

DB32

江苏省地方标准

DB32/T 4768—2024

聚氯乙烯医疗器械中常见荧光物质
识别及浸出量的测定

Identification and leaching amount determination of common
fluorescent substances in PVC-based medical devices

2024-05-16 发布

2024-06-16 实施

江苏省市场监督管理局 发布
中国标准出版社 出版

目 次

前言Ⅲ

1 范围1

2 规范性引用文件1

3 术语和定义1

4 原理1

5 通用要求1

6 测定方法1

附录 A(资料性) 示例图谱.....5

参考文献.....6

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由江苏省药品监督管理局提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：江苏省医疗器械检验所。

本文件主要起草人：郑涤新、俞森瀚、陈泱。

聚氯乙烯医疗器械中常见荧光物质 识别及浸出量的测定

1 范围

本文件描述了以聚氯乙烯为原料制成的医疗器械,在模拟实际使用条件下,对 OB、OB-1、OB-2、KSN、CBS-127、ER-1 六种常见荧光物质进行识别及浸出量的测定。

本文件中极限浸提法适用于心血管介入器械等高风险医疗器械,模拟浸提法适用于相对风险较低的医疗器械。

本文件不适用于医用输液器和输血器中荧光物质的识别及浸出量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

六种常见荧光物质(OB、OB-1、OB-2、KSN、CBS-127、ER-1)在 365 nm 波长的紫外线分析仪照射下,会产生蓝色或强蓝色荧光。配制这六种常见荧光物质对照液,采用高效液相色谱法,进行保留时间定性。建立工作曲线和回归方程,对检验液中的这六种常见荧光物质进行定量。

5 通用要求

5.1 室温,如无特殊规定,应为 10℃~30℃。

5.2 试验用水应符合 GB/T 6682 的要求。

5.3 所用容器如无特殊规定,应为硅硼酸盐玻璃容器。

5.4 所涉及的量取,应使用符合 GB/T 12808 的准确度要求的移液管量取。

6 测定方法

6.1 识别

6.1.1 仪器

三用紫外线分析仪,波长 365 nm。

6.1.2 观察

取聚氯乙烯医疗器械产品,在洁净的黑色背景上,在暗室里用 365 nm 波长的紫外线分析仪照射样品,观察是否有荧光(蓝色或强蓝色荧光),如有则记录发生荧光的部位,如无表示该产品中不含 OB、OB-1 等六种常见荧光物质。

6.2 测定

6.2.1 仪器与试剂

6.2.1.1 主要仪器如下:

- a) 高效液相色谱仪;
- b) 电热恒温水浴锅;
- c) 万分之一天平;
- d) 真空干燥箱;
- e) 超声波清洗器;
- f) 液体比重天平;
- g) 压力蒸汽灭菌器。

6.2.1.2 主要试剂如下:

- a) 荧光增白剂 OB,FWA184,CAS#7128-64-5,纯度 $\geq 95\%$;
- b) 荧光增白剂 OB-1,FWA393,CAS#1533-45-5,纯度 $\geq 95\%$;
- c) 荧光增白剂 OB-2,CAS# 2397-00-4,纯度 $\geq 95\%$;
- d) 荧光增白剂 KSN,FWA368,CAS#5242-49-9,纯度 $\geq 95\%$;
- e) 荧光增白剂 CBS-127,FP-127,FWA378,CAS#40470-68-6,纯度 $\geq 95\%$;
- f) 荧光增白剂 ER-1,FWA199,CAS#13001-40-6,纯度 $\geq 95\%$;
- g) 三氯甲烷,色谱纯;
- h) 甲醇,色谱纯;
- i) 0.9% 氯化钠注射液;
- j) 乙醇,色谱纯。

