



33^{ème} Réunion du Club de CCM Mercredi 27 Juin 2018

20 ans d'activités
10 ans d'ateliers

Comment cela a commencé:



1938 N.A.Ismailov et M.S.Shraiber and the ultra-chromatograms.

1951, J.G.Kirchner invented ascending TLC

1961, Merck Silica according to S

1975, HPTLC by E.Merck

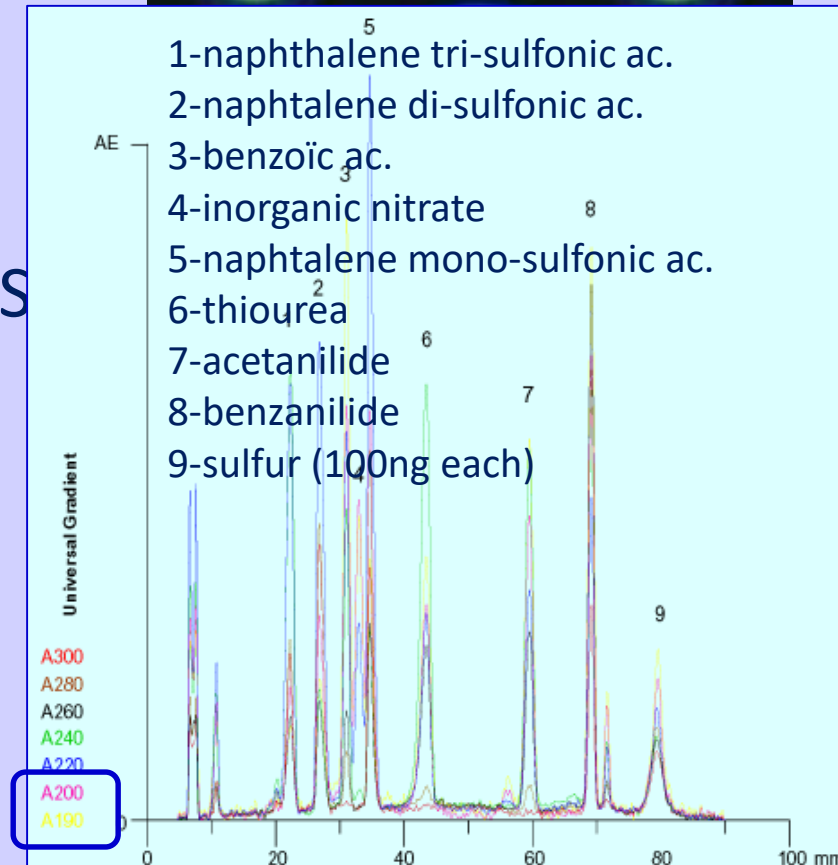
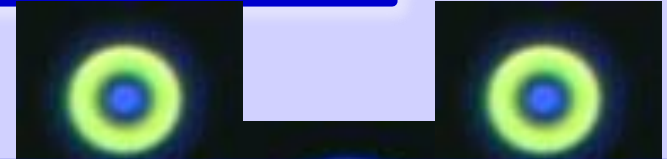
1986, AMD by K.Burger

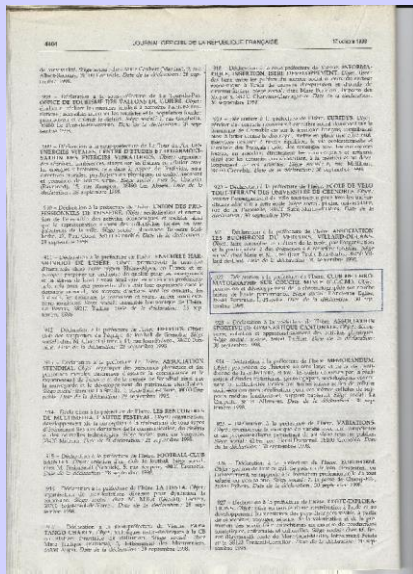
1990, DuoChrom by K.Burger

1995, Lichrospher by E.Merck

2001, UTLC by H.E.Hauck

2005, DART by Jeol wins Pittcon's golden award





Fondation 1998

Club de Chromatographie sur Couche Mince

1^{ère} journée 1999



Programme de la journée du 10 juin 1999

- 8 : 30 Accueil des participants
- 9 : 00 Ouverture de la journée par M. Serge Sibaud, Directeur des sites H.M.R. de Neuville-sur-Saône et Vertolaye.
- 9 : 15 Le dépôt d'échantillon en CCM, théorie et méthodologie par M. Pierre Bernard-Savary, Merck S.A.
- 10 : 00 Sample application as an interface for HPLC-TLC on-line coupling by M. Klaus Burger, Bayer. (le dépôt, interface du couplage direct HPLC-CCM).
- 10 : 45 Pause.
- 11 : 00 Les nouveautés 99 : présentation des appareils et logiciels par la société Camag. Questions des utilisateurs aux intervenants.
- 11 : 45 Assemblée générale du CCCM.
- 12 : 15 Pause et déjeuner pris sur le site.
- 14 : 00 L'analyse CCM en vue de l'amélioration des procédés industriels par Mme Louise Vicard, H. M. R.
- 14 : 45 Les contraintes de l'analyse chromatographique en toxicologie par M. Philippe Berny, Ecole Nationale Vétérinaire de Lyon.
- 15 : 30 Questions diverses.
- 16 : 00 Clôture de la journée.



Le dépôt en CCM **CCCCM**

- ✘ un peu d'histoire*
 - ✘ explications théoriques*
 - ✘ la bonne méthode*
 - ✘ bibliographie*
-

Pierre BERNARD-SAVARY

2. Théorie du dépôt **CCCM**

La résolution entre deux pics a et b :

$$R_{b,a} = \left(\frac{R_{fb}}{R_{fa}} - 1 \right) \frac{b_1 + b_0}{b_1 - b_0} (SN + 1)$$

et la qualité du dépôt

$$QD = \frac{b_1 - b_0}{b_1 + b_0}$$

Sauf que c'est faux!...
Merci à notre collègue Belge
qui a mis le doigt sur
l'inconséquence de l'auteur
(Prof. Kaiser)

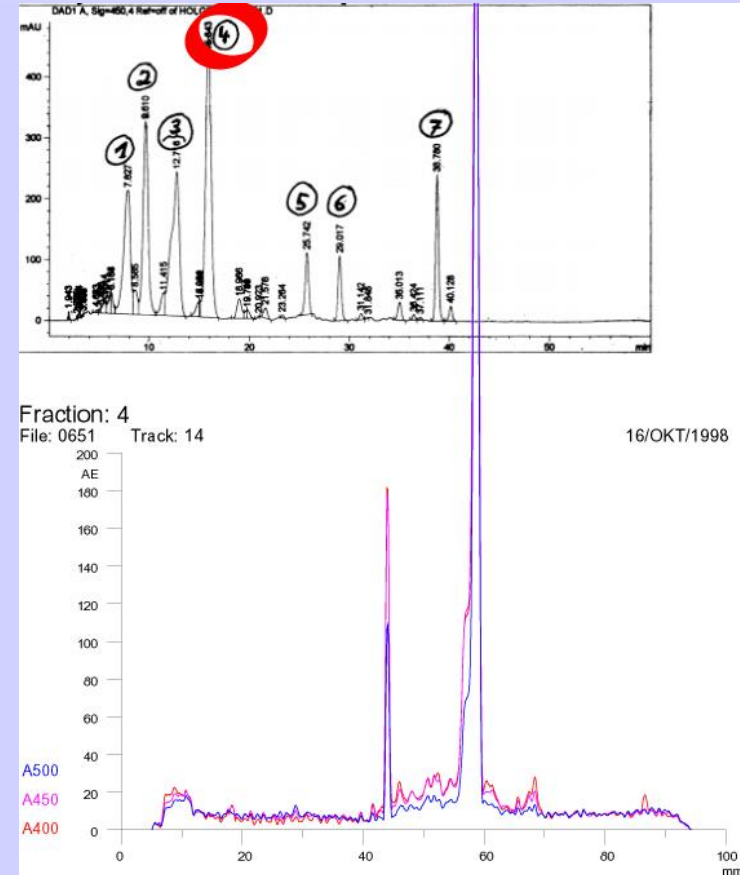
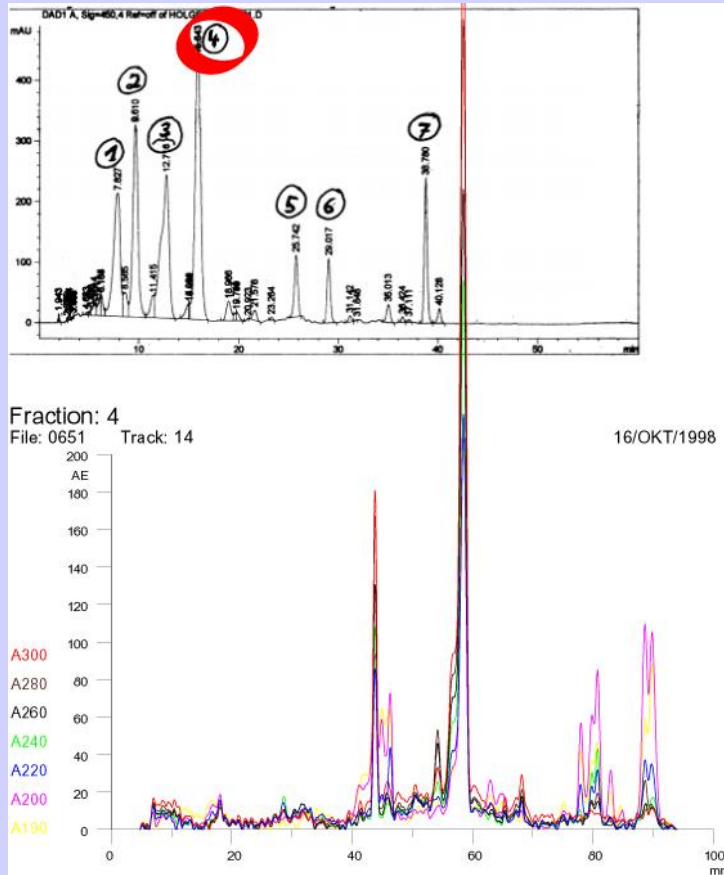
2. Théorie du dépôt **CCCM**

La qualité du dépôt QD à toujours un effet pénalisant sur le résultat de la séparation (ne l'améliore jamais).

✕ si $b_0 = 0.7\%$; 10% ; 40% de b_1
alors $QD = 0.99$; 0.82 ; 0.43

...mais l'importance du dépôt est toujours la règle

couplage HPLC – AMD



il y a déjà 20 ... comment faire aujourd'hui sans Klaus Burger ?

Club de Chromatographie sur Couche Mince



2^{ème} journée

Programme de la journée du 21 Octobre 1999

8 : 30 Accueil des participants

9 : 00 Ouverture de la journée par M. Jean-Jacques Berthelon,
Chef de Service Chimie, Lipha - Lacassagne

9 : 15 La migration en CCM, théorie et méthodologie par M.
Pierre Bernard-Savary, Merck S.A.

10 : 00 Quality manufacturing of Silica based plates by M.
Heinz-Emil Hauck (une fabrication de qualité pour les
plaques sur base Silice)

10 : 45 Pause.

11 : 00 Method development, the Camag solution
by M. Eike Reich (développement de méthode, la solution
Camag)

Questions des utilisateurs aux intervenants.

11 : 45 Assemblée générale du CCCM.

12 : 15 Pause et déjeuner pris sur le site.

14 : 00 Le transfert d'une méthode de l'HPLC à l'HPTLC par
M. Alain Carminati, SANOFI Chimie de Sisteron

14 : 45 L'utilisation de l'analyse des sucres et lipides en
HPTLC pour la taxonomie bactérienne par M. Claude Barreau,
Institut Pasteur de Paris.

15 : 30 Questions diverses.

16 : 00 Clôture de la journée.



A. CARMINATI

Remerciements

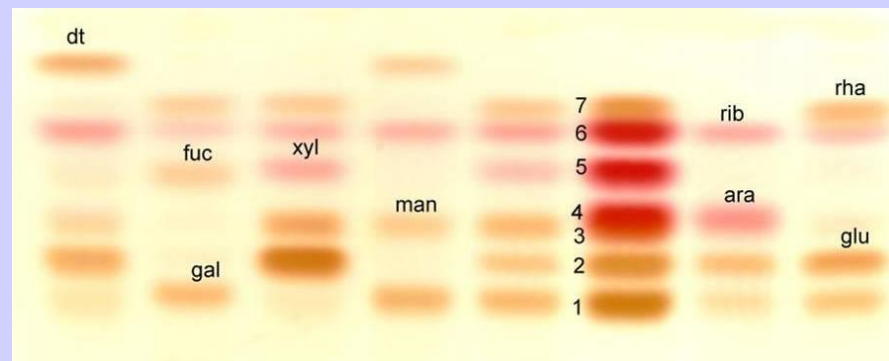
- Muriel NIMOD Myriam CONTE

CONCLUSION

- Mise en application de notre investissement
- Promotion de la CCM auprès des développeurs
- La CCM peut remplacer la CPL !!!

