

## Vergleich von Messungen mit den UV-Vis-Spektralphotometern Cary 8454 und Cary 60



### Einführung

Bei der Entwicklung und Validierung von Methoden muss gezeigt werden, dass alle neuen Geräte innerhalb des Betriebsbereichs und der Akzeptanzkriterien der vorhandenen Geräte die gleichen Ergebnisse liefern. Die Anforderungen an die Validierung beim Transfer einer Methode von einem Gerät auf ein anderes stützen sich auf die GMP-Richtlinien, um sicherzustellen, dass die Ergebnisse vergleichbar und reproduzierbar sind.

Diese Studie beschreibt den Transfer einer Methode vom Cary 8454 UV-Vis-Spektralphotometer mit der UV-Vis-ChemStation Software auf das Cary 60 UV-Vis-Spektralphotometer mit der Cary WinUV Software. Darüber hinaus zeigt sie, dass beim Vergleich der beiden Spektralphotometer-Systeme die Ergebnisse genau und reproduzierbar sind. Alle weiteren Anforderungen an die Validierung einer Methode müssen die gesetzlichen Richtlinien und Akzeptanzkriterien erfüllen.

## Experimentelles

### Ausstattung

- Cary 8454 UV-Vis-Spektralphotometer
- UV-Vis-ChemStation Software
- Cary 60 UV-Vis-Spektralphotometer
- Cary WinUV Software

### Reagenzien

- Blindprobenlösung: 0,00 mg/l Perchlorsäure-Blindprobe
- Standardlösungen: 40, 80 und 120 mg/l Kaliumdichromat
- Probenlösung: ca. 75 mg/l Kaliumdichromat

### Teil 1: Bestimmung der Wellenlänge für die Analyse

Eine Probe mit 40 mg/l Kaliumdichromat wurde verwendet, um eine geeignete Wellenlänge zur Erstellung einer Kalibrierungskurve sowohl mit dem Cary 8454 UV-Vis- als auch mit dem Cary 60 UV-Vis-Spektralphotometer zu bestimmen.

#### Geräteparameter: Cary 8454

- ChemStation Software: Standard-Modus, Aufnahme von Spektren/Peaks
- Wellenlängenanzeige: 200-800 nm
- Integrationszeit: 0,5 Sekunden
- Peak-/Tal-Erkennung: Bis zu zwei Peaks erkennen und markieren

#### Geräteparameter: Cary 60

- WinUV Software: Applikation Scan
- Wellenlängenanzeige: 200-800 nm
- Scangeschwindigkeit: Erweiterte Konfiguration: Datenintervall 3 nm
- Basislinie: Korrektur ausgewählt
- Peakinformation: Schwellenwert: 0,010 für Peaks, Markierung auf der x-Achse (Abbildung 1)

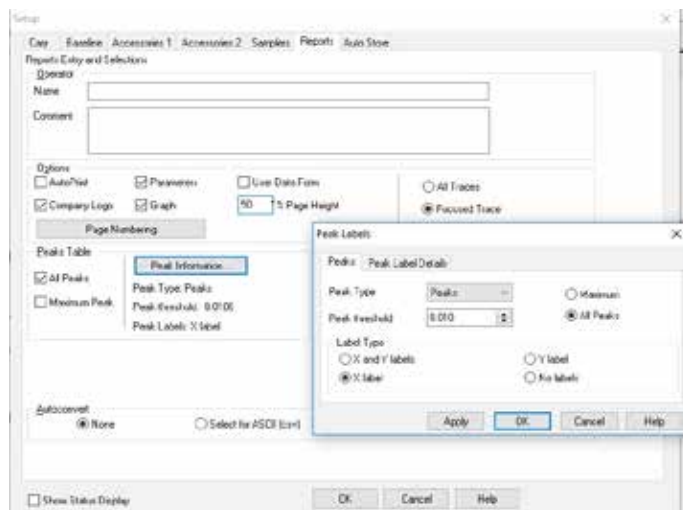


Abbildung 1: Einstellung für Peakmarkierungen im Einstellungs Menü der Cary WinUV Software.

