附件：塑料氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体测定法公示稿（第二次）

4210 塑料氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体测定法

本法适用于药品包装用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 固定相为聚乙二醇或(6%)氰丙基苯基-(94%)二甲基硅氧烷或相似填料的毛细管柱；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；气化室温度为190℃，火焰离子化检测器温度为210℃，载气流速为0.8ml/min（推荐，可根据选择的色谱柱调整）。

对照品溶液色谱图中，各成分峰之间的分离度均应符合要求。

对照品溶液的制备 取20ml顶空瓶5个，预先各精密加入3ml的N,N-二甲基乙酰胺（DMAC），分别精密量取氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体对照品溶液适量，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0.5μg、1.0μg、2.0μg、3.0μg、4.0μg和偏二氯乙烯单体1.5μg、2.0μg、3.0μg、4.0μg、5.0μg的系列混合对照品溶液。

供试品溶液的制备 将试样剪成约0.3cm×0.3cm的细小颗粒，取1.0g，精密称定，置于20ml顶空瓶中，精密加入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。平行制备2份。

测定法 盛装对照品混合溶液和供试品溶液的顶空瓶，分别置于70℃±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品溶液含量与相应峰面积做直线回归，求得直线回归方程（相关系数应不小于0.99），计算试样中氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体含量（μg/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：四川省药品检验研究院，天津市药品检验研究院

塑料氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体测定法起草说明

一、制修订的目的意义

硬片类药包材产品有药用聚氯乙烯硬片、药用聚氯乙烯和聚偏二氯乙烯复合硬片等。为提高聚氯乙烯硬片的阻隔性能，往往在其之上涂布一层薄PVDC，其中残留的氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体分别来自PVC和PVDC产品。由于氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体均具有刺激性，即使短间接触其低浓度样品，也能刺激眼睛、皮肤和呼吸道黏膜，对中枢神经也有影响，所以有必要对氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体残留量进行测定并加以控制。

本次修订旨在对国内外现有的氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体测定法进行比较，考察内标法和外标法对测定结果的影响，并探索将两个测定系统合并为一个分析系统，对样品制备方法、顶空平衡条件、色谱条件进行优化，最终建立一个合理、科学、稳定、可靠的氯乙烯和偏二氯乙烯单体的含量测定系统。

二、参考标准及修订过程

- 1、YBB00142003-2015 和 YBB00152003-2015;
- 2、YBB00152003-2015;
- 3、USP 2024;
- 4、EP11.0。

国家药包材标准中对于含有聚氯乙烯和聚偏二氯乙烯的硬片是需要测定氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体含量，测定方法分别为YBB00142003-2015和YBB00152003-2015，均采用顶空-气相色谱法进行测定，采用外标法计算结果，但两种分析系统在样品制备方法、色谱条件、顶空平衡温度和时间等方面均有差异。USP 2022和EP11.0未收载偏二氯乙烯单体测定方法，收载的氯乙烯单体采用HS-GC法进行测定，采用内标法（乙醚为内标物）计算结果，且样品制备方法、色谱条件、顶空平衡温度和时间等方面均与YBB00142003-2015均有差异。

本次修订在以上参考标准的基础上，将两种单体合并并在同一个分析系统中进行测定，并比较了YBB 标准中外标法和国外药典中内标法两种计算方法对结果测定的差异，考察了样品制备方法、顶空平衡温度和平衡时间等对测定结果的影响，最终建立了科学合理的氯乙烯单体和偏二氯乙烯单体测定法。建立的方法经过方法学验证均能满足要求，内标法和外标法测定结果一致，鉴于外标法比内标法更简便，所以选择外标法作为最终的测得方法。

三、需重点说明的问题

第一公示稿上网后，各方单位主要意见反馈及处理情况见下：

Line6，原文“……以保留时间定性，以峰面积定量”后，建议增加“如采用其他方法，应参考通则 9101 进行验证，并与本方法比较，根据试验结果选择使用”的描述。理由：替

代方法常常在测试用中使用，建议增加相关描述。

答复：未采纳。《中国药典》四部凡例第二十一条规定：“如采用其它方法，应进行方法学验证，并与规定的方法对比，根据试验结果选择使用，但应以本版药典规定的方法为准”。所以无需在此处进行重复描述。

Line9, 原文“固定相为聚乙二醇或(6%)氰丙基苯基-(94%)二甲基硅氧烷或相似填料的毛细管柱”后，建议增加其它型号色谱柱与色谱条件。理由：本公司使用色谱条件为：毛细管柱（HP-PLOT/Q, 30m×530μm, 40μm）柱温：130℃ 保持 1 分钟，3℃/min 升温至 150℃，保持 5 分钟，30℃/min 升温至 260□，保持 15 分钟；流速：5.0ml/min;进样口温度：200℃；分流比：5：1；检测器：氢火焰离子化器，检测器温度：250□；也可满足氯乙烯单体检测

答复：未采纳。解释参见第 3 条的解释。