

Espectroscopia UV-Vis para el análisis de aceites minerales blancos mediante el método ASTM D2269-10

Ahorre tiempo, reduzca los errores analíticos y optimice el análisis de datos con el espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell



Autor

Yasurika Heenatigala
Agilent Technologies, Inc.

Resumen

Los aceites minerales blancos utilizados en la industria farmacéutica deben superar estrictos criterios de pureza de conformidad con los requisitos reglamentarios. Siguiendo el método estándar ASTM D2269-10, se utilizó un espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell para realizar los análisis de pureza de aceites minerales mediante la cuantificación del naftaleno. El método cumplió los criterios de precisión especificados en el método ASTM D2269-10, lo que confirma su fiabilidad en control de calidad. Se analizaron y evaluaron tres muestras de aceite mineral disponibles en el mercado en términos del límite de aceptación del naftaleno establecido en la monografía de la USP-NF. Solo dos de los tres aceites superaron el análisis de pureza. El estudio también destaca las ventajas del software Agilent Cary UV Workstation, que agilizó la adquisición y el análisis de datos, lo que permitió realizar análisis eficientes y elaborar informes claros.

Introducción

Los aceites minerales blancos son mezclas líquidas complejas de hidrocarburos aromáticos derivados del petróleo crudo refinado. Se utilizan ampliamente en diversos sectores, como el alimentario (preparación), cosméticos, formulaciones farmacéuticas y aplicaciones industriales, como productos de partida, aditivos o excipientes.¹

La industria farmacéutica está muy regulada para garantizar la seguridad, eficacia y calidad de los medicamentos, protegiendo así la salud pública. En consecuencia, los aceites minerales de calidad farmacéutica utilizados en formulaciones de medicamentos están sujetos a estrictos controles normativos, que exigen una monitorización activa y el análisis de la pureza para detectar trazas de contaminantes con el fin de cumplir las normas del sector. Tanto la Farmacopea Europea como la de los Estados Unidos especifican un análisis por espectrofotometría ultravioleta (UV) para determinar las concentraciones de impurezas, como el naftaleno, un hidrocarburo aromático policíclico, en muestras de aceite mineral.² Para facilitar el trabajo de los analistas, la USP-NF ha establecido un umbral máximo para el naftaleno en unidades de absorbancia (Abs).³

La ASTM proporciona métodos estandarizados para la evaluación de materiales, lo que garantiza mediciones coherentes y fiables en todo el sector. El método analítico estándar ASTM D2269-10 describe un procedimiento para evaluar la idoneidad de los aceites minerales blancos para su aplicación prevista mediante mediciones de la absorción UV del naftaleno en comparación con un material de referencia.⁴ Este método analítico hace referencia a las especificaciones de la Farmacopea de los Estados Unidos y del Formulario Nacional (USP-NF), lo que lo hace adecuado para aceites de calidad farmacéutica.



Figura 1. Se utilizó un espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell para todas las mediciones.

Este estudio destaca las ventajas de utilizar un espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell (Figura 1) y el software Agilent Cary UV Workstation para medir la absorbancia UV de tres muestras de aceite mineral disponibles en el mercado. La pureza de estos aceites se determinó mediante el método estándar ASTM D2269-10.

Experimento

Preparación de la muestra y los patrones

Blanco: 2,2,4-trimetilpentano (isooctano) de calidad espectroscópica (Sigma-Aldrich, número de referencia 1047182500, número de CAS 540-84-1).

Patrón de referencia: Se añadieron 44,3 mg de naftaleno (Sigma-Aldrich, número de referencia 147141-25G, número de CAS 91-20-3) a un matraz aforado de 100 ml limpio, seco y tarado. La masa se registró con un margen de error de 0,0001 g, luego se enrasó con isooctano, se tapó y se mezcló bien. Se calculó la concentración en disolución y se tomó el volumen adecuado para preparar una solución patrón de 20 ml con una concentración de 7,0 mg/l de naftaleno en isooctano.

Muestra: Se transfirieron 25 ml de aceite mineral (Agilent Technologies, número de referencia 5190-8716) y 25 ml de hexano (Sigma-Aldrich, número de referencia 270504-2L, número de CAS 110-54-3) a un embudo de decantación y se mezclaron. A continuación, se añadieron 5 ml de dimetilsulfóxido (DMSO) (Sigma-Aldrich, número de referencia 1029500500, número de CAS 67-68-5), y la mezcla se agitó vigorosamente durante 1 minuto. Se dejó reposar la mezcla hasta que la fase inferior se veía límpida. Se transfirió la fase inferior y se añadieron 2 ml de hexano a la fase transferida. Se agitó la mezcla y se dejó reposar hasta que la fase inferior se veía límpida. Se extrajo la fase inferior y se designó como el extracto de aceite mineral. Se transfirieron tres mililitros de la muestra extraída a una cubeta de cuarzo estándar de 3,5 ml y un recorrido óptico de 10 mm (Agilent Technologies, número de referencia 5061-3387). Este proceso se realizó tres veces en tres lotes diferentes de aceite mineral.

