

使用G5气相色谱仪 分析防护用品中环氧乙烷含量

内容提要

摘要

实验部分

结果与讨论

结论

摘要

介绍了使用 HS-7 顶空进样器、G5 气相色谱仪分析环氧乙烷含量。采用 60°C 恒温 40min 顶空条件，KB-624 毛细管色谱柱进行测定，柱箱恒温 50°C，载气 1.5mL/min，结果显示所建立的标准曲线 1 ~ 10 μ g/mL 范围内线性关系可达到 0.999 以上，试验还论证了环境空气是产生环氧乙烷干扰峰的主要因素，适当条件下可通过氮气吹扫降低干扰，对比前后效果显著。

采用 GB/T14233.1-2008 《医用输液、输血、注射器具检验方法》第 1 部分：化学分析方法》外标法定量。



实验部分

实验所使用北京普析通用公司生产的 G5 气相色谱仪和 HS-7 顶空自动进样器，其中 G5 配制火焰离子化检测仪 (FID) 检测器，所使用的色谱柱购自郑州英诺高科有限公司，规格为 KB-624 (30m \times 0.32mm \times 1.8 μ m)，方法所使用的色谱条件参数，见表一。

表一. G5 气相色谱仪方法条件参数

参数	参数值
柱箱温度	恒温 50°C，保持 10 min.
载气	氮气 (纯度>99.999%)
载气流速	柱前压约 50kPa, 1.5mL/min ¹
进样口温度	200 °C
检测器温度	250 °C
氢气流量	旋钮圈数 4.8, 20 mL/min ²
空气流量	旋钮圈数 4.9, 150 mL/min ³
尾吹气 (N ₂)	旋钮圈数 4.5, 20 mL/min ⁴
分流模式	分流出口流量 7.5mL/min ⁵ ；相当于分流比 5:1

1 联接色谱柱后，用皂膜流量计测得尾气出口流速；2, 3, 4 可查 G5 气相色谱仪说明书附录气体流量表获得；5 用皂膜流量计测得分流出口流速。

表二. 顶空进样器条件参数

参数	参数值
样品温度	60°C
样品加热平衡时间	40min
烤箱温度	80°C
管路温度	90 °C
样品加压时间	20s
取样时间	15s
定量环平衡时间	5s
顶空压力	100kPa
进样时间	20s

试剂及耗材

环氧乙烷标准溶液：有客户提供，浓度为 5000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

顶空瓶：规格 25mL

工作溶液配制过程

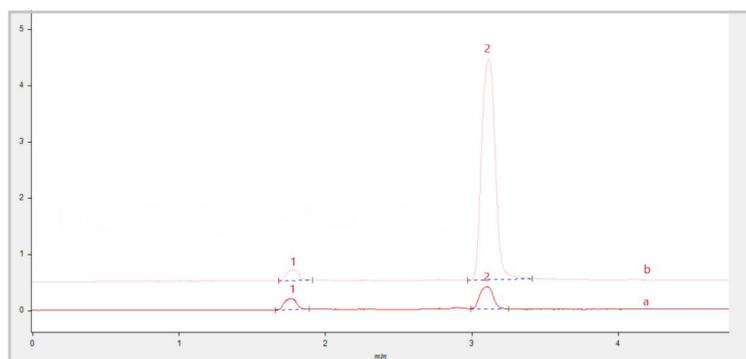
环氧乙烷 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准使用溶液，精确量取 0.2mL 环氧乙烷标准溶液加入 100mL 容量瓶，加水至刻度，摇匀备用。

1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 环氧乙烷标准溶液，在顶空瓶中分别精确加入超纯水 4.5mL、4mL、3mL、2mL、1mL、0mL，然后分别精确加入含 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 环氧乙烷 0.5mL、1mL、2mL、3mL、4mL、5mL 盖好顶空瓶盖，用压盖钳将瓶盖压紧，摇匀备用。

注意：加入标准溶液时，移液管应伸入到水液面以下，可有效防止环氧乙烷挥发。

色谱图及出峰位置

通过 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 两个浓度点进行出峰位置定性，如下图所示：



图一. 环氧乙烷出峰时间结果图

1 干扰峰；2 环氧乙烷；a 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；b 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$

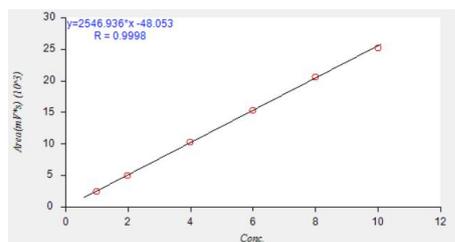
经标准溶液定性确定环氧乙烷出峰位置在 3.1min，1.8min 处有干扰峰出现，未对环氧乙烷产生影响。

标准曲线与线性

环氧乙烷标准溶液 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~ 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 峰面积响应值、校正曲线及线性如下：

表三. 环氧乙烷标准溶液 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 峰面积响应值

保留时间	峰高	响应值	校正因子	校正级别	浓度 $\mu\text{g}/\text{mL}$	化合物名称	化合物类型
3.103	0.393	2478.130	0.000404	1	1.0	环氧乙烷	目标化合物
3.109	0.768	4938.172	0.000405	2	2.0	环氧乙烷	目标化合物
3.117	1.575	10217.798	0.000391	3	4.0	环氧乙烷	目标化合物
3.120	2.391	15275.055	0.000393	4	6.0	环氧乙烷	目标化合物
3.101	3.177	20534.127	0.000390	5	8.0	环氧乙烷	目标化合物
3.117	3.922	25223.429	0.000396	6	10.0	环氧乙烷	目标化合物

