



HAL
open science

Développement d'une méthode LC x SFC MS/MS hors ligne pour l'analyse de phytostérols issus des microalgues

Magali Batteau, Florian Delrue, René de Vaumas, Karine Faure

► To cite this version:

Magali Batteau, Florian Delrue, René de Vaumas, Karine Faure. Développement d'une méthode LC x SFC MS/MS hors ligne pour l'analyse de phytostérols issus des microalgues. CFIB2023— Conférence Francophone sur les Ingrédients Botaniques, Sep 2023, Grasse, France. hal-04241232

HAL Id: hal-04241232

<https://hal.science/hal-04241232>

Submitted on 13 Oct 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

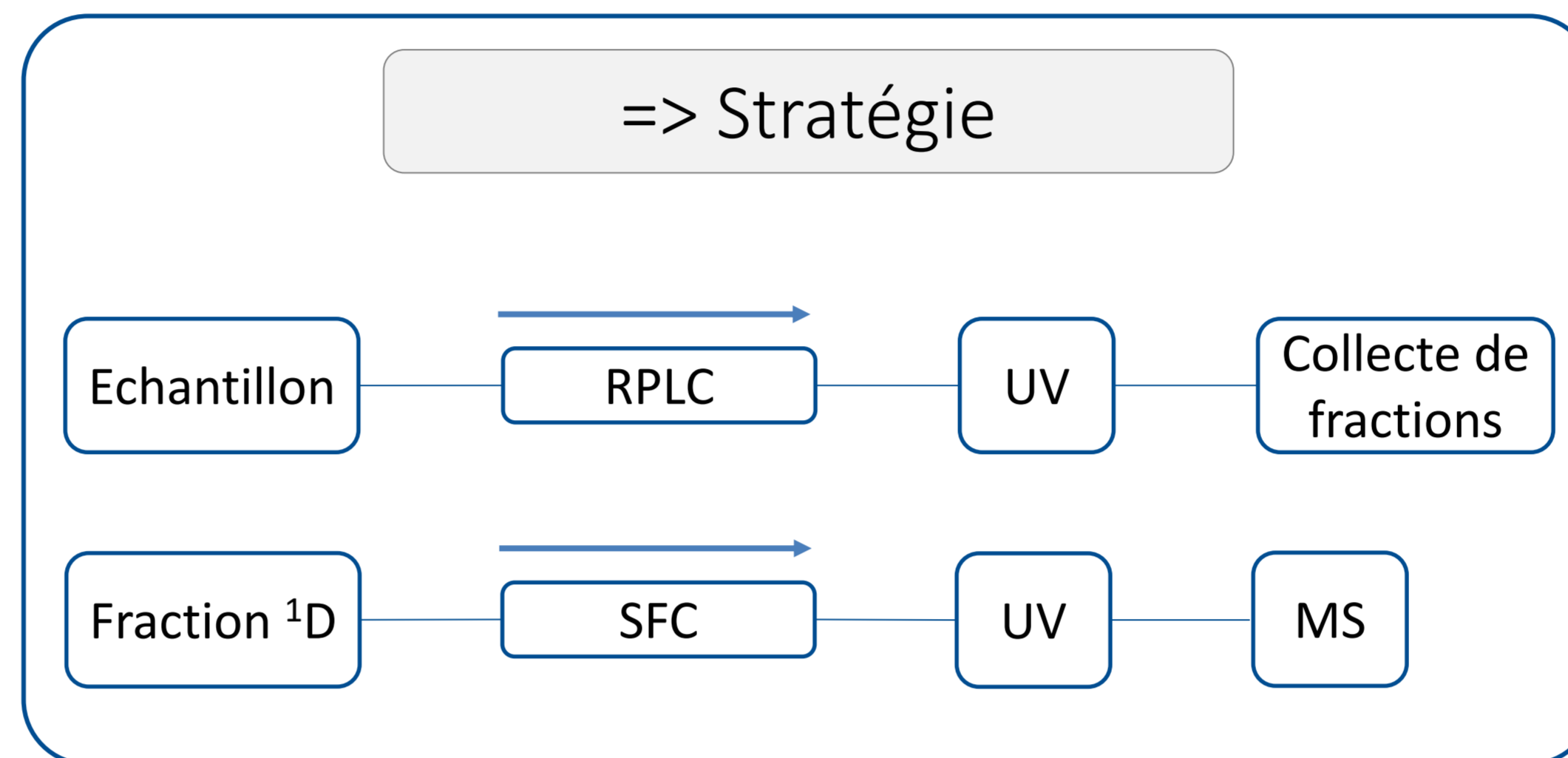
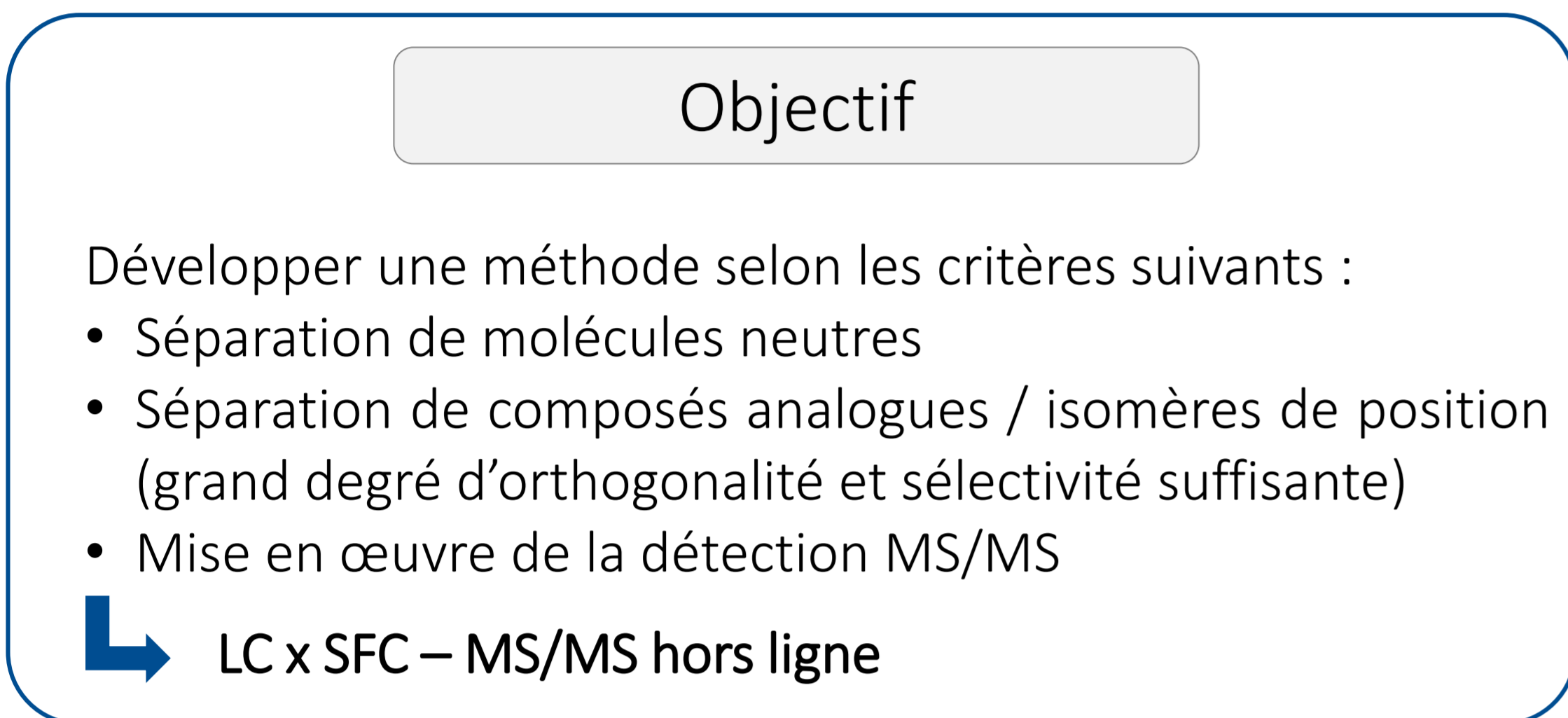
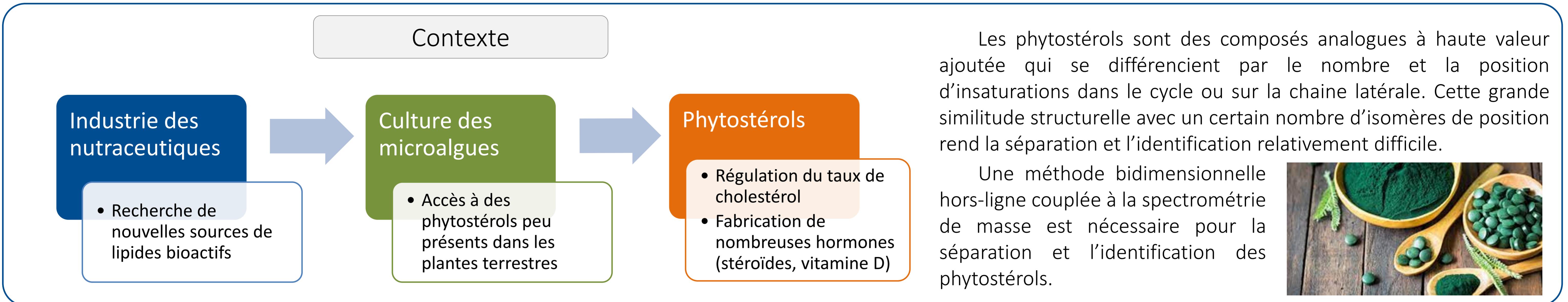
L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Magali Batteau¹, Florian Delrue², René de Vaumas³, Karine Faure¹