Control de disolvente: Se añadieron 5 ml de DMSO a 25 ml de hexano en un embudo de decantación. La mezcla se agitó vigorosamente durante 1 minuto y luego se dejó reposar hasta que la fase inferior se veía límpida. Se extrajo la fase inferior y se designó como control de disolvente. Se prepararon tres celdas con control de disolvente, cada una con 3 ml del blanco extraído transferido a cubetas de cuarzo de 10 mm.

Instrumentos

Una vez preparadas las celdas de control de extractos de aceite mineral y disolvente, se midió la absorbancia con el espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell (Figura 1), aplicando los parámetros indicados en la Tabla 1. El diseño de múltiples celdas del instrumento garantiza un flujo de trabajo optimizado y eficiente, ya que permite analizar hasta siete muestras y una referencia al mismo tiempo.

Tabla 1. Parámetros de recogida de datos con un espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell.

Parámetro	Valor
Intervalo de longitud de onda	De 260 a 350 nm, incluidos
Tiempo promedio de la señal	0,1 s
Intervalo de datos	1 nm
Ancho de banda espectral	2 nm

Resultados y comentarios

El método analítico ASTM D2269-10 describe los criterios de aceptación para el umbral de absorbancia de impurezas (naftaleno), tal y como se define en la monografía USP-NF para aceites minerales. Tal y como se indica en la monografía, «la absorbancia a cualquier longitud de onda dentro del intervalo especificado de la solución problema no [debe ser] superior a un tercio de la absorbancia de la solución patrón». El intervalo especificado de la solución problema se ha fijado en 260-350 nm, mientras que la absorbancia de la solución patrón se mide a 275 nm.

Cálculo del límite de aceptación

El método ASTM D2269-10 describe un procedimiento para determinar el límite de aceptación de impurezas en aceites minerales. Para lograrlo, el software Cary UV Workstation incluye herramientas funcionales como el «análisis de fin de secuencia», que ayudan a cumplir los requisitos de control de calidad de los métodos estándar. Como se muestra en la Figura 2, el cálculo del umbral de absorbancia de impurezas para el naftaleno, basado en el análisis del patrón de referencia, se introdujo al final de la secuencia «Análisis 1». Para generar visualmente el umbral de absorbancia de impurezas en el espectro, se utilizó la función Dividir Escalar (por 3) para el «Análisis 2» del final de la secuencia.

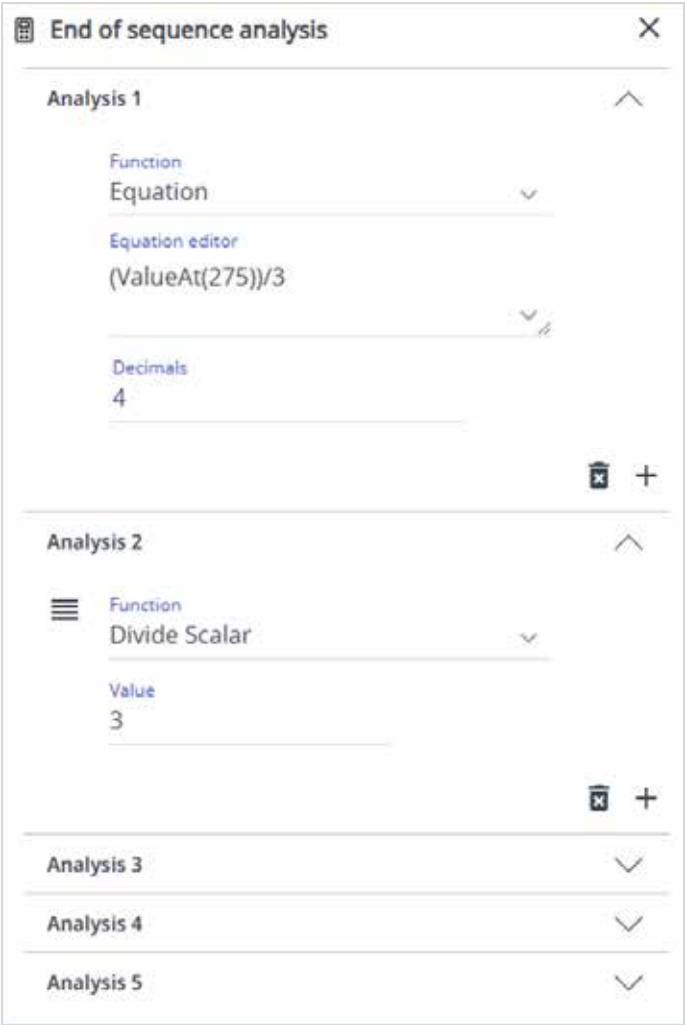


Figura 2. Tras analizar el patrón de referencia de naftaleno, se completaron automáticamente dos análisis utilizando la función de software integrada «análisis de fin de secuencia» del software Agilent Cary UV Workstation. Análisis 1: umbral de absorbancia de la impureza ($y = (\text{valor en } x = 275)/3$). Análisis 2: Uso de la función Dividir Escalar para visualizar el límite de absorbancia a 275 nm.

