

## » Une technique d'extraction des composés volatils

# Nouvelle méthode rapide et économique

Le laboratoire de recherche sur les arômes du centre de compétences de la Confédération pour la recherche agricole Agroscope a développé une méthode innovante et économique d'extraction des composés volatils pour l'analyse en chromatographie gazeuse (GC) sous le nom de: Dynamic Headspace Vacuum Transfer In Trap Extraction (DHS-VTT). La technique permet également de limiter la formation d'artefact lors du processus d'extraction.

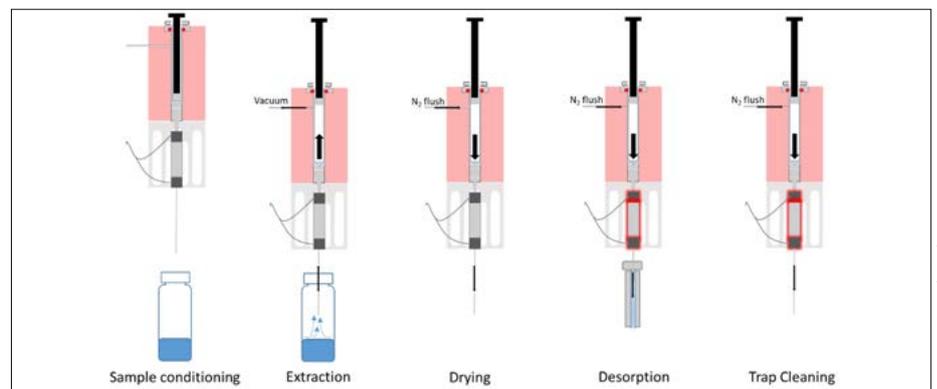
### » Pascal Fuchsmann<sup>1</sup>

Différentes méthodes d'extraction des composés volatils sont connues. Beaucoup d'entre elles préservent l'environnement en réalisant une extraction de l'espace de tête sans solvant à l'aide d'un polymère adapté. L'efficacité de ces extractions passe par l'optimisation de plusieurs paramètres comme le temps et la température d'extraction. Pour préserver l'intégrité des échantillons et des composés mesurés, le temps et la température d'extraction doivent cependant être aussi faible que possible.

La plupart des techniques existantes sont mises en œuvre à une pression supérieure à la pression atmosphérique due au chauffage de l'échantillon dans un espace fermé. Pour ces techniques, en effet, l'échantillon doit être chauffé afin d'atteindre rapidement un état d'équilibre dans l'espace de tête. Il a été démontré que des techniques d'extraction à pression réduite favorisent quant à elles l'extraction des composés sur une large gamme de poids moléculaire.

### Stratégie d'amélioration

Le but de l'étude était de développer et optimiser une méthode d'extraction reproductible, robuste, sensible, automatique et qui préserve l'échantillon pendant l'extraction. La nouvelle technique propose de combiner les avantages de différentes techniques comme: L'Headspace In-tube Extraction (Itex), l'extraction sous vide «Vacuum Headspace Solid Phase Microextraction» et la distillation sous vide couplée



Figures : Pascal Fuchsmann

Figure 1 : Étapes du processus d'extraction selon la méthode DHS-VTT. Étapes de conditionnement, d'extraction, de séchage, de désorption et de nettoyage de la trappe.

la chromatographie gazeuse. Le caractère automatique de l'extraction et de l'injection est essentiel pour réaliser de grandes séquences d'injection. L'idée était de combiner le matériel de l'Itex avec une pompe à vide pour obtenir une extraction dynamique à pression réduite. Cette nouvelle technique permet d'éviter les multiples aller-retours du piston de la seringue d'extraction et d'avoir un volume d'injection illimité pour favoriser la libération des composés qui ont une grande affinité avec le polymère d'extraction.

### Modification du bloc de distribution des gaz

Pour permettre une extraction sous vide et de façon automatisée, le bloc de distribution original des gaz en aluminium à deux voies de l'échantillonneur automatique est remplacé par un bloc à trois voies imprimé en 3D en polymère. Le polymère est ensuite solidifié par une exposition à un rayonnement ultraviolet. La modification permet à l'électrovanne fixée au bloc de distribution de changer de la pompe à vide à un flux

d'azote. Le vide servant à l'extraction des composés volatils et l'azote à la libération de ceux-ci dans l'injecteur. Les autres pièces de l'échantillonneur automatique ne sont pas modifiées. Le contrôle de l'électrovanne est réalisé grâce au logiciel fourni par le constructeur de l'instrument (Cycle Composer).

### Rapidité et efficacité

La méthode consiste à piéger les composés volatils de l'échantillon placé dans un flacon fermé adapté pour GC en perçant le septum avec une aiguille Itex remplie d'un polymère, puis en y appliquant un vide de l'ordre de 10 mbar à l'aide d'une pompe à vide. Le temps d'extraction dépend des composés à extraire mais varie entre 5 et 30 minutes. L'aiguille est ensuite retirée du flacon puis transférée dans un injecteur à température programmée (PTV) où les composés sont libérés à haute température sous un flux d'azote. L'aiguille est régénérée sous un flux d'azote à haute température jusqu'à la prochaine extraction (Figure 1).

