ICS 点击此处添加 ICS 号
CCS 点击此处添加 CCS 号

T

团 体 标 准

T/CSBME XXXX—XXXX

医用 α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇原材料

Medical α,ω-Diacryloyl poly(ethylene glycol) quality standard

（工作组讨论稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

CSBME

XXXX－XX－XX 发布 XXXX－XX－XX 实施

中国生物医学工程学会 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　要求 1
5　试验方法 2
附录 A（规范性）　结构确认的测定 5
附录 B（规范性）　取代率的测定 6
附录 C（规范性）　数均分子量（Mn）的测定 7
附录 D（规范性）　多分散系数和标称分子量含量的测定 8
附录 E（规范性）　2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚（BHT）含量的测定 9
附录 F（规范性）　对苯二酚（HQ）残留物的测定 10
附录 G（规范性）　丙烯酸残留物的测定 11
附录 H（规范性）　挥发性有机溶剂残留物的测定 12

CSBME

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。

本文件由中国生物医学工程学会提出。

本文件由中国生物医学工程学会医疗器械标准工作委员会归口。

本文件起草单位：厦门赛诺邦格生物科技股份有限公司、迈得诺医疗科技集团有限公司、大博医疗科技股份有限公司。

本文件主要起草人：袁金春、李培尚、董芳芳、翁文桂、刘超、李俊峰、李黛美、陈小燕、王维媛。

CSBME

引　言

随着行业的发展，越来越多医疗器械制造商选择医用α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇制备水凝胶类产品。目前国内外也没有相应的标准规定对其进行性能检测，质量把控。基于规范原料质量标准考虑，现制定α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇供以参考。

CSBME

医用α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇原材料质量标准

1 范围

本文件规定了医用α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇原材料的质量要求、试验方法。

本文件适用于以乙二醇、环氧乙烷为起始原料，经聚合、修饰、纯化而制成 α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇，应用于聚合物涂层、柔性设备和生物医学等领域。

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 22728-2008 化妆品中丁基羟基茴香醚(BHA)和二丁基羟基甲苯(BHT)的测定

中华人民共和国药典（2025年版，四部）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

α，ω-二羟基聚乙二醇α，ω-Dihydroxyl poly(ethylene glycol)

一种直链型，以-CH_2CH_2O- 为重复单元的聚合物，标称分子量范围为1000-60000 g/mol，标称分子量组分含量要求 ≥ 95%。其结构式如下：

$$HO\left(CH_2CH_2O\right)_nH$$

3.2

α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇 α，ω-Diacryloyl poly(ethylene glycol)

由α，ω-二羟基聚乙二醇与丙烯酰氯在碱性条件下进行反应得到的产物。化学结构如下：

$$H_2C{=}CH{-}\overset{O}{\overset{\|}{C}}{-}O\left(CH_2CH_2O\right)_n\overset{O}{\overset{\|}{C}}{-}CH{=}CH_2$$

