



中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T XXXXX—XXXX

人类辅助生殖技术用医疗器械 辅助生殖用液中二甲基亚砷的测定

Medical devices for human assisted reproductive technology- Determination of
dimethyl sulfoxide in human assisted reproductive media

(草案)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发 布

目 次

目 次	II
前 言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法一：液相色谱法	1
5 方法二：气相色谱法	3

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。

本文件由国家药品监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

人类辅助生殖技术用医疗器械 辅助生殖用液中二甲基亚砆的测定

1 范围

本文件规定了用高效液相色谱法、气相色谱法测定辅助生殖用液中二甲基亚砆含量的方法。

本文件适用于含二甲基亚砆的辅助生殖用液。

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

YY/T 0995 人类辅助生殖技术用医疗器械 术语和定义

3 术语和定义

YY/T 0995界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法一：液相色谱法

4.1 原理

试样经过高效液相色谱柱分离，用示差折光检测器检测，外标法进行定量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 除非另有规定，本方法使用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2.2 乙腈，色谱纯。

4.2.3 二甲基亚砆对照品（ C_2H_6OS ，CAS 号：67-68-5）：经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.3 对照品溶液配制

4.3.1 二甲基亚砆对照品储备液

精密称取二甲基亚砆对照品约 0.50g，置 10mL 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，制成浓度为 50mg/mL 的储备液，置于 4℃密封保存。

4.3.2 二甲基亚砷对照品工作液

分别吸取二甲基亚砷对照品储备液 1000 μ L、500 μ L、250 μ L、100 μ L、50 μ L 于 10mL 容量瓶中，加水定容至刻度，制成浓度分别为 5mg/mL、2.5mg/mL、1.25mg/mL、0.50mg/mL、0.25mg/mL 的对照品系列工作液。

注：若需要，可根据供试品实际情况调整线性范围。

4.4 仪器和设备

高效液相色谱仪，配示差折光检测器。

电子天平，精度为 0.0001g。

涡旋振荡器。

水系微孔过滤器：0.45 μ m；

常用玻璃量器：A 级。

4.5 供试品溶液制备

精密移取一定量样品，加水稀释至合适浓度，混匀，经过 0.45 μ m 微孔滤膜至样品瓶中，供液相色谱分析。

4.6 分析步骤

4.6.1 参考色谱条件

液相色谱柱：H 型磺化交联聚苯乙烯聚合物基质或离子排阻色谱柱。

流动相：稀硫酸（取 0.1015mL H₂SO₄ 用纯化水定容至 1L）；

流动相流速：0.6 mL/min；

柱温：30℃；

进样量：20 μ L；

示差折光检测器条件：温度 30℃；

4.6.2 标准曲线的制作

将二甲基亚砷对照品系列工作液依次按上述色谱条件上机测定，记录色谱图峰面积或峰高，以峰面积或峰高为纵坐标，以对照品系列工作液浓度为横坐标，采用线性方程绘制标准曲线，曲线线性相关系数 r 应不低于 0.995。

4.6.3 供试品溶液的测定

将供试品溶液注入高效液相色谱仪中，记录峰面积或峰高，从标准曲线中查得供试品溶液中二甲基亚砷的浓度，可根据具体样品进行稀释（ f ）。

4.7 结果计算与表示

4.7.1 结果计算

培养用液中二甲基亚砷的含量按式（1）计算：

$$C=C_1 \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C —辅助生殖用液中二甲基亚砷的含量，单位为毫克每升（mg/mL）；

C_1 —供试品溶液中二甲基亚砷的含量，单位为毫克每升（mg/mL）；

f —培养用液稀释倍数。

4.7.2 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.7.3 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

5 方法二：气相色谱法

5.1 原理

试样经过气相色谱柱分离，用氢火焰离子化（FID）检测器检测，外标法进行定量。

5.2 试剂和材料

5.2.1 除非另有规定，本方法使用试剂均为分析纯。

5.2.2 丙酮，色谱纯。

5.2.3 二甲基亚砜对照品（ C_2H_6OS ，CAS 号：67-68-5）：经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3 对照品溶液配制

5.3.1 二甲基亚砜对照品储备液

精密称取二甲基亚砜对照品约 0.15g，置 100mL 量瓶中，加丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀，制成浓度为 1.5mg/mL 的储备液，密封保存。

5.3.2 二甲基亚砜对照品工作液

分别吸取二甲基亚砜对照品储备液 10mL、8mL、5mL、2mL、1mL 于 10mL 容量瓶中，加丙酮定容至刻度，制成浓度分别为 1.50mg/mL、1.20mg/mL、0.75mg/mL、0.30mg/mL、0.15mg/mL 的对照品系列工作液。

注：若需要，可根据供试品实际情况调整线性范围。

5.4 仪器和设备

气相色谱仪，配备液体进样器、氢火焰离子化（FID）检测器。

电子天平，精度为 0.0001g。

涡旋振荡器。

常用玻璃量器：A 级。

5.5 供试品溶液制备

精密移取一定量样品，加丙酮稀释至合适浓度，混匀，至样品瓶中，供气相色谱分析。

5.6 分析步骤

5.6.1 参考色谱条件

气相色谱柱：聚乙二醇 20M（或极性相似）为固定液的毛细管柱（30m×0.32mm×0.5μm）；

柱温：采用程序升温，40℃，维持3min，以15℃/min升温至220℃，维持3min；
 进样口温度：250℃；
 检测器温度：250℃；
 载气流速（氮气，纯度≥99.999%）：2mL/min；
 氢气流量：40mL/min；
 空气流量：400mL/min；
 分流比：20:1；
 进样量：1μL。

5.6.2 标准曲线的制作

将二甲基亚砒对照品系列工作液依次按上述色谱条件上机测定，记录色谱图峰面积或峰高，以峰面积或峰高为纵坐标，以对照品系列工作液浓度为横坐标，采用线性方程绘制标准曲线，曲线线性相关系数 r 应不低于0.995。

5.6.3 供试品溶液的测定

将供试品溶液注入气相色谱仪中，记录峰面积或峰高，从标准曲线中查得供试品溶液中二甲基亚砒的浓度，可根据具体样品进行稀释（ f ）。

5.7 结果计算与表示

5.7.1 结果计算

培养用液中二甲基亚砒的含量按式（1）计算：

$$C=C_1 \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C —辅助生殖用液中二甲基亚砒的含量，单位为毫克每升（mg/mL）；

C_1 —供试品溶液中二甲基亚砒的含量，单位为毫克每升（mg/mL）；

f —培养用液稀释倍数。

5.7.2 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.7.3 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。