

使用 FTIR 和 DSC 定性鉴别药品包装材料

TA-010

摘要：本文介绍了使用傅立叶红外光谱仪 IRAffinity-1 和热分析仪器 DSC-60A 应对美国药典 USP32 对药品包装材料的分析方法。试验结果表明，通过鉴别药品包装材料在红外和 DSC 图谱上的差异，可有效应对 FDA（美国食品药品监督管理局）在药品包装材料的标准要求，完成包装材料的定性鉴别。

关键词：IRAffinity-1 DSC 红外 热分析 美国药典 USP32 药物包装材料

随着经济持续、健康的发展，我国已成为世界十大医药生产国和原料出口国之一。但目前我国药品包装的整体水平还落后于发达国家，不符合国际标准的包装材料成为制约中国药物出口的又一个问题。

美国是药品包装材料规定非常详尽的国家。美国食品与药品管理局（FDA）与美国药典（USP）密切合作，规定药品包装材料需要符合 ASTM 及 ISO 的相关检测

标准，并提供检测报告。根据美国药典（USP32）对塑料类材料的要求，如果药品使用某 PET 材料作为药品包装材料，那么必须测量该 PET 材料的红外和热分析图谱，并和 USP 提供的 PET 标准品的图谱对比，对比结果必须一致。

本文使用岛津 DSC-60 示差扫描量热仪和岛津 Affinity-1 傅利叶红外光谱仪，参考 USP 相关标准对国内某工厂生产的两批 PET 药品包装材料进行了检测。

材料和方法

1.1 仪器及试剂

Shimadzu IRAffinity-1 傅立叶红外光谱仪
ATR, ZnSe 晶体衰减全反射附件
Shimadzu DSC-60A 差示扫描量热仪
TA-60WS 热分析工作站
FC-60A 气体流量控制器
SSC-30 样品密封 / 卷边器
Shimadzu 十万分之一电子天平

1.2 分析条件

IRAffinity-1 分析条件：
波长范围：4000 ~ 700 cm⁻¹
分辨率：8 cm⁻¹
扫描次数：20 次
DSC-60A 分析条件：
氛围：氮气氛围
气体流速：30 mL/min
冷却方式：风冷

1.3 分析方法

参考美国药典《USP32-NF37》标准方法。测量 USP 标准品和国内某药品包装材料厂生产的两种样品 1# 和 2#。

结果与讨论

2.1 傅立叶红外分析结果

使用 IRAffinity-1 傅立叶红外光谱仪衰减全反射附件分析样品。测得 3 个样品的重叠图谱如下(蓝色: PET 标准品; 红色: 药品包装材料 2#; 灰色: 药品包装材料 1#):

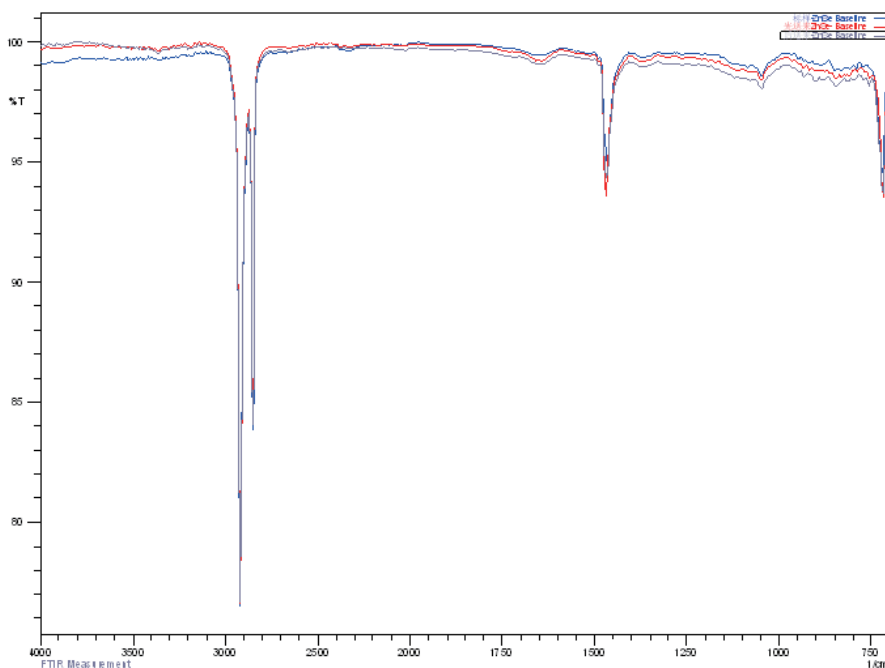


图 1 三个样品的红外光谱叠加图

如上图所示, 1# 药品包装材料样品, 2# 药品包装材料样品和 PET 标准品主要成分均是聚乙烯, 1#、2# 药品包装材料样品和 PET 标准品的红外谱图比对基本一致。根据 USP32 的判定标准, 1# 药品包装材料样品, 2# 药品包装材料样品和 PET 标准品的红外光谱谱图一致, 红外光谱谱图符合美国药典要求。

