

Confronto tra misure eseguite sugli spettrofotometri UV-visibile Cary 8454 e Cary 60



Introduzione

Lo sviluppo e la validazione dei metodi sono necessari per dimostrare che tutta la nuova strumentazione fornisce gli stessi risultati nell'intervallo operativo e con i criteri di accettazione validi per gli strumenti esistenti. I requisiti della validazione in occasione del trasferimento di un metodo da uno strumento a un altro dipendono dalle linee guida GMP per garantire che i risultati siano confrontabili e riproducibili.

Questo studio illustra il trasferimento di un metodo tra lo spettrofotometro Agilent Cary 8454 dotato del software UV-visible ChemStation e lo spettrofotometro UV-visibile Cary 60 dotato del software Cary WinUV. Il confronto dei risultati prodotti dai due spettrofotometri dimostra inoltre l'accuratezza e la riproducibilità dei risultati stessi. Gli eventuali requisiti di validazione supplementari per il metodo dovranno soddisfare le linee guida normative e i criteri di accettazione.

Condizioni sperimentali

Apparecchiature

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

Reagenti

- Soluzione di bianco: bianco di acido perclorico 0,00 mg/L
- Soluzioni degli standard: dicromato di potassio 40, 80 e 120 mg/L
- Soluzione di campione: dicromato di potassio circa 75 mg/L

Parte 1: determinazione della lunghezza d'onda per l'analisi

È stato utilizzato un campione di dicromato di potassio a 40 mg/L per determinare un valore opportuno di lunghezza d'onda per ottenere una curva di calibrazione sullo spettrofotometro Agilent Cary 8454 e sullo spettrofotometro UV-VIS Cary 60.

Parametri dello strumento: Cary 8454

- Software ChemStation: Standard Mode, attività Spectrum/Peaks
- Visualizzazione della lunghezza d'onda: 200 - 800 nm
- Tempo di integrazione: 0,5 secondi
- Attività Peak/Valley Find: rilevazione e annotazione di un massimo di due picchi

Parametri dello strumento: Cary 60

- Software WinUV: applicazione Scan
- Visualizzazione della lunghezza d'onda: 200 - 800 nm
- Velocità di scansione: configurazione Advanced: intervallo dati 3 nm
- Linea di base: correzione selezionata
- Informazioni sui picchi: soglia picco 0,010, etichetta X (Figura 1)

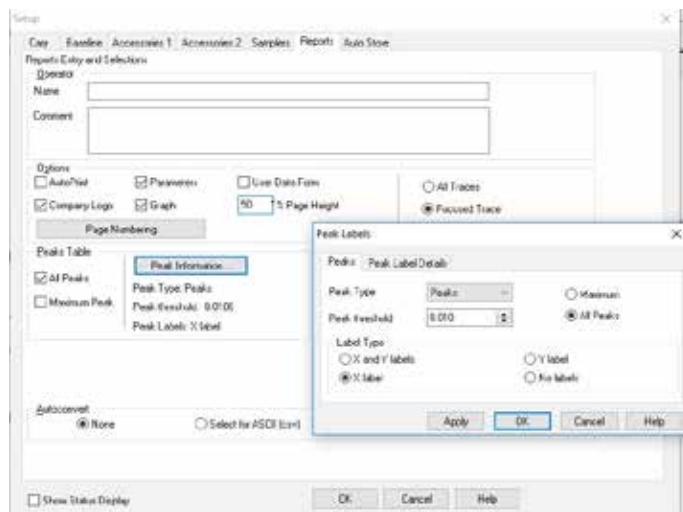


Figura 1. Configurazione delle annotazioni dei picchi nel menu di configurazione del software Cary WinUV.

Metodo

Lo spettrofotometro Agilent Cary 8454 è stato acceso, attendendo il riscaldamento delle lampade per un'ora. Durante il riscaldamento è stato avviato il software UV-visible ChemStation, scegliendo la modalità Standard Mode per eseguire l'analisi e immettendo i relativi parametri. Al termine del riscaldamento, è stata acquisita una lettura del bianco utilizzando il bianco di acido perclorico. È stato raccolto un singolo spettro impiegando la soluzione di dicromato di potassio a 40 mg/L per individuare la lunghezza d'onda per l'analisi.

Lo spettrofotometro UV-visibile Cary 60 non necessita di riscaldamento. È stato avviato il software Cary WinUV, selezionando l'applicazione Scan e immettendo i relativi parametri. È stata acquisita la linea di base impiegando il bianco di acido perclorico e successivamente è stato raccolto lo spettro della soluzione di dicromato di potassio a 40 mg/L.

