SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No.G336K

Gas Chromatography

헤드스페이스 GC법을 이용한 의료용구 중의 잔류 Ethylene Oxide 분석

의료용구의 멸균 방법으로는 Ethylene oxide(EOG)를 이용한 멸균이 있습니다. EOG 멸균 후, 의료용구의 잔류 Ethylene oxide(EO) 농도는 국제표준화기구 International Organization for Standardization(ISO) 10993-7:2008이나 ISO에 기초하여 제정된 일본공업규격 Japanese Industrial Standards(JIS) T0993-7:2012에 규정되어 있습니다. 규격에는 가스 크로마토그래피(GC)를 이용한 용매 추출 헤드스페이스(HS)-GC법과 용매 추출 GC법 등이 있습니다.

본고에서는 [K.4.4 에탄올에 의한 추출 및 에탄올 추출액의 헤드스페이스 가스 분석]을 참고하여 헤드스페이스 GC법에 의한 잔류 EO를 추출한 결과를 소개합니다.

N. Iwasa, Y. Saito

■ 장치구성과 분석조건

가스 크로마토그래프 Nexis™ GC-2030과 시마즈 헤드스페이스 가스 샘플러 HS-20를 연결하여 측정하였습니다. JIS T0993-7:2012를 참고하여 본 시험의 분석조건을 설정하였습니다. GC 분석 조건을 표 1에, HS-20 분석 조건을 표 2에 나타냅니다.

표1 GC 분석조건

Model	: Nexis™ GC-2030
Detector	: FID-2030
Headspace Sampler	: HS-20)
Column	: SH-Stabilwax (0.53 mm ID X 30 m, d.f.=2.00 um)
Column Temp.	: 40 ℃(5 min)-30 ℃/min-200 ℃(20 min) Total 30.30 min
Injection Mode	: Split 1:20
Carrier Gas Control	: 선속도(N_2)
Linear Velocity	: 30 cm/sec
Detector Temp.	: 250 ℃
Detector Gas	: H_2 32 mL/min, Air 200 mL/min
Make up	: 24 mL/min(N_2)
Injection Volume	: 1 mL

표2 HS-20 분석조건

Oven Temp.	: 70 ℃
Sample Line Temp.	: 75 ℃
Transfer Line Temp.	: 75 ℃
Vial Volumn	: 10 mL
Vial Stirring	: 3
Vial Heat R.T.	: 표준시료) 30 min 실제시료) 180 min
Vial Pressurization	: 1 min
Vial Pressure	: 100 kPa
Loading Time	: 1 min
Needle Flush Time.	: 8 min

■ 표준시료의 조제 및 실제 시료의 준비

JIS T 0993-7:2012를 참고하여 표준시료의 조제 및 실제시료의 준비를 하였습니다.

표준시료로 100 μg/mL EO용액과 100 μg/mL 프로필렌 옥사이드 용액(내부표준물질)을 준비하고, EO농도는 0.4 μg/mL, 0.8 μg/mL, 1.2 μg/mL, 1.6 μg/mL, 2.0 μg/mL로 면적 내부표준물질인 PO농도는 0.5 μg/mL가 되도록 시료를 희석하였습니다. 조제한 표준시료를 10 mL 헤드 스페이스 바이얼에 5 mL씩 봉입하였습니다.

실제 시료에는 시트 형태의 시료 중 EOG 멸균된 반창고와 튜브 형태의 시료 중 EOG 멸균된 흡인 Katheter를 사용하였습니다. 추출용액으로 100 μg/mL PO 용액을 에탄올로 희석한 0.5 μg/mL PO 용액을 준비하였습니다. 시트 형태의 시료(반창고)는 10 mm 사방에, 튜브 상태의 시료(흡인 Katheter)는 5mm 길이로 잘게 잘라 약 0.5g을 10 mL 바이얼에 넣고 0.5 μg/mL PO 용액을 5mL 추가하여 봉입하였습니다.

■ 표준시료의 크로마토그램과 검량선

표준시료의 크로마토그램을 그림 2에, 검량선을 그림 3에, 측정결과를 표 3에 나타냅니다.

정밀도에 관해서는 JIS T 0993-7:2012에 다음과 같이 기재되어 있습니다.

▪ EO와 PO의 분리도가 2.0 이상이어야 한다.
▪ 테일링 팩터가 EO 피크에 대해 1.8 이하여야 한다.
▪ 검량선의 상대 편차(RSD)는 이용한 표준의 범위에 대하여 5%를 넘지 않는 것이 바람직하다.
▪ EO 피크면적의 %RSD는 이용되는 표준액의 범위에 대하여 5%를 넘지 않는 것이 바람직하다.
▪ 검량선의 최소 상관계수는 0.95인 것이 바람직하다.

표준시료의 측정결과에서 상기 기준을 충족하고 양호한 분석결과를 얻을 수 있었습니다.

