

# 使用 FTIR 进行药物分析：符合欧洲、美国、印度和日本药典的要求

Agilent Cary 630 FTIR 助您满足全球药典的要求

## 前言

傅立叶变换红外 (FTIR) 光谱是制药行业中的一种常用技术。FTIR 光谱通常用于药物和原料鉴定的质量保证/质量控制 (QA/QC)。

Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪将易于使用、可靠灵活的采样附件结合到极为紧凑的系统中，获得了一流的性能。专为满足法规监管药物环境的要求而设计，非常适用于常规测量（例如分析、表征和验证原材料和成分）。

Cary 630 FTIR 光谱仪采用模块化设计。这种设计使仪器能够采用永久准直的不同采样模块进行重新配置，从而满足不同的样品和应用需求。采样模块可以简单地连接到配备 KBr 或 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 仪器的前端，并且可在几秒钟内完成更换。

一些药典描述了如何验证 FTIR 光谱仪的性能是否适用于预期的分析操作范围。

本白皮书介绍了如何验证 Agilent Cary 630 FTIR 仪器（配备 KBr 和 ZnSe 光学元件）是否满足欧洲、美国、印度和日本药典的性能要求。在适用的情况下，按照相应的药典规定，对仪器的透射和 ATR 测量模式进行了验证。

以下采样模块可用于透射测量模式测试：

- Cary 630 透射模块（本白皮书中使用的模块）
- Cary 630 DialPath 模块
- Cary 630 Tumbler 模块

以下采样模块可用于 ATR 测量模式测试：

- Cary 630 钻石晶体 ATR 模块（本白皮书中使用的模块）
- Cary 630 ZnSe 晶体 ATR 模块
- Cary 630 Ge ATR 模块

## 仪器性能的控制

仪器性能的控制是确认仪器是否适用于将要进行的分析的关键考虑因素。光谱分辨率和波数准确性是大多数药典中描述的性能参数，有时使用的术语略有不同。使用合适的参比物质对这些参数进行校验。

本白皮书中引用的所有药典均建议使用厚度约为 35  $\mu\text{m}$  的 NIST SRM 1921b 可追溯聚苯乙烯膜（可从安捷伦购买，部件号：925-0128）。

### 光谱分辨率

如果光谱分辨率测试合格，则可确证系统的分辨能力。测量该参数是为了确保可以观察到紧密相邻谱带的分离。

### 波数准确性

如果波数准确性测试合格，则可确保采集的红外光谱波数轴在预期操作范围的准确性在可接受范围内。通常情况下，通过记录合适参比物质的光谱来进行这一测试。然后将最大响应的波数与相应药典中提供的标准品的已知谱带位置进行比较。

有关特定药典的其他性能要求，将在各药典部分进行介绍。

### 使用 MicroLab 软件进行仪器性能检查

Agilent MicroLab 软件套装简便易用，随所有 Cary 630 FTIR 光谱仪提供。使用指导性图片和直观的软件设计进行逐步引导，可轻松引导整个工作流程。

MicroLab 软件套装包含四个针对具体工作流程开发的软件应用程序：

- MicroLab PC：由方法驱动的软件，使用预定义方法采集和分析数据
- MicroLab Light：用于离线审查和分析 FTIR 数据的软件
- MicroLab OQ：自动操作确认 (OQ) 软件。可用于仪器性能的常规验证
- MicroLab Quant：用于开发和验证定量模型的软件

MicroLab Pharma 是 Cary 630 FTIR 的可选软件包。该软件为监管环境下的用户提供工具支持，帮助符合 21 CFR Part 11 和欧盟附录 11 等电子记录法规的要求。

以下部分将介绍如何使用 MicroLab OQ 和 MicroLab PC 验证 Cary 630 FTIR 仪器的性能。

### 使用 MicroLab OQ 软件进行仪器性能检查

MicroLab OQ 使用户能够轻松地执行光谱分辨率和波数准确性测试（在 MicroLab OQ 中称为“激光频率校准检查”和“光谱分辨率检查”）。此外，该软件还可用于执行信噪比和稳定性测试，这两种测试不属于国际药典的要求。MicroLab OQ 具有直观的图形化界面，可引导用户完成以下确认流程（图 1）：

1. 选择要验证的 Cary 630 FTIR 模块。软件会自动识别与仪器连接的模块
2. 自动进行的诊断性系统检查将检查仪器的状态
3. 显示可执行测试的列表。选择要执行的测试，并根据需要调整设置
4. 软件使用指导性图片逐步引导用户通过整个测试流程

MicroLab OQ 软件生成 PDF 报告，其中显示诊断值、测试结果、测试指标以及合格/不合格标准，以备将来参考（图 2）。



图 1. MicroLab OQ 软件引导用户通过简单易行的步骤进行仪器确认

### Agilent Technologies

## Cary 630 OQ

### Operational Qualification

This Report was generated under a 21 CFR 11 Environment

**System Information**  
 PC/Workstation ID: DESKTOP-ENM90U7  
 Software Version: MicroLab PC(21CFR11): 5.6.2135.0  
 Firmware: 1.96.00.0  
 Serial Number: MY15030059

**Reporting Information**  
 Generated By: New group\New project\user  
 Generated Date: 9/11/2020 9:05 PM  
 Generated GMT Date: 9/12/2020 5:05 AM

UserName: New group\New project\user  
 Engine Optics: ZnSe  
 Sampling Module: Transmission Cell  
 Qual Date/Time: 9/11/2020 9:05 PM  
 Filename of Report: C:\Users\Public\Documents\Agilent\MicroLab\IQ\OQ\2020-09-11T09-05-07.pdf  
 Filename of Data: DESKTOP-ENM90U7\SQLXPRESS\AIMDB\_Public\000\IQ\OQ\2020-09-11T21-05-07.a2k

**Accessories**

Accessory: Transmission Cell (Primary)  
 SerialNumber: 11290011  
 Sampling Module: Transmission Cell  
 Gain: 198  
 Energy Level: 30194

### Agilent Technologies

## Signal To Noise Test

Number of Tests: 15  
 Specification @ 1142-1042: >25000  
 Measured Value: **26631**

