラフィー（GC）を使用した溶媒抽出ヘッドスペース（HS）-GC法があります。抽出溶媒はサンプルやその使用目的に応じて選択する必要がありますが、抽出溶媒に水を使用する分析は環境にやさしい分析として注目されています。

本稿では、JIS T 0993-7:2012の「K.4.4 エタノールによる徹底抽出及びエタノール抽出液のヘッドスペースガス分析」を参考にして、抽出溶媒に水を使用し、残留EOの抽出を行った結果について紹介します。

■装置構成と分析条件

ガスクロマトグラフNexis GC-2030 と島津ヘッドスペースガスサンプラHS-20を接続し測定しました。JIS T 0993-7:2012を参考に本試験の分析条件を設定しました。GC分析条件を表1に、HS-20分析条件を表2に示します。

表1 GC分析条件

Model	: Nexis GC-2030
Detector	: 水素炎イオン化検出器 FID-2030
Headspace Sampler	: HS-20
Analytical Column	: SH-Stabilwax™ (30 m×0.53 mm I.D., d.f.= 2.00 μm)
Column Temperature	: 40 °C (5 mins) – 30 °C/min – 200 °C (20 mins) Total 30.33 mins
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 20
Carrier Gas Controller	: 線速度
Linear Velocity	: 30 cm/sec (N ₂)
Detector Temperature	: 250 °C
Detector Gas	: H ₂ 32 mL/min, Air 200 mL/min
Make up Gas	: N ₂ 24 mL/min
Injection Volume	: 1 mL

表2 HS-20分析条件

Oven Temperature	: 70 °C
Sample Line Temperature	: 75 °C
Transfer Line Temperature	: 75 °C
Vial Volume	: 10 mL
Vial Shaking Level	: 3
Vial Equilibrating Time *1	: 標準試料) 30 mins 実試料) 180 mins
Vial Pressurization Time	: 1 min
Vial Pressure	: 100 kPa
Loading Time	: 1 min
Needle Flush Time	: 8 mins

*1 バイアル保温時間は一例です。

■標準試料の調製および実試料の準備

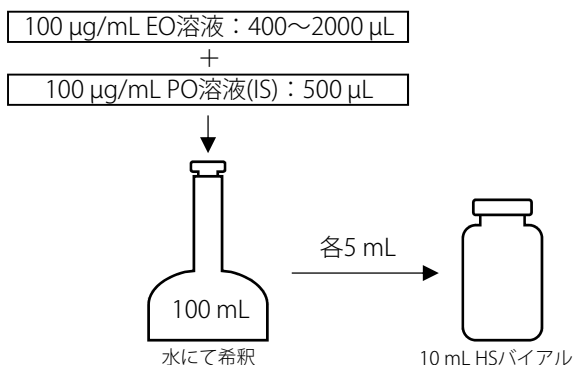
JIS T 0993-7:2012を参考に、標準試料の調製および実試料の準備を行いました。

標準試料として、100 μg/mL EO溶液と100 μg/mL プロピレンオキサイド（PO）溶液（内部標準物質）を用意し、EO濃度が0.4 μg/mL、0.8 μg/mL、1.2 μg/mL、1.6 μg/mL、2.0 μg/mLに、内部標準物質であるPO濃度が0.5 μg/mLになるように水で希釈し、5つの濃度の標準試料を調製しました。調製した標準試料を10 mL ヘッドスペースバイアルに5 mLずつ封入しました。

実試料には、シート状の試料の一例としてEOG滅菌された絆創膏と、チューブ状の試料の一例としてEOG滅菌された吸引カテーテルを用いました。抽出溶液として100 μg/mL PO溶液を水で希釈し、0.5 μg/mL PO溶液を用意しました。シート状の試料（絆創膏）は10 mm四方に、チューブ状の試料（吸引カテーテル）は5 mm長に細断し、約0.5 gを10 mL バイアルに入れ、0.5 μg/mL PO溶液を5 mL加え封入しました。

※ EOは揮発しやすいので、使用器具および溶液は冷却しながら試料調製を行いました。

<標準試料>



<実試料>

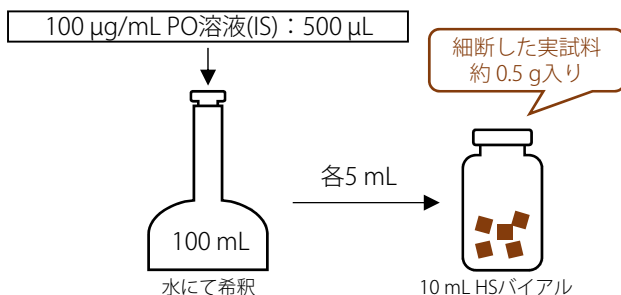


図1 試料調製方法

■ 標準試料のクロマトグラムと検量線 (水溶媒)

標準試料のクロマトグラムを図2に、検量線を図3に、測定結果を表3に示しました。

精度に関して、JIS T 0993-7:2012において以下のような記載があります。

- EOとPOの分離度が2.0以上であること。
- テーリングファクターがEOピークに対して1.8以下であること。
- 検量線の相対偏差 (RSD) が用いた標準の範囲に対して5%を超えないことが望ましい。
- EOのピーク面積の%RSDは、用いられる標準液の範囲に対し5%を超えないことが望ましい。
- 検量線の最小相関係数は0.95であることが望ましい。

