

Spectroscopie UV-Vis pour l'analyse des huiles minérales blanches selon la méthode normalisée D2269-10 de l'ASTM

Gain de temps, réduction des erreurs de mesure et rationalisation du traitement des données à l'aide du spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves



Auteur

Yasurika Heenatigala
Agilent Technologies, Inc.

Résumé

Les huiles minérales blanches utilisées dans le secteur pharmaceutique doivent satisfaire à des critères de pureté rigoureux conformément aux exigences réglementaires. Conformément à la méthode normalisée ASTM D2269-10, un spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves a été utilisé pour tester la pureté des huiles minérales en quantifiant la teneur en naphtalènes. La méthode répondait aux critères de précision spécifiés dans la méthode ASTM D2269-10, confirmant sa fiabilité pour les applications de contrôle qualité. Trois échantillons d'huiles minérales disponibles dans le commerce ont été mesurés et évalués par rapport à la limite d'acceptation du naphtalène définie par la monographie USP-NF. Seules deux des trois huiles ont réussi le test de pureté. L'étude souligne également les avantages du logiciel de station de travail Agilent Cary UV, qui a rationalisé l'acquisition et le traitement des données, permettant des tests efficaces et un reporting clair.

Introduction

Les huiles minérales blanches sont des mélanges liquides complexes d'hydrocarbures aromatiques dérivés d'huile de pétrole raffinée. Elles sont largement utilisées dans diverses industries telles que l'alimentation (préparation), les cosmétiques, les formulations pharmaceutiques et les applications industrielles, comme matière première, additif ou excipient.¹

L'industrie pharmaceutique est fortement réglementée pour garantir la sécurité, l'efficacité et la qualité des médicaments, en protégeant la santé publique. En conséquence, les huiles minérales de qualité pharmaceutique utilisées dans les formulations de médicaments sont soumises à des contrôles réglementaires stricts, nécessitant une surveillance active et des tests de pureté pour les contaminants à l'état de traces afin de respecter les normes de l'industrie. Les pharmacopées européenne et américaine spécifient toutes deux une analyse photométrique dans l'ultraviolet (UV) pour déterminer les concentrations d'impuretés comme le naphtalène, un hydrocarbure aromatique polycyclique, dans des échantillons d'huiles minérales.² Pour aider les analystes, le USP-NF a établi un seuil supérieur pour le naphtalène en unités d'absorbance (Abs).³

L'ASTM offre des méthodes standardisées pour l'évaluation des matériaux, garantissant des mesures cohérentes et fiables dans toute l'industrie. La méthode de test normalisée ASTM D2269-10 décrit une procédure pour évaluer l'adéquation des huiles minérales blanches à leur application prévue en mesurant l'absorption UV du naphtalène par rapport à un matériau de référence.⁴ Cette méthode de test fait référence aux spécifications de l'US Pharmacopeia and National Formulary (USP-NF), ce qui la rend adaptée aux huiles de qualité pharmaceutique.

Cette étude met en évidence les avantages de l'utilisation d'un spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves (figure 1) et du logiciel de station de travail Agilent Cary UV pour mesurer l'absorbance UV de trois échantillons d'huiles minérales disponibles dans le commerce. La pureté de ces huiles a été déterminée conformément à la méthode normalisée ASTM D2269-10.



Figure 1. Toutes les mesures ont été réalisées sur un spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves.

Méthode expérimentale

Préparation des échantillons et des étalons

Étalon blanc : 2,2,4-triméthylpentane (isooctane) de grade spectroscopique (Sigma-Aldrich, référence 1047182500, numéro CAS 540-84-1).

Étalon de référence : 44,3 mg de naphtalènes (Sigma-Aldrich, référence 147141-25G, numéro CAS 91-20-3) ont été ajoutés à une fiole jaugée propre, sèche et tarée de 100 mL. La masse a été enregistrée à 0,0001 g près, puis diluée avec de l'isooctane jusqu'au repère, bouchée et mélangée soigneusement. La concentration de la solution dissoute a été calculée, et le volume approprié a été prélevé pour produire un étalon de 20 mL de 7,0 mg/L de naphtalènes dans l'isooctane.

Échantillon : 25 mL d'huile minérale (Agilent Technologies, référence 5190-8716) et 25 mL d'hexane (Sigma-Aldrich, référence 270504-2L, numéro CAS 110-54-3) ont été transférés dans une ampoule à décanter et mélangés. Ensuite, 5 mL de diméthyl sulfoxyde (DMSO) (Sigma-Aldrich, référence 1029500500, numéro CAS 67-68-5) ont été ajoutés, et le mélange a été agité vigoureusement pendant 1 minute. Le mélange a été laissé au repos jusqu'à ce que la couche inférieure soit claire. La couche inférieure a été transférée, et 2 mL d'hexane ont été ajoutés à la couche transférée. Le mélange a été agité, puis laissé au repos jusqu'à ce que la couche inférieure soit claire. La couche inférieure a été extraite et désignée comme un extrait d'huile minérale. Trois millilitres d'échantillon extrait ont été ajoutés dans une cuve en quartz standard de 3,5 mL et de 10 mm de trajet optique (Agilent Technologies, référence 5061-3387). Ce processus a été réalisé trois fois sur trois séquences différentes d'huiles minérales.

