

Materialidentifikation mit dem Agilent Cary 630 FTIR-Spektrometer

Verwendung der Agilent MicroLab Software für FTIR zur Durchführung schneller, einfacher und zuverlässiger Arbeitsabläufe für die Analyse verschiedener Probenarten



Autoren

Wesam Alwan und
Fabian Zieschang
Agilent Technologies, Inc.

Einleitung

Die Materialidentifizierung ist eine kritische Analyse für die Qualitätssicherung oder Sicherheitskontrolle, die in vielen Anwendungen und Branchen häufig zum Einsatz kommt. Eine Identitätsbestätigung von eingegangenen Edukten vermeidet, dass kontaminierte, gefälschte und falsch gekennzeichnete Materialien in den Herstellungsprozess weitergeleitet werden. Die Analyse stellt sicher, dass das Endprodukt die für den vorgesehenen Zweck erforderlichen Qualitäts- und Reinheitskriterien erfüllt. Außerdem ist es wichtig, die Identität des Endprodukts zu bestätigen, um Fehler bei der Verpackung und Kennzeichnung des Produkts zu vermeiden. Daher ist die Materialidentifizierung eine erforderliche Maßnahme, die in Industriestandards wie beispielsweise den meisten Pharmakopöen weltweit aufgeführt wird.

Die Fourier-Transform-Infrarot (FTIR)-Spektroskopie wird häufig für Untersuchungen der Materialidentität verwendet und wird in den meisten Pharmakopöen zu diesem Zweck angegeben. Dabei handelt es sich um eine leistungsfähige Methode, die schnell und einfach eingesetzt werden kann, zuverlässig funktioniert und es ermöglicht, die Identität von Verbindungen zu bestimmen.

Die Identitätsbestimmung einer unbekannten Verbindung mit einer geeigneten analytischen Methode kann bei der Untersuchung von Kontaminationen oder Herstellungsproblemen helfen. Die Analyse kann auch verwendet werden, um gefährliche oder illegale Substanzen wie Toxine, Sprengstoffe oder Drogen zu identifizieren, um Ersthelfer und Einsatzkräfte der Strafverfolgung zu informieren.

Aufgrund der Nützlichkeit der Daten werden Arbeitsabläufe zur Materialidentifizierung routinemäßig von Nichtfachleuten an unterschiedlichen Proben durchgeführt. Es ist daher wichtig, dass die Analyse schnell, einfach und zuverlässig durchzuführen ist, dass sie leicht verständliche Ergebnisse liefert und dass sie keinen Anlass für falsche Interpretationen gibt.

Das Agilent Cary 630 FTIR-Spektrometer ist ein flexibles, leistungsfähiges und kompaktes Benchtopgerät (Abbildung 1). Sein modulares Design ermöglicht es den Laboratorien, das analytische System für eine Vielzahl von Probentypen und FTIR-Anwendungen zu konfigurieren. Das Sortiment an austauschbaren Probenzubehörmodulen für das Cary 630 FTIR umfasst folgende Module: Transmission, DialPath, Tumbler, Diamant-ATR (abgeschwächte Totalreflexion), Germanium-ATR, Zinkselenid-ATR, Zinkselenid-Mehrfachreflexions-ATR, gerichtete Reflexion und diffuse Reflexion.

Das Cary 630 FTIR-Spektrometer wird von der Agilent MicroLab Software gesteuert, die eine grafische Benutzeroberfläche zur Führung des Benutzers durch die Analyseschritte von der Probenzuführung bis zur Berichterstellung verwendet (Abbildung 2). Die Software erkennt automatisch, welches Probenzubehör installiert ist, wendet die erforderlichen Einstellungen an und lädt bebilderte Anweisungen, die für das Probenzubehör spezifisch sind. Die Ergebnisse sind farbkodiert, um die Interpretation der Daten durch den Benutzer zu unterstützen und ihm die Ergreifung geeigneter Maßnahmen zu ermöglichen.



Abbildung 1: Das Agilent Cary 630 FTIR mit Diamant-ATR-Probenzubehörmodul wird verwendet, um die Identität verschiedener Pulver zu bestimmen.

Diese technische Übersicht zeigt unterschiedliche Ansätze für die Materialidentifizierung durch FTIR-Spektroskopie auf. Die Anwendungsbeispiele zeigen, wie das Cary 630 FTIR mit MicroLab Software dazu verwendet werden kann, schnelle, einfache und zuverlässige Arbeitsabläufe zur Materialidentifizierung von unterschiedlichen Probentypen durchzuführen.



