

解决方案 | 气相色谱法测定医疗器械涂层中 N-乙烯基吡咯烷酮含量

吡咯（氮杂茂，Pyrrole）是五元含氮杂环化合物，许多重要生化活性物质大都具有这种基本结构。N-乙烯基吡咯烷酮（N-vinyl pyrrolidone，简称 NVP），其单体在引化剂作用下可聚合成聚乙烯吡咯烷酮（Polyvinyl pyrrolidone，简称 PVP）。PVP 是一种非离子型高分子化合物，在医药、食品、日用化工、纺织、洗涤剂用品等众多领域获得了应用。

PVP 由于含有亲水性物质而极易吸水变滑，并且稳定，无毒及不易反应，利用这一性质可将其涂敷于各种不同的医用插管及导管表面，如导尿管、胃镜导管、血管导管及气管导管等。一般来说，涂层成分应为有长期医疗器械安全应用史的化学物质，因此，建议在质量控制标准中要检测聚合物的单体残留，保障患者使用安全问题。

目前测定 PVP 聚合物中残量 NVP 通常采用容量法、液相色谱法气相色谱法及气相色谱-质谱法等。气相色谱法因其操作简单、成本低廉得到广泛的应用。小编查阅相关文献发现，在气相色谱法测定 NVP 的方法中，仪器配置多种多样，有填充色谱柱及毛细管色谱柱法，检测器有 TCD、FID 及 NPD 等。本文利用 GC-4100 气相色谱仪，采用毛细管色谱柱、FID 检测器建立测定涂层中 NPD 含量的方法，供相关人员参考。

实验部分

仪器设备

GC-4100 气相色谱仪（配 FID 检测器）

微量注射器；

甲醇；

N-乙基吡咯烷酮标准溶液。

实验条件

柱箱温度	80°C (1min) 30°C/min to 220°C (1.5min) 30°C/min to 250°C (10min)	检测器名称	氢焰(FID)
进样口温度	220°C	检测器温度	250°C
柱流量	2.0 mL/min	尾吹类型	氮气
分流流量	40.0 mL/min	尾吹流量	20.0 mL/min
色谱柱名称	KB-624	衰减	1
色谱柱规格	30.0m*0.32mm*1.8µm	灵敏度	高
进样量	2µL	进样方式	不分流(60s)

样品前处理

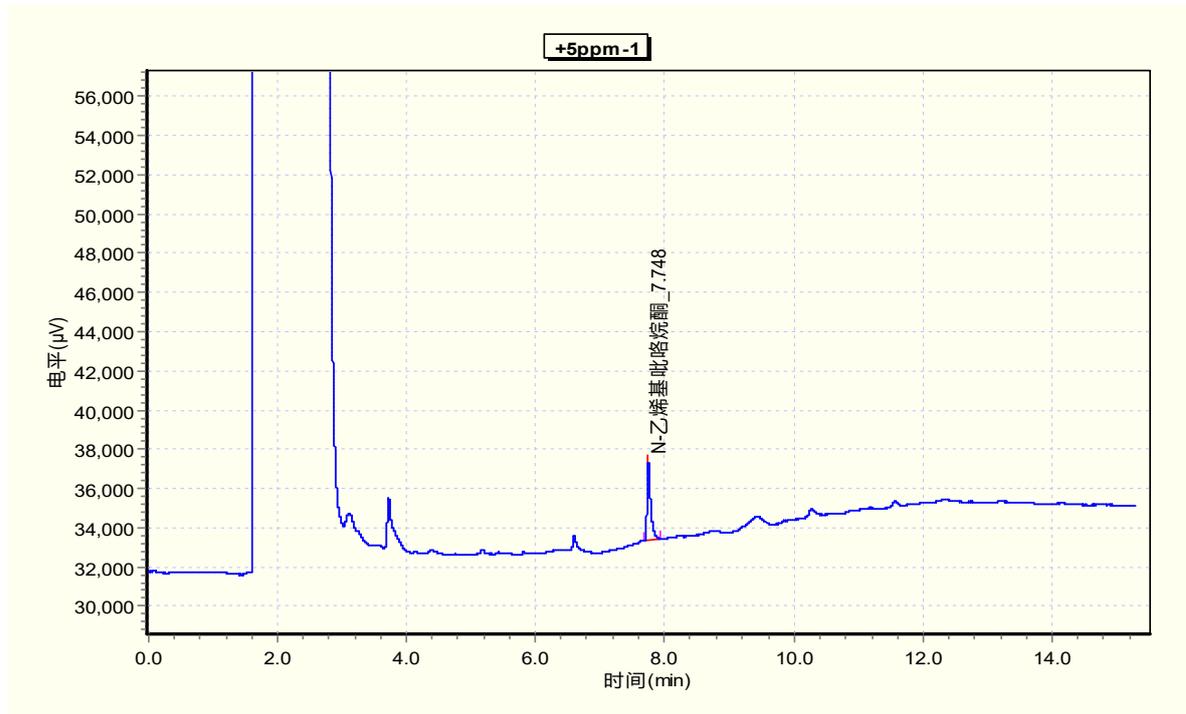
将客供的液体样品分别称重 0.8458g (样品 1)、0.8955g (样品 2)，用甲醇定容至 10mL，摇匀、取 2µL 进样分析。

