

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2020.07.014

医用口罩环氧乙烷残留量实验室快速解析方法改进

周 晴,董莹霖,李 丽,曾艳楠,唐 静

(重庆医疗器械质量检验中心,重庆 401120)

摘要:目的 新型冠状病毒肺炎疫情期间,为加快口罩上市,缩短环氧乙烷的解析时间。方法 随机选取10批次按正常灭菌浓度经环氧乙烷灭菌而未进行任何解析处理的医用外科口罩为样本,以气相色谱仪作为检测手段,拆掉样本包装,将样品置超净工作台,在垂直流最大风速情况下,检测不同解析时间环氧乙烷的残留量,对检测结果进行分析。结果与结论 通过加大环境空气的流通速度,可使口罩含有的环氧乙烷快速解析,达到标准要求,以合理规避无菌试验前的解析时间,缩短出厂检验周期,加快口罩的上市。

关键词:口罩;环氧乙烷;气相色谱法;超净工作台;快速解析

中图分类号:R955

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2020)07-0052-03

Improvement of Laboratory Rapid Resolution Method for Ethylene Oxide Residue in Medical Masks

ZHOU Qing, DONG Yinglin, LI Li, ZENG Yannan, TANG Jing

(Chongqing Quality Testing & Inspection Center for Medical Devices, Chongqing, China 401120)

Abstract: Objective To speed up the marketing of masks and shorten resolution time of ethylene oxide during the coronavirus disease 2019(COVID-19) epidemic. **Methods** Ten batches of medical surgical masks were randomly selected, which were sterilized with ethylene oxide according to the normal sterilization concentration without any resolution treatment. Gas chromatography was used as the detection method, the samples were unpacked and placed in the ultra-clean working table. Under the condition of the maximum wind speed of vertical flow, the ethylene oxide residues at different resolution time were detected, and the detection results were analyzed. **Results and Conclusion** The ethylene oxide contained in the mask can be rapidly resolved and meet the standard requirements by increasing the flow rate of ambient air, so as to reasonably avoid the resolution time before sterility test, shorten the cycle of outgoing quality control(OQC) and speed up the marketing of the mask.

Key words: mask; ethylene oxide; gas chromatography; ultra-clean bench; rapid resolution

2019年底暴发的新型冠状病毒肺炎(简称新冠肺炎)疫情迅速蔓延至全国,累计确诊8万余例。由于我国人口众多,又恰逢春节假期停工停产,作为最重要的疫情防控物资医用外科口罩,保障供应迫在眉睫。环氧乙烷是一种易燃性气体^[1],穿透能力强,具有高效、广谱的灭菌作用^[2];同时,它也是一种毒性气体^[3],目前尚无特效解毒剂。市面上的医用外科口罩多采用环氧乙烷灭菌,灭菌后环氧乙烷一部分透过包装袋挥发,而另一部分很自然地吸附在口罩上。一般情况下,经环氧乙烷灭菌的外科口罩,灭菌后环氧乙烷解析时间纸塑包装需7d,全塑包装需14d^[4],应检测口罩的环氧乙烷残留量。行业标准《医用外科口罩》(YY 0469-2011)规定,

经环氧乙烷灭菌后的口罩,环氧乙烷残留量应不超过10 μg/g,当环氧乙烷解析完成后,再进行14d无菌试验,合格后方能出厂,总体时间一般为21~28d^[5]。口罩的环氧乙烷残留量采用顶空气相色谱法检测^[6]。该方法操作简单,能有效分离被测组分和杂质,灵敏度高,精密度和准确度较好^[7-8]。而疫情期间,为缩短口罩出厂时间,在口罩环氧乙烷解析时间不够的情况下,通过较短时间的预处理使其残留量低于10 μg/g,以便提前开展无菌试验,缩短检验时间,可快速保障市场供给,为战疫工作贡献力量。本研究中通过加大环境空气的流通速度,促进口罩残留的环氧乙烷快速解析,以缩短出厂检验周期,加快口罩上市。现报道如下。

第一作者:周晴,女,大学本科,工程师,研究方向为无源医疗器械检验及标准化,(电子信箱)93436942@qq.com。

- [4] 李 洋,赵 立.阿比多尔抗呼吸道病毒的药理作用与体外和体内疗效研究现状[J].中国临床药理学杂志,2019,35(17):1964-1968.
- [5] 药智网.盐酸阿比多尔片说明书[EB/OL].(2018-06-06)[2020-02-29].<http://zy.yaozh.com/instruct/20180606sm/s/a185.pdf>.
- [6] 药智网.洛匹那韦/利托那韦片说明书[EB/OL]. [2020-02-29].<https://db.yaozh.com/instruct/103715.html>.
- [7] SONG Y, CHEN YA, YAO YM, et al. Xuebijing Injection Versus Placebo for Critically Ill Patients With Severe Community - Ac-

quired Pneumonia: A Randomized Controlled Trial[J]. Critical Care Medicine, 2019, 9(3): e735-e743.

- [8] 长江日报-长江网.李兰娟院士团队发布:这两种药能有效抑制新型冠状病毒[EB/OL].(2020-02-04)[2020-02-29].<http://www.cjrbapp.cjn.cn/p/157341.html>

- [9] 国家卫生健康委员会.中华人民共和国国家卫生健康委员会公告[2020第1号][EB/OL].(2020-01-20)[2020-02-29].<http://www.nhc.gov.cn/xcs/zhengcwj/202001/44a3b8245e8049d2837a4f27529cd386.shtml>.

