L’utilisation du gaz vecteur Hydrogène en GCMS : application aux Arômes/Huiles Essentielles

24 Novembre 2023

S. Decouflet
GC/MS Product specialist

Agilent
Trusted Answers

Choix du gaz vecteur : L'arbre de décision

https://explore.agilent.com/helium_shortage-ty

Peut on travailler avec un gaz vecteur autre que l'Hélium ?

Non

Oui

Economiser l'He

Productivité

Application GC ou GCMS ?

GC

GCMS

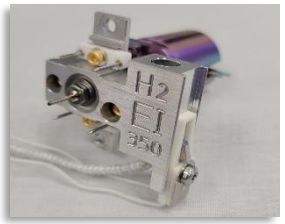
Résolution critique ?

Oui

Non

Passer en H_2

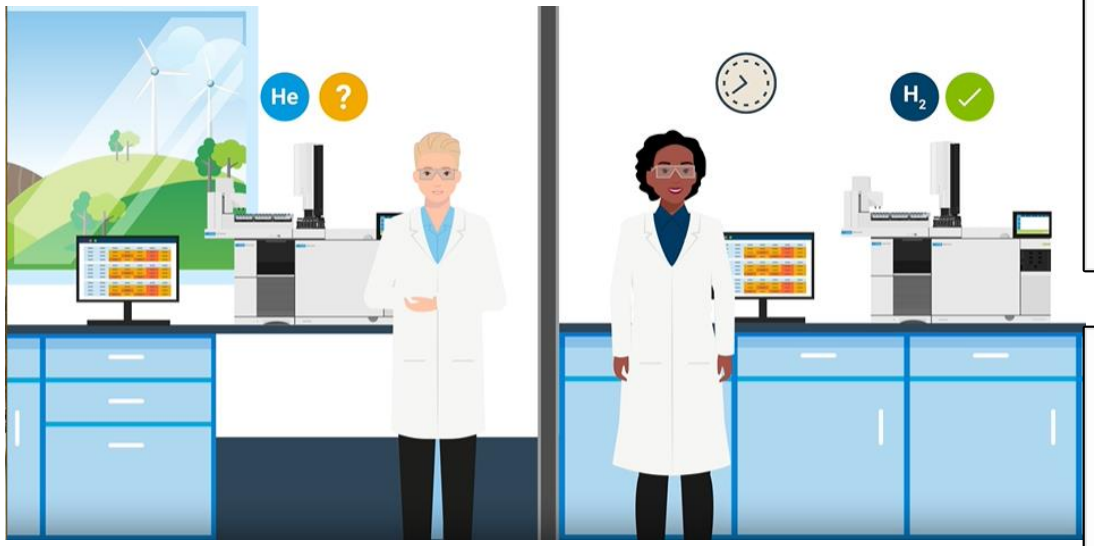
Passer en N_2



La source HydroInert

Les particularités de la GCMS

H2 versus He



Pourquoi des problèmes ?

- L'Hélium est une ressource minière finie
- Produit annexe des sources d'extraction de gaz
- Stock faibles et approvisionnement en baisse

Qu'est ce que cela implique ?

- Approvisionnement interrompu
- Coût en forte hausse
- L'Impact
  - Industrie de l'électronique
  - Tests médicaux
  - Recherche scientifique
  - GC & GCMS

H2 versus He

Helium

- Utilisé dans plus de 90 % des systèmes GC/MS
- Méthodes validées (temps de rétention, bibliothèques) : NIST
- Sensibilité suffisante pour répondre aux réglementations