Club CCM : Journée 2

•15





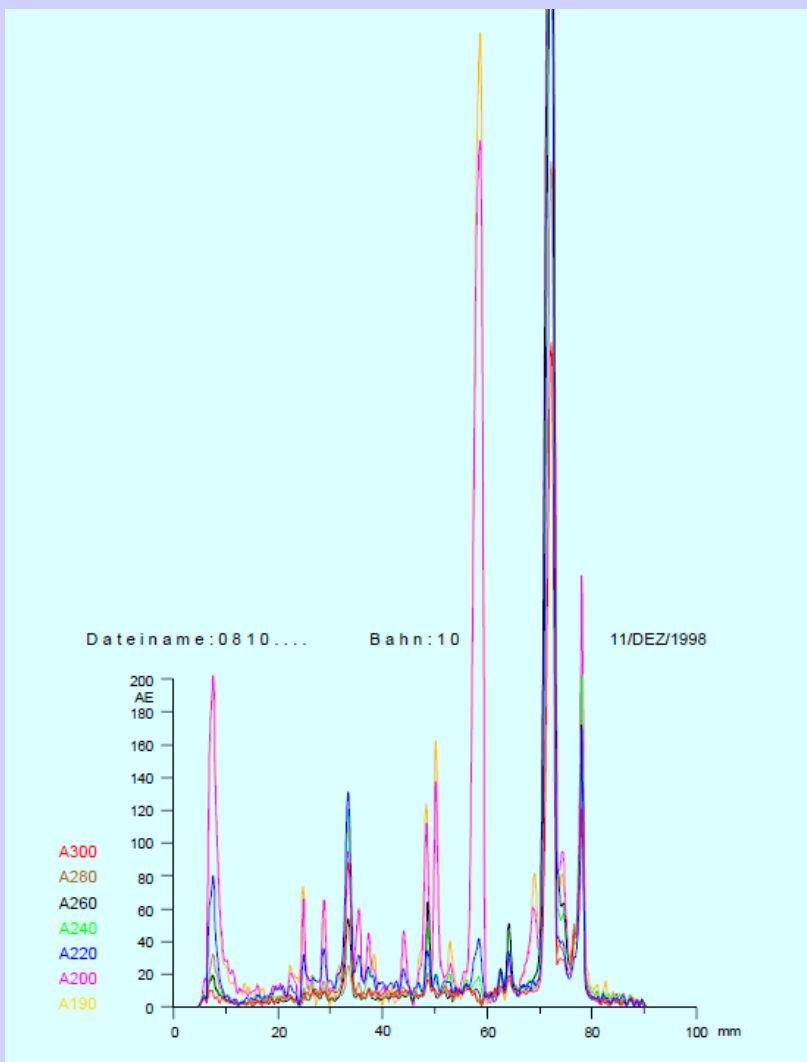
Programme de la journée du 15 juin 2000

- 8 : 30 Accueil des participants
- 9 : 00 Ouverture de la journée par M. le représentant de la société Aventis, à Vitry-sur-Seine (94).
- 9 : 15 The AMD method : theory, practical aspects and examples by Pr. Klaus Burger (La méthode AMD : théorie, pratique et exemples, par son inventeur).
Présentation en deux parties séparées par une pause.
- 11 : 00 Récents résultats sur l'analyse de carbohydrates sur plaque Diol par le Pr. Gaetano Lodi de l'Université de Ferrara (résultats présentés par M. P. Bernard-Savary)
- 12 : 15 Pause et déjeuner pris sur le site.
- 14 : 00 Utilisation de l'AMD pour l'analyse des substances naturelles : exemple des polyphénols et des alcaloïdes par Mme Sylvie Darnault des Parfums Christian Dior et M Jacques Pothier de l'Université de Tours.
- 14 : 45 Substances apparentées dans un produit pharmaceutique : mise au point AMD par Mlle Christel Bufferne dans le cadre d'un stage effectué pour Sanofi-Synthélabo.
- 15 : 00 L'utilisation de l'AMD dans le cadre de la répression des fraudes par M Jean Paul Lautié de la Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes à Massy.
- 15 : 30 Questions diverses.
- 16 : 00 Clôture de la journée.

3^{ème} journée

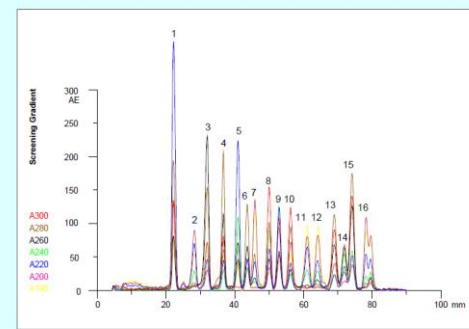
Résultats (Points positifs)

- Analyse par HPTLC de comprimés dégradés :
 - Pas toujours retour à la ligne de base
 - mise en évidence de produits de dégradation inconnus et non apparus en HPLC
 - toutes présentes dans le même lot
 - détection d'une impureté connue et non recherchée en HPLC
 - Durée du développement de la plaque : 1h30



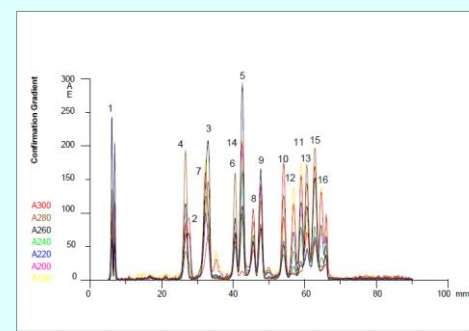
Screening: Product 12

Klaus
Burger



Separation of a Mixture in a Dichloromethane Based Gradient

Klaus
Burger



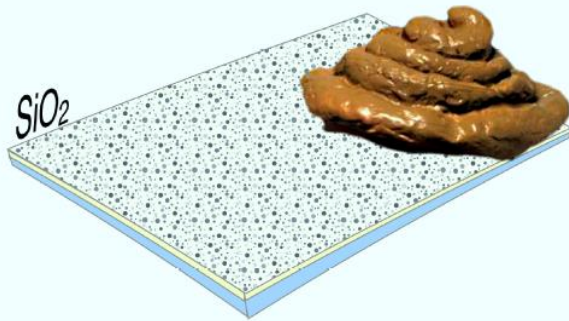
Separation of the Same Mixture in an Ether Based Gradient

Klaus
Burger

la théorie vue par l'inventeur du gradient AMD



A dog's muck ...



and how to prevent it!

Not an appetizer

Klaus
Burger

un génie ayant le sens de
l'autodérision

After controlling the airborne
blind
and ordering AMD suited
solvents
(to block the second source of
blinds)
life is very comfortable.
He now can start to
work...



Club de Chromatographie sur Couche Mince

4^{ème} journée

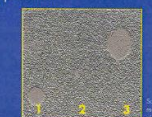
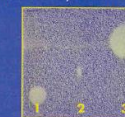


Programme de la journée du 25 Octobre 2000

- 8 : 30 Accueil des participants.
- 9 : 00 Ouverture de la journée par le représentant de Lipha.
Coupling techniques in HPTLC by Mrs Gerda Morlock and Mr Klaus Burger (méthodes de couplage avec la CCM : un panorama complet sur les modes de détection, en deux parties).
- 9 : 15 1^{ère} partie
- 10 : 15 Pause.
- 10 : 30 2^{ème} partie
- 11 : 30 The staining : from universal to specific reagents by M. Walter Fischer from Merck (la révélation : réactifs universels, réactifs spécifiques).
- 12 : 00 Assemblée générale
- 12 : 15 Pause et déjeuner pris sur le site.
- 14 : 00 Caractérisation, par CCMHP, de résidus d'explosifs, après attentat, par M. Minet Jean-Jacques, du Laboratoire Central de la Préfecture de Police de Paris.
- 14 : 30 Révélation des stéroïdes, par Mme Vicard d' Aventis Pharma. Etude méthodologique comparative.
- 15 : 00 Echange d'information et questions diverses.
- 16 : 00 Clôture de la journée.

Chrom Biodip® Antibiotics

For Bioautographic Detection of Antibiotically Active Compounds after Thin-layer Chromatographic Separation



Chromatographic conditions:

Layer:
HPTLC plate Si 60 WRF₂₅₄

Samples:
1. Oxytetracycline
2. Marenin
3. Penicilin V

Eluent:
Acetonitrile

Migration Distance:
4 cm

Detection and Documentation:

- Dipping for 1 s in *Bacillus subtilis* medium
- Incubation in humid atmosphere for 19 h at room temperature
- Staining with MTT
- Video documentation in visible light (DESAGA ProVIDoc)

Programme du 14 Juin 2001
SANOFI-SYNTHELABO
Centre de Recherches
F-34000 Montpellier



- 8.30 Accueil des participants
- 9.00 Ouverture de la journée par M Le Représentant de la Société Sanofi-Synthelabo
- 9.10 Rappel des étapes précédentes et introduction à l'évaluation en CCM par P. Bernard-Savary
- 9.30 M le Pr Siegfried EBEL 1ère partie :
"Rules to get quantitative results from a TLC plate : theoretical and methodological aspects" (Analyse quantitative en CCM)
- 10.30 Pause
- 10.50 2ème partie : "Good practice for UV Spectra recording and evaluation" (Evaluation spectrale sur plaque de CCM)
- 12.00 Informations sur la vie du Club, questions et informations techniques
- 13.00 Déjeuner pris sur place
- 14.30 Analyse des carbohydrates dans un laboratoire de recherches microbiologiques par Mme N. Debaisieux de la Société Roquette Frères
- 14.50 Analyse quantitative de trois substances actives dans un extrait brut de plante par M P. Bernard-Savary pour la Société Roche Division Serdex
- 15.10 Pause
- 15.20 Programme d'assurance qualité pharmaceutique hospitalière dans le 1er centre européen anti-cancéreux par M. A. Paci de l'Institut Gustave Roussy
- 15.40 Utilisation de l'évaluation spectrale en Toxicologie Vétérinaire par M Ph. Berry de l'Ecole vétérinaire de Lyon
- 16.00 Questions diverses
- 16.30 Clôture de la journée

année 2001



Programme du 15 Novembre 2001
SOCIETE LIPHA
35 Rue Saint Romain
F69008-LYON



- 8.30 Accueil des participants.
- 9.00 Ouverture de la journée par M Le Représentant de la Société LIPHA.
- 9.10 Rappel des étapes précédentes par P. Bernard-Savary.
Bernd RENGGER de la Société Byk Gulden : «Method Validation in Pharmaceutical Quality Control» (Validation de méthode en Contrôle de Qualité Pharmaceutique) présenté par M le Pr Dr Wolf DAMMERTZ.
- 9.30 1^{ère} partie.
- 10.00 Pause.
- 10.30 2^{ème} partie.
- 11.00 «Le point de vue de la Pharmacopée» présenté par Mr P. Bernard-Savary.
- 11.20 Assemblée Générale, questions et informations diverses.
- 13.00 Déjeuner pris sur place.
- 14.30 «Mise en place d'un nouvel appareil dans un système de qualité pharmaceutique» par Mmes C.Jagla et V.Gelin de la Société Pfizer.
- 14.50 «Validation du nettoyage entre deux fabrications de principe actif pharmaceutique» par Mlle C. Peixoto-Xavier de la Société Finorga.
- 15.10 Pause.
- 15.20 «Performances et contraintes d'une méthode validée en R&D Cosmétique» par Mr J.Wasjman de la Société Coletica.
- 15.40 «Qualification instrumentale» par Mr P.Bernard-Savary.
- 16.00 Questions diverses.
- 16.30 Clôture de la journée.

Jeudi 20 juin 2002

(Université F.Rabelais /Tours)

Le choix de la méthode optimale

Dans quels cas doit-on choisir la CCM
et pour quelles bonnes raisons ?

