

Colonne Rxi®-5Sil MS :

une excellente tenue aux réactifs de dérivation

- Grande longévité pour des coûts de fonctionnement plus bas.
- Faible "bleeding" pour une plus grande sensibilité.
- Des pics plus fins et symétriques pour une quantification plus précise.

La plupart des composés pharmaceutiques sont dérivatisés avant d'être analysés par GC/MS. La dérivation non seulement augmente la volatilité de certains composés mais diminue aussi leur réactivité améliorant ainsi la forme de leur pic et garantissant une quantification plus précise. Un avantage supplémentaire tient au fait que les composés dérivatisés ont un poids moléculaire plus élevé. Ils produisent donc un spectre de masse plus fiable que les composés non dérivatisés. Les réactifs de dérivation sont cependant agressifs et peuvent endommager les colonnes analytiques. Il s'en suit une augmentation du « bleeding », une diminution significative des temps de rétention et une accentuation de la traînée des pics. En général, seule la tête de colonne est endommagée et il suffit de couper quelques dizaines de centimètres pour retrouver des résultats satisfaisants. Cette opération qui doit être répétée au fil des injections conduit à la longue à une perte d'efficacité de la colonne et à écourter sa durée de vie. Il convient donc de choisir une colonne comme la Rxi®-5Sil MS dont la meilleure tenue aux réactifs de dérivation est démontrée ici.

L'analyse de l'amphétamine permet de mettre en évidence la robustesse de la phase stationnaire à base de polymère arylène de la colonne Rxi®-5Sil MS. L'amphétamine doit être dérivatisée car sous sa forme libre c'est un composé basique réactif qui ne produit que des ions de faible masse moléculaire. Une fois dérivatisé, ce composé est bien plus inerte. La forme de son pic est considérablement améliorée et garantit une quantification plus précise. Par ailleurs, plusieurs ions de poids moléculaire plus élevé sont produits facilitant une identification plus fiable (Figure 1).

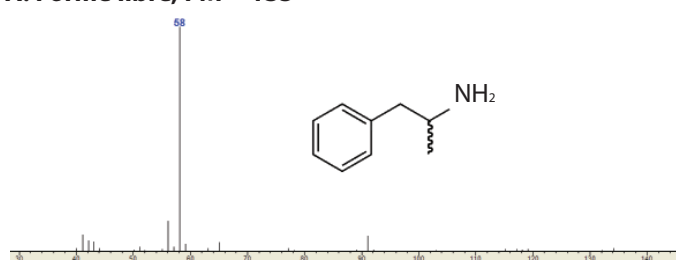
Une phase stationnaire plus robuste pour une plus grande longévité de la colonne

Afin de démontrer la robustesse de la colonne Rxi®-5Sil MS, 400 injections d'acide heptafluorique anhydre (HFBA) dans le chlorure de butyle sont faites sur une même colonne. Le HFBA est un réactif de dérivation très agressif. La concentration dans le solvant choisie ici, correspond à celle d'un

échantillon dérivatisé. Au cours des 400 injections, le « bleeding », la rétentivité et l'inertie de la colonne sont régulièrement contrôlés en utilisant un mélange-test contenant des composés réactifs (1,6-hexanediol, 4-chlorophénol, dicyclohexylamine). Les résultats chromatographiques sont remarquablement constants, même après 400 injections (Figure 2). Le niveau de « bleeding » reste stable à 5pA tout au long du test (Figure 3). La constance des temps de rétention et le faible « bleeding » attestent de la robustesse de la phase stationnaire. Il en résulte une plus grande longévité de la colonne et une réduction des coûts liés au remplacement d'une colonne.

Figure 1 Les ions de poids moléculaire élevé issus de la dérivation de l'amphétamine, permettent une identification plus fiable.

A. Forme libre, PM = 135



B. Après dérivation, PM = 331

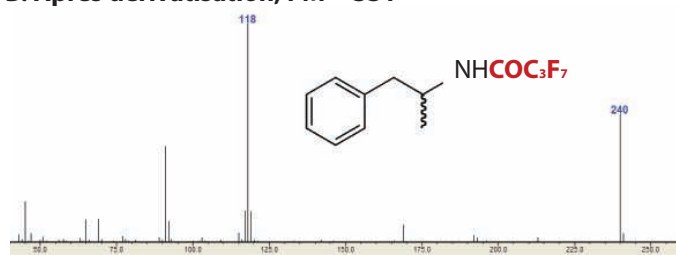
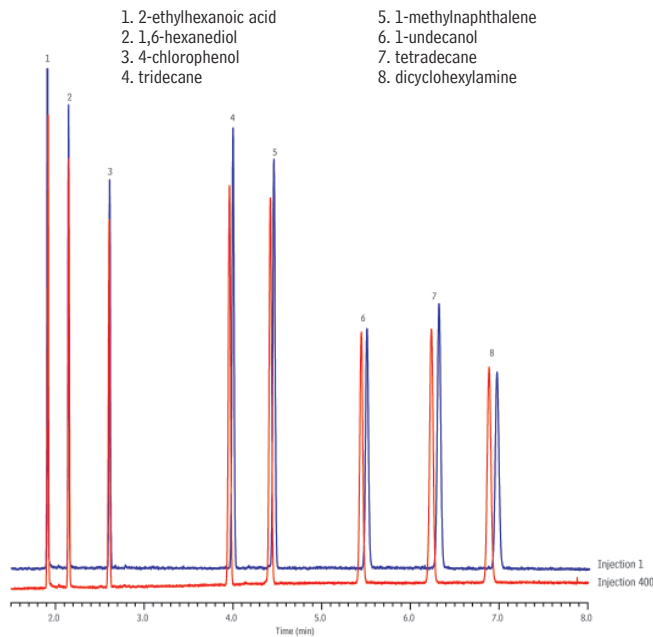


Figure 2 La constance des temps de rétention après 400 injections d'un réactif de dérivation, atteste de la robustesse des colonnes Rxi®-5Sil MS.



