

Comparaison de mesures effectuées sur les spectrophotomètres UV-Vis Agilent Cary 8454 et Cary 60



Introduction

Le développement et la validation de méthodes est obligatoire pour démontrer que les résultats générés par un nouvel instrument se trouvent dans la même plage de fonctionnement et respectent les mêmes critères d'acceptabilité que les instruments existants. Pour garantir la comparabilité et la reproductibilité des résultats lors du transfert d'une méthode d'un instrument à l'autre, les exigences de validation doivent suivre les recommandations des bonnes pratiques de fabrication (BPF).

Cette étude présente le transfert d'une méthode entre le spectrophotomètre Agilent Cary 8454 fonctionnant avec le logiciel ChemStation UV-visible Agilent et le spectrophotomètre UV-Vis Cary 60 fonctionnant avec le logiciel Cary WinUV. Elle démontre que les résultats sont exacts et reproductibles entre les deux spectrophotomètres. Toutes les autres exigences de validation de la méthode devront être conformes aux recommandations et aux critères d'acceptabilité de la réglementation applicable.

Données expérimentales

Équipement

- Spectrophotomètre Agilent Cary 8454
- Logiciel ChemStation UV-visible Agilent
- Spectrophotomètre UV-Vis Agilent Cary 60
- Logiciel Cary WinUV

Réactifs

- Blanc : Blanc d'acide perchlorique à 0,00 mg/L
- Solutions étalons : Dichromate de potassium à 40, 80 et 120 mg/L
- Solution échantillon : Dichromate de potassium à environ 75 mg/L

Partie 1 : Détermination de la longueur d'onde d'analyse

Un échantillon de dichromate de potassium à 40 mg/L a été utilisé afin de déterminer la longueur d'onde appropriée pour générer une courbe d'étalonnage avec à la fois le spectrophotomètre Agilent Cary 8454 et le spectrophotomètre UV-Vis Cary 60.

Paramètres de l'instrument : Cary 8454

- Logiciel ChemStation : Mode standard, application Spectre/Pics
- Plage de longueur d'onde mesurée : 200 - 800 nm
- Durée d'intégration : 0,5 seconde
- Recherche pics/vallées : Trouver et annoter jusqu'à deux pics

Paramètres de l'instrument : Cary 60

- Logiciel WinUV : Application Scan
- Plage de longueur d'onde mesurée : 200 - 800 nm
- Vitesse de balayage : Configuration avancée : intervalle d'acquisition de 3 nm
- Ligne de base : Correction sélectionnée
- Informations sur le pic : Seuil du pic à 0,010, étiquette X (Figure 1)

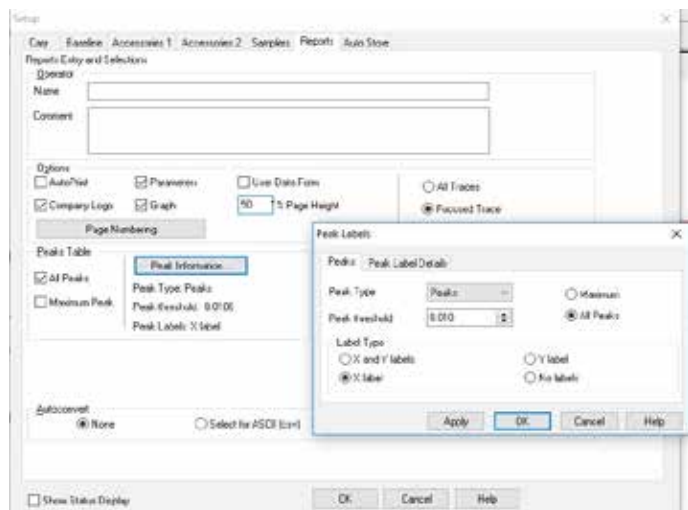


Figure 1 : Définition de l'annotation des pics dans le menu Setup du logiciel Cary WinUV.

Méthode

Le spectrophotomètre Agilent Cary 8454 a été mis sous tension et les lampes ont préchauffé pendant une heure. Pendant cette période de préchauffage, le logiciel ChemStation UV-visible Agilent a été démarré, le mode « Standard » sélectionné et les paramètres définis pour l'exécution de l'analyse. À la fin du préchauffage, une mesure à vide a été effectuée à l'aide d'un blanc d'acide perchlorique. Un spectre unique a été acquis avec la solution d'acide perchlorique à 40 mg/L pour identifier la longueur d'onde de l'analyse.

