

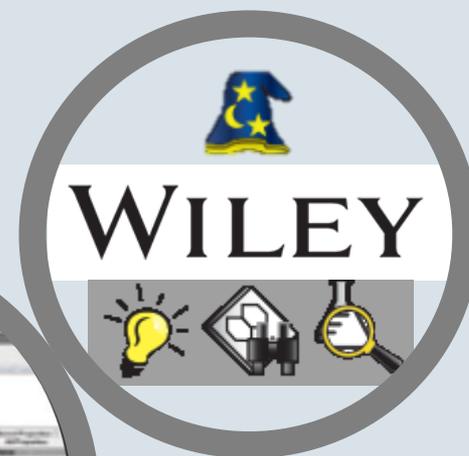
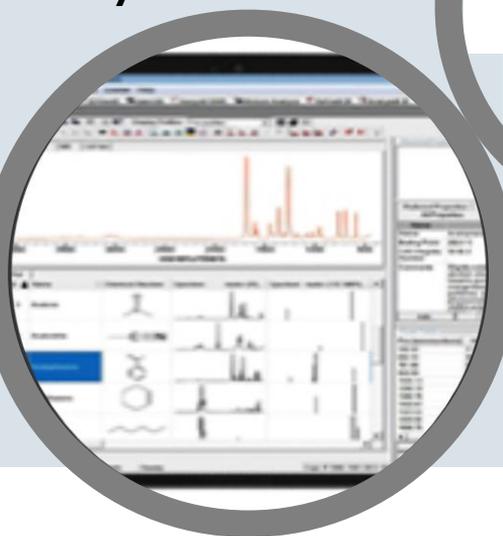
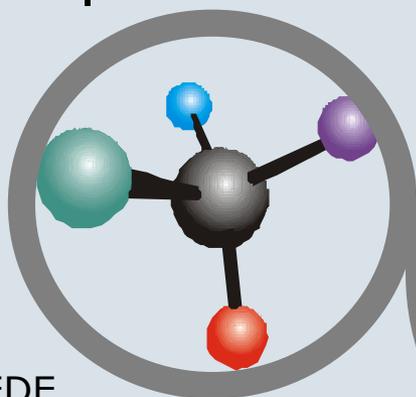
IDENTIFICATION PAR SPECTROMETRIE



Laboratory Equipment & Analysis SAS

INFRAROUGE

Identification de Produits Inconnus à l'Aide du logiciel et des Bases de Données Spectrales Wiley Sadlter KnowItAll



Yann Marfisi

LEA

320 AVENUE ARCHIMÈDE

LES PLÉIADES III BÂT C

13100 AIX-EN-PROVENCE

Mobile : + 33 (0)6 71 21 78 84

Email: yann.marfisi@lea-instruments.fr

Analyse Par Spectrométrie Infra-Rouge

La spectrométrie IR permet l'analyse de composés à l'état Solide Liquide ou Gazeux



Elle permet leur identification y compris en mélanges



L'identification Des Produits

Applications

Contrôle Qualité

Identification de Contaminants

Détection d'Adultérations

Mise en évidence de Fraudes

Identification de Produits inconnus

Déformulation

...

TRANSMISSION vs ATR

TRANSMISSION	ATR
<p data-bbox="185 287 877 391">Les bases de données sont historiquement très fournies</p> <p data-bbox="166 455 896 615">L'intensité des bandes dépend directement de l'épaisseur de l'échantillon</p>	<p data-bbox="1031 287 1804 391">Les bases de données sont plus récentes et moins étendues</p> <p data-bbox="1016 455 1823 672">L'intensité des bandes dépend également de la longueur d'onde et de l'indice de réfraction du cristal et de l'échantillon</p>
<p data-bbox="104 729 1818 833">KnowItAll permet de corriger ces différences pour comparer les spectres ATR avec les bases de données en Transmission et vice versa</p>	
<p data-bbox="141 863 921 1086">Pour des concentrations élevées ou des films épais certaines bandes peuvent être saturées (absorption totale)</p>	<p data-bbox="1010 863 1827 1023">La pression exercée par la presse peut influencer l'intensité et la position de certaines bandes</p>
<p data-bbox="104 1146 1831 1250">KnowItAll utilise un algorithme breveté pour corriger ces distorsions et permettre de comparer les spectres avec la base de données</p>	

KnowItAll est un concept global qui comprend:

- Un logiciel de recherche et d'analyse avancé.
- Un ensemble de bases de données disponibles sous deux formes:
 - Un abonnement annuel avec accès à la totalité des spectres (350 000+)
 - L'achat de bases de données spécifiques correspondant à l'application du client (Polymères, Minéraux, Produits pharmaceutiques...)

