

CHROM. 3459

CONTRIBUTION A LA SÉPARATION DES AMINES PSYCHOSTIMULANTES
PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

A. NOIRFALISE ET M. H. GROSJEAN

AVEC LA COLLABORATION TECHNIQUE DE M. L. CREPPE

Laboratoire de Toxicologie Faculté de Médecine, Université de Liège (Belgique)*

(Présenté le 16 décembre 1967)

SUMMARY

Separation of psychostimulating amines by gas chromatography

The authors propose a gas chromatographic separation method for the five psychostimulating amines: amphetamine, methylamphetamine, phenmetrazine, methylphenidate and ephedrine.

A column of 15 % of XF-1112 on Chromosorb W-HMDS was used as stationary phase and the separation was carried out with temperature programming.

Divers auteurs ont étudié la séparation des amines psychostimulantes par chromatographie en phase gazeuse. PARKER *et al.*², BECKETT ET ROWLAND³, GRECO *et al.*⁵, VENERANDO ET DE SIO⁴ et VAN ZWOL¹⁰ ont proposé l'utilisation comme phase stationnaire de différents carbowax.

D'autres phases stationnaires—parmi lesquelles le SE-30 et l'Apiezon—ont été proposées par ANDERS ET MANNERING¹, LODI ET MAROZZI⁶, KOLB ET PATT⁷, LEBBE ET LAFARGE⁸ et BROCHMANN-HANSSSEN ET FONTAN⁹ ainsi que par VAN ZWOL¹⁰. MOERMAN *et al.*^{11,14} ont proposé enfin l'utilisation simultanée d'une phase polaire—le Carbowax 6000—et d'une phase non polaire—le SE-30.

Récemment, nous avons dressé un tableau comparatif des résultats obtenus par ces différents auteurs¹⁴. Ainsi que nous avons pu le vérifier expérimentalement, aucune des phases stationnaires proposées ne permet une séparation valable des cinq amines psychostimulantes suivantes: amphétamine, méthylamphétamine, phénmétrazine, méthylphénidate et éphédrine.

Dans la présente note, nous rapportons les premiers résultats d'une étude portant sur la séparation, par chromatographie en phase gazeuse, de ces cinq amines psychostimulantes à l'aide d'une phase stationnaire nouvelle—le XF-1112 (Silicone fluid (Nitrile) XF-1112)—et d'une programmation de température. Les essais, actuellement en cours et qui feront l'objet d'une publication ultérieure, permettent d'escompter une application aisée de cette technique à la recherche des amines psychostimulantes dans les milieux biologiques—urines notamment.

* Directeur: Professeur C. HEUGHEM

CONDITIONS OPÉRATOIRES

Appareil: Aerograph HyFi Model 550-B.

Détecteur: Ionisation de flamme.

Colonne: Verre, longueur: 8 ft., diamètre intérieur: 1/8 in.

Phase stationnaire: 15 % XF-1112 sur Chromosorb W-HMDS.

Températures: Chambre injection: 200°.

Colonne programmée de 60-180° à 4°/min.

Débit azote: 25 ml/min.

Débit hydrogène: 20 ml/min.

RÉSULTATS

Fig. 1 montre la bonne séparation, par la technique proposée, des cinq amines étudiées.

Les limites de détection sont de 0.05 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ pour la phenmétrazine, de 0.10 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ pour l'amphétamine et la méthylamphétamine, de 0.20 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ pour le méthylphénidate et de 1.00 $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ pour l'éphédrine.