Témoin solvant : 5 mL de diméthyl sulfoxyde ont été ajoutés à 25 mL d'hexane dans une ampoule à décanter. Le mélange a été agité vigoureusement pendant 1 minute, puis laissé au repos jusqu'à ce que la couche inférieure soit claire. La couche inférieure a été extraite et désignée comme un témoin solvant. Trois cellules de témoins solvant ont été préparées, chacune contenant 3 mL du blanc extrait ajouté dans des cuves en quartz de 10 mm.

Instruments

Une fois les extraits d'huiles minérales et les cellules de témoins solvant préparés, l'absorbance a été mesurée à l'aide du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves (figure 1), avec les paramètres listés dans le tableau 1. La conception multicuves de l'instrument garantit un flux de travail optimisé et efficace avec jusqu'à sept échantillons et une référence pouvant être mesurée en même temps.

Tableau 1. Paramètres de collecte des données avec le spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves.

Paramètre	Valeur
Gamme de longueurs d'onde	260 à 350 nm, inclus
Durée d'intégration du signal	0,1 s
Intervalle de données	1 nm
Bande passante spectrale	2 nm

Résultats et discussion

La méthode de test ASTM D2269-10 décrit les critères d'acceptation pour le seuil d'absorbance des impuretés (naphtalène), tel que défini par la monographie USP-NF pour les huiles minérales. Comme indiqué dans la monographie, « l'absorbance à n'importe quelle longueur d'onde dans la plage spécifiée de la solution d'échantillon [ne doit pas être] supérieure à un tiers de l'absorbance de la solution d'étalon. » La plage spécifiée de la solution d'échantillon est définie entre 260 et 350 nm, tandis que l'absorbance de la solution d'étalon est mesurée à 275 nm.

Calcul de la limite d'acceptation

L'ASTM D2269-10 décrit une procédure pour déterminer la limite d'acceptation des impuretés pour les huiles minérales. Pour y parvenir, la station de travail Cary UV comprend des outils fonctionnels tels que « l'analyse de fin de séquence » qui aident à se conformer aux exigences de contrôle qualité (CQ) des méthodes normalisées. Comme indiqué sur la figure 2, le calcul du seuil d'absorbance des impuretés pour le naphtalène, basé sur la mesure de l'étalon de référence, a été saisi à la fin de la séquence « Analyse 1 ». Pour générer visuellement le seuil d'absorbance des impuretés dans le spectre, la fonction Divide Scalar (par 3) a été utilisée pour la fin de la séquence « Analyse 2 ».

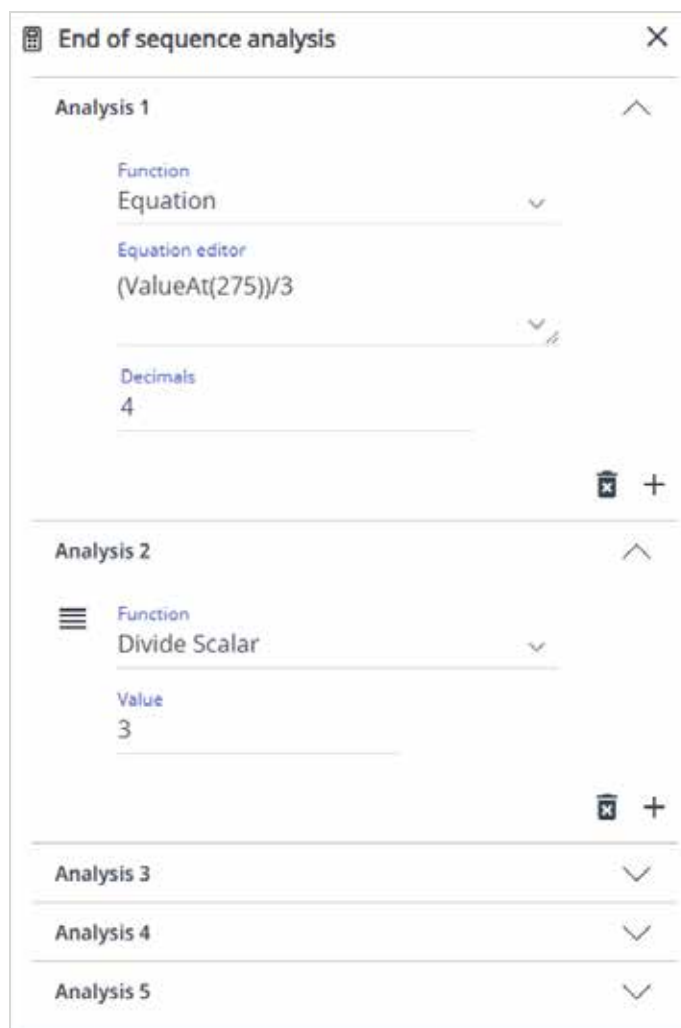


Figure 2. À la suite de la mesure de l'étalon de référence pour le naphtalène, deux analyses ont été réalisées automatiquement au moyen de la fonction logicielle intégrée « analyse de fin de séquence » de la station de travail Agilent Cary UV. Analyse 1 : le seuil d'absorbance des impuretés ($y = [\text{valeur à } x = 275]/3$). Analyse 2 : utilisation de la fonction Divide Scalar pour visualiser la limite d'absorbance à 275 nm.