3.3

残留物 residues在原料中存在或在加工过程中引入或产生的，虽经工艺处理但仍可能残留于最终产品中，并对人体健康具有潜在危害的物质。

3.4

取代率 substitution rate

在化学修饰反应中，已发生取代反应的官能团数量占该官能团总数的百分比。

3.5

标称分子量含量 target molecular weight fraction content

高分子材料所要求的分子量组分占总的高分子材料的百分比。

4 要求

4.1 外观

应为白色或类白色粉末状固体，色级应不大于 YG3，澄清度应不大于 3 级浊度标准液，应无可见异物。

4.2 pH 值

应在 5.0-8.0 范围内。

4.3 结构鉴定

核磁氢谱测试结果与附录 A.1 谱图对照，主要吸收峰的位置应相对应。

4.4 取代率

应不小于 95.0%。

4.5 数均分子量（Mn）

应介于目标分子量（100% ± 10%）的范围内。

4.6 多分散系数（PDI）

当 Mn≤20K 时，PDI 应不大于 1.05；
当 Mn＞20K 时，PDI 应不大于 1.08。

4.7 标称分子量含量

应不小于 95.0%。

4.8 水分含量

应不大于 1.0%。

4.9 重金属含量

应不大于 10 μg/g。

4.10 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚（BHT）含量

应不大于 300 ppm。

4.11 对苯二酚（HQ）残留物

应不大于 250 ppm。

4.12 丙烯酸残留物

应不大于 500 ppm。

4.13 挥发性有机溶剂残留物

单个溶剂残留物应不大于 200 ppm。

4.14 细菌内毒素

应不大于 0.5 EU/mg。

4.15 生物学评价

按照 GB/T 16886.1 对原材料进行生物学评价时，评价结果应表明无不可接受的生物学危害。

5.试验方法

5.1 外观

取样品配制成 100 mg/mL 的水溶液，按照《中华人民共和国药典》（2025 年版 四部）通则 0901“溶液颜色检查法”中第一法测定。

在光照为1000lx-1500lx条件下，按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0904“可见异物检查法”中灯检法测定。

5.2 pH值

准确称取200 mg 样品，用4 mL纯化水配制成50 mg/mL的水溶液，按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0631测定。

5.3 结构鉴定

取样品用氘代氯仿（$CDCl_3$）配制成15.0 mg/0.5 mL溶液，按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0441“核磁共振波谱法”测定， 400M扫描256次（或者600M扫描128次，谱图解析见附录A）。

5.4 取代率

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0512“高效液相色谱法”测定，计算方法见附录B。

5.5 数均分子量（Mn）

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0431“质谱法”测定，采用MALDI-TOF法，检测条件见附录C。

5.6 多分散系数（PDI）

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0514“分子排阻色谱法”中生物大分子聚合物分子量分布测试法测定，检测条件见附录D。

5.7 标称分子量含量

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0514“分子排阻色谱法”中高分子杂质测定法测定，检测条件见附录D。

5.8 水分含量

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0832“水分测定法”中第一法测定。

5.9 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚（BHT）含量

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0512“高效液相色谱法”测定，检测条件见附录E。

5.10 重金属含量

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0821“重金属检查法”第二法测定。

5.11 对苯二酚（HQ）残留物

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0512“高效液相色谱法”测定，检测条件见附录F。

5.12 丙烯酸残留物

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0512“高效液相色谱法”测定，检测条件见附录G。

5.13 挥发性有机溶剂残留物

按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四部）通则0861“残留溶剂法”中第二法，附录H规定的条件测定。

5.14 细菌内毒素

按照《中华人民共和国药典》（2025 年版 四部）通则 1143“细菌内毒素检查法”第一法测定。

5.15 生物学评价

按照 GB/T 16886 提供的试验方法进行相应的生物学评价。

CSBME

附 录 A
（规范性）
结构确认的测定

采用核磁共振波谱方法进行α,ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇的结构鉴定测定，^{1}H-NMR 图见图 A.1。