El patrón de referencia de naftaleno se analizó con el espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell en modo de aplicación de barrido y el espectro se visualizó en el software Cary UV Workstation. El software arrojó un límite de aceptación de absorbancia de las impurezas de 0,0997 Abs.

Análisis cuantitativo

Se utilizó un nuevo lote de barrido para cuantificar el naftaleno en las tres muestras de aceite mineral. Se utilizó la función «análisis de fin de secuencia» para calcular la absorbancia de las muestras en el intervalo de longitudes de onda especificado y compararla con el umbral de absorbancia de las impurezas de 0,0997 Abs. Este proceso evaluó si la muestra cumplía los criterios de aceptación definidos en la monografía de la USP-NF.

Una vez analizados los controles de disolvente para establecer la línea de base, se obtuvieron simultáneamente los espectros de las tres muestras de aceite mineral en el espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell, siguiendo la secuencia que se muestra en la Figura 3.

El software Cary UV Workstation generó automáticamente una tabla de valores de absorbancia basada en la configuración de la secuencia. Estos valores se notificaron de conformidad con los requisitos especificados en el método ASTM D2269-10.

La absorbancia máxima de cada muestra (calculada mediante la ecuación: muestra x (Y_{Máx})) se restó del límite de absorbancia de las impurezas de 0,0977. Un valor positivo indicaba que una muestra había superado el análisis (absorbancia y concentración insignificante de naftaleno), y un valor negativo indicaba que una muestra no había superado el análisis (absorbancia significativa en la región espectral que indicaba una concentración significativa de naftaleno). Como se muestra en la Figura 4, dos de los tres aceites minerales superaron el análisis de pureza.

Results and Analysis

Calculator results (2025-03-12 19:05:18 (-07:00))

0.0997-Y Max(260,350)

Sample name	Results
Mineral oil extract 1	0.0043
Mineral oil extract 2	0.0069
Mineral oil extract 3	-0.0452

Figura 4. Las concentraciones insignificantes de naftaleno se expresan como un valor positivo (lo que significa que la muestra ha superado el análisis de pureza). Por el contrario, las concentraciones significativas de naftaleno se presentan con valores negativos, lo que indica una muestra impura, según el método ASTM D2269-10.

