

Le spectromètre FTIR Agilent Cary 630 pour les applications d'identification matérielle

Avec le logiciel Agilent MicroLab pour FTIR pour des procédures rapides, faciles et fiables pour l'analyse de différents types d'échantillons



Auteurs

Wesam Alwan et
Fabian Zieschang
Agilent Technologies, Inc.

Introduction

L'identification matérielle est une assurance qualité critique ou une analyse du contrôle de sécurité largement effectuée dans de nombreuses applications et industries. La confirmation de l'identité du matériel de départ reçu aide à éviter que du matériel contaminé, contrefait et mal étiqueté n'entre dans la production. L'analyse garantit que le produit final respecte la qualité et la pureté requises pour son usage prévu. Il est tout aussi important de confirmer l'identité du produit final afin d'éviter les erreurs d'emballage et d'étiquetage du produit. L'identification matérielle est donc une exigence décrite dans les normes industrielles, tout comme la plupart des pharmacopées mondiales.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est couramment utilisée pour les études d'identification matérielle et est spécifiée dans la plupart des pharmacopées à cette fin. C'est une technique puissante qui est rapide, facile et fiable, permettant aux utilisateurs de déterminer l'identité des composés.

La détermination de l'identité d'un composé inconnu à l'aide d'une technique analytique adaptée peut aider à étudier les problèmes de contamination ou de production. L'analyse peut également être utilisée pour identifier les substances dangereuses ou illégales telles que les toxines, les explosifs ou les drogues afin d'informer les premiers intervenants et les forces de l'ordre.

En raison de l'utilité des données, des procédures d'identification matérielle sont effectuées couramment sur divers échantillons par des utilisateurs non experts. Il est donc important que l'analyse soit rapide, simple et fiable et que les résultats soient faciles à comprendre, sans risque de mauvaise interprétation.

Le spectromètre FTIR Agilent Cary 630 est un instrument de paillasse flexible, compact et performant (Figure 1). Sa conception modulaire permet aux laboratoires de configurer le système d'analyse pour différents types d'échantillons et applications FTIR. La gamme de modules d'échantillonnage interchangeables pour le FTIR Cary 630 inclut la transmission, DialPath, Tumbler, la réflexion totale atténuée (ATR) par diamant, l'ATR par germanium, l'ATR par sélénure de zinc, l'ATR multi-rebonds par sélénure de zinc, la réflexion spéculaire et la réflexion diffuse.

Le spectromètre FTIR Cary 630 est contrôlé avec le logiciel Agilent MicroLab, qui utilise une interface graphique pour guider les utilisateurs à travers les étapes de l'analyse, de l'introduction de l'échantillon au reporting (Figure 2). Le logiciel détecte automatiquement l'accessoire d'échantillonneur installé, applique les paramètres requis et charge les images d'instructions spécifiques de l'accessoire d'échantillonneur. Les résultats ont un code de couleurs pour aider les utilisateurs à interpréter les données et appliquer les mesures appropriées.



Figure 1. Le FTIR Agilent Cary 630 avec module d'échantillonnage ATR par diamant est utilisé pour établir l'identité de différentes poudres.

Cet aperçu technique décrit les différentes approches de l'identification matérielle par FTIR. Les exemples d'applications montrent comment le FTIR Cary 630 avec le logiciel MicroLab peut être utilisé pour effectuer des procédures d'identification matérielle rapides, faciles et fiables pour différents types d'échantillons.



Figure 2. La procédure intuitive du logiciel Agilent MicroLab facilite la recherche de réponses avec le spectromètre FTIR Agilent Cary 630. Le logiciel en images réduit aussi les besoins en matière de formation et minimise le risque d'erreurs de l'utilisateur.