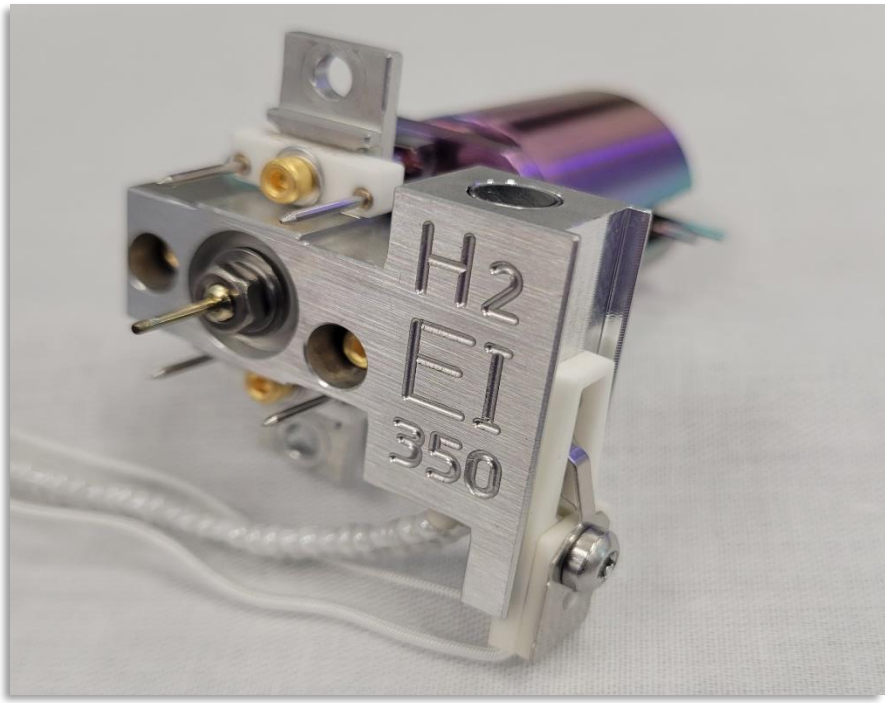
- Augmentation des prix
- Difficultés d'approvisionnement

Hydrogen

- Utilisé avec succès dans l'analyse GC depuis des décennies
- Peut fournir une meilleure résolution chromatographique à une vitesse linéaire plus élevée

- Nécessite l'adaptation de la configuration et de la méthode de la chromatographie en phase gazeuse

Les Risques & objectifs : Maintenir la fidélité spectrale en gaz vecteur Hydrogène



- **Eviter les perturbations** dues aux pénuries d'Hélium
- **Obtenir une bonne fidélité spectrale** et éviter les réactions indésirables liés à l'Hydrogène dans la source
- **Tirez pleinement parti de l'hydrogène** en tant que gaz vecteur, notamment en réduisant les temps d'analyse, en améliorant la chromatographie et en bénéficiant d'une plus grande robustesse de la source
- **Travaillez en toute sécurité** grâce à l'utilisation d'un générateur d'hydrogène pour une sureté maximale.
- **Pièces d'origine inchangées** et procédure d'assemblage déjà connue

Electron Ionization MS Sources

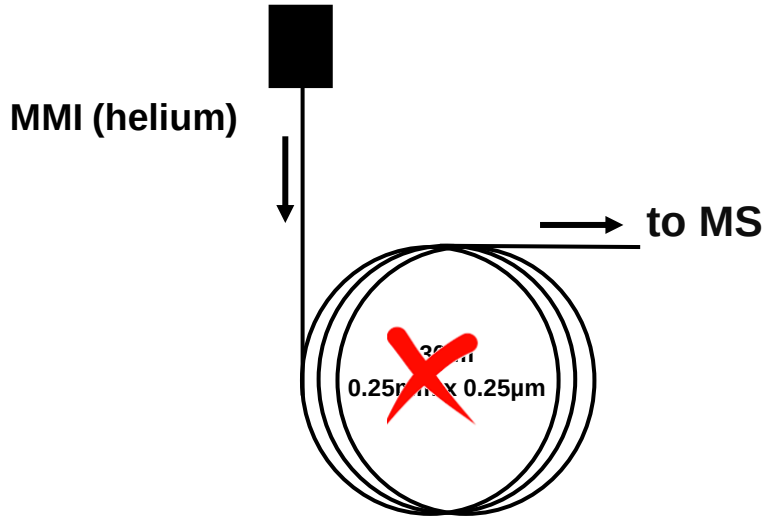
Conventional EI Extractor (Inert Plus) Source

