

***Développements du couplage CCM-SM-ELSD :
retour d'expérience; commentaires.***

Mr François Bretin, Chimie Médicinale Oncologie,
Sanofi R & D Vitry-sur-Seine

Mr Francis Maquin, Analytical Sciences Paris,
Sanofi R & D Vitry-sur-Seine

Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

La configuration que nous retenons est CCM-CAMAG-split-ELSD/SM :Nov. 09



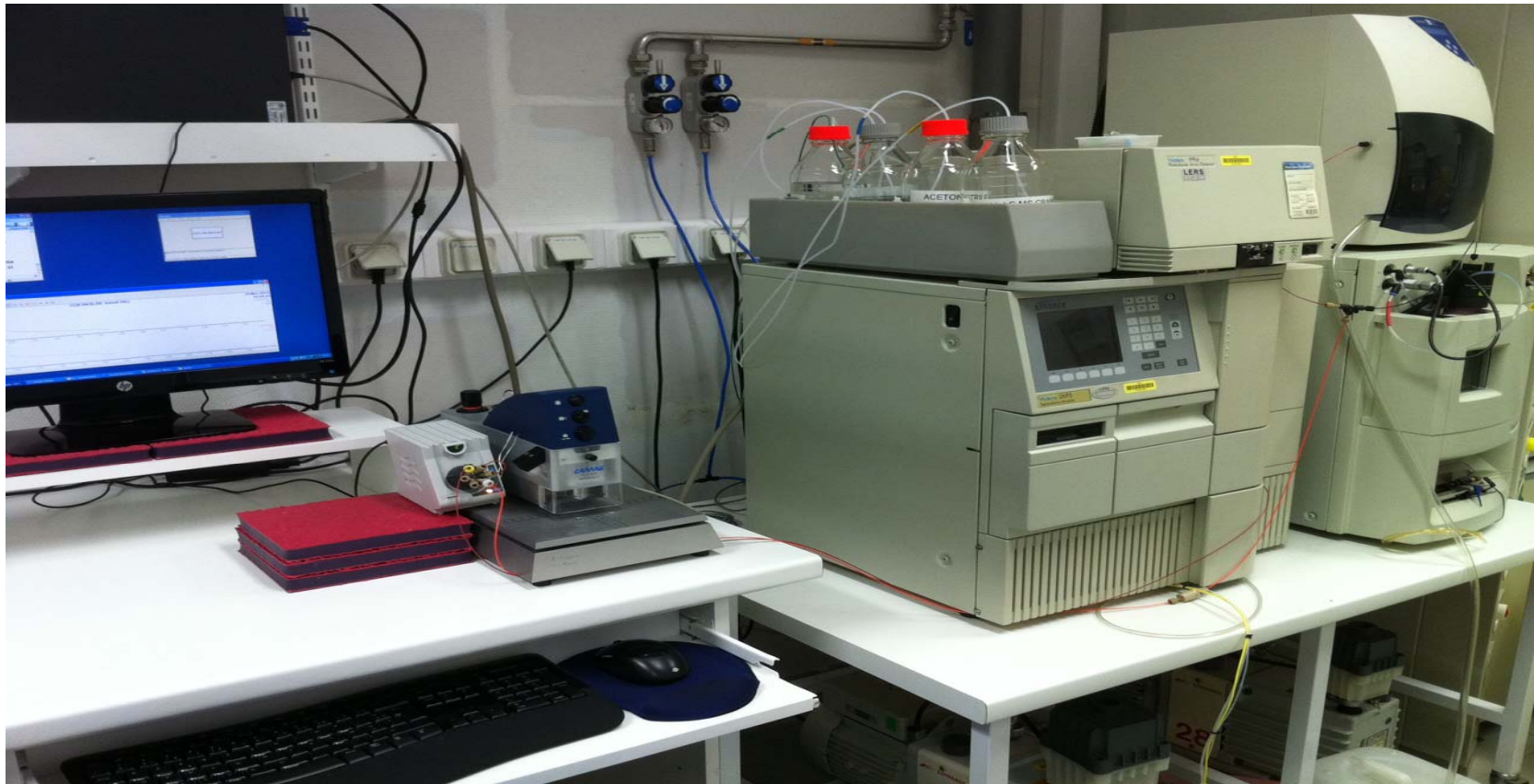
Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

➔ Pour le couplage CCM-SM-ELSD voici un aperçu des conditions expérimentales :

- **Durée d'une acquisition CCM-SM-ELSD : 1, 5 minutes.**
- **Eluant : méthanol / H₂O (95/5)
(pour maintenir un rendement d'ionisation electrospray optimal)**
- **Débit éluant en sortie pompe LC-Waters-Alliance : 0,45 mL/mn**
- **Pression LC associée débit 0,45 mL/mn : 11 - 15 bars (l'augmentation pression/perte de charge est un bon indicateur de l'entraînement de silice ou d'un bouchage (au-delà de P=40 bars changement du fritté Upchurch conseillé ou backflush).**
- **ELSD Sedere : gaz de nébulisation : azote ; pression de nébulisation P= 3,7 bars ; température d'évaporation = 32°C-35 °C .**

Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

- Le déménagement du système (oct. 2012) entraînant une modification de positionnement des appareils conduit à un allongement de tuyauterie et donc à une augmentation de pression. Changement des conditions d'analyses.



Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

→ couplage CCM-SM-ELSD nouvelles conditions expérimentales :

- **Durée d'une acquisition CCM-SM-ELSD : 1, 5 minutes.**
- **Eluant : méthanol / H₂O (95/5)**
- **Débit éluant en sortie pompe LC-Waters-Alliance : 0,35 mL/mn**
- **Pression LC associée débit 0,35 mL/mn : 17 - 18 bars et 28 bars en analyse**
- **ELSD Sedere : gaz de nébulisation : azote
pression de nébulisation 3,7 bars
température d'évaporation = 32°C-35 °C .**

Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

Problème: Blocage régulier du chariot de nettoyage.



Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

Solution: lubrification du chariot avec un lubrifiant permet de limiter ce blocage



Choix du piston (piston ovale)

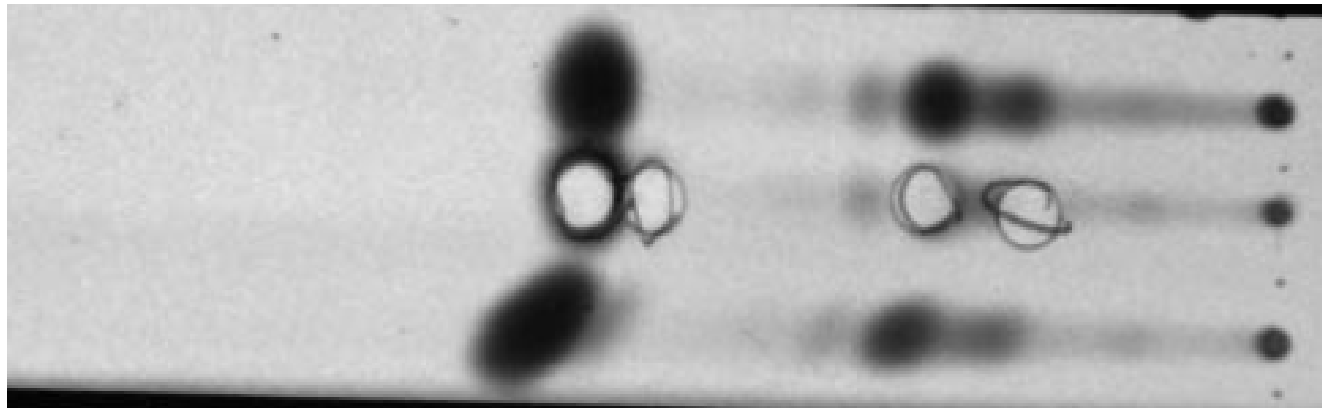
- Plus adapté aux produits proches
- Rétention de la silice
- Maintenance plus fréquente
- **Solution retenue en novembre 2009**



Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

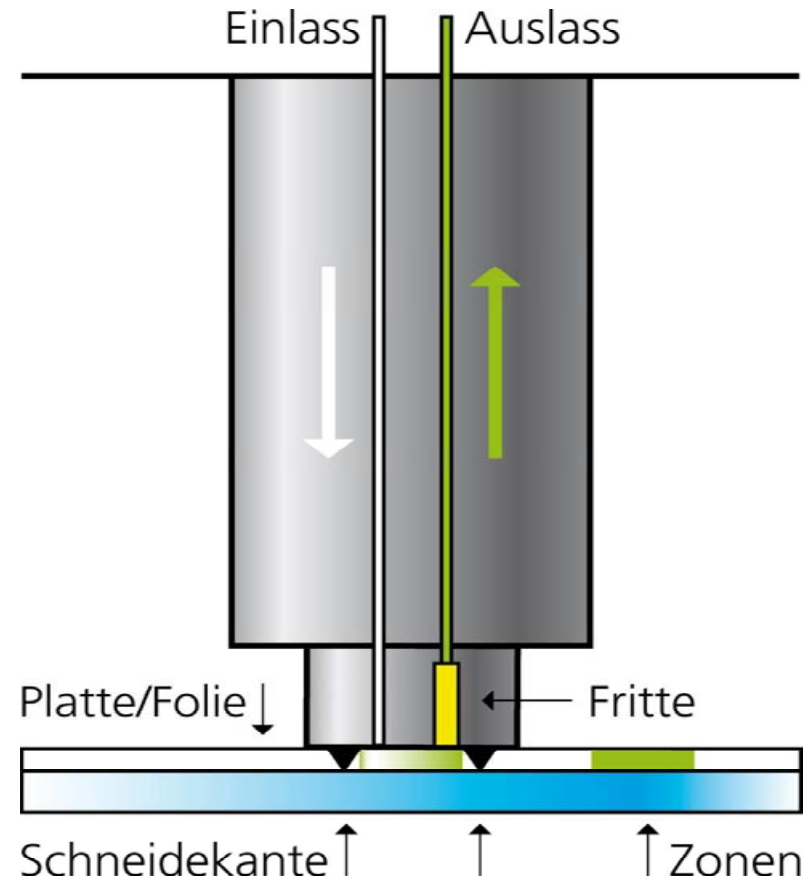
● Piston rond

- La silice reste sur la plaque (désorption)
- Maintenance moins fréquente
- Mais moins adapté aux produits très proches
- **Solution retenue en 2012**



Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

Perte du fritté lors de rinçage en backflush:



Développements du couplage CCM-SM-ELSD : retour d'expérience; commentaires.

- C'est tout pour aujourd'hui. Merci.