Abbildung 2: Die Generierung von Ergebnissen ist dank der intuitiven Agilent MicroLab Software, die das Agilent Cary 630 FTIR-Spektrometer steuert, einfach. Außerdem reduziert die bildbasierte Software die Schulungsanforderungen und minimiert das Risiko von Benutzerfehlern.

Möglichkeiten zur Identifizierung einer unbekannten Substanz oder zur Bestätigung der Identität einer Probe

Bibliothekssuche

Jede Substanz hat ein einzigartiges IR-Spektrum (abgesehen von einigen Verbindungen wie optischen Isomeren oder langkettigen Alkanhomologen), das als Fingerabdruck einer Substanz angesehen werden kann. Durch den Vergleich des IR-Spektrums einer unbekannten Probe mit einer Bibliothek von Spektren bekannter Verbindungen kann die unbekannte Probe identifiziert werden (wenn die unbekannte Probe Teil der Spektrenbibliothek ist) (siehe Abbildung 3). Die Identifizierung einer unbekannten Substanz durch die Übereinstimmung im Fingerprint-Bereich mit dem Spektrum einer Verbindung in einer Spektrenbibliothek wird als eindeutige Identifizierung bezeichnet.

Eine Spektrenbibliothek kann wenige Spektren (etwa zehn), Hunderte oder sogar Tausende von Spektren enthalten. Ein manueller Vergleich mit all diesen Spektren zum Auffinden der höchsten Übereinstimmung ist häufig nicht praktikabel. Daher wurden Suchalgorithmen entwickelt, die automatisch die höchste Übereinstimmung finden. Die Bestätigung der Identität eines Materials erfordert nicht zwingend eine große Bibliothek mit einer großen Anzahl an Spektren. Kleinere Bibliotheken, die nur die Spektren möglicher Materialien enthalten, sind häufig ausreichend für die beabsichtigte Anwendung. Unabhängig von der Größe der Bibliothek vereinfachen Suchalgorithmen für die Bibliothekssuche die Identitätsbestätigung von Materialien durch „Übereinstimmungen“.

Für jede Substanz der Bibliothek wird automatisch ein Index für die Trefferqualität (HQL) berechnet. Der HQL-Wert gibt an, wie gut das gemessene Spektrum und das Bibliotheksspektrum übereinstimmen. Der HQL-Wert wird häufig als Kriterium für bestanden/nicht bestanden in Arbeitsabläufen zur Identifizierung und Bestätigung von Materialien verwendet.

Bibliothekssuche mit der Agilent MicroLab Software

Die MicroLab Software, die mit dem Cary 630 FTIR-Spektrometer und mit tragbaren und Hand-FTIR-Systemen von Agilent geliefert wird, verwendet einen methodenbasierten Ansatz. Ist die Methode, wie im nächsten Abschnitt beschrieben, aufgesetzt, verwandelt die Software das FTIR-System in eine schlüsselfertige Lösung, die schnelle Entscheidungen ermöglicht.

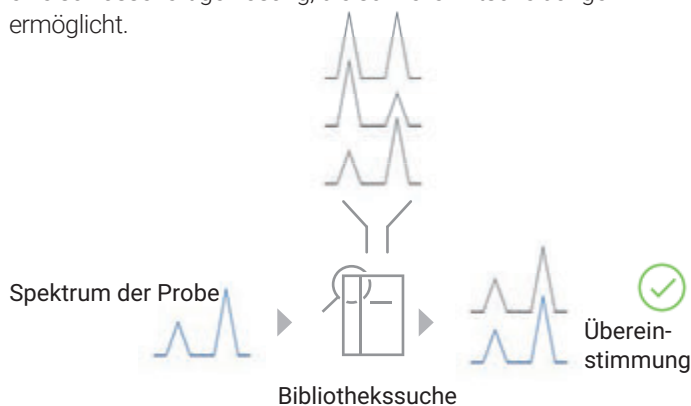


Abbildung 3: Der Vergleich des FTIR-Spektrums einer unbekannten Probe mit Spektren von bekannten Verbindungen ermöglicht die Identifizierung unbekannter Proben. Dieser Arbeitsablauf wird „Library Search“ (Bibliothekssuche) genannt und kann mit der Agilent MicroLab Software automatisch durchgeführt werden.

