

Espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 para aplicaciones de identificación de materiales

Uso del software Agilent MicroLab para FTIR con el fin de llevar a cabo flujos de trabajo rápidos, sencillos y fiables para el análisis de distintos tipos de muestras



Autores

Wesam Alwan
y Fabian Zieschang
Agilent Technologies, Inc.

Introducción

La identificación de materiales es un análisis esencial de garantía de calidad o de control de la seguridad que se lleva a cabo con frecuencia en numerosas aplicaciones y sectores. La confirmación de la identidad de las materias primas recibidas ayuda a evitar que pasen a producción materiales contaminados, adulterados o incorrectamente etiquetados. El análisis garantiza que el producto final satisfaga la calidad y pureza requeridos para su uso previsto. Es igualmente importante confirmar la identidad del producto final para evitar errores en su empaquetamiento y etiquetado. En consecuencia, la identificación de materiales es un requisito que aparece descrito en las normas del sector tales como en la mayoría de las farmacopeas internacionales.

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) se utiliza ampliamente para llevar a cabo estudios de identificación de materiales y se especifica con este fin en la mayoría de las farmacopeas. Se trata de una potente técnica que los usuarios pueden utilizar con confianza de forma rápida y sencilla y que les permite determinar la identidad de los compuestos.

La determinación de la identidad de un compuesto desconocido mediante una técnica analítica adecuada puede ayudar a investigar los problemas de contaminación o de fabricación. El análisis también puede servir para identificar sustancias peligrosas o ilegales tales como toxinas, explosivos o drogas, para informar a los servicios de emergencia y a las fuerzas del orden.

Debido a la utilidad de los datos, los usuarios sin experiencia en este ámbito pueden llevar a cabo los flujos de trabajo de identificación de materiales de manera rutinaria en diversas muestras. Es importante, en consecuencia, que el análisis sea rápido, sencillo y fiable y que los resultados sean fáciles de comprender, sin riesgos de interpretarlos incorrectamente.

El espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 es un instrumento de sobremesa flexible, compacto y de alto rendimiento (Figura 1). Gracias a su diseño modular, los laboratorios pueden configurar el sistema analítico para una amplia variedad de tipos de muestras y aplicaciones de FTIR. En la gama de módulos de muestreo intercambiables para el sistema FTIR Cary 630 figuran la transmisión, DialPath, Tumbler, la reflectancia total atenuada (ATR) de diamante, ATR de germanio, ATR de seleniuro de cinc, ATR de reflexiones múltiples de seleniuro de cinc, reflectancia especular y reflectancia difusa.

El espectrómetro FTIR Cary 630 se controla mediante el software Agilent MicroLab, que guía a los usuarios por los pasos del análisis desde la introducción de muestras hasta la generación de informes mediante una interfaz gráfica (Figura 2). El software detecta automáticamente qué accesorio de muestreo está instalado, aplica la configuración necesaria y carga imágenes instructivas que son específicas para el accesorio de muestreo. Los resultados se codifican por colores para ayudar a los usuarios a interpretar los datos y a llevar a cabo las acciones adecuadas.



Figura 1. El sistema FTIR Agilent Cary 630 con módulos de muestreo ATR de diamante sirve para establecer la identidad de diferentes polvos.

En este resumen técnico se detallan diferentes métodos para la identificación de materiales mediante FTIR. Los ejemplos de aplicaciones indican cómo se puede usar el sistema de FTIR Cary 630 con el software MicroLab para llevar a cabo flujos de trabajo de identificación de materiales de distintos tipos de muestras.



Figura 2. Gracias al intuitivo flujo de trabajo del software Agilent MicroLab, es fácil encontrar respuestas con el espectrómetro FTIR Agilent Cary 630. Las indicaciones con imágenes que ofrece el software reduce asimismo las necesidades de formación y minimiza el riesgo de errores que puede cometer el usuario.

Formas de identificar una sustancia desconocida o de confirmar la identidad de una muestra

Búsqueda en biblioteca

Cada sustancia posee un espectro IR único (salvo en el caso de ciertos compuestos, como los isómeros ópticos y los alcanos homólogos de cadena larga), que se puede considerar una huella dactilar de la sustancia. La comparación del espectro IR de una muestra desconocida con una biblioteca de espectros de compuestos conocidos permite la identificación de la muestra desconocida (siempre que esta pertenezca a la biblioteca espectral); consulte la Figura 3. La identificación de una sustancia desconocida a través de una coincidencia de «huella dactilar» con el espectro de un compuesto en una biblioteca espectral se denomina identificación positiva.