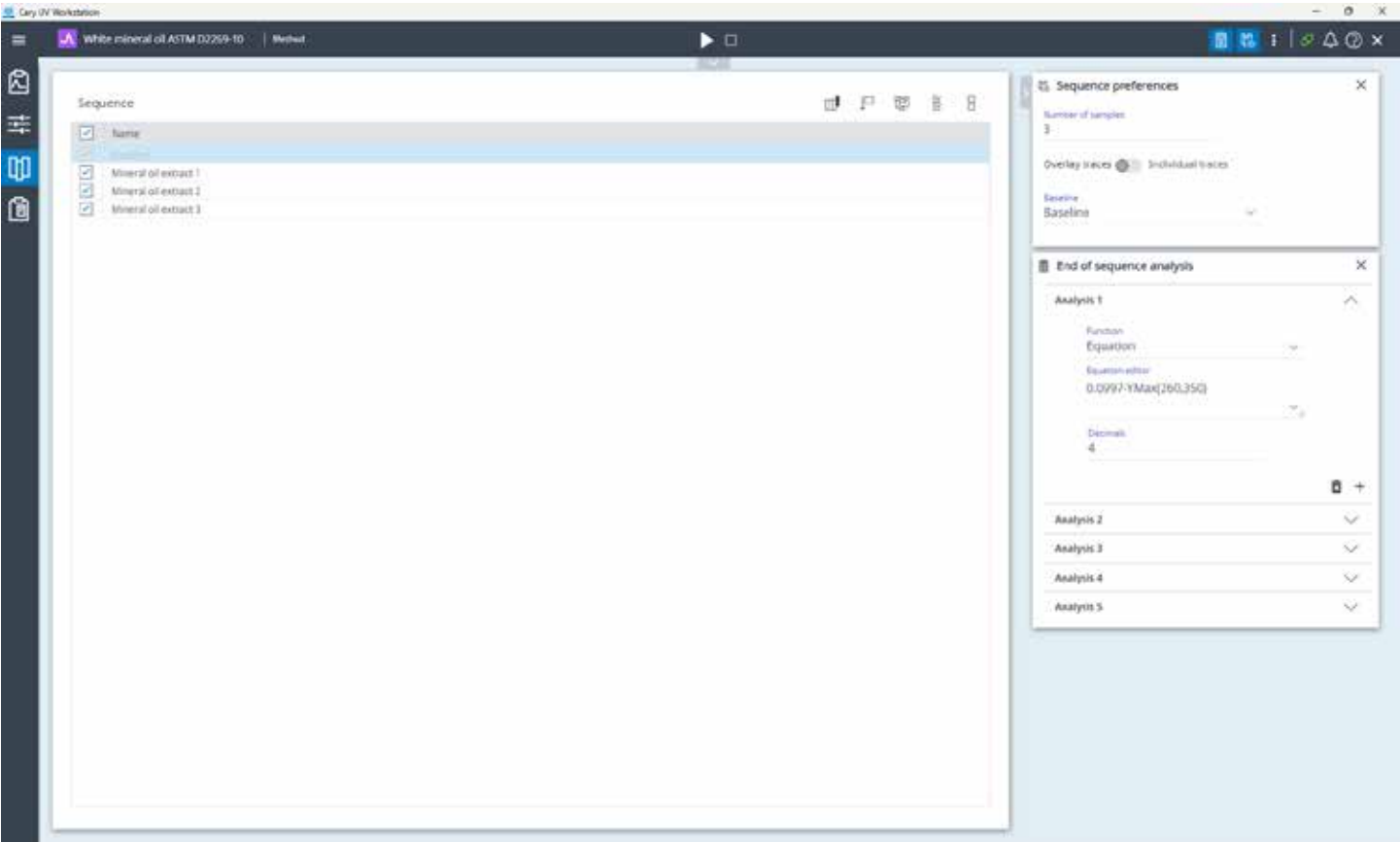


Figura 3. Página de configuración de secuencias en el software Agilent Cary UV Workstation para el análisis simultáneo de tres muestras de aceite mineral con un espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell.

La función «Subir espectro» del software permite al usuario buscar en la base de datos segura muestras recopiladas con la aplicación de barrido. Mediante la función «Subir espectro», se superpuso el espectro del umbral de absorbancia de las impurezas sobre los espectros de las muestras actuales, tal y como se muestra en la Figura 5.

La función «Subir espectro» también garantiza la trazabilidad y la responsabilidad al registrar una entrada específica en la pista de auditoría cada vez que se utiliza, como se muestra en la Figura 6.

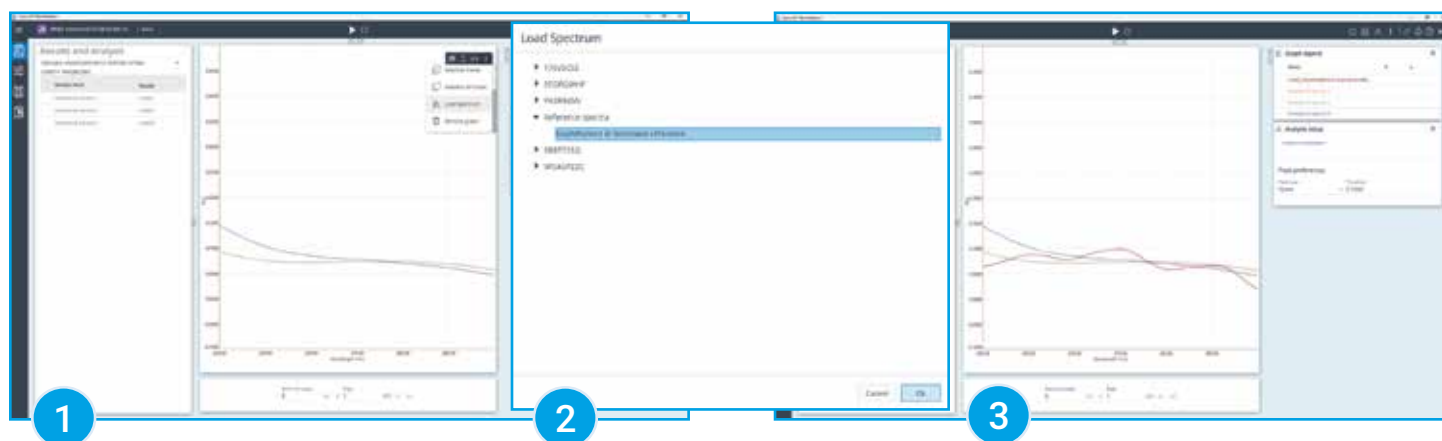


Figura 5. La función «Subir espectro» permite a los usuarios subir un espectro desde otro lote al lote actualmente abierto. La interfaz de usuario ofrece una forma intuitiva de navegar por los lotes y seleccionar el espectro deseado.