实验结果

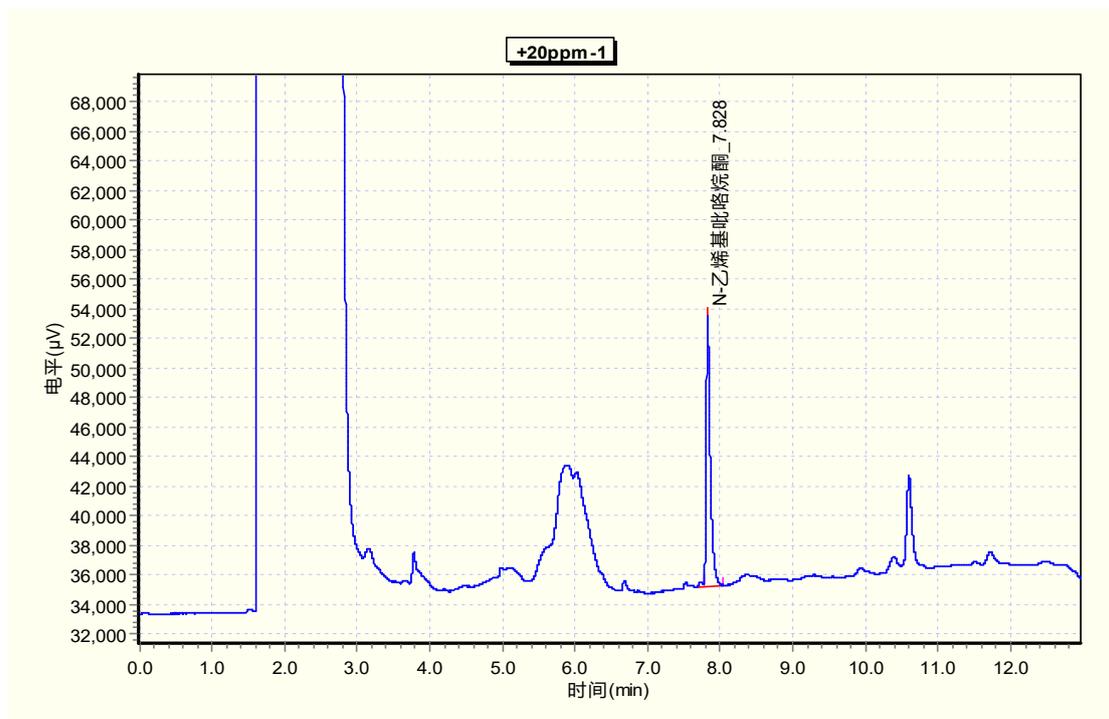
绘制标准曲线

开启气相色谱仪，待仪器各项操作条件稳定后，将预先配置的浓度为 0.0000、1.0000、5.0000、10.0000、20.000µg/mL 的 NPV 的标准溶液分别取 2µL

