

## 包装材料溶剂残留量测定法

### Baozhuangcailiao Rongji Canliuliang Cedingfa

### The Test Method for Residue of Solvent in Packaging Material

本法适用于药品包装材料中残留溶剂的测定。

本法以气—固平衡为基础，取一定面积的试样置于密封容器内，在一定的温度和时间条件下，试样中残留的有机溶剂受热挥发，达到平衡后，取顶空气体定量注入色谱仪中分析，以保留时间定性，峰面积定量。照有机溶剂残留量测定法（中国药典 2010 年版二部附录 VIII P）测定。

#### 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱可选用能满足待测溶剂分离要求的毛细管柱或其他适宜色谱柱。

用待测物质的色谱峰计算，理论板数一般不得低于 1000。

毛细管色谱柱除另有规定外，极性相近的同类色谱柱之间可以互代使用。理论板数：不得低于 5000。1、非极性色谱柱：100%的二甲基聚硅氧烷。

2、极性色谱柱：聚乙二醇 PEG-20M。

3、中极性色谱柱：6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷。

4、弱极性色谱柱：5%苯基—95%甲基聚硅氧烷。

一般选用：

色谱柱：INNOWAX 0.32mm×0.5μm×60m

检测器：火焰离子检测器（FID）

测定条件（供参考）：柱温：起始温度 50℃，保持 5 分钟，再以每分钟 10℃的速率升温至 150℃，进样口温度 200℃，检测器温度 220℃，

分流比：10：1

氮气 2 ml/min，氢气 30ml/min，空气 400ml/min

分离度：待测物质色谱峰与其相邻色谱峰的分离度应大于 1.5。

待测物峰面积的相对标准偏差应不大于 10%。

可分离甲醇、异丙醇、丙酮、丁酮、乙酸乙酯、乙酸丁酯、苯、甲苯、乙苯、对、邻、间二甲苯等。

#### 供试品的制备

除另有规定外，将样品剪成 1cm×3cm 大小，置顶空瓶中，加入两粒玻璃珠后，压盖，密封，平行试验 2 份。

#### 对照品溶液的制备

分别取上述有机溶剂适量置装有约 40ml 稀释溶剂（该溶剂应不干扰所有组分的测定，推荐使用正己烷）的 50ml 容量瓶中，加溶剂稀释至刻度，摇匀，备用。用微量进样器精密量取适量（各组分浓度应与规定限度基本相当，总量应不高于样品中可能的总量），注入已压盖密封的顶空瓶内，平行试验 3 份。

#### 测定法

##### 第一法 外标法（推荐使用）

除另有规定外，将加有对照品溶液和供试品的顶空瓶，分别置于  $100^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  保持 60 分钟。精密量取供试品和对照品的顶空瓶中相同体积的气体注入气相色谱仪中。记录色谱图，测量峰面积，按外标法计算供试品中各溶剂的含量。

注：如果溶剂残留量不符合规定，应重新制备与实际检出的溶剂浓度相当的对照品溶液重新测定，采用第二法进行测定。

### **第二法 标准曲线法**

用微量进样器分别精密量取上述对照品溶液适量，分别注入五个已压盖密封的各项空瓶中（线性范围根据样品待测有机溶剂实际含量确定），制成五种不同浓度的对照品。将加入对照品和供试品的顶空瓶分别置  $100^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  保持 60min，精密量取供试品和对照品相同体积的气体注入气相色谱仪中。记录色谱图，测量峰面积，绘制峰面积与对照品中相应溶剂浓度的标准曲线，并从标准曲线读出各溶剂的浓度，并计算供试品中各溶剂的含量。