

药包材（预灌封注射器）中环氧乙烷的测定（第一法和第二法）

SGLC-GC-056

摘要：本文建立了药包材（预灌封注射器）中环氧乙烷的气相测定方法。结果表明，参照《药包材环氧乙烷测定法》公示稿中第二法的色谱条件，采用色谱柱 SH-624 分析药包材（预灌封注射器）中环氧乙烷，环氧乙烷峰形对称，理论塔板数大于 5000，且环氧乙烷与相邻杂质（如：乙醛）峰基线分离。此方法可为药包材（预灌封注射器）中环氧乙烷的测定提供参考。

关键词：药包材 预灌封注射器 环氧乙烷 SH-624 GC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

HS-10 顶空进样器；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）

色谱柱：SH-624（30 m，0.25 mm \times 1.4 μ m；P/N：R221-75863-30；S/N：1643391）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34002-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 对照品溶液的制备

混合对照品溶液（0.4 μ g/mL）：在 20 mL 顶空瓶中预先加入 5 mL 水，用微量注射器分别精密吸取环氧乙烷标准溶液母液（1 mg/mL，样品溶剂为甲苯）、乙醛标准溶液母液（1 mg/mL，样品溶剂为乙腈）适量，注入顶空瓶中，配成 0.4 μ g/mL 的对照品溶液，立即压盖密闭，摇匀。

混合对照品溶液（20 μ g/mL）：在 20 mL 顶空瓶中预先加入 5 mL 水，用微量注射器分别精密吸取环氧乙烷标准溶液母液（1mg/mL，样品溶剂为甲苯）、乙醛标准溶液母液（1 mg/mL，样品溶剂为乙腈）适量，注入顶空瓶中，配成 20 μ g/mL 的对照品溶液，立即压盖密闭，摇

匀。

1.3 供试品溶液的制备

吸入标示装量的水，在 $37^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 条件下恒温 1 小时得到供试品溶液。取 5 mL 供试品溶液于 20 mL 顶空瓶中，立即压盖密闭。

1.4 分析条件

色谱柱：SH-624 (30 m, 0.25 mm \times 1.4 μm ; P/N: R221-75863-30)

升温程序： 50°C (保持 10 min), $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 200°C (保持 7 min)

载气： N_2

进样口温度： 200°C

分流模式：分流 (10: 1)