KnowItAll permet l'utilisation directe des spectres des différents fabricants d'IRTF sans avoir à effectuer de conversions.

Le logiciel est en Français

Il existe une offre d'essai à titre gratuit valable 15 jours

Identification IR Totalemment Automatisée

ID Expert



ID Expert

Statut de la requête

Contrôles	Statut	Correction ?
Ligne de base	✓	<input type="checkbox"/>
Bruit	✓	<input type="checkbox"/>
Contaminants	✓	<input type="checkbox"/>
Technique	✓	IR

Seuil de sélection de pic:

Corrections optimisées

Aucun

Statut de la recherche

Résultats pour 1 composant:

Résultats des pics:

BARRE PLAGE D'EXCLUSION

BARRE PLAGE D'INCLUSION

Résultats pour 1 composant | Résultats des pics | Groupes fonctionnels

Dès l'ouverture du spectre KnowItAll contrôle et applique les corrections qu'il juge nécessaires et lance la recherche

Identification IR avec ID Expert

Résultats pour 1 Composé



ID Expert

Statut de la requête

Contrôles	Statut	Correction ?

Liste des résultats pour 1 composé triés par score

Statut de la recherche
meilleur résultat: 70.7%

Résultats pour 2 composants:

Créer un rapport

BARRE PLAGE D'EXCLUSION

Résultats pour 1 composant | Résultats des pics | Groupes fonctionnels

	Score	Info	Nom	Structure chimique
1	70.38		3-MERCAPTOPROPIONAMIDE,	
2	66.77		17,20alpha,21-TRIHYDROXPREGN-4-EN-3-ONE	
3	66.37		ETHISTERONE	
4	63.42		16alpha,17alpha-DIMETHYL-11beta-HYDROXY-17-3,3-	

Identification IR avec ID Expert

Résultats pour 3 Composés



ID Expert

Statut de la requête

Contrôles	Statut	Correction ?
Ligne de base	✓	<input type="checkbox"/>
Bruit	✓	<input type="checkbox"/>

BARRE PLAGE D'EXCLUSION

BARRE PLAGE D'INCLUSION

Résultats pour 1 composant | Résultats pour 2 composants | **Résultats pour 3 composants** | Résultat: < >

Score	Info	Poids	Nom	Structure chimique	Spectre
76.39		S.O.	Spectre composite		
	<input type="checkbox"/>	0.43	ETHISTERONE		
	<input type="checkbox"/>	0.30	EPIANDROSTERONE		
	<input type="checkbox"/>	0.27	PREDNISOLONE IN KBr		

Résultats pour 3 composants:

Créer un rapport

Liste des résultats pour 3 composés triés par score.

