

Développement d'une méthode d'analyse non ciblée en SFC-HRMS pour l'obtention d'une empreinte d'absolus de fleurs

Cyrille Santerre¹, Nadine Vallet¹, David Touboul²

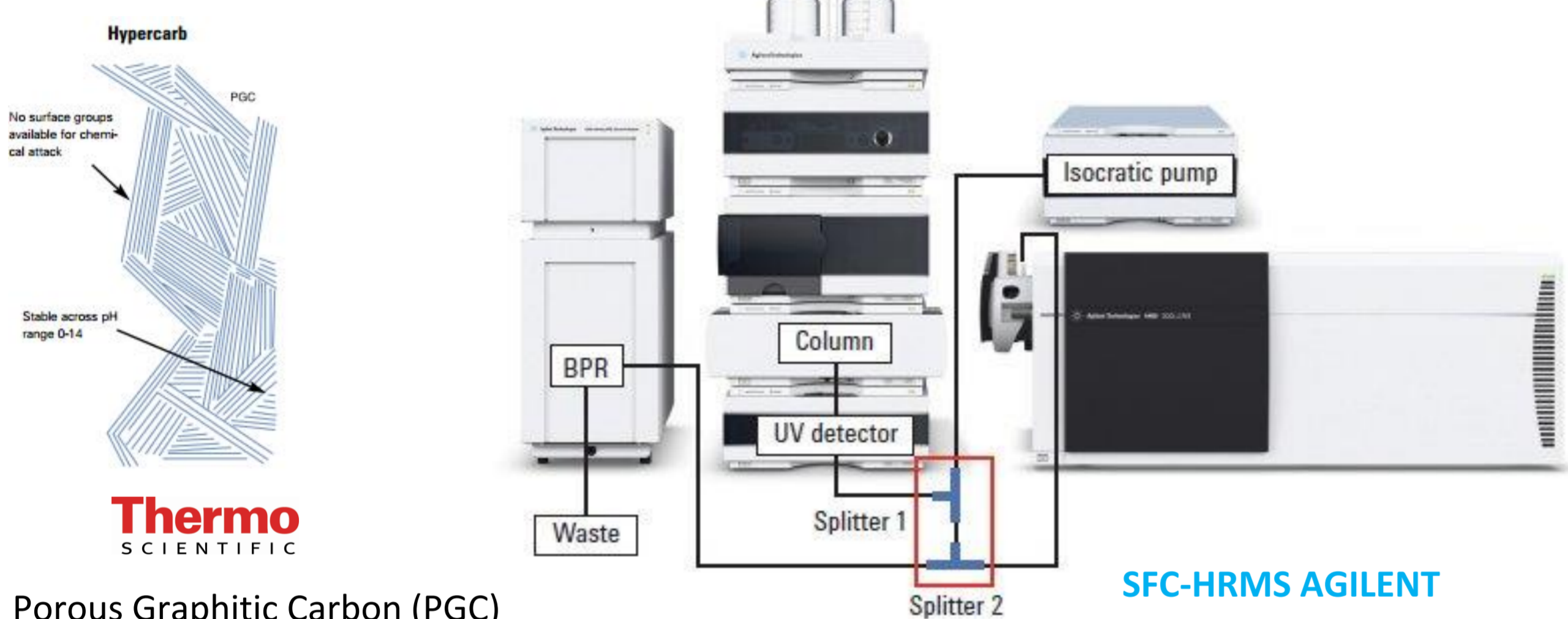
(1) Institut Supérieur International Parfum Cosmétique Arômes, Plateforme scientifique, ISIPCA, 34-36 rue du parc de Clagny, 78000 Versailles, France
(2) CNRS, Institut de Chimie des Substances Naturelles, UPR2301, Avenue de la Terrasse, 91190 Gif-sur-Yvette, France

