

4229 金属涂料涂层双酚A单体浸出量测定法

本法适用于以双酚 A 为单体聚合而成的酚醛树脂涂层涂料的药品包装系统金属涂层涂料中双酚 A 单体浸出量的测定。

照高效液相色谱法（通则 0512）、质谱法（通则 0431）测定。

供试品溶液的制备

取试样，照药品包装用金属组件指导原则要求，使用乙醇作为提取液，制备供试品溶液。同法制备空白溶液。

第一法 液相色谱法

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（70:30）为流动相；检测波长为280nm。精密量取双酚A标准贮备液适量，加供试品溶液稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为系统适用性溶液，取10 μl注入液相色谱仪，双酚A与相邻色谱峰的分离度应符合要求。

标准曲线的制备 精密称取双酚A对照品适量，用甲醇稀释制成每1 ml 含1mg双酚A的溶液，即得双酚A标准贮备液（0~5℃贮存）。精密量取双酚A标准贮备液适量，用乙醇定量稀释制成每1mL中分别约含0.2μg、0.5μg、8.0μg、1.0μg和2.0μg的溶液，作为对照品溶液。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双酚 A 的量，计算，即得。

第二法 液相色谱-质谱法

本方法采用液相色谱-质谱仪进行测定。采用选择多反应监测(MRM)，以保留时间和碎片的丰度比定性，标准曲线法定量。

色谱、质谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-氨水（70:30:0.1）为流动相；柱温 30℃；流速每分钟 0.3ml。

以三重四级杆串联质谱仪检测；电喷雾离子源（ESI），采集模式为负离子模式，化合物监测粒子对和碰撞电压（CE）见下表。

28 双酚 A 对照品的监测离子对、碰撞电压（CE）参考值

化 合 物	母 离 子	子 离 子	CE（V）
双 酚 A	227	211.9	125
	227	132.8	125

29
30 **标准曲线的制备** 精密称取双酚A对照品适量，用甲醇稀释制成每1 ml
31 含0.01mg双酚A的溶液，即得双酚A标准贮备液（0~5℃贮存）。精密量取双
32 酚A标准贮备液适量，用乙醇定量稀释制成每1mL中分别约含0.01μg、0.02μg、
33 0.05μg、0.08μg和0.1μg的溶液，作为对照品溶液。精密量取上述对照品溶液
34 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
35 坐标，绘制标准曲线。

36 **测定法** 精密量取空白溶液和供试品溶液各 3μl，分别注入液相色谱-质谱
37 联用仪，记录色谱图，测定双酚 A 定量离子峰面积，从标准曲线上确定供试
38 品溶液中双酚 A 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：北京市药品包装材料检验所、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）

金属涂料涂层双酚 A 单体浸出量测定法制订说明

一、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，参考国家标准《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 双酚 A 浸出量的测定》GB31604.10-2016，参考文献结合实验验证，制定该标准。

二、需重点说明的问题

本标准为新增的方法标准，不设立限度。