

乙醛测定法

Yiquan Cedingfa

Test for Acetaldehyde

本法适用于药用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，样品放置在充满氮气的密封容器内，于 23℃±2℃ 下放置 24 小时，取顶空气体定量注入色谱仪中分析，以保留时间定性，峰面积定量。

照气相色谱法（中国药典 2010 年版二部附录 V E）测定。

色谱条件与系统适用性试验

1. 多孔聚合物的填充柱

色谱柱（推荐）：乙基乙烯苯-二乙烯苯共聚 1/4 英寸×2.1cm

检测器：火焰离子检测器（FID）

测定条件（供参考）：柱温 140℃，汽化温度：180℃；检测温度：190℃

氮气 30ml/min，氢气 40ml/min，空气 450ml/min

理论板数按乙醛峰计算不低于 500

2. 色谱柱（推荐）：选用以聚乙二醇 20M 为固定液的毛细管柱

检测器：火焰离子检测器（FID）

测定条件（供参考）：柱温：起始温度 50℃，维持 5 分钟，再以每分钟 20℃ 的速率升温至 200℃；以氮气为载体，流速为每分钟 2.0ml；进样口温度：180℃；检测器温度：200℃；乙醛峰与相邻峰分离度应大于 1.5；理论板数按乙醛峰计算不低于 5000。

乙醛标准溶液（1mg/ml）

使用邮政标准物质或按下述方法配制标定。必要时，也可按以下方法制备乙醛标准溶液，（1mg/ml），并临用标定。

乙醛标准溶液（1mg/ml）的配制

取乙醛溶液 1ml，置于 250ml 烧瓶中，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。用硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）滴定，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 硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）相当于 22.03mgC₂H₄O。同法测定 3 次，取三次测定的平均值。

乙醛含量的计算（mg/ml）：

$$\frac{C \times (V_{\text{样}} - V_{\text{空}}) \times 22.03}{10}$$

C：硫代硫酸钠滴定液的摩尔浓度，mol/L

$V_{\text{样}}$: 对照液消耗滴定液的体积, ml

$V_{\text{空}}$: 空白液消耗滴定液的体积, ml

供试品的制备

取供试品瓶身数个, 剪成长条形, 取 5g, 精密称定, 置顶空瓶中, 用氮气以 10L/min 的流速冲洗 1 分钟, 然后迅速压盖密闭, 在 23℃±2℃条件下, 放置 24 小时后测定。平行试验 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

取三个顶空瓶, 各注入适量体积的乙醛对照品溶液 (相当于 1μg), 用氮气以 10L/min 的流速冲洗 1 分钟, 然后迅速压盖密闭, 在 23℃±2℃放置 24h 后测定。

精密量取相同体积的对照品和供试品顶空瓶中的气体分别注入气相色谱仪中, 记录色谱图, 测量对照品和样品待测成分的峰面积, 计算。

第二法 标准曲线法

取五个顶空瓶, 分别注入 0.2、0.6、1.0、2.0、3.0 μl 的乙醛对照品溶液, 用氮气以 10L/min 的流速冲洗 1 分钟, 然后迅速用橡胶塞密闭, 在 23℃±2℃放置 24 小时后, 精密量取顶空瓶气体注入气相色谱仪中。测量峰面积, 绘制峰面积与乙醛质量的标准曲线。

精密量取供试品顶空瓶相同体积的气体, 注入气相色谱仪中, 根据样品中乙醛峰面积计算, 从标准曲线上求得样品中乙醛的含量, 按下式计算。

计算:

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

式中: X —— 供试品中乙醛含量, μg/g;

m —— 供试品中乙醛质量, μg;

W —— 供试品质量, g