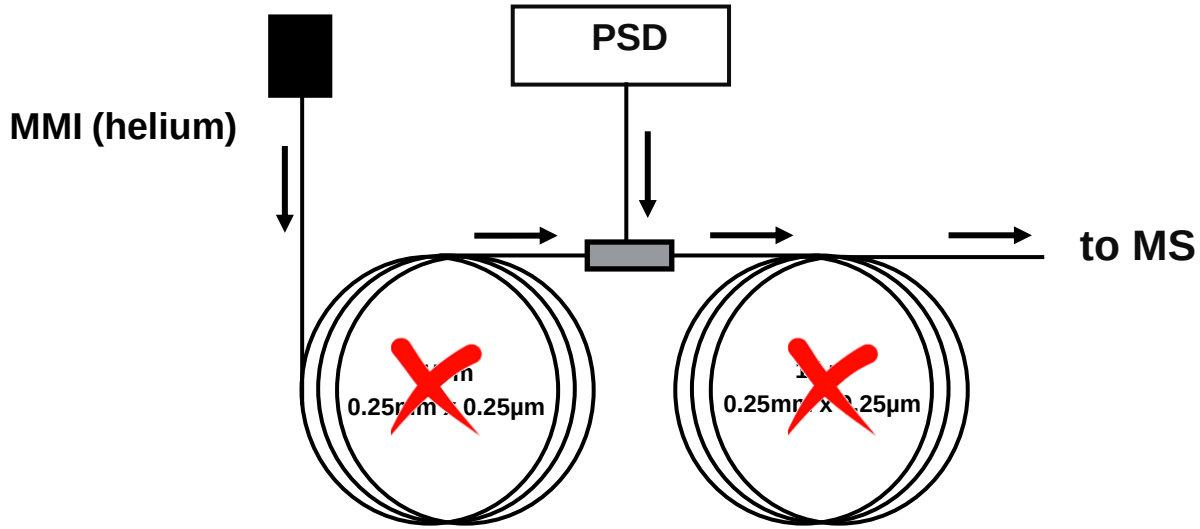
HydroInert EI Source

GC Configuration and Method Considerations

~~Conventional 15mx15m (or 30m)~~
~~0.25mm x 0.25µm~~

~~Cannot be used with H_2 carrier gas~~
~~because of insufficient inlet pressure~~





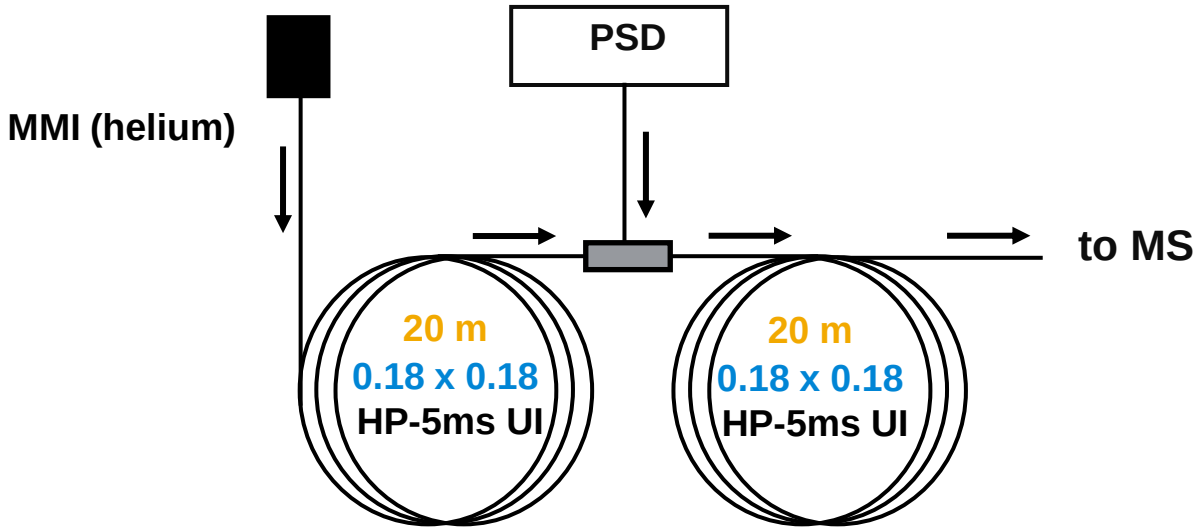
GC Configuration and Method Considerations