Una biblioteca espectral puede contener decenas, cientos o, en ocasiones, incluso miles de espectros. La comparación manual con todos espectros para encontrar la mejor coincidencia con frecuencia no es viable. En consecuencia, se han desarrollado algoritmos de búsqueda que identifican automáticamente la mejor coincidencia. La confirmación de la identidad de un material no necesariamente precisa una gran biblioteca con un elevado número de espectros. Las bibliotecas más pequeñas, que solo contienen espectros de posibles materiales, son con frecuencia suficientes para la aplicación que se va a realizar. Al margen del tamaño de la biblioteca, los algoritmos de búsqueda en biblioteca simplifican la confirmación de materiales con su “coincidencia” en la identidad.

Se calcula automáticamente un índice de alta calidad (HQI) de cada elemento de biblioteca. El valor HQI indica el grado de coincidencia entre el espectro medido y el de la biblioteca. Con frecuencia se utiliza el HQI como criterio de aceptación o de rechazo para flujos de trabajo de identificación y confirmación de materiales.

Búsqueda en biblioteca con el software Agilent MicroLab

El software MicroLab, que se suministra con el espectrómetro FTIR Cary 630 y con los sistemas de FTIR portátiles y móviles de Agilent, utiliza un planteamiento basado en métodos. Una vez configurado el método, como se describe en la siguiente sección, el software convierte al sistema de FTIR en una solución llave en mano que permite una rápida toma de decisiones.

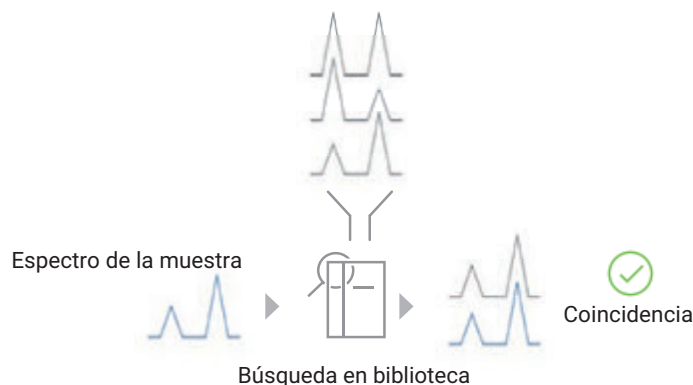


Figura 3. La comparación del espectro FTIR de una muestra desconocida con espectros de compuestos conocidos permite la identificación de especies desconocidas. Este flujo de trabajo se denomina “Búsqueda en biblioteca” y puede llevarse a cabo automáticamente con el software Agilent MicroLab.

Figura 4. En el software Agilent MicroLab, el método de búsqueda en biblioteca y los parámetros de búsqueda se pueden adaptar a la aplicación de identificación específica. También se puede personalizar la configuración de visualización de resultados, de modo que los resultados sean fáciles de interpretar y notificar.

Configuración de métodos

Durante la configuración de métodos, se puede adaptar el método de búsqueda en biblioteca a la aplicación de identificación:

- Se puede buscar simultáneamente en varias bibliotecas; por ejemplo, en una con patrones de referencia para identificar la muestra y en otra con muestras que se encuentran fuera de las especificaciones para identificar problemas recurrentes.
- Está disponible una amplia selección de algoritmos de búsqueda (euclídea, valor absoluto, valor absoluto de la derivada, mínimos cuadrados, mínimos cuadrados de la derivada, correlación, correlación de derivada, similitud, similitud de la derivada y correlación ampliada).
- Se pueden excluir rangos espectrales del análisis.
- Configurar un HQL mínimo y un número máximo de coincidencias garantiza que solo se presenten las coincidencias de biblioteca relevantes.

- Se puede usar la codificación por colores de los resultados basada en el HQL para definir los niveles de confianza, lo que ayuda a los usuarios a interpretar los resultados y a reducir los descuidos que pueden provocar errores.
- Se puede presentar información adicional específica de los compuestos (como información sobre riesgos).

