

T/GSWS

团体标准

T/GSWS xxx-2026

医用壳聚糖季铵盐

Medical hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride chitosan

征求意见稿

2026-xx-xx 发布

2026-xx-xx 实施

甘肃省女科技工作者协会 发布

目次

前 言.....	I
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 技术要求.....	1
5 试验方法.....	2
6 检验规则.....	4
7 标识、使用说明书.....	4
8 包装、运输、贮存.....	5
附录 A 壳聚糖季铵盐的傅里叶红外光谱.....	6
附录 B 壳聚糖季铵盐的核磁共振氢谱.....	7

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。

本标准由甘肃省女科技工作者协会提出并归口。

本标准起草单位：XXX、XXX、XXX。

本标准主要起草人：XXX、XXX、XXX。

本标准于202X年X月X日首次发布。

医用壳聚糖季铵盐

1 范围

本文件规定了医用壳聚糖季铵盐的术语和定义、技术要求、试验方法、包装、运输、贮存等。

本文件适用于以壳聚糖为原料,经2,3-环氧丙基三甲基氯化铵修饰而制成的医用壳聚糖季铵盐材料。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分:按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划

GB/T 16886.1 医疗器械生物学评价 第1部分:风险管理过程中的评价与试验

GB/T 16886.5 医疗器械生物学评价 第5部分:体外细胞毒性试验

GB/T 16886.9 医疗器械生物学评价 第9部分:潜在降解产物的定性和定量框架

GB/T 16886.13 医疗器械生物学评价 第13部分:聚合物医疗器械降解产物的定性与定量

GB/T 16886.18 医疗器械生物学评价 第18部分:材料化学表征

GB/T 16886.19 医疗器械生物学评价 第19部分:材料物理化学、形态学和表面特性表征

YY/T 0771.1 动物源医疗器械 第1部分:风险管理应用

YY/T 0771.2 动物源医疗器械 第2部分:来源、收集与处置的控制

YY/T 1699 组织工程医疗器械产品 壳聚糖

中华人民共和国药典2020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 壳聚糖季铵盐 hydroxypropyl trimethyl ammonium chloride chitosan (HACC)

以壳聚糖为原料、2,3-环氧丙基三甲基氯化铵为阳离子醚化试剂,通过加热回流条件下的环氧基开环反应,使壳聚糖分子链上葡萄糖胺单元的氨基发生取代反应,将季铵盐基团引入壳聚糖分子链而得到的季铵化壳聚糖产品。

4 技术要求

4.1 外观

本品应为米白色至淡黄色粉末状或絮状固体。

4.2 组成测定(鉴别试验)

4.2.1 傅里叶红外光谱(FTIR)

HACC 的红外光谱中在 3400 cm^{-1} 处呈现一个宽而强的吸收峰，对应 O-H 和 N-H 的伸缩振动； 1651 cm^{-1} 处的吸收峰对应酰胺 I 带的 C=O 伸缩振动； 1560 cm^{-1} 处伯胺 N-H 弯曲振动峰较弱，表明分子中伯胺含量较低；而在 1481 cm^{-1} 处出现了一个明显的吸收峰，归属于三甲基铵基团 ($-\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$) 的 C-H 弯曲振动，证实了季铵盐基团的存在。其它特征吸收峰实测值的波数误差应小于规定值的 0.5%。

注：HACC 参考傅里叶红外光谱图谱见附录 A。

4.2.2 核磁共振氢谱 ($^1\text{H NMR}$)

在核磁共振氢谱 ($^1\text{H NMR}$) 中，化学位移 3.21 ppm 处出现的一个强单峰对应三甲基铵基团 ($-\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$) 上的质子，化学位移 2.96 ppm 处的峰对应壳聚糖糖环上 H-2 质子，同糖环上其他质子 (H-3, 4, 5, 6) 在 $3.0\text{--}4.0\text{ ppm}$ 范围内呈现多重峰，显示 HACC 的特征吸收峰。其它特征吸收峰实测值的波数误差应小于规定值的 0.5%。

注：HACC 参考核磁共振氢谱图谱附录 B。

4.3 取代度

应确定壳聚糖季铵盐氨基的取代度及其允差范围，推荐取代度应为 $90\%\sim 98\%$ 。

4.4 重均分子量及相对分子质量分布

HACC 重均分子量和相对分子质量分布 (M_w/M_n) 由制造商确定。

4.5 干燥失重

应不大于 10% (质量分数)。

4.6 pH

HACC 的检验液 pH 值应在 $6.0\sim 8.0$ 之间。

4.7 炽灼残渣

应不大于 1.0% (质量分数)。

4.8 水不溶物

应不大于 1.0% (质量分数)。

4.9 粘度

应确定粘度及其允差范围。

注：取代度的不同可能导致粘度有所差异，推荐 1% 浓度溶液在 20°C 条件下的粘度应在 $10\text{ mPa}\cdot\text{s}\sim 100\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 之间。

