

재료 식별 응용을 위한 Agilent Cary 630 FTIR 분광기

FTIR용 Agilent MicroLab 소프트웨어를 사용하여 빠르고, 쉽고, 믿을 수 있는 워크플로우를 수행하여 다양한 시료 유형을 분석합니다.



저자

Wesam Alwan 및
Fabian Zieschang
Agilent Technologies, Inc.

서론

재료 식별은 많은 응용 분야와 업계에서 널리 사용되는 중요 품질 보증 또는 안전 관리 분석입니다. 입고된 원재료의 정체성을 확인하는 것은 오염되거나, 위조되거나, 부정확하게 표기된 재료가 생산 과정에 투입되는 것을 막아줍니다. 이러한 분석은 최종 제품이 사용 목적에 필요한 품질과 순도를 갖출 수 있도록 보장합니다. 제품 포장과 표기에서 오류를 피하려면 완제품의 정체성을 확인하는 것도 마찬가지로 중요합니다. 따라서 재료 식별은 대부분의 글로벌 약전과 같은 업계 표준에 기재된 요구사항입니다.

푸리에 변환 적외선 분광기(FTIR)는 재료 식별 연구에 널리 사용되며, 대부분의 약전에서 이러한 용도로 명시되어 있습니다. FTIR은 사용자가 빠르고 쉽고 확실하게 분석을 수행해, 화합물을 식별할 수 있도록 하는 강력한 기법입니다.

Cary 635 FTIR-
호환 가능한 콘텐츠

동일한 분석
덜거나 더 나은 결과



적합한 분석 기법을 사용한 미지 화합물의 식별은 오염 또는 제품 문제를 탐색하는 데 도움이 될 수 있습니다. 이러한 분석은 또한 1차 대응 담당자와 법 집행 기관이 독성 물질, 폭발물, 시판 약물 등과 같은 유해물질 또는 불법 물질을 식별하는 데 사용됩니다.

데이터의 유용성 때문에 여러 시료에 대한 재료 식별 워크플로는 비전문가 사용자에게 의해 일상적으로 수행됩니다. 따라서 빠르고 간단하고 믿을 수 있는 분석, 그리고 오해의 위험 없이 쉽게 이해할 수 있는 결과가 중요합니다.

Agilent Cary 630 FTIR 분광기는 작은 크기의 유연한 고성능 벤치탑 기기입니다(그림 1). 이 기기의 모듈형 설계는 실험실에서 다양한 시료 유형 및 FTIR 응용을 위한 분석 시스템 설정이 가능하도록 합니다. 교체가 가능한 Cary 630 FTIR의 다양한 샘플링 모듈에는 투과, DialPath, Tumbler, 다이아몬드 Attenuated total reflectance(ATR), 게르마늄 ATR, 셀렌화 아연 ATR, 셀렌화 아연 멀티바운스 ATR, 정반사, 확산 반사 등이 있습니다.

Cary 630 FTIR 분광기는 Agilent MicroLab 소프트웨어로 제어되며, 이 소프트웨어는 그림 인터페이스를 통해 사용자에게 시료 주입부터 보고까지의 분석 단계를 안내합니다(그림 2). 이 소프트웨어는 설치된 샘플링 액세서리를 감지하고, 필요한 설정을 적용하고, 샘플링 액세서리에 필요한 안내용 이미지를 로드하는 과정을 자동으로 처리합니다. 결과는 색상 코드로 표시되어 사용자가 데이터를 해석하고 필요한 후속 작업을 할 수 있도록 합니다.



그림 1. 다이아몬드 ATR 샘플링 모듈을 갖춘 Agilent Cary 630 FTIR은 여러 분말의 식별을 위해 사용됩니다.

이 기술 개요에서는 FTIR 재료 식별에 대한 여러 다른 접근법을 소개합니다. 소개된 응용 사례는 Cary 630 FTIR과 MicroLab 소프트웨어를 사용해 여러 시료 유형에 대해 빠르고, 간단하고, 믿을 수 있는 재료 식별 워크플로를 수행하는 방법을 보여줍니다.



그림 2. Agilent MicroLab 소프트웨어의 직관적인 워크플로는 Agilent Cary 630 FTIR 분광기의 분석 결과에서 쉽게 답을 찾을 수 있도록 해줍니다. 그림을 통해 안내되는 이 소프트웨어는 교육의 필요성을 줄여주고 사용자의 오류 위험을 최소화합니다.

