

国家食品药品监督管理局  
国家药品包装材料(材料)标准  
(试行)

YBB00262004

包装材料红外光谱测定法  
Baozhuangcailiao Hongwaiguangpu Cedingfa  
The test method for infrared spectrum in packaging material

本方法适用于药品包装用塑料、橡胶产品中主要成分的红外光谱测定。

**原理:** 红外光谱测定法是鉴别和分析物质化学结构的有效手段。化合物受红外辐射照射后,使分子的振动和转动运动由较低能级向较高能级跃迁,从而导致对特定频率红外辐射的选择性吸收,形成特征性很强的红外吸收光谱,以中红外区( $4000\sim 400\text{cm}^{-1}$ )为常用区域。

**包装材料的红外光谱测定技术:** 包括检测方法和制样技术。

检测方法有透射和衰减全反射(Attenuated Total Reflectance 缩写ATR)等。

透射是指通过测定通过样品前后的红外光强度变化,得到红外透射光谱。衰减全反射是指红外光以一定的入射角度通过ATR晶体后,在与晶体紧贴的样品表面经过多次反射而得到反射光谱图,可分为单点衰减全反射和平面衰减全反射。

制样技术有热敏法、薄膜法、热裂解法、衰减全反射法、红外显微微法等。

**仪器性能:**

用聚苯乙烯薄膜(厚度约为 $0.05\text{mm}$ )校正仪器。

1. 用 $2851\text{cm}^{-1}$ 、 $1601\text{cm}^{-1}$ 、 $1028\text{cm}^{-1}$ 、 $907\text{cm}^{-1}$ 对仪器波数进行校正,在 $2000\sim 400\text{cm}^{-1}$ 区间允许相差不大于 $4\text{cm}^{-1}$ 以内,在 $4000\sim 2000\text{cm}^{-1}$ 允许相差不大于 $8\text{cm}^{-1}$ 以内。

2. 仪器分辨率在 $3110\sim 2850\text{cm}^{-1}$ 范围内应能清晰分辨出7个峰,  $2924\text{cm}^{-1}$ 与 $2851\text{cm}^{-1}$ 吸收带的分辨深度不小于18%透光率,  $1601\text{cm}^{-1}$ 与 $1583\text{cm}^{-1}$ 吸收带的分辨率深度不小于8%透光率。仪器的标称分辨率,除另有规定外,应不低于 $2\text{cm}^{-1}$ 。

**环境条件:**

温度应在 $15\sim 30\text{C}$ ,相对湿度应小于65%。适当通风换气,以避免积聚过量的二氧化碳和有机溶剂蒸汽。

#### 第一法：热融法

本法适用于粒料、塑料瓶、单层薄膜的红外光谱测定。

将溴化钾晶片或氯化钠晶片在酒精灯或控温电炉（温度接近材料熔点）上加热，乘热将样品轻摊于热溴化钾晶片或氯化钠晶片上（以不冒烟为宜），通过透射录制红外光谱。

#### 第二法：薄膜法

本法适用于粒料、塑料瓶、单层薄膜的红外光谱测定。

取样品约 0.25g（可剪切成小碎块），加适宜的溶剂（如聚乙烯 PE、聚丙烯 PP、乙烯与醋酸乙烯共聚物 EVA 等材料可用甲苯；聚对苯二甲酸乙二酯 PET 可用 1,1,2,2-四氯乙烷；聚碳酸酯 PC 可用二氯乙烷）约 10ml，高温回流使样品溶解，用毛细管趁热将回流液涂在溴化钾晶片或氯化钠晶片上，加热挥去溶剂后，通过透射录制红外光谱。

#### 第三法：热裂解法

本法适用于橡胶产品的红外光谱测定。

取样品约 3g 切成小块，用丙酮或适宜的溶剂抽提 8 小时后，在 80℃ 烘干，取 0.1~0.2g 置于裂解管的底部，然后用试管夹水平地将裂解管移到酒精灯上加热，当出现裂解产物冷凝在裂解管冷端时，用毛细管取裂解物涂在溴化钾晶片或氯化钠晶片上，立刻通过透射录制红外光谱。

#### 第四法：衰减全反射法

本法适用于粒料、塑料瓶、薄膜、硬片、橡胶产品的红外光谱测定。

取表面清洁平整的样品适量，将其紧压在 ATR 附件所使用的晶片[硒化锌（ZnSe）或溴化铯与碘化铯结晶 1:1（KRS-5）等]上，通过反射直接录制红外光谱。

#### 第五法：红外显微镜法

本法适用于多层复合膜及袋、复合硬片的红外光谱测定。

用切片器将样品切成厚度适宜（小于 50 μm）的薄片，置于红外显微仪上观察样品横截面，选择所需检测的区域，通过透射录制红外光谱。

## 包装材料红外光谱测定法起草说明

### 一、概况

#### 1. 任务来源:

根据国家食品药品监督管理局药品注册司颁布的药监注函[2004]26 号文“关于做好 2004 年药包材标准制(修)定工作的通知”的相关要求,制定该标准。

#### 2. 目的:

为了进一步规范包装材料红外鉴别项目的测定方法,便于实际操作,特制定此方法。

#### 3. 起草原则:

为了使红外鉴别的方法得到完善,在参照 Rubber-Identification-Infra-red spectrometric method (ISO 4650-1987)、红外光谱分析方法通则(GB/T 6040-2002)、橡胶红外鉴定(GB/T 7764-2001)、欧洲药典第四版的基础上按中国药典附录编写格式进行制订的,具体内容按方法名称、原理、仪器装置、测定法的顺序进行编写。

### 二、关于标准项目说明:

#### 1. 第一法 热散法

本法操作较为快速简便,操作时应注意温度控制,若温度过高会使样品分解。

#### 2. 二法 薄膜法

本法参照欧洲药典第四版制定,操作时应注意所选溶剂应在高温条件下使材料溶解,又能被方便的除去。

#### 3. 第三法 热裂解法

本法参照橡胶红外鉴定(GB/T 7764-2001)制定,样品在加热过程中要注意空气中水分的影响,裂解液经过加热后吸收峰强度会变小。

#### 4. 第四法 ATR 法

本法操作简便快捷,适用面广,可不必改变材料的形状而直接获得光谱图,能获得样品表面的光谱图。

#### 5. 第五法 显微红外法

本法能检测多层材料中各层材料的红外光谱图,对设备和制样的要求高,切片后的样品要求薄而平整。