**PASS**

## Stability Test

Number of Minutes: 30  
 Specification: <1%  
 Measured Deviation: **0.026%**

**PASS**

## Wavenumber Accuracy Test

Number of Runs: 5

| Spec. Wavenumber:       | 906.6 | 1028.3 | 1154.5 | 1583.0 |
|-------------------------|-------|--------|--------|--------|
| Measured:               | 906.6 | 1028.2 | 1154.4 | 1582.9 |
| Spec. Accuracy:         | ±1.0  | ±1.0   | ±1.0   | ±1.0   |
| Measured Accuracy:      | 0.0   | 0.1    | 0.1    | 0.1    |
| Spec. Repeatability:    | ±0.05 | ±0.05  | ±0.05  | ±0.05  |
| Measured Repeatability: | 0.01  | 0.00   | 0.00   | 0.01   |

| Spec. Wavenumber:       | 1601.2                                  | 2849.5                  | 3060.0 |
|-------------------------|-----------------------------------------|-------------------------|--------|
| Measured:               | 1600.9 <td>2849.6 <td>3059.8 </td></td> | 2849.6 <td>3059.8 </td> | 3059.8 |
| Spec. Accuracy:         | ±1.0                                    | ±1.0                    | ±1.0   |
| Measured Accuracy:      | 0.3                                     | 0.1                     | 0.2    |
| Spec. Repeatability:    | ±0.05                                   | ±0.05                   | ±0.05  |
| Measured Repeatability: | 0.01                                    | 0.00                    | 0.01   |

**PASS**

### Agilent Technologies

## Spectral Resolution Test

Number of Runs: 5

Absorption maximum at: 2850.50 cm-1  
 Absorption minimum at: 2872.00 cm-1  
 Measured Difference (Abs): 0.46  
 Specified Difference (Abs): > 0.33

Absorption maximum at: 1585.00 cm-1  
 Absorption minimum at: 1591.50 cm-1  
 Measured Difference (Abs): 0.11  
 Specified Difference (Abs): > 0.08

**PASS**

### Agilent Technologies

## E-Signature

«« Validated comment »»

Authority: Sign  
 Authorization ID = {CB92826F-B684-4BC3-808DB852A71F}

Local Date & Time: 9/9/2020 11:22:37 PM  
 GMT Date & Time: 9/10/2020 6:22:37 AM  
 Application: MicroLab IQ/OQ  
 Workstation Name: DESKTOPENM90U7  
 User: New group\New project\user  
 User Name: user  
 User Description:  
 Instrument Serial Number: MY15030059  
 «« Validated comment »»

图 2. 使用 MicroLab Pharma 下的 MicroLab OQ 生成的操作确认 (OQ) 报告。报告所有测试参数的结果以及易读的合格/不合格结果

使用 MicroLab PC 进行仪器性能检查

MicroLab OQ 软件可能不包括一些药典测试和限值。在这种情况下，可以使用 MicroLab PC 验证仪器性能。MicroLab PC 是一种由方法驱动的软件，使用与 MicroLab OQ 相同的指导性图片帮助用户执行所有分析步骤。

MicroLab 软件预装了一系列广泛适用的波数准确性和光谱分辨率测试方法。这些方法可以按原样使用，也可以根据全球药典的要求进行定制，以验证仪器的性能。

每次测试完成时，都会提供用颜色标记的结果视图并自动生成 PDF 报告（完全可定制）(图 3)。可根据需要定制结果界面(图 4)。

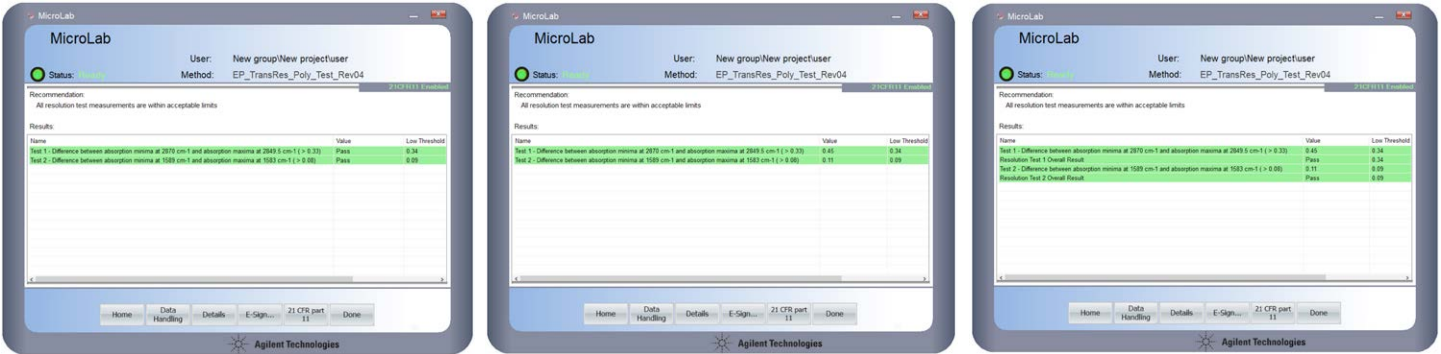


图 3. 符合欧洲药典要求的定制光谱分辨率测试方法示例。该方法可以定制显示 (A) 测试的合格/不合格指标以及容差范围，(B) 组合显示测试的结果值以及容差范围，或者 (C) 组合显示测试的合格/不合格指标、结果值以及容差范围。绿色表示合格值