INTRODUCTION

En 2012, le SCCS (Scientific Committee on Consumer Safety) a proposé un rapport¹ sur les molécules odorantes considérées comme allergènes dans les produits cosmétiques. Dans cette liste dont le cadre légal devait être appliqué en 2019, il y avait 24 produits classifiés : extraits naturels ou huiles essentielles. Nous avons donc décidé de travailler en partenariat avec les Laboratoires Rosier Davenne sur l'un de ces allergènes : le JASMINUM GRANDIFLORUM sous sa forme d'absolue afin d'en déterminer la composition la plus exhaustive possible, que ce soit la fraction volatile (bien connue à ce jour), mais également la partie non volatile (plus nébuleuse). La technique analytique nous paraissant la plus efficace pour cela fut la Supercritical Fluid Chromatography (SFC) couplée à une masse haute résolution de type Quadruple Time-of-Flight (Q-TOF). Fort de ces premiers travaux, nous avons donc décidé d'élargir notre domaine de recherche en intégrant d'autres plantes au sein de cette étude.

MATERIEL ET METHODE

Pour cela nous avons donc développé une méthode d'analyse en SFC-HRMS sur un matériel de type 1260 de la marque AGILENT. Après un screening de différentes chimies de colonne (Si, C18, 2EP, PFP...) et de co-solvant de polarités diverses (MeOH, ACN...); Le choix de colonne s'est portée sur une HYPERCARB de chez THERMO associée à de l'éthanol en co-solvant en mode gradient.