Par le Pr. Colin Poole

Travaux présentés par les
participants

Jeudi 21 novembre 2002

(Société Lipha à Lyon)

L'essentiel de la théorie

de la CCM et ses conséquences pratiques
Exposé du Docteur Friedrich Geiss, auteur
de l'ouvrage de référence 'Fundamentals of
Thin Layer Chromatography'

Exemples pratiques exposés par
les participants

année 2002

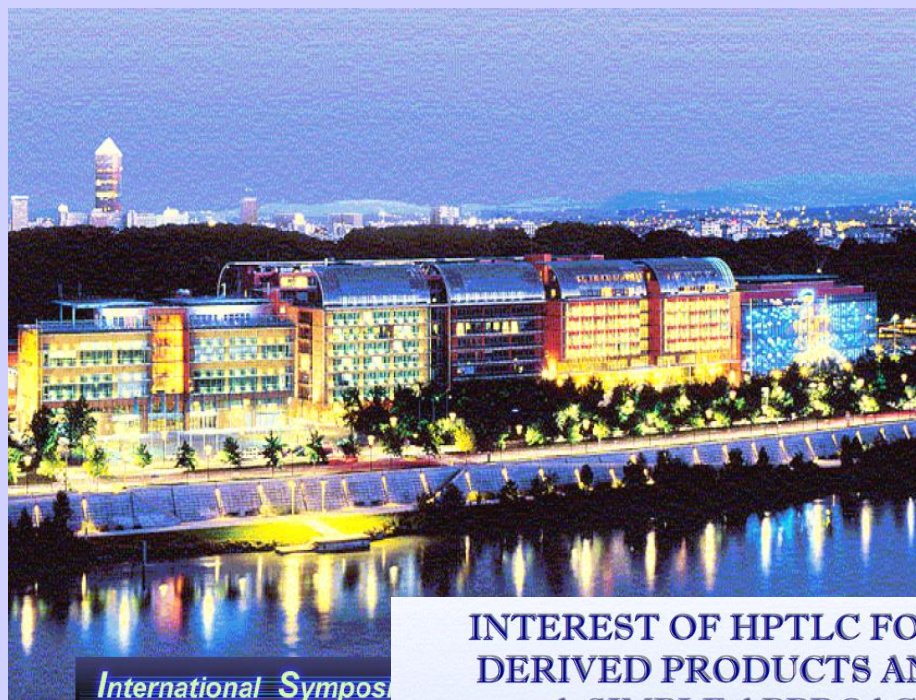


Programme du 05 Juin 2003
AVENTIS PHARMA
31-33 Quai Armand Barbès
F69250- Neuville sur Saône



- 8.30 Accueil des participants.
- 9.00 Ouverture de la journée par M Serge Sibaud, directeur du site.
- 9.10 Rappel des étapes précédentes par P. Bernard-Savary.
- 9.30 "Troubleshooting in TLC (les problèmes en CCM et leur solutions) par Mme Elke Hahn-Beinstrop, auteur de l'ouvrage " Applied Thin-Layer Chromatography, Best Practice and avoidance of mistakes ".
- 10.30 Pause.
- 11.00 Stratégie de diagnostic des problèmes liés au matériel et solutions envisageables, par M André Eschwind, responsable du SAV Camag.
- 11.30 Questions et informations diverses.
- 12.30 Déjeuner pris sur place.
- 14.30 Analyse de résidus de médicaments vétérinaires, dans la viande et le lait par Ch.Rigal du LDA12.
- 14.50 Evaluation de l'intérêt de la CCM instrumentale sur des cas concrets de développement d'analyses cosmétiques, dans le cadre d'un stage de fin d'études, par E.Chappard de Colética.
- 15.10 Pause.
- 15.20 Méthode pour l'étude d'extraits de vanille, par M. Y.Maestro du Studio de Création de Parfumerie .
- 15.40 Révélation antigène-anticorps, dans le cadre du dépistage de maladies rares par M.-J. David de l'Hopital E.Herriot.
- 16.00 Questions diverses.
- 16.30 Clôture de la journée.

année 2003



INTEREST OF HPTLC FOR FOSSIL DERIVED PRODUCTS ANALYSIS : A SIMPLE APPROACH TO HYDROCARBON GROUP TYPE ANALYSIS

*Muriel Matt^{1,2}, Vicente L. Cebolla¹, Luis Membrado¹,
Eva M. Galvez¹, Jesus Vela¹, Robert Bacaud³*

1 : Instituto de Carboquímica, CSIC, Zaragoza. Spain

2 : LTAC, Université de Metz. France

3 : Institut de Recherches sur la Catalyse, CNRS, Lyon. France

Acknowledgements to :



Programme du 8 Juin 2006
Bayer Santé Familiale
33, rue de l'Industrie
F-74240 Gaillard (France)



année 2006



- 8.30 Accueil des participants
- 9.00 Ouverture de la journée par le Responsable de la Communication.
- 9.30 M. Pierre Bernard-Savary - Président du Club.
Quelques mots d'introduction.
- 9.40 M. Roger Phan-Tan-Luu - de l'Université Paul Cézanne à Marseille.
Méthodologie de la recherche expérimentale, ou y a-t-il une information dans le résultat d'une mesure ?
- 10.40 Pause
- 11.10 M. Pierre Bernard-Savary - La mesure en densitométrie : caractéristiques, avantages et limitations.
- 12.10 Assemblée générale et Informations diverses.
- 12.30 Déjeuner
- 14.00 M. Jean-Jacques Minet - Laboratoire Central de la Préfecture de Police de Paris. Caractérisation par HPTLC des résidus d'explosifs après attentat.
- 14.30 M. Eric Théron / Mlle Virginie Petit - Bayer HealthCare, Lens. La caractérisation et la quantification d'actif de plantes sur le site de récolte et valorisation sur le site d'extraction.
- 15.00 Pause
- 15.30 M. Philippe Berry - Laboratoire de Toxicologie de l'ENVL, Marcy L'Etoile. Méthodologie de détection des inhibiteurs de l'acétylcholine estérase sur plaque d'HPTLC, après évaluation des spectres UV.
- 16.00 Questions diverses.
- 16.30 Clôture de la journée.

Méthodologie de la Recherche Expérimentale
(y-a-t-il une information dans le résultat d'une expérience ?)



Roger Phan-Tan-Luu
Laboratoire de Méthodologie de la Recherche Expérimentale
Université Paul Cézanne Aix-Marseille III

Club de Chromatographie sur Couche Mince - 8 juin 2006

Berlin



année 2008



PROGRAMME 2008 : 10 ans déjà !

11 au 13 Juin 2008

(Helsinki-Stockholm-Helsinki,
en croisière sur le SELVA Symphony)

International Symposium for HPTLC

Toutes les informations sont disponibles sur
WWW.HPTLC.COM (100 € de réduction
pour tous les membres du Club de CCM).

Un évènement exceptionnel :
un niveau scientifique de premier ordre,
dans un cadre original et agréable.

Jeudi 23 Octobre 2008

(Sanofi-Aventis
69000-Neuville-sur-Saône)

Les stratégies d'HPTLC
pour l'analyse quantitative.

Mise au point rapide,
informations spectrales et
contournement des difficultés.
Travaux présentés par les participants;
analyse et commentaires.

Déroulement de la journée

Matin :

- Principes fondamentaux exposés par un expert de renommée mondiale
- Présentation de nouveautés et informations sur la vie du Club.

Après-midi :

- Expériences concrètes présentées par des membres du Club,
- Problèmes rencontrés et solutions envisageables,
- Discussions et échanges entre les participants.

www.clubdeccm.com

www.hptlc.com

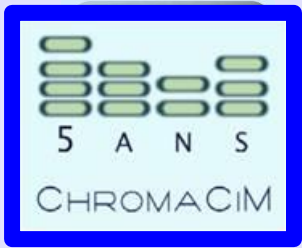
Pour plus d'informations contactez-nous



[https://www.hptlc.com/
old/indexhelsinki2008.
html](https://www.hptlc.com/old/indexhelsinki2008.html)



Premier atelier



Possibilités
Camag au
l'HPTLC p

Pierre BERNARD-S

Programme spécial du 22-23 Octobre 2008
"Industrie Cosmétique"



REUNION du 22 Octobre

La Table des Dombes - Salle de réunion
983 route de Strasbourg - 01700 Les Echets
Tél : +33 (0) 478 918 005

- 17.00 Accueil des participants : "Partnering HPTLC & Cosmetics, why and how" par Mr Rolf ROLLT, CEO de Camag.
- 17.20 " HPTLC analytical capabilities of the Camag Laboratory in the field of the cosmetics : plants, lipids, ingredients " par Dr Eike REICH directeur du laboratoire et expert à la Pharmacopée Européenne.
- 18.00 " Possibilités de l'instrumentation Camag aux différentes étapes de la méthode HPTLC".
- 18.30 Contributions des participants (, concernant les enjeux, les possibilités actuelles et les attentes des laboratoires :
LVMH, Sylvie Darnault : "Approche phytochimique globale"
Boyer Health Care, Virginie Petit : " La caractérisation et la quantification d'actif de plantes sur le site de récolte et valorisation sur le site d'extraction".
- 19.00 Questions-réponses, et discussion.
- 19.30 Clôture de la réunion
- 20.00 Dîner avec les membres du Club de CCM (voir le menu en annexe)

REUNION du 23 octobre

Sarofi-Aventis
31-33 Quai Armand Barbès
F-69250 Neuville sur Saône

Les participants à la réunion, qui ne sont pas membres du Club de CCM, seront cordialement invités à assister à la journée anniversaire des dix ans du Club (voir le programme en annexe).

Renseignements complémentaires : Mr Pierre Bernard-Savary (06 76 29 32 81)

ation
es de



Jeudi 11 Juin 2009

ORIL Industrie, Bolbec (76)

Les plaques CCM : choix des phases, de la granulométrie, pré-lavage, conservation, indicateurs, UTLC, ITLC, traitement de la plaque (greffage in-situ, imprégnation), reproductibilité.

Thème du groupe de travail de la veille :
Couplage CCM/Préparative

Jeudi 8 Octobre 2009

MERCK-Lipha, Lyon (69)

Les solvants : choix du solvant, développement de méthode, stabilisants, acidité, qualité, modification apportées.

Thème du groupe de travail de la veille :
Cosmétique (plantes et lipides)

année 2009



Les ateliers
deviennent
récurrents
et deuxième
atelier COS

Jeudi 10 Juin 2010

Sanofi-aventis, Montpellier (34)

L'HPTLC dans l'actualité comme outil d'identification et d'analyse structurale grâce aux couplages directs avec les méthodes spectroscopiques.

Thème du groupe de travail de la veille :

L'analyse des lipides en HPTLC, synthèse des connaissances et développements à prévoir.

Jeudi 14 Octobre 2010

LVMH, Saint Jean de Braye (45)

Nouvelles détections sur la plaque, et détection biologique. Des possibilités de screening que seule l'HPTLC permet d'obtenir aisément et avec une bonne sensibilité.

Thème du groupe de travail de la veille :

Retour d'expériences sur le couplage HPTLC/SM. L'interface d'extraction, et ses possibilités d'optimisation actuelles et futures.

année 2010



3^{ème} Sanofi
Montpellier
et premier
atelier SM
chez LVMH
= + 100
participants

Du 6 au 8 Juillet 2011
à Bâle (Suisse)

International Symposium for HPTLC

informations et inscriptions :
WWW.HPTLC.COM (100 € de réduction
pour tous les membres du Club de CCM).

Un évènement exceptionnel :
un niveau scientifique de premier ordre,
dans un cadre original et agréable.



année 2011



Jeudi 1^{er} Décembre 2011

Laboratoires Boiron, Sainte Foy Lès Lyon (69)

Compte-rendu scientifique du Symposium :
contributions marquantes, évolutions et
nouveauités

Quantification sur plaque, avec ou sans
révélation et choix du modèle de calibration :
linéaire, polynomial, ou Michaelis-Menten,
selon les modes de lecture : UV, visible,
fluorescence.

Conférencier : Gerda Morlock, Stuttgart

Thème de l'atelier de la veille :

L'analyse des extraits végétaux (2^{ème} session)
Secteurs cosmétique, pharma, ou nutraceutique.

PANEL DISCUSSION REPORT

HPTLC International Symposium of BASEL
Date: 2011, July 7th

Chair: Prof. Matthias HAMBURGER, Switzerland.

Invited Speakers	
Prof. Zheng-Tao WANG	Shanghai University of Traditional Chinese Medicine, China
Dr. Clemens ERDELMEIER	Dr. Willmar Schwabe Pharmaceuticals, Germany
Dr. Eike REICH	Camag Laboratory, Switzerland
Dr. Gudrun ABEL	Bionorica SE, Germany
Dr. Werner KNÖSS	Federal Institute for Drugs and Medical Devices (BfArM), Germany
Dr. Troy SMILLIE	University of Mississippi, USA
Dr. Bernd RENGER	Bernd Renger Consulting, Germany

CONTEXT: HPTLC applications/ Herbal drugs & medicines

Prof. Hamburger explains the aims of the discussion. Herbal drugs and herbal medicines are among the most important areas where planar chromatography is being used as an analytical tool. To address some of the associated issues experts with various backgrounds were invited to discuss this topic. Scientists from regulatory bodies, industry, and academia from several continents with a strong background related to the quality insurance of herbal drugs gave their opinion.

<https://www.hptlc.com/old/indexbasel2011.html>
+300 participants

Jeudi 05 Juillet 2012

à la Faculté de Pharmacie
31 av Monge, 37200 Tours

Conférence du Pr Colin Poole sur une nouvelle
approche pour le choix du solvant de migration

Thème de l'atelier de la veille (4 Juillet à 17h)

L'analyse des lipides

Jeudi 06 Décembre 2012

chez Merck Serono,
37 rue Saint-Romain, 69008 Lyon

Multi-détection sur plaque d'HPTLC, stratégies et
possibilités concrètes.

Conférencier : (à préciser)

Table ronde : quantification et validation en HPTLC
(sous réserves de la disponibilité des intervenants)

Thème de l'atelier de la veille (5 Décembre à 17h) :

Interface TLC-MS, utilisation et perspectives.

année 2012



LVMH RECHERCHE
PARFUMS & COSMÉTIQUES

WAYNE STATE
UNIVERSITY
CHEMISTRY

CCC

Programme du 4 Juillet 2012
Matinée scientifique

9.15 Accueil à l'amphithéâtre

9.30 Solvents and solvent selection for chromatography
(1ère partie)
par le Pr. Colin F. Poole (*).
Dept of Chemistry, Wayne State University, USA.

10.30 Pause café

10.45 Solvents and solvent selection for chromatography
(2ème partie, suite et fin)

11.15 Analyse des biopolymères d'origine végétale: identification par
fingerpint, dosages quantitatifs, et couplage HPTLC-SM.
par Pierre Bernard-Savary,
Club de CCM

11.45 Questions-réponses

12.00 Clôture de la matinée et déjeuner sur place

(*) plus d'information sur le Professeur Colin Poole :
<http://chem.wayne.edu/faculty/poole/>

Programme du 5 Juillet. Université de Tours
UFR des Sciences Pharmaceutiques
Amphithéâtre A30
31 avenue Monge - 37200 TOURS

8.30 Accueil des participants

9.00 Ouverture de la journée par le représentant de la Faculté de Pharmacie
9.30 Solvents and solvent selection for TLC, Pr Colin F. Poole, Wayne Institute,
Michigan, USA.

