附件

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

（BJX 201701）

1 范围

本方法规定了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。

本方法适用于聚氯乙烯（PVC）原料制成的输液输血器具。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 通则

3.1本方法中的室温，如无特殊规定，应为10℃～30℃。

3.2 本方法中试验用水应符合GB/T 6682的要求。

3.3本方法中所用容器如无特殊规定，应为硅硼酸盐玻璃容器。

3.4 本方法中所涉及的量取，应使用符合相应国家标准规定的准确度要求的移液管量取。

4 测定方法

4.1 概述

采用紫外线分析仪观察法和高效液相色谱法检测聚氯乙烯医疗器械中的荧光增白剂。由于荧光增白剂的紫外吸收范围为300 nm～400 nm之间，且灵敏度较高，因此使用紫外线分析仪观察法（4.2）在365nm波长下观察样品是否有荧光。对于有荧光的样品，可采用高效液相色谱法（4.3），必要时采用半制备色谱法（4.4）进一步对荧光增白剂的种类进行识别及其含量测定。

4.2 紫外线分析仪观察法

4.2.1 仪器

三用紫外线分析仪，波长365nm。

4.2.2 试验方法

取样品，在洁净的黑色背景上，在暗室里用365nm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），并记录发生荧光的部位。

4.3 高效液相色谱法

4.3.1 仪器与试剂

4.3.1.1 仪器

高效液相色谱仪，带馏分收集器。

4.3.1.2 试剂

a）三氯甲烷，色谱纯，CAS# 67-66-3；

b）荧光增白剂OB，FWA184，CAS# 7128-64-5；

c）荧光增白剂OB-1，FWA393，CAS# 1533-45-5；

d）荧光增白剂OB-2，CAS# 2397-00-4；

e）荧光增白剂KSN，FWA368，CAS# 5242-49-9；

f）荧光增白剂CBS-127，FP-127，FWA378，CAS# 40470-68-6；

g）荧光增白剂ER-1，FWA199，CAS# 13001-40-6。

注：以上所列6种为塑料制品中常见荧光剂。

4.3.2 检验液制备方法

取样品中经紫外线分析仪观察有荧光的部位，如输液器中的管路、滴斗、静脉针软管部分。分别切成约0.5cm长的段，各精密称取1.0g放入50mL玻璃锥形瓶中，加入10mL三氯甲烷，使之完全浸没样品，超声浸提15min，将溶液转移至25 mL棕色容量瓶中，再加10 mL三氯甲烷继续超声浸提15 min，将溶液转移至同一容量瓶中，分别用少量三氯甲烷洗涤样品三次，合并洗涤液至容量瓶中，用三氯甲烷定容至刻度，摇匀，得到检验液。取1.0 mL检验液，用0.22 μm滤膜过滤后，得到样品检验液。

4.3.3 对照品溶液配制

分别取4.3.1.2中6种荧光增白剂对照品各约10mg，精密称定，置100mL棕色容量瓶中，加入三氯甲烷超声溶解后定容，摇匀，配制成浓度为100 mg/L的混合对照品储备液。将混合对照品储备溶液稀释成质量浓度分别为0.05mg/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。

4.3.4 高效液相色谱条件（推荐）

4.3.4.1色谱柱，ZORBAX Eclipse XDB-C18色谱柱

（4.6mm×150mm，5μm），或其他等效色谱柱。

4.3.4.2 柱温，25℃；样品室温度：5℃

4.3.4.3 流速，1mL/min；

4.3.4.4 检测波长，360nm；

4.3.4.5 流动相，甲醇：水= 96:4，进样量：5 μL。

4.3.5 系统适应性试验

4.3.5.1 分离度取4.3.1.2中6种荧光增白剂对照品适量，加三氯甲烷超声溶解，用三氯甲烷稀释制成质量浓度为1 mg/L的混合溶液，取5μL注入液相色谱仪，记录色谱图，6种对照品的色谱峰与相邻色谱峰之间的分离度应大于1.5。

4.3.5.2 灵敏度取4.3.1.2中6种荧光增白剂对照品适量，加三氯甲烷超声溶解，用三氯甲烷稀释制成质量浓度为0.05mg/L的混合溶液，取5μL注入液相色谱仪，记录色谱图，6种对照品的色谱峰信噪比（S/N）均应大于3:1。

4.3.6 荧光剂种类识别及其含量测定

取4.3.3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4.3.2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，以保留时间一致性判定样品中所含的荧光剂种类。根据峰面积计算样品中所含的荧光剂含量。图1给出了6种荧光剂的典型色谱图。



图1 6种荧光剂典型色谱图示例

4.4 未知荧光剂识别方法

若通过紫外线分析仪观察发现有荧光，且在上述推荐色谱条件下发现其他未知峰时，可采用高效液相色谱仪馏分收集装置对未知物进行馏分收集（必要时浓缩），先将收集液（约1.5mL）置于2mL样品瓶中，平放于紫外线分析仪黑色背景下，在365 nm波长下观察是否是荧光。若经紫外线分析仪法确认该未知峰为荧光物且需要对该荧光物进行定性定量分析时，可采用其他手段进一步分析收集液中所含荧光物质的种类，并采用经方法学验证的分析方法测定其含量。

起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心

复核单位：湖南省医疗器械检验检测所

江苏省医疗器械检验所