Manières d'identifier une substance inconnue ou de confirmer l'identité d'un échantillon

Recherche dans la bibliothèque

Chaque substance a un spectre IR unique (à l'exception de certains composés tels que des isomères optiques et des homologues d'alcane à chaîne longue) pouvant être considéré comme une empreinte digitale de la substance. La comparaison du spectre IR d'un échantillon inconnu avec une bibliothèque de spectres de composés connus permet d'identifier l'échantillon inconnu (quand l'échantillon inconnu fait partie de la bibliothèque spectrale), voir Figure 3. L'identification d'une substance inconnue à travers la correspondance du type « empreinte digitale » avec un spectre de composé dans une bibliothèque spectrale se nomme l'identification positive.

Une bibliothèque spectrale peut contenir des dizaines, des centaines ou parfois même des milliers de spectres. Il est souvent impossible d'effectuer une comparaison manuelle avec tous ces spectres pour trouver la meilleure correspondance. Des algorithmes de recherche ont donc été développés pour identifier automatiquement la meilleure correspondance. La confirmation de l'identité d'une matière ne requiert pas forcément une grande bibliothèque contenant un grand nombre de spectres. De plus petites bibliothèques contenant uniquement des spectres de matières potentielles suffisent souvent pour l'application souhaitée. Quelle que soit la taille de la bibliothèque, les algorithmes de recherche dans la bibliothèque simplifient la confirmation des matières avec l'identité « correspondante ».

Un indice de qualité des résultats (HQI) est calculé automatiquement pour chaque élément de la bibliothèque. La valeur du HQI indique le niveau de correspondance entre le spectre mesuré et le spectre de la bibliothèque. Le HQI est souvent utilisé comme critère de réussite/d'échec dans l'identification matérielle et les processus de confirmation.

Recherche dans la bibliothèque avec le logiciel Agilent MicroLab

Le logiciel MicroLab, fourni avec le spectromètre FTIR Cary 630 et les systèmes FTIR mobiles et portatifs Agilent, utilise une approche méthodique. Une fois la méthode configurée, comme décrit dans la section suivante, le logiciel fait du système FTIR une solution clé en main permettant de prendre des décisions rapidement.

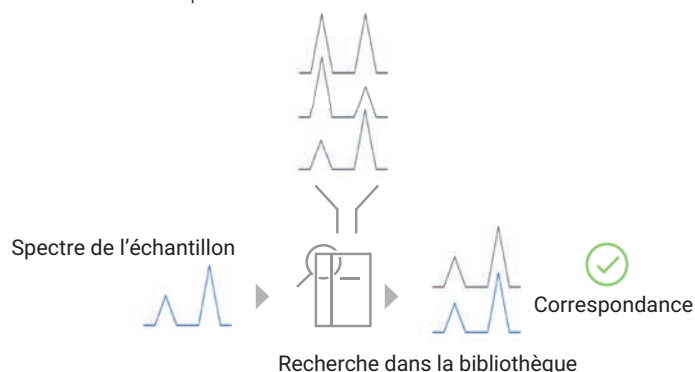


Figure 3. La comparaison du spectre FTIR d'un échantillon inconnu avec des spectres de composés connus permet d'identifier l'inconnu. Cette procédure se nomme « Recherche dans la bibliothèque » et peut être effectuée automatiquement avec le logiciel Agilent MicroLab.

La capture d'écran montre l'interface utilisateur du logiciel Agilent MicroLab, avec des onglets pour 'Info', 'Type', 'Instrument', 'Libraries', 'Search', 'Custom Fields' et 'Reports'. La section 'Search' est active, affichant des paramètres de recherche personnalisables :

- Search Algorithm:** Similarity
- Derivative Algorithm Gap:** 1
- Minimum Hit Quality (0-100):** 80
- Maximum Hits Displayed:** 6
- Quality Critical Threshold:** ☒ 0.85
- Quality Marginal Threshold:** ☒ 0.90
- Display Metadata:** ☐
- Exclude Search Regions (cm-1):** 1650.00 to 1600.00 (avec boutons 'Add...', 'Remove' et 'Remove All')
- Auto Residual Search:**
 - ☐ Enabled
 - ☒ Top Hit
 - ☐ Defined Spectrum: [champ de texte]

Figure 4. Dans le logiciel Agilent MicroLab, la méthode de recherche dans la bibliothèque et les paramètres de recherche peuvent être adaptés à l'application d'identification spécifique. Les paramètres d'affichage des résultats sont également personnalisables, ce qui permet d'interpréter et de rapporter facilement les résultats.