图二.环氧乙烷标准溶液 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 校正曲线

经验证，采用外标法进行定量，

环氧乙烷线性范围为 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~ 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，线性良好，相关系数在 0.999 以上。

干扰峰导致线性差的问题

实验过程中还发现，环氧乙烷出峰时间 3.1min 前出现一个干扰峰，可造成线性达不到 0.99，为排查干扰峰产生原因，本试验进行了三个试验论证，包括

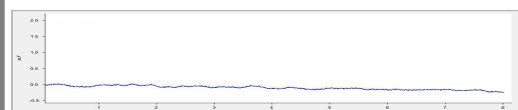
①直接进样空白试验、

②实验室环境空气与大气环境空气比对试验

③氮气吹扫顶空瓶试验，以探索并消除干扰峰的方法。

直接进样空白试验

拆卸下顶空进样仪，使用气相色谱仪运行程序，观察色谱峰谱图情况，确认是否由进样口端引起的干扰，色谱图如下：



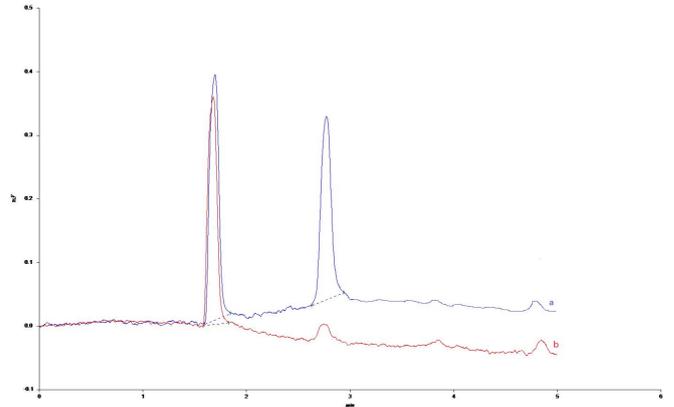
图三.气相色谱仪直接进样条件下色谱图

经验证，无明显干扰峰未出现，可排除由气相色谱仪进样口端带来的干扰峰影响。

实验室环境空气与大气环境空气比对试验

将顶空瓶放置在实验室环境空气及大气环境空气两种条件下，压紧顶空瓶盖，测试比较色谱峰情况。

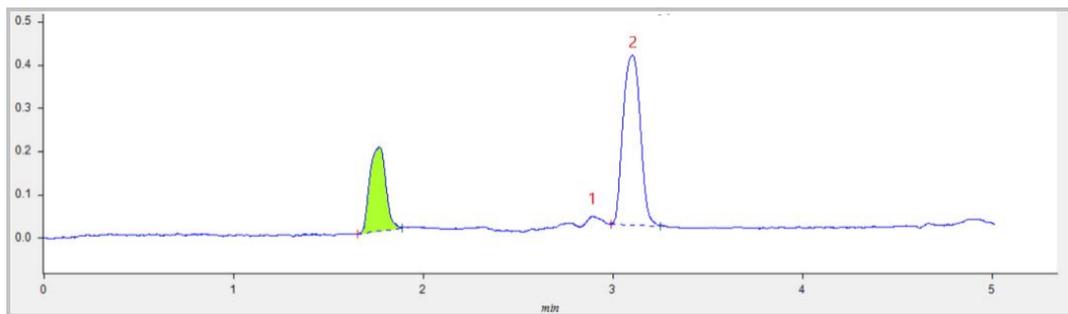
结果显示，2.77min 出现明显目标物干扰峰，且实验室空气明显高于大气空气的影响。



图四.两个空气条件下顶空瓶中气体测试结果
a 实验室空气环境;b 大气空气环境;

氮气吹扫顶空瓶试验

为解决实验室环境空气引入的干扰峰影响，一方面可以通过到洁净实验室开展试验来解决，另一方面本试验也尝试了通过使用氮气吹扫的方式，降低环境空气对顶空瓶内气体的影响，首先在向顶空瓶中加入环氧乙烷标准溶液前，先向顶空瓶内通入 2mL/min 氮气充气 30s，然后再向顶空瓶中迅速加入环氧乙烷标准溶液，最后压紧顶空瓶盖后测试，结果如下：



图五.2mL/min 氮气充气 30s 后环氧乙烷标准溶液谱图
1 干扰峰;2 环氧乙烷

由此可见，在一定条件下，氮气吹扫可以有效降低实验室环境空气对环氧乙烷干扰峰影响。

结果与讨论

详细介绍了环氧乙烷残留量试验过程，包括仪器参数、环氧乙烷标准配制过程等。试验还论证了实验室环境空气通过顶空瓶进入到气路中，从而影响环氧乙烷色谱峰分离的过程，实验室可通过自建方法降低干扰峰影响，以提升线性相关性满足法规要求。

结论

本例依照 GB/T 14233.1-2008《医用输液、输血、注射器具检验方法 第1部分：化学分析方法》，使用顶空气相色谱法测定环氧乙烷残留量，证实了实验室环境空气的干扰因素可通过向顶空瓶中通入 2mL/min 氮气充气 30s 方式去除，获得在 0.999 以上的线性关系。