

实验部分

一、分析条件

仪器条件：

仪器名称：	GC-4100 气相色谱仪	柱子型号：	AB-InoWax
检测器：	FID	柱子规格：	50m*0.32mm*0.5um

色谱条件：

柱箱温度：	50°C (5min) 20°C/min 至 200°C (5min)		
柱流速：	1.5mL/min	进样方式：	分流进样
气化室温度：	180°C	分流流量：	22.5mL/min
检测器温度：	200°C	尾吹气流量：	20mL/min
尾吹气：	氮气 20 mL/min	进样量：	1.0mL
灵敏度：	中档	衰减：	1
空气流量：	200mL/min	氢气流量：	20mL/min

二、样品制备

2.1 标准溶液：购买有证乙醛标准溶液，浓度为 1mg/mL，溶剂为甲醇。

2.2 对照品的制备：取三个顶空瓶，用氮气以 10L/min 的流速冲洗 1min，各注入 1.0 μ L 的 1mg/mL 的乙醛标准溶液 (相当于 1 μ g)，然后迅速压盖密闭，在 23 \pm 2°C 放置 24 小时后测定。

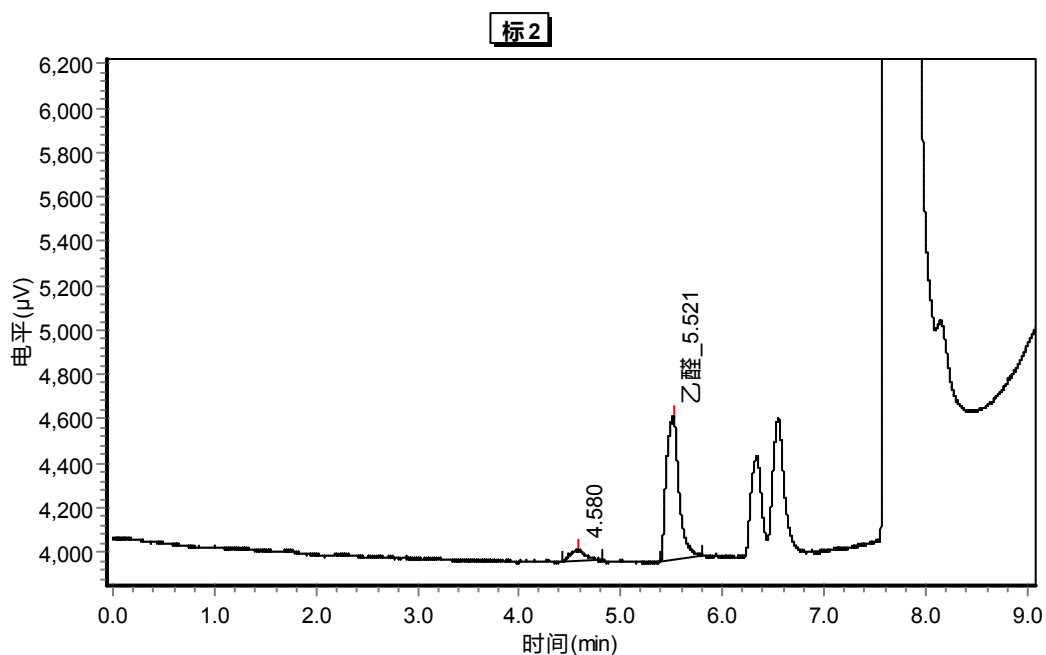
2.3 样品的制备：取供试品瓶身数个，剪成长 3cm，宽 0.3cm 的长条形，精密称取 1g，置于顶空瓶中，用氮气以 10L/min 的流速冲洗 1min，然后迅速压盖密闭，在 23 \pm 2°C 放置 24 小时后测定。

2.4 测试：精密量取顶空瓶中 1.0 mL 的对照品和供试品气体，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。

三、检测结果

3.1 对照品检测结果

对照品谱图如下：



定量方法：外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	样品含量	塔板数	分离度
1	乙醛	5.521	5543	1.000	9262.84	R1,2=3.775

