



Application Note AN-NIR-078

Analisi automatizzata dell'umidità nei peptidi farmaceutici

Controllo della qualità non distruttivo

La quantificazione dell'umidità residuale nei peptidi per uso farmaceutico liofilizzati è una misura importante del controllo di qualità nel settore farmaceutico. Le analisi vengono eseguite di routine per il controllo del processo e per garantire che i lotti di produzione soddisfino le specifiche richieste. Ai fini dello sviluppo dei prodotti, tali misure sono necessarie e vengono eseguite regolarmente durante gli studi di stabilità e per ottimizzare il processo di congelamento-essiccazione (liofilizzazione).

Al momento, per la determinazione dell'umidità nell'analisi di routine si utilizza ampiamente la titolazione Karl Fischer. Tuttavia, la misurazione del contenuto d'acqua con questo metodo richiede tempo e il campione viene distrutto durante l'analisi. Questa Application Note mostra che la spettroscopia nel vicino infrarosso (NIRS) è un metodo rapido, senza reagenti e non distruttivo per determinare il contenuto di umidità nei prodotti farmaceutici liofilizzati.

STRUMENTI DI ANALISI

17 spettri di campioni con contenuto di umidità variabile sono stati raccolti utilizzando un analizzatore Metrohm NIRS XDS OptiProbe in combinazione con il Robotic Sample Processor 815. Con il grande rack per campioni allegato, è stato possibile automatizzare misurazioni fino a 62 campioni in serie. I valori di riferimento sono stati ottenuti mediante titolazione KF. Il set di dati composto da spettri e valori di laboratorio è stato suddiviso in un set di calibrazione (11 campioni) e un set di convalida (6 campioni). Il rilevamento dei valori anomali è stato eseguito su spettri pretrattati (2nd derivata) utilizzando una distanza massima nell' algoritmo dello spazio delle lunghezze d'onda.



Figure 1. L'analizzatore NIRS XDS OptiProbe e l'815 Robotic Sample Processor.

Pre-elaborazione	Algoritmo	Tipo di convalida
2 nd derivato	PLS	Set di convalida indipendente

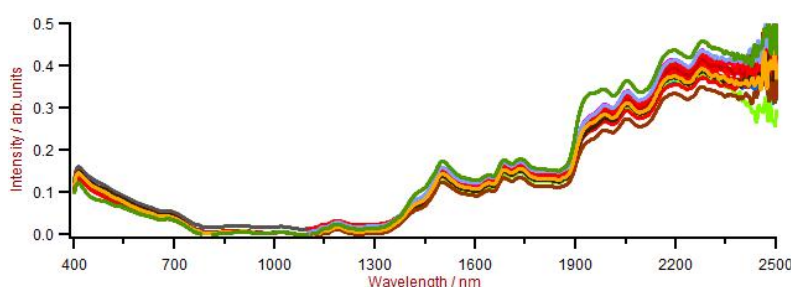


Figure 2. Campioni di proteine misurati con contenuto d'acqua variabile.

RISULTATO & CONCLUSIONE

Il grafico di correlazione ottenuto mostra una correlazione molto alta ($R^2 = 0,99$) tra l'umidità prevista da NIRS e il metodo primario di titolazione KF.

I valori SEC e SEV sono compresi nell'intervallo 0,060%, il che dimostra che NIRS è una tecnica sensibile e adatta per la determinazione dell'umidità.

# Fattori	R^2	SEC	SEV
2	0,99	0,054%	0,061%

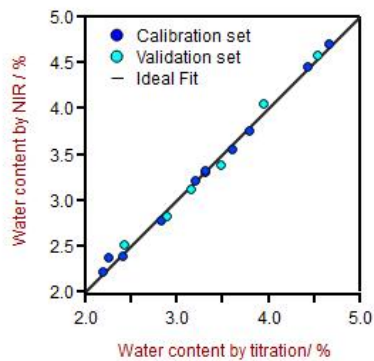


Figure 3. Grafico di correlazione per l'umidità prevista da NIRS rispetto alla titolazione.

