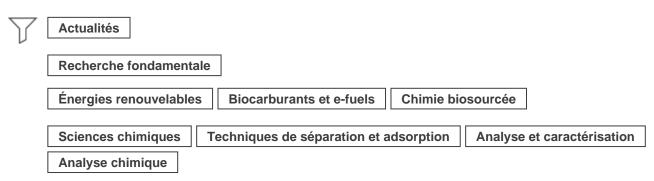


Rédigé le 20 février 2019





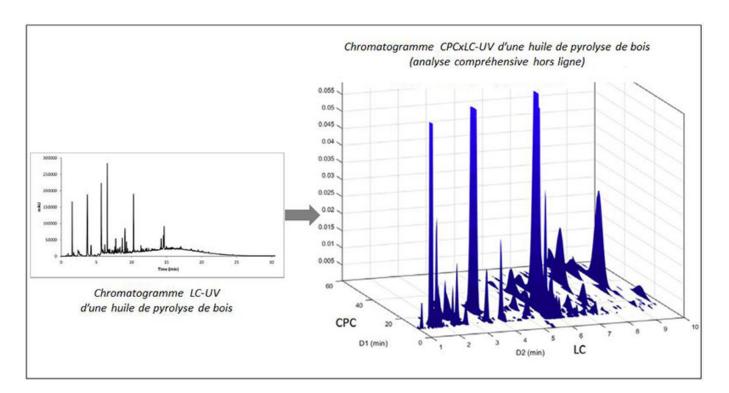
IFPEN s'est engagé depuis une dizaine d'années dans la mise au point de procédés et de catalyseurs innovants pour la **transformation de la biomasse lignocellulosique en biocarburants et molécules biosourcées**. Une caractérisation détaillée de la composition des produits générés, intermédiaires et finaux, est un élément clé indispensable pour atteindre un tel objectif dans un contexte industriel. Or ces produits possèdent une grande complexité chimique qui requiert très souvent une première étape de fractionnement en amont de l'analyse.

Parmi les approches développées au sein de la direction Physique et Analyse d'IFPEN, la chromatographie de partage centrifuge (CPC) a été récemment étudiée par l'équipe Analyses moléculaires du département Caractérisation des fluides. Cette technique a la particularité de mettre en œuvre deux phases liquides non miscibles entre lesquelles les constituants d'un mélange sont séparés selon leur coefficient de partage. Ces deux phases sont maintenues en équilibre grâce à un mouvement centrifuge dans plusieurs centaines de cellules reliées entre elles par des microcanaux situés à l'intérieur d'un rotor. Cette technique nécessite également l'usage de combinaisons de solvants dont le choix judicieux constitue un facteur essentiel.

Les atouts de la CPC sont nombreux :

- un panel très étendu de solvants organiques ou aqueux peut être utilisé pour séparer les analytes* en fonction de leur solubilité;
- l'intégralité du produit introduit est récupéré sans risque de pertes de matière liée à une adsorption irréversible sur une phase stationnaire solide ;
- la CPC est réalisée à faible température (40° C) et est donc parfaitement adaptée à la présence de molécules thermosensibles et/ou de hautes masses moléculaires ;
- les fractionnements sont reproductibles et comme la CPC met en jeu des quantités significatives de produit (de l'ordre de dix grammes sur une colonne d'un litre de capacité), elle peut être utilisée aussi bien à des fins analytiques que préparatives^[1].Un exemple d'application de la technique CPC est fourni par des travaux de 2017 portant sur la caractérisation d'une huile produite par pyrolyse rapide de bois^[2]. Ce type de produit contient plusieurs centaines de molécules oxygénées réparties sur une large gamme de masses moléculaires et de fonctions chimiques. L'analyse directe de cette huile en chromatographie en phase liquide (LC) n'offre pas une séparation suffisante de toutes les espèces présentes et nécessite donc une autre technique en amont qui doit être basée sur des mécanismes de rétention différents et complémentaires.

Dans cette étude, 280 fractions ont été recueillies à partir du fractionnement CPC de l'huile biosourcée en question puis injectées individuellement (hors ligne) en chromatographie en phase liquide, donnant ainsi accès à une véritable cartographie bidimensionnelle CPCxLC de l'échantillon. Dans cet exemple de biohuile, plus de 252 pics ont été détectés par UV. Tel qu'Illustré sur la figure ci-dessous, cette représentation 2D correspond à une véritable carte d'identité de l'échantillon. Cette dernière offre la possibilité, en tout point recelant un pic, de délivrer des informations détaillées sur le composé correspondant, telles que sa masse moléculaire, sa formule brute ou encore (dans le cas où une spectrométrie de masse haute résolution est utilisée en couplage avec la dimension LC) les fonctions constituant sa structure chimique. C'est donc grâce à la seconde dimension d'analyse qu'elle procure, laquelle permet de lever des ambiguïtés rencontrées jusqu'à alors en LC monodimensionnelle, que le première étape de fractionnement par CPC se révèle très bénéfique. On notera qu'elle permet également de s'affranchir d'effets de matrice néfastes à la spectrométrie de masse. Elle peut enfin s'avérer d'une grande aide pour structurer les chromatogrammes par type de famille chimique.



Le **couplage CPCxLC** ouvre le champ à une nouvelle démarche d'analyse et de compréhension adaptée aux échantillons complexes, tels que ceux de plus en plus couramment étudiés par IFPEN. C'est pourquoi des travaux de recherche sont poursuivis sur ce sujet avec un appareillage accessible sur la plate-forme collaborative Axel'One^[3].

* substance ou un produits chimiques constituant le centre d'intérêt d'une procédure d'analyse

Contacts scientifiques: agnes.le-masle@ifpen.fr - nadege.charon@ifpen.fr - ludovic.chahen@ifpen.fr

Publications

^[1] Marlot L., Batteau M, Escofet M.-C., Nuccio S., Coquoin V., de Vaumas R., Faure K., J. Chromatogr., A 1504 (2017) 55-63

[2] Le Masle A., Santin S., Marlot L. Chahen L., Charon N., Analytica Chimica Acta 1029 (2018) 116-124

[3] Dubuis A., Le Masle A., Chahen L., Destandau E., Charon N., A combination of elution, displacement and extrusion modes in centrifugal partition chromatography as a first dimension of a comprehensive two-dimensional liquid chromatography: a unique approach for the analysis of lignocellulosic biomass products, article soumis.

La CPC, un fractionnement qui fait tourner la tête aux oxygénés ! 20 février 2019

Lien vers la page web :		