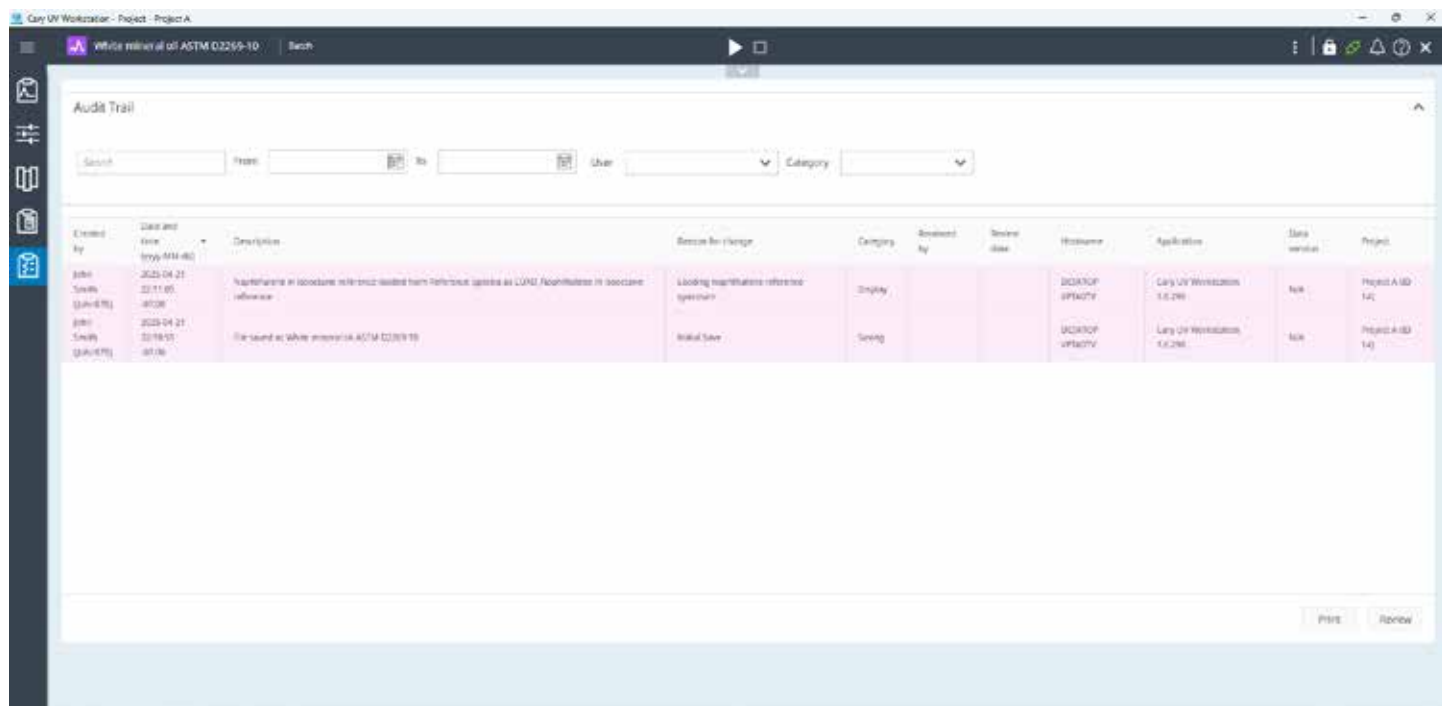


Figura 6. Pista de auditoría generada mediante la función de subir espectro.

El software Cary UV Workstation permite al usuario aumentar la escala de los gráficos, lo que facilita aún más las comparaciones. Como se muestra en la Figura 5 (y en la Figura 7), se ha ampliado el gráfico para mostrar el intervalo de 260 a 290 nm. En una muestra problema, una absorción en toda la región de longitudes de onda que superara el límite de absorbancia de las impurezas a 275 nm (0,0977 Abs) indicaría una concentración significativa de naftaleno (impureza). El gráfico revela que las muestras de aceite mineral 1 y 2 contenían concentraciones insignificantes de naftaleno, ya que ninguno de los espectros superó el umbral de absorbancia de la impureza. Sin embargo, la muestra 3 superó el límite, probablemente debido a contaminación durante el proceso de preparación de la muestra.

Elaboración del informe

El software Cary UV Workstation unificó los resultados en un único informe. Se seleccionó la información relevante, como la tabla de análisis de valores, los gráficos a escala y la pista de auditoría, para incluirla en el informe (Figura 7). El informe final se generó automáticamente en formato PDF y se exportó a una ubicación definida por el usuario para facilitar la transferencia de información.

Los parámetros de la recogida de datos, la configuración del análisis de fin de secuencia y las preferencias del informe se guardaron como método en el software Cary UV Workstation. Contar con acceso al método optimizado agilizará los análisis de aceites minerales en el futuro al automatizar los cálculos y la generación de informes, incluida la exportación automática a ubicaciones definidas por el usuario.