미지의 물질을 식별하거나 시료의 정체성을 확인하는 방법

라이브러리 검색

각 물질은 고유의 IR 스펙트럼을 가지고 있으며(일부 광학적 이성질체와 긴 사슬 알케인 유사체 등의 존재는 예상해야 하지만), 이는 해당 물질의 지문으로 간주할 수 있습니다. 미지 시료의 IR 스펙트럼을 알려진 화합물의 스펙트럼 라이브러리와 비교하면, 그림 3에 나와있듯이 미지의 시료를 식별할 수 있습니다(미지의 시료가 스펙트럼 라이브러리에 있을 경우). 미지의 성분을 “지문”을 통해 스펙트럼 라이브러리의 화합물 스펙트럼과 비교해 식별하는 것은 확실한 식별(positive identification)로 불립니다.

스펙트럼 라이브러리는 수십, 수백, 수천 개의 스펙트럼을 포함할 수 있습니다. 이 모든 스펙트럼을 수동으로 비교해 매치 결과를 찾는 것은 종종 가능하지 않습니다. 따라서 자동으로 최고의 매치 결과를 식별하는 검색 알고리즘이 개발되어 왔습니다. 재료 식별 확인에 많은 스펙트럼이 포함된 대규모 라이브러리가 반드시 필요한 것은 아닙니다. 포함 가능성이 높은 물질의 스펙트럼만이 포함된 소규모 라이브러리도 특정 용도의 응용에서는 충분합니다. 라이브러리의 크기와 무관하게 라이브러리 검색 알고리즘은 “매치” 정체성을 통해 재료 확인 절차를 간소화합니다.

자동으로 각 라이브러리 항목에 대해 검색 결과 품질 지수(HQI)가 계산됩니다. HQI 값은 측정된 스펙트럼 및 라이브러리 스펙트럼 매치가 얼마나 잘 계산되었는지를 나타냅니다. HQI는 종종 재료 식별 및 확인 워크플로에서 통과/실패의 기준으로 사용됩니다.

Agilent MicroLab 소프트웨어를 이용한 라이브러리 검색

Cary 630 FTIR 분광기 및 애질런트 모바일 및 핸드헬드 FTIR 시스템과 함께 제공되는 MicroLab 소프트웨어는 검색 방법 기반 접근 방식을 사용합니다. 이 소프트웨어는 일단 검색 방법이 설정되고 나면 다음 섹션에서 설명하는 바와 같이 FTIR 시스템을 빠른 의사결정을 가능케 하는 툴 솔루션으로 탈바꿈시킵니다.

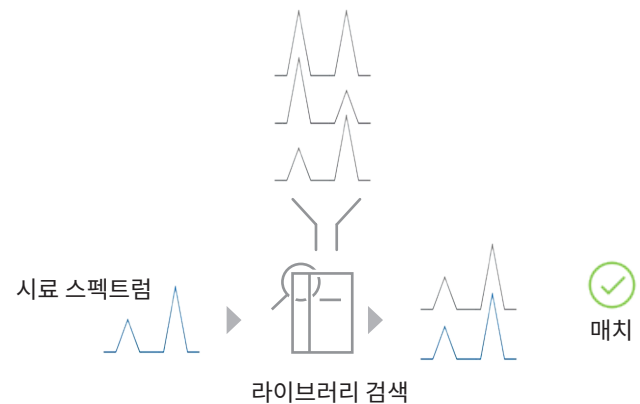


그림 3. 미지 시료의 FTIR 스펙트럼을 알려진 화합물의 스펙트럼과 비교하면 미지 물질을 식별할 수 있습니다. 이 워크플로는 “라이브러리 검색”으로 불리며, Agilent MicroLab 소프트웨어를 사용해 자동으로 수행 가능합니다.