11.00 Pause café

11.30 Analyse des lipides du Stratum Corneum par CCM, par Juliana POPA, Laboratoire
de Cosmétologie, Faculté de Pharmacie, Châtenay-Malabry.

12.00 Assemblée générale : rapport moral et Financier de l'année 2011, par Pierre
BERNARD-SAVARY et Louise VICARD. L'avenir du Club de CCM, l'association
internationale pour l'HPTLC, et le Symposium de Juillet 2014 à Lyon.
Questions diverses.

13.00 Déjeuner sur place

14.30 Validation et dosage de cardiolipines par HPTLC dans des tissus biologiques, par
Michèle Pinault, IISem, Tours.

14.50 Dosage semi-quantitatif de traceurs polyphénoliques par HPTLC-UV pour le
développement d'une méthode d'extraction standardisée à l'AGE, par Jocelyn
Giboulet et Aline Gilbert, Centre de Recherches Yves Rocher, Issy-les-Moulineaux.

15.10 Analyse de détergents et de lipides pariétaux pour l'étude du complexe
protéique membranaire RC-LH1-purif de la bactérie pourpre Rhodospirillum
rubrum, par Laure-Anne Barret, Laboratoire de Biotechnologie Cellulaire, CEA
Cadarache Saint-Paul-les-Durance (sous réserves)

15.30 Identification de plantes par HPTLC selon la Pharmacopée, compte-rendu de
thèse de pharmacie, par Nicolas Vaz et Florent Roubaillou de Jacques Pothier,
Faculté de Pharmacie, Tours.

15.50 HPTLC-DENSITOMETRIE : une avancée significative dans le contrôle qualité
d'extraits de CRANBERRY (VACCINIUM MACROCARPON) par Leslie Scuderoscoque,
Jocelle Dorat, Jacques Pothier, Cécile Engenhard-Guettiers, UMR INRA 1282 Tours.

16.30 Clôture de la journée.

MERCK

CCC

Club de CCM - 14^{ème} année
Programme du 5 Décembre 2012

Merck Serono
37, rue Saint Romain, Lyon 8^{ème}

17.00 Atelier "utilisation du couplage HPTLC - spectrométrie
de masse": retour d'expérience, intérêt, performances,
possibilités et limites (ouvert à tous, mais les utilisateurs
sont particulièrement bienvenus s'ils peuvent parler de
leur expérience, bien entendu)

17.00 Introduction par Pierre Bernard-Savary, président du Club

17.40 Contributions des participants et des conférenciers du
lendemain

18.30 Discussions interactives et conclusions sur les besoins
pour mieux utiliser et développer l'utilisation du couplage
entre l'HPTLC et la spectrométrie de masse

19.30 Dîner-cocktail pris sur place

MERCK

CCC

Club de CCM - 14^{ème} année
Programme du 6 Décembre 2012
Merck Serono
37, rue Saint Romain, Lyon 8^{ème}

8.30 Accueil des participants

9.00 Ouverture de la journée par le représentant de Merck Serono
9.30 Détection et quantification en HPTLC, par Pierre Bernard-Savary.

11.00 Pause café

11.30 De la performance analytique de l'HPTLC : exemple de la validation du dosage
des stéviol glycosides (stevia) par Jean-Marc Rousset, Université de Paris XI.

12.30 Nouveautés et question diverses

13.00 Déjeuner sur place

14.30 Recherche de marqueurs spécifiques de la variété de rose Jardin de Grandville,
par HPTLC et comparaison avec l'HPLC par Ludvine Riffault, LAMH et ICDA,
thèse en collaboration, Saint-Jean de Braye et Orléans.

15.00 L'usage de la CCM dans le suivi de synthèse de produits pharmaceutiques, par
Sandrine Caristan, Sanofi Recherche, Montpellier

15.15 Quantification de l'aescine par CCM-densitométrie sur un médicament
phytothérapeutique, par Marie-Hélène Accot, Laboratoire Lehning, Sainte Barbe

15.45 Plaque HPTLC/MS ? Pourquoi pas !!..., par François Bretin, Sanofi Recherche,
Vitry-sur-Seine

16.15 Identification de plantes par HPTLC selon la Pharmacopée, compte-rendu de
thèse de pharmacie, par Jacques Pothier, Faculté de Pharmacie, Tours.

16.30 Clôture de la journée et prochains rendez-vous.

Colin F. Poole chez LVMH

PROGRAMME 2013 (15^{ème} année)

Mercredi 05 et jeudi 06 Juin 2013

Demi-journées exceptionnelles pour les 15 ans du club
de 14h à 18h dans le cadre de Forum LABO & BIOTECH
Paris Expo Porte de Versailles

Les principales applications actuelles de l'HPTLC :

- Analyse quantitative
- Couplages
- Identification de plantes
- Chromatographie préparative

Jeudi 5 Décembre 2013

chez Merck Serono
37 rue Saint-Romain, 69008 LYON

Retour aux origines : tout sur le dépôt
de la théorie à l'application

Thème de l'atelier de la veille (4 décembre à 17h) :

Les couplages

année 2013



2^{ème} atelier

HPTLC-MS avec

Suzanne

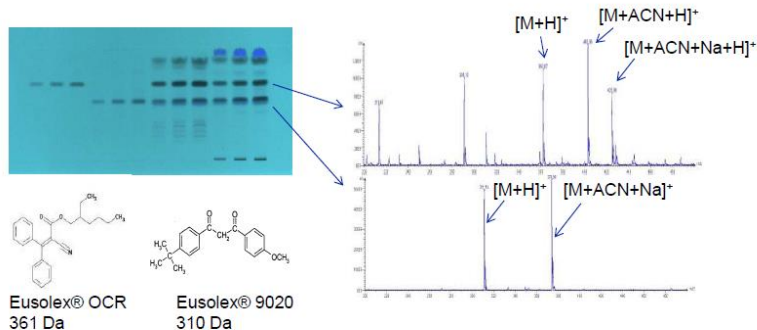
Minarik, MERCK

(exp pratiques)

Club de CCM - 15^{ème} année
Programme du 5 Juin 2013
Forum LABO & BIOTECH
Porte de Versailles, Paris 15^{ème}
Analyse de plantes et quantification en HPTLC

- 14.00 **Accueil des participants**
- 14.30 HPTLC of medicinal plants, identification and quantification: standards and trends, by Eiko Reich, member of the Swiss delegation at the EU Pharmacopea, head of the Camag Laboratory.
- 15.30 Approche phytochimique globale, et intérêt de l'HPTLC-AMD par Sylvie Darnault, LVMH, Saint Jean de Braye.
- 15.50 Intérêt de l'HPTLC comme aide à l'amélioration des procédés de synthèse, méthode complémentaire, alternative et orthogonale, par Louise Vicard, Club CCM (ex-Sanofi, Neuville).
- 16.10 Validation de nettoyage en HPTLC sur un site de production de principes actifs pharmaceutiques, par Lionel Briffa, Sanofi Aramon.
- 16.30 Validation d'une méthode performante de dosage des steviol glycosides de *Stevia rebaudiana*, par Jean-Marc Roussel, consultant, Université de Paris XI.
- 17.00 Discussion : spécificités et enjeux de l'analyse HPTLC quantitative.
- 17.30 **Conclusion et informations diverses.**
- 17.45 **Fin**

Analysis of UV-filters in sun cream with TLC – MS on HPTLC RP-18 F₂₅₄s MS-grade



année 2013



Elution-based TLC – MS Interface

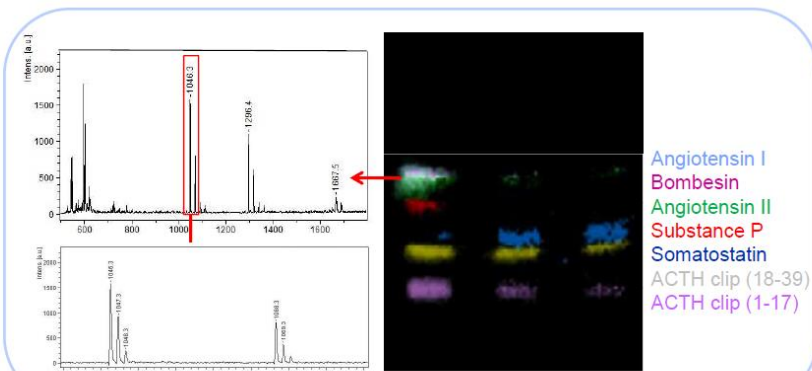
Eluents for positive ionization:

- Acetonitrile / Water 95/5 + 0.1% formic acid
- Acetonitrile / Water 50/50 + 0.1% formic acid
- Methanol / Water 80/20 + 0.1% formic acid
- Methanol / Water 50/50 + 0.1% formic acid



→ typical masses: $[M+H]^+$, $[M+Na]^+$, $[M+MeOH]^+$, $[M+ACN]^+$, $[M+ACN+H]^+$

TLC-MALDI Imaging of peptides on HPTLC Silica gel 60 F₂₅₄ MS-grade for MALDI



Bruker Peptid Standard (1000-3200 Da)

Elution-based TLC – MS Interface

Eluents for negative ionization

- Acetonitrile / Water 95/5 + 10mM ammonium formate / acetate buffer
- Acetonitrile / Water 50/50 + 10mM ammonium formate / acetate buffer
- Methanol / Water 80/20 + 10mM ammonium formate / acetate buffer
- Methanol / Water 50/50 + 10mM ammonium formate / acetate buffer

→ typical masses: $[M-H]^-$, $[M-H+Na]^-$, $[M-H+HCO_2]^-$





Pour la 1^{ère} fois des ateliers: MS
plantes et lipides

année 2014



[https://www.hptlc.com/old/
programs_lyon2014.html](https://www.hptlc.com/old/programs_lyon2014.html)
[https://www.youtube.com/
watch?v=jPkUfqFi8I4](https://www.youtube.com/watch?v=jPkUfqFi8I4)

+200 participants



Club de CCM – 18^{ème} année
Programme du 1^{er} Avril 2015



31 mars
>2 avril 2015

Paris expo Porte de Versailles
HALL 4 / FRANCE
www.forumlabo.com

Le salon des fournisseurs de matériels et services pour le Laboratoire

- 9.00 Ouverture du salon
- 9.30 Accueil des participants
- 9.50 Ouverture de la journée par le président du Club de CCM
- 10.00 Gerda Morlock, University of Giessen, Germany : Overview on the power of hyphenated HPTLC analysis of food and herbs.
- 10.45 Questions
- 11.00 Pause
- 11.15 Elke Reich, CAMAG Laboratory, Switzerland : HPTLC for quality control of botanicals - pragmatic approaches to meet increasing regulatory demands.
- 12.00 Questions.
- 12.15 Informations diverses, nouveautés.
- 12.30 Déjeuner libre et visite du salon.
- 14.30 Laurent Giraud, INPS, LPS69, Ecully: Nouvelle méthode de détection de traces d'explosifs après attentat. Intérêt de la migration en gradient AMO. Limite de détection et comportement de la matrice sur diverses plaques d'HPTLC.
- 15.00 Laurent Lasbennes, Institut de Recherche Pierre Fabre, Galliac: Dosage d'un traceur dans un actif végétal par HPTLC.
- 15.30 Mélissa Feuillatre, Naturrex SA, Avignon : Détection de peau d'arachide dans des extraits de Pinus spp (pin). Utilisation de l'HPTLC-densitométrie pour assurer la qualité des extraits de Pinus spp.
- 16.00 Thomas Marmis, Sanofi R&D Montpellier: Motivation d'un étudiant pour l'HPTLC illustré par l'exemple de la mise au point du dosage des aflatoxines.
- 16.30 CCM et HPTLC, questions sur la méthodologie et son enseignement, table ronde avec :
Interventions des conférenciers sur les possibilités de travaux pratiques simples et didactiques pour enseigner la CCM, l'HPTLC, et les mécanismes chromatographiques, avec entre autres Gerda Morlock et Elke Reich.
Interventions des participants.
- 17 :00 Clôture de la journée et visite du salon.