Risultati

Gli spettri del dicromato di potassio raccolti sullo spettrofotometro Agilent Cary 8454 e sullo spettrofotometro Cary 60 sono caratterizzati da un'alta riproducibilità, come evidenziato dalla presenza degli stessi picchi a 257 nm e 350 nm (Figura 2a e 2b).

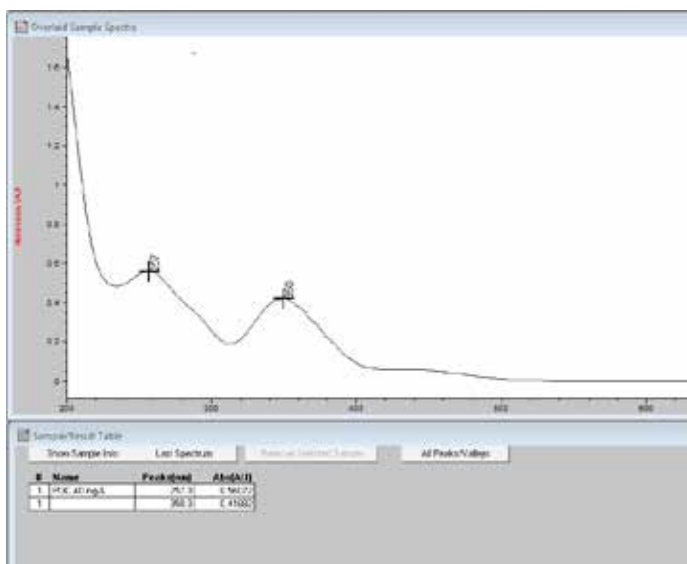


Figura 2a. Software UV-visible ChemStation in cui è mostrato lo spettro del dicromato di potassio con due picchi identificati a 257 nm e 350 nm. Lo spettro è stato acquisito sullo spettrofotometro UV-Vis Cary 8454.

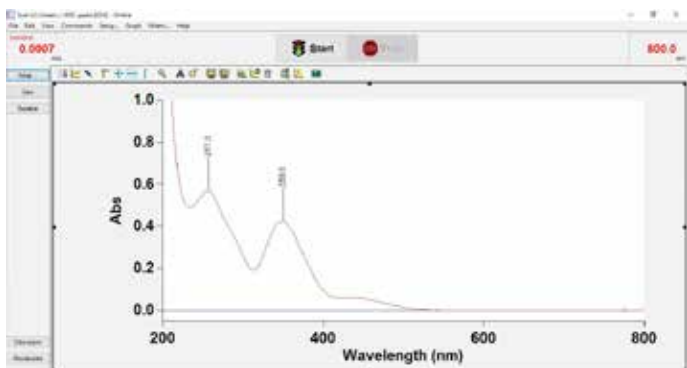


Figura 2b. Software Cary WinUV in cui è mostrato lo spettro del dicromato di potassio con due picchi identificati a 257 nm e 350 nm. Lo spettro è stato acquisito sullo spettrofotometro Cary 60.

Parte 2: determinazione della concentrazione di campione incognito

È stata generata una curva di calibrazione utilizzando gli spettrofotometri Agilent Cary 8454 e Cary 60 e tre soluzioni standard di dicromato di potassio. Per l'analisi è stata scelta la lunghezza d'onda di 350 nm.

Parametri dello strumento: Cary 8454 (Figura 3)

- Software ChemStation: Standard Mode, attività Quantification
- Lunghezza d'onda: 350 nm
- Correzione del fondo: nessuna
- Tipo di curva di calibrazione: lineare
- Correzione peso: unità mg/L e volume
- Richieste: informazioni su standard e campione

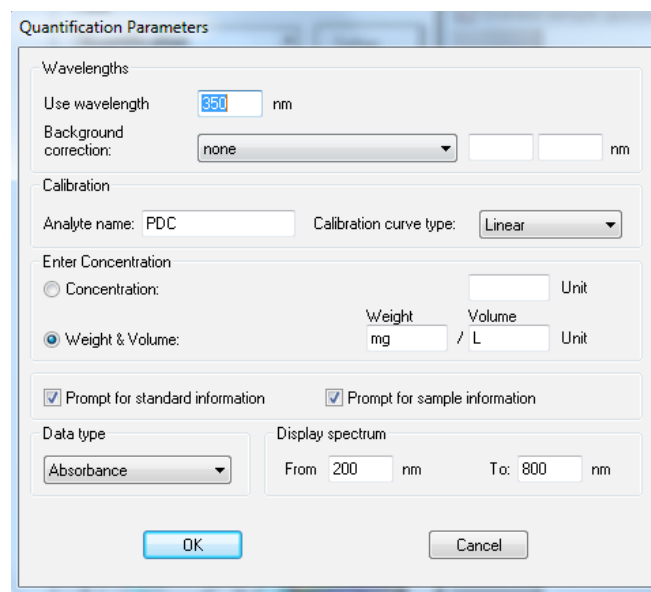


Figura 3. Parametri del metodo nell'attività Quantification della modalità Standard Mode del software UV-visible ChemStation.