Il n'est pas nécessaire de préchauffer le spectrophotomètre UV-Vis Cary 60. Le logiciel Cary WinUV a été démarré, l'application « Scan » sélectionnée et les paramètres d'analyse définis. La ligne de base a été mesurée avec le blanc d'acide perchlorique, puis le spectre de la solution de dichromate de potassium à 40 mg/L a été acquis.

Résultats

Les spectres de la solution de dichromate de potassium acquis sur les spectrophotomètres Agilent Cary 8454 et Cary 60 démontrent une grande reproductibilité, avec les mêmes pics identifiés à 257 nm et 350 nm (Figures 2a et 2b).

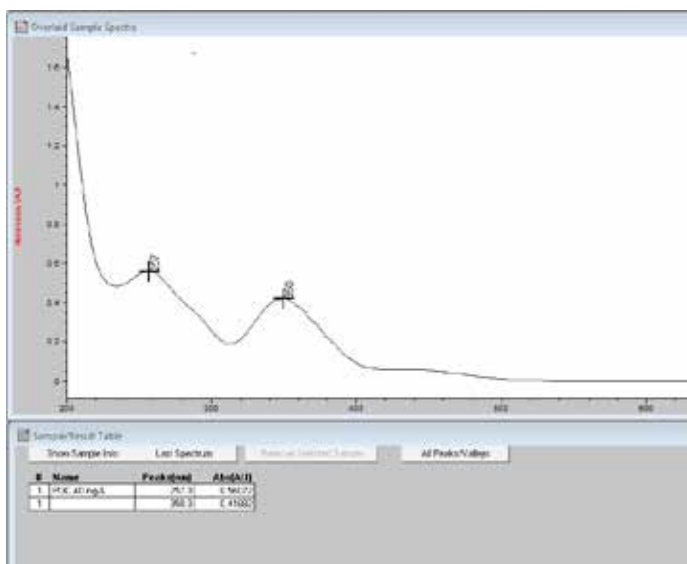


Figure 2a : Spectre du dichromate de potassium tel qu'affiché dans le logiciel ChemStation UV-visible Agilent avec deux pics identifiés à 257 nm et 350 nm. Spectre acquis sur le spectrophotomètre Agilent Cary 8454.

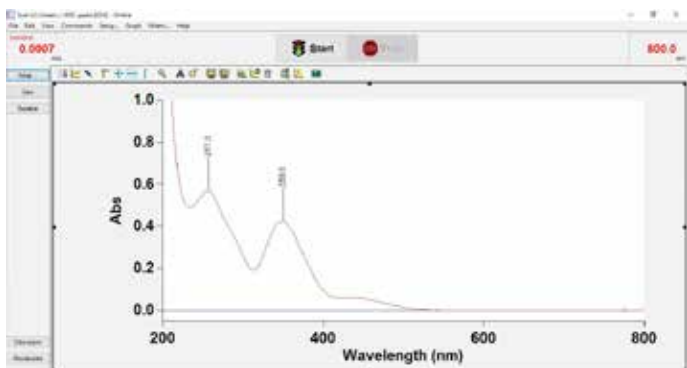


Figure 2b : Spectre du dichromate de potassium tel qu'affiché dans le logiciel Cary WinUV avec deux pics identifiés à 257 nm et 350 nm. Spectre acquis sur le spectrophotomètre Cary 60.

Partie 2 : Détermination de la concentration d'un échantillon inconnu

Une courbe d'étalonnage a été générée sur les spectrophotomètres Agilent Cary 8454 et Cary 60 à l'aide de trois solutions étalons de dichromate de potassium. La longueur d'onde d'analyse sélectionnée était 350 nm.

Paramètres de l'instrument : Cary 8454 (Figure 3) :

- Logiciel ChemStation : Mode Standard, application Quantification
- Longueur d'onde : 350 nm
- Correction de fond : Aucune
- Type de courbe d'étalonnage : Linéaire
- Poids : mg/L et correction de volume
- Indiquer : Pour informations relatives aux étalons et à l'échantillon

Figure 3 : Paramètres de la méthode dans l'application Quantification du mode Standard du logiciel ChemStation UV-visible Agilent.

