

## Concours de l'École Doctorale de Chimie de Lyon - 2025

*Mot-clés : extraction, chromatographie, spectrométrie de masse, statistiques*

*Keywords : extraction, chromatography, mass spectrometry, statistics*

### Analyse des polyphénols issus de co-produits par chromatographie multidimensionnelle

Dans un contexte post-pétrolier, il est crucial pour le futur de la chimie de déceler de nouvelles briques moléculaires non pétrolières pouvant être soit directement valorisées, soit pouvant servir de bases (molécules plateforme) pour synthétiser les molécules nécessaires aux activités humaines. Les co-produits alimentaires sont des fractions issues de l'utilisation de ressources végétales et considérés souvent comme déchets. Or ces fractions contiennent un très grand nombre de polyphénols, molécules pouvant être valorisées via une bioraffinerie en molécules bioactives (anti-inflammatoire, antioxydant) ou en molécules plateformes du fait des très nombreux cycles aromatiques présents sur leur structure. L'analyse exhaustive des fractions phénoliques est donc de prime importance pour appréhender les différentes voies de valorisation. Les études précédentes étant souvent macroscopiques, il convient pour mieux maîtriser les sources d'approvisionnement, les schémas réactionnels et les évolutions des échantillons d'apporter des analyses moléculaires beaucoup plus résolutes. L'Institut des Sciences Analytiques propose de combiner toutes les approches analytiques à sa disposition et notamment les dernières méthodologies développées en analyse non ciblée pour caractériser ces produits. Les outils de chromatographie liquide multidimensionnelle, et notamment la technique LCxSFC, une des rares techniques à permettre à la fois une grande capacité de pics et une résolution des isomères de position, seront mis en couplage avec des techniques de MS/MS permettant fragmenter et donc de visualiser les relations de similitude structurelle entre molécules (réseau moléculaire), facilitant ainsi leur identification et la création de bases de données spécifiques aux composés phénoliques issus de co-produits. Dans un deuxième temps, les méthodologies mises en place pourront être utilisées pour comparer des cohortes d'échantillons et par analyse statistique, répondre à des questionnements sur la variabilité de la ressource « déchets », et notamment sa qualité moléculaire au regard des conditions de stockage et du risque de croissance fongique.

Les deux matières d'étude seront le marc de café et les coques de cacao. Le café est une des boissons les plus consommées au monde. Ce faisant, le déchet solide de cette extraction, c'est-à-dire le marc de café, représente plus de 10.5 million de tonnes par an dans le monde. La loi française AGECE impose à partir de Janvier 2024 au producteur (dans notre cas les services de restauration collectives, les restaurants et distributeurs spécialisés type Starbucks) de développer une filière de valorisation. La voie envisagée actuellement (compost, combustible) est à très faible valeur ajoutée alors que 20% de la masse du marc peut encore être extraite. La coque de cacao est un déchet produit lors de la torréfaction des fèves de cacao. Là encore peu de données sont disponibles si ce n'est la très haute teneur en polyphénols de cette matière créée localement, notamment par les chocolatiers d'Auvergne Rhône Alpes.

Le/la doctorant.e rejoindra l'équipe Chromatographie et Techniques Couplées pour développer des méthodes en LCxSFC-HRMS et SFC-IM-HRMS. Il/elle interagira éventuellement avec les autres équipes de l'ISA pour des analyses en GC-HRMS, isotopie, etc... et aura l'occasion de collaborer avec d'autres laboratoires nationaux sur ce sujet. Une expérience en chromatographie liquide ou en spectrométrie de masse est essentielle. Une connaissance de la chromatographie multidimensionnelle n'est pas requise. Une appétence pour le traitement de données est requise. Les travaux ont vocation à être publiés, la maîtrise de l'anglais est donc indispensable.

## Analysis of polyphenols from co-products using multidimensional chromatography

In a post-oil context, it is crucial for the future of chemistry to identify new non-petroleum molecular building blocks that can either be directly exploited or used as bases (platform molecules) to synthesise the molecules needed for human activities. Food co-products are fractions derived from the use of plant resources and often considered as waste. However, these fractions contain a very large number of polyphenols, molecules that can be recycled via a biorefinery into bioactive molecules (anti-inflammatory, antioxidant) or platform molecules due to the large number of aromatic rings present in their structure. Exhaustive analysis of phenolic fractions is therefore of prime importance in understanding the different ways in which they can be used. As previous studies were often macroscopic, molecular analyses with much greater resolution are needed to gain a better understanding of the sources of supply, reaction schemes and changes in the samples. The Institut des Sciences Analytiques proposes to combine all the analytical approaches at its disposal, and in particular the latest methodologies developed in non-targeted analysis to characterise these products. Multidimensional liquid chromatography tools, and in particular the LCxSFC technique, one of the few techniques to offer both high peak capacity and resolution of positional isomers, will be combined with MS/MS techniques to fragment and thus visualise structural similarities between molecules (molecular network), thereby facilitating their identification and the creation of databases specific to phenolic compounds derived from co-products. Secondly, the methodologies developed could be used to compare cohorts of samples and, through statistical analysis, to answer questions about the variability of the 'waste' resource, and in particular its molecular quality with regard to storage conditions and the risk of fungal growth.

The two study materials will be coffee grounds and cocoa shells. Coffee is one of the most widely consumed beverages in the world. As such, the solid waste from this extraction, i.e. spent coffee grounds, represents more than 10.5 million tonnes per year worldwide. From January 2024, France's AGEC law requires producers (in our case, catering services, restaurants and specialist distributors such as Starbucks) to develop a recycling chain. The route currently envisaged (compost, fuel) has very little added value, whereas 20% of the pomace mass can still be recycled. Cocoa shell is a waste product produced during the roasting of cocoa beans. Here again, little data is available, apart from the very high polyphenol content of this material, which is created locally, in particular by chocolate makers in the Auvergne Rhône Alpes region.

The PhD student will join the Chromatography and Coupled Techniques team to develop LCxSFC-HRMS and SFC-IM-HRMS methods. He/she may interact with other ISA teams for GC-HRMS analyses, isotopy, etc., and will have the opportunity to collaborate with other national laboratories on this subject. Experience in liquid chromatography or mass spectrometry is essential. Knowledge of multidimensional chromatography is not required. An interest in data processing is required. The work will be published, so fluency in English is essential.

Two-dimensional chromatography for the analysis of valorisable biowaste

<https://doi.org/10.1016/j.aca.2023.341855>

Supervisor/Directrice de thèse: Karine Faure

Location: Institut des Sciences Analytiques, 5 rue de la Doua, 69100 Villeurbanne

Contact : Send CV + motivation letter + academic record of last 2 years to [karine.faure@isa-lyon.fr](mailto:karine.faure@isa-lyon.fr)