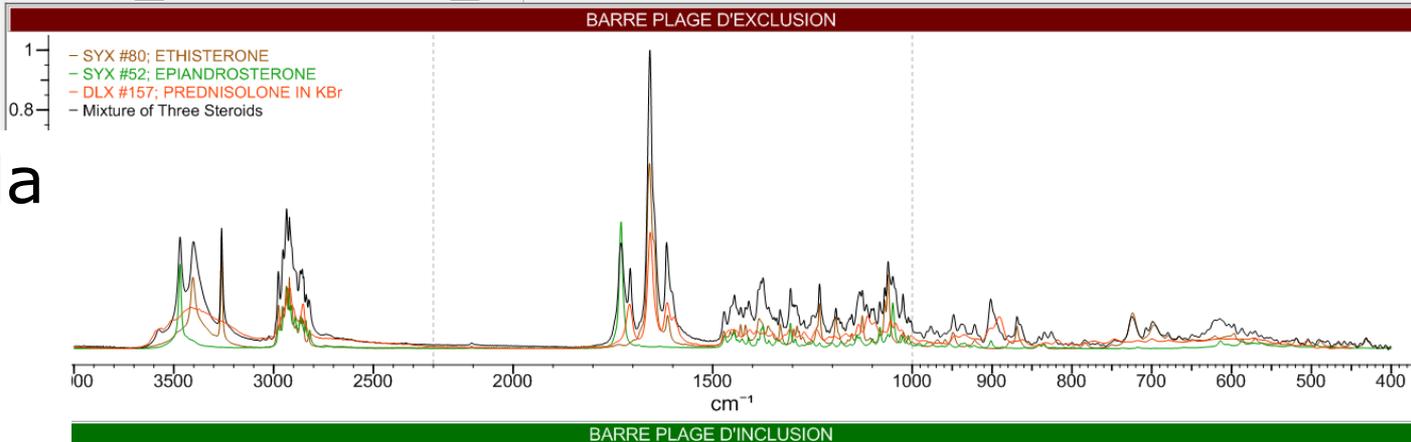
Ici c'est la solution optimale

Identification IR avec ID Expert

Résultats pour 3 Composés



Affichage de la contribution des trois spectres



Décalage horizontal, Décalage vertical

Statut de la recherche
Meilleur résultat: 70.4%

Résultats pour 2 composants:
Meilleur résultat: 72.7%

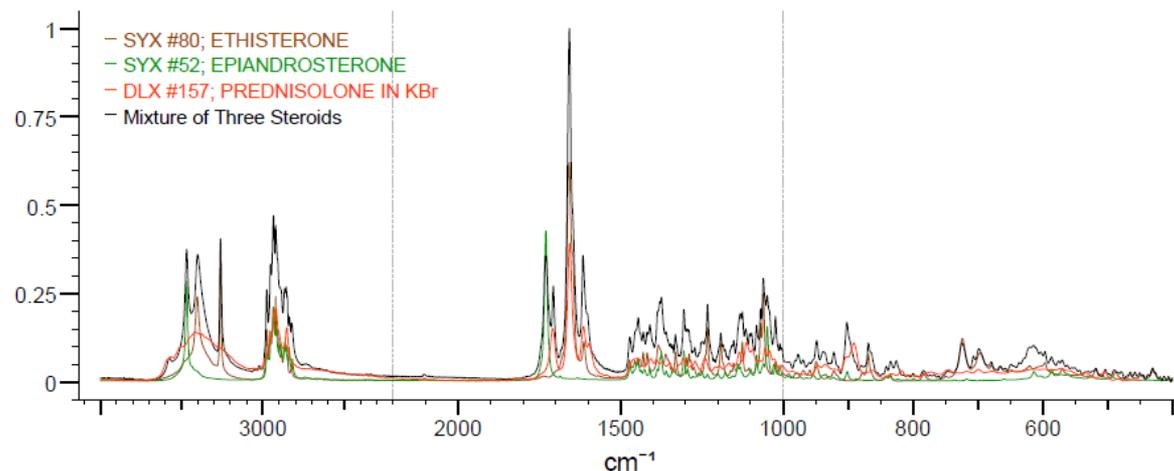
Résultats pour 1 composant			Résultats pour 2 composants		Résultats pour 3 composants		Résul
Score	Info	Poids	Nom	Structure chimique	Spectre	<auto>	(IR/ATR-IR)
76.39		S.O.	Spectre composite				
		0.43	ETHISTERONE				
		0.30	EPIANDROSTERONE				
		0.27	PREDNISOLONE IN KBr				

Identification IR avec ID Expert

Rapport de la solution sélectionnée

WILEY

06/09/2018 13:12



Corrections manuelles : Aucun

Plage: Entier

Algorithme de recherche : Dérivée première de distance euclidienne

Chemin de requête : S.O.

