

Identification des solvants organiques conventionnels à l'aide de spectromètres Raman portatifs

Cette note d'application décrit l'identification et la confirmation rapides et non destructives des solvants organiques couramment utilisés, qui jouent un rôle important dans de nombreux segments du marché, par spectroscopie Raman portable. Les mesures effectuées avec le spectromètre Raman

portable Mira M-1 ne nécessitent pas de préparation de l'échantillon et permettent d'obtenir des résultats instantanés qui identifient les solvants organiques sans ambiguïté, reléguant dans l'ombre les méthodes traditionnelles telles que la CLHP, la CG et la CCM.

INTRODUCTION

Les solvants sont des liquides qui ont la capacité de dissoudre, de suspendre ou d'extraire d'autres matériaux (solides). Ils ont un large éventail d'utilisations, notamment pour le traitement, l'application, le nettoyage ou la séparation de matériaux. Considérés comme une évidence, on oublie souvent l'importance des solvants dans la vie quotidienne. En fait, sans solvants, de nombreux produits que nous utilisons et sur lesquels nous comptons, de la pénicilline à la peinture industrielle, ne répondraient pas aux normes que nous exigeons aujourd'hui.

Les solvants organiques jouent un rôle important

dans de nombreux produits de beauté et cosmétiques, peintures, parfums et réactions de synthèse. En outre, il ne faut pas oublier l'industrie pharmaceutique, qui peut être considérée comme le domaine le plus gourmand en solvants. Les solvants y sont utilisés comme milieux de réaction, pour la séparation et la purification des produits de synthèse, pour l'enrobage des comprimés, etc.

Cette étude présente une alternative rapide à l'analyse HPLC, GC et TLC des solvants entrants. En outre, les caractéristiques attrayantes de la spectroscopie Raman portable, comparées à d'autres techniques d'analyse, sont décrites.

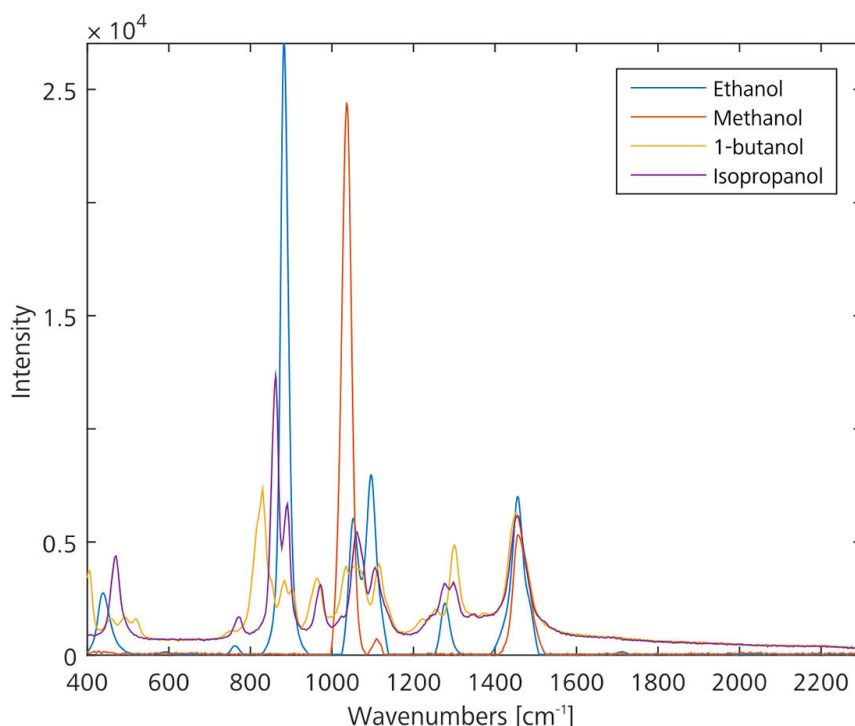


Figure 1. Spectres Raman superposés de l'éthanol, du méthanol, du 1-butanol et de l'isopropanol.

EXPÉRIMENTAL

Tous les spectres ont été mesurés à l'aide du spectromètre Raman Mira M-1 en mode d'acquisition automatique, c'est-à-dire que les temps d'intégration ont été déterminés automatiquement. Une longueur d'onde laser de 785 nm et la technique ORS (Orbital-Raster-Scan) ont été utilisées. Les spectres des solvants présents dans des bouteilles ambrées ont été enregistrés à l'aide de l'adaptateur point-and-shoot, adapté à une longue distance de travail (LWD). Les solvants recus dans des récipients en

plastique épais ont d'abord été transférés dans des flacons en verre transparent avant d'être analysés à l'aide de l'accessoire porte-flacon.

