



团 体 标 准

T/ CAMDI 078—2022

医用聚氨酯材料中残留 1,4-丁二醇 (BDO) 单体测定 气相色谱-质谱法 (GC-MS)

Test method for residual of 1,4-Butanediol from medical polyurethane materials gas
chromatography mass spectrometry method

2022 - 08 - 04 发布

2022 - 09 - 01 实施

中国医疗器械行业协会

发布

目 次

前言.....	II
引言.....	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 通则.....	1
5 试验方法.....	1
6 试验报告.....	2

CAMDI

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这些专利的责任。

本文件由中国医疗器械行业协会医用高分子制品专业分会提出。

本文件由中国医疗器械行业协会医用高分子制品专业分会标准化技术管理委员会归口。

本文件起草单位：中国科学院长春应用化学研究所、威海洁瑞医用制品有限公司、威高集团有限公司、万华化学集团股份有限公司、江西省医疗器械检测中心、浙江伏尔特医疗器械股份有限公司。

本文件主要起草人：石恒冲、栾世方、张鹏翔、闫顺杰、陈卓、刘婷婷、苏卫东。

引 言

医用聚氨酯可分为聚酯型和聚醚型，主要有聚酯/聚醚多元醇、异氰酸酯、扩链剂、各类助剂（抗氧剂、润滑剂）等制备得到。医用聚氨酯材料具有优良的生物相容性、可黏合性和抗血栓性，同时还具有优良的力学性能，可广泛应用于人工心脏、肾脏、人造皮肤、绷带、辅料、药物控释、介入治疗导管、计划生育用品等。在医用聚氨酯合成过程中通常引入单体 1,4-丁二醇作为扩链剂，上述引入的单体 1,4-丁二醇可能在聚氨酯中存在残留或聚氨酯原料在加工成型中分解产生的 1,4-丁二醇。

多种分析方法可用于测定医用聚氨酯材料中残留的 1,4-丁二醇（BDO）单体的测定，典型的方法包括气相色谱法（GC）、气相色谱/质谱仪联用法（GC/MS）等。本文件以 GC/MS 作为基本方法，并给出试验程序。

CAMDI

医用聚氨酯材料中残留 1,4-丁二醇 (BDO) 单体测定 气相色谱-质谱法 (GC-MS)

1 范围

本文件描述了医用聚氨酯材料中残留的 1,4-丁二醇 (以下简称 BDO) 单体的测定方法。本文件适用于以 BDO 等单体为合成原料的医用聚氨酯材料的残留 BDO 单体的测定。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 通则

4.1 本文件中的室温,是指 10℃~30℃。

4.2 本文件所用容器,如无特殊规定,应为硅硼酸盐玻璃容器。

5 试验方法

5.1 原理

医用聚氨酯材料中 BDO 用混合溶剂提取,提取液过滤后,用气相色谱-质谱联用仪测定,采用选择离子监测扫描模式 (SIM),用化合物的保留时间和特征碎片的质荷比定性,外标法定量。

5.2 试剂

BDO (纯度 \geq 99%, CAS:110-63-4), N,N-二甲基甲酰胺 (色谱纯, CAS:68-12-2), 氯仿 (色谱纯, CAS:67-66-3)。

5.3 仪器和设备

5.3.1 设备与仪器

气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS): EI 源, 电子分析天平, 数控超声波清洗器。

5.3.2 气相色谱-质谱参考条件

- a) 色谱柱: 键合/交联聚乙二醇固定相石英毛细管柱 30m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m, 或相当色谱柱;
- b) 色谱条件: 进样口温度 220℃; 载气: 高纯氮 (纯度 \geq 99.999%); 柱流量: 1.0 mL/min, 恒流模式; 进样量: 1 μ L; 进样方式: 不分流; 升温程序: 80℃ (保持 2 min), 以 10℃/min 升

温至 240 °C，保持 4 min；

- c) 质谱条件：检测器温度：230 °C，离子源温度：230 °C，四极杆温度：150 °C，电离方式：EI 电离，电离能量：70 eV，溶剂延迟时间：8.5 min；扫描方式：SIM 模式，定性定量离子选择： m/z 71、 m/z 42。

5.4 供试液的制备

5.4.1 混合溶剂制备：量取 N,N-二甲基甲酰胺 500 mL，氯仿 500 mL 置于玻璃容器中混合待用。

5.4.2 供试液的制备：取同一批号供试品 0.1 g，精确称重（精确到 0.0001 g），置于 10 mL 容量瓶中，加入适量混合溶剂，超声至完全溶解，冷却至室温，定容至刻度，待用。根据供试品实际用量，可按 0.1 g 加 10 mL 的比例加混合溶剂调整取样量。

5.5 标准液

取供试品 0.1 g，精确称重（精确到 0.0001 g）

置于 100 mL 容量瓶中，加混合溶剂定容，制备浓度为 1.00 mg/mL 的标准储备溶液，置于 4 °C 冰箱保存待用。利用混合溶剂对储备溶液采用逐级稀释法配制质量浓度分别为 50 µg/mL、20 µg/mL、10 µg/mL、2.5 µg/mL 和 1 µg/mL 的系列标准液。

5.6 测定与结果分析

5.6.1 标准液和供试液测定

分别取配制好的系列标准液和供试液进样分析，利用峰面积和浓度建立工作曲线。

5.6.2 定量分析

将标准系列工作液分别注入气相色谱-质谱联用仪中，测定相应的 BDO 的色谱峰面积，以标准工作液的质量浓度为横坐标，以 m/z 71 基峰的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

将试样溶液注入气相色谱-质谱联用仪中，得到相应的 BDO 的 m/z 71 基峰峰面积，根据标准曲线得到待测液中 BDO 的质量浓度。

供试品中 BDO 的残留量按下式计算：

$$X = \frac{c \times V \times f}{m \times 1000}$$

式中：

X —— 供试品中 BDO 残留量，mg/g；

c —— 测定样品液中 BDO 含量，µg/mL；

V —— 试样定容体积，mL；

f —— 稀释因子，如样品浓度超过线性范围，对样品进行稀释，稀释倍数为稀释因子；

m —— 样品重量，g；

1000 —— 换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

5.6.3 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 %。

6 试验报告

试验报告至少应有以下内容：

- a) 受试聚氨酯的来源、类型、型号、生产批号；
 - b) 使用的气相色谱-质谱联用仪等其他仪器、具体试验操作步骤及试验结果；
 - c) BDO 单体含量，以 mg/g 表示。
-

CAMDI