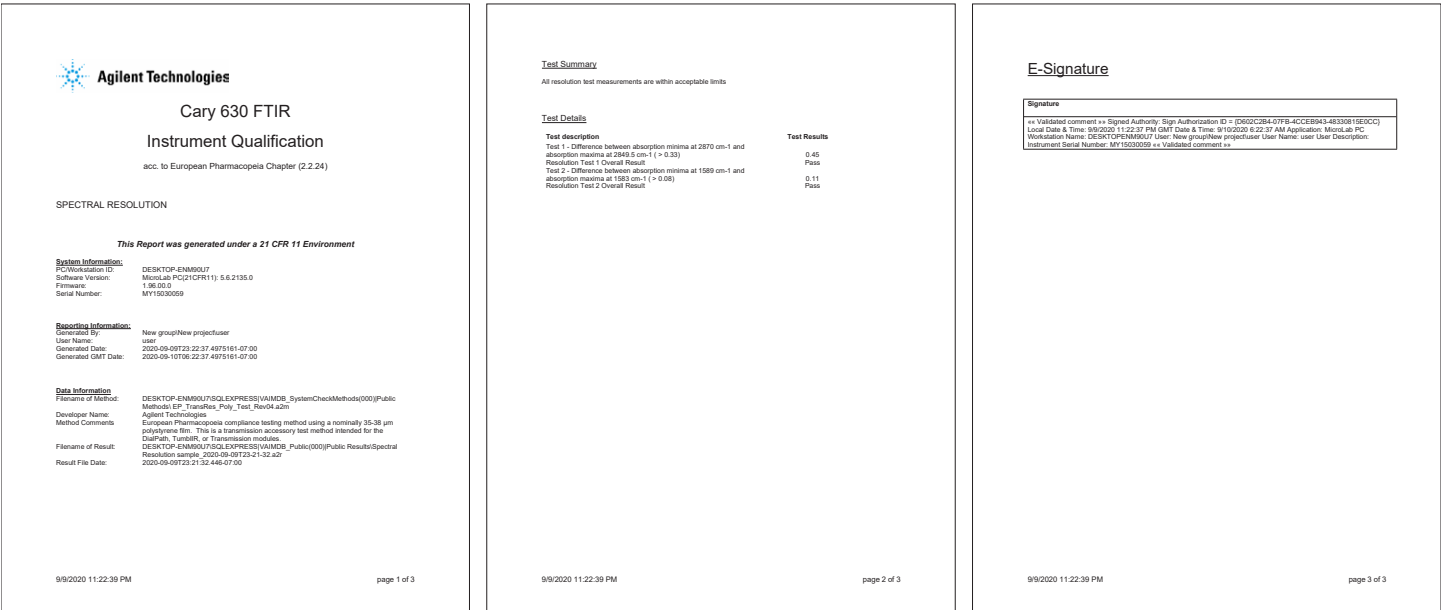


图 4. 完成测试后自动生成 PDF 报告。该报告完全可定制，可报告相关信息和测试细节。所示报告由图 3 中的方法示例 C 创建

欧洲药典 (Ph. Eur.)

欧洲药典第 (2.2.24) 章中概述了对红外光谱仪的性能要求。在该章节中介绍了确认 Cary 630 FTIR 光谱仪必须验证的性能参数。包括波数范围（相当于波数准确性）和光谱分辨率参数。第 2.2.24 章规定了透射和 ATR 测量模式的测试流程。可使用 MicroLab OQ 软件，按照欧洲药典的要求评估 Cary 630 FTIR 光谱仪（在透射和 ATR 测量模式下）的性能（两种测试的运行次数均设置为“1”）。

透射测量模式

如果 MicroLab OQ 软件中的“激光频率校准检查”（= 波数范围）和“光谱分辨率检查”测试合格，则表明仪器按照欧洲药典的规范运行。表 1 列出了两台 Cary 630 FTIR 仪器的测试参数、透射测量模式的限值以及测试结果。图 5 显示了配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 自动创建的 PDF 报告。在“激光频率校准检查”下对额外谱带进行了测试，该测试不属于欧洲药典的要求。

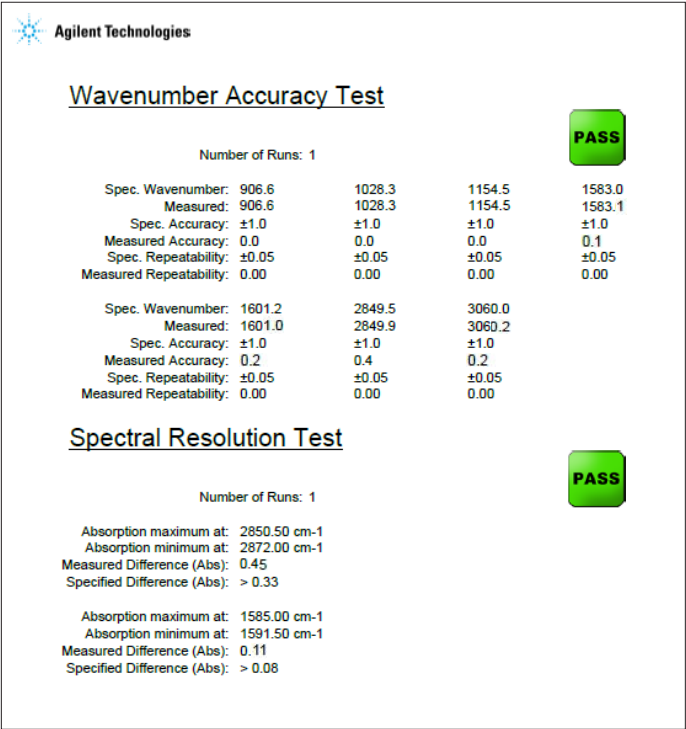


图 5. 摘自 MicroLab OQ 生成的操作确认 (OQ) 报告。验证了在透射测量模式下运行的配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 是否满足欧洲药典的要求。报告所有测试参数的结果以及易读的合格/不合格结果

表 1. 欧洲药典系统验证测试介绍和测试限值，以及两台测试 Cary 630 FTIR 仪器在透射测量模式下的测试结果

|                                                                                                         |                       | 结果                    |                        |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
| 测试介绍和限值                                                                                                 |                       | 配备 KBr 光学元件的 Cary 630 | 配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 |
| 波数范围                                                                                                    |                       |                       |                        |
| 聚苯乙烯膜最大吸光度谱带的位置                                                                                         |                       |                       |                        |
| 906.6 cm <sup>-1</sup><br>1028.3 cm <sup>-1</sup><br>1601.2 cm <sup>-1</sup><br>3060.0 cm <sup>-1</sup> | ±1.0 cm <sup>-1</sup> | ✓                     | ✓                      |
| 光谱分辨率                                                                                                   |                       |                       |                        |
| 在以下位置的吸光度差值:                                                                                            |                       |                       |                        |
| 在 2870 cm <sup>-1</sup> 处的最小吸光度以及在 2849.5 cm <sup>-1</sup> 处的最大吸光度                                      | > 0.33                | ✓                     | ✓                      |
| 在 1589 cm <sup>-1</sup> 处的最小吸光度以及在 1583 cm <sup>-1</sup> 处的最大吸光度                                        | > 0.33                |                       |                        |
| 整体验证结果                                                                                                  |                       | 合格                    | 合格                     |