Une collection de solvants couramment utilisés tels que le **méthanol**, l'**éthanol**, l'**isopropanol (IPA)**, le **tétrahydrofurane (THF)**, l'**acétonitrile**, le **dichlorométhane (DCM)**, le **cyclohexane**, le **xylène**, le **sulfoxyde de diméthyle (DMSO)** ont été utilisés pour construire une bibliothèque spécifique avec le logiciel Mira Cal.

Le Raman offre une grande sélectivité pour les solvants comportant des doubles liaisons, des triples liaisons ou des groupes fonctionnels aromatiques. Les solvants hydrocarbonés aliphatiques couramment utilisés, tels que l'hexane et l'heptane,

ont pu être facilement identifiés et confirmés sur la base de la valeur de corrélation spectrale très différenciée. La **figure 2** présente une superposition de solvants chlorés couramment utilisés.

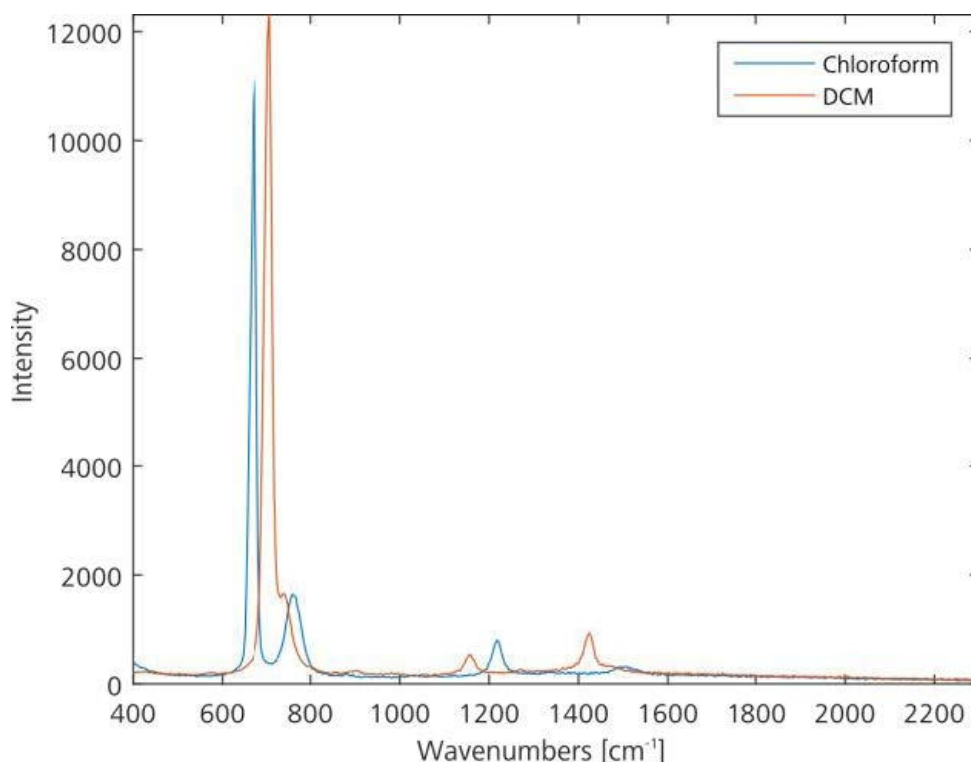


Figure 2. Superposition de chloroforme et de DCM, deux solvants chlorés largement utilisés.

La **figure 2** montre qu'il existe suffisamment de différences entre les spectres du chloroforme et du DCM pour permettre une différenciation correcte. En corrélant les spectres du chloroforme avec ceux du DCM, on obtient une corrélation spectrale de 0,081, ce qui indique la spécificité et l'identification sans ambiguïté de ces deux solvants.

La **figure 3** résume la manière dont le Mira (avec la

technique ORS) permet d'identifier sans ambiguïté tous les solvants courants utilisés dans les industries chimiques et pharmaceutiques. Les neuf solvants sont correctement identifiés avec des valeurs de corrélation spectrale supérieures à 0,98, tandis que les valeurs de corrélation spectrale pour les solvants ne correspondant pas sont inférieures à 0,4.