Score	Info	Poids	Nom	Structure chimique	Spectre
		0.43	ETHISTERONE		
		0.30	EPIANDROSTERONE		
		0.27	PREDNISOLONE IN KBr		

Identification IR avec ID Expert

Analyse vibrationnelle

Attribution des fonctions chimiques correspondant aux bandes du spectre

The screenshot shows the ID Expert interface. At the top, the title bar reads 'ID Expert'. Below it is a toolbar with various icons. The main area displays an IR absorption spectrum for an 'Inconnu' (Unknown) sample. The x-axis is labeled 'cm⁻¹' and ranges from 4000 to 600. The spectrum shows several peaks, with two prominent ones around 2900 cm⁻¹ and another around 1700 cm⁻¹. Below the spectrum, there are two horizontal bars: a red one labeled 'BARRE PLAGE D'EXCLUSION' and a green one labeled 'BARRE PLAGE D'INCLUSION'. At the bottom, there are three tabs: 'Résultats pour 1 composant', 'Résultats des pics', and 'Groupes fonctionnels'. The 'Groupes fonctionnels' tab is active and shows a list of possible functional groups. A red box highlights this list. A white box on the left contains the text 'Liste des fonctions possibles' with an arrow pointing to the list. Another white box on the left contains the text 'Attribution des fonctions chimiques correspondant aux bandes du spectre' with an arrow pointing to the spectrum. The list of functional groups includes:

L.	Classification	Groupe	Liais...	Plage	Intensité	Mode	Notes
+	Alkanes	R-CH ₂ -R					
+	Alkanes	R(CH ₂) ₄ -C					
+	Solvent Impuriti	Cyclohexane					
+	Unsaturated Ali	cis-1,4-polybutadiene					
+	Alcohols	R-CH ₂ -OH					
+	Alkanes	R(CH ₂) ₄ -OR					
+	Alcohols	Ph-CHR-OH					
+	Sulfur Compoun	R-(C=S)-NH ₂					
+	Sulfur Compoun	R-NH-(C=S)-NH ₂					
+	Esters	COO					

Identification IR avec ID Expert

Exemples de produit à 1 "Composé"



Huile végétale

Statut de la requête

Contrôles	Statut	Correction ?
Ligne de base	●	i <input type="checkbox"/>
Bruit	●	i <input type="checkbox"/>
Contaminants	●	i
Technique	●	i ATR-IR

Seuil de sélection de pic:

Corrections optimisées

Ligne de base du spectre de requête, Ligne de base du spectre de référence, Décalage horizontal, Décalage horizontal dépendant de l'intensité, Ajustement de la correction ATR du spectre de requête, Polarisation de correction ATR

Fermé, Distorsion d'intensité, Ecrêtage vertical, Décalage vertical

Statut de la recherche

Résultats pour 1 composant:
Meilleur résultat: 91.0%

Résultats pour 2 composants:
Cliquer pour continuer à chercher

Résultats des pics:
Correspondances non trouvées

Groupes fonctionnels:
10 groupes fonctionnels trouvés

BARRE PLAGE D'EXCLUSION

BARRE PLAGE D'INCLUSION

Résultats pour 1 composant			Résultats des pics	Groupes fonctionnels		
Score	Info	Cor	Nom	Spectre	< auto > (IR/ATR-IR)	Structure chimique
91.03	i	i	OLEIC ACID-DIETHANOLAMIDE; DIETHANOLAMIDE OLEYL			
90.98	i	i	INCROMIDE ALD			
90.88	i	i	REWOMID DO 280/SE			
90.66	i	i	STANDAMID KDO			
90.53	i	i	CARSAMIDE T			
90.44	i	i	INCROMIDE LLA			

Identification IR avec ID Expert

Exemples de produit à 1 "Composé"



Produit Pharmaceutique à identifier

ID Expert

Statut de la requête

Contrôles	Statut	Correction ?
Ligne de base	✓	ⓘ <input type="checkbox"/>
Bruit	✓	ⓘ <input type="checkbox"/>
Contaminants	✓	ⓘ
Technique	✓	ⓘ IR

Seuil de sélection de pic:

