

附录IV C 红外分光光度法

仪器及其校正 可使用傅里叶变换红外光谱仪或色散型红外分光光度计。用聚苯乙烯薄膜(厚度约为 0.04mm)校正仪器,绘制其光谱图,用 3027cm^{-1} , 2851cm^{-1} , 1601cm^{-1} , 1028cm^{-1} , 907cm^{-1} 处的吸收峰对仪器的波数进行校正。傅里叶变换红外光谱仪在 3000cm^{-1} 附近的波数误差应不大于 $\pm 5\text{cm}^{-1}$, 在 1000cm^{-1} 附近的波数误差应不大于 $\pm 1\text{cm}^{-1}$ 。

用聚苯乙烯薄膜校正时,仪器的分辨率要求在 $3110\sim 2850\text{cm}^{-1}$ 范围内应能清晰地分辨出 7 个峰,峰 2851cm^{-1} 与谷 2870cm^{-1} 之间的分辨深度不小于 18%透光率,峰 1583cm^{-1} 与谷 1589cm^{-1} 之间的分辨深度不小于 12%透光率。仪器的标称分辨率,除另有规定外,应不低于 2cm^{-1} 。

供试品的制备及测定

1. 原料药鉴别 除另有规定外,应按照国家药典委员会编订的《药品红外光谱集》各卷收载的各光谱图所规定的方法制备样品。具体操作技术参见《药品红外光谱集》的说明。

采用固体制样技术时,最常碰到的问题是多晶现象,固体样品的晶型不同,其红外光谱往往也会产生差异。当供试品的实测光谱与《药品红外光谱集》所收载的标准光谱不一致时,在排除各种可能影响光谱的外在或人为因素后,应按该药品光谱图中备注的方法或各品种正文中规定的方法进行预处理,再绘制光谱,比对。如未规定该品供药用的晶型或预处理方法,则可使用对照品,并采用适当的溶剂对供试品与对照品在相同的条件下同时进行重结晶,然后依法绘制光谱,比对。如已规定特定的药用晶型,则应采用相应晶型的对照品依法比对。

当采用固体制样技术不能满足鉴别需要时,可改用溶液法测定光谱后比对。

2. 制剂鉴别 品种鉴别项下应明确规定制剂的前处理方法,通常采用溶剂提取法。提取时应选择适宜的溶剂,以尽可能减少辅料的干扰,并力求避免导致可能的晶型转变。提取的样品再经适当干燥后依法进行红外光谱鉴别。

3. 多组分原料药鉴别 不能采用全光谱比对,可借鉴注意事项(3)的方法,选择主要成分的若干个特征谱带,用于组成相对稳定的多组分原料药的鉴别。

4. 晶型、异构体限度检查或含量测定 供试品制备和具体测定方法均按各品种项下有关规定操作。

注意事项

1. 各品种项下规定“应与对照的图谱（光谱集××图）一致”，系指《药品红外光谱集》第一卷（1995 年版）、第二卷（2000 年版）和第三卷（2005 年版）的图谱。同一化合物的图谱若在不同卷上均有收载时，则以后卷所收的图谱为准。

2. 药物制剂经提取处理并依法录制光谱，比对时存在如下四种可能：

（1）辅料无干扰，待测成分的晶型不变化，此时可直接与原料药的标准光谱进行比对；

（2）辅料无干扰，但待测成分的晶型有变化，此种情况可用对照品经同法处理后的光谱比对；

（3）待测成分的晶型不变化，而辅料存在不同程度的干扰，此时可参照原料药的标准光谱，在指纹区内选择 3~5 个不受辅料干扰的待测成分的特征谱带，以这些谱带的位置（波数值）作为鉴别的依据。鉴别时，实测谱带的波数误差应小于规定值的 0.5%；

（4）待测成分的晶型有变化，辅料也存在干扰，此种情况使问题变得复杂，故一般不宜采用红外鉴别。

3. 由于各种型号的仪器性能不同，供试品制备时研磨程度的差异或吸水程度不同等原因，均会影响光谱的形状。因此，进行光谱比对时，应考虑各种因素可能造成的影响。