表 2. 欧洲药典系统验证测试介绍和测试限值，以及两台测试 Cary 630 FTIR 仪器在 ATR 测量模式下的测试结果

| 测试介绍和限值                                                                                                 |                       | 结果                    |                        |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
|                                                                                                         |                       | 配备 KBr 光学元件的 Cary 630 | 配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 |
| 波数范围                                                                                                    |                       |                       |                        |
| 聚苯乙烯膜最大吸光度谱带的位置                                                                                         |                       |                       |                        |
| 906.1 cm <sup>-1</sup><br>1027.7 cm <sup>-1</sup><br>1601.0 cm <sup>-1</sup><br>3059.7 cm <sup>-1</sup> | ±1.0 cm <sup>-1</sup> | ✓                     | ✓                      |
| 光谱分辨率*                                                                                                  |                       |                       |                        |
| 在以下位置的吸光度值之比：                                                                                           |                       |                       |                        |
| 在约 2850 cm <sup>-1</sup> 处的最大吸光度以及在 2870.0 cm <sup>-1</sup> 处的吸光度值                                      | ≥ 1.15                | ✓                     | ✓                      |
| 在约 1601.0 cm <sup>-1</sup> 处的最大吸光度以及在 1589.0 cm <sup>-1</sup> 处的吸光度值                                    | ≥ 1.30                |                       |                        |
| 整体验证结果                                                                                                  |                       | 合格                    | 合格                     |

ATR 测量模式

ATR 测量模式的波数范围测试采用与表 2 中指定的具有最大吸光度谱带的透射测量模式相同的方法。欧洲药典没有规定在 ATR 测量模式下运行的红外光谱仪的光谱分辨率要求。

而是在“光谱分辨率”部分规定：

- 必须为控制 ATR 模式下的光谱分辨率指定适当的评估标准
- 并且需要根据仪器的性能指标进行评估

为了验证在 ATR 测量模式下运行的 Cary 630 FTIR 光谱仪的光谱分辨率，根据欧洲药典透射测量模式的要求对波数设定点和限值进行了调整。

表 2 列出了两台 Cary 630 FTIR 仪器的测试参数、ATR 测量模式的限值以及测试结果。图 6 显示了配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 自动创建的 PDF 报告。

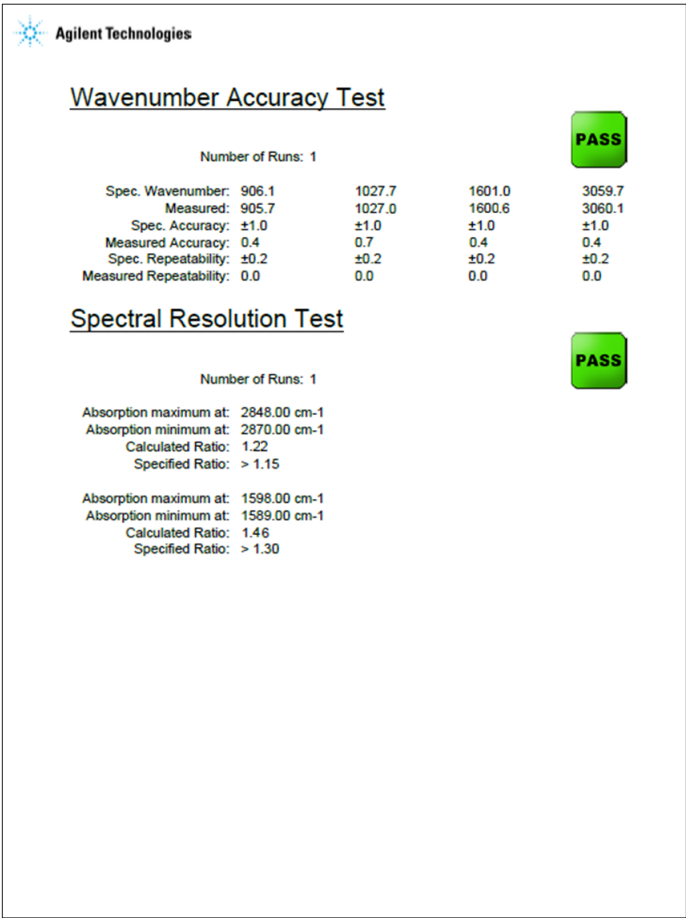


图 6. 摘自使用 MicroLab OQ 生成的操作确认 (OQ) 报告。验证了在 ATR 测量模式下运行的配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 是否满足欧洲药典的要求。报告所有测试参数的结果以及易读的合格/不合格结果

\* 安捷伦根据欧洲药典指南建议的测试参数和测试限值

表 3. USP 系统验证测试介绍和测试限值，以及两台测试 Cary 630 FTIR 仪器在透射测量模式下的测试结果

|                                                                                                                                                                                                             |                       | 结果                    |                        |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
| 测试介绍和限值                                                                                                                                                                                                     |                       | 配备 KBr 光学元件的 Cary 630 | 配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 |
| 波数准确性                                                                                                                                                                                                       |                       |                       |                        |
| 聚苯乙烯膜最大吸光度谱带的位置                                                                                                                                                                                             |                       |                       |                        |
| 1028.3 cm <sup>-1</sup><br>1154.5 cm <sup>-1</sup><br>1583.0 cm <sup>-1</sup><br>1601.2 cm <sup>-1</sup><br>(1942.9 cm <sup>-1</sup> ) <sup>[1]</sup><br>2849.5 cm <sup>-1</sup><br>3060.0 cm <sup>-1</sup> | ±1.0 cm <sup>-1</sup> | ✓                     | ✓                      |
| 整体验证结果                                                                                                                                                                                                      |                       | 合格                    | 合格                     |

美国药典 (USP)

