



Extraire et analyser les molécules responsables des goûts et des odeurs dans les matrices complexes

par Thierry BARBIER, directeur général Analytical Sciences – Laboratory Services – France Benelux Export PerkinElmer
Tel : 01 69 59 93 13 / thierry.barbier@perkinelmer.com
et Christian SOULIER, responsable R&D Argeville
Tel : 04 92 92 43 43 / christian.soulier@argeville.fr

L'industrie des parfums et des arômes a toujours montré un grand intérêt dans les solutions qu'offrent les nouvelles technologies.

Les produits cosmétiques comme les savons, les shampoings, les lotions et les crèmes sont enrichis de notes parfumées afin de rendre le produit final plus attractif. L'analyse directe de ces échantillons n'est pas réalisable et généralement une préparation préalable est requise. De la même façon, l'alimentation moderne fait de plus en plus appel à des agents aromatisants divers et variés. Ils ne possèdent aucune qualité nutritive, mais jouent cependant un rôle essentiel ; le goût et l'odeur d'une denrée sont les facteurs qui déterminent son acceptation par un individu et stimulent son appétit. La spécificité d'un arôme est souvent le résultat de mélanges complexes qu'il est indispensable de contrôler afin d'en déterminer la composition et d'assurer ainsi qualité et consistance. Les composés aromatisants sont généralement présents dans les aliments à de très faibles concentrations (de l'ordre du ppm ou du ppb) et sont de polarités, solubilités, volatilités et stabilités très variables. De plus les matrices peuvent être très complexes et provoquer des interférences avec la méthode de contrôle utilisée.

La plus grande difficulté de ces analyses réside dans la complexité des extractions à réaliser pour obtenir un échantillon prêt à injecter. Les techniques usuelles



d'extractions – diverses et variées – peuvent durer plusieurs heures et peuvent devenir fastidieuses et coûteuses.

La facilité de mise en œuvre

Le système étudié aujourd'hui se compose d'un thermodésorbiteur PerkinElmer Turbomatrix 650 couplé à un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un spectromètre de masse PerkinElmer, Clarus 680 – 560 MS. Ces appareils permettent la désorption des molécules d'intérêt, suivie de l'analyse séparative en vue d'une identification et d'une quantification.

De part la nature solide ou visqueuse des formulations, il est nécessaire d'effectuer une préparation d'échantillon permettant de faire l'injection. Dans notre cas d'étude, un barreau recouvert d'une phase de Polydiméthylsiloxane PDMS est placée en contact avec l'échantillon, soit par contact direct, en l'immergeant dans l'échantillon, soit par contact indirect, en le suspendant dans la partie gazeuse de l'échantillon. Par affinité avec cet adsorbant, les composés se partagent entre la matrice et la phase PDMS, générant un équilibre. Le gain de temps est considérable en comparaison avec les extractions ordinairement pratiquées.

« Les techniques traditionnelles - diverses et variées - peuvent durer jusqu'à six heures par échantillon, et cela pour un résultat souvent « approximatif » », explique Christian SOULIER, responsable R&D chez Argeville. « Chaque méthode offre ses avantages et ses inconvénients, tout étant une question de compromis. Les plus rapides sont attrayantes, mais les résultats peuvent en subir les conséquences... »

L'adsorbant dopé est ensuite introduit dans un tube échantillon et placé sur le passeur d'échantillon du thermodésorbiteur Turbomatrix. Grâce à un système automatisé, et à l'aide du bras robotisé, le tube échantillon est positionné dans le circuit de gaz de l'appareil. Par mouvement de la vanne multidirectionnelle, ce gaz est redirigé dans les parties souhaitées de l'appareil.

Par chauffage du tube à haute température (environ 250°C), les composés d'intérêt sont désorbés et poussés par le gaz



vecteur sur un piège, refroidi à -30°C par effet pelletier ; la totalité de l'échantillon est ainsi refocalisée. Une montée très rapide en température de ce piège permet ensuite aux composés d'entrer conjointement dans l'injecteur du système séparatif et évite une largeur de pic chromatographique trop importante.