L'étalon de référence du naphtalène a été mesuré à l'aide du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves avec le mode de l'application « Scan » (Balayage) et le spectre a été visualisé sur la station de travail Cary UV. Le logiciel montre une limite d'acceptation de l'absorbance des impuretés de 0,0997 Abs.

Analyse quantitative

Une nouvelle séquence de balayage a été utilisée pour la mesure du naphthalène dans les trois échantillons d’huiles minérales. La fonction « analyse de fin de séquence » a été utilisée pour calculer l’absorbance des échantillons sur la gamme de longueurs d’onde spécifiée et la comparer au seuil d’absorbance des impuretés de 0,0997 Abs. Ce processus a permis d’évaluer si l’échantillon répondait aux critères d’acceptation définis dans la monographie USP-NF.

Une fois que les témoins solvant ont été mesurés pour la ligne de base, les spectres des trois échantillons d’huiles minérales ont été acquis simultanément à l’aide du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves, avec la séquence montrée sur la figure 3.

La station de travail Cary UV a automatiquement produit un tableau des valeurs d’absorbance en fonction de la configuration de la séquence. Ces valeurs ont été rapportées selon les exigences spécifiées dans la méthode ASTM D2269-10.

L’absorbance maximale de chaque échantillon (calculée à l’aide de l’équation : échantillon x [YMax]) a été soustraite de la limite d’absorbance des impuretés de 0,0977. Une valeur positive indiquait qu’un échantillon avait réussi la méthode de test (absorbance et concentration de naphthalène insignifiantes), et une valeur négative suggérait qu’un échantillon n’avait pas réussi (absorbance significative dans la région spectrale indiquant une concentration de naphthalène importante). Comme le montre la figure 4, deux des trois huiles minérales ont réussi la méthode de test pour la pureté.

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

Figure 4. Les concentrations insignifiantes de naphthalènes sont exprimées sous forme de valeur positive (ce qui signifie qu’un échantillon a réussi la méthode de test pour la pureté). À l’inverse, des concentrations significatives de naphthalènes sont représentées par des valeurs négatives, indiquant un échantillon impur, selon la méthode ASTM D2269-10.