满足 YBB00282004-2015 中“乙醛峰与相邻峰分离度应大于 1.5，理论塔板数按乙醛峰计算不低于 5000”的要求。

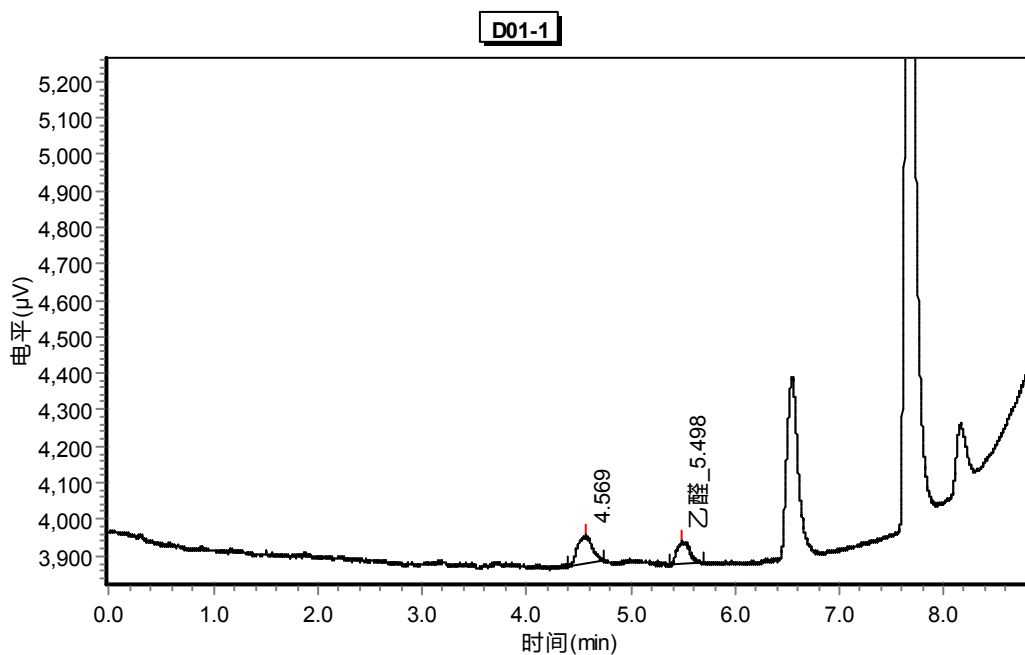
三个对照品的峰面积及相对标准偏差如下表所示：

	标 1	标 2	标 3	RSD
保留时间	5.51	5.52	5.52	0.13%
峰面积	5,565	5,543	5,512	0.48%

3.2 口服固体药用聚酯瓶检测结果

口服固体药用聚酯瓶的检测谱图如下：

样品 D01 谱图：



分析结果：

定量方法：外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	原样含量 ug/g	塔板数	分离度
1	乙醛	5.498	493	0.0829	8930.61	R1,2=3.746

