

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

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) 濃度については、国際標準化機構 International Organization for Standardization (ISO) 10993-7:2008 や、ISO に基づいて制定された日本工業規格 Japanese Industrial Standards (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 法や溶媒抽出 GC 法などがあります。

本稿では、「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、ヘッドスペース GC 法による残留 EO の徹底抽出を行った結果について紹介します。

N. Iwasa, Y. Saito

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
Column	: SH-Stabilwax (0.53 mm I.D.x30 m, d.f.= 2.00 μm)
Column temperature	: 40 °C (5 min) - 30 °C/min - 200 °C (20 min) Total 30.33 min
Injection Mode	: Split 1 : 20
Carrier Gas Controller	: 線速度 (N ₂)
Linear Velocity	: 30 cm/sec
Detector Temperature	: 250 °C
Detector Gas	: H ₂ 32 mL/min, Air 200 mL/min
Make up	: 24 mL/min (N ₂)
Injection Volume	: 1 mL

表 2 HS20 分析条件

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

* 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

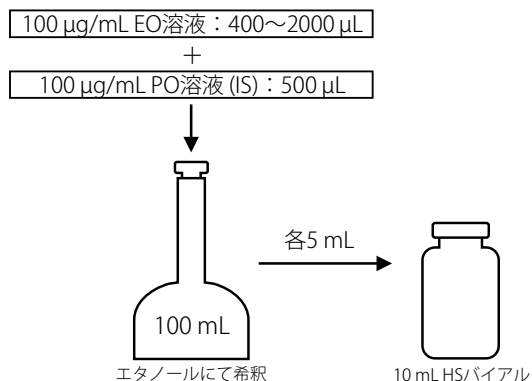
JIS T 0993-7:2012 を参考に、標準試料の調製および実試料の準備を行いました。

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 になるようにエタノールで希釈し、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 溶液をエタノールで希釈し、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>

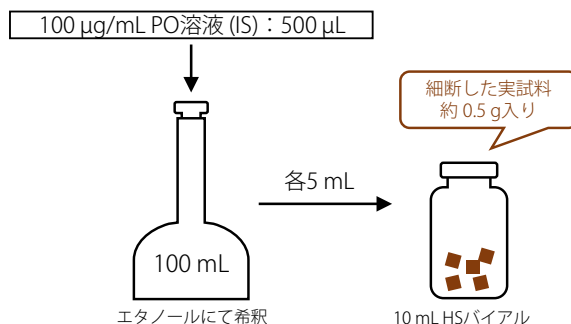


図 1 試料調製方法

■ 標準試料のクロマトグラムと検量線

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。

標準試料の測定結果より、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。

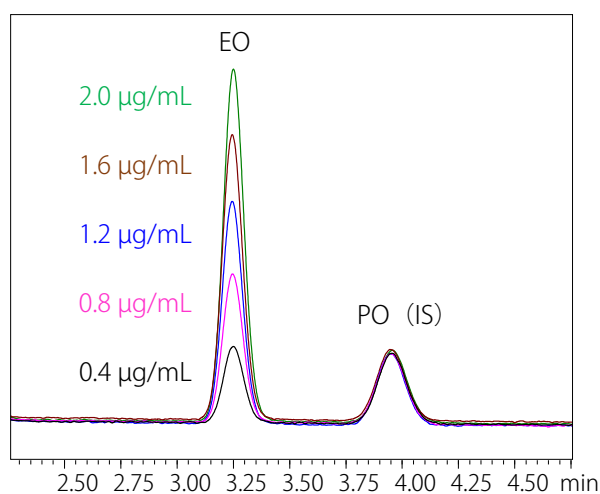


図2 標準試料のクロマトグラム

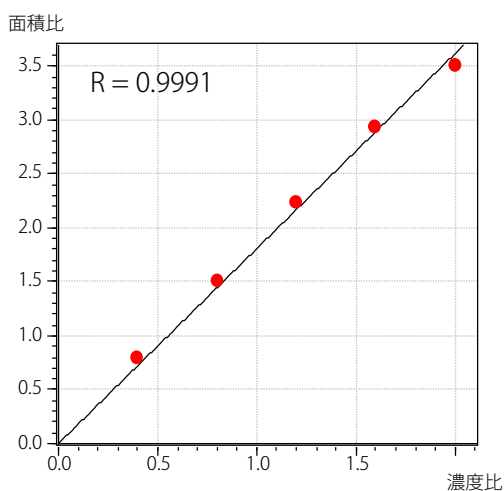


図3 検量線

表3 標準試料のシステム適合性 (n=6)

濃度 (µg/mL)	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0
平均面積値	2930	5614	8324	11054	13433
面積値%RSD	2.285	0.948	1.560	1.130	3.435
平均面積比	0.786	1.508	2.234	2.926	3.509
面積比%RSD	1.686	1.652	1.223	0.695	2.034
分離度	3.393	3.380	3.384	3.372	3.371
テーリング係数	1.058	1.058	1.052	1.050	1.051
検出限界 (µg/mL)*	0.048	0.049	0.048	0.048	0.049
定量限界 (µg/mL)*	0.159	0.163	0.161	0.162	0.162

* 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。

注) 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

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。

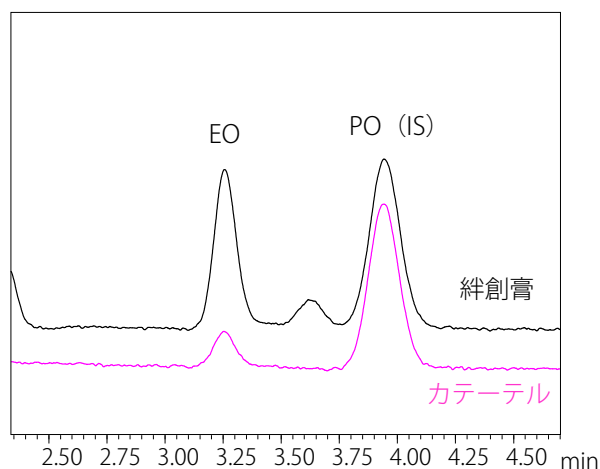


図4 実試料のクロマトグラム

表4 実試料 0.5 g 中の EO の定量値 (µg)

	絆創膏	カテーテル
データ 1	1.987	0.370
データ 2	2.026	0.412
データ 3	1.903	0.378
平均	1.972	0.387

注) 記載している値は参考値であり、保証値ではありません。

■ まとめ

JIS T 0993-7:2012 を参考に、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。

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。その他、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」、「®」を明記していない場合があります。

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

初版発行：2020年9月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※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。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

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/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。