Configuration de méthode

Au cours de la configuration de méthode, la méthode de recherche dans la bibliothèque peut être adaptée à l'application d'identification :

- Il est possible de chercher dans plusieurs bibliothèques à la fois, par ex. une bibliothèque avec des étalons de référence pour identifier l'échantillon et l'autre bibliothèque avec les échantillons hors spécifications pour identifier les problèmes récurrents.
- Une vaste sélection d'algorithmes de recherche est disponible (euclidien, valeur absolue, valeur absolue dérivée, moindres carrés, dérivée des moindres carrés, corrélation, corrélation de dérivées, similitude, similitude de dérivées et corrélation étendue).
- Des domaines spectraux peuvent être exclus de l'analyse.
- La configuration d'un HQI minimal et d'un nombre maximal de résultats garantit que seuls les résultats de bibliothèque pertinents sont présentés.

- Le code couleur des résultats sur la base du HQI peut être utilisé pour définir les niveaux de confiance, afin d'aider les utilisateurs à interpréter les résultats et de réduire les omissions pouvant causer des erreurs.
- Des informations supplémentaires spécifiques aux composés peuvent être présentées (par ex. informations de danger).

Effectuer une analyse

MicroLab utilise des images pour faire naviguer l'utilisateur à travers chaque étape de l'analyse, y compris l'échantillonnage (par ex. comment utiliser la presse ATR pour les échantillons solides) et les procédures de nettoyage (Figure 5). Un clic sur le bouton **Start** (Démarrer) sur l'écran d'accueil du logiciel démarre l'analyse.

Après l'acquisition des données, le logiciel exécute automatiquement une recherche dans la bibliothèque et fournit à l'utilisateur une liste des meilleures correspondances de la bibliothèque dans un format d'affichage des résultats facile à comprendre, comme indiqué à la Figure 6.



Figure 5. L'interface guidée par images du logiciel Agilent MicroLab simplifie l'exécution d'une analyse avec le FTIR Agilent Cary 630, ce qui réduit les besoins en matière de formation. Le logiciel réplique ce que l'opérateur voit lorsqu'il utilise l'instrument. Après l'acquisition des données, les résultats sont affichés directement dans un format facile à comprendre, comme indiqué dans les Figures 6 et 10. Quand l'utilisateur a vérifié les résultats, le logiciel démarre l'analyse suivante, ce qui garantit une procédure d'analyse continue.



Figure 6. Dans le logiciel Agilent MicroLab, les écrans de résultats des méthodes de recherche dans la bibliothèque sont faciles à comprendre, ce qui permet aux utilisateurs non experts de consulter et d'interpréter les résultats. À gauche : les données des résultats de la bibliothèque s'affichent sous forme de liste uniquement ou de liste plus spectres. À droite : l'affichage facultatif de métadonnées chimiques, y compris les informations de danger et les informations de première intervention sont également disponibles.

Bibliothèques et gestion des bibliothèques

La qualité d'une recherche dans la bibliothèque dépend fortement de la qualité de la bibliothèque. Agilent fournit un vaste choix de bibliothèques spécifiques aux applications et prêtes à l'emploi, pouvant être utilisées avec le logiciel MicroLab.

Autrement, des bibliothèques spectrales peuvent être facilement créées, entretenues et gérées dans le logiciel MicroLab (Figure 7). Une nouvelle bibliothèque peut être créée en quelques secondes. Des spectres peuvent être ajoutés dans la bibliothèque, au moment de la création ou à tout autre moment, directement à partir de l'écran des résultats.