(收稿日期:2020-03-03)

1 仪器与材料

1.1 仪器

VS-1300L-U型超净工作台(苏州安泰空气技术有限公司);CPA225D型电子天平(德国赛多利斯公司,精度为0.1 mg);1780A型气相色谱仪(含7694E型顶空自动进样器,安捷伦科技有限公司)。

1.2 材料

从本地生产企业随机抽取10批次经环氧乙烷灭菌且未经解析的医用外科口罩作为样品。环氧乙烷标准液(美国AccuStandard标准品公司,批号为219071449,含量为5 mg/mL);试验用水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 试验依据

环氧乙烷残留量按国家标准《医用输液、输血、注射器具检验方法第一部分:化学分析方法》(GB/T 14233.1-2008)中气相色谱法进行检测,其中样品浸提方法采用以水为溶剂的极限浸提法。

2.2 测试条件

气相色谱条件:色谱柱为DB-WAX柱(0.25 mm × 30 m, 0.25 μm, 安捷伦科技有限公司),载气为氮气,流速为25 mL/min,进样口温度为150 °C,检测器温度为250 °C,柱温采用40 °C/min的升温程序升至150 °C。

顶空自动进样器:炉温为(60 ± 1) °C,平衡时间为40 min。

2.3 校正曲线绘制

用环氧乙烷标准液配制6个系列适宜质量浓度的标准溶液,分别精密量取5 mL,置20 mL顶空瓶中,密封,作为标准样品。按2.2项下条件进样测定。以质量浓度(X)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程 $Y = mX + b$,其中 $m = 1.34541$, $b = -1.92626 \times 10^{-1}$,保留时间为2.182 min, $r = 0.99972$,残留标准差为0.15934。校正曲线见图1。

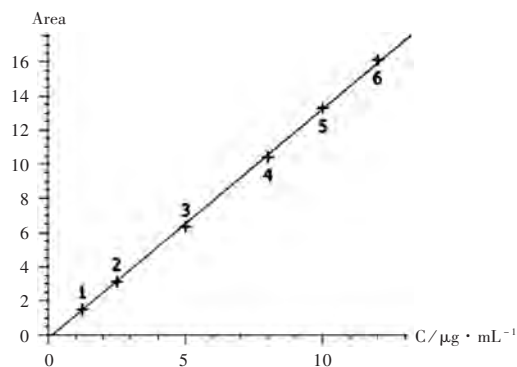


图1 环氧乙烷校正曲线

2.4 最低检测限确定

在拟订的测试条件下,通过稀释环氧乙烷标准液进行试验。当信噪比(S/N)为3:1时,确定环氧乙烷最低

检测限为0.15 μg/mL。

2.5 样品检测

预处理:取包装完好的口罩样品,拆开包装袋,取出口罩,暴露于超净工作台中,在超净工作台垂直流风最大风速下1,3,5,10,20 min计时。

制样:分别于1,3,5,10,20 min时在罩体中心随机取约1 g样品,剪成碎片,置20 mL顶空瓶中,加入5 mL纯化水,密闭,充分振摇。每次平行制备两组样本。

残留量测定:将制备好的顶空瓶样品,于(60 ± 1) °C下恒温保留40 min,用自动进样器进样。根据2.3项下校正曲线计算相应质量浓度,测定环氧乙烷残留量。结果见表1和图2。可见,环氧乙烷残留量检测值均在校正曲线范围内,且高于最低检测限。

表1 医用外科口罩垂直流风下放置不同时间的环氧乙烷残留量(μg/g)

批次	通风时间				
	1 min	3 min	5 min	10 min	20 min
1	18.6	8.3	6.6	1.9	1.4
2	25.3	11.2	5.6	2.5	1.9
3	19.8	10.3	6.7	3.1	2.2
4	22.6	10.7	4.9	2.2	1.9
5	23.8	12.4	7.1	3.8	2.7
6	37.8	20.9	11.7	4.8	1.4
7	40.2	23.8	10.6	5.7	1.8
8	37.6	19.9	9.3	6.1	2.7
9	39.2	19.6	10.1	4.9	1.5
10	39.4	22.7	10.8	5.5	1.8
$\bar{X}$	30.4	16.0	8.3	4.0	1.9

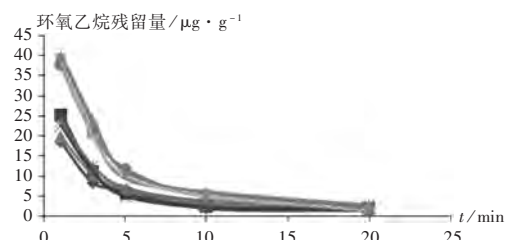


图1 口罩垂直流风下放置时间与环氧乙烷残留量的相关性

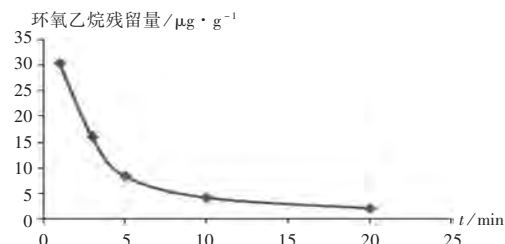


图2 口罩垂直流风下放置时间与环氧乙烷残留量平均值的相关性

3 讨论

分析测试数据,10批次的口罩在垂直流风下放置1 min后的环氧乙烷残留量在18.6 ~ 40.2 μg/g范围内,均超过《医用外科口罩》(YY 0469-2011)规定不