Das Bild zeigt die Benutzeroberfläche der Agilent MicroLab Software. Oben befindet sich eine Navigationsleiste mit den Tabs 'Info', 'Type', 'Instrument', 'Libraries', 'Search', 'Custom Fields' und 'Reports'. Der 'Search'-Tab ist aktiv. In der Suchleiste ist 'Similarity' als Suchalgorithmus ausgewählt. Darunter sind die folgenden Parameter eingestellt: 'Derivative Algorithm Gap' auf 1, 'Minimum Hit Quality (0-100)' auf 80, 'Maximum Hits Displayed' auf 6, 'Quality Critical Threshold' auf 0.85 und 'Quality Marginal Threshold' auf 0.90. Ein Kasten für 'Exclude Search Regions (cm-1)' enthält den Wert '1650.00 to 1600.00'. Rechts daneben befinden sich die Buttons 'Add...', 'Remove' und 'Remove All'. Unter dem Suchbereich ist das Feld 'Auto Residual Search' mit dem Status 'Enabled' und der Option 'Top Hit' ausgewählt. Ein Feld für 'Defined Spectrum' ist ebenfalls vorhanden.

Abbildung 4: In der Agilent MicroLab Software können die Bibliothekssuchmethode und die Suchparameter genau auf die spezielle Identifizierungsanwendung zugeschnitten werden. Die Einstellungen für die Ergebnisanzeige können individuell definiert werden. Dies erleichtert die Interpretation der Ergebnisse und die Berichterstellung.

Aufsetzen der Methode

Beim Aufsetzen der Methode kann die Bibliothekssuchmethode genau auf die Identifizierungsanwendung zugeschnitten werden:

- Es können mehrere Bibliotheken gleichzeitig durchsucht werden, z. B. eine Bibliothek mit Referenzstandards zur Identifizierung der Probe und eine andere Bibliothek mit Proben, die nicht der Spezifikation entsprechen, um wiederkehrende Probleme zu erkennen.
- Es steht eine große Auswahl an Suchalgorithmen zur Verfügung (euklidisch, Absolutwert, Ableitung Absolutwert, kleinste Quadrate, Ableitung kleinste Quadrate, Korrelation, Ableitung Korrelation, Ähnlichkeit, Ableitung Ähnlichkeit und erweiterte Korrelation).
- Es können Spektralbereiche von der Analyse ausgeschlossen werden.
- Es kann ein Mindestwert für den HQI und eine maximale Anzahl an Treffern festgelegt werden, damit nur relevante Bibliothekstreffer angezeigt werden.

- Die Farbkodierung der Ergebnisse auf der Basis des HQI kann zur Definition von Konfidenzniveaus verwendet werden. Dies hilft bei der Interpretation der Ergebnisse und senkt das Risiko für Flüchtigkeitsfehler.
- Zusätzlich können verbindungsspezifische Daten (z. B. Gefahreninformationen) angezeigt werden.

Durchführung einer Analyse

MicroLab verwendet Bilder, um den Benutzer durch alle Schritte der Analyse, einschließlich Probenerfassung (z. B. Verwendung der ATR-Presse für feste Proben) und Reinigungsschritte, zu führen (Abbildung 5). Mit dem Anklicken der Schaltfläche **Start** auf der Startseite der Software wird die Analyse gestartet.

Nach der Datenerfassung führt die Software automatisch eine Bibliothekssuche durch und liefert dem Benutzer eine Liste der höchsten Übereinstimmungen zur Bibliothek. Die Ergebnisanzeige hat ein leicht verständliches Format (siehe Abbildung 6).



Abbildung 5: Die Bildführung der Agilent MicroLab Softwareschnittstelle vereinfacht die Durchführung einer Analyse mit dem Agilent Cary 630 FTIR und reduziert dadurch Schulungsanforderungen. Die Software zeigt an, was der Benutzer beim Gebrauch des Gerätes sieht. Nach der Datenerfassung werden die Ergebnisse direkt in einem leicht verständlichen Format angezeigt (siehe Abbildung 6 und 10). Nach der Überprüfung der Ergebnisse durch den Benutzer startet die Software die nächste Analyse und stellt so einen kontinuierlichen Arbeitsablauf der Analysen sicher.



Abbildung 6: Die Ergebnisanzeigen der Bibliothekssuchmethoden werden in der Agilent MicroLab Software leicht verständlich dargestellt. Daher können auch Benutzer ohne Fachkenntnisse die Ergebnisse überprüfen und interpretieren. Links: Die Trefferdaten der Bibliothekssuche werden entweder nur als Liste oder als Liste plus Spektren angezeigt. Rechts: Eine optionale Anzeige chemischer Metadaten einschließlich Gefahreninformationen und Informationen für Ersthelfer steht ebenfalls zur Verfügung.

