

VERS LA MISE AU POINT D'UN COUPLAGE DE CHROMATOGRAPHIE EN PHASE SUPERCRITIQUE / PHOTOIONISATION À PRESSION ATMOSPHÉRIQUE POUR L'ANALYSE DE SUBSTANCES NATURELLES

Marie Méjean¹, Didier Stien¹, Alexandre Giuliani^{2,3}, David Touboul¹, Alain Brunelle¹

1 - Centre de recherche de Gif, Institut de Chimie des Substances Naturelles, CNRS, Avenue de la Terrasse, 91198 Gif-sur-Yvette, France

2 - DISCO beamline, Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin, 91192 Gif-sur-Yvette, France

3 - UAR1008 CEPIA, INRA, Rue de la Géraudière, 44316 Nantes, France

De nos jours, il devient nécessaire d'utiliser des techniques d'analyse ayant un faible impact environnemental et humain. Contrairement à la chromatographie en phase normale (HPLC) très consommatrice de solvants néfastes pour l'environnement, la chromatographie de phase supercritique (SFC)^[1,2] est une technique « verte » et prometteuse puisque la phase mobile est principalement constituée de CO₂, produit de recyclage de l'industrie pétrolière.

La SFC est mise en œuvre avec une chaîne HPLC modifiée (Agilent 1200) équipée d'un module Aurora Fusion permettant le passage du CO₂ à l'état supercritique. Deux détecteurs sont installés en série dont un détecteur UV (Diode Array Detector DAD) et un détecteur à diffusion de lumière (Evaporative Light Scattering Detector ELSD). À terme, l'instrument sera couplé à un spectromètre de masse équipé d'une source de photoionisation à pression atmosphérique (APPI)^[3]. Les substances analysées sont des lipides de différentes familles chimiques comprenant des composés de la vitamine A et E, des esters de cholestérol, des sels biliaires, mais aussi des mélanges plus complexes comme les huiles essentielles. Après une phase d'optimisation afin de séparer correctement par famille les composés mis en mélange et l'obtention d'une résolution et d'une sélectivité optimale, les méthodes d'analyse de ces composés seront validées afin d'obtenir des approches fiables et robustes.

Un deuxième projet est basé sur l'analyse de composants d'huiles essentielles (composés aromatiques volatils) par APPI dont les photons sont émis par le Synchrotron SOLEIL (ligne DISCO). L'APPI se révèle être une technique intéressante pour l'analyse de molécules volatiles de faible poids moléculaire. Ce projet a pour but de mieux comprendre les mécanismes d'ionisation par APPI^[3] et d'enrichir les bases de données sur les seuils d'ionisation de différentes classes de molécules présentes dans les huiles essentielles. Le système APPI-Q-TOF nous a permis par une variation de l'énergie des photons entre 7 et 9 eV de déterminer les seuils d'ionisation^[4] de 9 monoterpènes ainsi que de composés volatils issus d'autres familles chimiques comme des aldéhydes, monoterpénols, cétones, esters terpéniques, sesquiterpènes, furocoumarines.

Le but final est de coupler la chromatographie en phase supercritique avec le système APPI-Q-TOF afin de combiner les performances des deux instruments pour l'analyse de substances naturelles variées.

¹ T. Berger. *Chromatography: Supercritical Fluid, Theory of Supercritical Fluid Chromatography*. Encyclopedia of Separation Science, 2007, 1-9.

² L. T. Taylor. *Supercritical Fluid Chromatography for the 21st century*. J. of Supercritical Fluids, 2009, 47/3, 566-573.

³ D. B. Robb, M. W. Blades. *State-of-the-art in atmospheric pressure photoionization for LC/MS*. Analytica Chimica Acta, 2008, 627, 34-49.

⁴ D. Nanduri, A. Greenberg. *Calculated ionization energies for a series of sesquiterpenes: comparisons with experimental vertical ionization energies and comments on related structure-activity relationships (SARs)*. Struct Chem, 2009, 20, 417-421.