



Application Note AN-NIR-078

Analyse automatisée de l'humidité dans les peptides pharmaceutiques

Contrôle de qualité non destructif

La quantification de l'humidité résiduelle dans les peptides pharmaceutiques lyophilisés est une mesure importante pour le contrôle de la qualité dans l'industrie pharmaceutique. Des analyses sont régulièrement effectuées pour le contrôle des processus et pour s'assurer que les lots de production répondent aux spécifications requises. À des fins de développement, ces mesures sont nécessaires lors des études de stabilité et pour optimiser le processus de lyophilisation.

Actuellement, le titrage Karl Fischer est largement utilisé pour la détermination de l'humidité dans les analyses de routine. Cependant, la mesure de la teneur en eau par cette méthode prend du temps et l'échantillon est détruit pendant l'analyse. Cette note d'application montre que la spectroscopie dans le proche infrarouge (NIRS) est une méthode rapide, sans réactif et non destructive pour déterminer la teneur en eau des produits pharmaceutiques lyophilisés.

CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

17 spectres d'échantillons à teneur en eau variable ont été recueillis à l'aide d'un analyseur Metrohm NIRS XDS OptiProbe en combinaison avec le processeur d'échantillons robotisé 815. Avec le grand rack d'échantillons attaché, il a été possible d'automatiser les mesures d'un maximum de 62 échantillons en série. Les valeurs de référence ont été obtenues par titrage KF. L'ensemble des données comprenant les spectres et les valeurs de laboratoire a été divisé en un ensemble d'étalonnage (11 échantillons) et un ensemble de validation (6 échantillons). La détection des valeurs aberrantes a été effectuée sur des spectres prétraités (2e dérivée) à l'aide d'un algorithme de distance maximale dans l'espace des longueurs d'onde.



Figure 1. L'analyseur NIRS XDS OptiProbe et le processeur d'échantillons robotisé 815.

Prétraitement	Algorithme	Type de validation
2e dérivée	PLS	Ensemble de validation indépendant

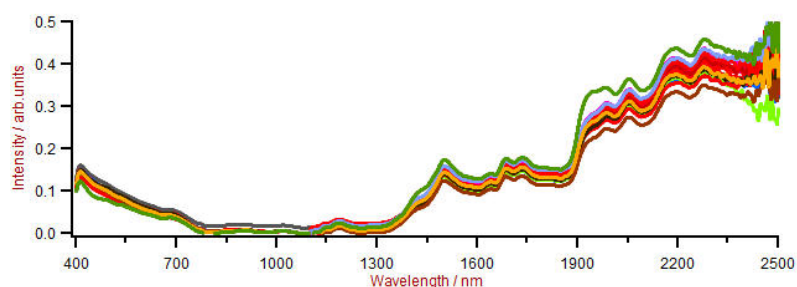


Figure 2. Échantillons de protéines mesurés avec une teneur en eau variable.

RÉSULTAT ET CONCLUSION

Le graphique de corrélation obtenu montre une très forte corrélation ($R^2 = 0,99$) entre l'humidité prédite par le NIRS et la méthode primaire de titrage KF. Les

valeurs SEC et SEV sont de l'ordre de 0,060%, ce qui prouve que la NIRS est une technique sensible et appropriée pour la détermination de l'humidité.

# Facteurs	R^2	SEC	SEV
2	0.99	0.054%	0.061%

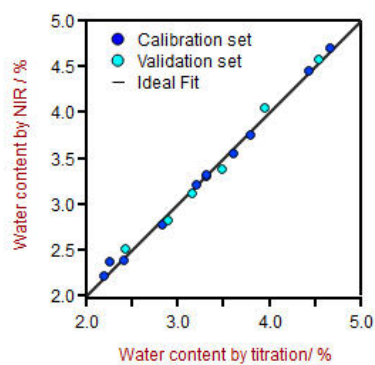


Figure 3. Graphique de corrélation entre l'humidité prédite par la NIRS et le titrage.

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



NIRS XDS Interactance OptiProbe Analyzer

Système de mesure robuste pour contrôle des réactions en laboratoire technique et dans des installations pilotes.

L'analyseur NIRS XDS Interactance OptiProbe Analyzer permet un contrôle simple et fiable des réactions chimiques en laboratoire technique ainsi que dans des installations pilotes. Le développement de méthodes et la transposition des processus de production à plus grande échelle sont des domaines d'application où le NIRS XDS Interactance OptiProbe Analyzer fournit des résultats d'une excellente précision pour l'identification et la détermination de la qualité d'échantillons les plus divers. Alors que la sonde de réflexion mesure les matières solides, les liquides à fort pouvoir de dispersion et les boues, la sonde de transflexion se charge des analyses de produits aqueux, de liquides clairs et de solvants. La sonde est connectée à l'analyseur par un conducteur optique, ce qui garantit des mesures sûres même dans des conditions difficiles dans l'environnement de production.



815 Robotic USB Sample Processor XL (1T/1P)

Robotic USB Sample Processor XL avec un poste de travail et une pompe à membrane intégrée pour un traitement automatique des échantillons de routine en série et en grand nombre, ainsi que des préparations complexes d'échantillons ou des séquences parallèles. En plus de la pompe intégrée, il est possible de connecter une deuxième pompe (à membrane ou péristaltique), ainsi que jusqu'à trois burettes pour les tâches de manipulation des liquides (LQH).

En raison du grand nombre des variantes d'applications, le rack, l'agitateur, la tête de titrage, le bras pivotant et la Swing Head, ainsi que les récipients d'échantillon, sont conçus spécifiquement pour chaque application et doivent donc être commandés séparément.

Le Touch Control permet un contrôle en « stand alone ». Pour un contrôle par le biais d'un PC, les produits logiciels suivants sont disponibles : le logiciel de titrage tiamo™, le logiciel de chromatographie MagIC Net, le logiciel de voltampérométrie viva ou OMNIS.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - logiciel universel de spectroscopie.

Vision Air Complete est une solution logicielle moderne et simple d'utilisation pour une application dans un environnement réglementé.

Aperçu des avantages de Vision Air :

- Des applications logicielles individuelles avec interface utilisateur adaptée sont le garant d'un maniement intuitif et simple
- Établissement et suivi simples des procédures de travail
- Base de données SQL pour une gestion sûre et simple des données

La version Vision Air Complete (66072208) comprend toutes les applications d'assurance qualité par spectroscopie Vis-NIR :

- Application de gestion des instruments et des données
- Application de développement de méthodes
- Application d'analyse de routine

Autres solutions Vision Air Complete :

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)



tiamo 3.0 light sur clé USB : 1 licence

tiamoTM 3.0 light, logiciel ordinateur pour contrôler un système de titrage.

Il est possible de raccorder un ou deux appareils Metrohm (Titrino, Titrand, etc.), des balances et d'autres appareils génériques (c'est-à-dire d'autres fabricants que Metrohm) peuvent être supportés sans restriction

Éditeur graphique de méthode proposant de nombreux modèles

Gestionnaire de mise en page pour les différentes interfaces graphiques

Base de données professionnelle avec reprédiction

Générateur de rapports performant

Exportation des données aux formats PDF, CSV, SLK

Pas de titrage parallèle

Pas d'exportation des données au format XML pour LIMS

Langues de dialogue : allemand, anglais, français, italien, espagnol, tchèque, portugais, polonais, russe, slovaque, japonais, chinois, chinois traditionnel