Corrections optimisées

Ligne de base du spectre de requête, Distorsion d'intensité ⓘ

Statut de la recherche

Résultats pour 1 composant:
Meilleur résultat: 96.4%

Résultats pour 2 composants:
Cliquer pour continuer à chercher

BARRE PLAGE D'EXCLUSION

BARRE PLAGE D'INCLUSION

Résultats pour 1 composant

Score	Info	Nom	Structure chimique
96.39	ⓘ	Methyl 4-hydroxybenzoate	
61.32	ⓘ	MEDIATRIC LIQUID	
60.25	ⓘ	2-ETHYLHEXYL-p-OXYBENZOATE	

Identification IR avec ID Expert

Exemple: 2 Composés identifiés



Film Plastique Identification à deux produits

Statut de la requête

Contrôles	Statut	Correction ?
Ligne de base	✔	i
Bruit	✔	i
Contaminants	✔	i
Technique	✔	i ATR-IR

Seuil de sélection de pic:

Correction optimisées

Décalage vertical

Statut de la recherche

Résultats pour 1 composant:
Meilleur résultat: 64.7%

Résultats pour 2 composants:
Meilleur résultat: 77.3%

BARRE PLAGE D'EXCLUSION

BARRE PLAGE D'INCLUSION

Résultats pour 1 composant		Résultats pour 2 composants		Résultats des pics	
Score	Info	Poids	Nom	Structure chimique	Spctre
77.28	i	S.O.	Spctre composite	<chem>*CC(=O)OC*</chem>	
	i	0.51	POLYESTER* THERMOPLASTIC, 20% GLASS REINFORCED		
	i	0.49	Poly(vinyl chloride) carboxylated 1.8%	<chem>*CC(=O)OC*</chem>	
		S.O.	Spctre résiduel		

Identification IR avec Déformulation Expert

Exemple: 2 Composés identifiés

Film Plastique à déformuler

Statut de la requête

Contrôles	Statut	Correction ?
Ligne de base	✔	ⓘ
Bruit	✔	ⓘ
Contaminants	✔	ⓘ
Technique	✔	ⓘ ATR-IR

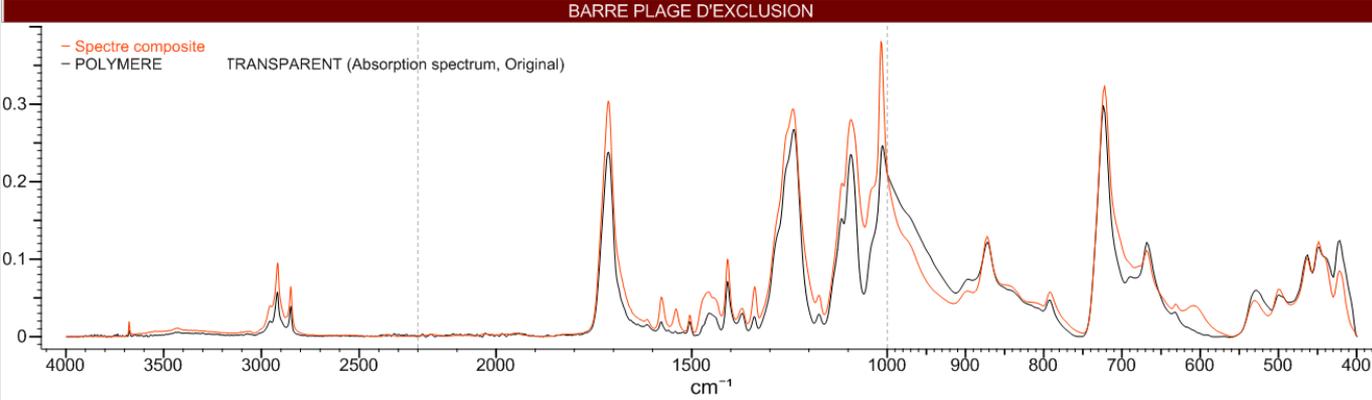
Seuil de sélection de pic:

