

Notes

CHROM. 5029

Dosage par chromatographie en phase gazeuse des tranquillisants carbamates

La littérature sur la recherche et le dosage des carbamates par chromatographie en phase gazeuse est relativement réduite. Quelques auteurs se sont attachés à l'étude des carbamates simples et N-substitués utilisés comme herbicides¹⁻³; d'autres à l'occasion de mises au point générales⁴⁻⁶ ou particulières⁷ ont envisagé principalement le problème du méprobamate. Il n'existe cependant à notre connaissance guère de travaux abordant simultanément la recherche et/ou le dosage des trois tranquillisants carbamates courants que sont le carbamate de méthylpentynol (Oblivon C[®]), l'hexapropymate (Mérinax[®]) et le méprobamate.

Expérimentation

Nous avons réalisé notre recherche sur un appareil Varian-Aerograph 1840-3 équipé d'un détecteur FID et d'une colonne métallique de 5 ft.; comme phase stationnaire, nous avons choisi le SE-30 à 3%. Les solutions de base étaient à la concentration de 5 µg/µl dans le chloroforme. A la suite d'une étude antérieure, l'amobarbital a été pris comme étalon interne. Nous avons opéré d'une part en isotherme à des températures variant entre 60 et 200° et d'autre part en programmation linéaire de température de 65-200° à raison de 6 et de 8°/min.

Résultats et discussion

Les conditions opératoires finalement retenues sont reprises dans les Tableaux I et II.

TABLEAU I

CONDITIONS OPÉRATOIRES RETENUES POUR LE DOSAGE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE DU CARBAMATE DE MÉTHYLPENTYNOL ET DE L'HEXAPROPYIMATE.

Appareil, Varian Aerograph 1840-3; détecteur, ionisation flamme; colonne, métallique 5 ft.; phase stationnaire, SE-30, 3%. Temp.: injecteur, 155°; colonne, programmation 65-200°; détecteur, 205°. Gaz vecteur, N₂, 30 p.s.i.

Vitesse de programmation	Carbamate-méthylpentynol		Hexapropymate		Amobarbital		Rapport surfaces pics de mêmes concentrations	
	<i>t_R</i> ^a	<i>t_R</i> relatif	<i>t_R</i> ^a	<i>t_R</i> relatif	<i>t_R</i> ^a	<i>t_R</i> relatif	Carbamate-méthylpentynol/amobarbital ^a	Hexapropymate/amobarbital ^a
6°/min	3'42''	1.00	10'26''	2.82	16'01''	4.33		
8°/min	3'06''	1.00	8'59''	2.89	13'08''	4.24	0.45	0.98

^a Valeurs moyennes sur 10 essais.

TABLEAU II

CONDITIONS OPÉRATOIRES RETENUES POUR LE DOSAGE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE DU MÉPROBAMATE

Appareil, Varian Aerograph 1840-3; détecteur, ionisation flamme; colonne, métallique, 5 ft.; phase stationnaire, SE-30, 3 %. Temp.: injecteur, 190°; colonne, 155°; détecteur, 180°. Gaz vecteur, N₂; 30 p.s.i.

<i>Méprobamate</i>		<i>Amobarbital</i>		<i>Rapport surfaces pics de même concentration</i> <i>Méprobamate/amobarbital</i> ^a
<i>t_R</i>	<i>t_R relatif</i>	<i>t_R</i>	<i>t_R relatif</i>	
2'01	1.00	4'51''	2.40	0.15

^a Valeurs moyennes sur 10 essais.

Le carbamate de méthylpentynol et l'hexapropymate sont aisément différenciés et dosés sur SE-30 en programmation linéaire de température de 65 à 200° à raison de 6 ou de 8°/min. Cette dernière option, donnant des résultats plus rapides, a été retenue pour l'application en toxicologie clinique (Tableau I). La limite de détection est de l'ordre de 5 ng pour le carbamate de méthylpentynol et de l'ordre du ng pour l'hexapropymate. Dans ces conditions, le méprobamate se décompose et donne généralement deux pics présentant des *t_R* proches de celui caractérisant l'amobarbital. Pour le méprobamate, il est donc nécessaire d'avoir recours à une autre technique. Celle que nous avons retenue prévoit une chromatographie sur SE-30 à 155° (Tableau II). A cette température, le carbamate de méthylpentynol et l'hexapropymate ont des *t_R* inférieurs à la minute et, aux sensibilités nécessaires pour le méprobamate, leur pic disparaît pratiquement dans celui du solvant. La limite de détection pour le méprobamate est de l'ordre de 0.1 µg.

Préalablement au dosage par chromatographie en phase gazeuse, le ou les tranquillisants carbamates en présence peuvent être caractérisés par chromatographie sur couche mince de gel de silice^{8,9}.

L'application aux milieux biologiques ainsi qu'une étude portant sur la séparation de l'hexapropymate et de ses métabolites feront l'objet d'une note ultérieure.

*Laboratoire de Toxicologie Clinique et Médico-Légale,
Faculté de Médecine, Université de Liège,
151, Boulevard de la Constitution, B-4000, Liège (Belgique)*

A. NOIRFALISE*

- 1 W. L. ZIELINSKI, JR. ET L. FISHBEIN, *J. Gas Chromatog.*, 3 (1965) 260.
- 2 W. L. ZIELINSKI, JR. ET L. FISHBEIN, *J. Gas Chromatog.*, 3 (1965) 333.
- 3 L. WHEELER ET A. STROTHER, *J. Chromatog.*, 45 (1969) 362.
- 4 M. K. LINTURI-LAURILA, *Acta Chem. Scand.*, 18 (1964) 415.
- 5 N. C. JAIN, *Microchem. J.*, 12 (1967) 256.
- 6 H. V. STREET, *J. Chromatog.*, 41 (1969) 358.
- 7 R. K. MADDOCK, JR. ET H. A. BLOOMER, *Clin. Chem.*, 13 (1967) 333.
- 8 A. NOIRFALISE, *J. Chromatog.*, 20 (1965) 61.
- 9 A. NOIRFALISE, *Thèse Doctorat en Sci. Pharm.*, Liège (1968).

Reçu le 11 juin 1970

* Avec la collaboration technique de J. VAN ROY.