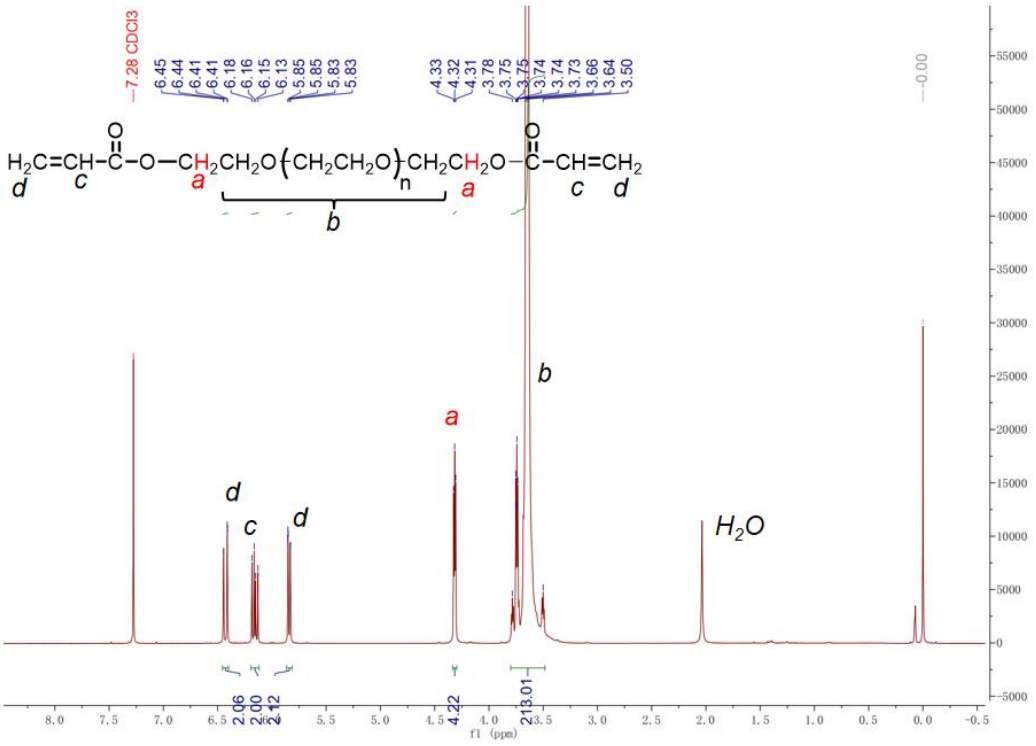


图 A.1 α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇 ^{1}H-NMR 图

A.1 ^{1}H-NMR (400M, $CDCl_3$)谱图解析

a) 在 δ = 6.41～6.45 ppm 和 δ = 5.83～5.85 ppm 是两个双二重峰，峰面积分别为 2H 和 2H，归属为 d 位-CH=CH_2；

b) 在 δ = 6.13～6.18 ppm 是两个双二重峰，峰面积分别为 1H 和 1H，，归属为 c 位-CH=CH_2；

c) 在 δ = 4.32 ppm 是一个三重峰，面积为 4H，归属为 a 位的-CH_2CH_2OCO-；

d) 在 δ = 3.50～3.78 ppm 是一个多重峰，峰面积为（4n+4）H，归属为聚乙二醇链重复单元 b 位-CH_2-（CH_2CH_2O）n-CH_2-；

附 录 B
（规范性）
取代率的测定

B.1 原理

采用 HPLC-ELSD 液相色谱法检测 α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇，并将得到的峰面积使用面积归一化法测定 α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇取代率。

B.2 仪器与试剂

仪器：高效液相色谱仪（配备蒸发光散射检测器）、电子天平、谱宁 C_{18} 色谱柱（300Å，5 μm，4.6 × 250 mm）或具有同等分离效果的色谱柱；

试剂：乙腈（色谱级）、超纯水。

B.3 溶液的配制

B.3.1 流动相：

a) A 相：超纯水，超声脱气至少 10 min，至液体中无气泡；

b) B 相：乙腈，超声脱气至少 10 min，至液体中无气泡；

B.3.2 稀释剂/空白溶液：

乙腈

B.3.3 供试品溶液的配制：

称取供试品约 10 mg，再用稀释剂定容至 10 mL 容量瓶中，摇匀，使用 0.45 μm 针孔式滤膜过滤，待测试。

B.4 操作条件

柱温 40℃，检测器温度 40℃，流速 1.0 mL/min，进样量 20 μL，流动相为乙腈和超纯水，梯度洗脱如下：

时间	乙腈（%）	超纯水（%）
0 min	20	80
0.01 min	20	80
5.0 min	50	50
8.0 min	50	50
10.0 min	65	35
15.0 min	65	35
17.0 min	100	0
24.0 min	100	0
25.0 min	20	80
30.0 min	停止	

B.5 步骤

按照 B.4 操作条件逐一注入空白溶液，供试品溶液，并记录 α，ω-二丙烯酸酯基聚乙二醇相应峰面积；

B.6 结果计算

按照面积归一化法计算主峰的峰面积含量。

附 录 C
（规范性）
数均分子量（Mn）的测定

C.1 原理

MALDI-TOF/TOF 串联质谱仪仪器主要由两部分组成，基质辅助激光解吸电离离子源（MALDI）和飞行时间质量分析器（TOF）。

MALDI 的原理是用激光照射样品与基质形成的共结晶薄膜，基质从激光中吸收能量传递给大分子，而电离过程中将质子转移到大分子或从大分子得到质子，而使大分子电离的过程。因此它是一种软电离技术，适用于混合物及大分子的测定。