Corrections optimisées
 Distorsion d'intensité, Décalage vertical ⓘ

Statut de la recherche
 Résultats pour 1 composant:
 Meilleur résultat: 74.3%
 Résultats pour 2 composants:
 Meilleur résultat: 81.2%

Deformulation Expert

BARRE PLAGE D'EXCLUSION



BARRE PLAGE D'INCLUSION

Résultats pour 1 composant			Résultats pour 2 composants		Résultats des pics	
Score	Info	Poids	Nom	Structure chimique	Spectre	<auto> (IR/ATR-IR)
81.21		S.O.	Spectre composite	<chem>*CC1=CC=C(C=C1)C(=O)OCCO</chem>		
	ⓘ	0.61	Poly(ethylene terephthalate)	<chem>*CC1=CC=C(C=C1)C(=O)OCCO</chem>		
	ⓘ	0.39	Polyethylene, chlorinated (Cl 42% by wt.)	<chem>*CC1=CC=C(C=C1)C(=O)OCCO</chem>		
		S.O.	Spectre résiduel			

Identification IR avec Deformulation Expert

Exemple: 3 Composés identifiés

Poudre Blanche:

Produits analysés par la police et les douanes dans le cadre de leurs enquêtes pour la vente de produits stupéfiants: On retrouve le produit principal avec les produits de « coupe » classiques: Paracétamol et Caféine

Deformulation Expert

Statut de la requête

Contrôles	Statut	Correction ?
Ligne de base		
Bruit		
Contaminants		
Technique		ATR-IR

Seuil de sélection de pic:

Corrections optimisées

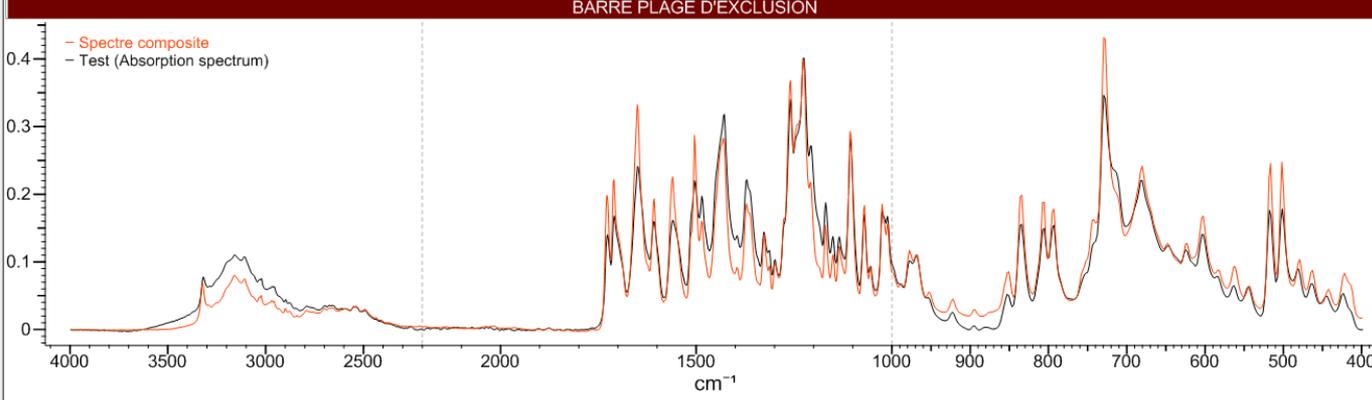
Ligne de base du spectre de requête, Distorsion d'intensité

Statut de la recherche

Résultats pour 1 composant:
Meilleur résultat: 62.3%

Résultats pour 2 composants:
Meilleur résultat: 87.3%

BARRE PLAGE D'EXCLUSION



BARRE PLAGE D'INCLUSION

Résultats pour 1 composant | **Résultats pour 2 composants** | **Résultats pour 3 composants** | **Résultats**

Score	Info	Poids	Nom	Structure chimique	Spectre
84.97		S.O.	Spectre composite		
		0.48	Cocaine hydrochloride		
		0.40	4-Acetamidophenol		
		0.12	Caffeine		