Realización de un análisis

MicroLab utiliza imágenes para acompañar al usuario en cada paso del análisis, incluidos el muestreo (p. ej., cómo usar la prensa ATR para muestras sólidas) y los procedimientos de limpieza (Figura 5). Cuando se hace clic en el botón **Start** de la pantalla de inicio del software se inicia el análisis.

Después de la adquisición de datos, el software lleva a cabo automáticamente una búsqueda en la biblioteca y proporciona al usuario una lista de las coincidencias más exactas de la biblioteca en un formato de visualización de resultados sencillo de entender, como se muestra en la Figura 6.



Figura 5. La interfaz del software Agilent MicroLab, con indicaciones mediante imágenes, simplifica la realización de un análisis con el sistema FTIR Agilent Cary 630, reduciendo las necesidades de formación. El software replica lo que ve el operador durante el uso del instrumento. Después de la adquisición de datos, los resultados se visualizan directamente en un formato fácil de comprender, como se muestra en las Figuras 6 y 10. Una vez que el usuario ha comprobado los resultados, el software comienza el siguiente análisis, lo que garantiza un flujo de trabajo analítico continuo.



Figura 6. En el software Agilent MicroLab, las pantallas de resultados de los métodos de búsqueda en biblioteca son fáciles de comprender, lo que permite a usuarios sin experiencia revisar e interpretar los resultados. Izquierda: Los datos de coincidencia con biblioteca se muestran como solo lista o como lista más espectros. Derecha: También está disponible la óptima visualización de metadatos químicos, incluida la información sobre riesgos y la información de primera respuesta.

Bibliotecas y gestión de bibliotecas

La calidad de una búsqueda en biblioteca depende en gran medida de la calidad de la biblioteca. Agilent proporciona una amplia selección de bibliotecas específicas de la aplicación y listas para su uso, que se pueden utilizar con el software MicroLab.

De forma alternativa, las bibliotecas espectrales pueden crearse, mantenerse y administrarse fácilmente en el software MicroLab (Figura 7). Se puede crear una nueva biblioteca en unos segundos. Se pueden añadir espectros a la biblioteca, bien en el momento de la creación o bien en cualquier otro momento, directamente a partir de la pantalla de resultados.