TOF 的原理是离子在电场作用下加速飞过飞行管道，根据到达检测器的飞行时间不同而被检测即测定离子的质荷比（M/Z）与离子的飞行时间成正比，检测离子。

C.2 设备与试剂

仪器：MALDI-TOF/TOF 串联质谱仪、分析天平；

试剂：乙腈（色谱级）、三氟乙酸（TFA）、α-氰基-4-羟基肉桂酸（HCCA，Suitable for MALDI-TOF MS）、四氢呋喃。

C.3 实验步骤

a) 基质的配制：称取 16 mg 的 HCCA 溶于 1 mL 的 70%乙腈/0.1%TFA 中，配制 16.0 mg/mL 溶液；

b) 样品处理：称取 10 mg 待测样品溶于 200 μL 纯水（或四氢呋喃）中，再用纯水（或四氢呋喃）稀释 10 倍后，取 1 μL 样品和 1 μL 基质溶液于靶位上混合，晾干；

c) 仪器参数的设置：

参数名称	数值/状态
电压极性	正极（POS）
PIE 延迟	370 纳秒
离子源电压 1	20 千伏
离子源电压 2	18 千伏
透镜电压	8 千伏
线性检测器电压	1.833 千伏

d) 激光多点轰击，信号累加。

C.4 结果计算

根据软件处理谱图得出数均分子量Mn。

附 录 D
（规范性）
多分散系数和标称分子量含量的测定

D.1 原理

被测量的高聚物溶液通过一根内装不同孔径的色谱柱，柱中可供分子通行的路径有粒子间的间隙（较大）和粒子内的通孔（较小）。当聚合物溶液流经色谱柱时，较大的分子被排除在粒子的小孔之外，只能从粒子间的间隙通过，速率较快；而较小的分子可以进入粒子中的小孔，通过的速率要慢得多；中等体积的分子可以渗入较大的孔隙中，但受到较小孔隙的排阻，介乎上述两种情况之间。 经过一定长度的色谱柱，分子根据相对分子质量被分开，相对分子质量大的在前面（即淋洗时间短），相对分子质量小的在后面（即淋洗时间长）。自试样进柱到被淋洗出来，所接受到的淋出液总体积称为该试样的淋出体积。

D.2 设备与试剂

设备：凝胶渗透色谱仪（GPC，示差检测器、柱温箱）、分析天平、色谱柱 Shodex KF-G4A： 4.6×10 mm、Shodex KF-804 300×8.0mm、Shodex KF-803L 300×8.0mm 顺序串联或具有同等分离效果的其它色谱柱；

试剂：四氢呋喃（色谱级）、聚乙二醇标准品（分子量范围为 1000Da~40000Da 的 6-8 个标准品）。

D.3 溶液配制

标准品溶液的配制：称取 10 mg 聚乙二醇标准品溶于 1 mL 四氢呋喃中，配制成浓度为 10 mg/mL 的四氢呋喃溶液；

样品溶液的配制：称取 10 mg 聚乙二醇样品溶于 1 mL 四氢呋喃中，配制成浓度为 10 mg/mL 的四氢呋喃溶液。

D.4 操作条件

柱温 40℃，流动相为四氢呋喃，等度洗脱，流速 1.0 mL/min，进样量 20 μL。

D.5 步骤

a) 按照 D.4 操作条件逐一注入标准样品，并制备校准曲线；
b) 按照 D.4 操作条件注入样品溶液。

D.6 结果计算

D.6.1 按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四 部）通则0514“分子排阻色谱法”中大分子聚合物分子量和分子量分布测定法中的规定使用GPC处理软件处理得到多分散系数；