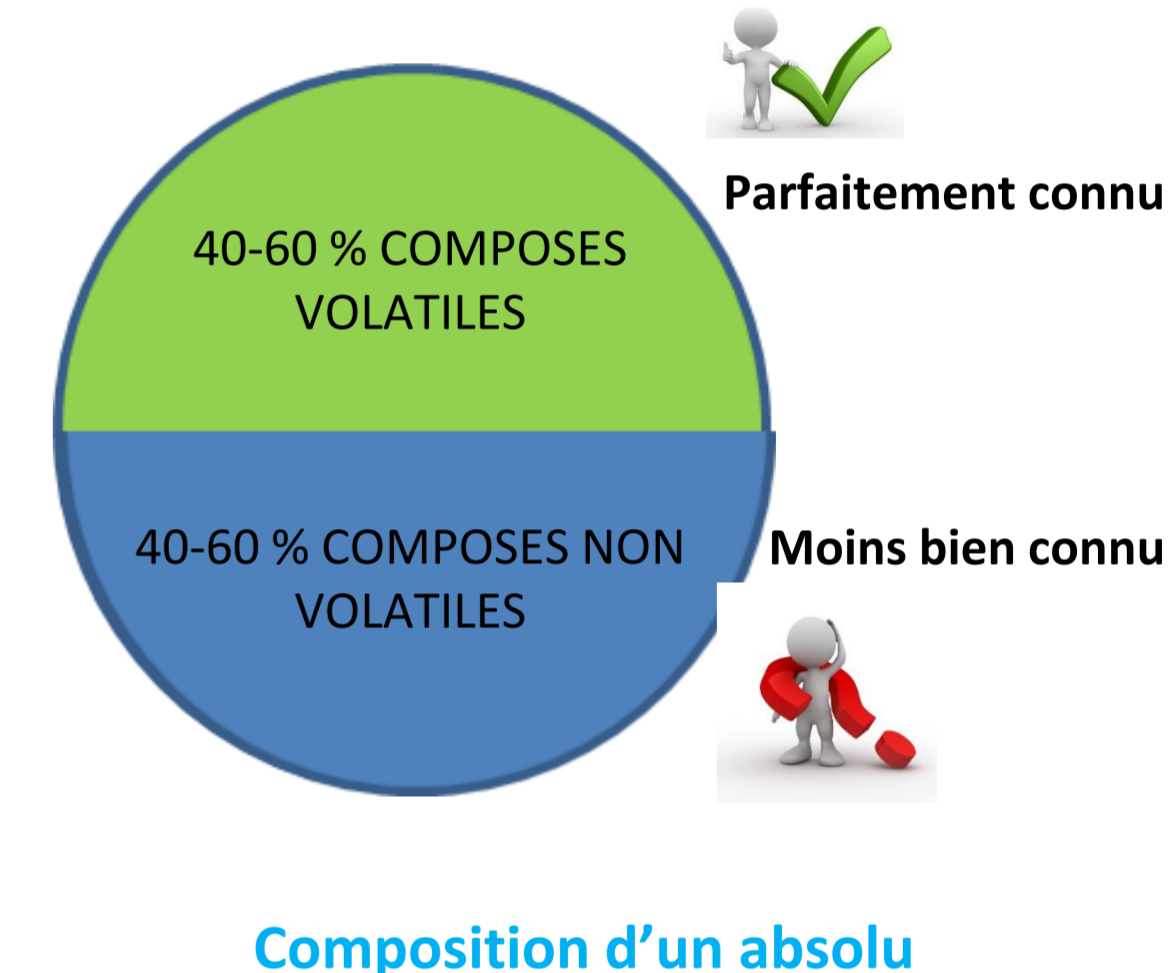


Pour la détection, nous avons également testé différentes sources (APCI, ESI...) et différents modes d'ionisations, et la solution la plus efficace sera de travailler avec une source APCI en mode positif.

Concernant les échantillons, nous avons analysé 5 familles différentes d'absolus avec plusieurs lots ou fournisseurs différents, ce qui nous donne un total de 17 échantillons. Et chacun de ces échantillons sera injecté en triplicate lors de cette étude.

- ❑ 6 JASMIN GRANDIFLORUM
 - ROBERTET R22483
 - QUIMDIS
 - **ROSIER DAVENNE 287BW402**
 - LMR INDE 3270
 - IFF LMR INDE 00100264