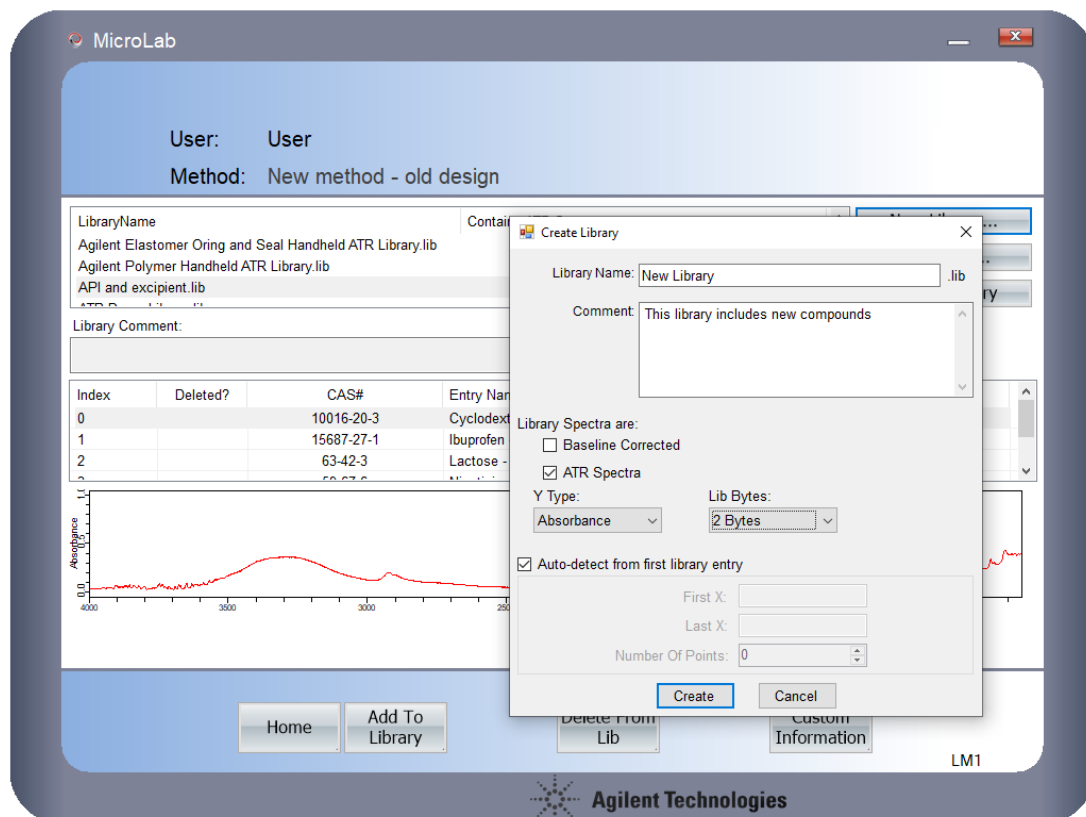


Figure 7. La gestion des bibliothèques dans le logiciel Agilent MicroLab est rapide et facile. De nouvelles bibliothèques peuvent être créées en quelques secondes et le contenu des bibliothèques peut être mis à jour selon les besoins.

Exemples d'applications

Exemple d'application 1 : confirmation de l'identité matérielle des produits pharmaceutiques

Les spectres IR de matières de référence des trois ingrédients pharmaceutiques actifs (API) couramment utilisés, l'acide salicylique, l'ibuprofène, l'acide nicotinique et un excipient (α -cyclodextrine), ont été collectés avec un FTIR Cary 630 avec un module d'échantillonnage ATR par diamant. Une bibliothèque spectrale a été créée dans le logiciel MicroLab et les spectres de référence collectés ont été ajoutés à la bibliothèque. Cette bibliothèque spectrale a été utilisée dans une méthode de recherche dans la bibliothèque avec les paramètres indiqués dans la Figure 8.

