

THESE DE DOCTORAT

NANTES UNIVERSITE

ECOLE DOCTORALE N° 596

Matière, Molécules, Matériaux et Géosciences

Spécialité : Chimie Analytique

Par

Margot SANCHEZ

Développement d'une approche multi-noyaux pour l'analyse isotopomique par RMN $^{13}\text{C}/^2\text{H}/^1\text{H}$

Thèse présentée et soutenue à Nantes, le 26 Février 2026

Unité de recherche : Laboratoire CEISAM UMR CNRS 6230

Rapporteurs avant soutenance :

Isabelle BILLAULT
Stéphane VIEL

Maître de conférences, Université Paris-Saclay
Professeur, Aix-Marseille Université

Composition du Jury :

Président : Prénom Nom
Examineurs : **Stéphane BALAYSSAC**
Pierre CARTIGNY
Florence FRANCONI
Illa TEA

Fonction et établissement d'exercice (8)
Maître de conférences, Université Toulouse III
Directeur de recherche, Université Paris Cité
Ingénieure de recherche, Université d'Angers
Professeure, Université Lyon-1

Dir. de thèse : **Serge AKOKA**
Co-enc. de thèse : **Gaëtan ASSEMAT**

Professeur, Nantes Université
Docteur, Nanalysis (Zurich)

Invité(s)

Thomas PARIS

Docteur, Nanalysis (Mundolsheim)

Titre : Développement d'une approche multi-noyaux pour l'analyse isotopomique par RMN $^{13}\text{C}/^2\text{H}/^1\text{H}$

Mots clés : analyse isotopique RMN, profilage, authentification, éthanol, vanilline, whisky

Résumé : La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) est une technique de choix pour l'authentification.

Cela peut se faire avec différents types d'analyses : (i) l'analyse isotopique du carbone-13 (^{13}C) et du deutérium (^2H) permet de détecter des fraude dites subtiles, sur l'origine de certains composés (naturelle ou synthétique, par exemple), dans d'autres cas, (ii) le profilage ^1H (hydrogène) est utilisé pour avoir une vision globale d'une matrice complexe.

Ces trois noyaux (^{13}C , ^2H et ^1H) sont, en général, étudiés sur trois spectromètres RMN (ou, à minima, trois sondes) différents, chacun avec une configuration particulière. Pour un laboratoire de contrôle, cela représente donc un investissement important, que ce soit à l'achat ou à l'entretien.

Afin de répondre à cette demande, une nouvelle configuration matérielle permettant l'étude des trois noyaux a été mise au point.

L'objectif de ces travaux est alors de vérifier que celle-ci permet (i) l'analyse isotopique ^{13}C et ^2H sur le même échantillon et (ii) le profilage ^1H . En effet, cette nouvelle configuration soulève des questions de temps d'expérience, en particulier en ^2H , où la quantité de produit est réduite par rapport aux configurations actuelles.

Ces problématiques ont notamment suscitées le développement d'une stratégie originale de réduction du temps d'expérience : la méthode R^2D^3 ; ainsi que la création d'une nouvelle séquence, particulièrement robuste de suppression des signaux de solvant : la méthode WEST.

Title: Development of a multi-nuclei approach to $^{13}\text{C}/^2\text{H}/^1\text{H}$ NMR isotopomic analysis

Keywords: NMR isotope analysis, profiling, authentication, ethanol, vanillin, whisky

Abstract: Nuclear Magnetic Resonance (NMR) is a technique of choice for authentication.

This can be done using different types of analysis: (i) isotopic analysis of carbon-13 (^{13}C) and deuterium (^2H) can detect subtle fraud concerning the origin of certain compounds (natural or synthetic, for example), while in other cases, (ii) ^1H (hydrogen) profiling is used to obtain an overview of a complex matrix.

These three nuclei (^{13}C , ^2H , and ^1H) are generally studied on three different NMR spectrometers (or at least three different probes), each with a specific configuration. For a control laboratory, this represents a significant investment, both in terms of initial purchase and maintenance.

In order to meet this demand, a new hardware configuration has been developed that allows the study of the three nuclei.

The aim of this work is to verify that it allows (i) ^{13}C and ^2H isotopic analysis on the same sample and (ii) ^1H profiling. This new configuration raises questions concerning experimental time, particularly for ^2H , where the quantity of product is reduced compared to current configurations.

These challenges have led to the development of an original strategy for reducing experiment time: the R^2D^3 method; as well as the creation of a new, particularly robust sequence for suppressing solvent signals: the WEST method.