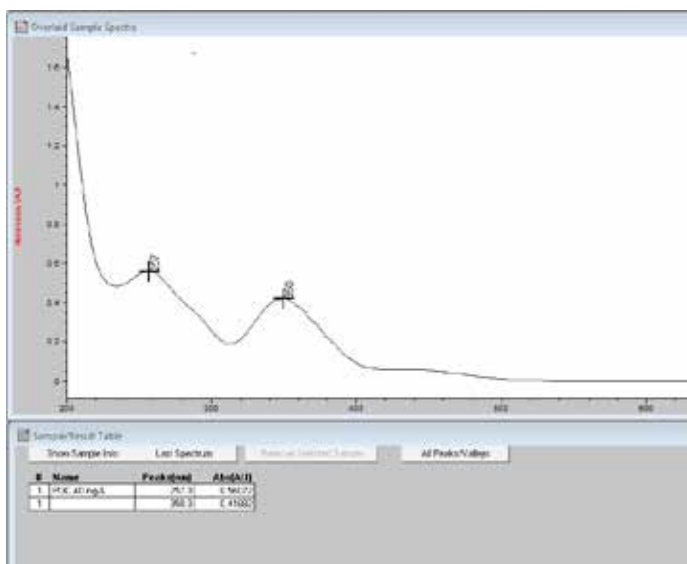
### Methode

Das Cary 8454 UV-Vis-Spektralphotometer wurde eingeschaltet und die Lampen konnten sich eine Stunde lang aufwärmen. Während der Aufwärmphase wurde die UV-Vis-ChemStation Software geöffnet, der „Standard-Modus“ wurde für die Durchführung der Analyse ausgewählt und die Parameter wurden eingegeben. Nach dem Aufwärmen wurde die Höhe des Blindwerts mit der Perchlorsäure-Blindprobe bestimmt. Ein einzelnes Spektrum wurde mit der Perchlorsäurelösung mit 40 mg/l Kaliumdichromat aufgenommen, um die Wellenlänge für die Analyse zu bestimmen.

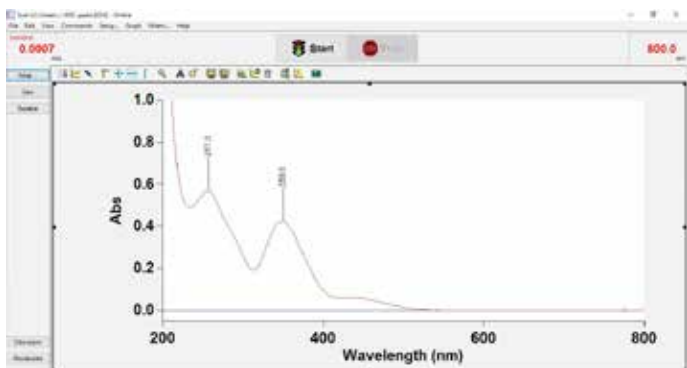
Das Cary 60 UV-Vis-Spektralphotometer benötigt keine Zeit zum Aufwärmen. Die Cary WinUV Software wurde geöffnet, die Applikation „Scan“ wurde ausgewählt und die Parameter wurden eingegeben. Mit der Perchlorsäure-Blindprobe wurde eine Basislinie aufgenommen und danach wurde ein Scan der Lösung mit 40 mg/l Kaliumdichromat aufgenommen.

### Ergebnisse

Die Kaliumdichromat-Spektren, die von den beiden Spektralphotometern Cary 8454 UV-Vis und Cary 60 aufgenommen wurden, zeigen eine hohe Reproduzierbarkeit und identifizieren die gleichen Peaks bei 257 nm und 350 nm (Abbildung 2a und 2b).



**Abbildung 2a:** Die UV-Vis-ChemStation Software zeigt das Spektrum von Kaliumdichromat mit zwei identifizierten Peaks bei 257 nm und 350 nm. Aufgenommen auf dem Cary 8454 UV-Vis-Spektralphotometer.



**Abbildung 2b:** Die Cary WinUV Software zeigt das Spektrum von Kaliumdichromat mit zwei identifizierten Peaks bei 257 nm und 350 nm. Aufgenommen auf dem Cary 60 Spektralphotometer.

## Teil 2: Bestimmung der Konzentration einer unbekannt Probe

Mit den Spektralphotometern Cary 8454 UV-Vis und Cary 60 wurde mit drei Kaliumdichromat-Standardlösungen eine Kalibrierungskurve erstellt. Als Wellenlänge für die Analyse wurde 350 nm ausgewählt.

### Geräteparameter: Cary 8454 (Abbildung 3)

- ChemStation Software: Standard-Modus, Quantifizierung
- Wellenlänge: 350 nm
- Untergrundkorrektur: keine
- Art der Kalibrierungskurve: linear
- Gewichts- & Volumenkorrektur: mg/l als Einheiten
- Eingabeaufforderungen: Für Informationen zu Standards und Probe

**Quantification Parameters**

Wavelengths  
 Use wavelength: 350 nm  
 Background correction: none

Calibration  
 Analyte name: PDC  
 Calibration curve type: Linear

Enter Concentration  
 Concentration: Unit  
 Weight & Volume: mg / L Unit

Prompt for standard information  
 Prompt for sample information

Data type: Absorbance  
 Display spectrum: From 200 nm To: 800 nm

OK Cancel

**Abbildung 3:** Methodenparameter für die Quantifizierung im Standard-Modus mit UV-Vis-ChemStation.

## Geräteparameter: Cary 60 (Abbildung 4)

- WinUV Software: Applikation Konzentration
- Wellenlänge: 350 nm
- Standardeinstellungen: mg/l als Einheiten, 3 Standards, lineare Approximation
- Wiederholungen: 2