La méthode de confirmation de l'identité matérielle a ensuite été utilisée pour analyser différents lots d'acide salicylique, d'acide nicotinique, d'ibuprofène et d' α -cyclodextrine. Le logiciel MicroLab a confirmé correctement l'identité de toutes les matières testées. Les HQI étaient de 0,99238 (acide salicylique), 0,99775 (acide nicotinique), 0,98641 (ibuprofène), et 0,98675 (α -cyclodextrine), respectivement, où 1 est la valeur théorique la plus élevée avec l'algorithme de recherche par similarité (Figure 9).

Figure 8. Paramètres de recherche dans la bibliothèque utilisés pour confirmer l'identité des API pharmaceutiques. Les paramètres de seuil critique de qualité et de seuil marginal de qualité définissent le codage des couleurs dans l'affichage des résultats.



Figure 9. Le logiciel Agilent MicroLab applique le codage des couleurs aux résultats de la recherche dans la bibliothèque. Le codage des couleurs simplifie l'interprétation des résultats et réduit les omissions pouvant causer des erreurs. La capture d'écran présente les résultats de l' α -cyclodextrine en vert indiquant une bonne correspondance avec le spectre de la bibliothèque.

Exemple d'application 2 : Identification des échantillons polymères

Le FTIR Cary 630 avec module d'échantillonnage ATR par diamant a été utilisé pour analyser cinq différentes matières plastiques, y compris le polypropylène, le polycarbonate, le polyéthylène chloré, le poly(éthylène téréphtalate) et le poly(chlorure de vinyle).

La bibliothèque spectrale FTIR Agilent *Polymères ATR et additifs polymères* (référence G8045AA, option 106) a été sélectionnée dans le logiciel Agilent MicroLab. La bibliothèque spectrale contient 7 974 spectres de polymères, plastiques, additifs polymères, plastifiants et matériaux de remplissage sélectionnés.

En utilisant l'algorithme de similitude pour chercher dans la bibliothèque spectrale, les cinq échantillons polymères ont tous été identifiés correctement, comme indiqué par les résultats de HQI. Les valeurs de HQI étaient de 0,98315 (polypropylène), 0,97298 (polycarbonate), 0,97212 (polyéthylène chloré), 0,96238 (poly(éthylène téréphtalate)) et 0,98360 (poly(chlorure de vinyle)), 1 étant la valeur théorique la plus élevée en cas d'utilisation de l'algorithme de similitude (Figure 10).

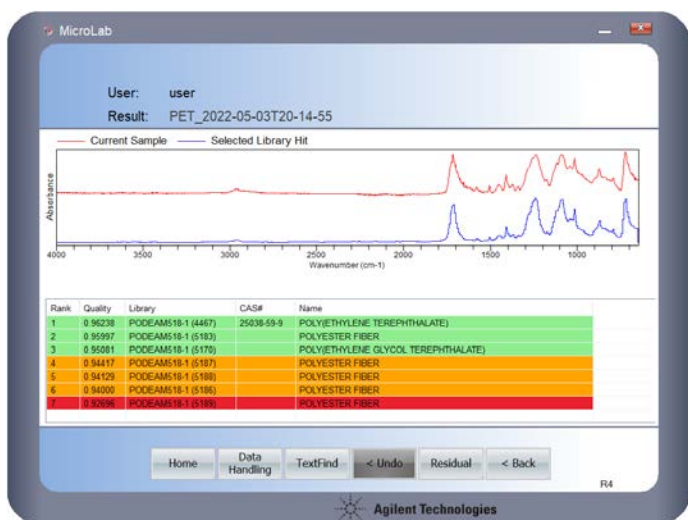


Figure 10. Les résultats correspondants à code de couleurs obtenus avec le FTIR Agilent Cary 630 avec module d'échantillonnage ATR par diamant s'affichent rapidement et clairement. Une méthode d'identification matérielle qualitative de routine peut identifier automatiquement le type de polymère avec un niveau de confiance élevé.