Identification IR avec Mixture Analysis

Exemple: 4 Composés identifiés



Caoutchouc Industriel

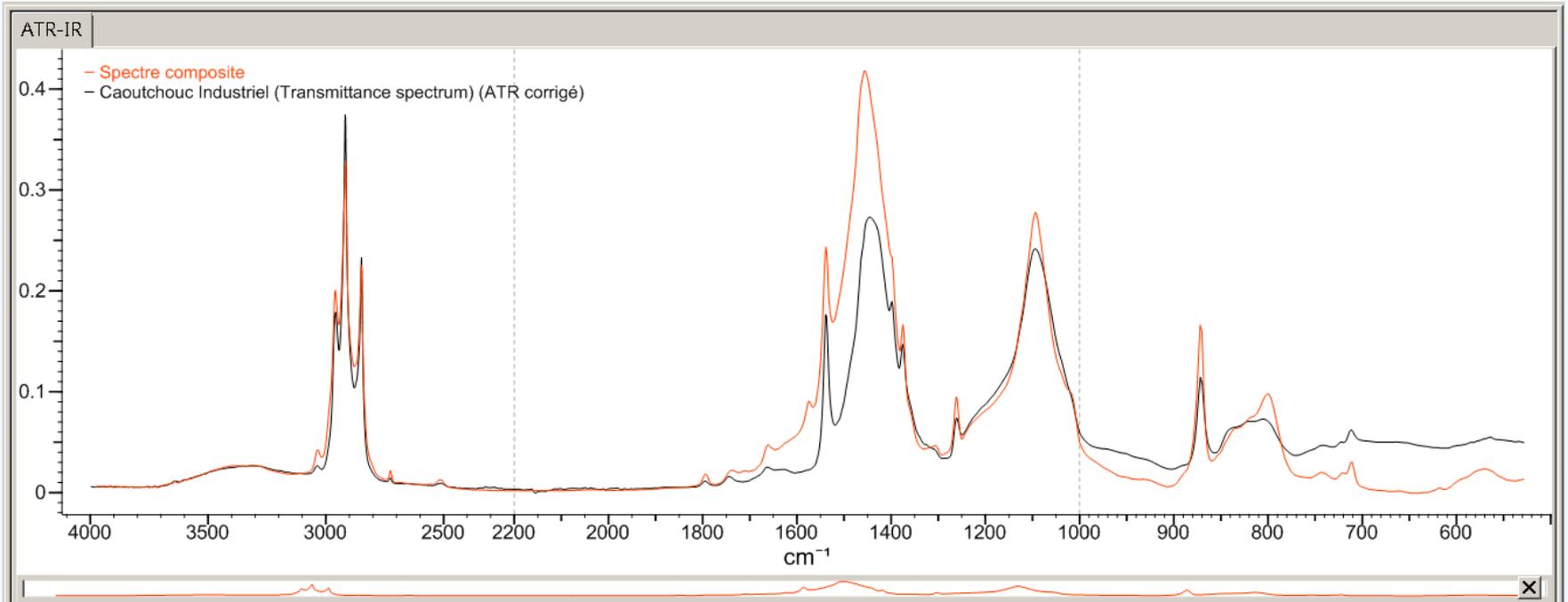


Table	Tracé	HQI	Poids	Exclure	Co	DB	ID	Nom	Structure chimique	Spectre	<auto> (IR/ATR-IR)
1		82.22	S.O.					Spectre composite	<chem>CaCO3</chem>		
			0.37			LA1X	97	CHALK	<chem>CaCO3</chem>		
								modified			

