

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

Py-Screenerを用いた医療用具に含まれるフタル酸エステルのスクリーニングと他の添加剤の定性解析

Screening analysis of phthalate esters and qualitative analysis of other additives in medical supplies using Py-Screener

フタル酸エステル類は樹脂の可塑剤として使用されていますが、生殖毒性が懸念されることからRoHS指令で規制対象成分への追加が決定するなど規制の厳格化が進んでいます。輸血用バッグや輸血用チューブなどの医療用具においてもフタル酸エステル類のDEHPが広く使用されてきましたが、内容物への溶出、移行が問題視されており、各国での通達(2002年 日本 厚労省、米国 FDA、2005年 欧州 EFSA、2013年 ドイツ BfR)により、フタル酸エステルフリーの医療用具の使用が推奨されています。

医療用具の分野ではフタル酸エステルの分析法としてソックスレー抽出-GC/MS法や浸漬抽出-GC/MS法等が用いられてきましたが、一連の作業に数時間を要する場合があります。Py-GC/MS法は有機溶媒が不要で、短時間で試料調製ができる新しいフタル酸エステルのスクリーニング法として国際分析規格IEC62321 Part8に採用予定です。当社では本分析法のシステムをPy-Screenerとして提供しています。

本アプリケーションデータシートでは、Py-Screenerを様々な医療用具の分析に適用しました。Py-Screenerの高速スキャンモードを利用したScan/SIM同時分析メソッドを用いて、SIMによりフタル酸エステルを高感度にスクリーニングし、同時にScanデータの情報からフタル酸エステル以外の添加剤を定性解析した結果を紹介します。

分析条件

Py-GC/MS分析条件はPy-Screenerに登録されている条件を利用しました。詳細な分析条件については、GC/MSアプリケーションデータシート No. 110「Py-Screenerを用いたフタル酸エステル分析(1)」を参照してください。

輸血用バッグ、輸血用チューブ等の医療用具7点を試料として用いました。Scan/SIM同時分析法でデータを採取し、高感度で測定可能なSIMでフタル酸エステルをスクリーニングし、同時に取得したScanデータのトータルイオンクロマトグラム(TIC)の未知ピークについてマススペクトル情報からNISTマススペクトルライブラリ 2014年版を用いたシミュリティ検索を行い、その他の添加剤を同定しました。

医療用具に含まれるフタル酸エステルは1000 mg/kgのフタル酸エステル樹脂標準試料(島津製作所、P/N: 225-31003-91)を用いて検量線を作成し、その検量線を基に定量しました。

分析結果

各種医療用具を分析して得られたフタル酸エステルのSIMクロマトグラムとScanデータのTICをFig. 1、2、3に示しました。また各試料の分析結果をTable 1に示しました。輸血用バッグ、輸血用チューブ、点滴用チューブ 1において、約8%と高濃度のDEHPが検出されました。フタル酸エステル以外の添加剤としては、代替フタル酸のBis(2-ethyl hexyl)adipate、Tri(2-ethylhexyl)trimellitate(TOTM)といった可塑剤や抗酸化剤のTris(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphate、滑剤のPalmitic acid、Palmitic acid methyl ester、Stearic acid butyl esterが検出されました。