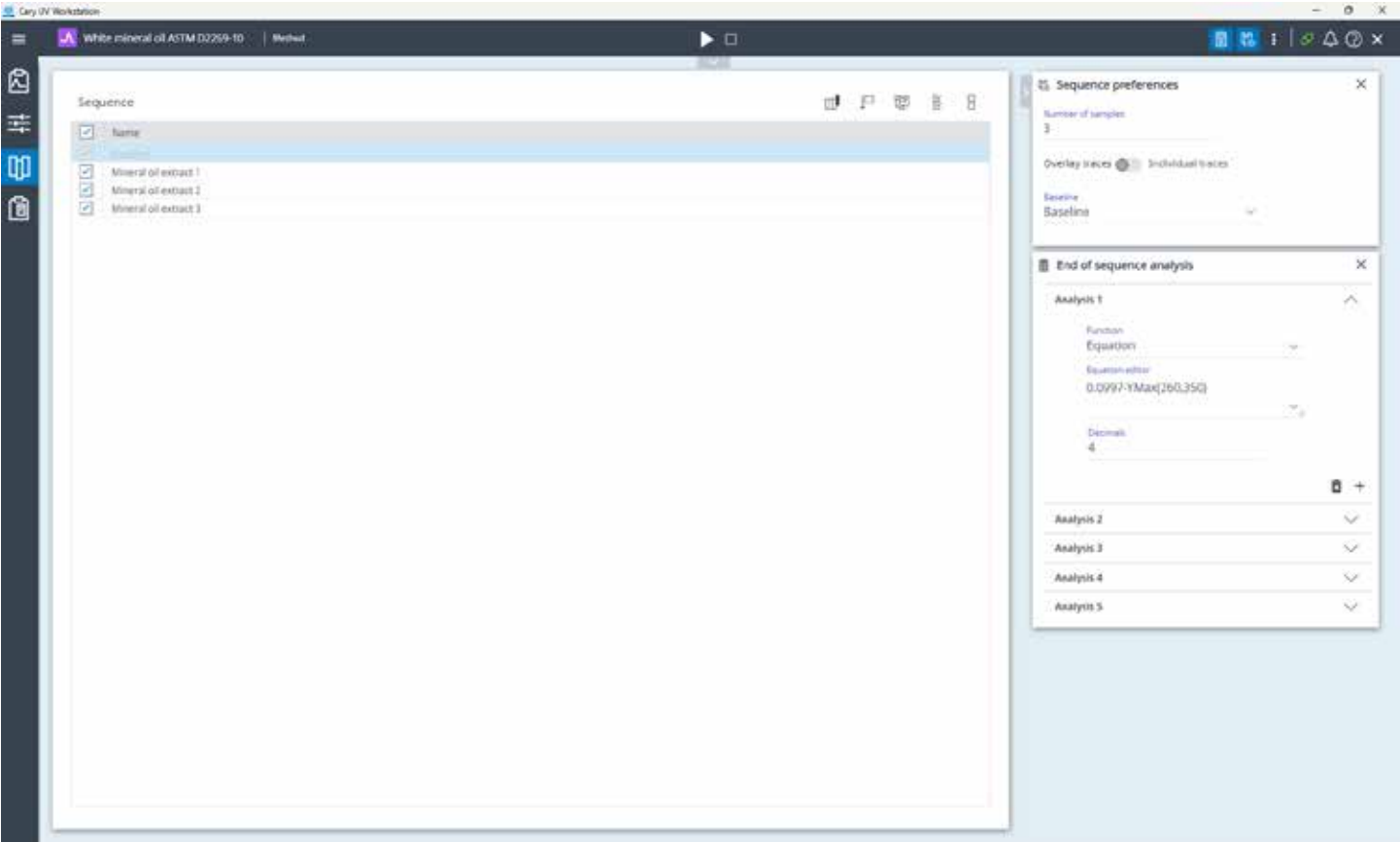


Figure 3. La page de configuration de séquence dans la station de travail Agilent Cary UV pour la mesure simultanée de trois échantillons d’huiles minérales à l’aide d’un spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves Agilent.

Analyse qualitative

« Load Spectrum » est un outil logiciel qui permet à l'utilisateur de rechercher dans la base de données sécurisée des échantillons collectés en utilisant l'application « Scan » (Balayage). À l'aide de la fonctionnalité Load Spectrum, le spectre du seuil d'absorbance des impuretés a été superposé sur les spectres des échantillons actuels, comme indiqué à la figure 5.

La fonctionnalité Load Spectrum assure également la traçabilité et la cohérence en enregistrant un audit spécifique à chaque utilisation, comme illustré sur la figure 6.

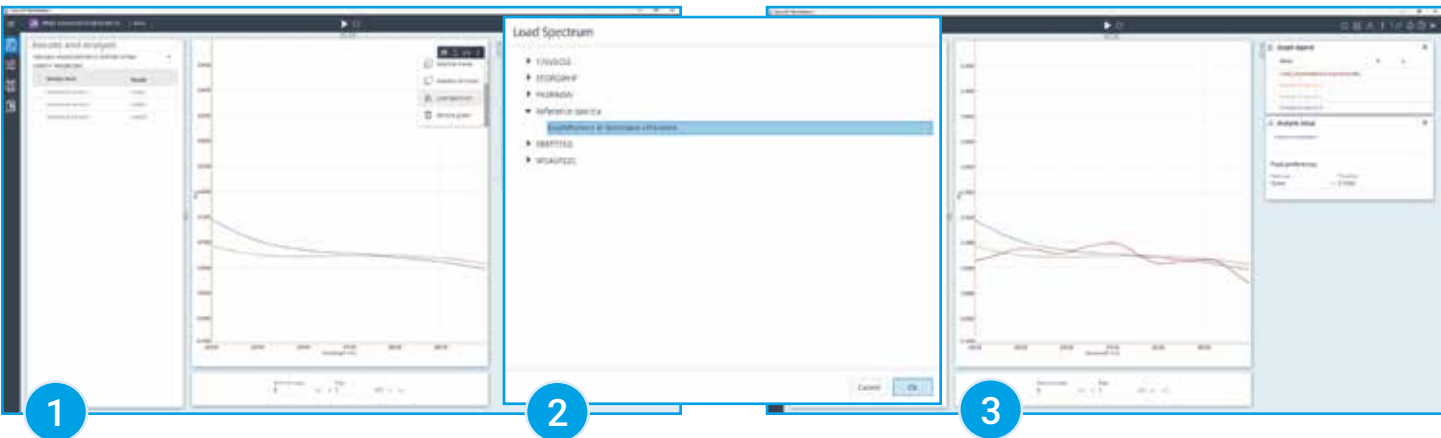


Figure 5. La fonctionnalité Load Spectrum permet aux utilisateurs de charger un spectre d'une séquence source dans la séquence actuellement ouverte. L'interface utilisateur offre un moyen intuitif de parcourir les séquences et de sélectionner le spectre souhaité.