Club de CCM – 18^{ème} année
Programme du 2 Avril 2015

Centre de recherches Yves Rocher
183, quai de la bataille Stalingrad
(7, chemin de Bretagne)

92130 Issy les Moulineaux

- 8.15 Accueil des participants
- 9.00 Ouverture de la Journée par Xavier Ormancey, directeur Recherche et Innovation, Groupe Rocher.
- 9.15 Gerda Morlock, University of Giessen, Germany : Breakthrough In the hyphenation HPTLC-EDA-MS - a must-have method In the analyst' s toolbox.
- 10.45 Pause café
- 11.00 Elke Reich, CAMAG Laboratory, Switzerland : Standardized HPTLC to ensure the quality of botanical raw materials, extracts, and finished products.
- 12.30 Informations diverses, nouveautés
- 13.00 Déjeuner sur place
- 14.30 Carine Jacques, Laboratoires Pierre Fabre Dermo-Cosmétique, Toulouse Oncopile : Méthode de dosage des lipides cutanés par HPTLC.
- 15.00 Cassandra Breil, GREEN, Université d'Avignon : Analyse des lipides microbiens par HPTLC.
- 15.30 Laurence Baron, Sanofi Siteron: contrôle in-process dans un laboratoire de support à un pilote de production de principes actifs pharmaceutiques.
- 16.00 Bénédicte Fortet et Aline Gilbert, Yves Rocher : Développement d'une méthode de quantification de xanthones dans des extraits de coques de mangoustain (Garcinia mangostana L.) par HPTLC-UV.
- 16.30 Clôture de la journée et prochains rendez-vous
- 16.40 Fin

année 2015



Club de CCM – 18^{ème} année
Programme du 16 Décembre 2015

Merck Biopharma

37, rue Saint Romain, Lyon 8^{ème}

- 17.00 Atelier "utilisation du couplage HPTLC-spectrométrie de masse", retour d'expérience, intérêt, performances, possibilités et limites ; plaques, instruments, logiciels.
(ouvert à tous, mais les utilisateurs sont particulièrement bienvenus s'ils peuvent parler de leur expérience, bien entendu)
- 17.00 Introduction par Pierre Bernard-Savary, président du Club
- 17.20 Contributions des conférenciers du lendemain (Gerda Morlock, Uni Giessen ; Francis Maquin, Sanofi Recherche ...)
- 18.00 Contributions des participants
- 18.30 Discussions interactives et conclusions sur les besoins pour mieux utiliser et développer l'utilisation du couplage entre l'HPTLC et la spectrométrie de masse
- 19.30 dîner-cocktail pris sur place
- 21.30 fin



Club de CCM – 18^{ème} année
Programme du 17 Décembre 2015

Merck Biopharma

37, rue Saint Romain, Lyon 8^{ème}

- 8.30 Accueil des participants
- 9.00 Ouverture de la journée par le représentant de Merck Biopharma France
- 9.30 Options for quantification by HPTLC/MS - overview and comparison, par Gerda Morlock, University of Giessen, Germany.
- 10.30 Pause café
- 11.00 Latest developments In HPTLC, par Gerda Morlock.
- 12.00 Assemblée générale, nouveautés et questions diverses
- 13.00 Déjeuner sur place
- 14.20 L'HPTLC dans un laboratoire d'enzymologie, contribution à l'amélioration du processus de panification par Gregory Baeyens, Lesaffre, Marcq-en-Bareuil.
- 14.40 Intérêt stratégique de l'HPTLC-MS sur un site de production de principes actifs pharmaceutiques, par Annelie Havard, Orli, Bobiec.
- 15.00 Déformulation des polymères par HPTLC, quelques secrets de la CCM new look et perspectives HPTLC-MS, MALDI ou ESI, par Patrick Van Impe, Solvay, Bruxelles.
- 15.20 Développement de méthodes d'identification et de quantification du danutoside par HPTLC-ESI-MS et HPTLC-Fluorescence dans des extraits de feuilles de Sijesbeckia orientalis, par Jocelyn Giboulot et Catherine Menvoyer, Groupe Rocher, Issy-les-Moulineaux.
- 15.40 Nouvelle Interface HPTLC-MS, bénéfiques et actives, par Francis Maquin, Sanofi, Vitry-sur-Seine.
- 16.00 Questions diverses
- 16.30 Clôture de la journée et prochains rendez-vous.

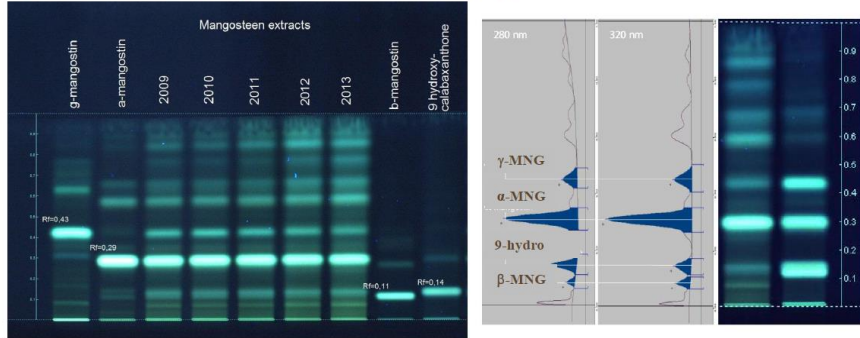
des programmes plus
denses et une association
avec Forum Labo

année 2015



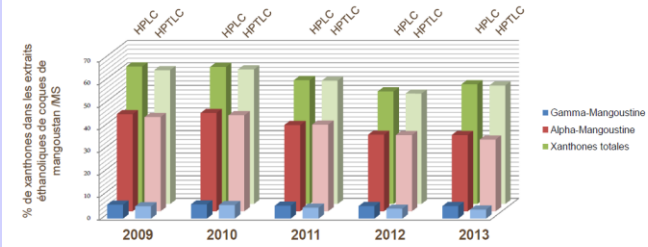
Analyse d'extraits éthanoliques de coques de mangoustan par HPTLC-UV sur plaque RP18

Plaque : HPTLC RP18
 Système : CH₃CN/Eau/HCOOH 80/17/3 (v/v/v)
 Dépôt: 25µl d'une solution éthanolique (EtOH absolu) à 0,02mg/ml
 Révélation :366 nm après pulvérisation du réactif de NEU



➔ Système mieux adapté, les principales xanthones sont séparées

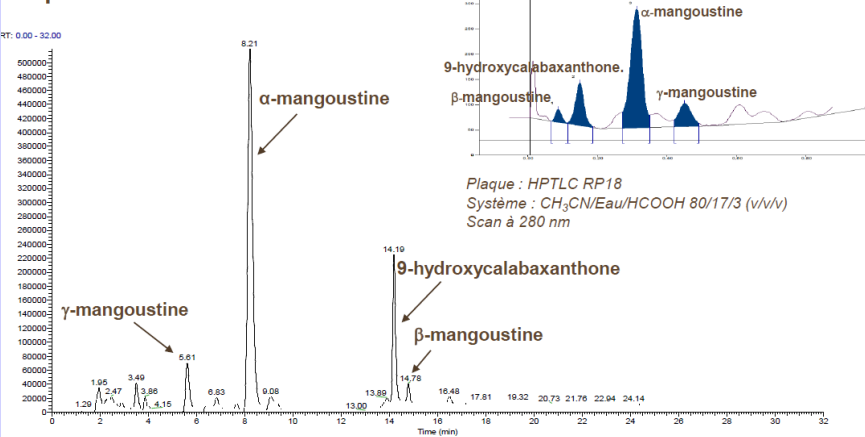
Comparaison des résultats avec une méthode de quantification par HPLC-UV à 280 nm



➔ Teneurs en α et γ-mangoustines plus élevées en HPLC vs HPTLC (respectivement +18% et +2%)
 ➔ Teneurs en xanthones totales très proche en HPLC vs HPTLC (respectivement moy. 56% et 55%)

Xanthones totales: dosage des 4 xanthones d'intérêt en éq. α-mangoustine

Comparaison des résultats avec une méthode de quantification par HPLC-UV à 280 nm



Colonne : RP-18e Lichrocart-lichrospher
 Phase mobile: 20% (A) 0,1% HCOOH, 80% (B) CH₃CN
 Détection UV: 280 nm
 Débit: 1ml/min



Département Innovation du Végétal

HPTLC = une belle image

Intérêt stratégique de l'HPTLC-MS sur un site de production de principes actifs pharmaceutiques

Amélie HAVARD, Spécialités Analytiques
Oril Industrie

Club de CCM
Merck Biopharma, Lyon
17 Décembre 2015



année 2015



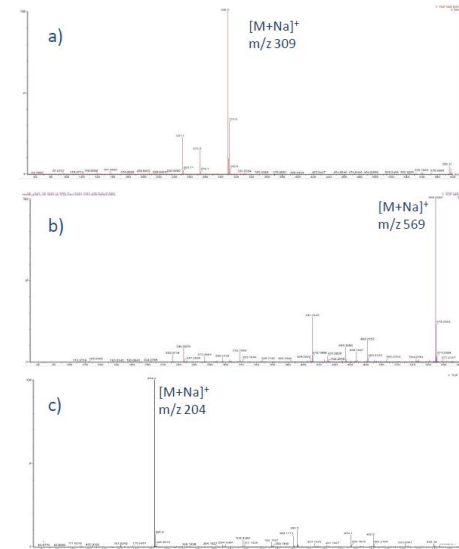
Analyses par TLC-MS



Plaque TLC Si60 F254 MERCK 10×20 cm
5 g/L, volume : 5 µL
95/5 CH₂Cl₂/MeOH
Révélation : Iode 24h + UV 254 nm

0,2 mL/min à 100 % MeOH

Xévo G2S Q-TOF
Electrospray positif
Full MS



Spectres MS de la cible en a, d'une impureté en b et du stade précédent en c.

HPTLC = des arguments de poids

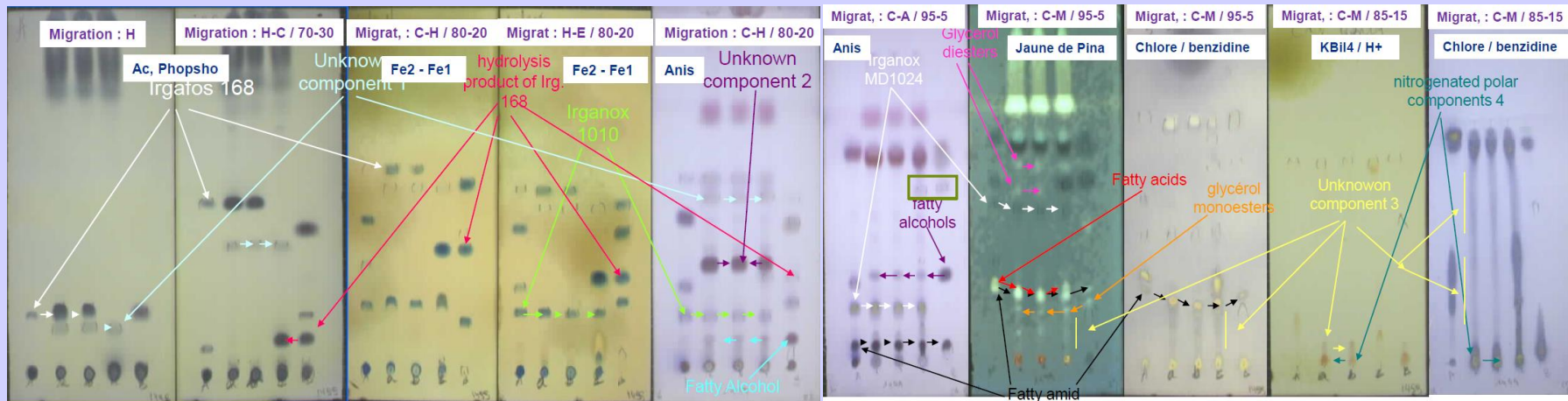
Club de CCM – 19^{ème} année
Programme du Jeudi 9 Juin 2016

ORIL Groupe Servier
Bolbec

- 8.30 **Accueil des participants (arrivée du bus Servier d'Etretat)**
- 9.00 Ouverture de la journée par Monsieur Eric Bourdais, Business Development Manager, Oril Industrie
<http://servier-cmo.com/> et <http://servier.com/>
- 9.30 **Colin F. Poole**, Wayne State University, Michigan (USA)
Part 1: Solvent classification/selection and retention characteristics in Liquid Chromatography, adapted to HPTLC.
- 10.30 **Pause café**
- 11.00 Part 2: A common approach for predicting the method development steps in solid-phase extraction and flash chromatography, in correlation with HPTLC.
- 12.00 Assemblée générale, nouveautés (présentation du prototype du Derivatizer par Melanie Broszat, Camag) et questions diverses.
- 12.30 visite des installations de chromatographie préparative (colonnes jusqu'à 500 mm de diamètre) qui sera réalisée par Daniel Dron et son équipe.
- 13.00 **Déjeuner sur place**
- 14.20 Déformulation des polymères par HPTLC, quelques secrets de la CCM new look et perspectives HPTLC-MS, MALDI ou ESI, par Patrick Van Impe, Solvay, Bruxelles.
- 14.40 Suivi d'un pilote de production à l'aide de l'HPTLC, par Laurence Baron, Sanofi, Sistreron.
- 15.00 Dosage des composés d'intérêt dans des extraits de vanille, par Jean-Marie Jacquelin, Fabster, Angerville.
- 15.20 Recherche de substances critiques identifiées dans un produit naturel par HPTLC, Marie Bartolo & Sandrine Caristan, Sanofi, Montpellier.
- 15.40 Développement d'une méthode « universelle » en AMD pour l'analyse de produits pharmaceutiques en préclinique, Baptiste Leblond, Oril Industrie, Bolbec.
- 16.00 Table ronde sur l'AMD « universel » en discovery et les couplages directs colonne (flash, prep, SFC, CCC) -> plaque
- 17.00 WEBINAR MERCK : From Thin Layer to Preparative Chromatographic Isolation – A Straight Path
- 18.00 fin du WEBINAR, Clôture de la journée et prochains rendez-vous.