Column: Rxi®-5Sil MS, 30m, 0.25mm ID, 0.25µm (cat.# 13623)
 Sample: Column Test Mix (cat.# 35226)
 Inj.: 1.0µL split (split ratio 1:60), 4mm recessed gooseneck liner (cat.# 20983)
 Inj. temp.: 250°C
 Carrier gas: helium, constant pressure
 Linear velocity: 36cm/sec @ 125°C
 Oven temp.: 125°C
 Det: FID @ 320°C
 Instrument: Agilent 6890

GC_CF01131

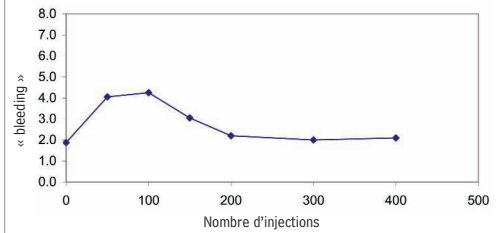
Des pics symétriques pour une quantification plus précise.

La stabilité de l'inertie de la colonne – un paramètre important pour une quantification exacte – est contrôlée en mesurant la symétrie des pics. Les pics des composés réactifs restent symétriques même après 400 injections du réactif de dérivation permettant ainsi une identification et une intégration aisées (Figure 4). Pour compléter cette étude, un échantillon d'amphétamine non dérivatisée est injecté sur 3 colonnes : la colonne Rxi®-5Sil MS ayant subi 400 injections de HFBA; une colonne Rxi®-5Sil MS neuve; une colonne neuve de phase équivalente provenant d'un autre fabricant. Bien que l'amphétamine sous forme libre soit un composé très réactif, la symétrie du pic reste stable et n'est pas altérée par les 400 injections de HFBA (Figure 5). Il apparaît de plus que la symétrie du pic (l'inertie de la colonne), est meilleure pour les deux colonnes Rxi®-5Sil MS que pour la colonne de l'autre fabricant (Figure 5).

La robustesse de la phase arylène de la colonne Rxi®-5Sil MS garantit des performances durables même sous des conditions analytiques difficiles. Son inertie exceptionnelle assure des pics fins et symétriques synonymes de résultats quantitatifs fiables et reproductibles. Ces caractéristiques confèrent à la colonne Rxi®-5Sil MS une grande longévité permettant une réduction des coûts liés au remplacement d'une colonne.

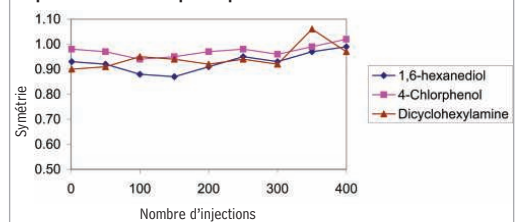
Pour davantage d'information, n'hésitez pas à contacter notre service technique au 01 60 78 32 10.

Figure 3 Un faible « bleeding » de la colonne signifie une meilleure longévité de celle-ci et une réduction des coûts liés au remplacement d'une colonne.



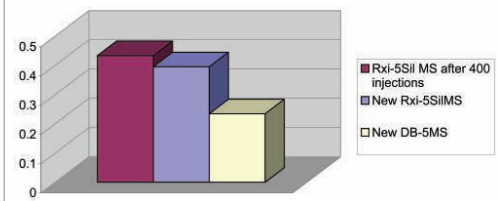
Evolution du niveau de « bleeding » (en pA) au cours de 400 injections du réactif de dérivation HFBA (acide heptafluorique anhydre).

Figure 4 Les pics de composés réactifs restent symétriques au fil des injections du réactif de dérivation ce qui garantit une quantification plus précise.



Evolution de la symétrie des pics au cours de 400 injections du réactif de dérivation HFBA (acide heptafluorique anhydre).

Figure 5 La symétrie du pic de l'amphétamine non dérivatisée est meilleure avec les colonnes Rxi®-5Sil MS (dont l'une a subi 400 injections de HFBA).



Une valeur < 1 indique une traînée du pic.
 Une valeur > 1 indique une montée trop progressive du pic.

Colonne Rxi®-5Sil MS

(Phase silarylène Crossbond® de faible polarité, polarité équivalente à la phase 5% diphényle/95% diméthyle polysiloxane)

DI	ef (µm)	Temp. limites	Longueur	Réf.
0.25mm	0.25	-60 et 330/350°C	30 mètres	13623

Mélange-test pour colonne Rxi®-5Sil MS

(8 composés)

4-chlorophenol	1-methylnaphthalene
dicyclohexylamine	n-tetradecane (C14)
2-ethylhexanoic acid	n-tridecane (C13)
1,6-hexanediol	1-undecanol

350 µg/mL de chaque composé dans le chlorure de méthylène, ampoule de 1 ml.

Réf. 35226 (L'unité)

RESTEK
Restek France

Restek France
7, avenue du Général de Gaulle
91090 Lisses
Tél.: 01 60 78 32 10
Fax: 01 60 78 70 90

e-mail: restek@restekfrance.fr
www.restek.fr

réf. CL102009-FRX
© 2009 Restek Corporation.

ISO 9001:2008
cert. # FM80397