

Comparación de las medidas realizadas en los espectrofotómetros UV-Vis Cary 8454 y Cary 60



Introducción

Se requiere una validación y un desarrollo de métodos para indicar que todos los instrumentos nuevos ofrecen los mismos resultados dentro del intervalo operativo y los criterios de aceptación de los instrumentos existentes. Cuando se transfiere un método de un instrumento a otro, los requerimientos de validación dependerán de las directrices GMP con el fin de garantizar que los resultados sean comparables y reproducibles.

Este estudio ilustra la transferencia de un método entre el espectrofotómetro UV-visible Cary 8454 con software ChemStation Agilent UV-visible y el espectrofotómetro UV-visible Cary 60 con software Cary WinUV. También demuestra que los resultados son precisos y reproducibles cuando se comparan ambos sistemas de espectrofotómetros. Cualquier requisito de validación adicional para el método deberá cumplir con las directrices en entorno regulado y los criterios de aceptación.

Experimento

Equipo

- Espectrofotómetro UV-visible Cary 8454
- Software ChemStation Agilent UV-visible
- Espectrofotómetro UV-visible Cary 60
- Software Cary WinUV

Reactivos

- Solución en blanco: 0,00 mg/l de blanco en ácido perclórico
- Soluciones patrón: 40, 80, y 120 mg/l de dicromato potásico
- Solución de muestra: aprox. 75 mg/l de dicromato potásico

Parte 1: Determinación de la longitud de onda para el análisis

Se empleó una muestra de 40 mg/l de dicromato potásico para determinar una longitud de onda apropiada para generar una curva de calibración empleando tanto el espectrofotómetro UV-visible Cary 8454 como el Cary 60.

Parámetros del instrumento: Cary 8454

- Software ChemStation: Standard Mode (Modo estándar), tarea Spectrum/Peaks (Espectro/picos)
- Indicador de longitud de onda: 200 - 800 nm
- Tiempo de integración: 0,5 segundos
- Búsqueda de picos/valles: Búsqueda y anotación de hasta dos picos

Parámetros del instrumento: Cary 60

- Software WinUV: Aplicación Scan (barrido)
- Indicador de longitud de onda: 200 - 800 nm
- Velocidad de barrido: Configuración avanzada: intervalo de datos de 3 nm
- Línea base: Con corrección seleccionada
- Información de pico: Umbral de pico 0,010, etiqueta X (Figura 1)

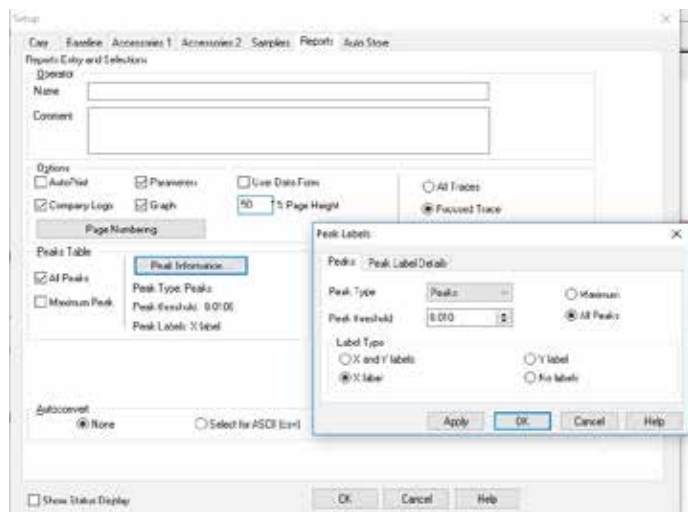


Figura 1. Configuración de las anotaciones de picos en el menú de configuración Cary WinUV.

Método

Se encendió el espectrofotómetro UV-visible Cary 8454 y se dejaron calentar las lámparas durante una hora. Durante el calentamiento, se abrió el software ChemStation Agilent UV-visible, se seleccionó el «Standard Mode» (Modo estándar) para realizar el análisis y se introdujeron los parámetros. Tras el calentamiento, se efectuó una lectura de blanco empleando un blanco de ácido perclórico. Se registró un solo espectro empleando la solución de ácido perclórico de 40 mg/l para identificar la longitud de onda para el análisis.

El espectrofotómetro UV-visible Agilent Cary 60 no requiere calentamiento. Se abrió el software Cary WinUV, se seleccionó la aplicación «Scan» (Barrido) y se introdujeron los parámetros. Se registró una línea base empleando el blanco de ácido perclórico, y a continuación se registró un barrido de la solución de dicromato potásico de 40 mg/l.

Resultados

Los espectros de dicromato potásico registrados tanto en el espectrofotómetro UV-visible Cary 8454 como en el Cary 60 presentan una gran reproducibilidad, identificándose los mismos picos a 257 nm y 350 nm (Figuras 2a y 2b).