The screenshot shows the Agilent MicroLab software interface. The top menu bar includes 'Info', 'Type', 'Instrument', 'Libraries', 'Search', 'Custom Fields', and 'Reports'. The 'Search' tab is active, showing a 'Search Algorithm' dropdown set to 'Similarity'. Below this, there are input fields for 'Derivative Algorithm Gap' (set to 1), 'Minimum Hit Quality (0-100)' (set to 80), 'Maximum Hits Displayed' (set to 6), 'Quality Critical Threshold' (checked, set to 0.85), and 'Quality Marginal Threshold' (checked, set to 0.90). There is also a 'Display Metadata' checkbox. On the right, the 'Exclude Search Regions (cm-1):' section shows a list with '1650.00 to 1600.00'. Below this list are 'Add...', 'Remove', and 'Remove All' buttons. At the bottom, the 'Auto Residual Search' section has an 'Enabled' checkbox and radio buttons for 'Top Hit' (selected) and 'Defined Spectrum'.

그림 4. Agilent MicroLab 소프트웨어에서 라이브러리 검색 방법 및 검색 파라미터는 특정 식별 응용을 위해 맞춤 설정이 가능합니다. 결과 표시 설정 역시 맞춤형으로 설정 가능하므로, 결과는 분석 및 보고가 쉽습니다.

검색 방법 설정

검색 방법 설정 과정에서 라이브러리 검색 방법은 식별 응용에 따라 맞춤으로 설정할 수 있습니다.

- 여러 라이브러리를 동시에 검색할 수 있습니다. 예를 들어 시료 식별을 위한 참고 표준물질이 포함된 1개의 라이브러리와 반복 등장하는 문제를 식별하기 위한 사양 밖 시료가 포함된 다른 라이브러리를 동시에 검색할 수 있습니다
- 다양한 종류의 검색 알고리즘 선택이 가능합니다(Euclidean, absolute value, derivative absolute value, least square, derivative least square, correlation, derivative correlation, similarity, derivative similarity, extended correlation)
- 스펙트럼 범위는 분석에서 제외할 수 있습니다
- 최소 HQI와 최대 매치 수를 설정하면 관련 라이브러리 결과만 표시됩니다

- HQI를 바탕으로 한 결과의 색상 코딩으로 신뢰 수준을 정의할 수 있으므로 오류로 이어질 수 있는 결과 간과의 가능성을 줄이면서 사용자가 결과를 해석할 수 있도록 합니다
- 추가 화합물 관련 정보 표시가 가능합니다(예: 유해성 정보)

분석 수행

MicroLab은 그림을 사용해 사용자를 샘플링(예: 고체 시료에서 ATR Press를 어떻게 사용하는가)과 세척 절차를 포함한 분석의 모든 단계로 안내합니다(그림 5). 홈 화면의 **Start(시작)** 버튼을 클릭하면 분석이 시작됩니다.

데이터 수집 후 소프트웨어는 자동으로 라이브러리 검색을 실시해 그림 6과 같이 사용자에게 라이브러리 최고 매치 결과를 알기 쉬운 결과 표시 형식으로 제공합니다.



그림 5. Agilent MicroLab 소프트웨어의 영상 안내 인터페이스는 Agilent Cary 630 FTIR를 사용한 분석 과정을 쉽게 해주어, 교육의 필요성을 줄여줍니다. 이 소프트웨어는 작업자가 기기 사용 시 보게 되는 상황을 그대로 보여줍니다. 데이터 수집 후 결과는 그림 6과 그림 10에서처럼 알아보기 쉬운 형태로 직접 표시됩니다. 사용자가 결과를 확인한 후, 소프트웨어는 다음 분석을 시작해 연속적인 분석 워크플로를 보장합니다.



그림 6. Agilent MicroLab 소프트웨어에서 라이브러리 검색 방법의 결과 화면은 이해하기 쉬우며, 비전문가 사용자도 결과를 검토하고 해석할 수 있습니다. 왼쪽: 라이브러리 매치 결과 데이터는 목록 또는 목록 및 스펙트럼의 형태로 표시됩니다. 오른쪽: 옵션으로 유해성 정보 및 최초 처리 정보를 포함한 화학적 메타데이터 표시가 가능합니다.

라이브러리 및 라이브러리 관리

라이브러리 검색 품질의 상당 부분은 라이브러리 품질에 달려 있습니다. 애질런트는 MicroLab 소프트웨어와 함께 사용할 수 있는 다양한 종류의 바로 사용 가능한, 응용별 라이브러리를 제공합니다.

스펙트럼 라이브러리는 또한 MicroLab 소프트웨어 내에서 쉽게 생성, 유지, 관리할 수도 있습니다(그림 7). 새 라이브러리는 몇 초 만에 생성 가능합니다. 스펙트럼은 라이브러리 생성 시, 또는 그 이후 어떤 시점에선 결과 화면에서 바로 추가 가능합니다.