 - ALBERT VIEILLE EGYPTE 5483
- ❑ 3 LAVANDIN
 - ROBERTET R22321
 - ROBERTET 569600121416
 - IFF LMR
- ❑ 2 JONQUILLE
 - IFF 5671
 - IFF LMR 00100336
- ❑ 4 JASMIN SAMBAC
 - ROBERTET R22532
 - CHARABOT 5494
 - **ROSIER DAVENNE 344RD302**
 - IFF LMR 00100340
- ❑ 2 NARCISSE
 - IFF 5670
 - IFF LMR 00140138

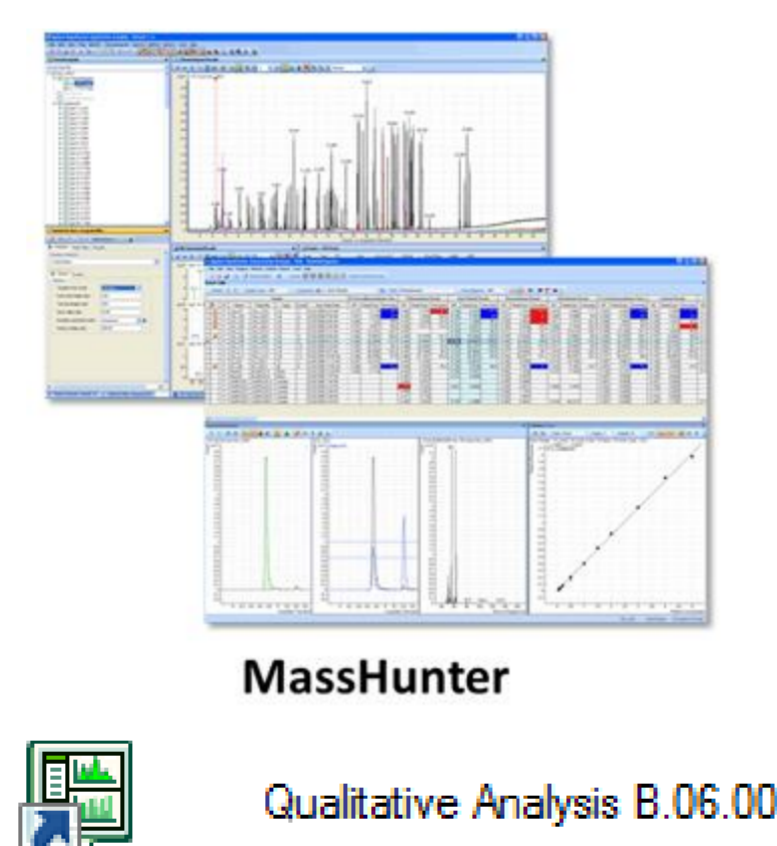
Un absolu est obtenu en deux étapes. Une première extraction par solvant à chaud (Hexane par exemple), solvant qui sera totalement éliminé pour donner une **concrète**. Puis cette concrète sera « lavée » à chaud à l'alcool. Cette alcool sera refroidi, filtré puis évaporé pour mener à l'**absolu**.



