



HAL
open science

Stratégie de couplage entre la Spectrométrie de Masse et la Chromatographie-Olfactométrie

Pascal Tournayre, Caroline Thomas, Frederic Mercier, Nathalie Kondjoyan,
Jean-Louis Berdagué

► To cite this version:

Pascal Tournayre, Caroline Thomas, Frederic Mercier, Nathalie Kondjoyan, Jean-Louis Berdagué. Stratégie de couplage entre la Spectrométrie de Masse et la Chromatographie-Olfactométrie. 27. Congrès de la So27ème Congrès de la Société Française de Spectrométrie de Masse Société Française de Spectrométrie de Masse, Sep 2010, Clermont-Ferrand, France. 2 p., 2010, 27èmes Congrès de la Société Française de Spectrométrie de Masse. hal-02758259

HAL Id: hal-02758259

<https://hal.inrae.fr/hal-02758259v1>

Submitted on 4 Jun 2020

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.

Stratégie de couplage entre la Spectrométrie de Masse, la Chromatographie et l'Olfactométrie

Pascal Tournayre, Caroline Thomas, Frédéric Mercier, Nathalie Kondjoyan et Jean-Louis Berdagué
 Institut National de la Recherche Agronomique, Equipe QuaPA / T2A, 63122 Saint Genès Champanelle, France

INTRODUCTION

Dans le but de caractériser la fraction volatile odorante des matières premières, des produits ou des atmosphères, il est nécessaire d'utiliser différentes possibilités de couplages entre la chromatographie en phase gazeuse, la spectrométrie de masse et l'olfactométrie. En effet, pour comprendre les qualités et les défauts d'odeur, il est indispensable (i) d'avoir une **vision exhaustive** sur les substances odorantes que désorbent les produits analysés et (ii) d'être capable **d'identifier avec certitude** les substances odorantes d'intérêt, souvent présentes à l'état de traces. Pour cela, plusieurs couplages doivent être mis en œuvre dans un ordre bien défini : c'est la stratégie que nous allons présenter.

Pour avoir une vision exhaustive de la composition de la fraction volatile odorante, nous avons développé une instrumentation unique de chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et à l'olfactométrie à 8 voies (GC-MS/8O) [1,2]. Cette instrumentation permet de réaliser l'analyse synchrone d'effluves chromatographiques par un jury de 8 flaireurs. Dans ces conditions, 8 aromagrammes individuels sont acquis en seulement 35 minutes. Grâce au développement d'un logiciel spécifique « AcquiSniff® » [3,4], l'information contenue dans ces aromagrammes va être utilisée pour construire l'aromagramme du panel des flaireurs. Cet aromagramme est un signal sensoriel stabilisé peu sensible aux différences de performances individuelles (anosmie, intensité, durée de perception, description sémantique) classiquement observées lors des épreuves de GC-O. Pratiquement, l'expérience montre que les analyses de GC-MS/8O permettent de détecter un maximum de composés odorants en une seule analyse. L'information sensorielle ainsi acquise est bien sûr physiquement couplée et synchronisée avec la spectrométrie de masse ; ce qui conduit déjà à proposer des structures pour les composés odorants non coélus pondéralement bien représentés dans les extraits.

1) Chromatographie en Phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse et à l'Olfactométrie à 8 voies (GC-MS/8O)

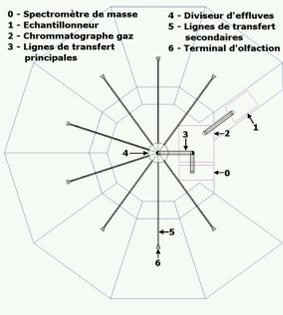
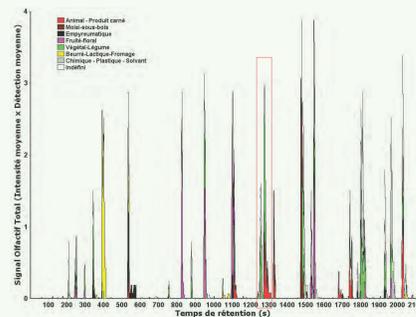


Schéma d'ensemble du système de CPG-O/SM à 8 voies
 Les composés volatils sont extraits (1), séparés par chromatographie en phase gazeuse (2), transférés au spectromètre de masse (0) et au diviseur (4) qui permet une répartition égale et synchrone des effluves vers les 8 ports de sniffing (6) situés dans les boîtes individuelles.