6.2.2 检验液制备

6.2.2.1 取样部位

取产品中经三用紫外线分析仪观察有荧光的部位,剪成约 1 cm 长碎片(或约 1 cm² 的片状物)。

6.2.2.2 模拟浸提法

以下为 4 种模拟浸提法,可根据临床使用实际情况选择相应的方法。

- a) 取样品,按 2 cm² 样品总表面积加 1 mL 的比例加水,以适当方法密封后,置于压力蒸汽灭菌器中,在 121 °C \pm 1 °C 加热 30 min,加热结束后将样品与液体分离。取检验液用 10 mL 三氯甲烷两次萃取,合并并转移至 25 mL 棕色容量瓶中,并定容。
- b) 取样品,按 0.2 g 样品加 1 mL 的比例加水,在 37 °C \pm 1 °C 条件下,浸提 72 h,将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。取检验液用 10 mL 三氯甲烷两次萃取,合并并转移至 25 mL 棕色容量瓶中,并定容。
- c) 取样品,按 0.2 g 样品加 1 mL 的比例加 0.9 % 氯化钠注射液,在 37 °C \pm 1 °C 条件下,浸提 72 h,将

样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。取检验液用 10 mL 三氯甲烷两次萃取,合并并转移至 25 mL 棕色容量瓶中,并定容。

- d) 取样品,按 0.2 g 样品加 1 mL 的比例加乙醇水混合液,在 37℃±1℃条件下,浸提 72 h,将样品与液体分离,冷至室温,作为检验液。将检验液放置于真空干燥箱 60℃±1℃蒸发至干,用 20 mL 三氯甲烷溶解,转移至 25 mL 棕色容量瓶中并定容。

注:乙醇水混合液采用密度为 0.93 g/mL~0.94 g/mL(20℃,用液体比重天平或精度相当的仪器配制)。

6.2.2.3 极限浸提法

取样品,按 1.0 g 样品加入 10 mL 三氯甲烷完全浸没样品,超声 15 min,将溶液转移到 25 mL 棕色容量瓶中,再加 10 mL 三氯甲烷继续超声 15 min,将溶液转移至容量瓶内,分别用少量的三氯甲烷洗涤样品 3 次,合并洗涤液至烧杯中,过滤定容至 25 mL,摇匀,作为检验液。

6.2.3 对照品溶液配制

6.2.3.1 通则

精密称取 6.2.1.2 中 6 种对照品各 10 mg 于 100 mL 容量瓶中,加入三氯甲烷超声溶解后定容,摇匀,配制成浓度分别为 100 mg/L 的混合对照品储备液。将混合对照品储备液稀释成质量浓度分别为 0.05 mg/L~10 mg/L 的系列混合对照品溶液。根据待测物实际含量选择合适的工作标准曲线范围。

6.2.3.2 高效液相色谱条件(推荐)

色谱条件如下:

- a) 色谱柱:十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱,或其他等效色谱柱;
- b) 柱温:25℃;
- c) 流速:1 mL/min;
- d) 检测波长:360 nm;
- e) 流动相:甲醇:水=96:4;
- f) 进样量:5 μL;
- g) 样品室温度:25℃。

注:也可采用其他经方法学验证的高效液相色谱条件。

6.2.4 荧光物质定性和定量分析

取 6.2.3 制备的对照品溶液,注入高效液相色谱仪,绘制浓度-峰面积标准曲线。取 6.2.2.2 或 6.2.2.3 制备的样品检验液(必要时浓缩,如采用氮吹、减压干燥等方法),同法进样分析。将检验液色谱图与对照品色谱图对比,以保留时间一致判定样品中所含的荧光物质种类。根据峰面积计算样品中所含的荧光物质含量。OB、OB-1 等六种常见荧光物质示例图谱见附录 A。

采用外标法,在液相色谱法下分别对照液和检验液进行分析。根据对照液建立的标准工作曲线及回归方程,并按公式(1)分别计算样品中 OB、OB-1 等六种常见荧光物质的浸出量,测定结果以 OB、OB-1 等六种常见荧光物质相对含量表示。

$$w=\rho V/m \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w——单位产品中六种常见荧光物质相对含量,单位为微克每克(μg/g)或微克每平方厘米(μg/cm²);