USP <854> 中红外 FTIR 光谱仪章节描述了中红外仪器的仪器确认要求。根据 USP 章节 <854> 的操作确认规定，需要确定光谱仪的波数准确性。USP 章节 <854> 引用了多个较强的聚苯乙烯膜吸收带，可用于检查波数准确性。该章节建议用于确定波数准确性的最常用谱带位于 1601.2 cm<sup>-1</sup> 处。没有规定必须测量多个波数。

如果 MicroLab OQ 软件中的“激光频率校准检查”(= 波数准确性) 测试合格，则表明仪器按照 USP 章节 <854> 的规范运行。MicroLab OQ 中的“激光频率校准检查”利用 USP 章节 <854> 中提供的所有谱带位置 (1942 cm<sup>-1</sup> 处的谱带除外)<sup>[1]</sup>。“激光频率校准检查”测试中还包括 906 cm<sup>-1</sup> 处的附加谱带，该谱带未在 USP 章节 <854> 中列出。

根据 USP 章节 <854> 的要求，使用 MicroLab OQ 软件对两台 Cary 630 FTIR 光谱仪的性能进行了评估 (运行次数设置为“1”)。表 3 汇总了两台测试 Cary 630 FTIR 仪器的测试参数、测试限值以及测试结果。图 7 显示了配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 自动创建的 PDF 报告。

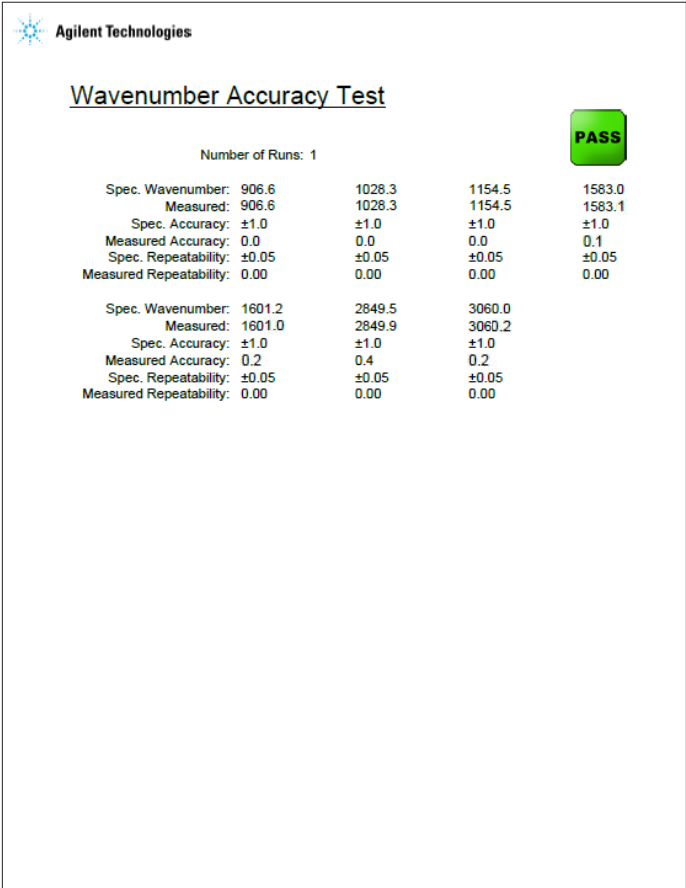


图 7. 摘自使用 MicroLab OQ 生成的操作确认 (OQ) 报告。验证了在透射测量模式下运行的配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 是否满足 USP 的要求。报告所有测试参数的结果以及易读的合格/不合格结果

表 4. 印度药典系统验证测试介绍和测试限值，以及两台测试 Cary 630 FTIR 仪器在透射测量模式下的测试结果

| 测试介绍和限值                                                                                                                                                                                                     |                       | 结果                    |                        |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
|                                                                                                                                                                                                             |                       | 配备 KBr 光学元件的 Cary 630 | 配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 |
| 验证波数范围                                                                                                                                                                                                      |                       |                       |                        |
| 聚苯乙烯膜最大吸光度谱带的位置                                                                                                                                                                                             |                       |                       |                        |
| 1028.3 cm <sup>-1</sup><br>1154.5 cm <sup>-1</sup><br>1583.0 cm <sup>-1</sup><br>1601.2 cm <sup>-1</sup><br>(1942.9 cm <sup>-1</sup> ) <sup>[1]</sup><br>2849.5 cm <sup>-1</sup><br>3060.0 cm <sup>-1</sup> | ±1.0 cm <sup>-1</sup> | ✓                     | ✓                      |
| 光谱分辨率*                                                                                                                                                                                                      |                       |                       |                        |
| 在以下位置的吸光度值之比：                                                                                                                                                                                               |                       |                       |                        |
| 在 2870 cm <sup>-1</sup> 处的最小吸光度以及在 2849.5 cm <sup>-1</sup> 处的最大吸光度                                                                                                                                          | > 0.33                | ✓                     | ✓                      |
| 在 1589 cm <sup>-1</sup> 处的最小吸光度以及在 1583 cm <sup>-1</sup> 处的最大吸光度                                                                                                                                            | > 0.08                |                       |                        |
| 整体验证结果                                                                                                                                                                                                      |                       | 合格                    | 合格                     |

印度药典 (IP)

印度药典 (IP) 在第 2.4.6 章中概述了验证红外光谱仪的测试和限值。IP 要求仪器确认须进行验证波数范围（相当于波数准确性）和控制分辨性能（相当于光谱分辨率）测试。

如果 MicroLab OQ 软件中的“激光频率校准检查”（= 验证波数范围）和“光谱分辨率检查”（= 控制分辨性能）测试合格，则表明仪器按照 IP 的规范运行。

根据 IP 的要求，使用 MicroLab OQ 软件对两台 Cary 630 FTIR 光谱仪的性能进行了评估（两种测试的运行次数均设置为“1”）。“激光频率校准检查”利用 IP 第 2.4.6 章中提供的所有谱带位置（1942 cm<sup>-1</sup> 处的谱带除外）<sup>[1]</sup>。“激光频率校准检查”测试中还包括 906 cm<sup>-1</sup> 处的附加谱带，该谱带不属于 IP 的验证波数范围测试要求。表 4 显示了两台测试 Cary 630 FTIR 仪器的测试参数、测试限值以及测试结果。图 8 显示了配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 自动创建的 PDF 报告。

