**4208 塑料乙醛测定法**

本法适用于药品包装用聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）产品中乙醛的测定。

本法以气-固平衡为基础，样品放置在密封容器内。一定温度下，乙醛向空间扩散，达到平衡后，取定量顶空气体注入气相色谱仪中测定，以保留时间定性，以峰面积定量。

照气相色谱法（通则0521）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 固定相为(6%)氰丙基苯基-(94%)二甲基硅氧烷或极性相似的毛细管柱；柱温为40℃，保持10min；进样口温度为220℃，火焰离子化检测器温度为250℃；载气流速为1.5ml/min（推荐，可根据选择的色谱柱调整）。

乙醛色谱峰与其相邻色谱峰的分离度应大于1.5。乙醛对照品峰面积的RSD不大于10％。

**对照品溶液的制备** 取20ml顶空瓶，精密量取乙醛对照品溶液（1000*μ*g/ml）1*μ*l，注入顶空瓶中，迅速压盖密封。平行制备不少于3份。

**供试品的制备** 取试样平整部位，剪成长条状（0.3cm×3cm）。取5.0g，精密称定，置于20ml顶空瓶中，迅速压盖密封。平行制备2份。

**测定法** 取盛装对照品溶液和供试品的顶空瓶，分别置于40℃±2℃的顶空炉中平衡1小时。取定量顶空气体注入气相色谱仪中，记录色谱图。

按外标法计算供试品中乙醛的含量。

【附注】1、必要时考察乙醛与环氧乙烷的分离度；

2、供试品制备后，应立即进样测定。

起草单位：浙江省食品药品检验研究院 联系电话：0571-87180327

复核单位：四川省药品检验研究院，山西省检验检测中心药品检验技术研究所

**塑料乙醛测定法起草说明**

**一、制修订的目的意义**

乙醛是聚酯（PET）类材料及产品中残留的挥发物质。2017年世界卫生组织国际癌症研究机构公布的致癌物清单初步整理参考，与酒精饮料摄入有关的乙醛在2类致癌物清单中。此外，乙醛迁移到内容物，会使内容物变味，影响口感。所以有必要对乙醛残留量进行测定。

目前药包材中乙醛含量测定采用YBB00282004-2015中规定方法。现行乙醛测定法标准自2004年制定以来，未做过重大修订提高，标准中测定条件（包括对照品的配制、样品顶空温度和时间等）在实际操作中难以适应仪器自动化的要求，需要进一步提高优化。基于以上原因，在目前YBB00282004-2015乙醛测定法的基础上，结合发展需要，对乙醛测定方法加以提高，建立符合中国药典要求的、稳定、可靠的乙醛测定法。

**二、参考标准**

1、YBB00282004-2015；

2、ASTM F 2013-10（美国材料与试验协会标准）；

3、SH/T 1817-2017（中华人民共和国石油化工行业标准）；

4、QB/T 1868-2004（中华人民共和国轻工行业标准）（2018年已废止，无替代）；

5、SN/T3385-2012（中和人民共和国出入境检验检疫行业标准食品接触材料高分子材料PET树脂及其制品中乙醛的测定 顶空气相色谱法）；

6、BB/T0060-2012（中华人民共和国包装行业标准包装容器PET瓶胚）。

参考标准中，乙醛测定现有两种前处理方法：剪条法和粉碎法。综合评估，最终选择采用剪条法进行乙醛残留量测定的前处理方法。本标准在乙醛测定法（YBB00282004-2015）基础上，对现有乙醛测定法进行优化提高，考察并确定了试样剪切大小、试样和对照品保温顶空温度和顶空时间等条件，建立的乙醛分析方法经过考察，均能满足方法学验证的要求。

**三、需重点说明的问题**

征求意见稿上网后，各方单位主要意见反馈及处理情况：

1、建议明确对照品和供试品制备份数。

答复：已增加照品和供试品制备份数。

2、建议增加标准曲线法。

答复：单点校正法与多点标准曲线法同属外标法，根据方法学考察结果，乙醛在0.3-4μg范围内呈良好线性关系，标准曲线截距较小，外标一点校正法和多点标准曲线法测得结果一致，因此采用限度点单点外标法进行测定。如果采用标准曲线法，标准曲线下限设置较低，部分单位仪器灵敏度可能满足不了要求。

3、称样量为什么由YBB00282004-2015中的“1g”改为“5g”？

答复：根据乙醛限度（0.2ppm），如果对照品进样1μg，样品取样量需要5g，才能满足方法灵敏度的要求。如果减少对照品进样量，仪器灵敏度又满足不了测定要求。

4、建议将对照品进样体积“1μl”改为“注入适量体积”。

答复：减少进样体积是为了减少溶剂基质效应对对照品峰面积的影响。乙醛对照品一般为水溶液，如果注入顶空瓶体积太大，水有基质效应，会影响对照品峰面积。如果采用经过计量部门检定过的微量注射器，1μl可以准确量取。