D.6.2 按照《中华人民共和国药典》（2025年版 四 部）通则0514“分子排阻色谱法”中高分子杂质测定法中面积归一化法的规定使用GPC处理软件处理得到标称分子量含量。

附 录 E
（规范性）
2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚（BHT）含量的测定

E.1 原理

参考 GB/T 22728-2008，采用液相色谱法紫外检测检测 BHT，并将得到的 BHT 的峰面积使用外标曲线进行测定 BHT 含量。

E.2 仪器与试剂

仪器：分析天平、液相色谱仪（配备紫外检测器）、谱宁 C18 色谱柱（300Å, 5 μm, 4.6 × 250 mm）或具有同等分离效果的色谱柱；

试剂：乙腈（色谱级）、BHT 标准品（纯度大于 99.0%）。

E.3 溶液的配制（对照）

E.3.1 BHT标准品溶液的配制：

a) 称取 BHT 25 mg 溶于 25 mL 乙腈中，配制浓度为 1 mg/mL 溶液；

b) 取 1.0 mL 的 a）溶液稀释，用乙腈定容至 100ml，配制成 BHT 浓度为 10.0 μg/mL 的乙腈溶液；

E.3.2 样品溶液的配制：

称取 25 mg 的 AA-PEG-AA 样品溶于 5 mL 乙腈中，配制成浓度为 5 mg/mL 的乙腈溶液，实际浓度记为 $C_{AA-PEG-AA}$（mg/mL）。

E.4 操作条件

柱温 40℃，紫外检测波长 210 nm，流速 1.0 mL/min，进样量 20 μL，流动相为乙腈和水，梯度洗脱如下：

时间	乙腈（%）	水（%）
0 min	40	60
10.0 min	40	60
20.0 min	40	60
22.0 min	60	40
27.0 min	100	0
28.0 min	100	0
30.0 min	40	60
40.0 min	停止	

E.5 步骤

E.5.1 按照E.4操作条件逐一注入标准样品，并制备BHT浓度-相应峰面积标准线；

E.5.2 按照E.4操作条件注入样品溶液。

E.6 结果计算

E.6.1 根据BHT外标法得到样品中BHT的溶度C_{BHT}（μg/mL）；

E.6.2 BHT在产品中的含量为：

$$W_{BHT}=10^{6}\times\frac{C_{BHT}\times10^{-3}}{C_{AA\text{-}PEG\text{-}AA}}\ \text{ppm}$$

附 录 F
（规范性）
对苯二酚（HQ）残留物的测定

F.1 原理

采用液相色谱法紫外检测检测对苯二酚，并将得到的对苯二酚的峰面积使用外标曲线进行测定对苯二酚残留物的量。

F.2 仪器与试剂

仪器：液相色谱仪（配备紫外检测器）、分析天平、谱宁 C_{18} 色谱柱（300Å, 5 μm, 4.6 × 250 mm）或具有同等分离效果的色谱柱；

试剂：甲醇（色谱级）、对苯二酚标准品（纯度大于 99.0%）

F.3 溶液的配制

F.3.1 对苯二酚标准品溶液的配制

a) 称取对苯二酚 25 mg 溶于 25 mL 甲醇溶液中，配制成 1 mg/mL 的甲醇溶液；
b) 取 1.0 mL 上述溶液稀释，定容至 100 mL 成储备溶液；
c) 取 5.0 mL 上述储备溶液，定容至 50 mL，配制成对苯二酚浓度为 1.0 μg/mL 的甲醇溶液；

F.3.2 样品溶液的配制

称取 25 mg 的对苯二酚样品溶于 5 mL 甲醇溶液中，配制成浓度为 5 mg/mL 的甲醇溶液，实际浓度记为 $C_{AA\text{-}PEG\text{-}AA}$（mg/mL）。

F.4 操作条件

柱温 40℃，紫外检测波长 290 nm，流速 1.0 mL/min，进样量 20 μL，流动相为甲醇溶液和超纯水，梯度洗脱如下：

时间	甲醇溶液（%）	超纯水（%）
0 min	10	90
0.01 min	100	0
15.0 min	100	0
25.0 min	100	0
32.0 min	10	90
35.0 min	停止	