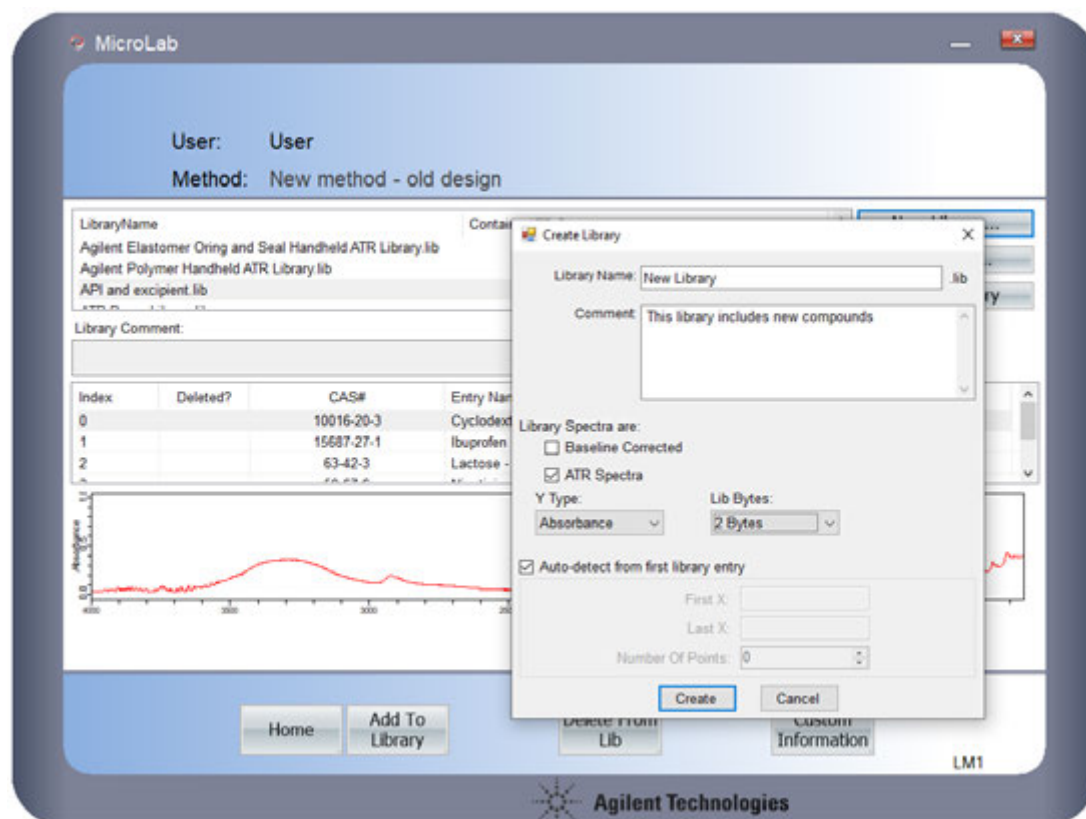


Figura 7. La gestión de bibliotecas en el software Agilent MicroLab resulta rápida y sencilla. Se pueden crear nuevas bibliotecas en unos segundos y el contenido de la biblioteca se puede actualizar según sea necesario.

Ejemplos de aplicación

Ejemplo de aplicación 1: Confirmación de la identificación de materiales farmacéuticos

Se recogieron espectros IR de un material de referencia con tres principios activos usados frecuentemente en el ámbito farmacéutico, ácido salicílico, ibuprofeno y ácido nicotínico, y de un excipiente (α -ciclodextrina) con un sistema de FTIR Cary 630 con un módulo de muestreo ATR de diamante. Se creó una biblioteca espectral en el software MicroLab y se añadieron a la biblioteca los espectros de referencia recogidos. Se empleó esta biblioteca espectral en un método de búsqueda en biblioteca usando los parámetros que se recogen en la Figura 8.

A continuación se usó el método de confirmación de la identidad de materiales para analizar diferentes lotes de ácido salicílico, ácido nicotínico, ibuprofeno y α -ciclodextrina. El software MicroLab confirmó correctamente la identidad de todos los materiales analizados. Los valores HQI fueron de 0,99238 (ácido salicílico), 0,99775 (ácido nicotínico), 0,98641 (ibuprofeno) y 0,98675 (α -ciclodextrina), respectivamente, siendo 1 el valor teórico más alto cuando se utiliza el algoritmo de búsqueda de similitud (Figura 9).

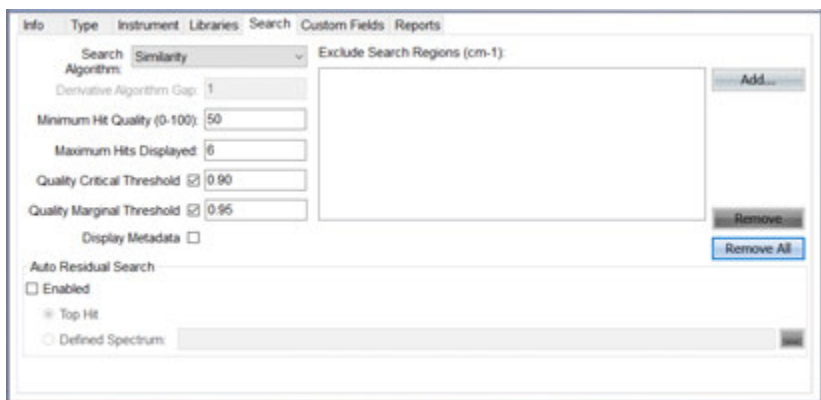


Figura 8. Parámetros de búsqueda en biblioteca usados para confirmar la identidad de los principios farmacéuticos activos. La configuración del umbral crítico de calidad y del umbral marginal de calidad definen la codificación por colores en la visualización de resultados.



Figura 9. El software Agilent MicroLab aplica la codificación por colores a los resultados de la búsqueda en biblioteca. La codificación por colores simplifica la interpretación de los resultados y reduce los descuidos que pueden provocar errores. La captura de pantalla muestra los resultados de α -ciclodextrina en verde, lo que indica una coincidencia bastante exacta con el espectro de la biblioteca.

Ejemplo de aplicación 2: Identificación de muestras de polímeros

Se empleó el FTIR Cary 630 con módulo de muestreo ATR de diamante para analizar cinco materiales plásticos diferentes: polipropileno, policarbonato, polietileno clorado, poli(etilen tereftalato) y poli(cloruro de vinilo).

