



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1690—2020

一次性使用聚氯乙烯输注器具中 2-氯乙醇残留量测定方法

Determination of residual of ethylene chlorohydrin(ECH) from plasticized
polyvinyl chloride infusion equipments for single use

2020-02-21 发布

2021-01-01 实施

国家药品监督管理局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家药品监督管理局提出。

本标准由全国医用输液器具标准化技术委员会(SAC/TC 106)归口。

本标准起草单位:山东省医疗器械产品质量检验中心、山东中保康医疗器具有限公司。

本标准主要起草人:沈永、徐志洲、孟凯、巩家富、薄晓文、刘爱娟、赵长帅。

引 言

环氧乙烷(EO)具有广谱高效杀菌作用,属高效的化学低温灭菌剂之一,在医疗器械灭菌中得到广泛应用。但环氧乙烷属于有毒物质,许多物品对其具有吸附性,残留的环氧乙烷存在水解进而与产品中氯反应生成 2-氯乙醇(ECH)的现象。

资料表明,ECH 是一种刺激体表、具有急性毒性、并且在中毒剂量通过皮肤快速吸收的易燃性液体。ECH 具有轻微的致突变性,具有产生胎儿毒性和致畸性改变的潜能,并对体内的几种器官系统造成损伤,包括肺、肾、中枢神经系统和心血管系统。目前,GB/T 16886 规定了当使用 EO 灭菌的医疗器械中存在 ECH 时,也要规定 ECH 的最大允许残留量。

多种分析方法可用于测定 ECH 的残留量,典型的方法包括气相色谱法(GC)、气相色谱/质谱仪联用法(GC/MS)等。本标准以顶空气相色谱法作为基本方法,并给出试验程序。

由于该类器械在临床的应用情况有很大的差异,在某些情况下,已发表的文献方法包括本标准所给出的方法不一定适用于所有器械。因此,任何表明其分析可靠的方法,都可以使用。“分析可靠”是指器械在特定浸提介质及条件下获得的浸提液进行 ECH 残留量分析时,所选择的方法具有足够的精密度、准确性、线性、灵敏度和选择性。

一次性使用聚氯乙烯输注器具中 2-氯乙醇残留量测定方法

1 范围

本标准规定了一次性使用聚氯乙烯输注器具中 2-氯乙醇(ECH)残留量的测定方法。
本标准适用于使用环氧乙烷灭菌的一次性使用聚氯乙烯输注器具。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 通则

- 3.1 本标准中的室温,如无特殊规定,应为 10℃~30℃。
- 3.2 本标准中试验用水应符合 GB/T 6682 的要求。
- 3.3 本标准中所用容器如无特殊规定,应为硅硼酸盐玻璃容器。
- 3.4 本标准中所涉及的精密度量取,应使用符合 GB/T 12808 中准确度要求的移液管量取。

4 浸提液的制备

4.1 总则

有两种基本的浸提方法用于确定医疗器械的 ECH 残留量,模拟使用浸提法为标准方法,极限浸提法是在某些情况下可接受的替代方法。所选的浸提方法应能代表产品预期使用中带给患者的最大风险,而不单是追求分析效率或使残留量表观浓度降至最低。

小器械应放置于合适的容器内浸提。当器械太大而不能完整浸提时,可能要选择几个有代表性的器械组件进行浸提,以确保数据的可信度。

选择器械上有代表性的部分,可用下列两种方法中的任何一种。如果含有几种不同的材料,每一组分占样品总质量的比例宜与该组分总质量占被测器械总质量的比例一致。另一种可选方法是,选择经评价证明是器械上残留含量最高的一个组分进行试验,所选方法应经过确认。

4.2 模拟浸提(标准方法)

采用经论述的代表临床最不利的一种实际接触的液体及浸提方式和条件进行浸提,然后取部分浸提液进行试验。在模拟使用浸提法中通常用水作为浸提液。

由于器械在临床使用过程中存在较大差异,尤其是输液器具实际接触介质种类繁多,在进行模拟浸提时,若试验介质在第 5 章规定的试验条件下产生干扰,宜采用经方法学论证的其他条件。

4.3 极限浸提(可接受的替代方法)

极限浸提法用于测定器械上的全部残留量,极限浸提法是一种可接受的替代方法,能提供有用的信息,其测得的结果表示大于或等于患者可以接受的剂量。因为这种浸提法排除了时间对剂量测定的影响,不能保证所测得的大部分残留量在与器械接触的第一天或第一个月末释放给患者。

注:如果极限浸提试验结果超过了人体最大允许接受剂量,可考虑采用模拟浸提(4.2)制备浸提液进行进一步试验。

5 推荐的测定方法——极限浸提顶空气相色谱法

5.1 试剂

ECH 对照品:纯度不低于 95.0%,CAS 号:107-07-3。

5.2 仪器和设备

顶空-气相色谱仪(FID 检测器)。

5.3 工作标准溶液

取干燥洁净的 100 mL 容量瓶,加入约 40 mL 水,加瓶塞,精密称定。取一定量的 ECH,加入容量瓶中,不加瓶塞,轻轻摇匀,盖好瓶塞,精密称定,前后两次称重之差,即为溶液中所含 ECH 重量。加水至刻度制成浓度约 2 000 mg/L 的标准贮备液。

用标准贮备液配制浓度范围在 4 mg/L~100 mg/L 的 ECH 系列标准溶液,至少配制 5 个浓度。

5.4 气相色谱条件(推荐)

5.4.1 顶空条件

- a) 加热箱温度:90 ℃;
- b) 加热时间:30 min。

5.4.2 色谱条件

- a) 毛细管色谱柱:6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(30 m×0.25 mm×1.4 μm)或等效色谱柱;

注:如采用等效色谱柱,其色谱条件可能不一致。

- b) 进样口温度:250 ℃;
- c) 进样量:1 mL;分流比:5:1;
- d) 柱箱温度:50 ℃保持 3 min,以 10 ℃/min 的速率升温到 100 ℃,保持 2 min;
- e) 流速:1.5 mL/min;载气:N₂;
- f) 检测器:FID;温度:300 ℃。

5.5 测定及结果分析

5.5.1 供试液制备

取完整产品或有代表性部件进行试验,截为 0.5 cm 长碎块(或 10 mm² 片状物),取 1.0 g 放入 20 mL 顶空瓶中,精密加入 5 mL 水,密封,90 ℃下平衡 30 min。

5.5.2 标准溶液和样品的测定

分别取配制好的标准溶液和制备的检验液各 5 mL,置于 20 mL 顶空瓶中密封,按顶空条件及色谱

条件测定。

5.5.3 定量分析

采用外标法,分别对工作标准溶液和样品液进行分析,建立工作标准曲线及回归方程,并计算样品中 ECH 的残留量。ECH 残留量可采用绝对含量或相对含量表示。

中华人民共和国医药
行业标准
一次性使用聚氯乙烯输注器具中
2-氯乙醇残留量测定方法

YY/T 1690—2020

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2020年4月第一版

*

书号: 155066·2-34725

版权专有 侵权必究



YY/T 1690-2020