HPTLC = déformulation polymères avec le screening « de base »



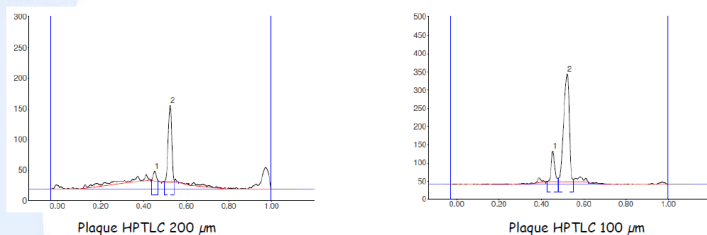


Développement d'une méthode « universelle » en AMD pour l'analyse de produits pharmaceutiques en préclinique

Club de CCM - Journée du 09/06/16 chez ORIL Industrie

Baptiste Leblond - Stagiaire M2

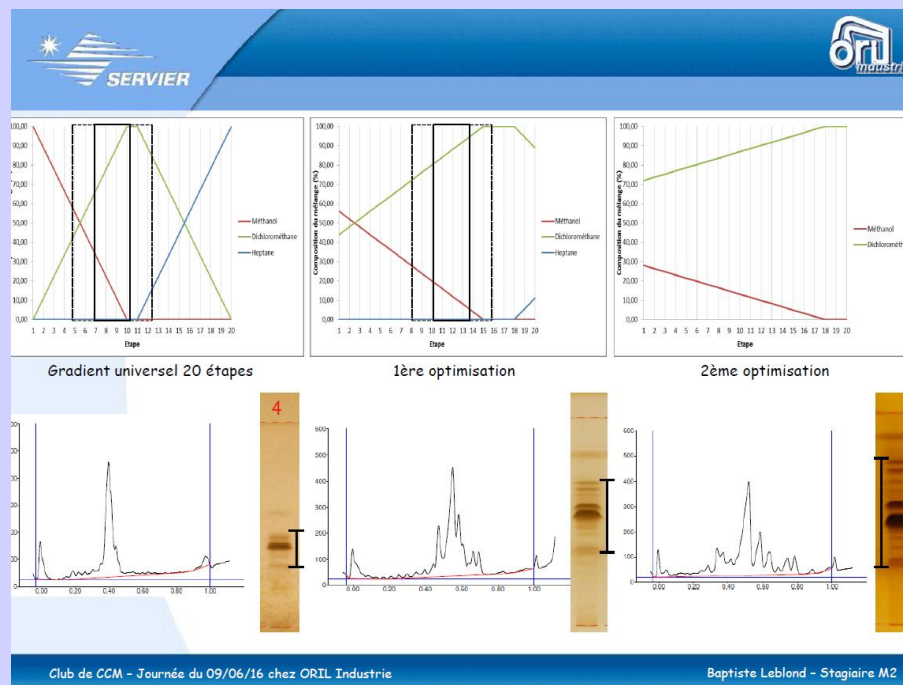
Solution à 5 mg/mL - Injection 2 µL



Plaque HPTLC	Hauteur pic 1 (A.U)	Hauteur pic 2 (A.U)	Aire pic 1 (A.U)	Aire pic 2 (A.U)
200 µm	16	126	157	1434
100 µm	85	297	912	5422

Club de CCM - Journée du 09/06/16 chez ORIL Industrie

Baptiste Leblond - Stagiaire M2



Club de CCM - Journée du 09/06/16 chez ORIL Industrie

Baptiste Leblond - Stagiaire M2

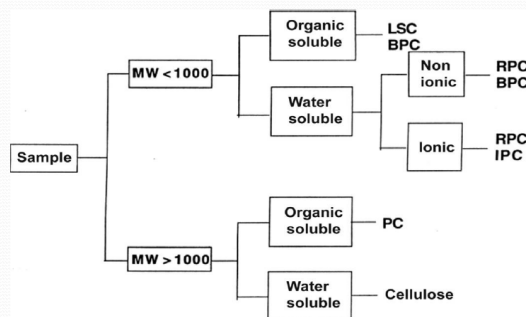
Method Development and Solvent Selection in Liquid Chromatography with Emphasis on Thin-Layer Chromatography

Colin F. Poole
Department of Chemistry
Wayne State University
USA

année 2016



Mode Selection



Cellulose layers and compounds < 1000 MW
Water soluble polar compounds by partition in reversed-phase mode
Retention of low-polarity compounds too weak to be useful

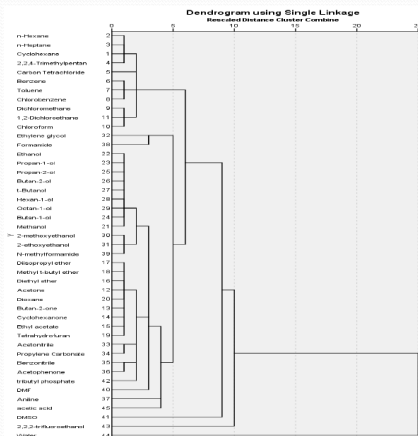
Solvation Parameter Model

$$\log K = c + eE + sS + aA + bB + IL$$

System Constant	Solute Descriptor	Free Energy Contribution
<i>l</i>	L	Ease of cavity formation Residual dispersion interactions
<i>e</i>	E	Electron lone pair interactions
<i>s</i>	S	Dipole-type interactions
<i>a</i>	A	Solvent hydrogen bond base-solute hydrogen-bond acid interactions
<i>b</i>	B	Solvent hydrogen bond acid-solute hydrogen bond base interactions

la théorie

Solvent classification



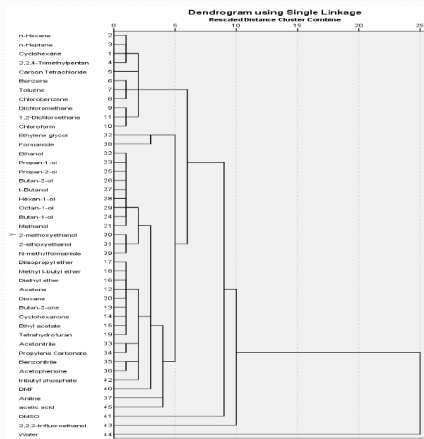
Method Development and Solvent Selection in Liquid Chromatography with Emphasis on Thin-Layer Chromatography

Colin F. Poole
Department of Chemistry
Wayne State University
USA

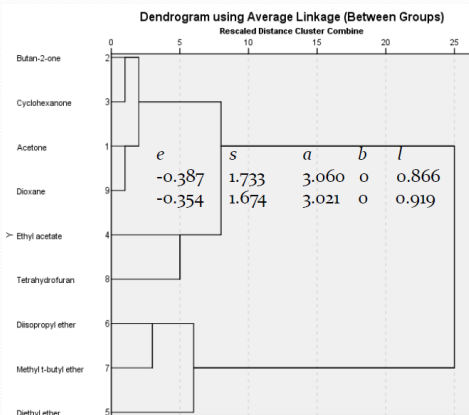
année 2016



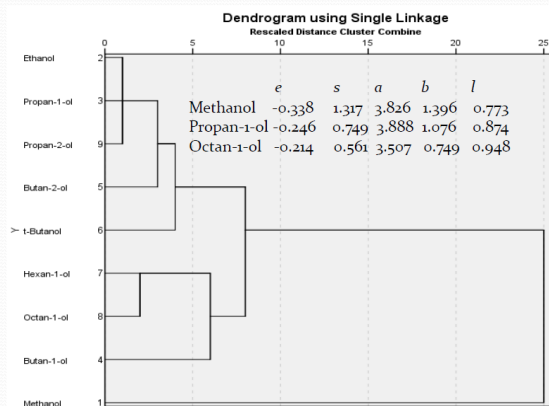
Solvent classification



Group 5 Esters, Ethers and Ketones



Group 4 Alcohols



et la pratique

Pierre Fabre
Dermo-Cosmétique
Recherche et Développement



Club de CCM – 19^{ème} année
Programme du 5 Octobre 2016

Centre de Recherche et Développement Pierre Fabre
3 Avenue Hubert Curien, 31562 Toulouse

14.00 Visite de la cité de l'Espace
<http://www.cte-espace.com/>

17.00 Accueil sur le site Pierre-Fabre
<http://www.pierre-fabre.com/fr/implantations/toulouse-oncopole-0>

17.30 Atelier thématique: détection et quantification en HPTLC, application aux lipides


17.30 Introduction par Pierre Bernard-Savary, président du Club

18.00 Contributions des participants et conférenciers de lendemain

19.30 Fin de l'atelier

20.00 Dîner-cocktail au Casino Barrière de Toulouse
<https://www.casinosbarriere.com/fr/toulouse.html>

Pierre Fabre
Dermo-Cosmétique
Recherche et Développement



Club de CCM – 19^{ème} année
Programme du 6 Octobre 2016

Centre de Recherche et Développement Pierre Fabre
3 Avenue Hubert Curien, 31562 Toulouse

8.30 Accueil des participants
<http://www.pierre-fabre.com/fr/implantations/toulouse-oncopole-0>

9.00 Ouverture de la journée et présentation de l'entreprise Pierre Fabre Dermo-Cosmétique par Yves Brunel (Directeur Pôle Matières premières et sourcing) et Thien N'Guyen (Directeur de l'Unité de Pharmacocinétique cutanée et Culture cellulaire).

9.30 Détection et quantification : les basiques, par Pierre Bernard-Savary, Président du Club.

9.45 Quantification après différentes détections, par Gerda Morlock, University of Giessen, Germany.

10.30 Pause café.

11.00 Les acides mycoliques, lipides déterminants des mycobactéries, par Anne Lemassu, IPES Toulouse.

11.30 Analyse en composante principale : l'apport complémentaire de l'HPTLC, par Stefan Weiss.

12.15 Nouveautés et questions diverses.

12.30 Déjeuner sur place.

14.00 L'HPTLC couplée à la spectrométrie de masse tandem pour l'analyse structurale de mélanges complexes à base de lipides, par Vicente Cebolla, CSIC, Zaragoza.

14.30 L'HPTLC, un outil pour établir la fonction d'une enzyme végétale du remodelage des triglycérides, par Laure Aymé, INRA, Versailles.

15.00 Analyses de lipides polaires d'intérêt, par Leslie Couedelo, ITERG, Bordeaux.

15.30 Bioguidage phytochimique d'extraits issus de culture cellulaire végétale par HPTLC, par Adrien Cousy, Pierre-Fabre Dermo-Cosmétique.

16.00 Fin du programme de conférences, et futurs rendez-vous.

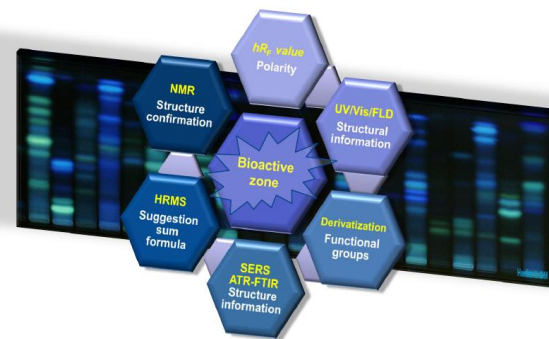
16.30 Café et Visite des Laboratoires de pharmacocinétique cutanée et culture cellulaire.

17.00 Fin de la journée.

année 2016

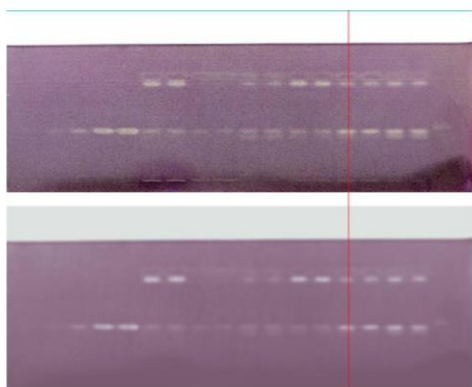


Quantification après différentes détections



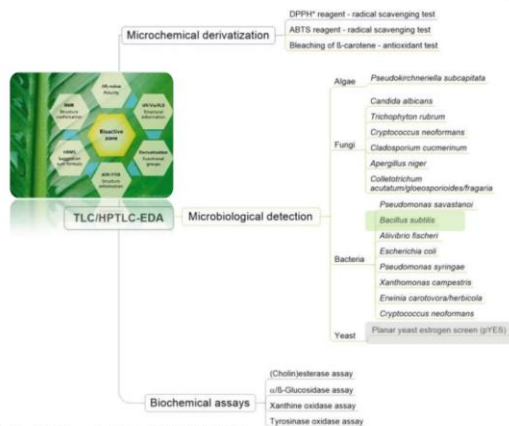
Gertrud Morlock, Chair of Food Science
Justus Liebig University Giessen

Artificial neural network → HPTLC



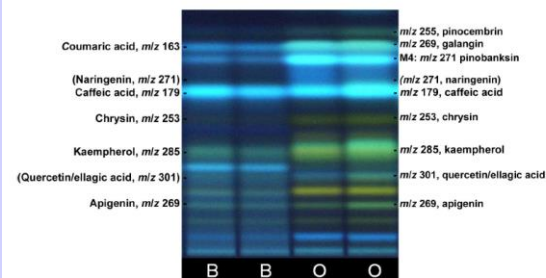
D. Fichou, G. Morlock, in preparation

Effect-directed link to the compound



G. Morlock, ACS Symposium Series 1185 (2013) 101-121

rTLC software: open-source web application



G. Morlock, in preparation

Mercredi 29 Mars après-midi : l'HPTLC en 2017

L'HPTLC* aujourd'hui: couplages avec la spectrométrie de masse, détection d'activités biologiques, analyse quantitative et validation. [l'vision moderne de la CCM]