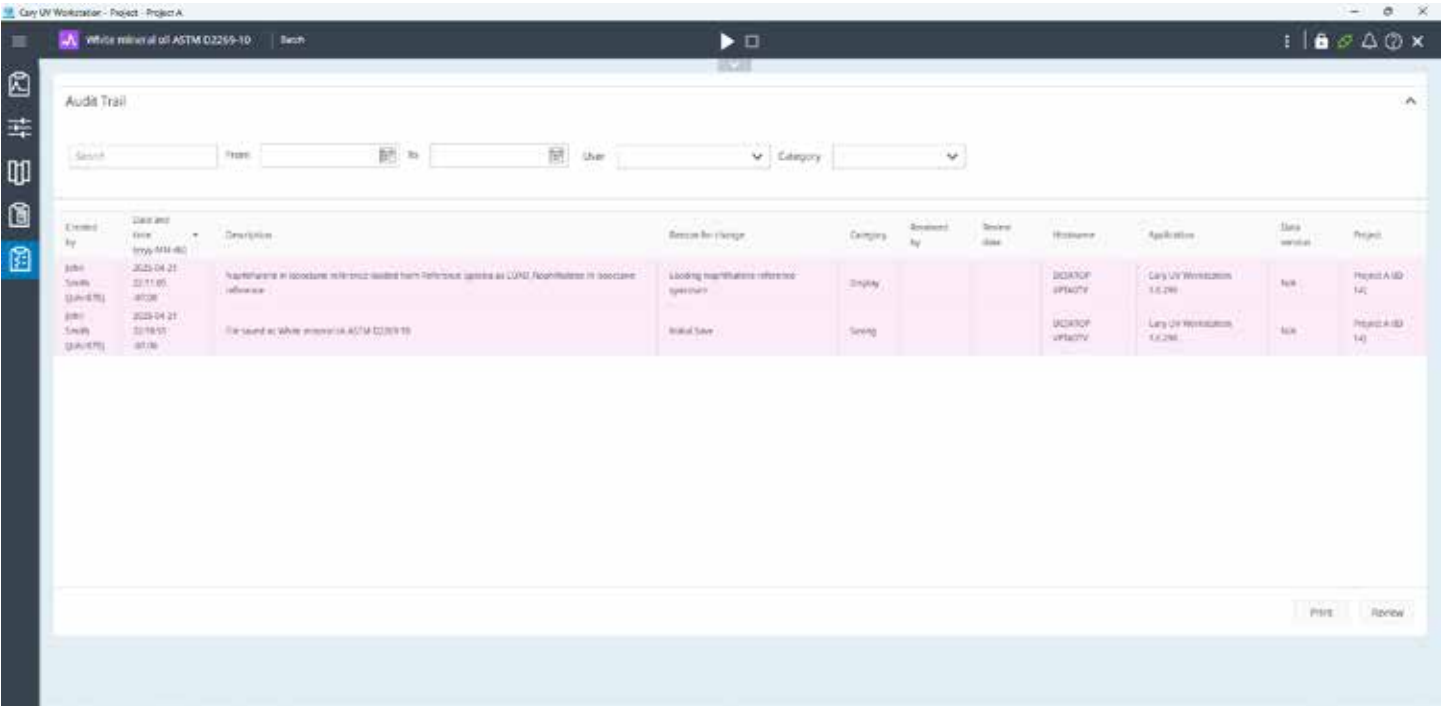


Figure 6. L'audit généré à l'aide de la fonction de spectre de charge.

La station de travail Cary UV permet à l'utilisateur de mettre les graphiques à l'échelle, ce qui facilite davantage les comparaisons. Comme indiqué sur la figure 5 (et la figure 7), le graphique a été agrandi pour montrer la plage de 260 à 290 nm. Pour un échantillon test, l'absorption à travers le domaine des longueurs d'onde qui dépassait la limite d'absorbance des impuretés à 275 nm (de 0,0977 Abs) indiquerait une concentration significative de naphthalènes (impureté). Le graphique montre que les échantillons d'huiles minérales 1 et 2 contenaient des niveaux insignifiants de naphthalènes, car aucun spectre n'a franchi le seuil d'absorbance des impuretés. Cependant, l'échantillon 3 a dépassé la limite, probablement en raison d'une contamination pendant le processus de préparation de l'échantillon.

Génération de rapports

La station de travail Cary UV a station de travail regroupé les résultats en un seul rapport. Des informations pertinentes, telles qu'un tableau d'analyse des valeurs, des graphiques à l'échelle et un audit, ont été sélectionnées pour être incluses dans le rapport (figure 7). Le rapport final a été automatiquement généré en tant que PDF et exporté vers un emplacement défini par l'utilisateur pour une transmission fluide des données.

Les paramètres de collecte des données, la configuration d'analyse de fin de séquence et les préférences de rapport ont été enregistrés en tant que méthode dans la station de travail Cary UV. Avoir accès à la méthode optimisée simplifiera les mesures futures des huiles minérales en automatisant les calculs et le reporting, y compris l'exportation automatique pour utiliser des emplacements définis par l'utilisateur.