F.5 步骤

F.5.1 按照F.4操作条件逐一注入标准样品，并制备对苯二酚浓度-相应峰面积标准曲线；

F.5.2 按照F.4操作条件注入样品溶液。

F.6 结果计算

F.6.1 根据对苯二酚外标法得到样品中对苯二酚的溶度 C_{HQ}（μg/mL）；

F.6.2 在产品中的残留量为：

$$W_{HQ}=10^6\times\frac{C_{HQ}\times10^{-3}}{C_{AA\text{-}PEG\text{-}AA}}\ \text{ppm}$$

附 录 G
（规范性）
丙烯酸残留物的测定

G.1 原理

采用液相色谱法紫外检测丙烯酸，并将得到的丙烯酸的峰面积使用外标曲线进行测定丙烯酸残留物的量。

G.2 仪器与试剂

仪器：液相色谱仪（配备紫外检测器）、分析天平、谱宁 C_{18} 色谱柱（300Å, 5 μm, 4.6 × 250 mm）或具有同等分离效果的色谱柱；

试剂：甲醇（色谱级）、丙烯酸标准品（纯度大于 99.0%）

G.3 溶液的配制

G.3.1 丙烯酸标准品溶液的配制

a) 称取丙烯酸 20 mg 溶于 10 mL 甲醇溶液中，配制 2 mg/mL 的甲醇溶液；
b) 取 1.0 mL 上述溶液稀释，定容至 100 mL，配置成储备溶液；
c) 取上述储备溶液 5.0 mL，定容至 50 mL，配制成丙烯酸浓度为 2.0 μg/mL 的甲醇溶液；

G.3.2 样品溶液的配制：

称取 50 mg 的丙烯酸样品溶于 5 mL 甲醇溶液中，配制成浓度为 10 mg/mL 的甲醇溶液，实际浓度记为 $C_{AA\text{-}PEG\text{-}AA}$（mg/mL）。

G.4 操作条件

柱温 40℃，紫外检测波长 210 nm，流速 1.0 mL/min，进样量 20 μL，流动相为甲醇和超纯水，梯度洗脱如下：

时间	甲醇（%）	超纯水（%）
0 min	5	95
10.0 min	40	60
12.0 min	70	30
15.0 min	70	30
20.0 min	40	60
22.0 min	5	95
24.0 min	5	95
35.0 min	停止	

G.5 步骤

G.5.1 按照G.4操作条件逐一注入标准样品，并制备丙烯酸浓度-相应峰面积标准曲线；

G.5.2 按照G.4操作条件注入样品溶液。

G.6 结果计算

G.6.1 根据丙烯酸外标法得到样品中丙烯酸的溶度$C_{丙烯酸}$（μg/mL）；

G.6.2 在产品中的残留量为：

$$W_{丙烯酸}=10^6\times\frac{C_{丙烯酸}\times10^{-3}}{C_{AA\text{-}PEG\text{-}AA}}\ \text{ppm}$$

附 录 H
（规范性）
挥发性有机溶剂残留物的测定

H.1 原理

采用顶空气相色谱法使要测定的二氯甲烷、异丙醇、正己烷、四氢呋喃、乙酸乙酯、乙醇组分分开，用氢火焰离子化检测器检测，并将得到的各个溶剂色谱峰用外标法得到的标准曲线测定得到溶剂残留物的量。

H.2 仪器和试剂

仪器：气相色谱仪（配备 FID 检测器、顶空进样器）、分析天平、色谱柱 Capillary Column TC Series Liquid phase: WondaCAP5 0.25 mm × 30 m，df = 0.25 μm 或具有同等分离能力的气相色谱柱，1.0 mL 移液枪；