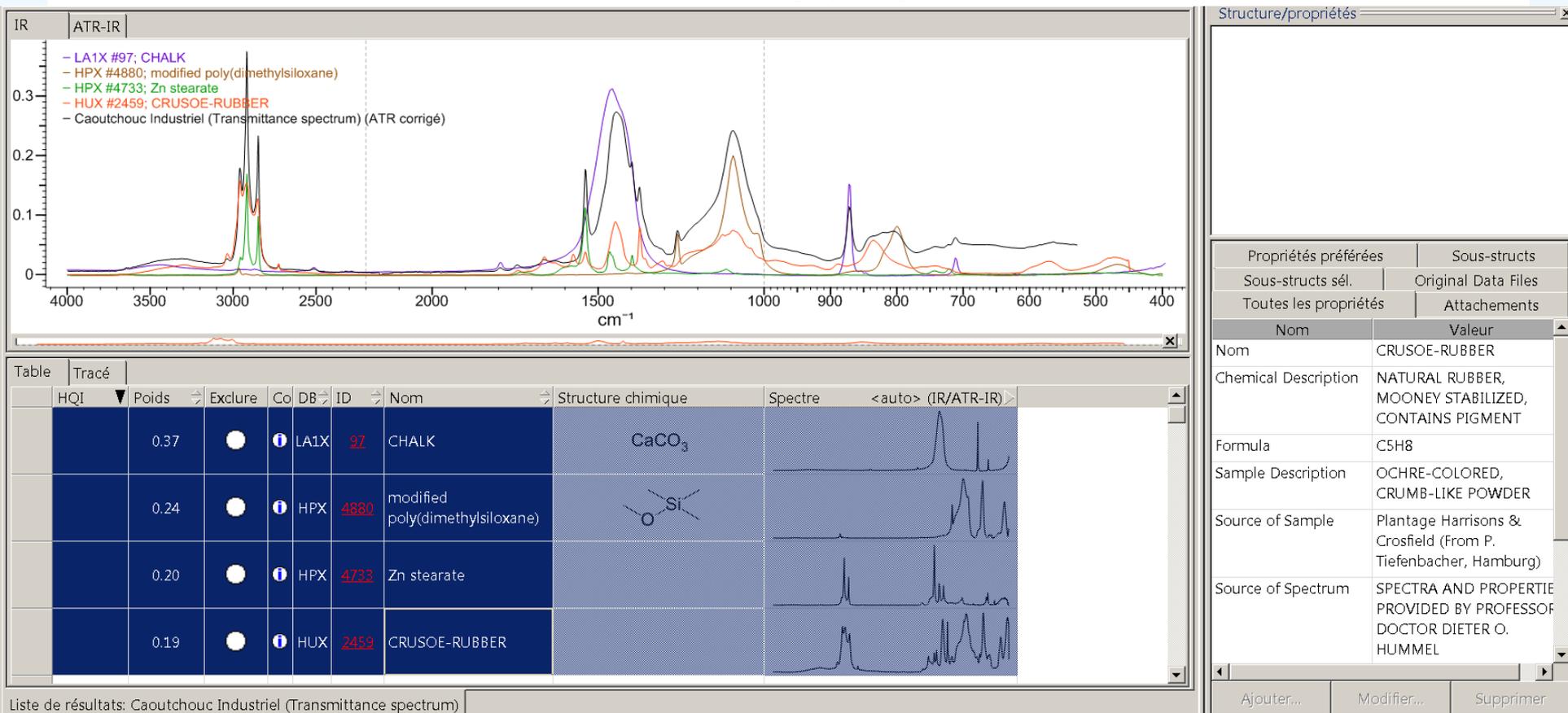
Identification IR avec Mixture Analysis

Exemple: 4 Composés identifiés



Caoutchouc Industriel:

- Nous retrouvons ici le Stéarate de Zinc utilisé dans l'industrie du caoutchouc en tant qu'agent de démoulage.
- Le caoutchouc naturel avec son colorant ocre
- Du carbonate de Calcium très utilisé comme charge minérale
- Une silicone utilisé pour faciliter l'extrusion ou le moulage par injection



IDENTIFICATION INFRAROUGE

Conclusion

- ❖ KnowItAll est la plateforme qui utilise la plus large base de données avec plus de 350 000 spectres
- ❖ L'algorithme breveté est très rapide et efficace
- ❖ KnowItAll offre une grande flexibilité:
 - Analyse de produits purs
 - Analyse de mélanges semi-automatique ou automatique
 - Déformulation
 - Combinaison de différentes informations pour l'identification
- ❖ Utilisation directe des données brutes de tous les constructeurs
- ❖ LEA est le représentant de Wiley pour la France et assure la commercialisation et les formations