依次注入气相色谱仪并绘制标准曲线。

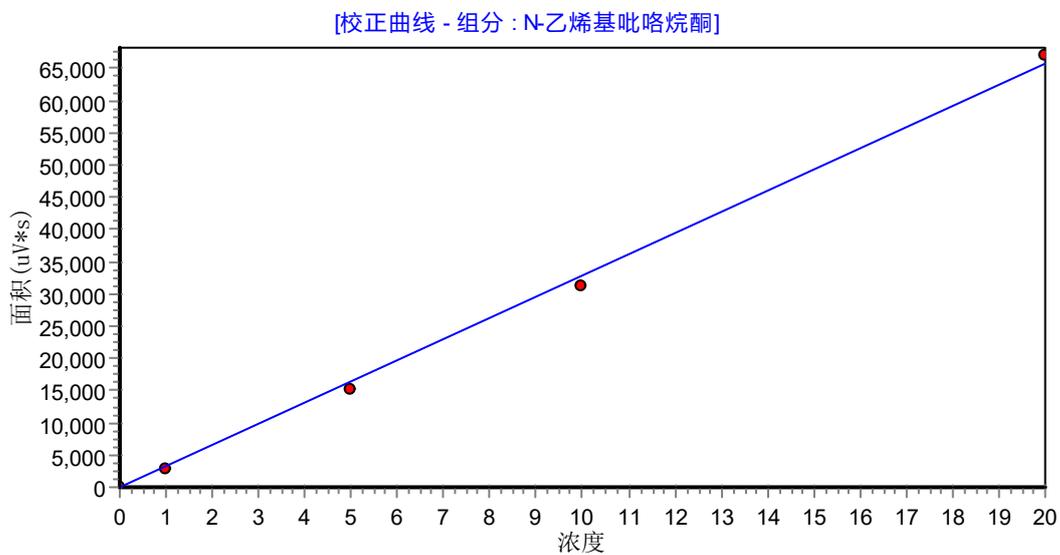


5 μg/ml 标液谱图



20 μg/ml 标液谱图

校正曲线:



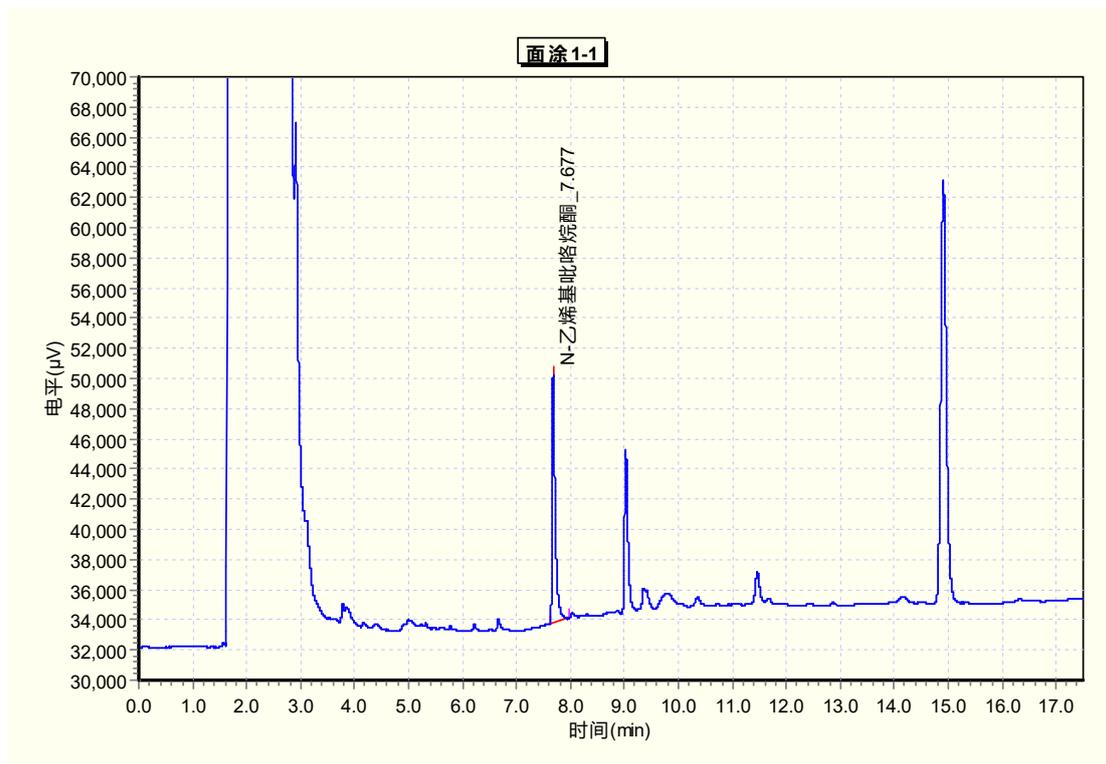
浓 度:	0.0000	1.0000	5.0000	10.0000	20.0000
峰面积:	0	2909	15083	31052	66974