Bibliotheken und Bibliotheksverwaltung

Die Qualität einer Bibliothekssuche hängt stark von der Qualität der Bibliothek ab. Agilent bietet eine große Auswahl an betriebsbereiten, anwendungsspezifischen Bibliotheken an, die mit der MicroLab Software zusammen verwendet werden können.

Alternativ können Spektrenbibliotheken in der MicroLab Software einfach erstellt, gepflegt und verwaltet werden (Abbildung 7). Eine neue Bibliothek kann innerhalb von wenigen Sekunden erstellt werden. Spektren können entweder zum Zeitpunkt der Erstellung der Bibliothek hinzugefügt werden oder zu jedem anderen Zeitpunkt direkt aus der Ergebnisanzeige.

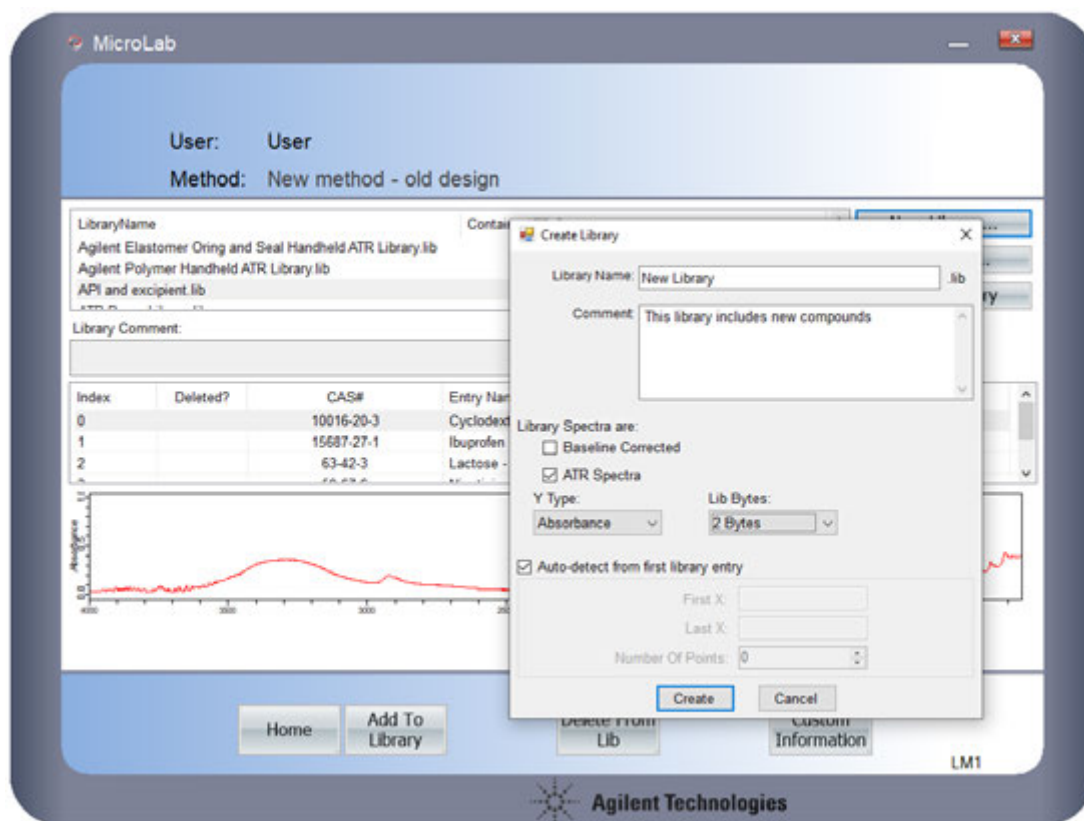


Abbildung 7: Die Bibliotheksverwaltung in der Agilent MicroLab Software lässt sich einfach und schnell durchführen. Neue Bibliotheken können in wenigen Sekunden erstellt werden, eine Aktualisierung des Inhalts der Bibliothek ist je nach Bedarf möglich.

Anwendungsbeispiele

Anwendungsbeispiel 1: Bestätigung der Materialidentität von Pharmazeutika

IR-Spektren von Referenzmaterialien von drei häufig verwendeten pharmazeutischen Wirkstoffen (Salicylsäure, Ibuprofen und Nicotinsäure) sowie eines Hilfsstoffs (α -Cyclodextrin) wurden mit einem Cary 630 FTIR mit Diamant-ATR-Probenzubehörmodul aufgenommen. In der MicroLab Software wurde eine Spektrenbibliothek erstellt und die erfassten Referenzspektren der Bibliothek hinzugefügt. Diese Spektrenbibliothek wurde in einer Bibliothekssuchmethode mit den in Abbildung 8 angegebenen Parametern verwendet.