Comparaison manuelle des spectres

L'identité d'une matière connue peut aussi être confirmée par une comparaison manuelle du spectre IR. Le spectre de l'échantillon est comparé visuellement à un spectre d'une matière de référence ou les pics observés sont étiquetés et comparés aux valeurs de la littérature.

En général, la plupart des informations spectrales se trouvent dans la région d'empreinte digitale (environ 400 à 1 500 cm^{-1}) d'un spectre IR. Le logiciel MicroLab permet d'étendre l'échelle du nombre d'ondes de cette région d'empreinte digitale tout en comprimant la région d'énergie supérieure du spectre (Figure 11). L'extension du spectre permet une étude plus approfondie et facilitée de la région d'empreinte digitale plus pertinente.

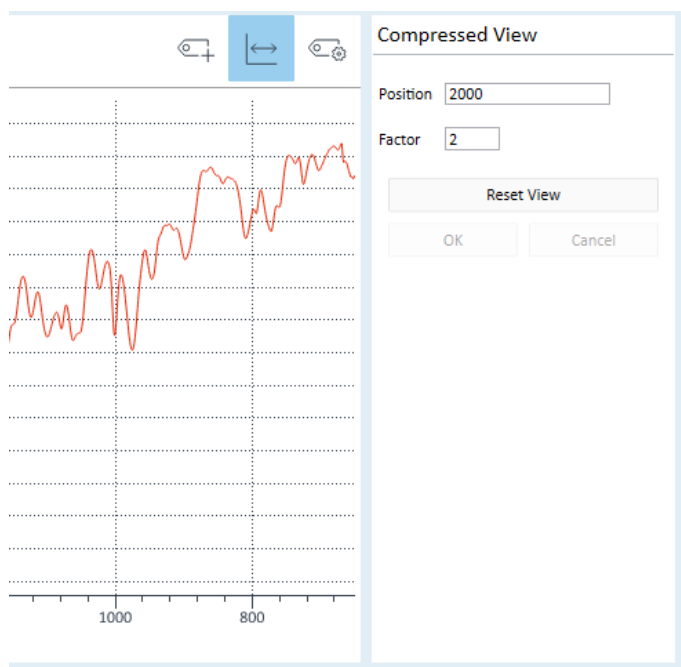


Figure 11. Le spectre IR d'une substance peut fournir des informations précieuses sur la composition d'une matière, telles que la présence de groupements fonctionnels. Souvent, la plupart des bandes pertinentes se trouvent dans la région d'empreinte digitale (environ 400 à 1 500 cm^{-1}) du spectre IR. Dans le logiciel Agilent MicroLab, un facteur d'échelle de nombre d'ondes peut être appliqué, pour une analyse plus détaillée de la plage spectrale ciblée.

Exemple d'application 3 : confirmation de l'identité matérielle d'un API par comparaison spectrale manuelle

Un spectre IR d'un granulé de bromure de potassium (KBr) contenant de la rifampine (un API antibiotique) a été prélevé avec un FTIR Cary 630 avec un module d'échantillonnage à transmission. Peu d'informations spectrales ont été observées dans la plage entre 4 000 et 2 000 cm^{-1} , alors que la plupart des bandes ont été trouvées dans la région entre 2 000 et 600 cm^{-1} . Sur l'écran des résultats graphiques dans le logiciel MicroLab, la région d'empreinte digitale la plus importante a été étendue (d'un facteur de deux), alors que le spectre à des nombres d'ondes supérieurs a été compressé (Figure 12).

L'extension du spectre a permis une comparaison facile du spectre de l'échantillon avec un spectre de référence dans l'atlas des spectres infrarouges des médicaments émis par la Commission de la pharmacopée chinoise. Les bandes pertinentes ont été étiquetées et le logiciel a généré automatiquement un rapport PDF incluant le spectre et un tableau de tous les pics étiquetés (Figure 13).