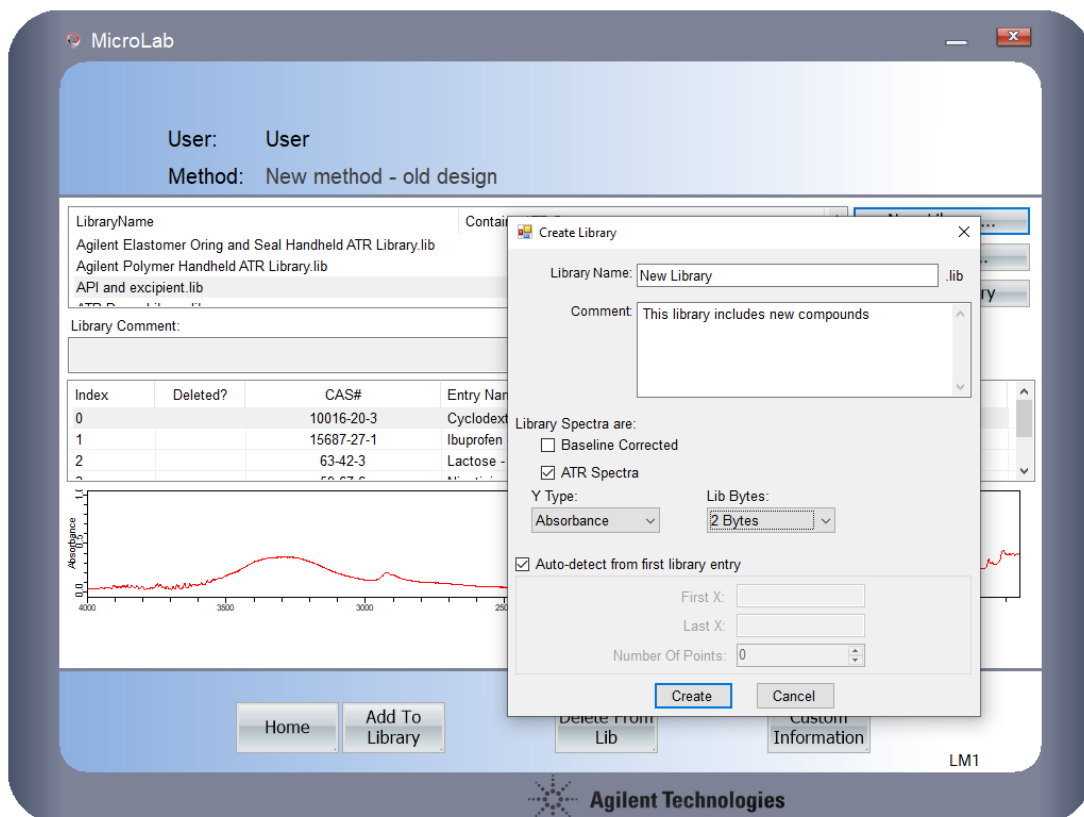


그림 7. Agilent MicroLab 소프트웨어의 라이브러리 관리는 빠르고 쉽습니다. 새 라이브러리는 몇 초 만에 생성 가능하며, 라이브러리 내용은 필요할 때 업데이트가 가능합니다.

응용 사례

응용 사례 1: 의약품의 재료 식별 확인

흔히 사용되는 3개 원료 의약품(API) 살리실산, 이부프로펜, 니코틴산 및 부형제(α -cyclodextrin) 표준물질의 IR 스펙트럼을 다이아몬드 ATR 샘플링 모듈을 갖춘 Cary 630 FTIR로 수집하였습니다. MicroLab 소프트웨어 내에서 스펙트럼 라이브러리를 생성하고 수집한 참조 스펙트럼을 라이브러리에 추가하였습니다. 이 스펙트럼 라이브러리는 그림 8의 파라미터를 적용한 라이브러리 검색 방법에 사용되었습니다.

재료 식별 확인 방법을 사용해 다양한 살리실산, 니코틴산, 이부프로펜, α -cyclodextrin의 시료군을 분석하였습니다. MicroLab 소프트웨어는 모든 테스트 물질을 올바르게 식별하고 확인하였습니다. HQI는 0.99238(살리실산), 0.99775(니코틴산), 0.98641(이부프로펜), 0.98675(α -cyclodextrin)였으며, 유사도 검색 알고리즘을 사용해 이론적으로 가능한 최고 수치는 1입니다 (그림 9).

