**4254 金属涂料涂层甲醛单体浸出量测定法**

金属涂料涂层甲醛单体浸出量测定法系指将带有甲醛作为单体聚合而成的酚醛树脂涂层涂料的药品包装系统用金属材料和容器经适当方法提取后，甲醛单体溶解在提取溶剂中，再采用柱前衍生化，照高效液相色谱法（通则0512）测定，以保留时间定性，以峰面积定量。

本法适用于含涂料涂层的金属中甲醛单体浸出量的测定。

**色谱条件与系统适应性** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（50：50）为流动相；检测波长为355nm。待测物（2,4-二硝基苯腙）与其他色谱峰的分离度应大于1.5。

**标准贮备液的制备** 精密量取甲醛对照品适量，用水制成每1mL中100µg的溶液，作为甲醛标准贮备液（0~5℃贮存）。

**供试液的制备**

取试样，照药品包装用金属组件和容器通则（通则5400）要求制备供试品溶液。同法制备空白溶液。

**第一法 外标法**

**测定法** 取经纯化的2,4-二硝基苯肼适量，精密称定，用流动相制成每1mL约含0.8mg的溶液，作为衍生化液。精密量取标准贮备液适量，用水稀释制成每1 ml约含甲醛1μg的溶液，作为对照溶液。精密量取酸性乙腈（用冰醋酸调节pH至3.0）2mL，置10ml具塞试管中，依次加入供试液和衍生化液各2mL，摇匀，置60℃水浴中反应1小时，室温放置1小时，涡旋2分钟。精密量取对照溶液2mL，同上操作，作为对照品溶液。精密量取对照品溶液和供试品溶液各20µl，注入液相色谱仪，按外标法以峰面积计算。

**第二法 标准曲线法**

**标准曲线的制备** 精密量取标准贮备液适量，用水稀释制成每1 ml分别含甲醛0.2 μg、0.5μg、0.8 μg、1.0 μg、2.0 μg的溶液。分别置已加入2mL酸性乙腈的10ml具塞试管中，依次加入对照品溶液和衍生化液各2mL，摇匀，置60℃水浴中反应1小时，室温放置1小时，涡旋2分钟。照高效液相法（通则0512），以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

**测定法** 精密量取供试品溶液2mL，置已加入2mL酸性乙腈的10mL具塞试管中，照标准曲线的制备项下的方法，自“依次加入对照品溶液和衍生化液2mL”起，依法测定面积，从标准曲线中读出甲醛浓度，计算，记得。

起草单位：上海市食品药品包装材料测试所 联系电话：021-50798235

参与单位：上海现代药物制剂工程研究中心有限公司（国家食品药品监督管理局药品包装材料科研检验中心）

**金属涂料涂层甲醛单体浸出量测定法起草说明**

1. **制修订的目的意义**

为了有效加强对药用金属管中涂料涂层的质量控制，保证药品质量，便于药品生产企业的使用。根据国家药典委员会对构建药包材标准体系的要求，制定金属涂料涂层中甲醛单体浸出量测定法。基于此，对建立符合中国药典要求的、稳定可靠的甲醛单体测定法具有重要意义。形成“金属涂料涂层甲醛单体浸出量测定法”方法标准，科学有效指导药包材金属涂料涂层中甲醛单体浸出量的测定。

**二、制定的总体思路**

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，参考文献结合实验验证，制定该标准。

本标准为方法标准，不设立限度。