Parametri dello strumento: Cary 60 (Figura 4)

- Software WinUV: applicazione Concentration
- Lunghezza d'onda: 350 nm
- Configurazione degli standard: unità mg/L, 3 standard, interpolazione lineare
- Replicati: 2

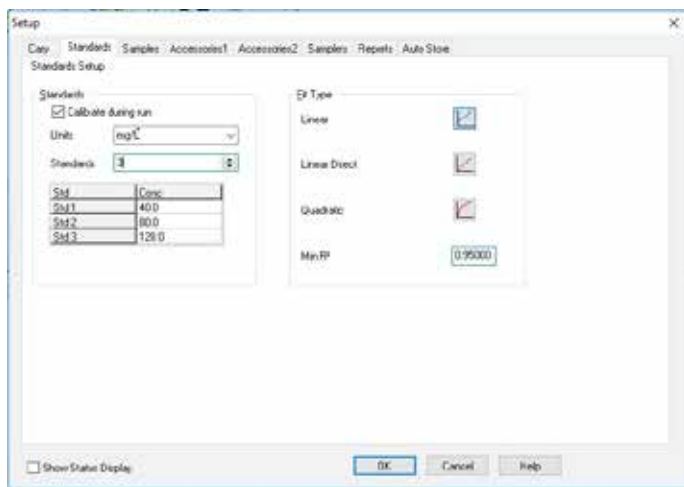


Figura 4. Parametri del metodo nel menu Setup dell'applicazione Concentration del software Cary WinUV.

Metodo

Su entrambi gli strumenti è stata acquisita una lettura del bianco utilizzando il bianco di acido perclorico. È stata acquisita una sola misura sulle soluzioni di dicromato di potassio a 40 mg/L, 80 mg/L e 120 mg/L per generare una curva di calibrazione. È stata quindi effettuata la misura sul campione incognito.

Risultati

È stata ottenuta una curva di calibrazione utilizzata per determinare la concentrazione incognita della soluzione di dicromato di potassio, risultata pari a 77,5 mg/L sullo spettrofotometro Agilent Cary 8454 (Figura 5) e a 77,4 mg/L sul modello Cary 60 (Figura 6); tali risultati dimostrano come sia possibile utilizzare i due sistemi per generare risultati equivalenti.

www.agilent.com/chem

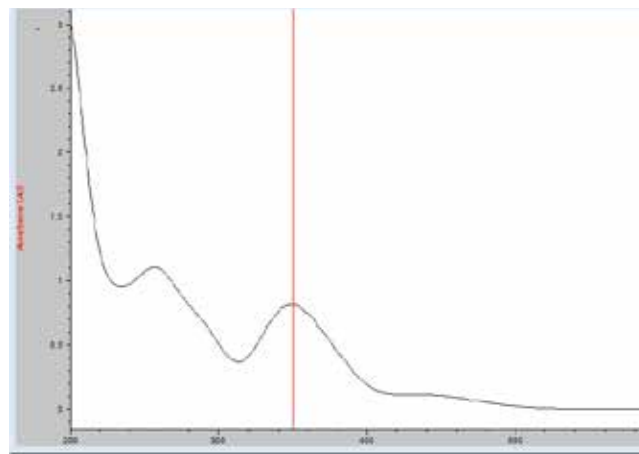


Figura 5. Software UV-visible ChemStation in cui è mostrata la tabella Sample/Result che riporta il valore di 77,5 mg/L per la concentrazione incognita del campione di dicromato di potassio.

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. Report Analysis dell'applicazione Concentration del software Cary WinUV che riporta il valore di 77,4 mg/L per la concentrazione incognita del campione di dicromato di potassio (Sample 1).

Conclusion

I sistemi UV-VIS Cary 8454 e Cary 60 possono essere utilizzati in modo rapido e intuitivo. Entrambi sono dotati di software che semplifica lo sviluppo di metodi, permettendo la rapida configurazione di metodi UV-VIS di routine, come quelli riportati in questa panoramica.

Il trasferimento di due metodi dallo spettrofotometro Agilent Cary 8454 allo spettrofotometro UV-visibile Cary 60 è risultato ripetibile per quanto riguarda la rivelazione dei picchi e accurato per le misure sugli standard e sui campioni.

La conferma delle prestazioni dello spettrofotometro UV-visibile Cary 60, che dispone anche del supporto degli strumenti software opzionali CFR 21 Parte 11, offre ai laboratori regolamentati la sicurezza di poter impiegare il sistema Cary 60 con i metodi sviluppati in precedenza per uno strumento 8453 o 8454.

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.