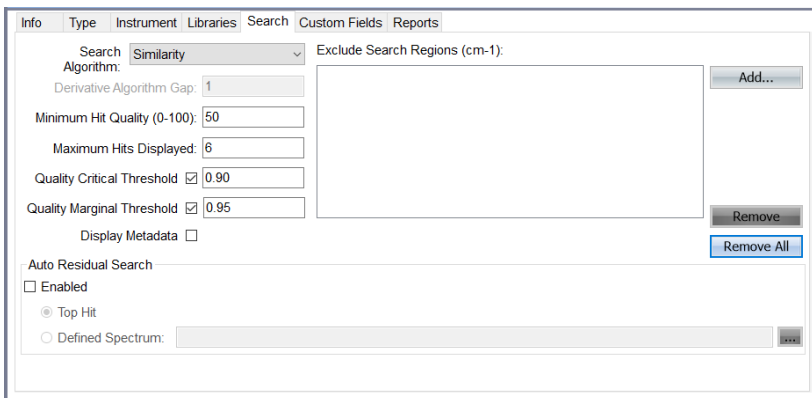


그림 8. 의약품 API의 정체성을 확인하는 데 사용된 라이브러리 검색 파라미터입니다. Quality Critical Threshold(품질 중요 임계값) 및 Quality Marginal Threshold(품질 한계 임계값) 설정이 결과 표시의 색상 코드를 정의합니다.



그림 9. Agilent MicroLab 소프트웨어는 라이브러리 검색 결과에 색상 코드를 적용합니다. 색상 코드는 결과 해석을 쉽게 해 주고, 오류로 이어질 수 있는 실수 가능성을 줄여줍니다. 스크린샷은 녹색으로 표시된 α -cyclodextrin 결과이며, 이는 라이브러리 스펙트럼의 우수한 매치율을 나타냅니다.

예시 응용 분석 2: 폴리머 시료 식별

다이아몬드 ATR 샘플링 모듈을 갖춘 Cary 630 FTIR을 사용해 폴리프로필렌, 폴리카보네이트, 염화 폴리에틸렌, 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리 염화비닐 등 5개의 다른 플라스틱 물질을 분석하였습니다.

Agilent MicroLab 소프트웨어 내에서 Agilent FTIR 스펙트럼 라이브러리 ATR 폴리머 및 폴리머 첨가제(제품 번호 G8045AA, 옵션 106)를 선택하였습니다. 스펙트럼 라이브러리에는 7,974개의 선택된 폴리머, 플라스틱, 폴리머 첨가제, 가소제, 포장재 스펙트럼이 포함되어 있습니다.

유사도 알고리즘을 통해 스펙트럼 라이브러리를 검색해 5개의 모든 폴리머 시료가 HQI 결과에 표시된대로 올바르게 식별되었습니다. HQI 값은 0.98315(폴리프로필렌), 0.97298(폴리카보네이트), 0.97212(염화 폴리에틸렌), 0.96238(폴리에틸렌 테레프탈레이트), 0.98360(폴리 염화비닐)이었으며, 유사도 검색 알고리즘을 사용해 이론적으로 가능한 최고 수치는 1입니다(그림 10).