Un panorama par des spécialistes et des cas concrets présentés par les utilisateurs eux-mêmes. Un temps réservé aux questions de l'assistance. Mettez vos données à jour lors de cette après-midi de conférences organisée par le Club de CCM.

www.clubdeccm.com

13:45 - 14:00
Accueil (café, boissons) et Introduction

14:00
Panorama des couplages avec l'HPTLC : spectrométrie de masse et détectations biologiques, quelle solution pour quelle application ? par le Prof. Gerda Morlock de l'Université de Giessen

suivi d'une session de questions-réponses sur le sujet des couplages avec l'HPTLC

15:00 Pause

15:30
Quantification sur plaque d'HPTLC : ce qu'il faut retenir des possibilités de dosage sur plaques, par Pierre Bernard-Savary, président du Club de CCM

Validation analytique, ce qu'il faut savoir de la vision réglementaire et de l'évolution des textes, par Jean-Marc Foucart, président de la commission 9237

suivi d'une session de questions-réponses sur le sujet de la quantification et de la validation HPTLC

16:30
Conclusion et prochains rendez-vous

UNIVERSITÉ D'AVIGNON
UNIVERSITÉ D'AVIGNON ET DES PAYS DE VAUCLUSE

Club de CCM – 20^{ème} année
Programme du 13 Avril 2017
Amphithéâtre du Campus Jean-Henri Fabre
Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse
301, rue Baruch de Spinoza, 84916 Avignon

8.30 Accueil des participants (<http://green.univ-avignon.fr/>)

9.00 Ouverture de la Journée et présentation de l'Université et du Laboratoire GREEN par Fatiha Chemat

9.30 L'HPTLC dans le contrôle de qualité des produits de plantes dans la Pharmacopée Européenne, par le prof Salvador Calhiguera (et Roser Vila) Unité de Pharmacologie, Pharmacognosie et Thérapeutique, Faculté de Pharmacie et Sciences de l'Alimentation, Université de Barcelone, part 1

10.30 Pause café.

11.00 – part 2

12.00 Assemblée générale, nouveautés et questions diverses.

12.30 Déjeuner sur place.

13.30 visite du laboratoire Green (sur inscriptions)

14.00 L'HPTLC, soutien de l'innovation et du suivi dans les extraits végétaux nutraceutiques par Millaissa Feuillatze, Naturex à Avignon.

14.30 Développement de méthodes homogènes à l'usage des laboratoires de contrôle dermo-cosmétique, et support de l'HPTLC, par Stéphanie Chappert, Laboratoire Pierre Fabre Dermo-cosmétique à Vigoulet-Auzil.

15.00 Intérêt de l'utilisation de références botaniques et de standards analytiques pour l'identification de matières premières végétales, par Loïc Loffredo, Botanicerit à Grasse.

15.30 Avantages et limites de l'analyse HPTLC-MS par élution sur des extraits de plantes, résultats préliminaires par Millaissa Clément de l'Université Côte d'Azur (HSE CIFRE).

16.00 = Phlegmipret = HPTLC de l'Edelweiss, plante et extraits, par René De Vuasmas, Extrasynthèse à Genay.

16.30 Complémentarité de l'HPTLC et des techniques déco-extraction, par Maryline Vian, Laboratoire Green, Université d'Avignon.

17.00 Fin de la journée.

année 2017



SANOFI

Club de CCM – 20^{ème} année
pré-Programme du 19 Octobre 2017
Sanofi Recherche et Développement
1, impasse des ateliers
94400 Vitry-sur-Seine

8.30 Accueil des participants
(http://www.sanofi.fr/rl/fr/fr/layout_tpl/cce-EAT028AD-5EBE-41C5-8F5D-0DC9ACDDEFF)

9.00 Ouverture de la Journée et présentation de Sanofi Vitry par Eric Carrigou, directeur du site.

9.30 Retour sur les meilleures contributions (awardées de Berlin 2017 par P. Bernard-Savary, Club de CCM.

10.30 Pause café.

11.00 – part 2 : Implications des dernières possibilités publiques récemment sur le choix de la méthode. Quand et comment utiliser l'HPTLC selon la problématique.

12.00 Compte rendu du symposium, nouveautés et questions diverses.

12.30 Déjeuner sur place.

13.30 sous réserve (?) : visite d'un laboratoire (ou d'un atelier) représentatif du site (sur inscriptions)

14.00 titre en attente (thème : choix de la méthode en recherche chimie, couplage TLC- Chromato flash), François Bretin, Sanofi à Vitry.

14.30 Dosage de la glycine dans Gel-croïne par HPTLC : Optimisation, validation et transfert, par Caroline Pettiti, Bayer Health Care à Gallard

15.00 Mise au point et optimisation de méthode sur Impuretés et principes actifs pharmaceutiques par Sandrine, Sanofi à Montpellier

15.30 titre en attente (thème : HPTLC dans le soutien à la production de lots cliniques par chromatographie préparative industrielle), Didier Ripollat, Oril à Boibec

16.00 contribution en attente

16.30 contribution en attente

17.00 Fin de la journée.

+ HPTLC Berlin





Club de CCM – 20^{ème} anniversaire
 Forum Labo, salle Bellecour 2
 Cité Internationale /Centre de Congrès
 50, quai Charles De Gaule
 Lyon (6^{ème})

Mercredi 28 Mars_ 14:30-17:00

14.15 Café d'accueil des participants

14.30 Déformulation des polymères par HPTLC, quelques secrets de la CCM new look et perspectives HPTLC-MS, MALDI ou ESI, par Patrick Van Impe, Solvay, Bruxelles.

15.00 Place de l'HPTLC au Contrôle Qualité d'une entreprise en accord avec l'être humain et la nature, par Catherine Bailaud, Weleda à Huningue.

15.30 The capabilities of effect-directed analysis with HPTLC in environmental analysis (recherche de micro polluants inconnus ayant une activité biologique dans l'eau) par Stefan C. Weiss, du Zweckverband Landeswasserversorgung (co-auteurs : L. Stütz, W. Schulz et R. Winzenbacher).

16.00 L'HPTLC et son couplage avec la spectrométrie de masse, un outil incontournable dans le laboratoire analytique d'un site de production d'actifs pharmaceutiques, par Amélie Havard, Oril à Bobec.

16.30 Le concept d'empreinte = fingerprint - basé sur l'HPTLC pour le contrôle de la qualité des drogues et préparations végétales dans la Pharmacopée Européenne, par le Prof Salvador Calligaris, président du groupe 13A de la Pharmacopée Européenne (co-auteur Roser Vila) Unité de Pharmacologie, Pharmacognosie et Thérapeutique. Faculté de Pharmacie et Sciences de l'Alimentation. Université de Barcelone.

17.00 Fin des conférences et prochains rendez-vous.

année 2018



Anniversaire 20 ans



HPTLC ASIA



Club de CCM – 20^{ème} anniversaire
 Programme du 28 Juin 2018
 Sanofi R&D Montpellier

371 rue du Professeur Blayac, 34080 Montpellier

8.30 Accueil des participants (<https://www.sanofi.com/fr/>)

9.00 Ouverture de la journée et présentation de la société par Nathalie Bargmann-Leyder

9.30 L'HPTLC, outil de caractérisation d'activités enzymatiques et de criblage d'actifs naturels végétaux ou animaux, par David Da Silva, ICGA à Orléans

10.00 Bioautogramme : la CCM appliquée à la recherche de nouvelles molécules bioactives, par Yannick Eveno, Institut Charles Viollette à Lille.

10.30 Pause café.

11.00 Mise en place d'une méthodologie analytique basée sur l'HPTLC pour l'étude des médiateurs lipidiques, sous du métabolisme de l'acide arachidonique et impliqués dans l'inflammation et sa résolution, par Thibault ALLAIN, InflamLab à Toulouse.

11.30 L'analyse quantitative de lipides est-elle possible par HPTLC 1, par Vicente Cebolla, CSIC à Zaragoza.

12.00 Actualités et assemblée générale.

12.30 Déjeuner sur place.

14.00 Utilisation de l'HPTLC pour du suivi de synthèse : cas du dosage d'une huile dans un principe actif, par Sylvie Vigne, Sanofi CBD, à Montpellier.

14.30 Exemple d'applications de l'HPTLC au sein du service Développement Ingrédients, par Anais Escalon, Pilede Industries, à Saint-Bonnet De Rochefort, et Lucie Berthomier, SIGMA Clermont, à Aubière.

15.00 Pause café.

15.30 Recherche d'actifs anti-inflammatoires extraits de *Filipendula ulmaria*, par Pierre Chaiard, Institut de Chimie de Clermont-Ferrand UMR6296 SIGMA Clermont, CNRS, UCA, à Aubière

16.00 Dosage de la vanilline et de l'éthylvanilline dans des sucres aromatisés dans le cadre de TP de Master Chimie, par Béatrice Roy, Institut des Biomolécules Max Mousseron & Département Enseignement Chimie, Université de Montpellier.

16.30 Fin de la journée.



année 2018



+ de très nombreuses autres communications !

HPTLC: où en est-on ?

HPTLC-EDA, une solution plus rapide et fiable pour la découverte de la source d'activité des huiles essentielles

Pierre BERNARD-SAVARY pbs@chromacim.com 06 76 29 32 81

ex: COSMED

Comment l'HPTLC permet de sécuriser la qualité des huiles essentielles du producteur au consommateur

Depuis toujours, les principaux fabricants d'extraits naturels ont fait confiance à la CCM (chromatographie sur couche mince) et aujourd'hui à la version moderne que est l'HPTLC pour High-Performance Thin-Layer Chromatography. Cette méthode permet d'obtenir une empreinte digitale permettant l'identification. Facile des plantes, simples et sans matériel des huiles essentielles. Les Flavonoïdes, en particulier dans le Pinus et l'Eucalyptus (CCM et HPTLC) lui ont fait confiance. C'est pourquoi cet excellent outil est aujourd'hui en passe de devenir incontournable dans le contexte de l'évolution réglementaire internationale.

HPTLC :

- Rapidité de développement de la méthode analytique
- Choix important de méthodes HPTLC et de références disponibles dans la littérature libre d'accès.
- Coût d'analyse réduit
- Reproductibilité et excellente qualité
- Supériorité incontestable des possibilités de détection sur les autres techniques en particulier pour les risques toxiques ou bénéfiques pour le consommateur [1]

Tableau ci-dessous résumant les différents caractéristiques de l'HPTLC.

Caractéristique	Description
Précision	Permet de détecter et d'identifier une substance. Les images peuvent être prises en lecture et de manière automatisée.
Rapacité	Permet de détecter et d'identifier une substance. Les images peuvent être prises en lecture et de manière automatisée.
Fiabilité	Permet de détecter et d'identifier une substance. Les images peuvent être prises en lecture et de manière automatisée.

What means standardisation : It is a concept which defines every user of TIC (actually HPTLC) to proceed in the same "good" manner. This concept applies to standard: Suppliers or papers. This isn't nothing as we can see from the example of orange identification. Only the proper SOP follow-up may give reliable information.

Standardised HPTLC: In conventional TIC

Le séquençage HPTLC-MS: grâce à l'élution par séquençage et l'analyse par spectrométrie de masse, on peut identifier un composé cible et savoir si c'est le composé que l'on cherche. Ce type de séquençage de masse de type MS ou MS/MS.

Étapes d'identification: HPTLC est une alternative simple rapide et économique à l'analyse par HPLC-MS/MS [2]

HPTLC ou HPLC : HPTLC est une méthode simple, rapide, économique et fiable pour l'analyse de la qualité des huiles essentielles. Elle permet de détecter et d'identifier une substance. Les images peuvent être prises en lecture et de manière automatisée.

References:
 [1] C. Bernier, C. Bernier, M. Bernier, HPTLC for quality control of botanical products: applications to food, nutraceutical, and medicinal products.
 [2] M. Bernier, C. Bernier, M. Bernier, Applications of HPTLC and HPLC-MS/MS to the quality control of botanical products.
 C. Bernier, C. Bernier, M. Bernier, Applications of HPTLC and HPLC-MS/MS to the quality control of botanical products.



“Chromart” by Herbert Halpaap in 1986-1987

Bonus



Préparation d'échantillon

Prostaglandins, Leukotrienes and Essential Fatty Acids (1998) 59(6), 363-369
© 1998 Harcourt Brace & Co. Ltd

Fatty acid composition of phospholipids and neutral lipids from human diabetic small arteries and veins by a new TLC method

M. Lecomte,^{1*} M. Claire,^{2*†} M. Deneuve,² N. Wiernsperger¹

¹The Diabetic Microangiopathy Unit, LIPHA-INSERM U352, INSA-Lyon, 69621 Villeurbanne Cedex, France

²INSERM U359, CHRU, 97159 Pointe-à-Pitre, Guadeloupe, France

Summary It has been suggested that lipid peroxidation of polyunsaturated fatty acids (PUFA) may play a role in the pathogenesis of diabetic complications. To test this hypothesis, we aimed to compare PUFA composition of small arteries and veins (< 500 μm diameter) obtained from diabetic or non-diabetic Guadeloupean patients undergoing arterio-venous shunt surgery before renal dialysis.