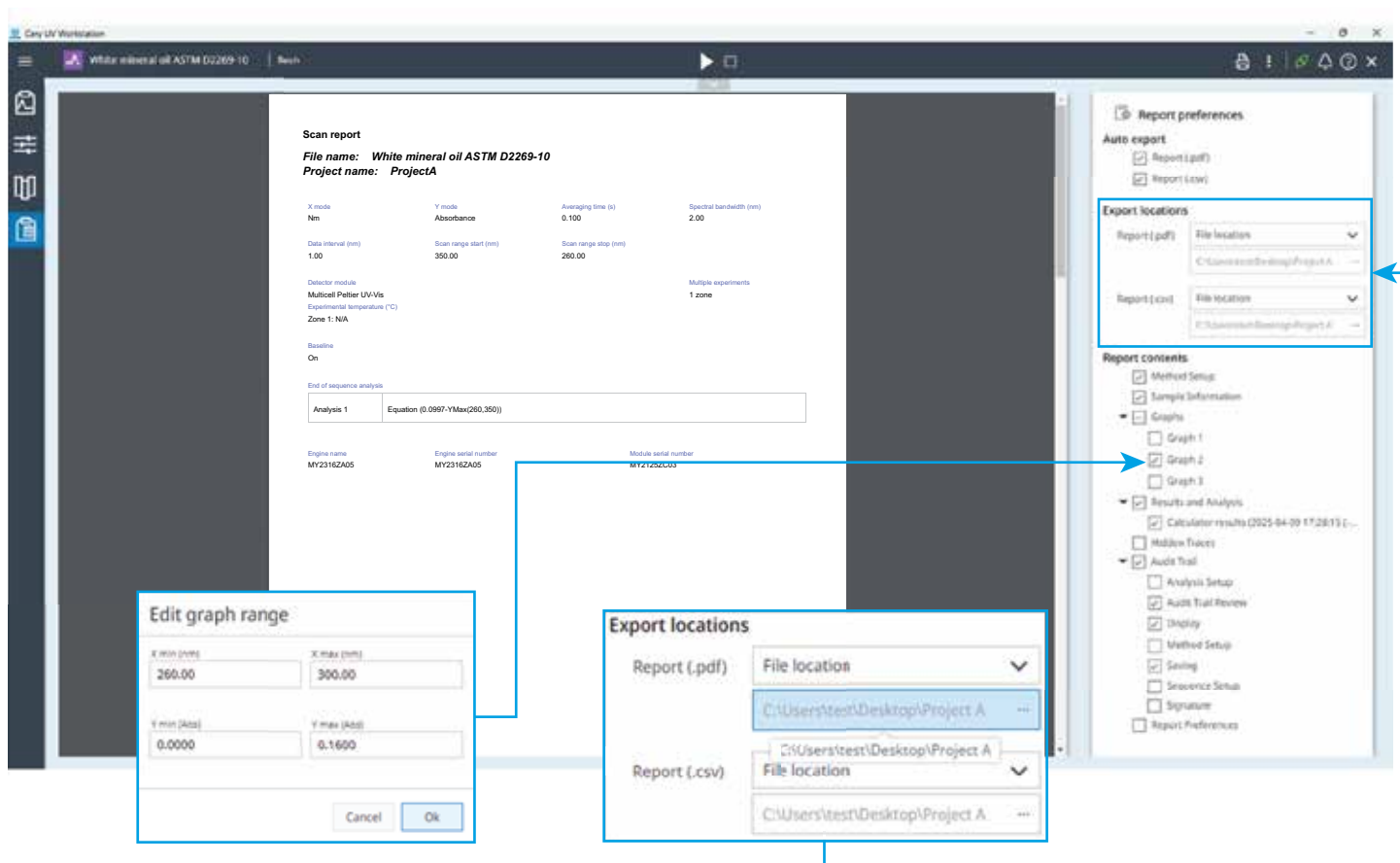


Figure 7. La station de travail Agilent Cary UV permet à l'utilisateur de sélectionner et de désélectionner le contenu du rapport, selon ses préférences.