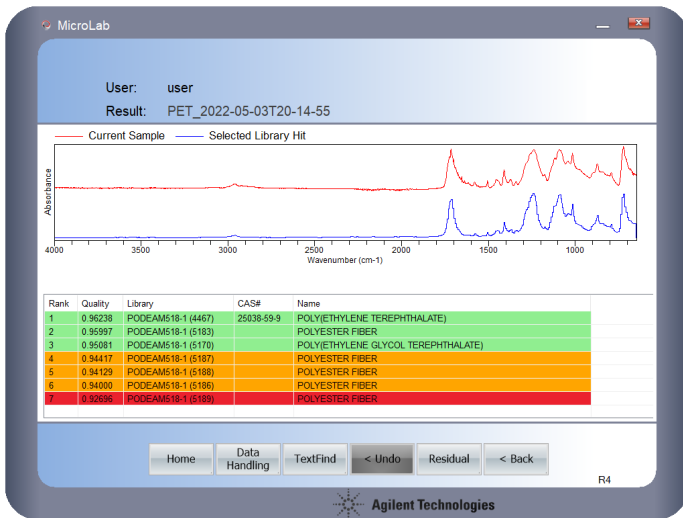


그림 10. 다이아몬드 ATR 샘플링 모듈을 갖춘 Agilent Cary 630 FTIR을 사용해 얻은 매치 결과에 색상 코드가 적용되어 빠르고 명확하게 표시됩니다. 일상적이고 정상적인 재료 식별 방법을 사용하면 높은 신뢰도의 폴리머 식별을 자동으로 수행합니다.

스펙트럼 수동 비교

미지 물질의 식별은 IR 스펙트럼 수동 비교를 통해서도 가능합니다. 시료의 스펙트럼은 참조 물질의 스펙트럼과 시각적으로 비교하거나, 관찰된 피크를 라벨링한 후 기록된 값과 비교할 수 있습니다.

일반적으로 대부분의 스펙트럼 정보는 IR 스펙트럼의 지문 영역(대략 400~1,500cm⁻¹)에서 발견됩니다. MicroLab 소프트웨어는 이 지문 영역의 파수 확장 및 스펙트럼의 고에너지 영역 압축을 가능케 합니다(그림 11). 스펙트럼의 확장은 보다 유의미한 지문 영역을 더 쉽고 자세하게 조사할 수 있도록 합니다.

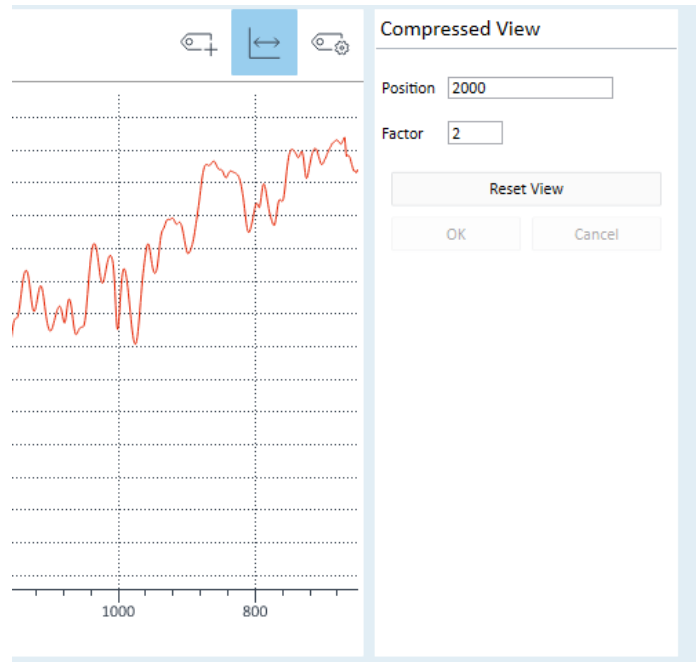


그림 11. 물질의 IR 스펙트럼은 특정 작용기의 존재와 같이 물질 조성에 관한 귀중한 정보를 제공할 수 있습니다. 종종 대부분의 유의미한 밴드는 IR 스펙트럼의 지문 영역(대략 400~1,500cm⁻¹)에서 발견됩니다. Agilent MicroLab 소프트웨어에서 파수 확장 계수 적용이 가능하므로, 관심 스펙트럼 범위에 대한 보다 자세한 분석이 가능합니다.

응용 사례 3: 수동 스펙트럼 비교를 통한 API의 재료 식별 확인

리팜피신(rifampin, 항생제 API)을 포함한 브롬화 칼륨(KBr) 펠렛의 IR 스펙트럼을 투과 샘플링 모듈을 갖춘 Cary 630 FTIR을 사용해 수집하였습니다. 4,000~2,000cm⁻¹ 범위에서는 스펙트럼 정보가 거의 관찰되지 않았으며, 대부분의 밴드는 2,000~600cm⁻¹의 범위에서 발견되었습니다. MicroLab 소프트웨어의 그래픽 결과 화면에서 대부분의 지문 영역은 확장되었으며(계수 2), 이보다 높은 파수의 스펙트럼은 압축되었습니다(그림 12).

