

国家食品药品监督管理局
国家药品包装容器（材料）方法标准
（试行）

YBB00282004

乙醛测定法
Yiquan Cedingfa
Test for Acetaldehyde

本法适用于药用包装聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）瓶中乙醛的测定。

本法以气-固平衡为基础，样品放置在充满氧气的密封容器内，于室温条件下放置 24 小时，取定量顶空气体注入色谱仪中分析，以保留时间定性，峰面积（或峰高）定量。

系统适应性试验应符合气相色谱法（中华人民共和国药典 2000 年版三部附录 V E）项下的规定。

色谱条件与系统适用性试验

色谱柱可选用多孔聚合物的填充柱

色谱柱（推荐）：乙基乙烯基-乙烯基共聚 1/4 英寸×2.1m

检测器：氧火焰离子检测器。

测定条件（供参考）：柱温 140℃，汽化温度 180℃，检测温度 190℃。

氮气 30ml/min，氧气 40ml/min，空气 450ml/min

理论板数：不得低于 500

乙醛标准溶液（1mg/ml）的制备

取乙醇溶液 1ml，置于 250ml 烧杯中，加水 100ml，加（1-2）硫酸溶液 10ml，投入玻璃珠数粒，加热蒸馏，用装有少量水的烧杯收集馏出液，尾接管要插入水面以下，烧杯放在冰水浴内，收集馏出液约 50ml，停止蒸馏，将烧杯内的水转移至 250ml 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀标定后作为标准溶液，顶端空间充入氮气后置于冰箱中储存备用。

乙醛标准溶液（1mg/ml）的标定（应临用前新标）

精密量取标准溶液上述馏出液 10ml，置于 250ml 碘量瓶中，精密加入 0.05mol/L 亚硫酸氢钠溶液 25ml，混匀后在暗处放置 30 分钟，精密加碘滴定液（0.1mol/L）50ml，再在暗处放置 5

分钟。用碘代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）测定，滴定至近终点时，加入淀粉指示液 1ml，继续滴定无色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 碘代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）相当于 22.03mgC₂H₄O。取三次测定的平均值。

乙醇含量的计算(mg/ml):

$$\frac{C \times (V_N - V_0) \times 22.03}{10}$$

C: 碘代硫酸钠滴定液的摩尔浓度 (mol/L)

V_N: 对照液消耗滴定液的体积 ml

V₀: 空白液消耗滴定液的体积 ml

供试品的制备

取样品瓶身数个，剪成长条形，称取 5g，置于 100ml 玻璃瓶中，用氮气以 10L/min 的流速冲洗 1 分钟，然后迅速用橡胶塞密封，在 23℃±2℃ 条件下，恒温放置 24 小时后待用。同法操作 3 次。

测定法

除另有规定外，测定方法一般采用第一法。

第一法 外标法

对照品的制备 取三个 100ml 玻璃瓶，放入 3 颗玻璃珠，分别用氮气以 10L/min 的流速冲洗 1 分钟，然后迅速用橡胶塞密封，各注入适量体积的乙醇溶液（根据样品中乙醇的实际量确定乙醇溶液取用体积，通常对照液的色谱峰面积与样品中对应的色谱峰面积比值不超过 2 倍），振荡后在 23℃±2℃ 放置 30-60 分钟，使其达到平衡。

对照品和样品分别取 2ml 气体注入气相色谱仪中，记录色谱图，测量对照品和样品待测成分的峰面积（峰高），计算，对照品三次结果的相对值差不得大于 5%。

第二法 标准曲线法

取五个 100ml 玻璃瓶，放入 3 颗玻璃珠，分别用氮气以 10L/min 的流速冲洗 1 分钟，然后迅速用橡胶塞密封，分别注入 0.2、0.6、1.0、2.0、3.0ul 的乙醇溶液，在 23℃±2℃ 放置 30-60 分钟，使其达到平衡，分别取 2ml 气体注入气相色谱仪中，测量峰面积（或峰高），绘制峰面积（或峰高）与乙醇质量的标准曲线。

取样品中抽取 2ml 气体，注入气相色谱仪中，根据样品中乙醇峰面积（峰高）计算，从标准曲线上求得样品中乙醇的质量，按下式计算。

计算:

$$X = \frac{m}{W}$$

式中: X ——样品中乙醇含量, $\mu\text{g/g}$;

m ——样品中乙醇质量, μg ;

W ——样品质量, g

乙醛测定法起草说明

一、概况

1、任务来源：根据国家食品药品监督管理局药品注册司食药监注函[2004]26号文“关于做好2004年药包材标准制（修）定工作的通知”的相关要求，制定该标准。

2、目的：为了进一步规范药用包装容器（材料）产品聚酯瓶标准中关于乙醛项目的测定方法，便于实际操作，特制定此方法。

3、起草原则：本标准项目的设立是在参照 Determining the 24-Hour Gas(AIR) Space Acetaldehyde Content of Freshly Blown PET Bottles (ASTM D 4509-96)、车间中乙醛的测定(GB/T 17074-1997)、PET 软饮料瓶(QB1868-93)、液体药用聚酯瓶(YBB00102002)的基础上按中国药典附录编写格式进行制订的。具体内容按方法名称、原理、仪器装置、测定法的顺序进行编写。

二、关于标准项目说明：

1、样品的制备上与参照的标准 ASTM D 4509-96 有所不同。由于药用包装 PET 瓶的瓶口大小各有不同，无法用统一的瓶塞密封，因此将 PET 瓶剪开后置于同一体积的玻璃瓶中以质量比进行检测。

2、乙醛标准溶液的标定是参照了车间中乙醛的测定(GB/T 17074-1997)中的标定方法。与(ASTM D 4509-96)中的标定方法基本相同，标定的结果取三次测定值的平均值是参照(ASTM D 4509-96)。

3、乙醛对照品制备中温度和放置时间的选择相同于 ASTM D 4509-96。

4、在样品取用量的选择上，通过分别称取 1、2、5、10g 进行检测，结果无明显差异，为了与液体药用聚酯瓶(YBB00102002)标准中有关乙醛测定的方法保持一致，因此仍选择称取 5g。

5、载气流速以 5L/min、10L/min 分别通 20s、30s、60s，各自峰面积无明显差别，因此选择 10L/min 60s 以保证能将瓶内空气赶净以防止乙醛聚合和氧化。

6、确保空白没有乙醛或其它干扰。

7、若样品中乙醛含量不在标准曲线范围内，应重新调整乙醛标准曲线的范围。