控制模式：恒流模式

载气流速：1.5 mL/min

检测器：FID, 温度： 250°C

HS 条件：顶空瓶平衡温度为 60°C , 平衡时间为 40 min

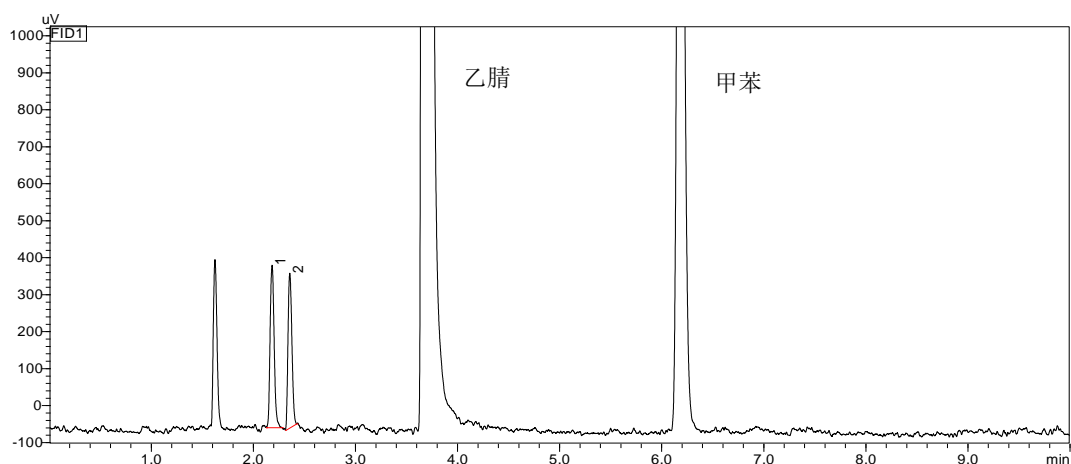
进样量：1 mL

2. 实验结果

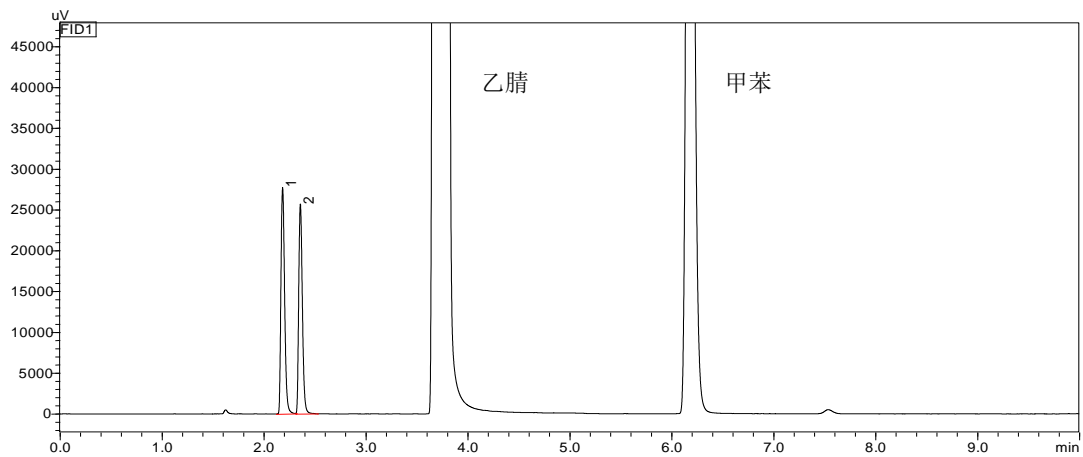
2.1 色谱图

按照上述色谱条件 (1.4) 进行采集，混合标准溶液色谱图如下：

混合对照品溶液 (0.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

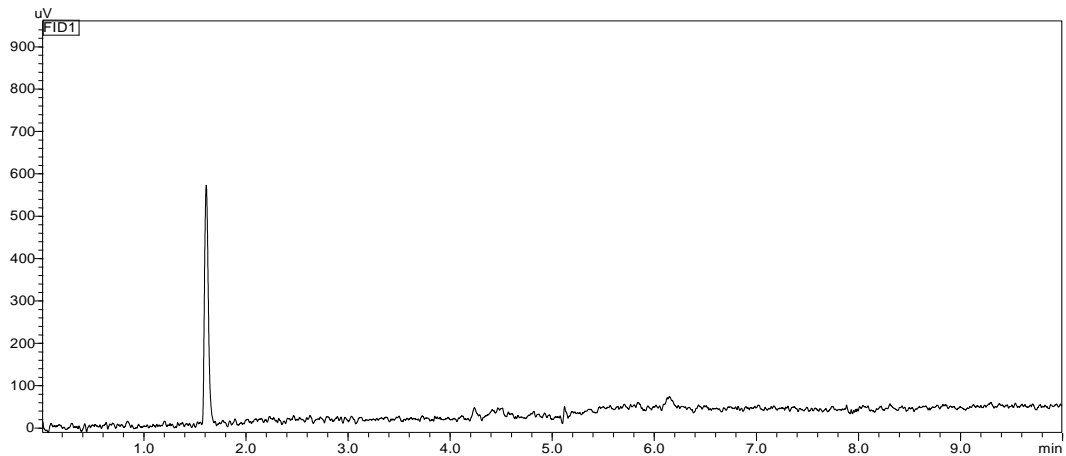


混合对照品溶液 (20 µg/mL)



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	乙醛	2.186	70215	27613	17236	1.281	--
2	环氧乙烷	2.360	64260	25646	20653	1.267	2.642

供试品溶液



混合对照品溶液重现性 (0.4 µg/mL)

目标物	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
环氧乙烷	2.34	2.339	2.34	0.02	754	756	774	1.44

2.2 线性范围

取 20 mL 顶空瓶 6 个，预先各加 5 mL 纯水，用微量注射器吸取一定体积的环氧乙烷标准溶液母液（1 mg/mL，样品溶剂为甲苯）分别注入各项空瓶中，立即压盖密封，配置成浓度分别为 0.4、1、2、5、10 和 20 $\mu\text{g/mL}$ 的环氧乙烷系列对照品溶液，进样分析。以目标物浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线。同样方法配置 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 对照品溶液，进样分析，以 3 倍信噪比（RMS）计算环氧乙烷的仪器检出限，环氧乙烷标准曲线见图 1，标准曲线相关系数以及检出限见表 1。

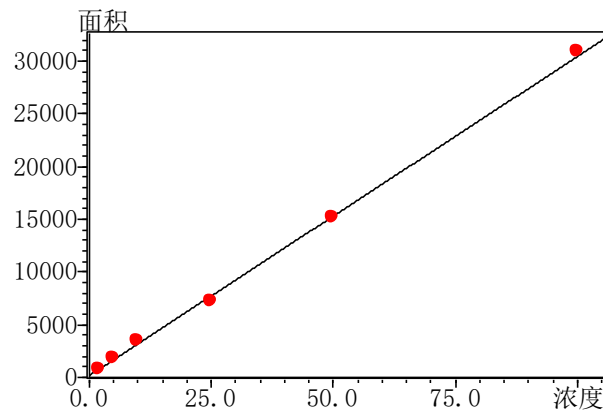


图 1. 环氧乙烷标准曲线

表 1. 环氧乙烷线性相关系数及仪器检出限

No.	化合物	标准曲线浓度范围 ($\mu\text{g/mL}$)	相关系数 R	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)
1	环氧乙烷	0.4、1、2、5、10、20	0.9994	0.02

3. 结论

本文建立了药包材（预灌封注射器）中环氧乙烷的气相测定方法。结果表明，参照《药包材环氧乙烷测定法公示稿》中第二法的色谱条件，采用色谱柱 SH-624 分析药包材（预灌封注射器）中环氧乙烷，环氧乙烷峰形对称，理论塔板数大于 5000，且环氧乙烷与相邻杂质（如：乙醛）峰基线分离。此方法可为药包材（预灌封注射器）中环氧乙烷的测定提供参考。