

附件：药包材红外光谱测定法（修订）公示稿

1 4002 药包材红外光谱测定法

2 红外光谱法又称红外分光光度法。药包材红外光谱测定法是指在一定波数范围内采集供
3 试品的红外吸收光谱，主要用于药品包装材料的鉴别。

4 **仪器及其校正** 仪器及其校正照红外分光光度法（通则 0402）要求。

5 **测定法** 常用方法有透射法、衰减全反射（attenuated total reflection, ATR）法和显微红
6 外法等。

7 第一法 透射法

8 透射法是通过采集透过供试品前后的红外吸收光强度变化，得到红外吸收光谱。透射法
9 光谱采集范围一般为 $4000\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 波数。根据供试品的制备方法不同，又分为热敷法、膜
10 法、热裂解法等。

11 1. 热敷法

12 本法适用于塑料产品及粒料。~~除另有规定外~~，将溴化钾片或其他适宜盐片加热后，趁热
13 将供试品轻擦于热溴化钾片或其他适宜盐片上，以不冒烟为宜。

14 2. 膜法

15 本法适用于塑料产品及粒料。~~除另有规定外~~，取供试品适量，制成厚度适宜均一的薄膜。
16 常用的薄膜制备方式可采用热压成膜，或者加适宜溶剂高温回流使供试品溶解，趁热将回流
17 液涂在溴化钾片或其他适宜盐片上，加热挥去溶剂等方式。

18 3. 热裂解法

19 本法适用于橡胶产品。~~除另有规定外~~，取供试品切成小块，用适宜溶剂抽提后烘干，再
20 取适量置于玻璃试管底部，置酒精灯上加热，当裂解产物冷凝在玻璃试管冷端时，用毛细管
21 取裂解物涂在溴化钾片或其他适宜盐片上，立刻采集光谱。

22 经上述方法制备的供试品，均可采用透射法采集红外吸收光谱。

23 第二法 衰减全反射法（ATR 法）

24 衰减全反射法是红外光以一定的入射角度照射供试品表面，经过多次反射得到的供试品
25 的反射红外吸收光谱，该法又分为单点衰减全反射法和平面衰减全反射法。衰减全反射法光
26 谱采集范围一般为 $4000\sim 650\text{ cm}^{-1}$ 波数。

27 本法适用于塑料产品及粒料、橡胶产品。~~除另有规定外~~，取表面清洁平整的供试品适量，
28 与衰减全反射棱镜底面紧密接触，采用衰减全反射法采集光谱。

29 第三法 显微红外法

30 本法适用于多层膜、袋、硬片等产品。~~除另有规定外~~，用切片器将供试品切成厚度小
31 于 $50\mu\text{m}$ 的薄片，置于显微红外仪上观察供试品横截面，选择每层材料，通常以透射法采
32 集光谱。

33 **结果判定**

34 按上述方法采集的供试品红外吸收光谱, 应与企业标准或质量协议规定的光谱图或特征
35 波数一致。

36 **【附注】**

37 (1) 如对材料整体进行鉴别, 可采用全光谱作为判定依据; 如仅针对材料的主要组分,
38 如聚合物、填充剂等的类别进行鉴别, 可在特征区和指纹区内选择适宜数量的相对稳定的特
39 征波数作为判定依据, 必要时可明确相关特征波数的相对吸收强度。

40 (2) 实测光谱中波数的误差, 指纹区不超过规定值的 $\pm 5 \text{ cm}^{-1}$ (0.5 %), 特征区不超过
41 规定值的 $\pm 10 \text{ cm}^{-1}$ 。

42 (3) 由于各种型号的仪器性能及测试方法不同, 供试品制备时温度、压力、厚薄等原
43 因, 可能影响光谱的形状。因此, 进行比对时, 需考虑各种因素可能造成的影响, 应采用相
44 同方法制备的光谱图或特征波数进行比对。

45

起草单位: 上海市食品药品包装材料测试所 联系电话: 021-50798250

参与单位: 四川省药品检验研究院 (四川省医疗器械检测中心)

药包材红外光谱测定法修订说明

一、标准制修订的目的和意义

红外光谱是鉴别和分析物质化学结构的有效手段, 也是相关药包材质量控制的关键项目。为协同中国药典新增药包材相关指导原则, 结合药包材鉴别的实际情况, 现对包装材料红外光谱测定法进行修订, 明确结果判定的相关规定, 并通过增加附注内容就比对方式及要求进行必要的说明。

二、参考标准

YBB00262004-2015 包装材料红外光谱测定法

《中国药典》0402 红外分光光度法

三、需重点说明的问题

1、鉴别用于判别材料的一致性, 因此明确了结果判定要求。由于药包材配方工艺的复杂性, 无法获得通用的对照品或对照图谱, 因此明确了与企业标准或质量协议所规定的光谱图或特征波数进行比对并保持一致。

2、对红外光谱用于不同鉴别目的所采用比对方式的适用范围进行说明。

3、参照《中国药典》0402 红外分光光度法, 结合《中国药品检验标准操作规程》的相关规定, 对波数允差的相关要求予以明确。并对可能存在的影响因素进行说明, 建议采用相同方法制备的光谱图或特征波数进行比对。