<sup>1</sup> Agroscope, Berne

- > für Gase und Vakuum
- > inkl. Elektro-Anschlüssen
- > spaltfreie Konstruktion
- > leicht zu reinigen
- > reinraumgerecht
- > aus hochwertigem rostfreiem Stahl
- > elektrochemisch poliert
- > kundenspezifische Ausführungen



**Lüdi an der ILMAC:  
24. - 27.9.2019  
Halle 1.1 / Stand A240**

## **Unsere Mediensäulen für Reinraumanwendungen**

**+LÜDI**

**Wir bringen Energie auf den Punkt.**

H. Lüdi+Co. AG, Moosackerstrasse 86, CH-8105 Regensdorf ZH  
Telefon +41 44 843 30 50, sales@hlag.ch, [www.hlag.ch](http://www.hlag.ch)

L'optimisation des paramètres d'extraction de la méthode DHS-VTT a été réalisée sur une matrice artificielle formulée à partir de 43 molécules sélectionnées représentant les familles chimiques présentes dans les matrices laitières fermentées.

Une comparaison de la méthode DHS-VTT avec deux autres méthodes d'extraction de l'espace de tête sur un échantillon réel de yoghurt a montré une amélioration importante de l'extraction des composés volatils dans des conditions identiques de température et de temps d'extraction (Figure 2). Il en résulte que ces paramètres d'extraction peuvent être optimisés à la baisse pour obtenir un résultat comparable et ainsi limiter la formation d'artefact pendant l'extraction.

## Nombreuses applications possibles

La technique DHS-VTT améliore considérablement l'extraction des composés volatils d'une matrice complexe comme les produits laitiers fermentés. La modification de l'échantillonneur est rapide, économique et permet d'utiliser les composants de la technique Itex. La méthode permet d'extraire rapidement les composés cibles grâce au vide en limitant la formation d'artefact ou la dégradation de l'échantillon. De plus, il est possible d'extraire de grandes quantités d'échantillons sans devoir remplacer le matériel d'extraction

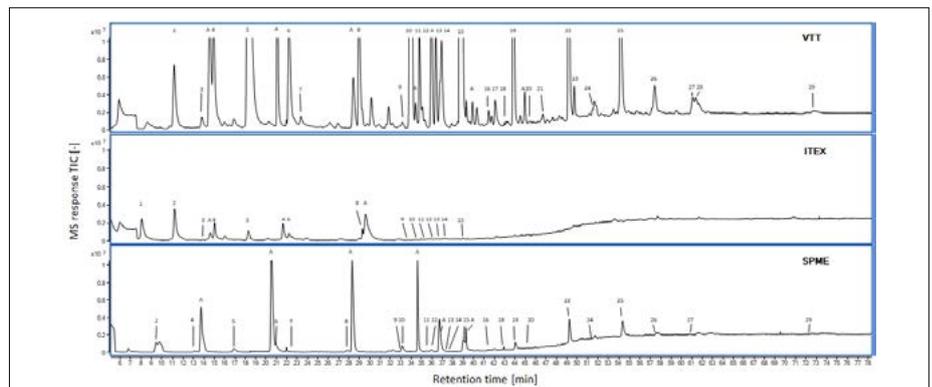


Figure 2 : Chromatogrammes correspondant à la fraction volatile du yoghurt nature extrait par les méthodes DHS-VTT, HS-ITEX et HS-SPME. Les conditions chromatographiques sont les suivantes : température de l'échantillon 55 °C et temps d'extraction 30 minutes.

à cause d'une usure prématurée des pièces ou du polymère d'extraction. Les résultats ont montré que le matériel d'extraction peut être utilisé pour plus de 850 injections sans subir de modification. Les applications sont de ce fait nombreuses comme de travailler sur des projets demandant une grande quantité d'échantillons pour l'analyse métabolomique ou encore, la capacité élevée d'extraction du polymère de l'aiguille Itex permet de réaliser des analyses olfactométrique avec plusieurs panélistes simultanément sans avoir les limitations dues aux limites du support d'extraction.

### Publication originale

P. Fuchsmann et al, «Development and performance evaluation of a novel dynamic

headspace vacuum transfer «In Trap» extraction method for volatile compounds and comparison with headspace solid-phase microextraction and headspace in-tube extraction», J. Chromatogr. A (2019); DOI: 10.1016/j.chroma.2019.05.016

### Contact

Pascal Fuchsmann  
Responsable analyse des arômes  
Systèmes microbiens de denrées alimentaires  
Agroscope  
Schwarzenburgstrasse 161  
CH-3003 Berne  
+41 58 463 82 60  
pascal.fuchsmann@agroscope.admin.ch  
www.agroscope.ch

1.8 Millionen Produkte  
nur 1 Klick entfernt

www.chemie-brunswick.ch

**Wir sind Ihr Partner für:**

- Organische und Anorganische Chemie
- Analytische Chemie
- Chromatographie
- Biochemie
- Zellbiologie und Gewebekultur
- Immundetektion
- Molekularbiologie
- Mikrobiologie
- Histologie, Zytologie und IHC

**Ilmac Basel  
Halle 1  
Stand A191**

**Supplies for Laboratory and Production**