2.2 热分析结果

使用 DSC-60A 测量 1# 药品包装材料样品, 2# 药品包装材料样品和 PET 标准品。使用剪刀将药品包装材料剪成碎片, 使用万分之一天平称量 3 ~ 6 mg, 放入铝坩埚内, 加盖压制, 得到样品坩埚, 放入仪器, 在氮气保护的条件下进行测量。得到图谱如下。

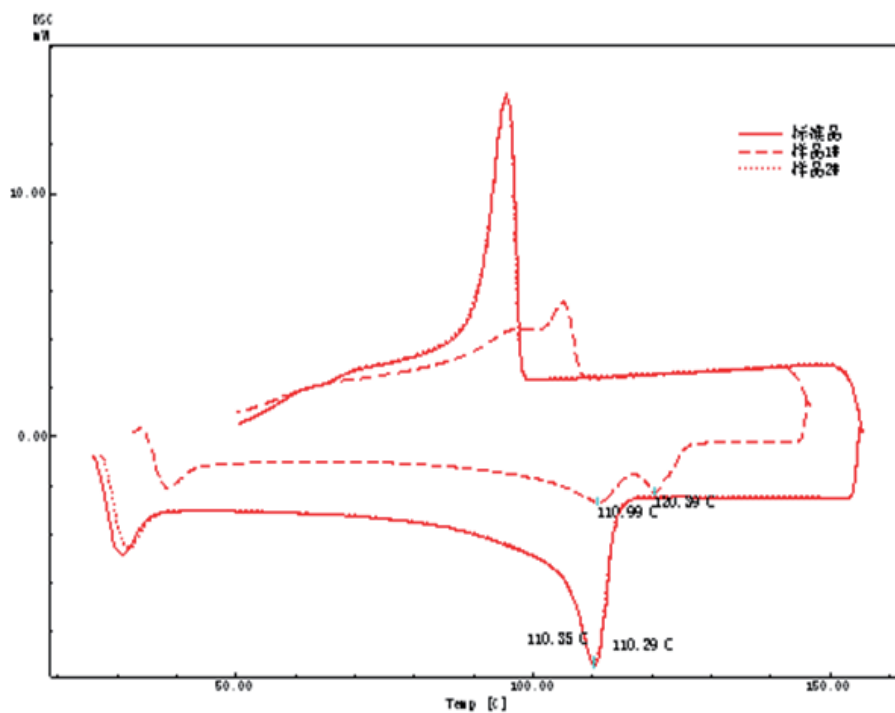


图2 三个样品的DSC叠加谱图

如上图所示，1# 药品包装材料样品有两个熔融峰，在熔融峰峰值分别为 110°C 和 120°C，标准品和 2# 药品包装材料样品都只有一个熔融峰，在 110°C，并且谱图基本重合。根据 USP32 的判定标准，1# 药品包装材料样品和 PET 标准品的 DSC 图谱相差较大，该样品不符合美国药典要求；2# 药品包装材料样品和 PET 标准品的 DSC 图谱一致，该样品符合符合美国药典要求。根据 USP32 对药品包装材料的要求，药品包装材料的红外和 DSC 图谱必须均与标准品图谱一致，任何一个不一致即判定材料不符合要求，所以 1# 药品包装材料样品不符合美国药典要求，2# 药品包装材料样品符合美国药典要求。

结论

本文介绍了使用傅立叶红外光谱仪 IRAffinity-1 和热分析仪器 DSC-60A 应对美国药典 USP32 对药品包装材料的分析方法。该方法可以快速准确的完成 USP32 要求的对药品包装材料的定性鉴别分析。测量结果表明，此方法通过比较药品包装材料在红外和 DSC 谱图上的差异，实现对药品包装材料的材质进行定性鉴别，完全符合 FDA 相关检测标准，为药品包装材料的出口提供技术支持。