Composition d'un absolu

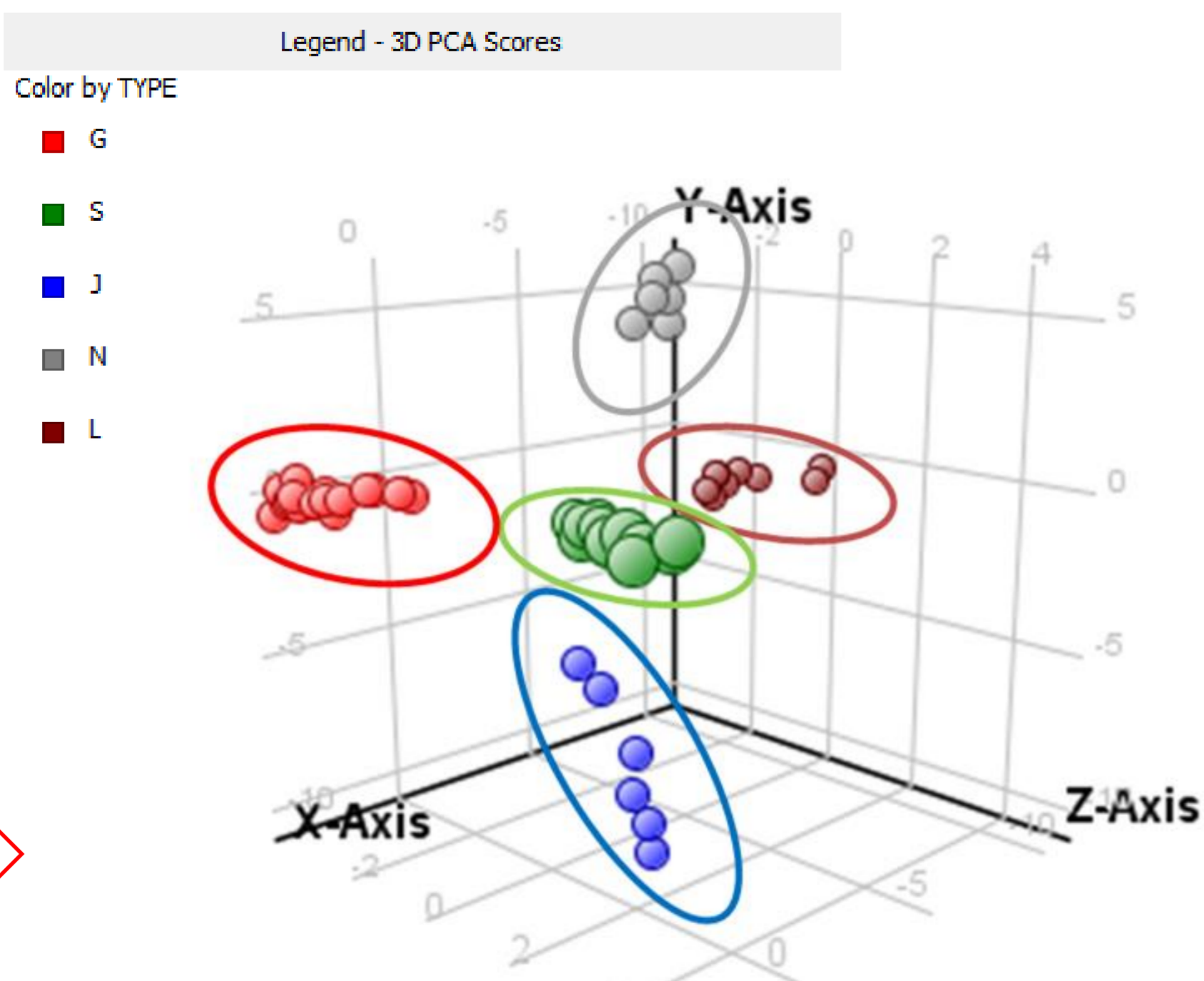
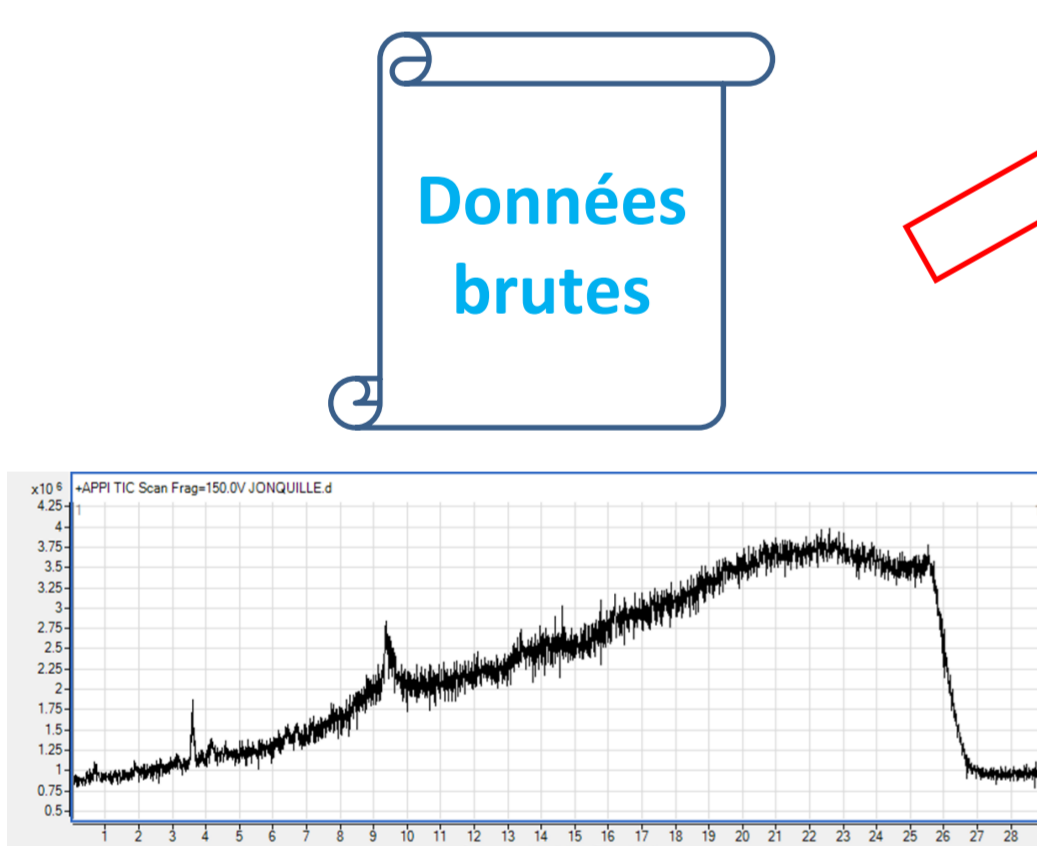
RESULTAT