En el software Agilent MicroLab se seleccionó la biblioteca espectral de FTIR de Agilent *ATR Polymers and Polymer Additives* (polímeros y aditivos de polímeros de ATR) (referencia G8045AA, opción 106). La biblioteca espectral contiene 7.974 espectros de polímeros, plásticos, aditivos de polímeros, plastificantes y materiales de relleno seleccionados.

Mediante el algoritmo de similitud para buscar en la biblioteca espectral, se identificaron correctamente las cinco muestras de polímeros, como indican los resultados de HQI. Los valores de HQI fueron de 0,98315 (polipropileno), 0,97298 (policarbonato), 0,97212 (polietileno clorado), 0,96238 (poli(etilen tereftalato)) y 0,98360 (poli(cloruro de vinilo)), siendo 1 el valor teórico más alto cuando se recurre al algoritmo de similitud (Figura 10).



Figura 10. Los resultados de la comparación codificados por colores obtenidos con el sistema FTIR Agilent Cary 630 con módulo de muestreo ATR de diamante se muestran de forma rápida y clara. Un método de identificación de materiales cualitativo de rutina puede identificar automáticamente el tipo de polímero con un elevado nivel de confianza.

Comparación manual de espectros

La identidad de un material conocido también se puede confirmar mediante la comparación manual del espectro IR. El espectro de la muestra se compara visualmente con el de un material de referencia o bien se etiquetan los picos observados y se comparan con los valores de la literatura.

Normalmente, la mayor parte de la información espectral se encuentra en la región de las huellas dactilares (aproximadamente de 400 a 1.500 cm^{-1}) de los espectros IR. El software MicroLab permite ampliar la escala del número de onda de esta región de huellas dactilares, comprimiendo al mismo tiempo la región con el nivel más alto de energía del espectro (Figura 11). Al ampliar el espectro, se facilita una investigación más profunda de la región de las huellas dactilares, la más relevante.

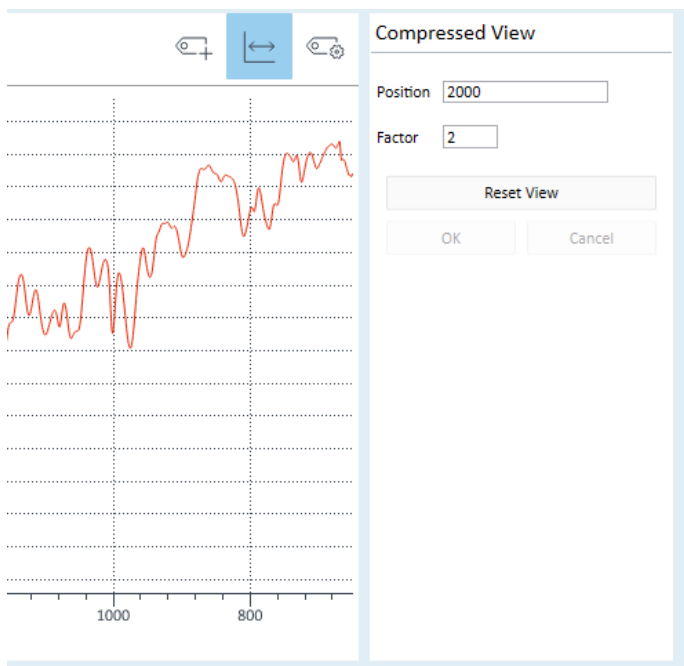


Figura 11. El espectro IR de una sustancia puede proporcionar una valiosa información sobre la composición de un material, como la presencia de grupos funcionales. Con frecuencia, las bandas más relevantes se encuentran en la región de las huellas dactilares (aproximadamente de 400 a 1.500 cm^{-1}) de los espectros IR. En el software Agilent MicroLab se puede aplicar un factor de escala del número de onda, lo que permite llevar a cabo un análisis más detallado del rango de interés espectral.