Die Methode zur Bestätigung der Materialidentität wurde dann zur Analyse verschiedener Chargen von Salicylsäure, Nicotinsäure, Ibuprofen und α -Cyclodextrin eingesetzt. Die MicroLab Software bestätigte korrekterweise die Identität aller überprüften Materialien. Die HQI-Werte betrugen 0,99238 (Salicylsäure), 0,99775 (Nicotinsäure), 0,98641 (Ibuprofen) bzw. 0,98675 (α -Cyclodextrin), wobei 1 der höchste theoretische Wert ist, der mit dem Suchalgorithmus "Similarity" erreicht werden kann (Abbildung 9).

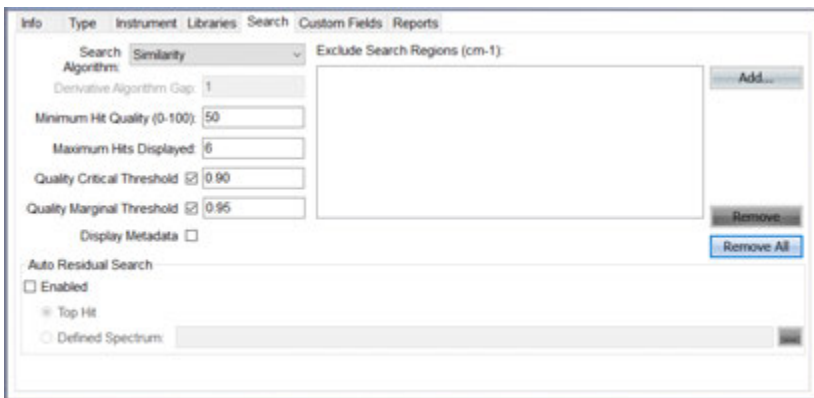


Abbildung 8: Verwendete Bibliothekssuchparameter zur Bestätigung der Identität von pharmazeutischen Wirkstoffen. Die Einstellungen für die Schwellenwerte „Quality Critical Threshold“ und „Quality Marginal Threshold“ legen die Farbkodierung der Ergebnisanzeige fest.



Abbildung 9: Die Agilent MicroLab Software wendet auf die Ergebnisse der Bibliothekssuche eine Farbkodierung an. Die Farbkodierung vereinfacht die Interpretation der Ergebnisse und senkt das Risiko für Flüchtigkeitsfehler. Der Screenshot zeigt die Ergebnisse für α -Cyclodextrin in grün an, was eine gute Übereinstimmung mit dem Bibliotheksspektrum bedeutet.

Beispielanwendung 2: Identifizierung von Polymerproben

Das Cary 630 FTIR mit Diamant-ATR-Probenzubehörmodul wurde zur Analyse von fünf unterschiedlichen Kunststoffmaterialien verwendet: Polypropylen, Polycarbonat, chloriertes Polyethylen, Polyethylenterephthalat und Polyvinylchlorid.

Die Agilent FTIR-Spektrenbibliothek *ATR Polymers and Polymer Additives* (Bestellnummer G8045AA, Option 106) wurde in der Agilent MicroLab Software ausgewählt. Die Spektrenbibliothek enthält 7974 Spektren ausgewählter Polymere, Kunststoffe, Polymeradditive, Weichmacher und Verpackungsmaterialien.

Unter Verwendung des Algorithmus "Similarity" zur Suche in der Spektrenbibliothek wurden alle fünf Polymerproben korrekt identifiziert, wie anhand der HQI-Ergebnisse ersichtlich ist. Die HQI-Werte betrugen 0,98315 (Polypropylen), 0,97298 (Polycarbonat), 0,97212 (chloriertes Polyethylen), 0,96238 (Polyethylenterephthalat) bzw. 0,98360 (Polyvinylchlorid), wobei 1 der höchste theoretische Wert ist, der mit dem Suchalgorithmus "Similarity" erreicht werden kann (Abbildung 10).