4.10 重金属含量

4.10.1 铅 (Pb) 含量

应不大于 10.0 mg/kg 。

4.10.2 以砷 (As) 含量

应不大于 2.0 mg/kg 。

4.11 降解性能

应确定降解性能。

4.12 生物学评价

按照 GB/T 16886.1、GB/T 16886.5 进行生物安全性评价，壳聚糖季铵盐应不释放对人体有不良作用的物质。

4.13 原材料安全性

原材料壳聚糖应符合 YY/T 1699、YY/T 0771.1、YY/T 0771.2 的要求。

5 试验方法

5.1 外观

目测法，在光线明亮处观察。

5.2 组成测定

5.2.1 傅里叶红外光谱 (FTIR)

取20 mg HACC，加入2 g溴化钾（光谱纯）共混研磨，压成薄片，室温测试，按照《中华人民共和国药典》2020年版四部通 0402红外分光光度法测定。

5.2.2 核磁共振氢谱 (¹H NMR)

溶剂为氘代水，配制浓度0.5~1% (w/v) 的溶液，室温测试，按照《中华人民共和国药典》2020年版四部通 0441 核磁共振氢谱法测定。

5.3 取代度

HACC的取代度通过氯离子的电导滴定法测定，准确称取0.1000g样品，溶于去离子水，用0.017mol/mL的AgNO₃溶液滴定HACC溶液中的Cl⁻，记录AgNO₃体积V及电导率。根据壳聚糖摩尔质量计算每摩尔葡萄糖胺上结合的GTMAC的摩尔比。HACC的取代度按照式(1)计算：

$$DS \% = \frac{v \times c / 1000}{v \times c / 1000 + (w - v \times c \times 314 / 1000) / 162} \times \frac{1}{DD} \times 100 \% \quad (1)$$

其中，v 表示在逐步加入AgNO₃溶液过程中溶液电导率最低时拐点处记录的AgNO₃溶液体积 (mL)；

C 表示AgNO₃溶液的浓度 (mol/L)；

W 表示HACC的质量 (g)；

DD 表示壳聚糖的脱乙酰度；

季铵化葡萄糖胺的摩尔质量为314，葡萄糖胺的摩尔质量为162。

5.4 重均分子量及相对分子质量分布

制备制成2~4 mg/mL的HACC检测液，依照《中华人民共和国药典》2020版通则0514分子排阻色谱法测定。

5.5 水分

取1.0 g HACC，按照《中华人民共和国药典》2020年版四部通则 0832 水分测定法第二法（烘干法）进行。

5.6 pH

取100 mg HACC，加入10 mL去离子水，室温搅拌溶解，制备制成10 mg/mL的检测液，按照《中华人民共和国药典》(2015年版)四部通则 0631 pH测定法测定，应符合4.6规定。

5.7 炽灼残渣

取1.0 g HACC，按照《中华人民共和国药典》2020版通则0841炽灼残渣检查法测定。

5.8 水不溶物

取2.0 g HACC，用去离子水400 mL溶解，待完全溶解后。将溶液转移至2 L烧杯中，加去离子水200 mL。加热至沸腾并保持微沸2 h，加热过程中盖住烧杯口。用砂芯漏斗(3#)过滤，用水洗涤残留物，100℃~105℃干燥至恒重，按照残留物重量与取样量进行计算，应符合4.8规定。

5.9 粘度

配制1%聚糖季铵盐检测液，按照2020年版四部通则 0633 粘度法测定法测试第三法测定。

5.10 重金属含量

5.10.1 铅含量

取1.0~2.0g HACC, 加硫酸0.5~1 mL使湿润, 低温加热至硫酸蒸气除尽后, 在500~600℃ 炽灼使完全灰化至恒重, 按照《中华人民共和国药典》(2015年版)四部, 通则0821重金属检测法第二法测定, 应符合4.10.1规定。

5.10.2 砷含量

取2.0g HACC, 加氢氧化钙1.0 g, 混合, 加水2 mL, 搅拌均匀, 置水浴上蒸干, 以小火烧灼至炭化, 后以500℃~600℃ 炽灼使完全炭化, 放冷, 加入盐酸5 mL, 加23 mL去离子水, 按照《中华人民共和国药典》(2015年版)四部, 通则0822, 砷盐检查法(第一法)测定, 应符合4.10.2规定。

5.11 降解性能

降解和降解产物的评价试验应按照GB/T 16886.9、GB/T 16886.13的要求进行。

5.12 生物学评价

按照GB/T 16886.1所述的基本原则进行生物安全性评价。

6 检验规则

6.1 批检验

6.1.1 产品以同日投料, 同一工艺生产的产品为同一批号。

6.1.2 批检验应进行4.2、4.3、4.4、4.8、4.9 的检测。

6.2 型式检验

6.2.1 型式检验为全性能检验。

6.2.2 型式检验时, 若所有检验项目全部合格, 则判定为合格, 否则判定为不合格。

6.3 抽样检验

抽样方案按照GB/T 2828.1进行。

7 标识、使用说明书

7.1 标识

产品的外包装标识上应至少包含以下内容:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称;
- c) 批号;
- d) 规格;
- e) 净重;
- f) 生产日期;
- g) 失效日期;
- k) 包装日期;
- i) 贮存条件;
- j) 必要的危险化学品识别信息。