Ejemplo de aplicación 3: Confirmación de la identidad del material de un principio activo mediante comparación espectral manual

Se recogió el espectro IR de un sedimento de bromuro de potasio (KBr) que contenía rifampin (el principio activo de un antibiótico) mediante un sistema FTIR Cary 630 con módulo de muestreo de transmisión. Se observó poca información espectral en el intervalo entre 4.000 y 2.000 cm^{-1} , mientras que la mayor parte de las bandas se observaron en la región de entre 2.000 y 600 cm^{-1} . En la pantalla de resultados gráficos del software MicroLab se ha ampliado la región más importante de las huellas dactilares (en un factor dos), al tiempo que se ha comprimido el espectro a mayores números de onda (Figura 12).

La ampliación del espectro permitió una sencilla comparación del espectro de la muestra con uno de referencia en el Atlas de espectros infrarrojos de fármacos publicado por la comisión de farmacopea china. Se etiquetaron las bandas relevantes y el software generó automáticamente un informe en PDF que incluía el espectro y una tabla de todos los picos etiquetados (Figura 13).

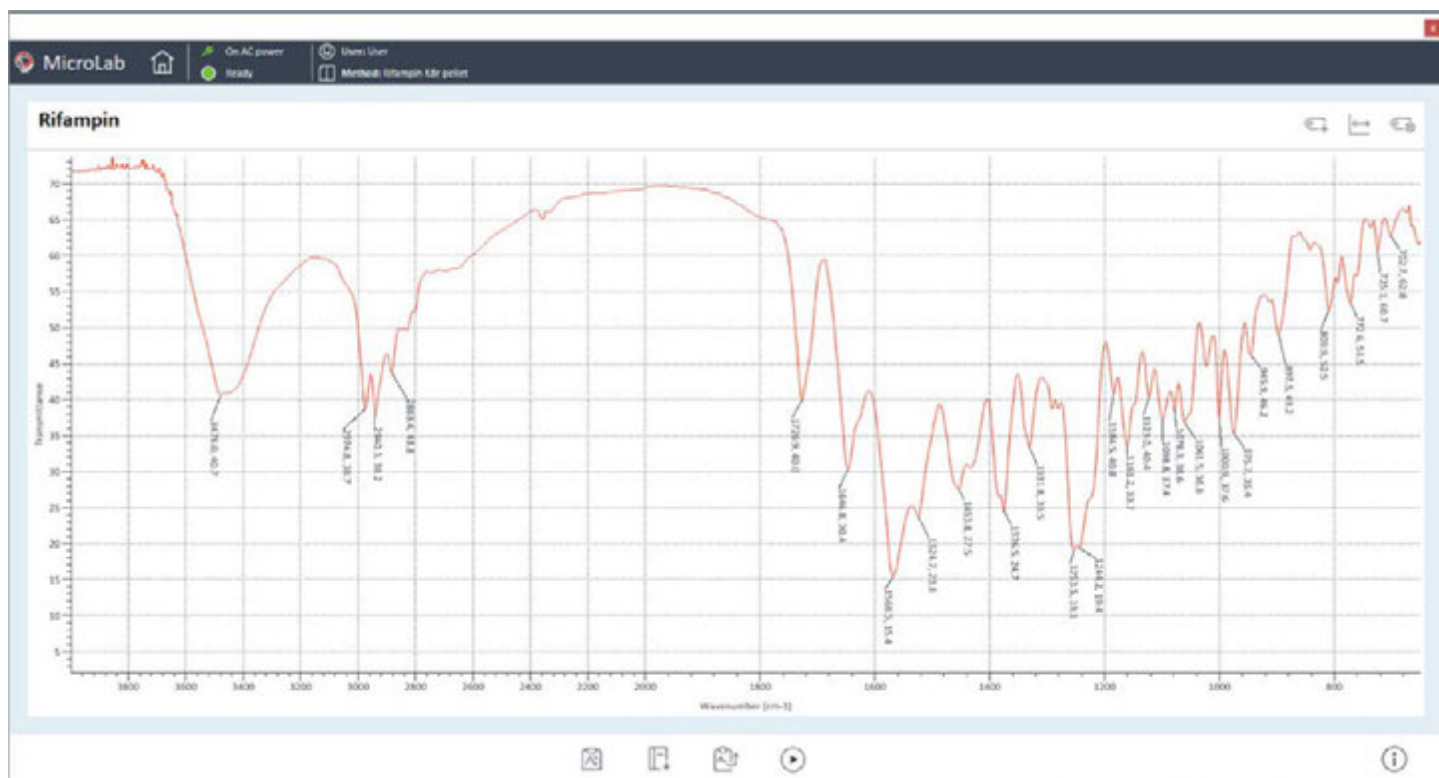


Figura 12. Espectro IR de rifampin. Para ayudar a revisar el espectro, se amplió la región de huellas dactilares en un factor dos en comparación con la región de número de onda más alto y se etiquetaron las bandas relevantes.