L'innovation technique

La liaison entre le thermodésorbiteur Turbomatrix et le GCMS Clarus se fait via une ligne de transfert, constituée d'une colonne de silice fondue inerte. Le chromatogramme obtenu par ce couplage n'est en aucun cas dégradé. Les performances offertes par le couplage thermodésorbiteur-GCMS permettent de conserver l'intégrité des résultats chromatographiques par comparaison avec une injection liquide classique. Le transfert des composés de l'ATD vers la colonne du GC est parfaitement maîtrisé.

L'indépendance de la régulation pneumatique des gaz assure le passage de l'intégralité des molécules vers le système GCMS. Aussi, afin d'assurer un transfert intègre des molécules désorbées et d'éviter tout point froid propice à la recondensation des composés, la ligne de transfert est intégralement régulée en température. Elle se connecte directement à la colonne, laissant ainsi la liberté d'effectuer des injections liquides via le passeur d'échantillon. Un système maîtrisé et autonome qui fait du couplage ATD-GCMS une technique de choix dans le cadre de l'analyse des produits cosmétiques et alimentaires !

L'abondance des résultats

Équipé d'un passeur d'échantillon, le système ATD-GCMS donne la possibilité de travailler en temps masqué. Le

Turbomatrix anticipe en effet la désorption du tube sur l'analyse précédente, tandis que le four du GC Clarus 680 est équipé d'un système de refroidissement ultra-rapide (450°C à 50°C en moins de 2 minutes) qui amplifie ce gain de temps. Après optimisation de la séparation et avec l'appui de la bibliothèque NIST, une identification des molécules extraites est réalisée par le spectromètre de masse. « Une excellente séparation permet d'obtenir en un minimum de temps un maximum d'information grâce à une identification parfaite des molécules par le spectromètre de masse », assure Christian SOULIER.

L'abondance de résultats qualitatifs est très appréciée, « Ces informations sont essentielles et du plus grand intérêt puisqu'elles vont générer les idées souhaitées pour l'élaboration de la composition parfumée ou aromatisée », précise M. SOULIER.

Le savoir faire...

Grâce aux procédés innovants développés, la quantité d'information s'avère de plus en plus abondante et de qualité. Le perfectionnement de la technologie se fait par la mise au point et l'amélioration quotidienne de chaque détail analytique. Le système ATD-GCMS est un outil très apprécié pour sa versatilité ; il couvre très facilement les demandes analytiques autant dans le domaine de l'hygiène industrielle (analyse de l'air intérieur), des arômes, de la cosmétique et de l'environnement.

La possibilité de travailler en « on-Line » ouvre ses applications à l'analyse en temps réel sur site. Sa haute technologie alliée à sa grande robustesse sont les marques d'un savoir-faire inégalé dans le prélèvement et l'analyse par thermodésorption.

En Bref

CARMAT lauréat des European Mediscience Awards dans la catégorie Best Technology

CARMAT (FR0010907956, ALCAR), www.carmatsa.com, concepteur et développeur du projet de cœur artificiel total le plus avancé au monde, a le plaisir d'annoncer qu'il a été élu lauréat dans la catégorie Best Technology lors de la 10ème édition des European Mediscience Awards qui s'est tenue le 21 juin 2012 à Londres.

Le jury, composé de professionnels européens de la finance et des sciences de la vie, a retenu CARMAT pour le caractère très innovant de son projet de cœur artificiel total, et récompense sa capacité à se financer et à générer un succès commercial significatif dans le futur.

Marcello Conviti, Directeur général de CARMAT, commente : « Nous sommes très

heureux de l'attention qu'a retenue notre entreprise Outre-Manche, et ce d'autant plus que le jury a été composé d'experts reconnus du secteur des sciences de la vie. Je tiens à les remercier, ainsi que l'ensemble de nos équipes et de nos partenaires qui s'impliquent au quotidien dans l'avancement de notre projet unique. »

A propos de European Mediscience Awards

Le palmarès European Mediscience Awards se tient chaque année depuis 2002 et

récompense les meilleures sociétés cotées en bourse, issues des sciences de la vie, de la santé et des biotechnologies.

L'événement a continué à se développer pour devenir le plus grand rassemblement annuel des sociétés cotées, publiques ou privées, dans le secteur des sciences de la vie, de la santé et des biotechnologies en Europe, attirant plus de 500 participants.

Pour plus d'informations : www.mediscience-event.co.uk