试剂：二氯甲烷（色谱纯）、异丙醇（色谱纯）、正己烷（色谱纯）、四氢呋喃（色谱纯）、乙酸乙酯（色谱纯）、乙醇（色谱纯）和 N，N-二甲基甲酰胺（DMF，色谱纯）。

H.3 溶液的制备

H.3.1 标准品溶液的配制

溶液 1：称取 500 mg 二氯甲烷用 100 mL DMF 溶解，配制成 5 mg/mL 的溶液；

溶液 2：称取 500 mg 异丙醇用 100 mL DMF 溶解，配制成 5 mg/mL 的溶液；

溶液 3：称取 500 mg 正己烷用 100 mL DMF 溶解，配制成 5 mg/mL 的溶液；

溶液 4：称取 500 mg 四氢呋喃用 100 mL DMF 溶解，配制成 5 mg/mL 的溶液；

溶液 5：称取 500 mg 乙酸乙酯用 100 mL DMF 溶解，配制成 5 mg/mL 的溶液；

溶液 6：称取 500 mg 乙醇用 100 mL DMF 溶解，配制成 5 mg/mL 的溶液；

溶液（标准储备溶液）：用移液枪分别量取溶液 1，2，3，4，5，6 各 1.0 mL，用 DMF 稀释成 100 mL，作为标准储备溶液。

分别取上述标准储备溶液 2.0 mL 定容至 10 mL，配制成含二氯甲烷、异丙醇、正己烷、四氢呋喃、乙酸乙酯、乙醇浓度为 10.0 μg/mL 的标准品溶液。

H.3.2 准确称取待测样品100 mg AA-PEG-AA产品于顶空瓶，用2.0 mL的DMF溶解，样品实际浓度记为$C_{AA-PEG-AA}$。

H.4 操作条件

顶空进样器设置：加热温度 80℃，平衡 30 min，样品流路温度 115℃，传送线温度 125℃，分流比 30:1；

测试设置：进样口温度 200℃，检测器温度 250℃，色谱柱流量 6.0 mL/min，N_2 吹扫速度 5.0 mL/min。

程序升温程序如下：

升温速率	温度	保留时间
/	40℃	5 min
50 ℃/min	200℃	10 min

H.5 步骤

H.5.1 按照H.4操作条件逐一注入标准样品，并制备二氯甲烷、异丙醇、正己烷、四氢呋喃、乙酸乙酯、乙醇浓度-相应峰面积标准曲线；

H.5.2 按照H.4操作条件注入样品溶液。

H.6 结果计算

H.6.1　根据二氯甲烷、异丙醇、正己烷、四氢呋喃、乙酸乙酯、乙醇外标曲线得到样品中相应溶剂的浓度分别为$C_{二氯甲烷}$（μg/mL）、$C_{异丙醇}$（μg/mL）、$C_{正己烷}$（μg/mL）、$C_{乙酸乙酯}$（μg/mL）、$C_{四氢呋喃}$（μg/mL）、$C_{乙醇}$（μg/mL）；

H.6.2　在产品中单个溶剂残留物含量为：

$$W_{二氯甲烷}=10^6\times\frac{C_{二氯甲烷}\times10^{-3}}{C_{4\text{-arm PEG-SG}}}\ \text{ppm}$$

$$W_{异丙醇}=10^6\times\frac{C_{异丙醇}\times10^{-3}}{C_{4\text{-arm PEG-SG}}}\ \text{ppm}$$

$$W_{正己烷}=10^6\times\frac{C_{正己烷}\times10^{-3}}{C_{4\text{-arm PEG-SG}}}\ \text{ppm}$$

$$W_{四氢呋喃}=10^6\times\frac{C_{四氢呋喃}\times10^{-3}}{C_{4\text{-arm PEG-SG}}}\ \text{ppm}$$

$$W_{乙酸乙酯}=10^6\times\frac{C_{乙酸乙酯}\times10^{-3}}{C_{4\text{-arm PEG-SG}}}\ \text{ppm}$$

$$W_{乙醇}=10^6\times\frac{C_{乙醇}\times10^{-3}}{C_{4\text{-arm PEG-SG}}}\ \text{ppm}$$

H.6.3　挥发性总溶剂残留物的计算：

$$W_{总溶残}=W_{二氯甲烷}+W_{异丙醇}+W_{正己烷}+W_{四氢呋喃}+W_{乙酸乙酯}+W_{乙醇}\ \text{ppm}$$

CSBME