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

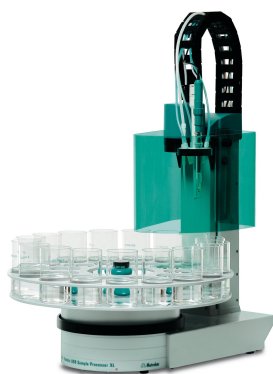
info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



NIRS XDS Interactance OptiProbe Analyzer
Robusto sistema di misura per il monitoraggio delle reazioni in impianti di ricerca e pilota.

Il NIRS XDS Interactance OptiProbe Analyzer consente il monitoraggio semplice e affidabile di reazioni chimiche in impianti di ricerca e pilota. Lo sviluppo di metodi, nonché lo scale-up dei processi produttivi sono campi di applicazione in cui il NIRS XDS Interactance OptiProbe Analyzer fornisce risultati precisi sulla qualità e l'identità dei diversi campioni. Mentre con la sonda di riflessione vengono misurati solidi, liquidi a forte dispersione e fanghi, la sonda di transflessione viene impiegata nell'analisi di prodotti acquosi, liquidi chiari e solventi. La sonda è collegata all'analizzatore tramite una guida ottica, consentendo misurazioni sicure anche in condizioni difficili e pericolose nell'ambiente di processo.



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

Robotic USB Sample Processor XL con una stazione di lavoro e una pompa a membrana incorporata per il trattamento automatico di campioni di routine in serie in grandi quantità nonché preparazione complessa dei campioni o esecuzioni parallele. Oltre a quella incorporata, può essere collegata un'altra pompa (a membrana o peristaltica) nonché fino a tre dosatori per i compiti di Liquid Handling.

Considerate le numerose varianti di applicazione, i rack, gli agitatori, la testa di titolazione, il braccio orientabile e la Swing Head, nonché i contenitori sono personalizzati in base all'applicazione e devono quindi essere ordinati separatamente.

Il controllo avviene in modalità "stand alone" tramite Touch Control. Per il controllo da PC sono disponibili i seguenti software: software per titolazione tiamo™, software per cromatografia MagIC Net, software per voltammetria viva oppure OMNIS.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Software universale per la spettroscopia.

Vision Air Complete è una soluzione software moderna e facile da utilizzare per l'impiego in ambiente regolamentato.

Panoramica dei vantaggi di Vision Air:

- le applicazioni software individuali con interfacce utente personalizzate garantiscono un funzionamento intuitivo e semplice
- semplice creazione e manutenzione dei protocolli
- banca dati SQL per una gestione dei dati sicura e semplice

La versione Vision Air Complete (66072208) include tutte le applicazioni per la garanzia della qualità tramite spettroscopia Vis-NIR:

- applicazione per la gestione degli strumenti e dei dati
- applicazione per lo sviluppo di metodi
- applicazione per l'analisi di routine

Altre soluzioni Vision Air Complete:

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



Tiamo 3.0 light USB: 1 licenza

tiamo™ 3.0 light, programma PC per il controllo di un sistema di titolazione.

Possibilità di collegare fino a due strumenti Metrohm (Titrino, Titrando ecc.) e possibilità illimitata di aggiunta di bilance e altri apparecchi generici (ovvero non Metrohm)

Editor grafico dei metodi con numerosi modelli

Gestione del layout per la personalizzazione dello schermo

Banca dati professionale con analisi successiva

Potente generatore di documenti

Esportazione dati in formato PDF, CSV, SLK

Nessuna titolazione parallela

Nessuna esportazione dati in formato XML per LIMS

Lingue delle finestre di dialogo: tedesco, inglese, francese, italiano, spagnolo, ceco, portoghese, spagnolo, ceco, portoghese, polacco, russo, slovacco, giapponese, cinese, cinese tradizionale