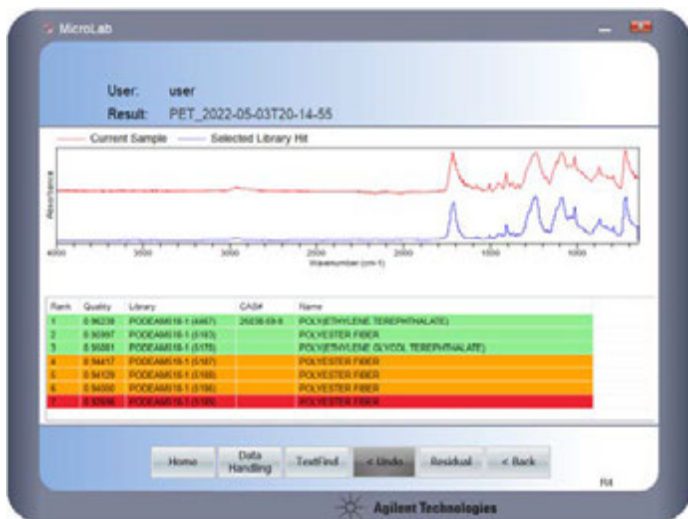


Abbildung 10: Die farbkodierten Ergebnisse zur Übereinstimmung, die das Agilent Cary 630 FTIR mit Diamant-ATR-Probenzubehörmodul liefert, werden schnell und verständlich angezeigt. Eine qualitative Routinemethode für die Materialidentifizierung kann automatisch den Polymertyp mit hoher Zuverlässigkeit identifizieren.

Manueller Vergleich von Spektren

Die Identität eines bekannten Materials kann auch durch den manuellen Vergleich der IR-Spektren bestätigt werden. Das Spektrum der Probe wird entweder visuell mit dem Spektrum eines Referenzmaterials verglichen, oder die beobachteten Banden werden gekennzeichnet und mit Werten aus der Literatur verglichen.

Üblicherweise findet sich der größte Teil der Spektraleninformationen im Fingerprint-Bereich (ungefähr 400 bis 1500 cm^{-1}) eines IR-Spektrums. Mit der MicroLab Software ist es möglich, die Wellenzahlenskala des Fingerprint-Bereichs zu spreizen, während der höherenergetische Bereich des Spektrums komprimiert wird (Abbildung 11). Die Spreizung des Spektrums ermöglicht eine genauere und einfachere Untersuchung des relevanten Fingerprint-Bereichs.

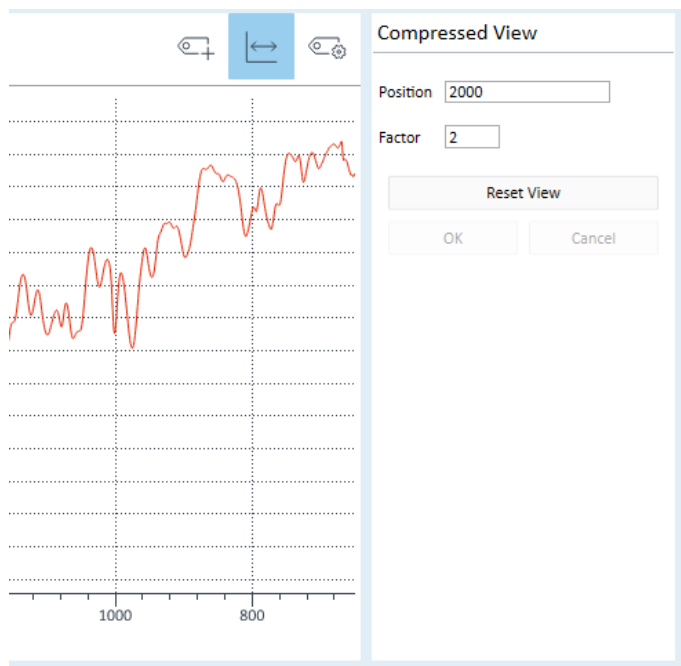


Abbildung 11: Das IR-Spektrum einer Substanz kann wertvolle Erkenntnisse zum Aufbau eines Materials liefern wie beispielsweise das Vorhandensein funktioneller Gruppen. Häufig finden sich die relevantesten Banden im Fingerprint-Bereich (ungefähr 400 bis 1500 cm^{-1}) des IR-Spektrums. In der Agilent MicroLab Software kann ein Skalierungsfaktor auf die Wellenzahl angewandt werden, wodurch eine genauere Analyse des relevanten Spektralbereichs ermöglicht wird.

Anwendungsbeispiel 3: Bestätigung der Materialidentität eines pharmazeutischen Wirkstoffs durch manuellen Spektrenvergleich

Ein IR-Spektrum eines Kaliumbromid (KBr)-Presslings, der Rifampin (ein Antibiotikum) enthält, wurde von einem Cary 630 FTIR mit Transmissions-Probenzubehörmodul aufgenommen. Im Spektrenbereich zwischen 4000 und 2000 cm^{-1} ist wenig Information zu finden, während sich die meisten Banden im Bereich zwischen 2000 und 600 cm^{-1} befinden. In der grafischen Ergebnisanzeige der MicroLab Software wurde der wichtigere Fingerprint-Bereich gespreizt (um den Faktor zwei), während das Spektrum bei höheren Wellenzahlen komprimiert wurde (Abbildung 12).