標準溶液の測定結果より、上記基準を満たしており、良好な分析結果が得られました。

※ 水抽出を行う場合は、EOのエチレングリコール (EG) 又はエチレンクロロヒドリン (ECH) への変化の可能性について評価する必要がありますが、本稿では評価していません。EO、ECH、EGの一斉分析については、アプリケーションニュース01-00139-JPを参照ください。

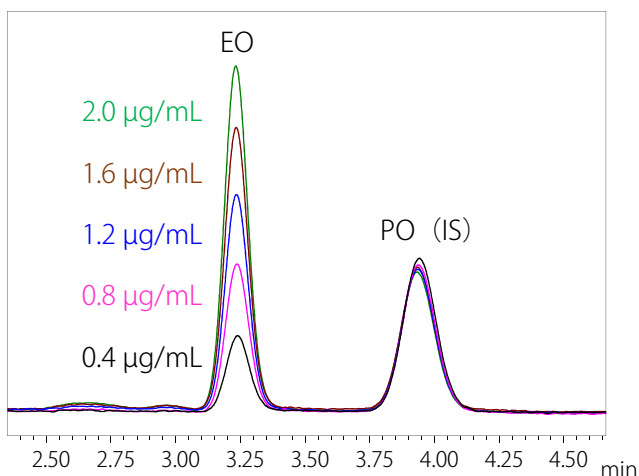


図2 標準試料のクロマトグラム (水溶媒)

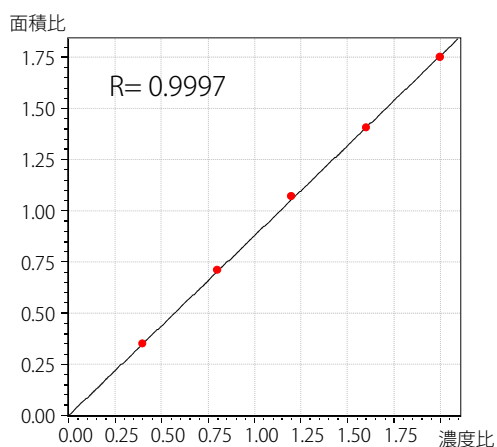


図3 検量線 (水溶媒)

表3 標準試料のシステム適合性 (n=6) *3

濃度 (µg/mL)	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0
平均面積値	3197	6178	9025	11803	14058
面積値%RSD	3.341	0.965	0.950	0.474	4.683
平均面積比	0.359	0.717	1.079	1.402	1.735
面積比%RSD	2.200	1.402	0.842	0.747	1.268
分離度	3.325	3.325	3.328	3.330	3.324
テーリング係数	1.095	1.072	1.063	1.060	1.058
検出限界 (µg/mL) *2	0.030	0.030	0.031	0.030	0.033
定量限界 (µg/mL) *2	0.099	0.100	0.105	0.100	0.110

*2 S/N比に基づき、検出限界はS/N=3、定量限界はS/N=10で計算しました。

*3 記載している値は参考値であり、保証値ではありません。

■ 実試料のクロマトグラムと定量値 (水溶媒)

実試料である絆創膏および吸引カテーテルのクロマトグラムを図4に、それぞれの実試料0.5 g中のEOの定量値を表4に示しました。

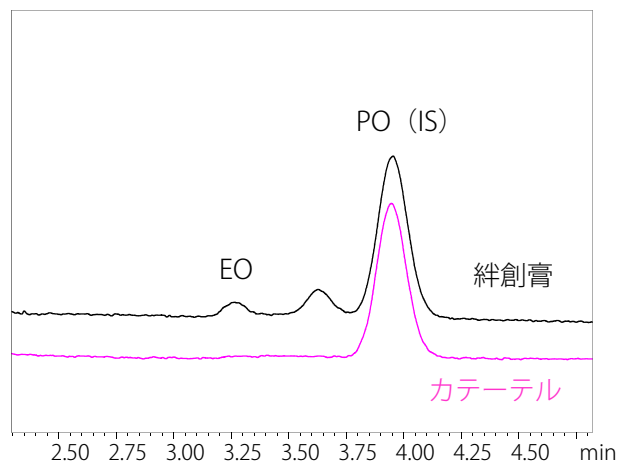


図4 実試料のクロマトグラム

表4 実試料0.5 g中のEOの定量値 (µg) *3

	絆創膏	カテーテル
データ1	0.480	ND
データ2	0.400	ND
データ3	0.425	ND
平均	0.435	---

■ まとめ

JIS T 0993-7:2012を参考に、抽出溶媒に水を用いて、ヘッドスペースGC法による医療用具中の残留エチレンオキシドの分析を行った結果、良好な分析結果が得られました。

GC-2030+HS-20システムはJIS T 0993-7:2012の要求事項を十分に満たしていました。

エタノール抽出の結果については、アプリケーションニュースNo. G336を参照ください。

Nexisは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。
Stabilwaxは、Restek Corporationの米国およびその他の国における商標または登録商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00140-JP 初版発行：2021年3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していません。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2021