ρ——标准曲线上找出的检验液中六种常见荧光物质相应的质量浓度中相对含量,单位为微克每毫

升($\mu\text{g/mL}$)；

m ——样品的取样量,单位为克(g)或平方厘米(cm^2)；

V ——标准曲线上找出的检验液相应的体积,单位为毫升(mL)。

附录 A
(资料性)
示例图谱

图 A.1 给出了 OB、OB-1 等六种常见荧光物质示例图谱。

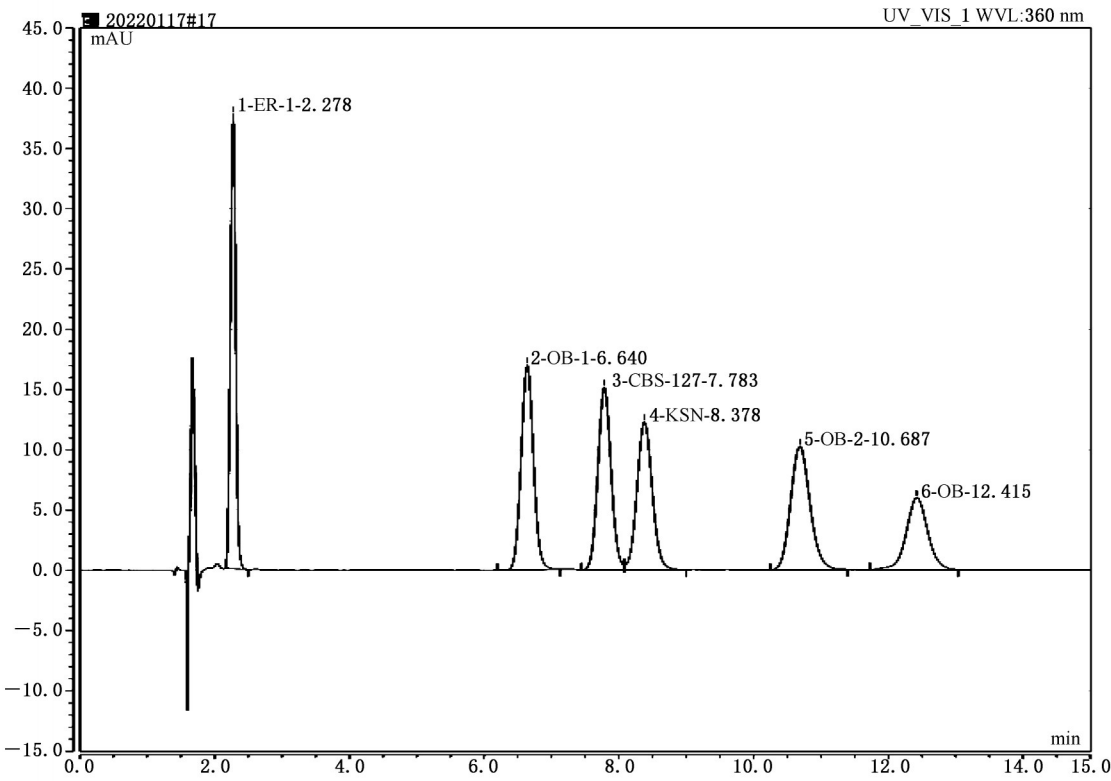


图 A.1 OB、OB-1 等六种常见荧光物质示例图谱

参 考 文 献

- [1] GB/T 14233.1 医用输液、输血、注射器具检验方法 第1部分:化学分析方法
 - [2] 中华人民共和国药典2020版(四部)
 - [3] 国家药监局关于发布聚氯乙烯输液输血器具中荧光物质识别及定量补充检验方法的公告(2017年第110号)
-