曲线方程: $Y = 3285.77661597 X + 0.0000$

相关系数: 0.9992

样品测试

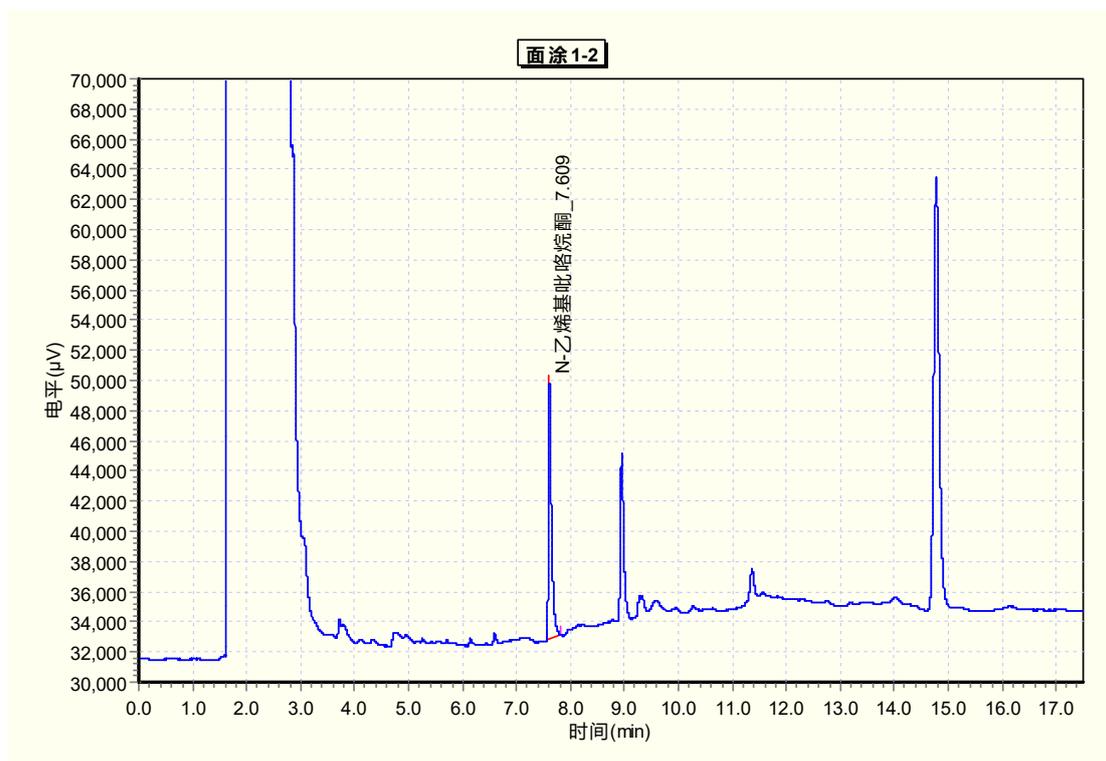
样品 1 谱图-1:



定量方法： 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量	单位
1	N-乙烯基吡咯烷酮	7.677	66419	16458	20.21	μg/ml

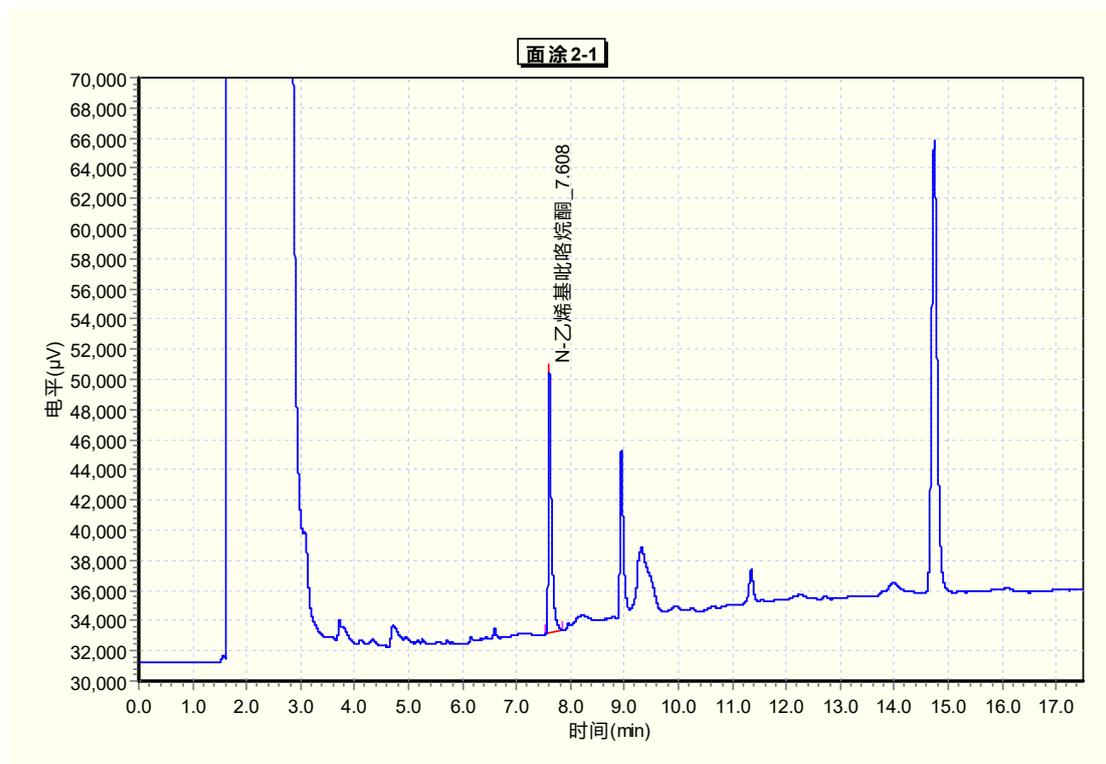
样品 1 谱图-2:



定量方法： 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量	单位
1	N-乙基吡咯烷酮	7.609	66808	16965	20.33	µg/ml

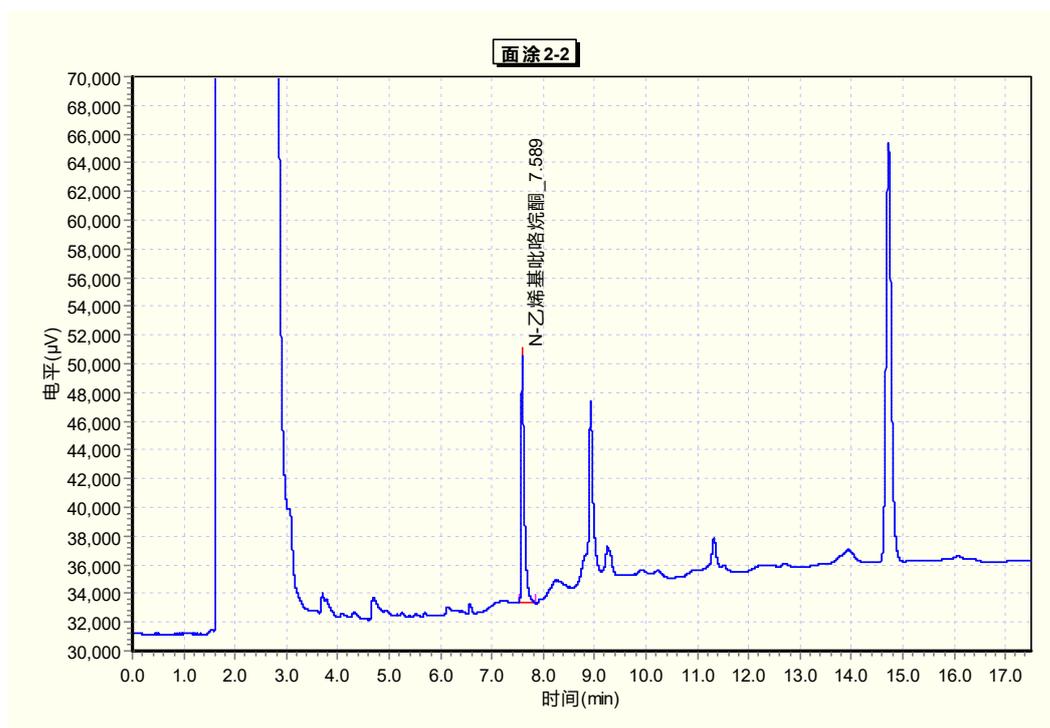
样品 2 谱图-1:



定量方法： 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量	单位
1	N-乙基吡咯烷酮	7.608	69432	17306	21.13	µg/ml

样品 2 谱图-2



定量方法： 外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量	单位
1	N-乙基吡咯烷酮	7.589	69156	17200	21.05	μg/ml

样品结果

含量单位: mg/kg (ppm)

样品名称	N-乙基吡咯烷酮		
	平行 1	平行 2	平均值
涂层	239.65	235.51	237.58

实验总结

本文利用 GC-4100 气相色谱仪、氢火焰检测器、KB-624 毛细管色谱柱建立气相色谱法测定 N-乙基吡咯烷酮含量的方法。在色谱柱选择上, 本文分别选取弱极性、中等极性 & 强极性的色谱柱, 实验中发现中等极性 & 强极性色谱柱均能很好的分离且保留时间相差不大, 考虑到色谱柱极性越强, 柱流失越大, 柱寿命越短, 最终选择中极性 KB-624 色谱柱; 同时, 配置不同浓度的标准溶液系列,

按试验方法以 N-乙炔基吡咯烷酮的峰面积对其质量浓度进行线性回归，其线性方程为 $Y = 3285.77661597 X + 0.0000$ ，相关线性系数为 0.9992。最后通过实验结果表明，本方法经济、高效且操作简单，易推广使用，可供相关人员参考。

样品测定谱图