其余样品 D03 , D04 , D05 , D04' (样品中有两个 D04 , 其中一个命名为 D04') 谱图与样品 D01 相似。

5 个口服固体药用聚酯瓶中乙醛含量测定数据如下表所示：

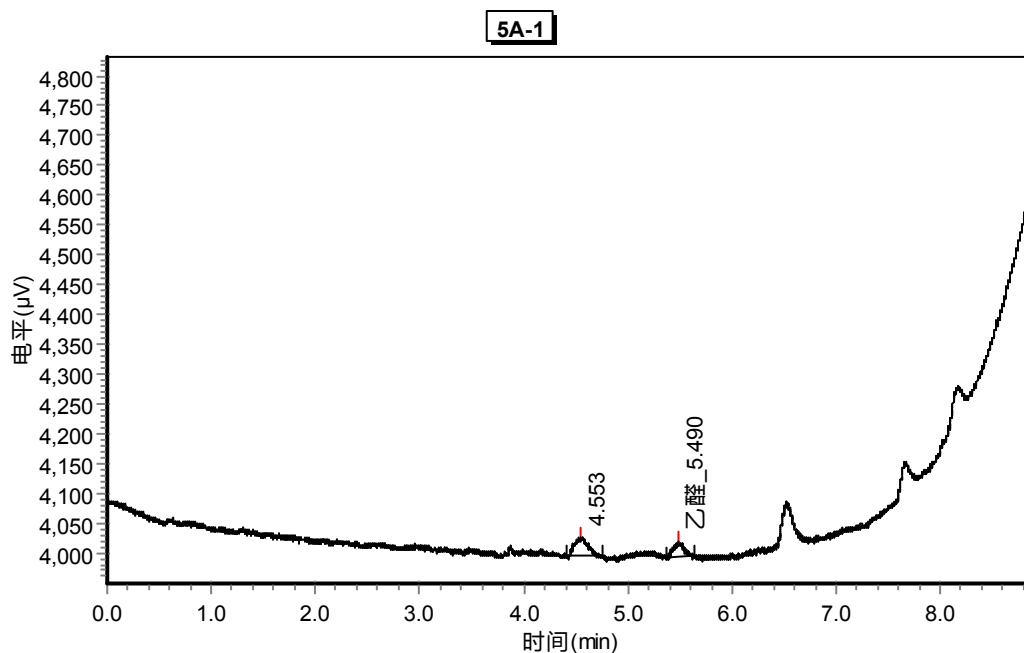
样品	平行	组分名	保留时间	峰面积	原样含量 μg/g	原样含量均值 μg/g
D01	1	乙醛	5.498	493	0.0829	0.0837
	2	乙醛	5.509	475	0.0825	
	3	乙醛	5.511	501	0.0856	
D03	1	乙醛	5.508	444	0.0746	0.0773
	2	乙醛	5.486	452	0.0786	
	3	乙醛	5.488	465	0.0787	
D04	1	乙醛	5.525	494	0.0841	0.0832
	2	乙醛	5.481	492	0.0853	
	3	乙醛	5.497	467	0.0804	
D05	1	乙醛	5.526	429	0.0730	0.0713
	2	乙醛	5.497	430	0.0711	
	3	乙醛	5.507	407	0.0699	
D04'	1	乙醛	5.536	483	0.0852	0.0856
	2	乙醛	5.491	479	0.0862	
	3	乙醛	5.514	477	0.0856	

标准规定乙醛含量不得超过千万分之二，即不得超过 $0.2\mu\text{g/g}$ ，本次测定的五个口服固体药用聚酯瓶产品中，乙醛含量在 $0.0713 \sim 0.0856 \mu\text{g/g}$ 之间，符合标准规定。

3.3 外用液体药用聚酯瓶检测结果

外用液体药用聚酯瓶的检测谱图如下：

样品 5A 谱图：



分析结果：

定量方法：外标法

序号	组分名	保留时间	峰面积	原样含量 $\mu\text{g/g}$	峰型	塔板数	分离度
1	乙醛	5.490	197	0.0352	BB	11595.57	$R_{1,2}=4.021$

其余样品 5B, 5C, 5D, 5E 谱图与样品 5A 相似。

5 个外用液体药用聚酯瓶中乙醛含量测定数据如下表所示：

样品	平行	组分名	保留时间	峰面积	原样含量 $\mu\text{g/g}$	原样含量均值 $\mu\text{g/g}$
5A	1	乙醛	5.490	197	0.0352	0.0339
	2	乙醛	5.492	200	0.0341	
	3	乙醛	5.508	186	0.0325	
5B	1	乙醛	5.487	211	0.0377	0.0371
	2	乙醛	5.510	213	0.0373	
	3	乙醛	5.513	206	0.0364	
5C	1	乙醛	5.449	209	0.0368	0.0363
	2	乙醛	5.498	202	0.0343	
	3	乙醛	5.495	217	0.0378	
5D	1	乙醛	5.521	215	0.0386	0.0387
	2	乙醛	5.488	227	0.0388	
	3	乙醛	5.480	220	0.0388	
5E	1	乙醛	5.496	212	0.0369	0.0378
	2	乙醛	5.489	215	0.0374	
	3	乙醛	5.480	225	0.0390	

标准规定乙醛含量不得超过千万分之二，即不得超过 $0.2\mu\text{g/g}$ ，本次测定的五个外用液体药用聚酯瓶产品中乙醛含量集中在 $0.0339\sim 0.0387\mu\text{g/g}$ ，均符合标准规定。