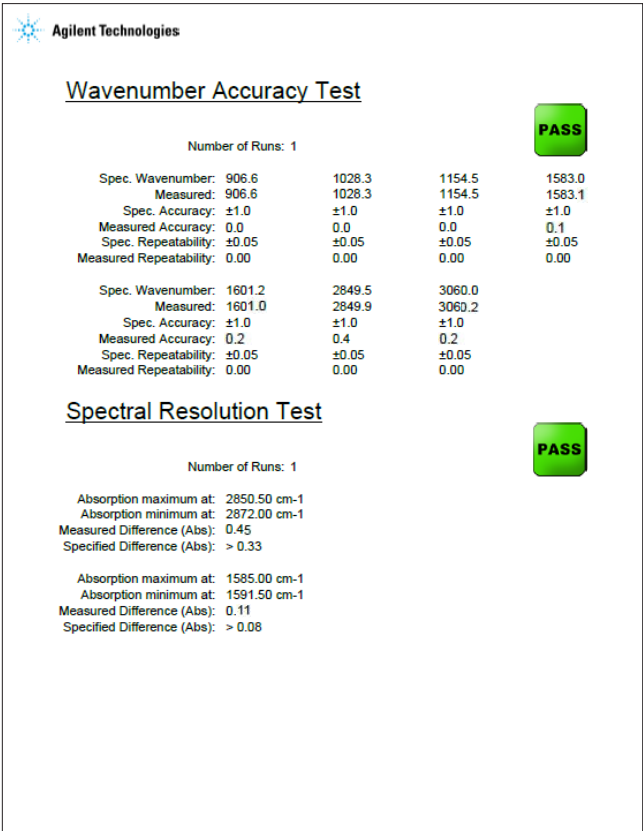


图 8. 摘自使用 MicroLab OQ 生成的操作确认 (OQ) 报告。验证了在透射测量模式下运行的配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 是否满足 IP 的要求。报告所有测试参数的结果以及易读的合格/不合格结果

## 日本药典 (JP)

日本药典 (JP) 在第 2.25 章中规定了红外光谱仪的仪器确认。对于要按照 JP 进行仪器确认的 FTIR 仪器，必须验证波数范围（相当于波数准确性）和分辨能力（相当于光谱分辨率）。JP 描述了欧洲药典、USP 和 IP 未涉及的另外两个参数。即透射率重现性和波数重现性。

根据 JP 的要求，使用 MicroLab PC 软件对 Cary 630 FTIR 光谱仪的性能进行了评估。生成了合适的方法，以按照 JP 规范使用 MicroLab PC 运行性能测试。

为按照 JP 进行全面验证，采用了三种 MicroLab 方法。方法启动后，软件使用图片化工作流程引导用户通过整个测试流程。分析结束时，将显示用颜色标记的结果，并创建定制 PDF 报告，以供将来参考。

## 波数范围

为了验证波数范围，对预先安装的“LaserFreqCalTest\_Transmission”方法进行了定制，以符合 JP 中规定的测试要求。具体而言，将  $3060.0\text{ cm}^{-1}$  和  $2849.5\text{ cm}^{-1}$  处谱带的可接受限值调整为  $\pm 1.5\text{ cm}^{-1}$ ，并从测试中删除  $906.6\text{ cm}^{-1}$  处的谱带。 $1942.9\text{ cm}^{-1}$  处的谱带不用于验证波数范围<sup>[1]</sup>。图 9 显示了配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 的波数范围测试自动创建的 PDF 报告。

## 分辨能力

为了验证分辨能力，对预先安装的“EP\_TransRes\_Poly\_Test\_Rev04”方法进行了定制，以符合 JP 中规定的测试要求。具体而言，对方法的“透射率”进行了调整，将约  $2850\text{ cm}^{-1}$  处的最大吸光度和约  $2870\text{ cm}^{-1}$  处的最小吸光度之差的可接受限值设定为 18% 透射率。将约  $1583\text{ cm}^{-1}$  处的最大吸光度和约  $1589\text{ cm}^{-1}$  处的最小吸光度之差的可接受限值设定为 12% 透射率。图 7 显示了配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 自动创建的 PDF 报告。