스펙트럼을 확장함으로써 시료 스펙트럼을 중국 약전 위원회 (Chinese Pharmacopoeia Commission)가 편찬한 의약품 적외선 스펙트럼 Atlas의 참조 스펙트럼과 쉽게 비교할 수 있었습니다. 유의미한 밴드는 라벨 처리되었으며, 소프트웨어는 자동으로 스펙트럼 및 모든 라벨링된 피크를 포함한 PDF 보고서를 생성합니다(그림 13).

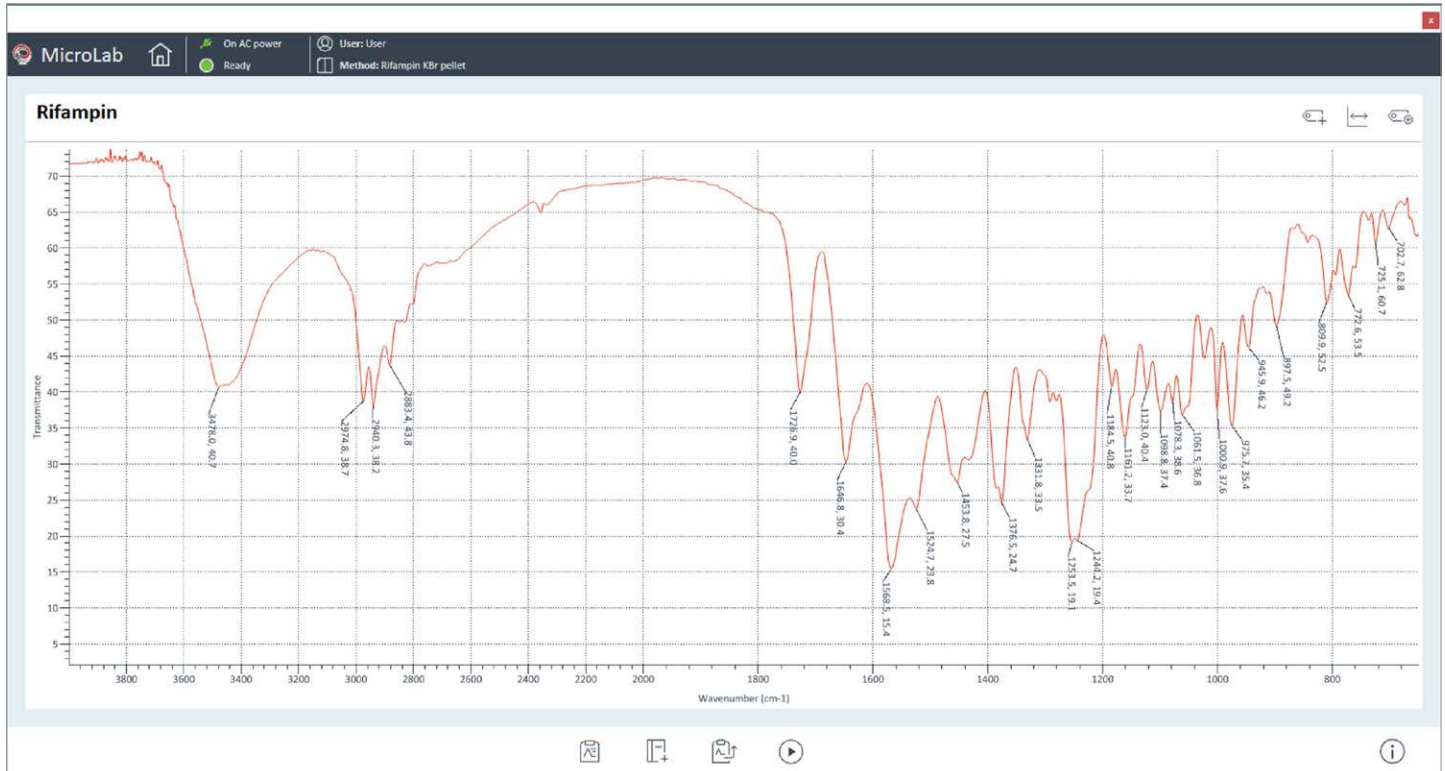


그림 12. 리팜피신의 IR 스펙트럼. 스펙트럼 검토를 돕기 위해 지문 영역이 계수 2를 적용해 높은 파수 영역보다 확장되었으며, 유의미한 밴드는 라벨링 처리되었습니다.

