



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0926—2014

聚氯乙烯医疗器械中邻苯二甲酸二 (2-乙基己基)酯(DEHP)的定量分析

Quantitative analysis of DEHP in PVC medical devices

2014-06-17 发布

2015-07-01 实施

国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家食品药品监督管理总局提出。

本标准由全国医用输液器具标准化技术委员会(SAC/TC 106)归口。

本标准起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心。

本标准主要起草人：许凯、郭伦、骆红宇。

引 言

邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)是制造医疗器械的聚氯乙烯(PVC)材料中比较常用的增塑剂之一。它可以提高塑料的柔软性和耐寒性,降低软化温度,改善加工性能。

本标准的技术内容参考了 2010 年版《欧洲药典》的有关方法,通用试验方法及原理采用《中华人民共和国药典》2010 年版。

聚氯乙烯医疗器械中邻苯二甲酸二 (2-乙基己基)酯(DEHP)的定量分析

1 范围

本标准给出了聚氯乙烯医疗器械中 DEHP 含量测定的方法。先采用薄层色谱法进行定性,再采用紫外分光光度法进行定量。

注:也可采用其他适宜的方法,但需经必要的方法学验证。

本标准适用于使用 DEHP 为增塑剂的医用聚氯乙烯制造的器械。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

中华人民共和国药典 2010 年版(二部)

3 原理

用乙醚在冷凝回流装置中对样品中 DEHP 进行提取,对提取液蒸干后用甲苯定容,用《中华人民共和国药典》2010 年版二部给出的薄层色谱法将样品中 DEHP 与其他组分分离并进行定性,将样品取下用乙醚复溶、过滤,滤液蒸干后用无水乙醇定容,采用紫外分光光度法测定 DEHP 含量。

4 试剂和溶液制备

4.1 乙醚

分析纯。

4.2 甲苯

分析纯。

4.3 无水乙醇

分析纯。

4.4 DEHP 标准品

纯度不低于 99.0 % (CAS 号:117-81-7)。

4.5 DEHP 参比溶液(2 mg/mL)

精密称取 DEHP 标准品 20 mg,用甲苯溶解并稀释至 10 mL。

4.6 DEHP 标准储备液(2 mg/mL)

精密称取 DEHP 标准品 20 mg,用无水乙醇溶解并稀释至 10 mL。

4.7 DEHP 标准溶液

4.7.1 标准溶液 A:精确量取 DEHP 标准储备液 100 μL 至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释定容 (DEHP 含量: 2 $\mu\text{g/mL}$)。

4.7.2 标准溶液 B:精确量取 DEHP 标准储备液 200 μL 至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释定容 (DEHP 含量: 4 $\mu\text{g/mL}$)。

4.7.3 标准溶液 C:精确量取 DEHP 标准储备液 500 μL 至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释定容 (DEHP 含量: 10 $\mu\text{g/mL}$)。

4.7.4 标准溶液 D:精确量取 DEHP 标准储备液 1 000 μL 至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释定容 (DEHP 含量: 20 $\mu\text{g/mL}$)。

4.7.5 标准溶液 E:精确量取 DEHP 标准储备液 2 000 μL 至 100 mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释定容 (DEHP 含量: 40 $\mu\text{g/mL}$)。

5 仪器和装置

5.1 薄层色谱板:TLC 硅胶 GF254 薄层板,涂层厚度 0.2 mm ~0.25 mm,规格 10 cm $\times$ 20 cm。

5.2 微量定量点样器:5 μL 微量点样器,应能使点样位置正确,集中。

5.3 展开容器:应使用适合薄层板大小的玻璃制薄层色谱展开缸,并有严密的盖子,底部应平整光滑。

5.4 检视装置:波长为 254 nm 紫外灯。

5.5 冷凝回流装置。

5.6 恒温水浴装置。

5.7 紫外分光光度计。

6 试验步骤

6.1 试样制备

如果需要,使用前将供试材料切割成长度不大于 1 cm 长的段,称量并记录样品质量(m)。

6.2 点样液制备

按 0.1 g 样品加 10 mL 的比例加入乙醚,放入冷凝回流装置中加热回流 8 h,将样品与液体分离,冷却至室温,作为检验液 A。

精确量取 50 mL 检验液 A,水浴蒸干,将残余物用甲苯再次溶解,定容至 100 mL,即得检验液 B。

6.3 点样

使用微量定量点样器在薄层色谱板上将检验液 B 并排点 10 个点,每个点点样量为 5 μL ,样点直径不超过 3 mm,点样基线距薄层板底边 30 mm。

同样,取 DEHP 参比溶液,在同一基线上点样,作为对照。

6.4 展开

在展开缸中,以甲苯为展开剂,展开至展距约为 15 cm,取出薄层板,小心干燥。

6.5 显色

在 254 nm 紫外光下对样品进行定性鉴别,根据 DEHP 参比溶液显色位置,在 254 nm 紫外灯下确

定对应样品溶液中 DEHP 显色区域。

6.6 提取 DEHP

划定薄层色谱板上样品的显色区域,将样品连同硅胶颗粒一同刮下,用 10 mL 乙醚洗涤刮取物,过滤。重复洗涤 3 次,合并滤液,将滤液水浴蒸干。然后精确加入 5 mL 无水乙醇将蒸干的残余物复溶,即得检验液 C。

硅胶板上空白处取下的与所取样品区域面积相同的硅胶颗粒,重复上述洗涤、蒸干、复溶操作,所得溶液作为空白对照液。

6.7 紫外(UV)吸收测定

用 1 cm 比色皿以无水乙醇为参比,在 225 nm 处测定不同浓度的 DEHP 标准溶液的吸光度,相对于浓度作标准曲线。测定检验液 C 和空白对照液的吸光度,检验液扣除空白对照液吸光度值后在标准曲线上查出相应浓度,计算 DEHP 的含量。

7 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 试验样品的识别;
 - b) 本标准的编号;
 - c) 试验结果;
 - d) 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
聚 氯 乙 烯 医 疗 器 械 中 邻 苯 二 甲 酸 二
(2-乙 基 己 基) 酯 (DEHP) 的 定 量 分 析
YY/T 0926—2014

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 市 朝 阳 区 和 平 里 西 街 甲 2 号 (100029)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)

网 址 www.spc.net.cn

总 编 室 : (010)64275323 发 行 中 心 : (010)51780235

读 者 服 务 部 : (010)68523946

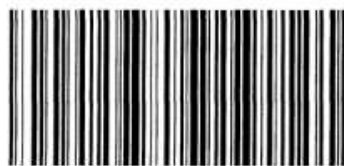
中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.5 字 数 6 千 字
2014 年 11 月 第 一 版 2014 年 11 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 2-27569 定 价 16.00 元



YY/T 0926-2014

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68510107