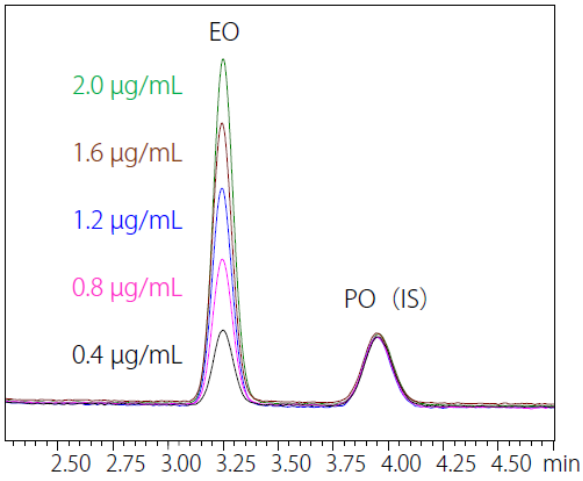

그림 2 표준시료의 크로마토그램

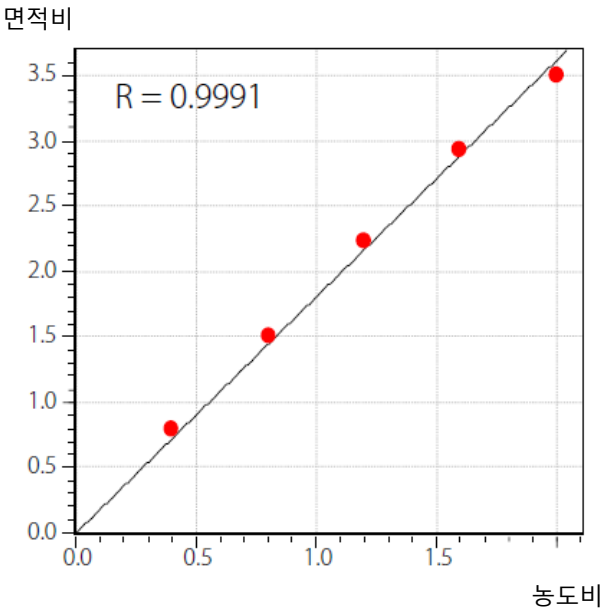

그림 3 검량선

표 3 표준시료의 시스템 적합성(n=6)

농도(ug/mL)	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0
평균면적값	2930	5614	8324	11054	13433
면적값%RSD	2.285	0.948	1.560	1.130	3.435
평균면적비	0.786	1.508	1.560	1.130	3.435
면적비%RSD	1.686	1.652	1.223	0.695	2.034
분리도	3.393	3.380	3.384	3.372	3.371
Tailing계수	1.058	1.058	1.052	1.050	1.051
검출한계(ug/mL)	0.048	0.049	0.048	0.048	0.049
정량한계(ug/mL)	0.159	0163	0.161	0.162	0.162

■ 실제시료의 크로마토그램과 정량값

실제 시료인 반창고 및 흡인 Katheter의 크로마토그램을 그림 4에, 각각의 실제 시료 0.5 g 중 EO의 정량값을 표 4에 나타냅니다.

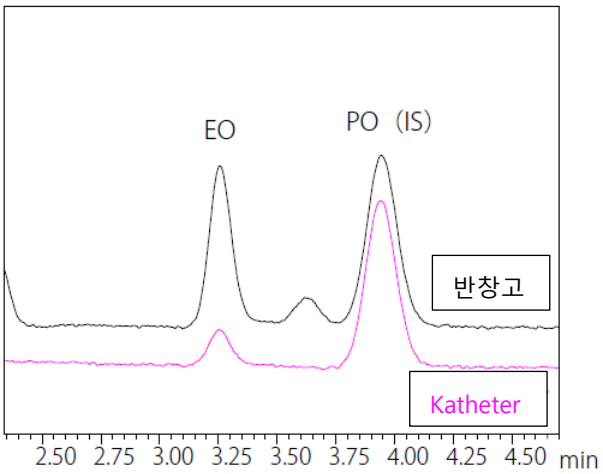

그림 4 실제시료의 크로마토그램

표 4 실제시료 0.5 g 중의 EO의 정량치 (ug)

	반창고	Katheter
데이터 1	1.987	0.370
데이터 2	2.026	0.412
데이터 3	1.903	0.378
평균	1.972	0.378

■ 고찰 및 정리

JIS T0993-7:2012를 참고하여 헤드스페이스 GC법에 따라 의료용구 중 잔류 Ethylene oxide(EOG) 분석을 실시한 결과, 양호한 분석결과를 얻었습니다.

GC-2030 + HS-20 시스템은 JIS T0993-7:2012에서 요구하는 사항을 충분히 충족하였습니다.

본 사 TEL.02)540-5541 FAX.02)541-2163 대전사무소 TEL.042)864-1161 FAX.042)864-1164 부산사무소 TEL.051)301-5400 FAX.051)301-5405 광주사무소 TEL.062)263-1293 FAX.062)263-1295
서울사무소 TEL.02)540-5061 FAX.02)3442-6737 대구사무소 TEL.053)746-5541 FAX.053)746-5560 울산사무소 TEL.052)249-5541 FAX.052)249-2163 전주사무소 TEL.063)273-5540 FAX.063)273-5547
기술연구소 TEL.02)540-5960 FAX.02)540-5980 천안사무소 TEL.041)910-5670 FAX.041)910-5672 여수사무소 TEL.061)921-5542 FAX.061)921-5543 스 펙 크 롬 TEL.02)540-0078 FAX.02)540-1278