¹ Institut des Sciences Analytiques, CNRS UMR 5280 5, rue de la Doua, 69100 Villeurbanne

² MicroAlgae Processes Platform–CEA, CEA Tech Région Sud, 13108 Saint-Paul-lez-Durance

³ Extrasynthèse, Impasse Jacquard, 69730 Genay



standards

- 1- ergosterol
- 2- fucosterol
- 3- cholesterol
- 4- campesterol
- 5- stigmasterol
- 6- spinasterol
- 7- sitosterol

Isomérisation chaîne latérale
Isomérisation cycle

Identification

- $^1tr \pm 0.19$ min (modulation)
- $^2tr \pm 4$ s (3σ)
- Exact mass ± 10 ppm
- Fragmentation MS/MS

Analyse ciblée des standards par LC x SFC – MS/MS

stigmasterol (5) & spinasterol (6)

- ✓ même rétention LC
- ✓ même fragmentation
- Même chaîne latérale
- ≠ positions de la double liaison (noyau)

fucosterol (2) & stigmasterol (5)

- ✓ même rétention SFC
- ✓ ≠ fragmentations
- ≠ chaîne latérale
- même position de la double liaison (noyau)

Analyse non ciblée *Chlorophyceae Scenedesmus* par LC x SFC – MS/MS

Orthogonalité sur la famille des stérols

○ Standards
○ Isomères de standards
□ Autres stérols

LC x SFC-MS hors ligne – BPC
Luna Omega C18 150 mm x 4.6 mm, 3 μm, A: ACN B: IPA, 20°C, gradient 10-12,8% B en 5,53 min, 1,8 mL/min, V_{inj} 60 μL, collecte toutes les 0,19 min
Torus 1-AA, 100 mm x 3 mm, 1,7 μm, 40°C, BPR 140 bar, gradient 5-12% [MeOH] 5,44min, 1,2 mL/min V_{inj} 15 μL, 46 fractions dans heptane
APCI⁺, 50-1000 m/z, 1 spectre/sec, tension capillaire 1.0 kV, courant Corona 4 μA, fragm. 100 V, collision 20eV, make-up MeOH

Stérols inconnus : proposition de candidats

Campesterol (4) : 16 isomères cités dans la littérature

Détection d'un isobare (4b)

- ✓ même rétention LC
- ✓ même fragmentation
- même chaîne latérale
- ≠ positions de la double liaison (noyau)

➔ 1 seul isomère répond à ces critères

Fungisterol

Conclusion

- ✓ Séparation de phytostérols (molécules neutres, composés analogues avec nombreux isomères de position)
- ✓ Bonne orthogonalité des mécanismes de séparation utilisés en mode selective comprehensive
- ✓ Etablissement d'une liste de suspects pour les isomères des standards

Détection de 7 molécules cibles, 7 isomères de ces molécules et de 4 autres stérols