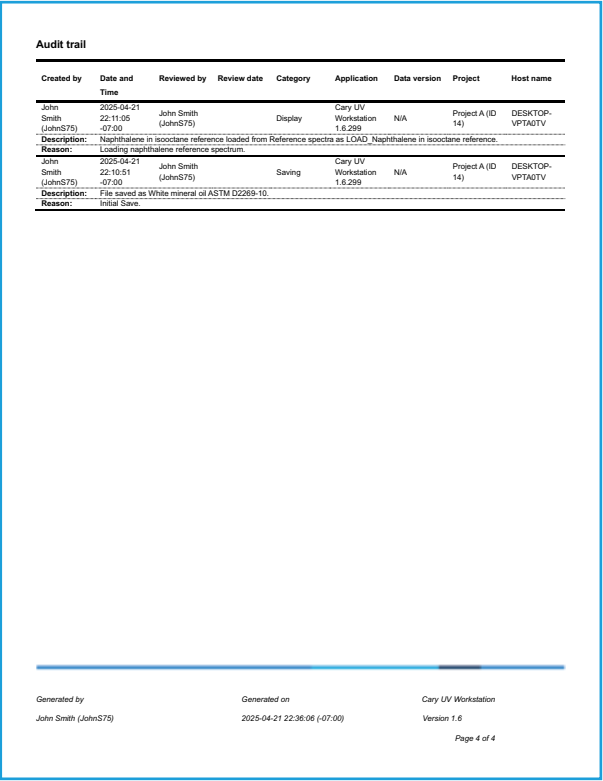
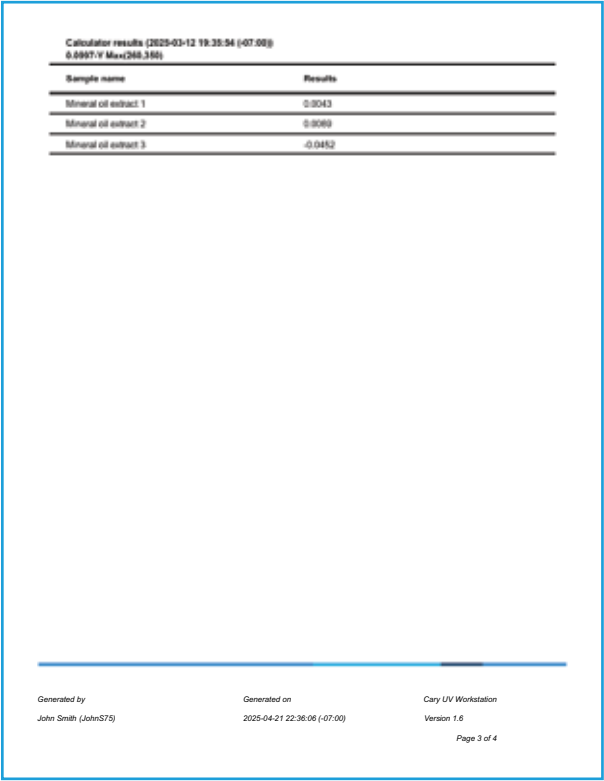
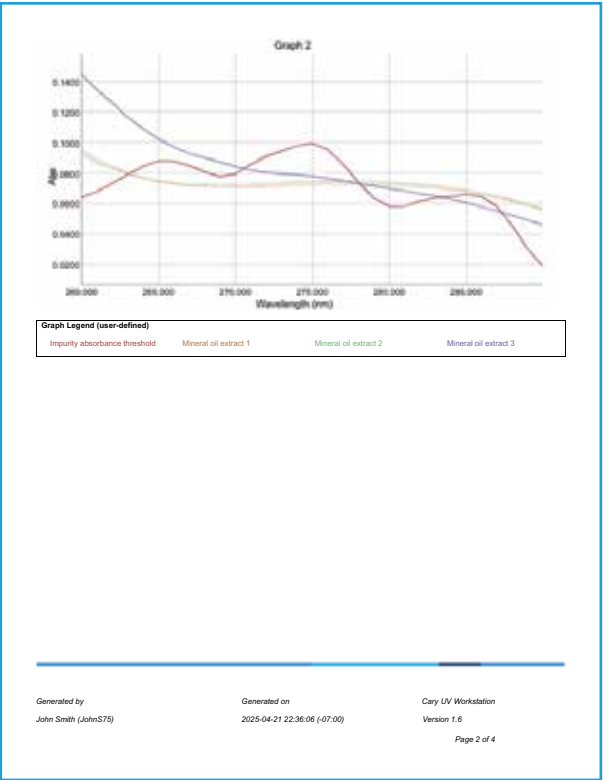
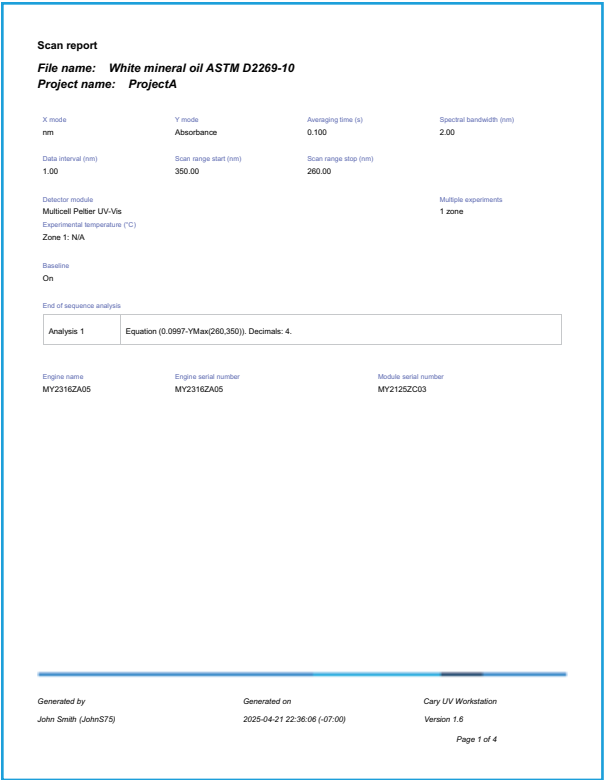


Figure 8. Rapport de balayage (quatre pages : [1] rapport de balayage, [2] graphique, [3] résultats de calcul, [4] audit).

