**425****2金属涂料涂层丙烯酸单体浸出量测定法**

金属涂料涂层丙烯酸单体浸出量测定法系指将带有由丙烯酸作为单体聚合而成的丙烯酸树脂和甲基丙烯酸树脂涂层/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，丙烯酸单体溶解在提取溶剂中，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。

本法适用于金属涂料涂层丙烯酸单体浸出量的测定。通过外标法定量丙烯酸单体的浸出量，本方法分为直接比较法和标准曲线法。

**色谱条件与系统适用性要求** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（5:95）为流动相；检测波长为210 nm。精密量取丙烯酸标准贮备液适量，加供试品溶液稀释成每1ml中约含5μg的溶液，作为系统适用性溶液。

（1）用丙烯酸峰计算，色谱柱的理论塔板数一般不低于5000。

（2）色谱图中，丙烯酸峰与其相邻色谱峰的分离度应大于1.5。

（3）所用色谱条件应使供试品中的杂质和丙烯酸完全分开。

**丙烯酸标准贮备液的制备**精密称取丙烯酸对照品适量，用甲醇溶解稀释，制成每1ml含丙烯酸1000 μg的溶液，即得（0~5℃贮存）。

**供试品溶液的制备**

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 直接比较法**

**测定法** 精密量取丙烯酸标准贮备液适量，用50%乙醇稀释制成每1ml约含5 μg的溶液，作为对照品溶液，精密量取供试品溶液和对照品溶液各10µl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法中的直接比较法以峰面积计算，即得。

**第二法 标准曲线法**

**标准曲线的制备**精密量取对照品贮备液适量，用50%乙醇定量稀释制成每1L中分别约含0.2mg、0.5mg、1.0mg、2.0mg和5.0mg的溶液，作为对照品溶液（必要时可根据供试品实际情况调整线性范围）。精密量取上述对照品溶液各10 µl，分别注入液相色谱仪，测定峰面积，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

**测定法** 精密量取空白溶液和供试品溶液各10 µl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，测定峰面积，从标准曲线上确定供试品溶液中丙烯酸的量，计算，即得。

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：江西省药品检验检测研究院

**金属涂料涂层丙烯酸单体浸出量测定法起草说明**

1. **制修订的目的意义**

丙烯酸是丙烯酸树脂涂层涂料和甲基丙烯酸树脂涂层涂料中的单体,是高风险制剂药用金属组件与容器涂层涂料中重点关注的单体。丙烯酸对人体的皮肤、眼睛有强烈的刺激作用。为了有效加强对药用金属罐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构建药包材标准体系的要求，制订金属涂料涂层丙烯酸单体浸出量测定法。基于此，建立符合中国药典要求的、稳定可靠的丙烯酸测定法具有重要意义。形成“金属涂料涂层丙烯酸单体浸出量测定法”方法标准，科学有效指导药包材金属涂料涂层中丙烯酸单体浸出量的测定。

1. **制订的总体思路**

遵循药典委对药包材标准体系的架构思路，参考相关标准文献资料，通过几种方法的对比，其中HPLC法的灵敏度、检测限、定量限、精密度等指标参数优于其他方法，故拟建立高效液相色谱法测定丙烯酸单体浸出量，并对方法进行验证，为实际检测提供可行可靠的方法依据。结合日常试验及标准验证时存在的问题，制定检测方法。

本标准为方法标准，不设立限度。

1. **需重点说明的问题**

供试品溶液的制备：测定金属罐体内涂层析出单体时，采用灌入标称容量的溶剂，以合适提取条件进行提取。具体的提取方式可结合实际使用情况进行选择。