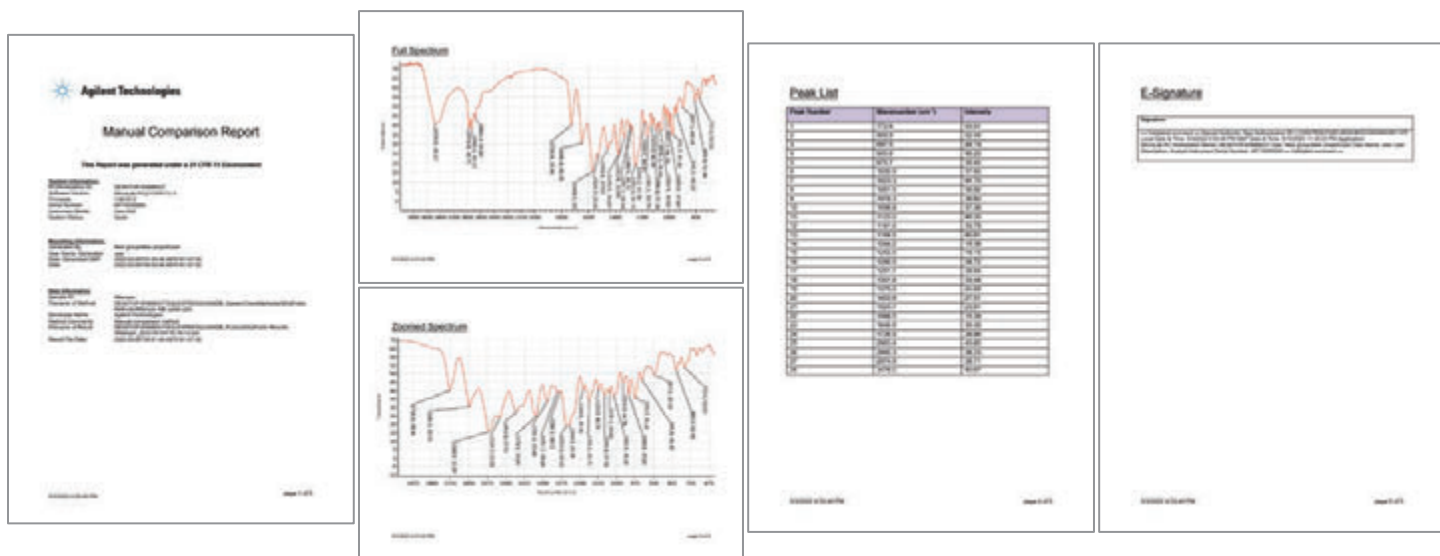


Figura 13. A partir de la ventana de resultados del software Agilent MicroLab se puede generar directamente un informe en PDF. El informe se puede personalizar totalmente para que incluya toda la información relevante, como el número de muestra, la identidad del operador y los detalles del análisis, incluidos el espectro ampliado y completo y la lista de picos.

Conclusión

La identificación de materiales mediante FTIR es un análisis importante en numerosos sectores. En este documento se ha mostrado la flexibilidad del espectrómetro FTIR Agilent Cary 630 para la identificación de materiales de diversos tipos de muestras con un módulo de muestreo y un método adaptado a la aplicación. El desarrollo de métodos se simplificó mediante el uso del software Agilent MicroLab, que proporciona instrucciones paso a paso a lo largo de todo el flujo de trabajo. Se proporcionaron ejemplos de aplicaciones que muestran de qué forma el software facilita la identificación de materiales a través de búsquedas en bibliotecas o mediante la comparación manual de espectros.

El intuitivo software MicroLab, con indicaciones mediante imágenes, es rápido y sencillo de aprender, con lo que se reducen las necesidades de formación, los errores del operador y el tiempo necesario para la elaboración de informes, factores que aumentan la productividad de las pruebas de control de calidad de los materiales.

www.agilent.com

DE22553965

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
Publicado en EE. UU., 20 de julio de 2022
5994-4992ES