Lib Smpl	MeOH	EtOH	IPA	THF	ACN	DCM	CYH	XYL	DMSO
MeOH	1.00	0.01	0.07	0.07	0.01	0.00	0.13	0.09	0.08
EtOH	0.01	1.00	0.04	0.23	0.07	0.00	0.00	0.00	0.01
IPA	0.07	0.04	1.00	0.15	0.05	0.01	0.01	0.05	0.00
THF	0.07	0.23	0.15	1.00	0.44	0.00	0.01	0.00	0.00
ACN	0.01	0.07	0.05	0.44	1.00	0.00	0.00	0.02	0.00
DCM	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	1.00	0.00	0.16	0.03
CYH	0.13	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00	1.00	0.08	0.00
XYL	0.09	0.00	0.05	0.00	0.02	0.16	0.08	1.00	0.05
DMSO	0.08	0.01	0.00	0.00	0.00	0.03	0.00	0.05	1.00

Figure 3. Valeurs de corrélation montrant les résultats de la sélectivité du Mira M-1

Cela montre que la région spectrale utilisée pour l'identification spectrale des solvants est parfaitement adaptée au développement d'une bibliothèque de solvants spécifiques et à son utilisation pour l'identification.

En outre, de nombreux autres solvants

structurellement similaires ont été testés, par exemple l'hexane et l'heptane, le toluène et le xylène. Le Mira M-1 est capable de différencier des molécules de solvants structurellement similaires et fait preuve d'une grande sélectivité. La **figure 4** montre une superposition d'hexane et d'heptane.

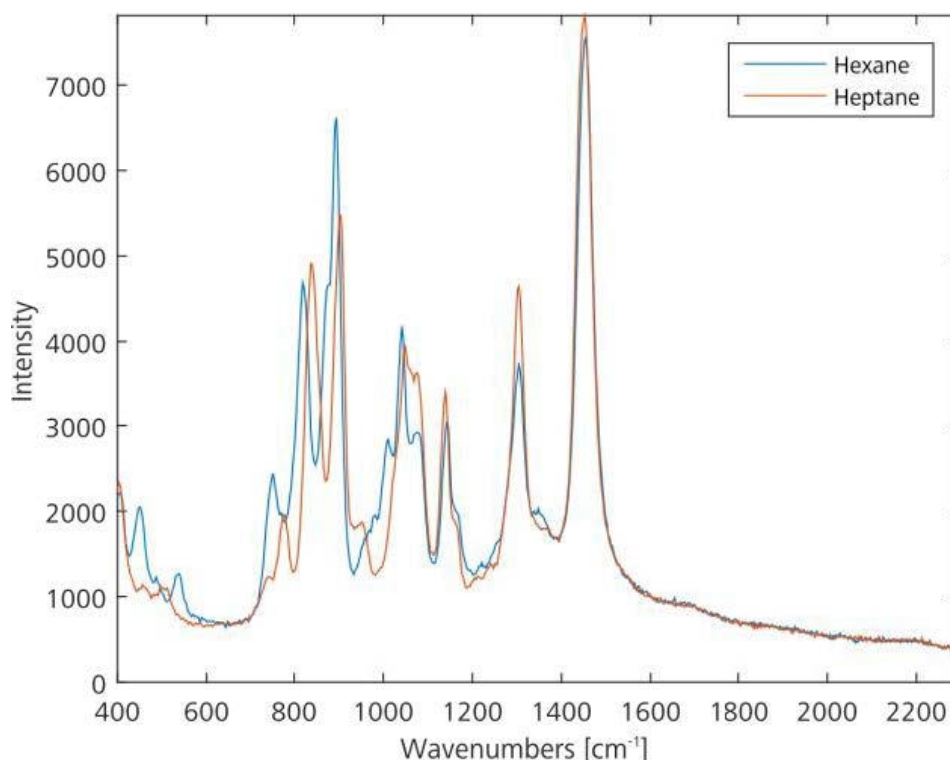


Figure 4. Overlay de l'hexane et de l'heptane, montrant la similitude des spectres.

CONCLUSION

Ce travail montre que le spectromètre Raman portable Mira M-1 est une technique fiable pour l'identification et la confirmation des solvants utilisés dans une variété d'industries. Les mesures effectuées avec le Mira ne prennent généralement que quelques secondes et permettent d'obtenir

rapidement des informations de confirmation sur les différents solvants. Ainsi, le Mira pourrait être facilement mis en œuvre dans la zone de réception pour une identification rapide des solvants, ou même pour le contrôle de la qualité des solvants.

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



MIRA P Advanced

Le Metrohm Instant Raman Analyzer (MIRA) P est un spectromètre Raman portable performant qui s'utilise pour les déterminations rapides et non destructives et le contrôle des matériaux les plus divers, comme les principes actifs pharmaceutiques et les excipients. De très petite taille, le MIRA P est pourtant très robuste et dispose d'une structure de spectrographe haute efficacité, équipée de notre technologie « Orbital Raster Scan » (ORS) inédite. MIRA P satisfait aux prescriptions FDA 21 CFR partie 11.

Le Advanced Package comprend une lentille avec laquelle les matériaux peuvent être analysés directement ou dans leur conditionnement (classe de laser 3b), ainsi qu'un support de flacon pour analyser les échantillons dans des flacons en verre (classe de laser 1).