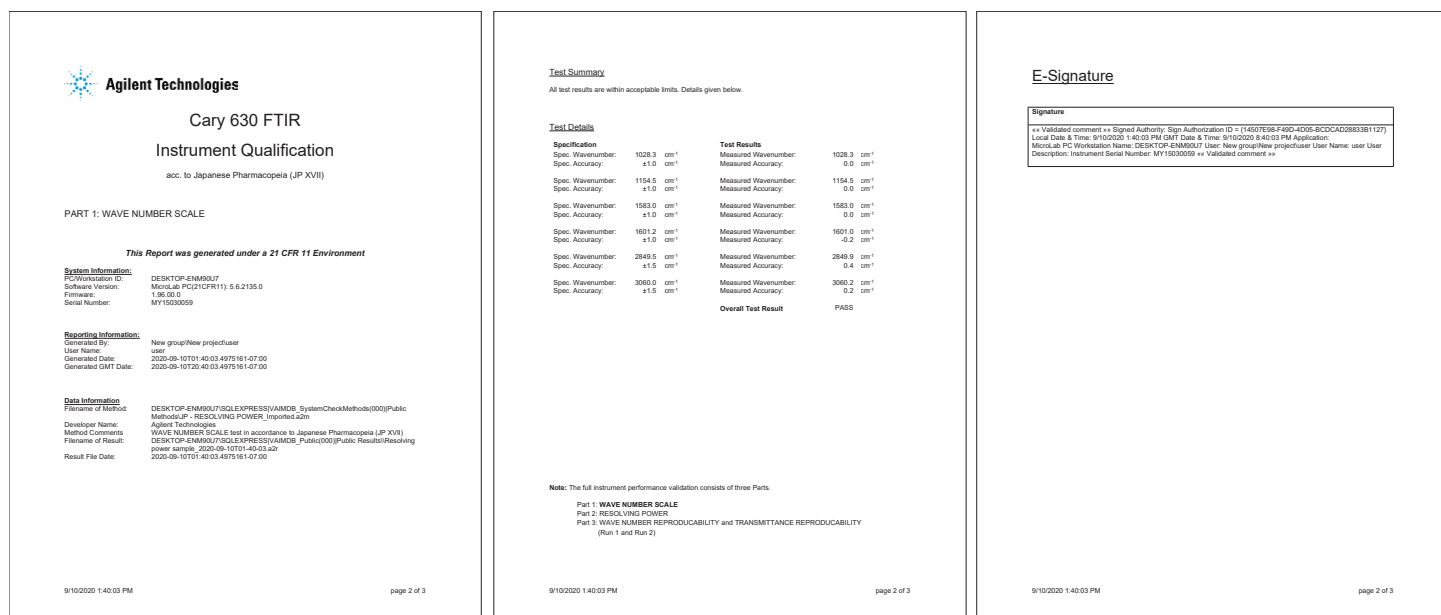


图 9. 使用 MicroLab PC 自动生成的完整报告，用于验证在透射测量模式下运行的配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 的波数范围是否满足 JP 的要求。可通过定制该报告使其包含所有相关信息和测试结果

波数重现性和透射率重现性

为了验证波数重现性和透射率重现性，创建了一种定制 MicroLab 方法。该方法自动报告在约 3060 cm<sup>-1</sup> 和 1028 cm<sup>-1</sup> 处的谱带位置，以及约 3060 cm<sup>-1</sup>、2849 cm<sup>-1</sup>、1601 cm<sup>-1</sup>、1583 cm<sup>-1</sup>、1154 cm<sup>-1</sup> 和 1028 cm<sup>-1</sup> 处的最大吸光度谱带的 %T。该方法运行了两次，将两次运行在约 3060 cm<sup>-1</sup> 和 1028 cm<sup>-1</sup> 处的波数之差用于验证波数重现性是否在 JP 中规定的限值范围内。同样，将位于每个最大吸光度谱带的两次运行的 %T 值之差用于验证透射率重现性是否在 JP 中规定的限值范围内。

两次运行的 PDF 报告作为仪器符合 JP 对于波数范围和波数重现性测试的性能标准的记录。

图 10 显示了配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 的分辨能力、波数重现性和透射率重现性测试自动创建的 PDF 报告摘录内容。

表 5 显示了两台测试 Cary 630 FTIR 仪器的测试参数、测试限值以及获得的结果。它进一步显示了两台仪器的波数重现性和透射率重现性的实测值。

Test Summary

All test results are within acceptable limits. Details given below.

Test Details

| Specification                |                                                                                                       |        | Test Results |          |
|------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|--------------|----------|
| The depth of the trough from |                                                                                                       |        |              |          |
| Test 1:                      | the maximum absorption at about 2850 cm <sup>-1</sup> to the minimum at about 2870 cm <sup>-1</sup> . | ≥18 %T | Found value  | 25.72 %T |
|                              |                                                                                                       |        | Pass/Fail    | Pass     |
| Test 2:                      | the maximum at about 1583 cm <sup>-1</sup> to the minimum at about 1589 cm <sup>-1</sup> .            | ≥12 %T | Found value  | 12.56 %T |
|                              |                                                                                                       |        | Pass/Fail    | Pass     |
| Overall Test Result          |                                                                                                       |        |              | Pass     |

Note: The full instrument performance validation consists of three Parts.  
Part 1: WAVE NUMBER SCALE  
Part 2: RESOLVING POWER  
Part 3: WAVE NUMBER REPRODUCIBILITY and TRANSMITTANCE REPRODUCIBILITY (Run 1 and Run 2)

9/10/2020 1:45:48 PMpage 2 of 3

Test Summary

The WAVE NUMBER REPRODUCIBILITY and TRANSMITTANCE REPRODUCIBILITY test in acc. to Japanese Pharmacopeia (JP XVII) consists of two measurements. The results of these two measurements (Run 1 and Run 2) are used to manually calculate the relevant test criteria. A record of Run 1 and Run 2 is considered sufficient as documentation of the test outcome.

Test Details

|                                                                |                          |
|----------------------------------------------------------------|--------------------------|
| WAVE NUMBER REPRODUCIBILITY                                    |                          |
| Wavenumber Position of the band at about 3060 cm <sup>-1</sup> | 3060.21 cm <sup>-1</sup> |
| Wavenumber Position of the band at about 1028 cm <sup>-1</sup> | 1028.27 cm <sup>-1</sup> |
| TRANSMITTANCE REPRODUCIBILITY                                  |                          |
| %T of band at about 3060 cm <sup>-1</sup>                      | 6.53 %T                  |
| %T of band at about 2849 cm <sup>-1</sup>                      | 14.40 %T                 |
| %T of band at about 1601 cm <sup>-1</sup>                      | 11.89 %T                 |
| %T of band at about 1583 cm <sup>-1</sup>                      | 46.07 %T                 |
| %T of band at about 1154 cm <sup>-1</sup>                      | 51.01 %T                 |
| %T of band at about 1028 cm <sup>-1</sup>                      | 22.26 %T                 |

Verification of WAVE NUMBER REPRODUCIBILITY

- Perform two runs and calculate the difference of the Wavenumber Positions found in Run 1 and Run 2
- A calculated difference of
  - <5 cm<sup>-1</sup> for the band at about 3060 cm<sup>-1</sup>
  - <1 cm<sup>-1</sup> for the band at about 1028 cm<sup>-1</sup>is considered validation of the WAVE NUMBER REPRODUCIBILITY.

Verification of TRANSMITTANCE REPRODUCIBILITY

- Perform two runs and calculate the difference of the %T found in Run 1 and Run 2
- A calculated difference of
  - <0.5 %Tis considered validation of the TRANSMITTANCE REPRODUCIBILITY.

