

ICS 11.040.20  
CCS C 30



中国医疗器械行业协会  
China Association for Medical Devices Industry

团 体 标 准

T/CAMDI 076—2022

---

# 医疗器械用聚砜材料的分子量及分布的测定 凝胶 色谱法

Gel chromatography method for molecular weight and distribution of polysulfone  
specialty for medical devices

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
参考文献 .....	3

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、山东威高血液净化制品股份有限公司、威高集团有限公司、广东优巨先进新材料股份有限公司、河南省驼人医疗科技有限公司、万华化学集团股份有限公司、浙江伏尔特医疗器械股份有限公司。

本文件主要起草人：李胜海、郑吉富、牟倡骏、孙振龙、王贤文、徐梦瑶、吴云龙、苏卫东。

本文件首次发布于 2022 年。

## 引 言

聚砜树脂是以双酚 A 和 4, 4'-二氯二苯砜为起始原料, 主要经由成盐、缩聚等反应制备而成的一种热塑性树脂。由于具有优异的韧性、耐高温性和良好的耐化学稳定性, 聚砜树脂可应用于航空航天、电线电缆、机械、食品容器、家电和汽车等多种领域。尤其是, 聚砜树脂对蒸汽、环氧乙烷、 $\gamma$  射线、等离子体等灭菌方法表现出良好的耐受性和抗蠕变能力, 且能够在承受多次的杀菌循环后仍然保留优异的力学性能。与此同时, 聚砜树脂还兼具有优良的生物相容性、成膜性和高度可控的孔径分布, 使得其在血液透析膜、血浆分离器、血液浓缩器和医疗器械核心构件等高端医用领域得到了广泛的实际应用。在加工、制备这些高端医疗产品时, 聚砜树脂的分子量及其分布会对分子链间相互作用力和聚集行为产生影响进而显著影响其物理性能与使用性能。以用于血液透析的中空纤维膜制备为例, 在其它制备工艺都相同的条件下, 采用不同分子量(包括数均分子量和重均分子量)聚砜树脂制备的中空纤维膜, 其微结构、孔隙率、拉伸性能差异巨大(Richard A. Ward 等人, *Materials Science of Synthetic Membranes*, 1985, Chapter, 5, 99-118; 牟倡骏等人, *膜科学与技术*, 2018, 1, 129-135); 另一方面, 若分子量分布较宽, 也会对聚砜的可纺性能和纤维强度产生不利的影响。因而, 不仅需要在聚砜树脂的合成过程中对其分子量及其分布加以控制, 而且还要对用于制备血液透析膜、血浆分离器和血液浓缩器等聚砜专用料的分子量及其分布进行准确测定。虽然, 聚砜专用料的分子量及其分布能够使用凝胶渗透色谱技术进行评价; 但是, 国内缺少专门用于血液透析膜、血浆分离器和血液浓缩器等聚砜专用料的相关规范文件和检验检测标准。在此背景下, 制定相关检验检测标准对保障医疗器械安全性和性能稳定性具有十分重要意义。

本文件以凝胶渗透色谱分析方法(GPC)作为基本测试方法, 用于测定血液透析膜、血浆分离器和血液浓缩器等聚砜专用料的分子量及其分布, 并给出相关的试验测定程序。



# 医疗器械用聚砜材料的分子量及分布的测定 凝胶色谱法

## 1 范围

本文件描述了医疗器械用聚砜材料的分子量及其分布的测定方法。  
本文件适用于制造医疗器械用的聚砜材料的分子量及其分布的测定。

## 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

将待测聚砜树脂溶于四氢呋喃溶液，然后将此溶液通过凝胶渗透色谱仪测定其分子量（数均和重均分子量）及其分布。

### 5.2 试剂

四氢呋喃（色谱纯；CAS:109-99-9）。

### 5.3 设备与仪器及精密度

#### 5.3.1 设备与仪器：

凝胶色谱仪（示差折光检测器），电子分析天平（感量：0.1 mg），微量进样注射器（量程范围：5 μL ~ 50 μL），数控超声清洗设备。

#### 5.3.2 凝胶色谱条件

- a) 色谱柱型号或要求：有机系色谱柱（耐四氢呋喃）及保护柱（耐四氢呋喃）；
- b) 色谱条件：柱箱温度为 30℃，温度稳定性为 ±0.25℃；流速范围为 0.5 mL/min ~ 1 mL/min，流速准确度为 ±1.0%；柱长为 300 mm；检测器温度为 30℃；
- c) 进样量：20 μL；
- d) 进样浓度：1 mg/mL ~ 3 mg/mL。

### 5.3.3 仪器精密度:

同一实验室内由同一仪器测定同一批号试样, 六次重复测定值的相对标准偏差 (RSD) 应不大于 10 %。

### 5.4 供试液的制备

室温下, 称量同一批号供试品 0.01 g~0.03 g, 置于 10 mL 容量瓶中, 先加入 8 mL 色谱级四氢呋喃溶液, 待溶解后, 进一步超声处理 (1 min), 然后再加入色谱级四氢呋喃溶液定容, 静置后取液分析。  
备注: 称量或移取的过程, 应使用符合相应国家标准规定的准确度要求的移液管和微量进样器量取。

### 5.5 工作标准曲线和溶液

分别精密称取重均分子量为 57.80 kDa, 69.20 kDa 的两种聚砜标准品 0.010 g, 置于 10 mL 容量瓶中, 按照 5.4 供试液的配制方法溶解、定容, 作为对照品储备溶液。在设定的色谱条件下进行测试, 获得聚砜的标准工作曲线和基准线, 然后对供试液在相同的色谱条件下进行测试和分析, 获得相应的分子量及其分布。

### 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行过滤和进样分析。

#### 5.6.2 定性与定量分析

采用外标法, 分别对标准液和供试液进行分析, 建立工作标准曲线及色谱馏出基线, 对比标准品与供试品的色谱保留时间, 并计算供试品的分子量 (数均和重均分子量) 及分布。

## 6 试验报告

试验报告至少应有以下内容:

- a) 供试品的来源、名称 (或型号), 外观 (颜色、形态), 批号;
- b) 每一个受试聚砜样品在受试条件下的两组聚合物分子量 (包括数均和重均分子量) 和分子量分布 (PDI)。其中, 数均和重均分子量单位为: kDa。分子量分布 (PDI) 为: 重均分子量 (Mw) 与数均分子量 (Mn) 的比值, 亦即:  $PDI = Mw/Mn$ 。

### 参 考 文 献

- [1] 复旦大学高分子化学专业 GPC 毕业实践小组, GPC 测定聚砜的分子量分布, 合成纤维, 1978-06-30。

---

CAMDI