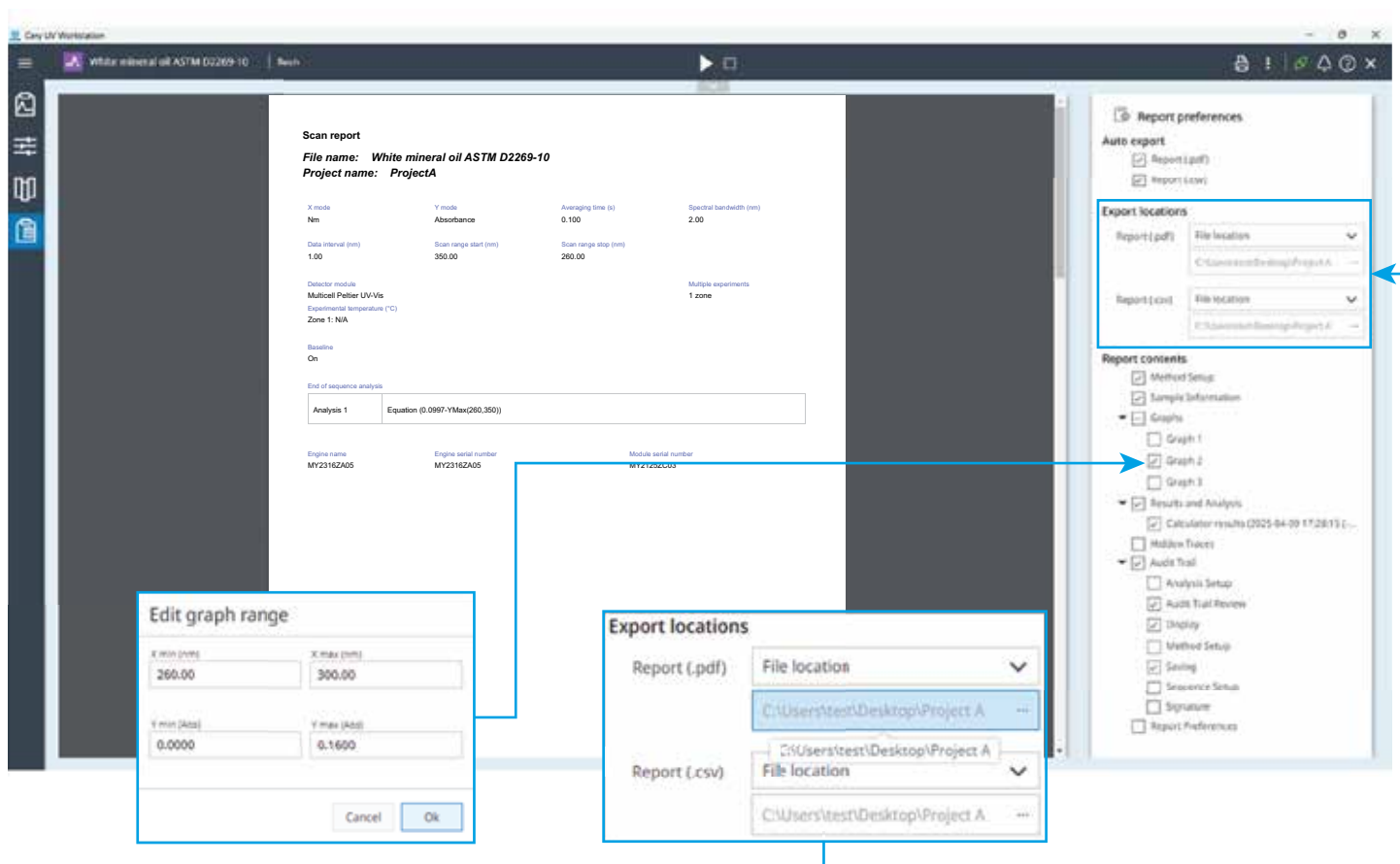


Figura 7. El software Agilent Cary UV Workstation permite al usuario seleccionar y deselectionar el contenido del informe, según sus preferencias.