Le poste de pilotage et un des 8 boîtes individuelles



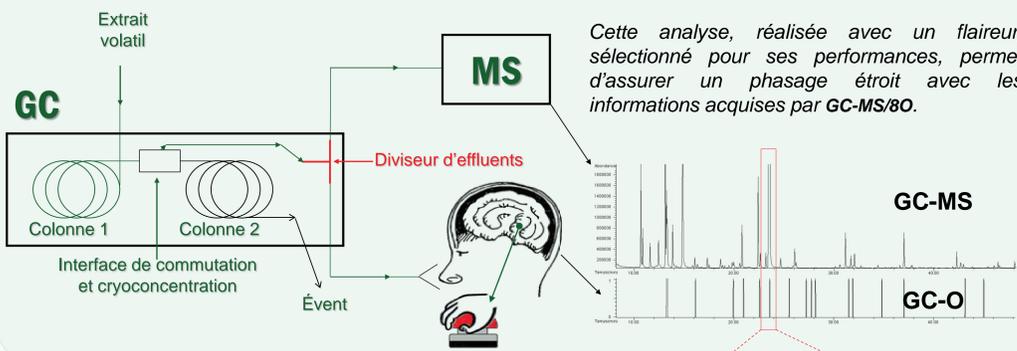
Signal olfactif total des 8 juges

L'aromagramme du panel de flaireurs permet de repérer rapidement les zones odorantes intensément perçues et de visualiser les principales familles d'odeurs présentes dans l'extrait. Il est alors possible de focaliser les efforts d'identification sur des zones odorantes d'intérêt. Comme les substances recherchées sont souvent coélues, il n'est cependant pas possible d'associer une structure à toutes les zones odorantes mises en évidence par l'analyse GC-MS/8O.

Pour identifier avec certitude les composés odorants d'intérêt, repérés par GC-MS/8O, nous utilisons un équipement mettant alternativement en œuvre une séparation chromatographique mono ou bidimensionnelle couplée à la spectrométrie de masse et à l'olfactométrie monovoie. La chromatographie en phase gazeuse bidimensionnelle systématique couplée à la spectrométrie de masse à temps de vol (GCxGC-MS^{tof}) permet, en complément, d'augmenter sensiblement le taux de succès des identifications. Dans tous les cas, les identifications sont systématiquement validées en spectrométrie de masse et en olfactométrie par co-injection de standards de référence.

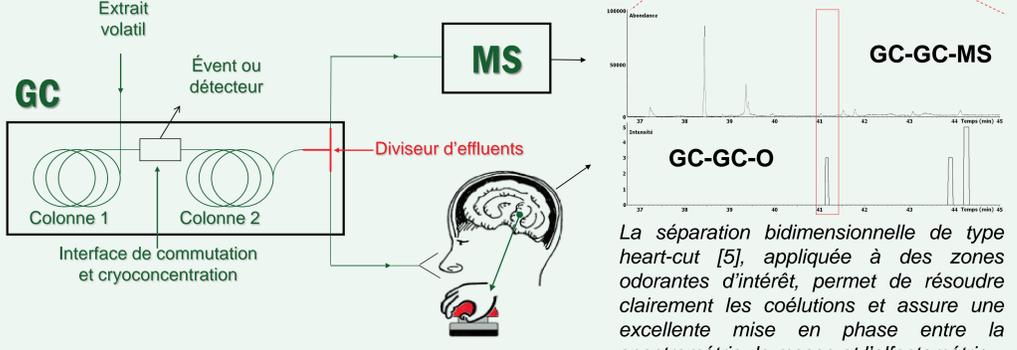
2) Chromatographie en Phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse et à l'Olfactométrie monovoie (GC-MS/O et GC-GC-MS/O)

2.1) Séparation monodimensionnelle (GC-MS/O)



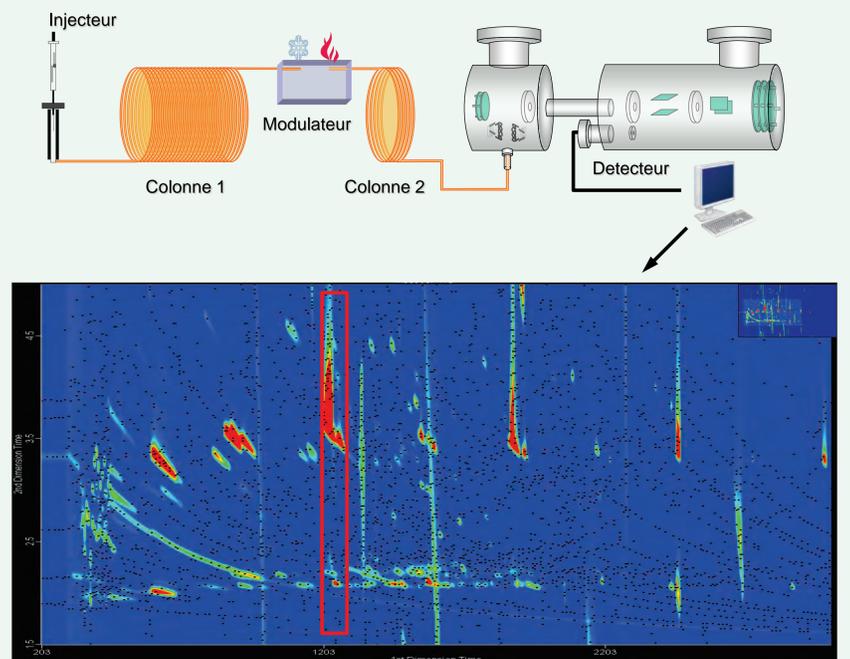
Cette analyse, réalisée avec un flaireur, sélectionné pour ses performances, permet d'assurer un phasage étroit avec les informations acquises par GC-MS/8O.