Précision de la méthode

Des tests de précision ont été réalisés sur les trois échantillons d’huiles minérales à l’aide du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves. Conformément à la méthode ASTM D2269-10, 20 mesures de l’absorbance dans la gamme de longueurs d’onde de 275 à 280 nm ont été prises pour chaque échantillon.

Le test de répétabilité a évalué la cohérence de l’instrument. Selon le critère de test, la différence entre les résultats des tests successifs ne pouvait dépasser 0,014 Abs que dans 1 cas sur 20. Dans cette étude, tous les écarts-types calculés (n = 20) étaient de 0,014 Abs, avec un écart maximal de $\pm 1,28 \times 10^{-3}$ Abs observé pour l’échantillon d’huile minérale 3, comme indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2. Écart maximal sur 20 analyses de la gamme de longueurs d’onde balayée comprise entre 275 et 280 nm, inclus.

Échantillon	Écart maximal sur une gamme de longueurs d’onde de 275 à 280 nm (Abs)
Extrait d’huile minérale n° 1	$1,93 \times 10^{-4}$
Extrait d’huile minérale n° 2	$3,05 \times 10^{-4}$
Extrait d’huile minérale n° 3	$1,28 \times 10^{-3}$

Le test de reproductibilité a évalué la cohérence entre les instruments. Selon le critère de test, la différence entre deux résultats de test simples et indépendants successifs pourrait dépasser 0,044 Abs seulement dans 1 cas sur 20. Les différences dans les écarts-types (n = 20) ont été calculées entre les opérateurs indépendants (ΔSD). Toutes les différences observées étaient dans la gamme de $\pm 0,044$ Abs, avec une différence maximale de $\pm 1,16 \times 10^{-3}$ Abs observée pour l’échantillon d’huile minérale 3, comme indiqué dans le tableau 3.

Tableau 3. Écart maximal entre instruments, calculé comme la différence d’écart entre l’opérateur 1 et l’opérateur 2. Vingt tests ont été réalisés pour produire un écart-type, sur la gamme de longueurs d’onde comprise entre 275 et 280 nm, inclus.

Échantillon	Écart maximal entre les opérateurs sur une plage de 275 à 280 nm (Abs)
Extrait d’huile minérale n° 1	$3,05 \times 10^{-5}$
Extrait d’huile minérale n° 2	$1,79 \times 10^{-4}$
Extrait d’huile minérale n° 3	$1,16 \times 10^{-3}$

La méthode de test ASTM D2269-10 définit des exigences strictes concernant la précision photométrique pour déterminer de manière fiable la pureté à l’aide de cette méthode d’analyse par spectroscopie UV-Vis. Les résultats des tests de précision ont démontré la fiabilité du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 pour les tests de pureté d’échantillons d’huile minérale.

Conclusion

Le spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 3500 Multicuves et le logiciel de station de travail Agilent Cary UV ont déterminé efficacement la pureté (naphtalène) de trois huiles minérales blanches disponibles dans le commerce. Les huiles ont été testées par rapport à une limite d’acceptation pour le naphtalène conformément à la limite définie dans la monographie USP-NF en utilisant la méthode de test ASTM D2269-10. La méthode du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 répondait aux critères de précision énoncés dans la méthode ASTM D2269-10 pour la mesure des naphtalènes, ce qui la rendait adaptée au contrôle qualité des huiles pharmaceutiques.

Avec huit positions de cellules disponibles, la conception multicuves du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 a permis de mesurer simultanément jusqu’à sept échantillons et une référence, améliorant ainsi la productivité. La configuration multicuves évite également toute variation dans les conditions environnementales, opérationnelles et instrumentales entre les mesures d’échantillons, garantissant l’exactitude et la précision des mesures. Le logiciel de station de travail Cary UV a simplifié les tests expérimentaux et le traitement des données en permettant aux utilisateurs de charger des spectres précédemment acquis à des fins de comparaison et de générer des graphiques clairs pour le reporting.

L’étude a démontré la pertinence de l’utilisation du spectrophotomètre UV-Vis Cary 3500 Multicuves avec la station de travail Cary UV pour les tests courants de pureté des matières premières pharmaceutiques à base d’huile conformément aux normes de l’industrie.

Références

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, Publié sur l'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

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2025
Imprimé aux États-Unis, le 25 avril 2025
5994-8265FR