

附件 8：塑料硬片氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体测定法征求意见稿

4210 塑料硬片氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体测定法

本法适用于聚氯乙烯产品中残留氯乙烯单体和聚偏二氯乙烯产品中残留偏二氯乙烯单体的测定。

本法以气-液平衡为基础，试样在密封容器内，用合适的溶剂溶解。在一定温度下，氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体向空间扩散，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。

本法照气相色谱法（通则0521）测定。

色谱条件与系统适用性试验

用固定相为(6%)氰丙基苯基-(94%)二甲基聚硅氧烷或相似填料毛细管柱，程序升温，起始温度40℃保持12min，以60℃/min升至200℃，维持5min，再以60℃/min降温至40℃，维持2min，气化室温度190℃，火焰离子化检测器温度210℃，载气（氮气）流速为0.8ml/min，或根据仪器选择检测条件。

理论塔板数以氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体色谱峰计算，理论塔板数均不得低于5000。氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体色谱峰与其相邻色谱峰的分离度应大于1.5。测定所得待测物峰面积的相对标准偏差不大于10%。

测定法

精密量取氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体对照品适量，加甲醇定量稀释成每1ml中约含氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体0.2mg的对照品储备溶液。

取20ml顶空瓶数个，预先各加3ml的N,N-二甲基乙酰胺（DMAC），分别精密吸取氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体对照品储备溶液2.5 μ l、5 μ l、10 μ l、15 μ l、20 μ l、25 μ l，迅速注入顶空瓶溶剂中，压盖密封，振摇混匀，配成含氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体0.5 μ g、1.0 μ g、2.0 μ g、3.0 μ g、4.0 μ g、5.0 μ g的系列混合对照溶液。

将试样剪成约0.3cm \times 0.3cm的细小颗粒，取1.0g，精密称定，置于20ml顶空瓶中，加3ml DMAC后，立即压盖密闭，振摇使之充分溶散或溶胀，即得供试品溶液。

盛装对照品混合溶液和供试品溶液的顶空瓶，分别置于70℃ \pm 1℃的顶空炉中，平衡30分钟。取定量顶空瓶内气体注入气相色谱仪，记录色谱图。

分别以氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体对照溶液含量与相应峰面积做直线回归，求得直线回归方程，计算供试品中氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体含量（ μ g/g）。

【附注】（1）如只需测定氯乙烯单体或者偏二氯乙烯单体含量，对照品溶液配制时选取一种对照品即可，无需配制混合对照溶液。

（2）对照品溶液配制时需在通风柜中操作。

（3）因对照品沸点较低，极易挥发导致浓度发生变化，应快速取样，且在低温（如冰浴环境）下取样。

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：四川省食品药品检验检测院，天津市药品检验研究院

塑料硬片氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体测定法起草说明

目前药包材中氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体含量测定分别采用国家药包材标准 YBB00142003-2015 和 YBB00152003-2015 中规定方法。

氯乙烯单体测定法标准中采用外标法，查阅 USP 版和 EP10.0 版中氯乙烯单体测定法，均采用内标法；偏二氯乙烯单体测定法国外药典未收载。YBB 标准中偏二氯乙烯单体采用外标法，该方法与氯乙烯单体测定法在样品制备方法、色谱条件、系统适用性、顶空平衡温度和时间等方面均有差异。

由于氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体化学性质接近，采用一个分析系统同时测定氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体含量，减少繁琐操作，大大提高工作效率。