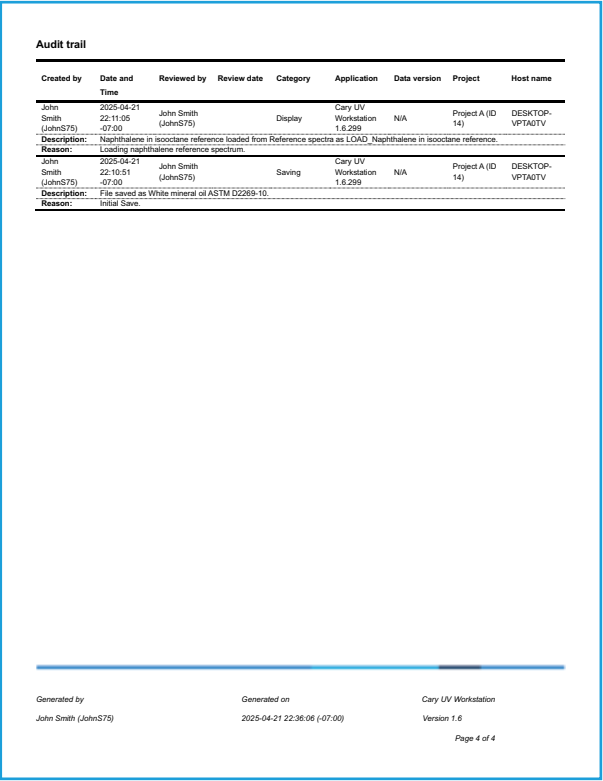
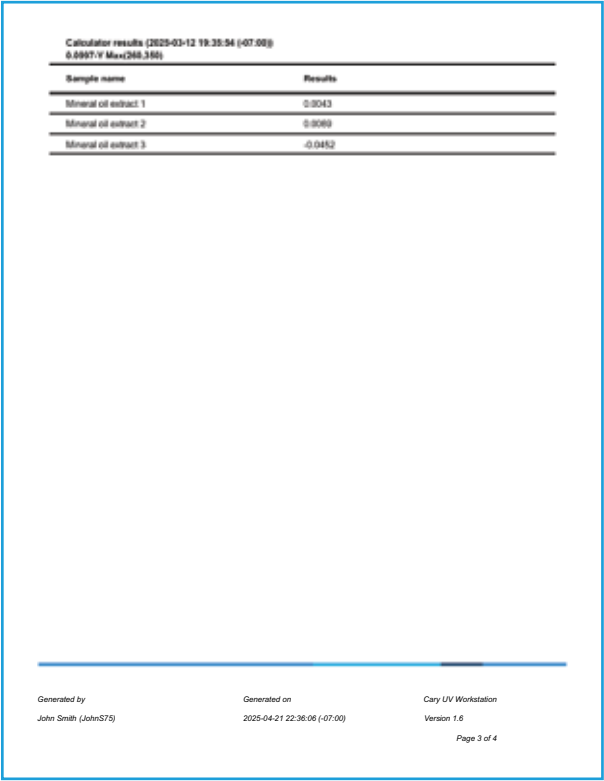
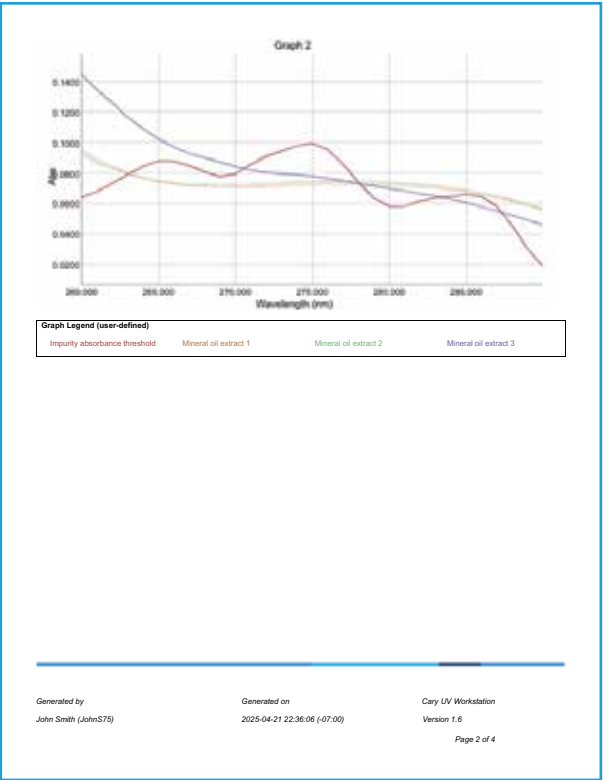
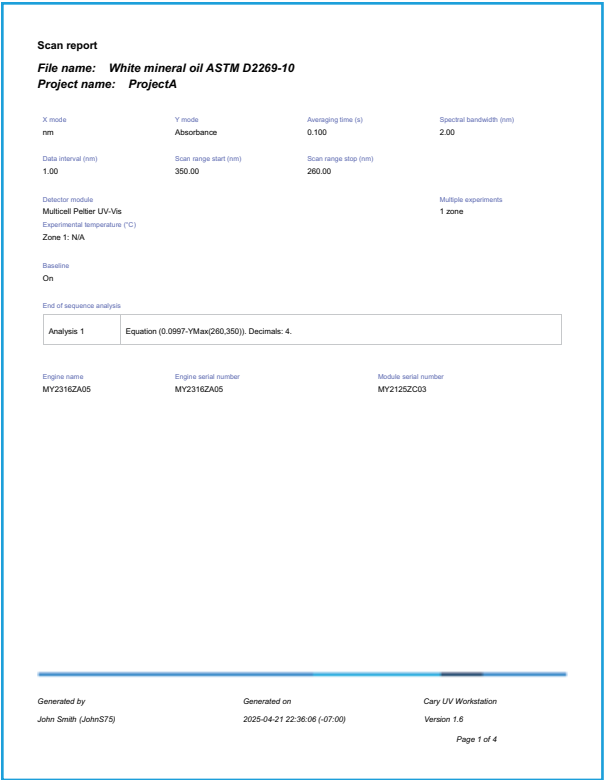


Figura 8. Informe del barrido (cuatro páginas: (1) informe del barrido, (2) gráfico, (3) resultados del cálculo, (4) pista de auditoría.

Precisión del método

Los ensayos de precisión se realizaron en las tres muestras de aceite mineral analizadas en el espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell. De acuerdo con el método ASTM D2269-10, se realizaron 20 mediciones de la absorbancia en el intervalo de longitudes de onda de 275 a 280 nm para cada muestra.

El ensayo de repetibilidad evaluó la concordancia entre los resultados obtenidos con el mismo instrumento. Según el criterio del ensayo, la diferencia entre resultados sucesivos del análisis solo podía superar 0,014 Abs en un caso de cada 20. Al realizar este ensayo, todas las desviaciones estándar calculadas ($n = 20$) se encontraban dentro de $\pm 0,014$ Abs, con una variación máxima de $\pm 1,28 \times 10^{-3}$ Abs observada en la muestra de aceite mineral 3, como se indica en la Tabla 2.