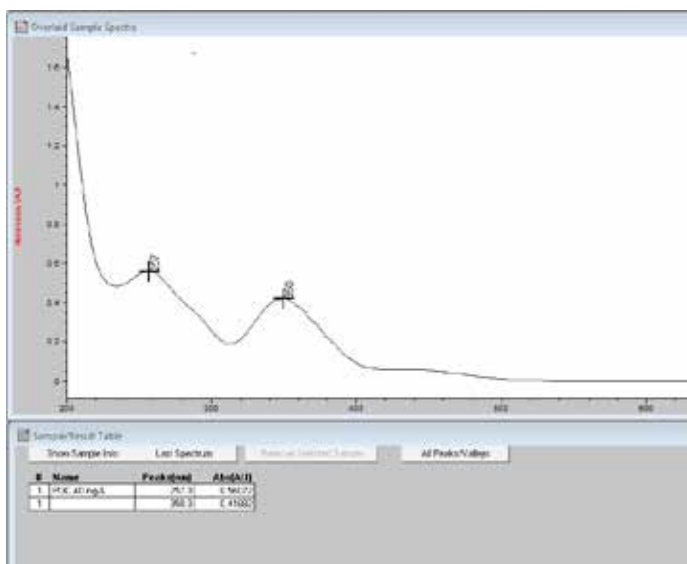


Figura 2a. Software ChemStation Agilent UV-visible mostrando el espectro del dicromato potásico con dos picos identificados a 257 nm y 350 nm. Registrado en el espectrofotómetro UV/VIS Agilent Cary 8454.

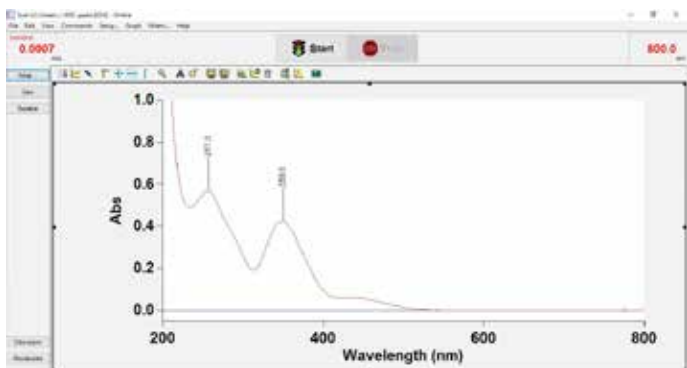


Figura 2b. Software Cary WinUV mostrando el espectro del dicromato potásico con dos picos identificados a 257 nm y 350 nm. Registrado en el espectrofotómetro Cary 60.

Parte 2: Determinación de la concentración de una muestra desconocida

Se generó una curva de calibración empleando el espectrofotómetro Agilent Cary 8454 y el Cary 60 con tres soluciones patrón de dicromato potásico. Se seleccionó la longitud de onda de 350 nm para el análisis.

Parámetros del instrumento: Cary 8454 (Figura 3)

- Software ChemStation: Standard Mode (Modo estándar), tarea Quantification (Cuantificación)
- Longitud de onda: 350 nm
- Corrección del ruido: Ninguno
- Tipo de curva de calibración: Lineal
- Unidades de peso y volumen: mg/l
- Indicaciones: Para información relativa al patrón y la muestra

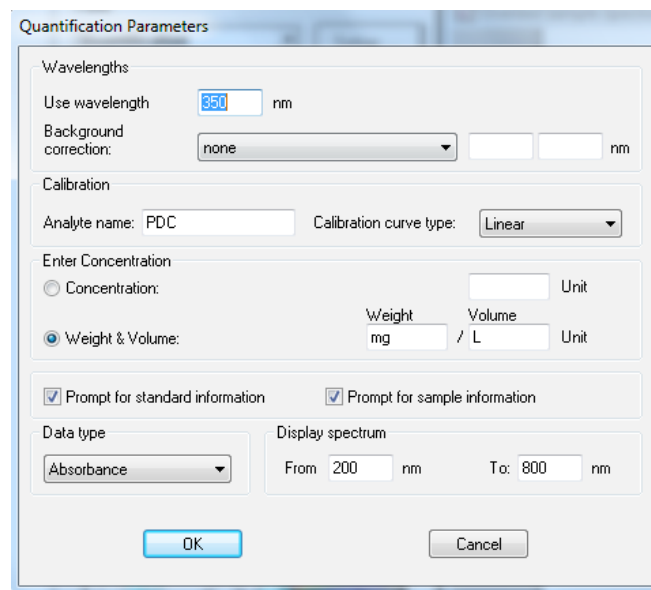


Figura 3. Parámetros del método en la tarea Quantification (Cuantificación) en el modo Standard (Estándar) de ChemStation Agilent UV-visible.