7.2 使用说明书

产品说明书应包括下列内容:

- a) 产品货号;
- b) 产品规格;
- c) 产品取代度;

- d) 产品分子量;
- e) 保存方法;
- f) 有效期;
- g) 产品特点;
- h) 使用前注意事项;
- i) 操作流程;
- j) 生产企业名称、生产地址、联系方式及售后服务单位。

8 包装、运输、贮存

8.1 包装

产品包装符合GB/T 191，需密封避光，选用白色或棕色避光玻璃瓶包装，应保证产品瓶口的密封。

8.2 运输

产品运输过程中应使用遮光顶盖运输工具，可室温运输，避免阳光直射、避免雨淋受潮，严禁接近火种及火源，不应与有毒物品混装混运。

8.3 贮存

产品应贮存在干燥避光环境，室温放置有效期为12个月。

附录A 壳聚糖季铵盐的傅里叶红外光谱

(规范性附录)

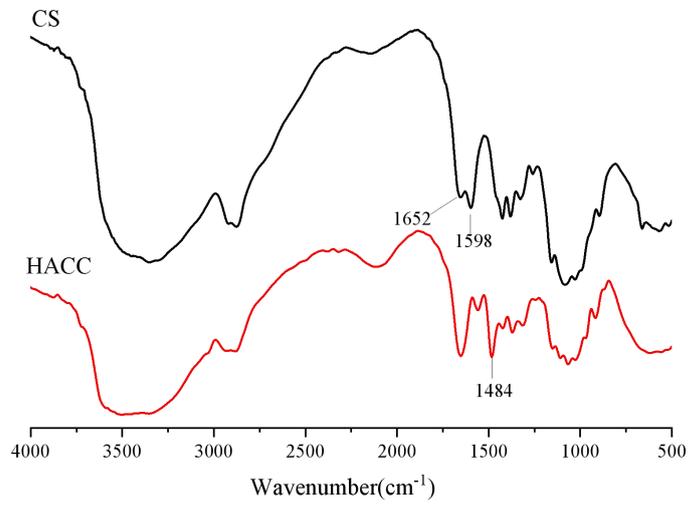


图 A 壳聚糖 (CS) 和壳聚糖季铵盐 (HACC) 的红外光谱图

附录B 壳聚糖季铵盐的核磁共振氢谱

(规范性附录)

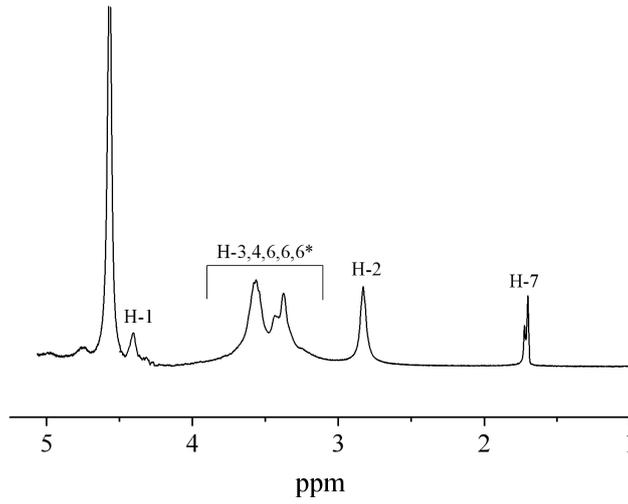


图 B-1 壳聚糖的核磁共振氢谱

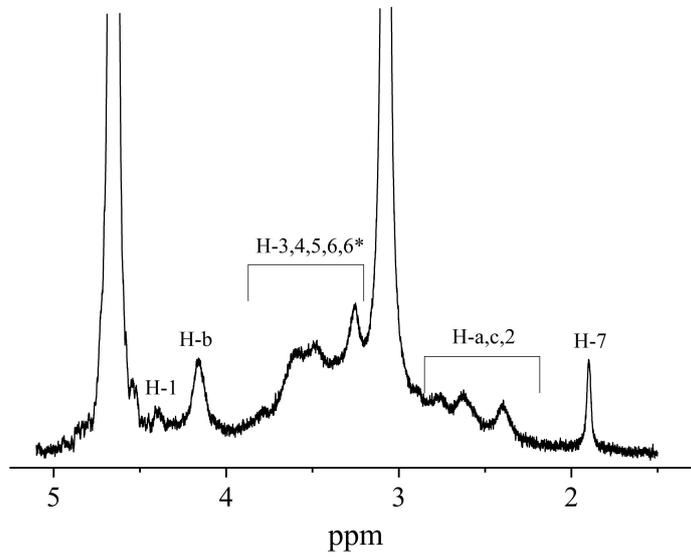


图 B-2 HACCC 的核磁共振氢谱