Tabla 2. Variación máxima en 20 análisis en el intervalo de longitudes de onda de 275 a 280 nm, ambos incluidos.

Muestra	Variación máxima en el intervalo de longitudes de onda de 275 a 280 nm (Abs)
Extracto de aceite mineral 1	$1,93 \times 10^{-4}$
Extracto de aceite mineral 2	$3,05 \times 10^{-4}$
Extracto de aceite mineral 3	$1,28 \times 10^{-3}$

El ensayo de reproducibilidad evaluó la concordancia entre los resultados obtenidos con distintos instrumentos. Según el criterio del ensayo, la diferencia entre dos resultados del análisis independientes e individuales solo podía superar 0,044 Abs en un caso de cada 20. Se calcularon las diferencias en las desviaciones estándar ($n = 20$) entre los operadores independientes (Δ SD). Todas las diferencias observadas se encontraban dentro de $\pm 0,044$ Abs, con una diferencia máxima de $\pm 1,16 \times 10^{-3}$ Abs observada en la muestra de aceite mineral 3, como se indica en la Tabla 3.

Tabla 3. Variación máxima entre instrumentos, calculada como la diferencia en la variación entre el operador 1 y el operador 2. Se realizaron 20 análisis para obtener una desviación estándar en el intervalo de longitudes de onda comprendido entre 275 y 280 nm, ambos incluidos.

Muestra	Variación máxima entre operadores en el intervalo de 275 a 280 nm (Abs)
Extracto de aceite mineral 1	$3,05 \times 10^{-5}$
Extracto de aceite mineral 2	$1,79 \times 10^{-4}$
Extracto de aceite mineral 3	$1,16 \times 10^{-3}$

El método analítico ASTM D2269-10 define requisitos estrictos en materia de precisión fotométrica para determinar de forma fiable la pureza mediante este método analítico por espectroscopia UV-Vis. Los resultados de los ensayos de precisión demostraron la fiabilidad del espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 en los análisis de la pureza de muestras de aceite mineral.

Conclusión

Mediante el espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell equipado con el software Agilent Cary UV Workstation se pudo determinar de manera eficiente la pureza (naftaleno) de tres aceites minerales blancos disponibles en el mercado. Los aceites se analizaron con respecto a un límite de aceptación para el naftaleno de conformidad con el límite definido en la monografía de la USP-NF mediante el método analítico ASTM D2269-10. El método con el UV-Vis Cary 3500 cumplió los criterios de precisión establecidos en el método ASTM D2269-10 para la cuantificación del naftaleno, lo que hace que sea un método adecuado para el control de calidad de aceites de calidad farmacéutica.

Con ocho posiciones de celda, el diseño de múltiples celdas del espectrofotómetro UV-Vis Cary 3500 permite analizar simultáneamente hasta siete muestras y una referencia, lo que mejora la productividad. La configuración de múltiples celdas también evita las posibles variaciones en las condiciones ambientales, del operador y del instrumento entre los análisis de las muestras, lo que garantiza la exactitud y la precisión de las mediciones. El software Cary UV Workstation simplificó los análisis experimentales y el análisis de datos al permitir a los usuarios subir espectros adquiridos previamente para compararlos y generar gráficos claros para la elaboración de informes.

El estudio ha demostrado la idoneidad del espectrofotómetro UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicell equipado con el software Cary UV Workstation para el análisis de rutina de la pureza de materias primas farmacéuticas que contienen aceites, de conformidad con las normas del sector.

Referencias

1. Pirow, R.; Blume, A.; Hellwig, N.; Herzler, M.; Huhse, B.; Hutzler, C.; Pfaff, K.; Thierse, H.-J.; Tralau, T.; Vieth, B.; et al. Mineral Oil in Food, Cosmetic Products, and in Products Regulated by Other Legislations. *Critical Reviews in Toxicology* **2019**, 49(9). <https://doi.org/10.1080/10408444.2019.1694862>
2. Weber, S.; Schrag, K.; Mildau, G.; Kuballa, T.; Walch, S. G.; Lachenmeier, D. W. Analytical Methods for the Determination of Mineral Oil Saturated Hydrocarbons (MOSH) and Mineral Oil Aromatic Hydrocarbons (MOAH)—A Short Review. *Analytical Chemistry Insights* **2018**, 13. <https://doi.org/10.1177/1177390118777757>
3. The United States Pharmacopeial Convention. USP-NF Mineral Oil, 2024, Retrieved from United States Pharmacopeia: https://doi.org/10.31003/USPNF_M54081_02_01
4. ASTM International. ASTM D2269-10 (2020) Standard Test Method for Evaluation of White Mineral Oils by Ultraviolet Absorption. *ASTM Volume 05.01: Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants*. doi: 10.1520/D2269-10R20

www.agilent.com

DE-005995

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2025
Impreso en EE. UU., 25 de abril de 2025
5994-8265ES