20x20m
0.18mm x 0.18µm

Compatible with H_2 carrier gas

Analysis time **20 min**

Exact matching of the RTs – 20-min analysis with He using a 30m (or 15mx15m) column



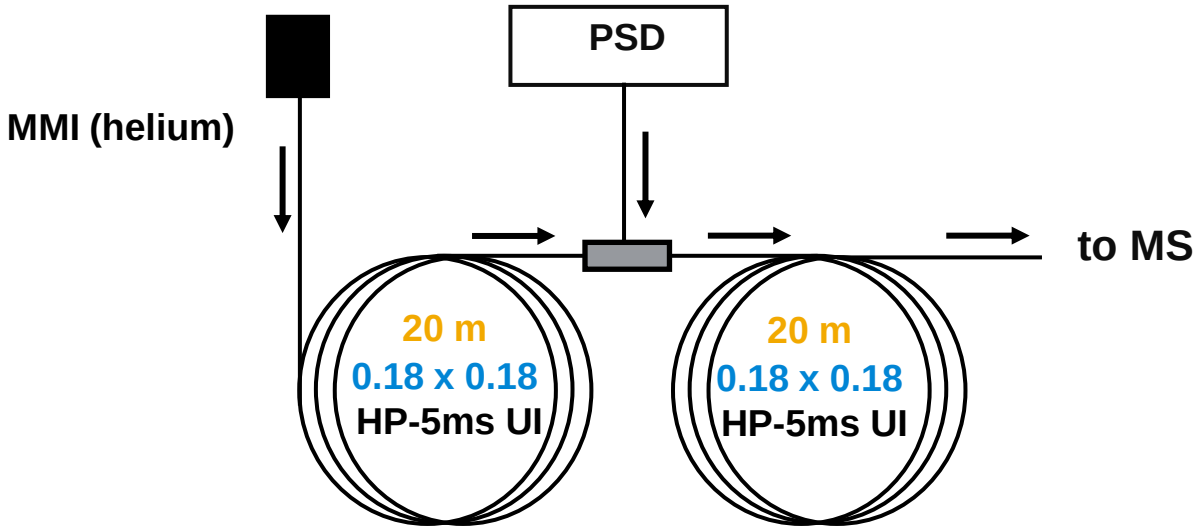
GC Configuration and Method Considerations

20x20m
0.18mm x 0.18µm

Compatible with H_2 carrier gas

Analysis time **20 min**

Exact matching of the RTs – 20-min analysis with He using a 30m (or 15mx15m) column