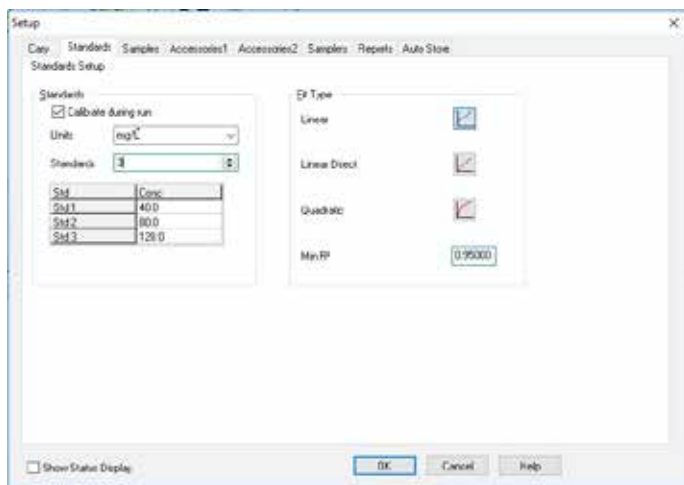


Abbildung 4: Methodenparameter im Einstellungsmenü der Applikation Konzentration der Cary WinUV Software.

## Methode

Für beide Geräte wurde die Höhe des Blindwerts mit der Perchlorsäure-Blindprobe bestimmt. Einzelne Messungen der Perchlorsäurelösungen mit 40 mg/l, 80 mg/l und 120 mg/l Kaliumdichromat wurden aufgenommen, um die Kalibrierungskurve zu erstellen. Danach wurde die unbekannte Probe gemessen.

## Ergebnisse

Eine Kalibrierungskurve wurde erstellt und die Konzentration der unbekannten Kaliumdichromatlösung wurde mit dem Cary 8454 UV-Vis mit 77,5 mg/l (Abbildung 5) und mit dem Cary 60 mit 77,4 mg/l (Abbildung 6) bestimmt. Dies zeigt, dass die zwei Systeme die gleichen Ergebnisse liefern.

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

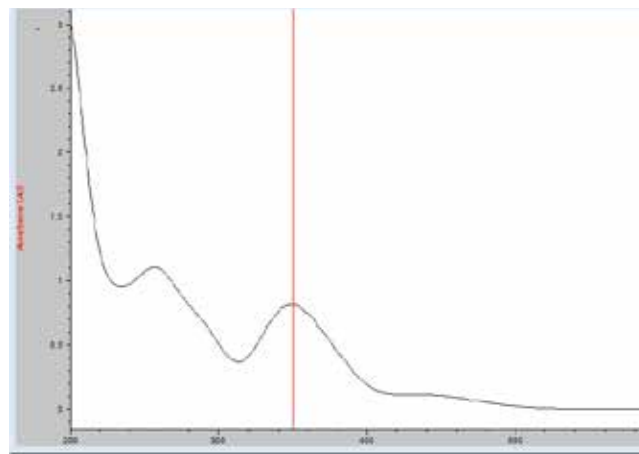


Abbildung 5: Die UV-Vis-ChemStation Software zeigt die Tabelle mit den Ergebnissen für die Probe mit einer Konzentration von 77,5 mg/l Kaliumdichromat in der unbekannten Probe.

Analysis					
Collection time	7/3/2018 9:14:34 PM				
Sample	Concentration F mg/L	Mean	SD	%RSD	Readings
Sample 1	77.4	0.8225	0.00007	0.00860	0.8225 0.8226

Abbildung 6: Der Analysenbericht in der Applikation Konzentration der Cary WinUV Software zeigt die Konzentration von 77,4 mg/l Kaliumdichromat in der unbekannten Probe (Probe 1).

## Abschließende Bemerkungen

Sowohl das Cary 8454 UV-Vis- als auch das Cary 60-System sind schnell und einfach zu bedienen. Beide Systeme verfügen über eine Software, die eine einfache Methodenentwicklung erlaubt und die schnelle Einstellung von Routine-UV-Vis-Methoden ermöglicht, wie in diesem Beispiel aufgeführt.

Es wurde gezeigt, dass der Transfer zweier Methoden vom Cary 8454 UV-Vis-Spektralphotometer auf das Cary 60 UV-Vis-Spektralphotometer in Bezug auf die Peakauswahl reproduzierbar und in Bezug auf die Messung von Standards und Proben präzise erfolgt.

Die gezeigte Leistung des Cary 60 UV-Vis-Spektralphotometers, das auch durch optionale 21 CFR Part 11-Software-Tools unterstützt wird, sollte regulierten Laboren das Vertrauen geben, das Spektralphotometer Cary 60 mit Methoden zu verwenden, die auf einem Cary 8453 oder 8454 entwickelt wurden.

Änderungen vorbehalten.