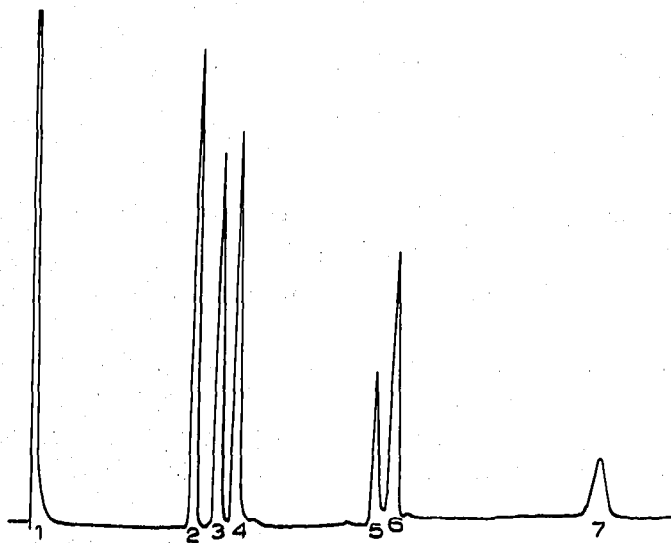


Fig. 1. Séparation des amines psychostimulantes sur XF-1112 en programmation de température. 1 = solvant (éther); 2 = étalon interne (N,N-diméthylaniline); 3 = amphétamine; 4 = méthylamphétamine; 5 = éphédrine; 6 = phenmétrazine; 7 = méthylphénidate.

DISCUSSION DES RÉSULTATS

Ainsi que cela avait déjà été proposé précédemment, la N,N'-diméthylaniline peut être utilisée avec succès comme étalon interne.

Dans les conditions opératoires décrites, aucune interférence n'est à redouter de la part de la caféine, de la strychnine ou de la nicotine. Ce point est important puisque la nicotine est à la base de l'échec des méthodes colorimétriques au méthylorange¹² et des méthodes spectrophotométriques en lumière ultra-violette¹³ préconisées jadis pour la détermination des amphétamines dans l'urine.

RÉSUMÉ

Les auteurs proposent une séparation chromatographique en phase gazeuse de cinq amines psychostimulantes : amphétamine, méthylamphétamine, phénmétrazine, méthylphénidate et éphédrine. Pour ce faire, ils utilisent, comme phase stationnaire une colonne de XF-1112 à 15 % sur Chromosorb W-HMDS et opèrent en programmation de température.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 M. W. ANDERS ET G. J. MANNERING, *Anal. Chem.*, 34 (1962) 730.
- 2 K. D. PARKER, C. R. FONTAN ET P. L. KIRK, *Anal. Chem.*, 34 (1962) 1345.
- 3 A. H. BECKETT ET M. ROWLAND, *J. Pharm. Pharmacol.*, 17 (1965) 59.
- 4 A. VENERANDO ET P. DE SIO, in *Doping*, Pergamon Press, 1965.
- 5 M. GRECO, M. PAOLUCCI ET G. TAPONECCO, *Chim. Farmac.*, 104 (1965) 819.
- 6 F. LODI ET F. MAROZZI, *Farmaco (Pavia)*, 20 (1965) 9, 439.
- 7 H. KOLB ET P. W. PATT, *Arzneimittel-Forsch.*, 15 (1965) 924.
- 8 J. LEBBE ET J. P. LAFARGE, *Arch. Maladies Professionnelles*, 26 (1965) 4, 221.
- 9 E. BROCHMANN-HANSEN ET C. R. FONTAN, *J. Chromatog.*, 19 (1965) 296.
- 10 D. E. VAN ZWOL, *J. Chromatog.*, 24 (1966) 26.
- 11 E. MOERMAN ET G. DE VLEESCHOUWER, *IV Sympos. Chromatog. Electrophorèse*, Bruxelles, 1966.
- 12 A. H. BECKETT, M. ROWLAND ET E. J. TRIGGS, *Nature*, 207 (1965) 200.
- 13 A. NOIRFALISE, *Ann. Biol. Clin. (Paris)*, 24 (1966) 7, 943.
- 14 A. NOIRFALISE, C. HEUSGHEM, E. MOERMAN ET G. DE VLEESCHOUWER, *Ann. Biol. Clin. (Paris)*, 26 (1968) 3, 249.

J. Chromatog., 37 (1968) 197-199