

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-PolarWax (0.53 mm I.D.×30 m, d.f.= 2.00 μm) ^{*1}
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

*1 P/N : 227-36258-01

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 ^{*1}	: 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

*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

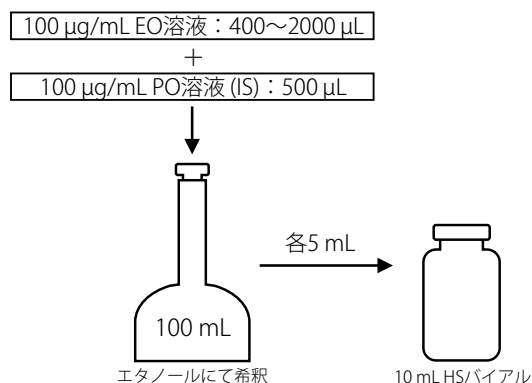
JIS T 0993-7:2012 を参考に、標準試料の調製および実試料の準備を行いました。

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>

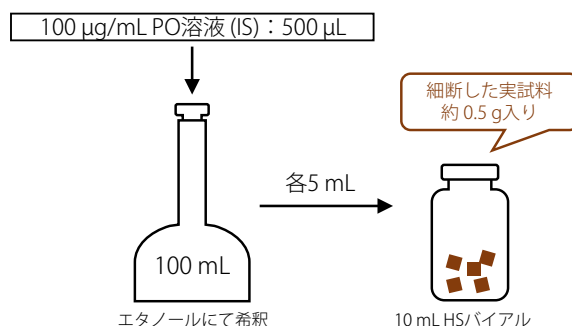


図 1 試料調製方法

■ 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。

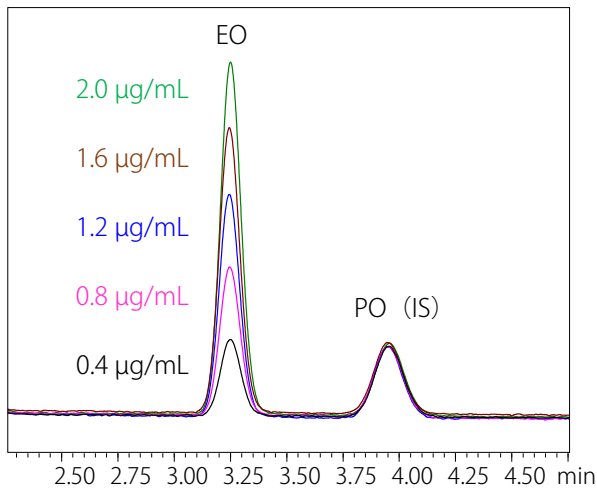


図2 標準試料のクロマトグラム

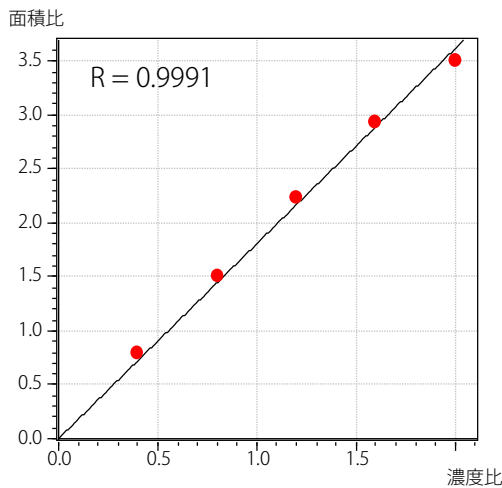


図3 検量線

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) *1	0.048	0.049	0.048	0.048	0.049
定量限界 (µg/mL) *1	0.159	0.163	0.161	0.162	0.162

*1 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。

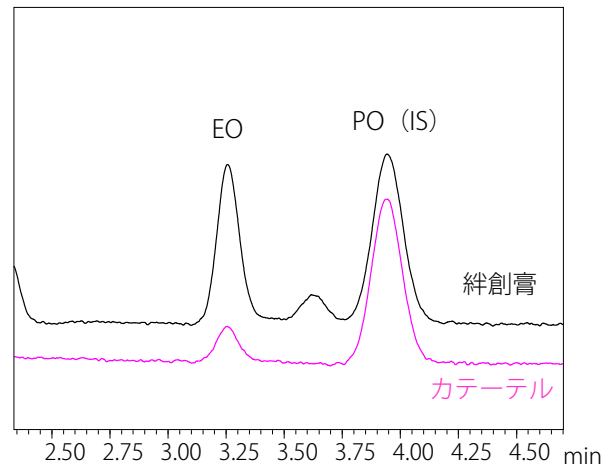


図4 実試料のクロマトグラム

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またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。