Note: The full instrument performance validation consists of three Parts.  
Part 1: WAVE NUMBER SCALE  
Part 2: RESOLVING POWER  
Part 3: WAVE NUMBER REPRODUCIBILITY and TRANSMITTANCE REPRODUCIBILITY (Run 1 and Run 2)

9/10/2020 1:48:23 PMpage 2 of 3

图 10. 摘自使用 MicroLab PC 自动生成的报告，用于验证在透射测量模式下运行的配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630 FTIR 的分辨能力（左图）以及波数重现性和透射率重现性（右图）是否满足 JP 的要求。可通过定制该报告使其包含所有相关信息和测试结果

表 5. JP 系统验证测试介绍和测试限值，以及两台测试 Cary 630 FTIR 仪器在透射测量模式下的测试结果。波数重现性和透射率重现性的实测值

|                                                                                                                                                                                                             |                                                                                                                                                                             | 结果                                            |   |                                               |   |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|---|-----------------------------------------------|---|
| 测试介绍和限值                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                             | 配备 KBr 光学元件的 Cary 630                         |   | 配备 ZnSe 光学元件的 Cary 630                        |   |
| 波数范围                                                                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                             |                                               |   |                                               |   |
| 聚苯乙烯膜最大吸光度谱带的位置                                                                                                                                                                                             |                                                                                                                                                                             |                                               |   |                                               |   |
| 1028.3 cm <sup>-1</sup><br>1154.5 cm <sup>-1</sup><br>1583.0 cm <sup>-1</sup><br>1601.2 cm <sup>-1</sup><br>(1942.9 cm <sup>-1</sup> ) <sup>[1]</sup><br>2849.5 cm <sup>-1</sup><br>3060.0 cm <sup>-1</sup> | ±1.0 cm <sup>-1</sup><br>±1.0 cm <sup>-1</sup><br>±1.0 cm <sup>-1</sup><br>±1.0 cm <sup>-1</sup><br>±1.5 cm <sup>-1</sup><br>±1.5 cm <sup>-1</sup><br>±1.5 cm <sup>-1</sup> | ✓                                             |   | ✓                                             |   |
| 分辨能力                                                                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                             |                                               |   |                                               |   |
| 分辨范围：                                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                                                             |                                               |   |                                               |   |
| 从约 2850 cm <sup>-1</sup> 处的最大吸光度到约 2870 cm <sup>-1</sup> 处的最小吸光度                                                                                                                                            | ≥18% 透射率                                                                                                                                                                    | ✓                                             |   | ✓                                             |   |
| 从约 1583 cm <sup>-1</sup> 处的最大吸光度到约 1589 cm <sup>-1</sup> 处的最小吸光度                                                                                                                                            | ≥12% 透射率                                                                                                                                                                    |                                               |   |                                               |   |
| 波数重现性                                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                                                             |                                               |   |                                               |   |
| 两个光谱以下位置的波数之差：                                                                                                                                                                                              |                                                                                                                                                                             | 实测值 (cm <sup>-1</sup> )                       |   | 实测值 (cm <sup>-1</sup> )                       |   |
| 约 3060 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                                                     | < 5 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                        | 第 1 次运行：3059.90<br>第 2 次运行：3059.91<br>差值：0.01 | ✓ | 第 1 次运行：3060.21<br>第 2 次运行：3060.18<br>差值：0.03 | ✓ |
| 约 1028 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                                                     | < 1 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                        | 第 1 次运行：1028.30<br>第 2 次运行：1028.30<br>差值：0.00 |   | 第 1 次运行：1028.27<br>第 2 次运行：1028.27<br>差值：0.00 |   |
| 透射率重现性                                                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                                                             |                                               |   |                                               |   |
| 在 3000–1000 cm <sup>-1</sup> 范围内的以下位置处两次测量的几个谱带的透射率之差：                                                                                                                                                      |                                                                                                                                                                             |                                               |   |                                               |   |
| 约 3060 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                                                     | < 0.5%                                                                                                                                                                      | 第 1 次运行：8.15<br>第 2 次运行：8.17<br>差值：0.02       | ✓ | 第 1 次运行：6.53<br>第 2 次运行：6.59<br>差值：0.06       | ✓ |
| 约 2849 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                             | 第 1 次运行：14.77<br>第 2 次运行：14.79<br>差值：0.02     |   | 第 1 次运行：14.40<br>第 2 次运行：14.42<br>差值：0.02     |   |
| 约 1601 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                             | 第 1 次运行：11.36<br>第 2 次运行：11.36<br>差值：0.00     |   | 第 1 次运行：11.89<br>第 2 次运行：11.91<br>差值：0.02     |   |
| 约 1583 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                             | 第 1 次运行：45.72<br>第 2 次运行：45.68<br>差值：0.04     |   | 第 1 次运行：46.07<br>第 2 次运行：46.08<br>差值：0.01     |   |
| 约 1154 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                             | 第 1 次运行：50.34<br>第 2 次运行：50.34<br>差值：0.00     |   | 第 1 次运行：51.01<br>第 2 次运行：50.94<br>差值：0.07     |   |
| 约 1028 cm <sup>-1</sup>                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                             | 第 1 次运行：22.01<br>第 2 次运行：21.97<br>差值：0.04     |   | 第 1 次运行：22.26<br>第 2 次运行：22.31<br>差值：0.05     |   |
| 整体验证结果                                                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                                                             | 合格                                            |   | 合格                                            |   |

## 结论

在制药实验室中，仪器性能的确认和持续监测是确保实现准确且可重现测量的重要因素。

本白皮书介绍了如何使用 Agilent MicroLab 软件套装验证 Cary 630 FTIR 光谱仪是否满足美国、欧洲、日本和印度药典的性能指标。

MicroLab OQ 软件应用程序涵盖美国、欧洲和印度药典的确认要求，而 MicroLab PC 可用于创建定制测试方法，包括 MicroLab OQ 不具备的药典的自动报告，如本白皮书中涉及的日本药典。

Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪超紧凑且简便易用，具有出色性能。采用灵活采样技术的 Cary 630 FTIR 适用于法规监管制药行业环境中的 QA/QC、分析服务和方法开发。

可选的 MicroLab Pharma 软件包还可为监管环境下的用户提供工具支持，帮助符合 21 CFR Part 11 和欧盟附录 11 等电子记录法规的要求。

## 尾注

1. 在 NIST SRM 1921b 中， $1942.9\text{ cm}^{-1}$  附近的谱带通过“外推重心”确定。MicroLab 使用“重心”峰测定。因此，在不影响确认要求的情况下，可合理地将该设定值从波数准确性测试中省去。如需了解详细信息，请联系当地安捷伦客户服务中心

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

DE.7131018518

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2020  
2020 年 10 月 22 日，中国出版  
5994-2339ZHCHN