Paramètres de l'instrument : Cary 60 (Figure 4) :

- Logiciel WinUV : Application Concentration
- Longueur d'onde : 350 nm
- Configuration des étalons : mg/L, 3 étalons, ajustement linéaire
- Nombre de réplicats : 2

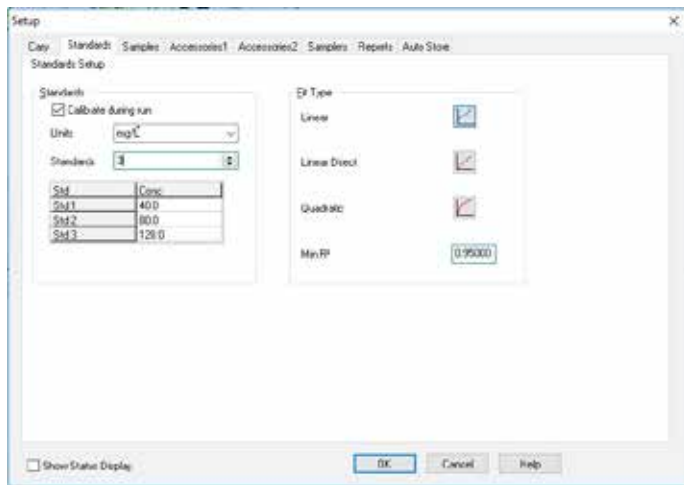


Figure 4 : Paramètres de la méthode dans le menu Setup de l'application Concentration du logiciel Cary WinUV

Méthode

Pour les deux instruments, une mesure à vide a été effectuée à l'aide d'un blanc d'acide perchlorique. Une seule mesure de chaque solution d'acide perchlorique à 40 mg/L, 80 mg/L et 120 mg/L a été effectuée pour générer une courbe d'étalonnage. Ensuite l'échantillon de concentration inconnue a été analysé.

Résultats

Une courbe d'étalonnage a été générée et la concentration de la solution de dichromate de potassium inconnue a été déterminée à 77,5 mg/L avec le spectrophotomètre Agilent Cary 8454 (Figure 5) et à 77,4 mg/L avec le Cary 60 (Figure 6), ce qui démontre que les deux systèmes peuvent être utilisés pour générer des résultats équivalents.

www.agilent.com/chem

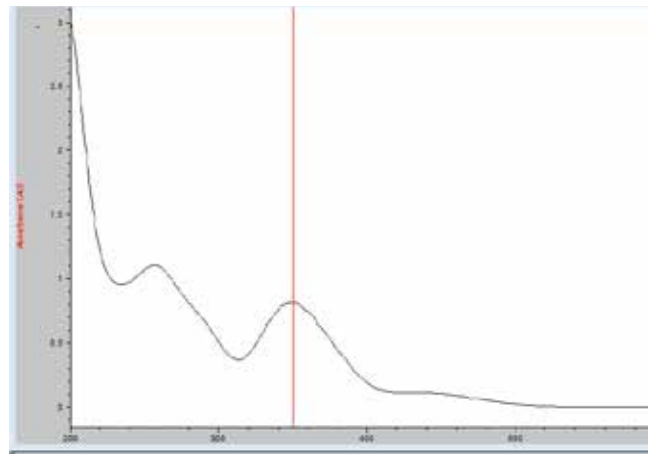


Figure 5 : Tableau Échantillon/Résultat affiché par le logiciel ChemStation UV-visible Agilent indiquant que la concentration de l'échantillon inconnu de dichromate de potassium est de 77,5 mg/L.

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

Figure 6 : Rapport d'analyse de l'application Concentration du logiciel Cary WinUV indiquant que la concentration de l'échantillon inconnu de dichromate de potassium (Échantillon 1) est de 77,4 mg/L.

Conclusion

Les spectrophotomètres Agilent Cary 8454 et Cary 60 sont tous les deux rapides et faciles à utiliser. Les logiciels des deux systèmes assurent un développement de méthodes aisé, ce qui permet la configuration rapide de méthodes UV-Vis de routine, telles que celles présentées dans cette étude.

Il a été démontré que le transfert de deux méthodes du spectrophotomètre Agilent Cary 8454 vers le spectrophotomètre UV-Vis Cary 60 était reproductible pour la sélection des pics, et permettait une mesure exacte des étalons et des échantillons.

Les performances démontrées du spectrophotomètre UV-Vis Cary 60, associées en option à des outils logiciels conformes à la réglementation 21 CFR Partie 11, devraient donner aux laboratoires réglementés la confiance nécessaire pour utiliser le Cary 60 avec des méthodes existantes développées pour un instrument 8453 ou 8454.

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.