Die Spreizung des Spektrums ermöglicht einen einfachen Vergleich des Probenspektrums mit einem Referenzspektrum im Atlas der Infrarotspektren von Arzneimitteln der chinesischen Arzneibuchkommission. Die relevanten Banden wurden gekennzeichnet und die Software generierte automatisch einen Bericht im PDF-Format, der das Spektrum und eine Tabelle aller gekennzeichneten Banden enthielt (Abbildung 13).

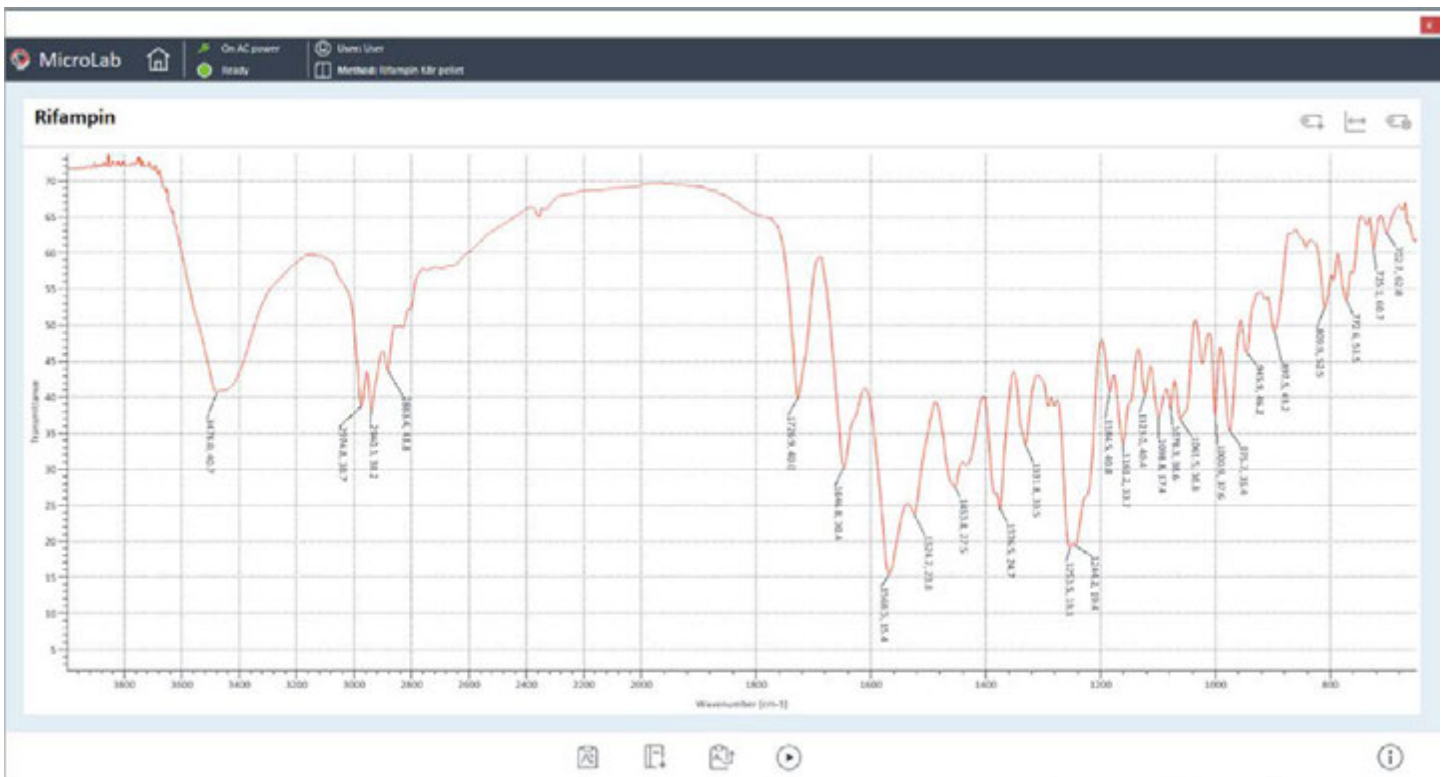


Abbildung 12: IR-Spektrum von Rifampin. Zur Unterstützung der Überprüfung des Spektrums wurde der Fingerprint-Bereich im Vergleich zum Bereich mit höheren Wellenzahlen um den Faktor zwei gespreizt und die relevanten Banden wurden gekennzeichnet.