2.2) Séparation bidimensionnelle (GC-GC-MS/O)



La séparation bidimensionnelle de type heart-cut [5], appliquée à des zones odorantes d'intérêt, permet de résoudre clairement les coélutions et assure une excellente mise en phase entre la spectrométrie de masse et l'olfactométrie.

3) Chromatographie en Phase Gazeuse bidimensionnelle systématique couplée à la Spectrométrie de Masse à temps de vol (GCxGC-MS^{tof})



La GCxGC-MS^{tof} permet de séparer physiquement la plupart des molécules en coélution. L'identification des molécules odorantes présentes à l'état de trace est ainsi facilitée par l'acquisition de spectres purs et par la sensibilité élevée de l'équipement.

CONCLUSION

L'identification de structures odorantes des matrices ou des atmosphères, nécessaire pour comprendre l'origine chimique ou biochimique de l'arôme des produits [6,7,8], est une opération délicate. Elle nécessite de croiser des approches séparatives couplées à la spectrométrie de masse et à l'olfactométrie. La stratégie présentée permet de détecter un maximum de substances odorantes en vue d'une identification exhaustive ou ciblée de ces substances; cela avec une fiabilité et un taux de réussite très élevés..

REFERENCES

- [1] Berdagué J.L., Tournayre P., and Cambou S, 2007. Novel multi-gas chromatography-olfactometry device and software for the identification of odour-active compounds. Journal of Chromatography A, Vol 1146(1), Pages 85-92.
- [2] Brevet international n° WO 2005/001470 A2 relatif à un « dispositif d'analyse par chromatographie en phase gazeuse – olfaction et procédé » publié le 6 janvier 2005.
- [3] Logiciel AcquiSniff®, IDDN FR.001.210006.001R.P.2003.000.30000. Distributed by INRA - UR QuaPA/T2A - F-63122 Saint Genès Champanelle, France.
- [4] Berdagué J.L., Tournayre P., 2002. "The VIDEO-Sniff® method, a new approach for the "Vocabulary-Intensity-Duration" study of "Elementary Odours" perceived by gas chromatography-olfaction" in "Flavour research at the dawn of the twenty-first century", TEC & DOC Editors, 11 rue Lavoisier - Paris, p 514-517.
- [5] Mercier F., Tournayre P., 2010. Identification of molecules odorantes par chromatographie bidimensionnelle couplée à l'olfactométrie et à la spectrométrie de masse (CPG-CPG-O/SM). Journées de la mesure et de la métrologie, Nouan le Fuzelier, 11-14 Octobre.
- [6] Theron L., Tournayre P., Kondjoyan N., Abouelkaram S., Santé-Lhoutellier V., and Berdagué J.L. 2010. Analysis of the volatile profile and identification of odour-active compounds in Bayonne ham. Meat Science, Vol 85, Pages 453-460.
- [7] Sympoura F., Cornu A., Tournayre P., Massouras T., Berdagué J.L., and Martin B. 2009. Odor compounds in cheese made from the milk of cows supplemented with extruded linseed and alpha-tocopherol. Journal of Dairy Science, Vol 92(7), Pages 3040-3048.
- [8] Brems K., Tournayre P., Fernandez X., Meierhenrich U.J., Brevard H., Joutain D., and Berdagué J.L. 2010. Characterization of Volatile Compounds of Indian Cress Absolute by GC-Olfactometry/VIDEO-Sniff and Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography. Journal of Agricultural and Food Chemistry, Vol 58(1), Pages 473-480.

« 27èmes Journées Françaises de Spectrométrie de Masse ». Clermont-Ferrand, 13-16 Septembre 2010