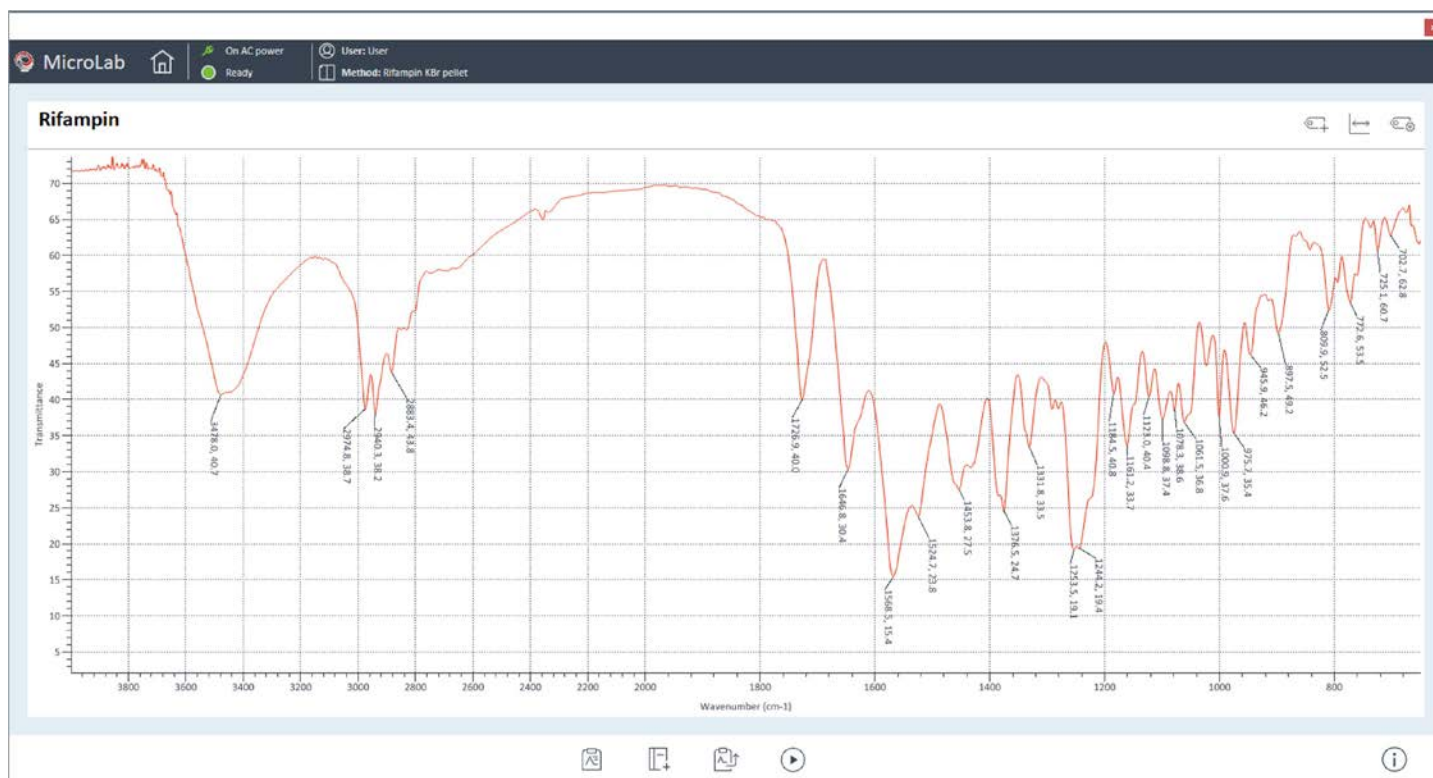


Figure 12. Spectre IR de la rifampine. Afin de faciliter l'analyse du spectre, la région d'empreinte digitale a été étendue d'un facteur de deux par rapport à la région du nombre d'ondes supérieur et les bandes pertinentes ont été étiquetées.