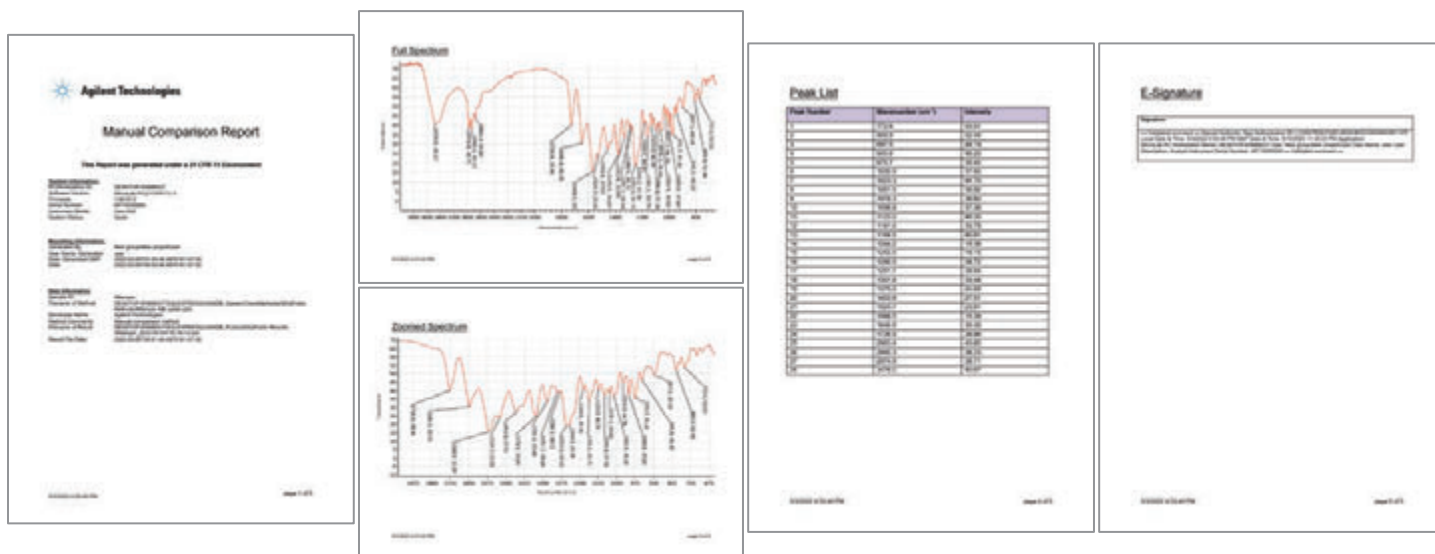


Abbildung 13: Ein Bericht im PDF-Format kann direkt vom Ergebnisfenster der Agilent MicroLab Software aus generiert werden. Der Bericht ist benutzerdefinierbar, sodass alle relevanten Informationen darin aufgenommen werden können, beispielsweise Name der Probe, Name des Benutzers, Einzelheiten der Analyse sowie die Ausschnittsvergrößerung, das Originalspektrum und eine Liste der Peaks.

Schlussfolgerungen

Die FTIR-Spektroskopie ist in vielen Branchen eine wichtige Analysemethode für die Materialidentifizierung. Die Übersicht zeigt die Flexibilität des Agilent Cary 630 FTIR für die Materialidentifizierung unterschiedlicher Probentypen mithilfe von Probenzubehörmodulen und auf die Anwendung zugeschnittenen Methoden. Die Methodenentwicklung wurde jeweils durch die Verwendung der Agilent MicroLab Software vereinfacht, die eine Schritt-für-Schritt-Führung durch den Arbeitsablauf bietet. Anwendungsbeispiele zeigen, wie die Software die Materialidentifizierung durch Bibliothekssuchen oder manuelle Vergleiche von Spektren vereinfacht.

Die Verwendung der intuitiven, bildgeführten MicroLab Software lässt sich schnell und leicht erlernen und reduziert Schulungsanforderungen, Bedienfehler und die Zeiten für die Berichterstellung. All diese Faktoren steigern die Produktivität bei Untersuchungen zur Qualitätskontrolle von Materialien.

www.agilent.com

DE22553965

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
Veröffentlicht in den USA, 20. Juli 2022
5994-4992DEE