- Extraction des EIC
- RT

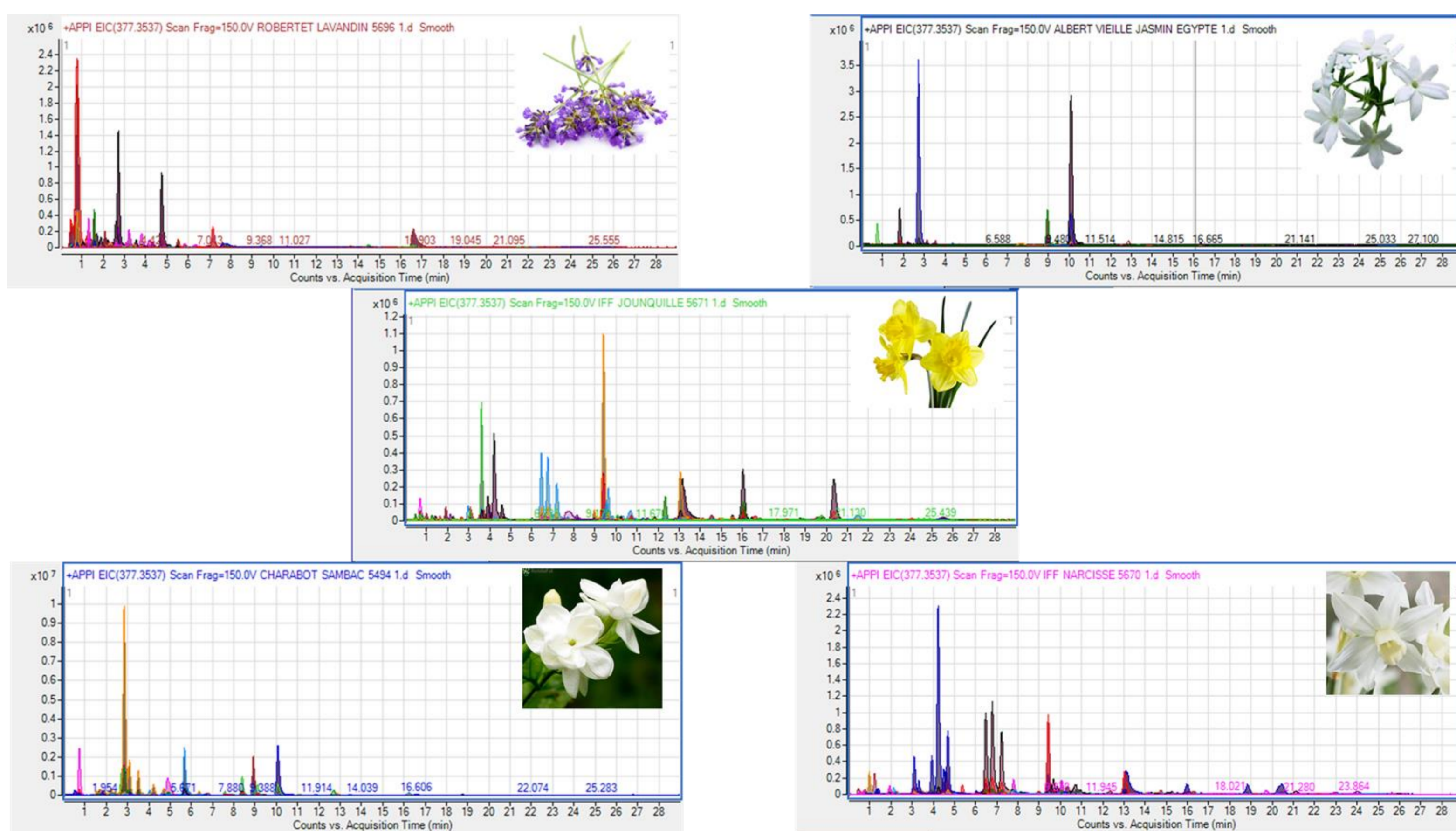


Le retraitement des résultats se fait en deux étapes distinctes :

- ✓ Le premier utilise un retraitement classique à partir du TIC (Total Ion Chromatogram) obtenu en MS. En effet nous ferons des EIC (Extracted-Ion Chromatogram) afin d'obtenir des profils chromatographiques propres à chaque plantes. Ainsi une simple **comparaison visuelle du profil nous permet de déterminer la plante appartenance**.
- ✓ La seconde partie sera un retraitement des données avec des outils statistiques pour obtenir notamment des ACP (Analyse en Composantes Principales) qui là encore **délimite bien la plante d'appartenance, montre la répétabilité des injections et confirme des similitudes inter échantillons dans un même type de plante**.



Représentation graphique des ACP



CONCLUSION & PERSPECTIVE

- ★ Méthode de screening rapide
- ★ Bonne répétabilité des profils chromatographiques obtenus
- ★ Bonne répétabilité vérifiée sur les ACP
- ★ Bonne corrélation entre les profils chromatographiques et les ACP
- ★ Possibilité d'identifier les marqueurs de chaque plantes grâce à des graphiques S-PLOT
- ★ Grâce à la HRMS possibilité d'obtenir les formules brutes des composés et une information structurale
- ★ Grâce à la SFC possibilité de voir des composés volatiles et des non volatiles en un seul RUN
- ★ Perspective : en prenant un panel de référence plus important d'absolus, obtenir une information sur l'origine, le mode d'extraction....

REFERENCES

[1] http://ec.europa.eu/health/sites/health/files/scientific_committees/consumer_safety/docs/scss_o_102.pdf