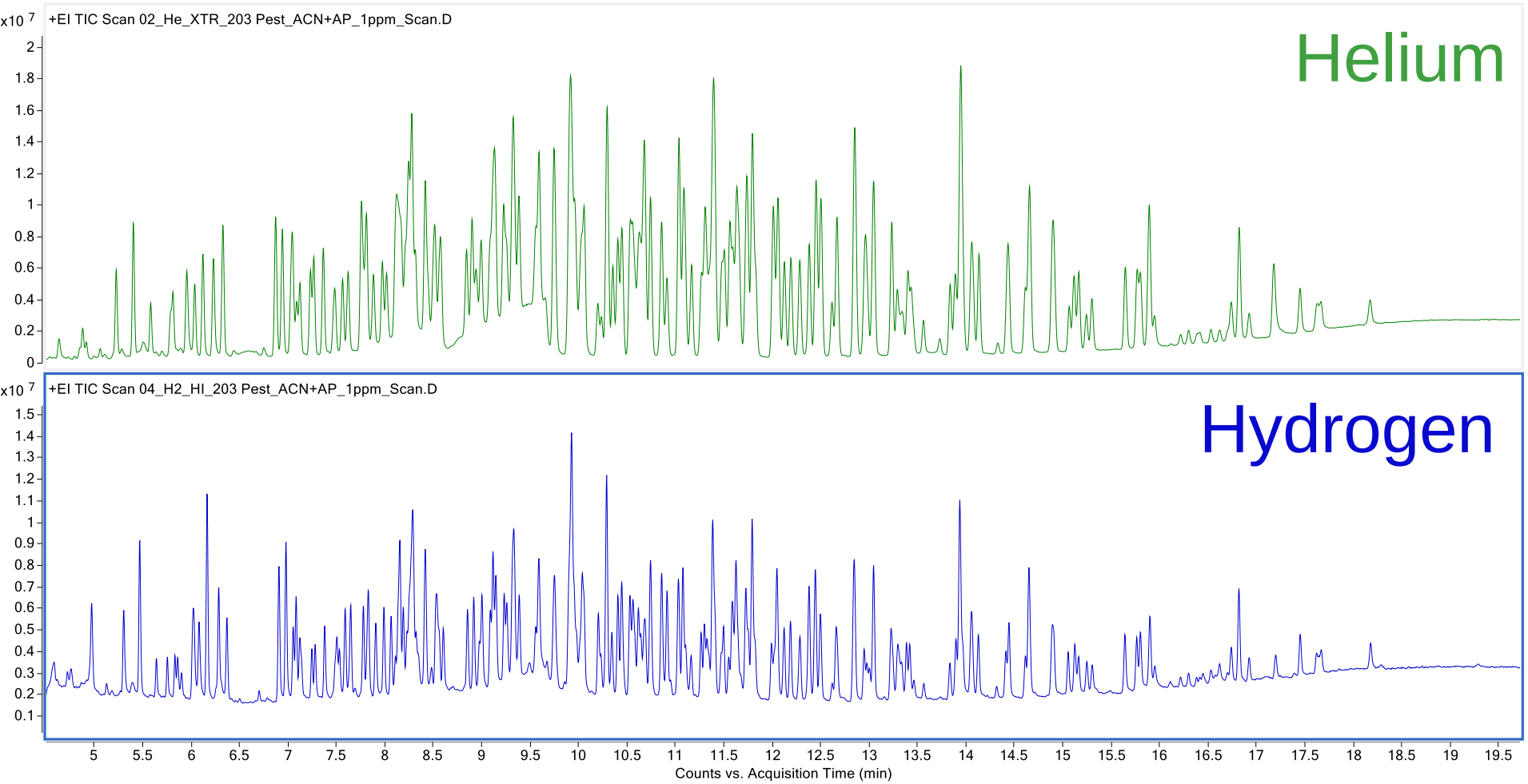


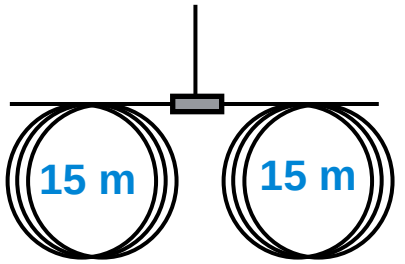
10x10m
0.18mm x 0.18µm

Compatible with H_2 carrier gas

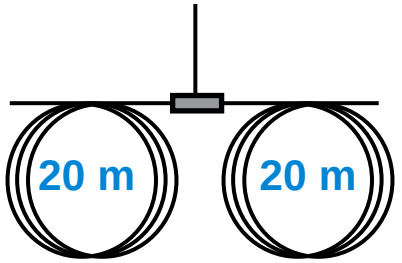
Analysis time **10 min**

Exact Retention Time Matching Achieved with Method Translation and Retention Time Locking