Small forearm subcutaneous vessels were analysed by a new TLC method which involved inclusion of vascular biopsies directly in alveoles made in the TLC gel and lyophilization onto the plate. The TLC plate was then chromatographed and lipids were both extracted and eluted during this step. Fatty acid composition of phospholipid and neutral lipid fractions were determined. Similar fatty acid composition was obtained for arteries and veins from diabetic or non-diabetic subjects. In phospholipids from diabetic vessels, major changes consisted of a 20% decrease of arachidonic acid (20:4 n-6), a 40% decrease of its elongation product 22:4 n-6 and 30% increase of 18:2 n-6. In neutral lipids, 20:4 n-6 was also diminished by 60% whereas oleic acid increased by 15%.

This loss of arachidonic acid in small diabetic vessels suggests impaired $\Delta 6$ -desaturase forming 20:4 n-6 or alternatively increased peroxide formation, in the vascular wall of small vessels in diabetic patients.

sensibilité de la méthode



Sur les inhibiteurs d'AchE: comparaison de quelques **microgrammes** de références extraites de *Peucedanum ostruthium L.* à gauche et quelques **picogrammes** de témoins d'organochlorés ci-dessous

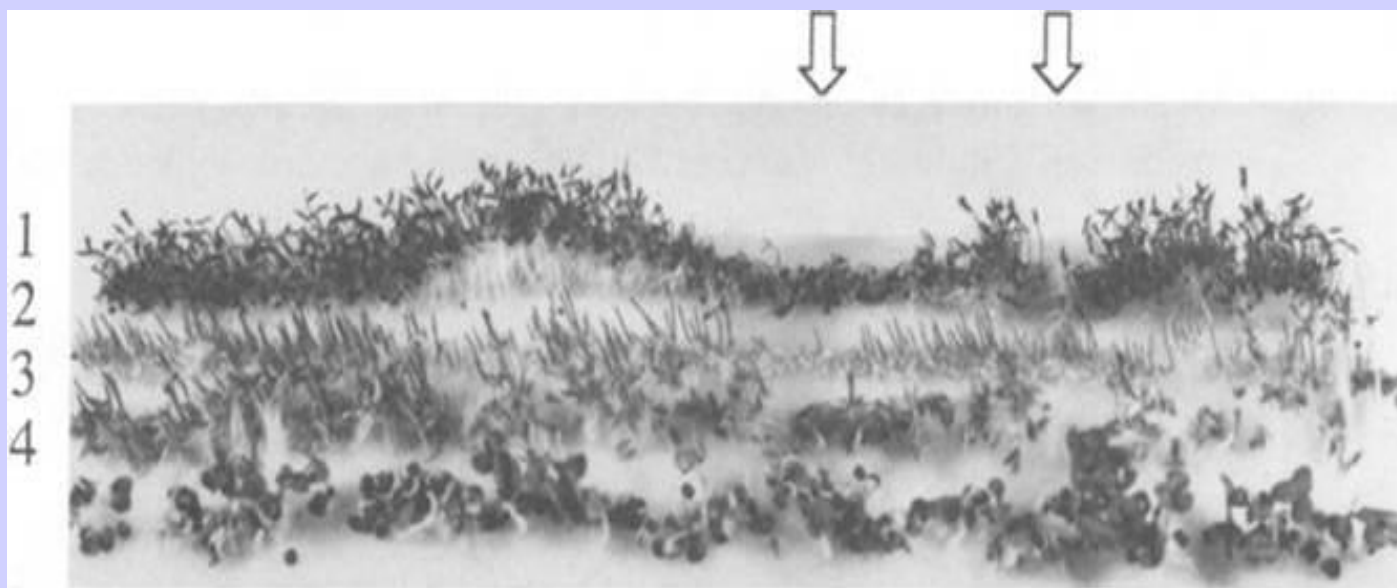


Akkad R., Schwack W., *Journal of Planar Chromatogr.* 21 (2008) 411-415

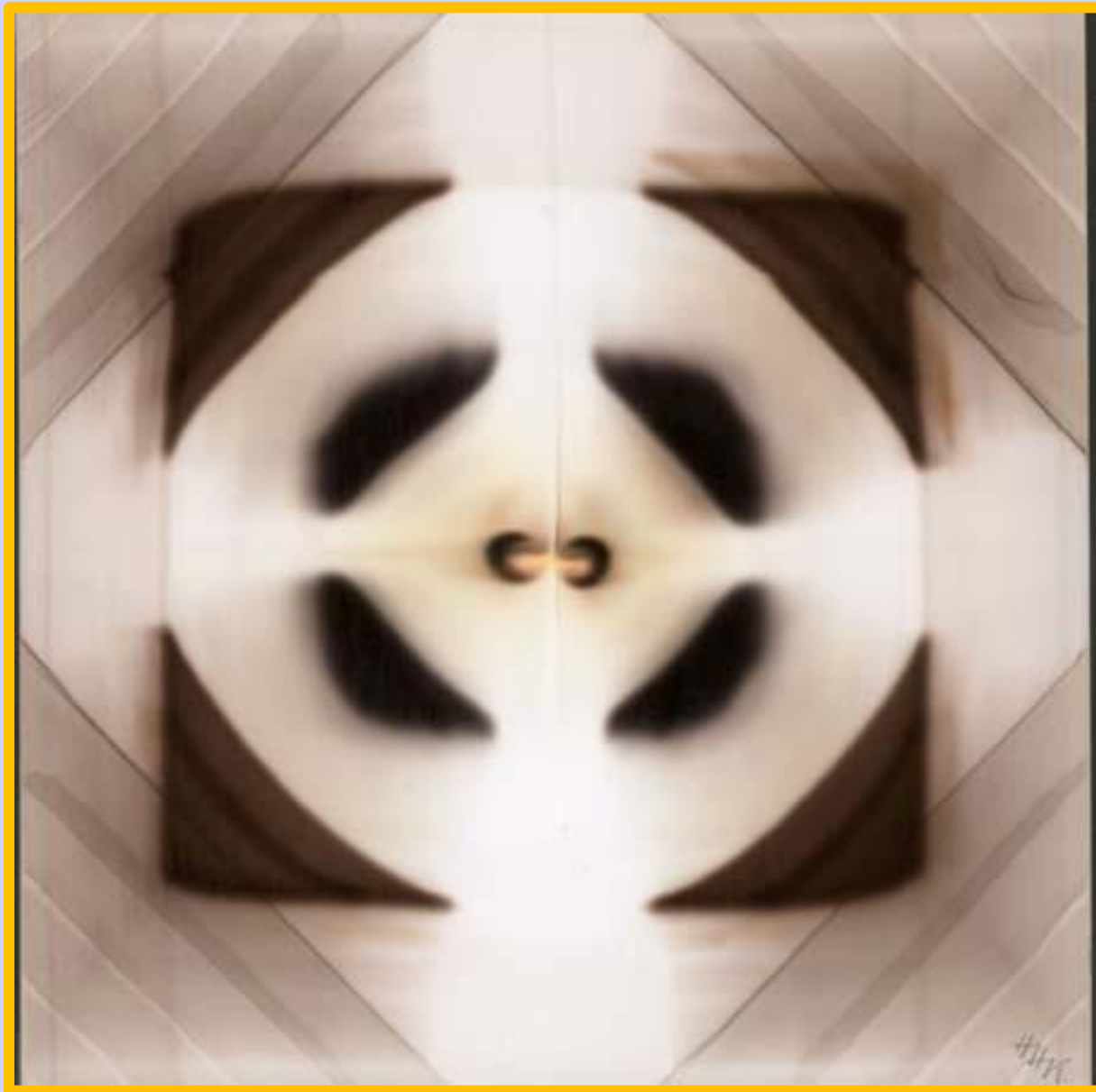


détection directe d'activité

anthraquinone and naphthoquinone derivatives proved to be potent germination inhibitors using this TLC bioassay (Meyer & coll. 2007)



Growth inhibition TLC bioautographic assay of fractions from *Polygonum sachalense* (5 days). Arrows point to areas of inhibited plant activity. (1) green amaranth, (2) timothy grass, (3) crab grass, (4) Chinese cabbage.



“Chromart” by Herbert Halpaap in 1986-1987

1^{er} Atelier choix de la méthode



Questions : dans quels cas utilise-t-on l'HPTLC, l'U/HPLC, la GC /... /avec MS RMN EDA ... ?

-avec un équipement dans le labo

-à partir de quel critère (bon ou mauvais) la méthode est choisie ?

-sans équipement dans le labo

-à partir de quelle durée d'amortissement peut-on envisager un investissement ?



1^{er} Atelier choix de la méthode

Question : que pourrions-nous faire pour diffuser l'information sur les critères de choix ? Il y a-t-il un intérêt ? Est-ce possible ?

(exemple HPTLC-Prep...)

- nouvelle édition du poster prévue... pour la mise au point de méthode => volet choix de la méthode ?
- vos questions... ?

1^{er} Atelier choix de la méthode



prochains ateliers (2018) :

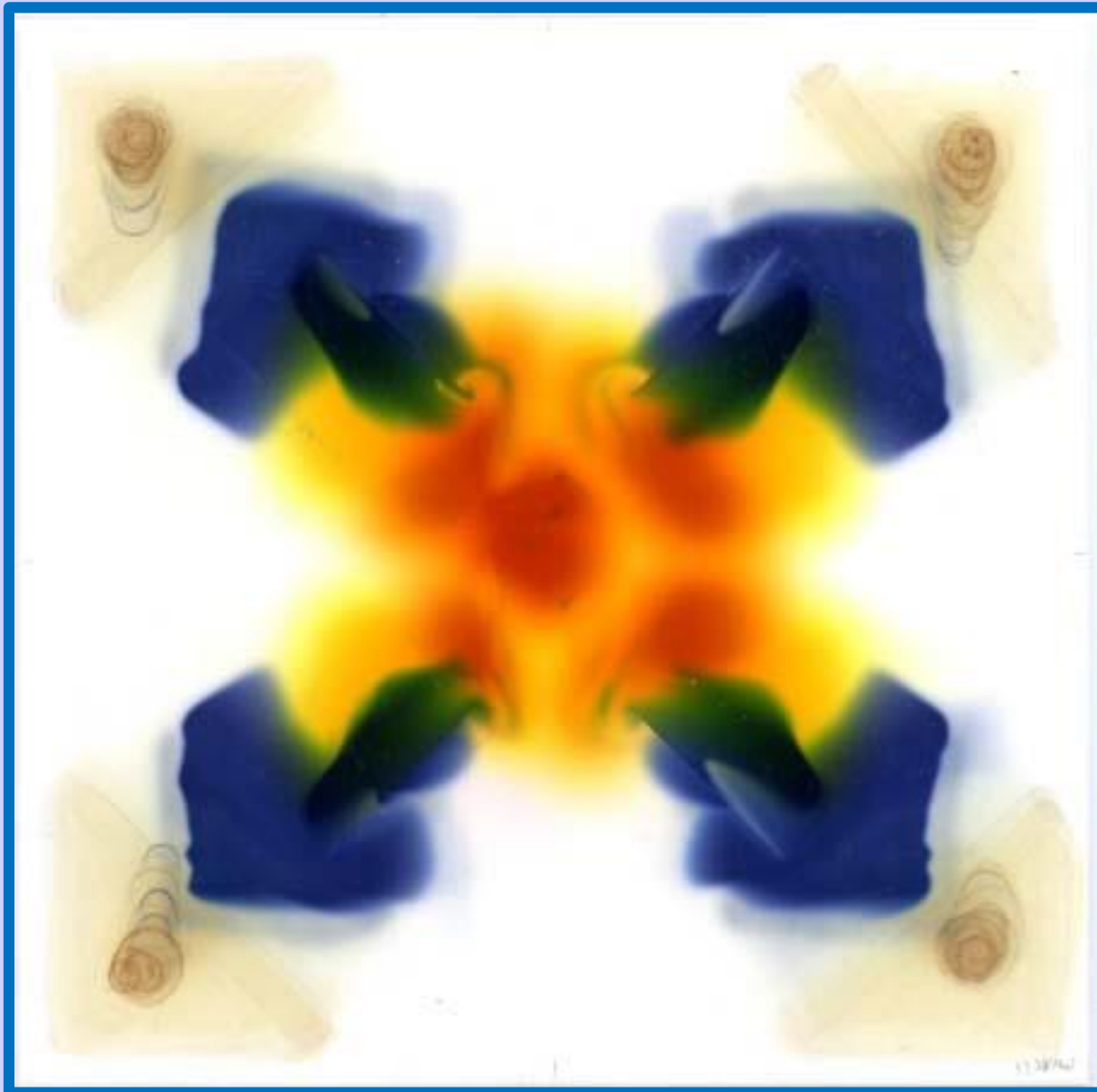
Lors de la prochaine réunion du Club à définir (Montpellier) :
mise au point de méthode et validation ? Vos suggestions...

? **Formation une semaine à IFZ Giessen** (labo Gerda MORLOCK)
une **semaine**, limité à 15 personnes (une semaine 3000€/modulaire)

mise au point et couplages HPTLC MS & EDA

Visite MERCK Darmstadt toujours pas réalisée (nouvelle responsable Monika Baeumle)

... et de nombreux autres projets pour les 20 ans qui viennent !



“Chromart” by Herbert Halpaap in 1986-1987