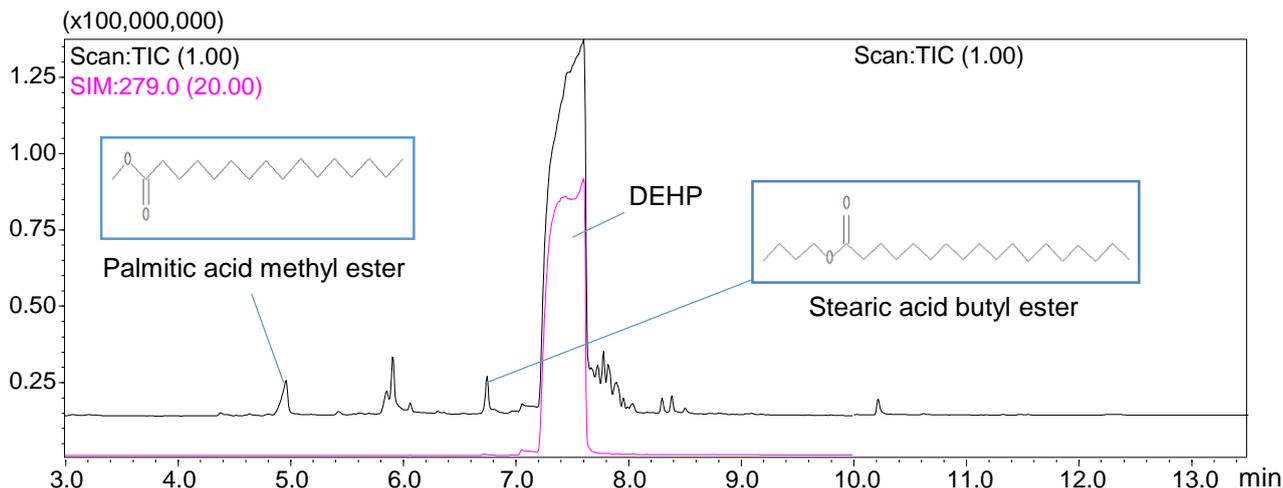


Fig. 1 輸血用バッグを測定して検出されたフタル酸エステルのSIMクロマトグラムとScanデータのTIC

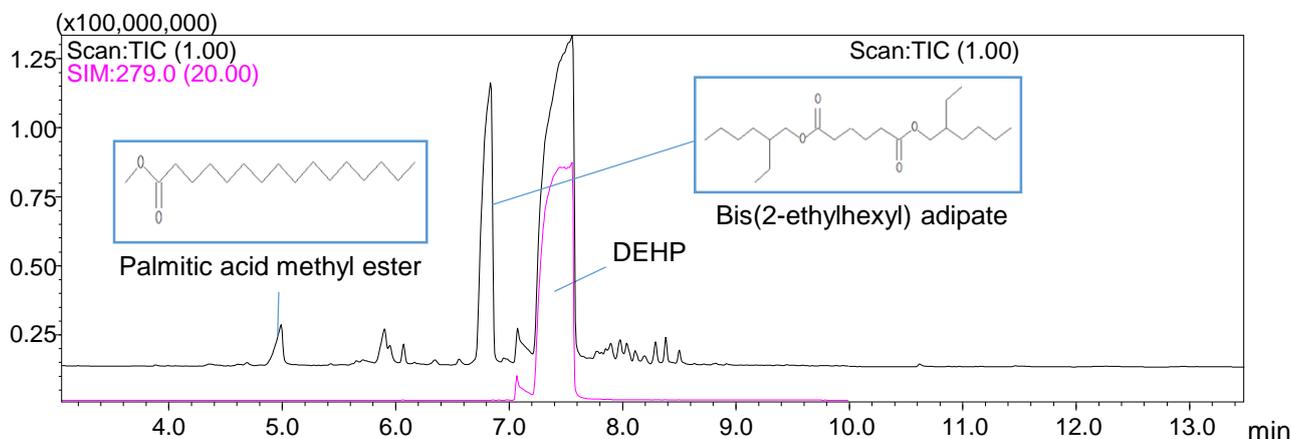


Fig. 2 輸血用チューブを測定して得られたフタル酸エステルのSIMクロマトグラムとScanデータのTIC

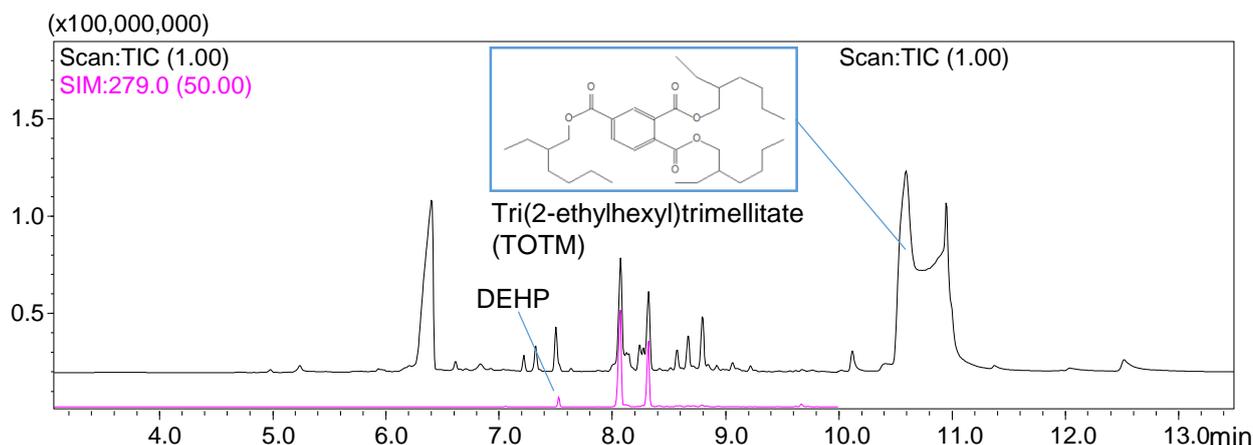


Fig. 3 点滴用チューブ 2を測定して得られたフタル酸エステルのSIMクロマトグラムとScanデータのTIC

Table 1 各医療用具のフタル酸エステルスクリーニング結果と他の含有添加剤の定性解析結果

| 試料名 化合物名 | 輸血用バッグ | | 輸血用チューブ | | 点滴用バッグ 1 | | 点滴用バッグ 2 | | 点滴用チューブ 1 | | 点滴用チューブ 2 | | シリンジ | |
|-------------|---------------|------|---------------|------|---------------|------|---------------|------|---------------|------|---------------|------|---------------|------|
| | 濃度 (mg/kg) | %RSD |
| DIBP | N.D. | - |
| DBP | N.D. | - | 152 | 11.2 | N.D. | - | 144 | 7.1 | N.D. | - | N.D. | - | N.D. | - |
| BBP | N.D. | - |
| DEHP | 87,737 | 6.2 | 75,537 | 5.1 | N.D. | - | 107 | 9.3 | 81,199 | 3.4 | 206 | 2.4 | N.D. | - |
| DNOP | N.D. | - |
| DINP | N.D. | - |
| DIDP | N.D. | - |

n=3 の連続分析の結果より平均の濃度値と%RSDを算出、N.D. : 30 mg/kg 未満。

| 他の含有 添加剤 | Palmitic acid (滑剤) | Bis(2-ethylhexyl) adipate (可塑剤) | Tris(2,4-di-tert- butylphenyl) phosphite (酸化防止剤) | Palmitic acid (滑剤) | Palmitic acid (滑剤) | Tri(2-ethylhexyl) trimellitate (TOTM) (可塑剤) | Tris(2,4-di-tert- butylphenyl) phosphite (酸化防止剤) |
|-------------|-----------------------|---------------------------------------|---|-----------------------|-----------------------|--|---|
| | | Stearic acid butyl ester (滑剤) | Palmitic acid methyl ester (滑剤) | | | | |