Parámetros del instrumento: Cary 60 (Figura 4)

- Software WinUV: Aplicación Concentration (Concentración)
- Longitud de onda: 350 nm
- Configuración de patrones: Unidades en mg/l, 3 patrones, ajuste lineal
- Réplicas: 2

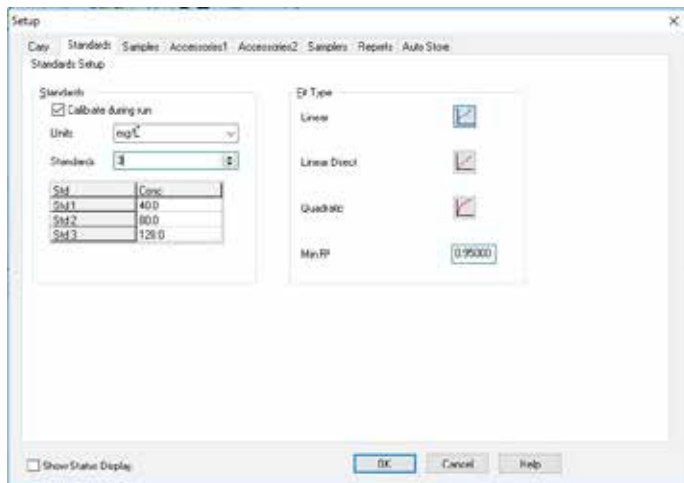


Figura 4. Parámetros del método en el menú Setup (Configuración) de la aplicación Concentration (Concentración) de Cary WinUV.

Método

Se efectuó una lectura de blanco en ambos instrumentos empleando un blanco de ácido perclórico. Se realizó una medida por muestra de las soluciones de 40 mg/l, 80 mg/l y 120 mg/l de ácido perclórico para generar una curva de calibración. A continuación se midió la muestra desconocida.

Resultados

Se generó una curva de calibración, y se determinó que la concentración de la solución desconocida de dicromato potásico era de 77,5 mg/l mediante el espectrofotómetro UV-visible Cary 8454 (Figura 5) y de 77,4 mg/l mediante el Cary 60 (Figura 6), demostrando que los dos sistemas pueden emplearse para la obtención de resultados equivalentes.

www.agilent.com/chem

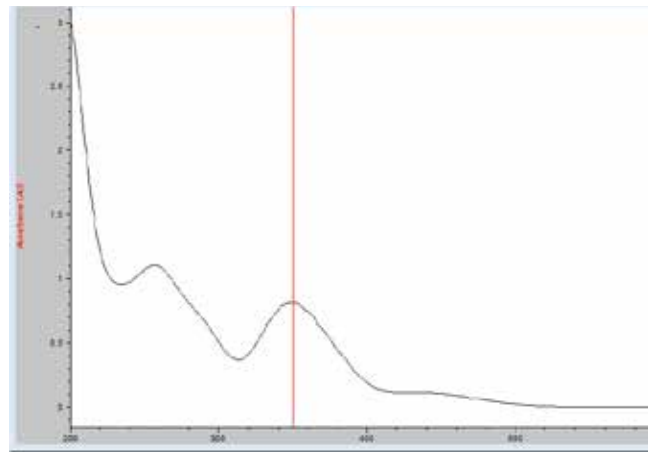


Figura 5. Software ChemStation Agilent UV-visible mostrando la tabla Sample/Result (Muestra/resultado) con una concentración de dicromato potásico de la muestra desconocida de 77,5 mg/l.

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

Figura 6. Informe de análisis de la Aplicación Concentration (Concentración) del software Cary WinUV mostrando una concentración de dicromato potásico de la muestra desconocida (Sample 1) de 77,4 mg/l.

Conclusión

Los sistemas de espectrofotómetros UV-visible Cary 8454 y Cary 60 son rápidos y fáciles de utilizar. Ambos sistemas incluyen un software que permite un sencillo desarrollo de métodos y facilita una rápida configuración de métodos UV/VIS rutinarios como los que aquí se muestran.

La transferencia de dos métodos desde el espectrofotómetro UV-visible Cary 8454 hasta el espectrofotómetro UV-visible Cary 60 ha demostrado ser reproducible a la hora de seleccionar picos y exacta a la hora de medir patrones y muestras.

El probado rendimiento del espectrofotómetro UV-visible Cary 60, que puede contar opcionalmente con herramientas de software conformes con la norma 21 CFR Parte 11, ofrece a los laboratorios regulados gran confianza a la hora de utilizarlo con métodos previamente desarrollados para los instrumentos 8453 u 8454.

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.