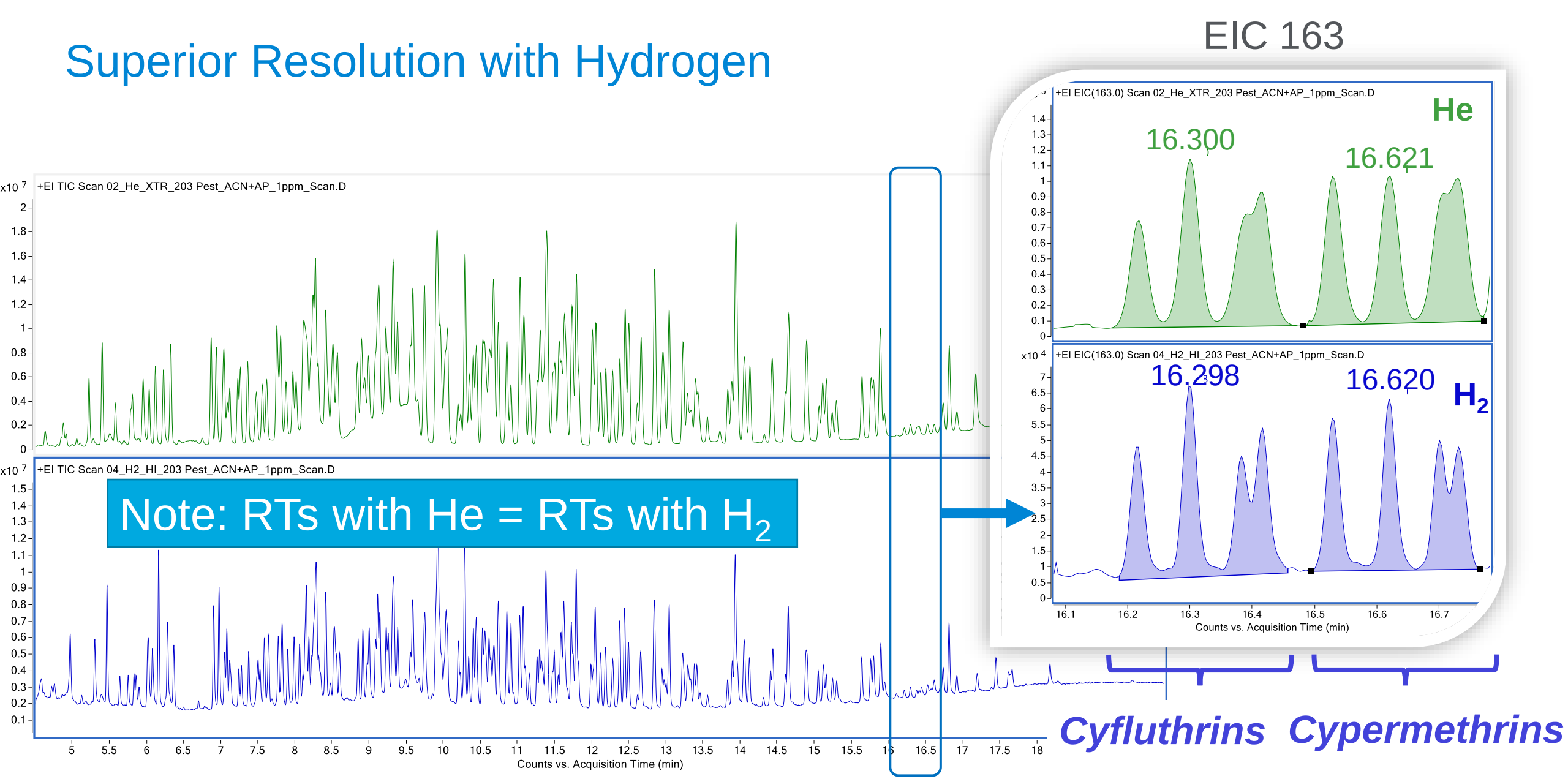


0.25mm x 0.25 µm

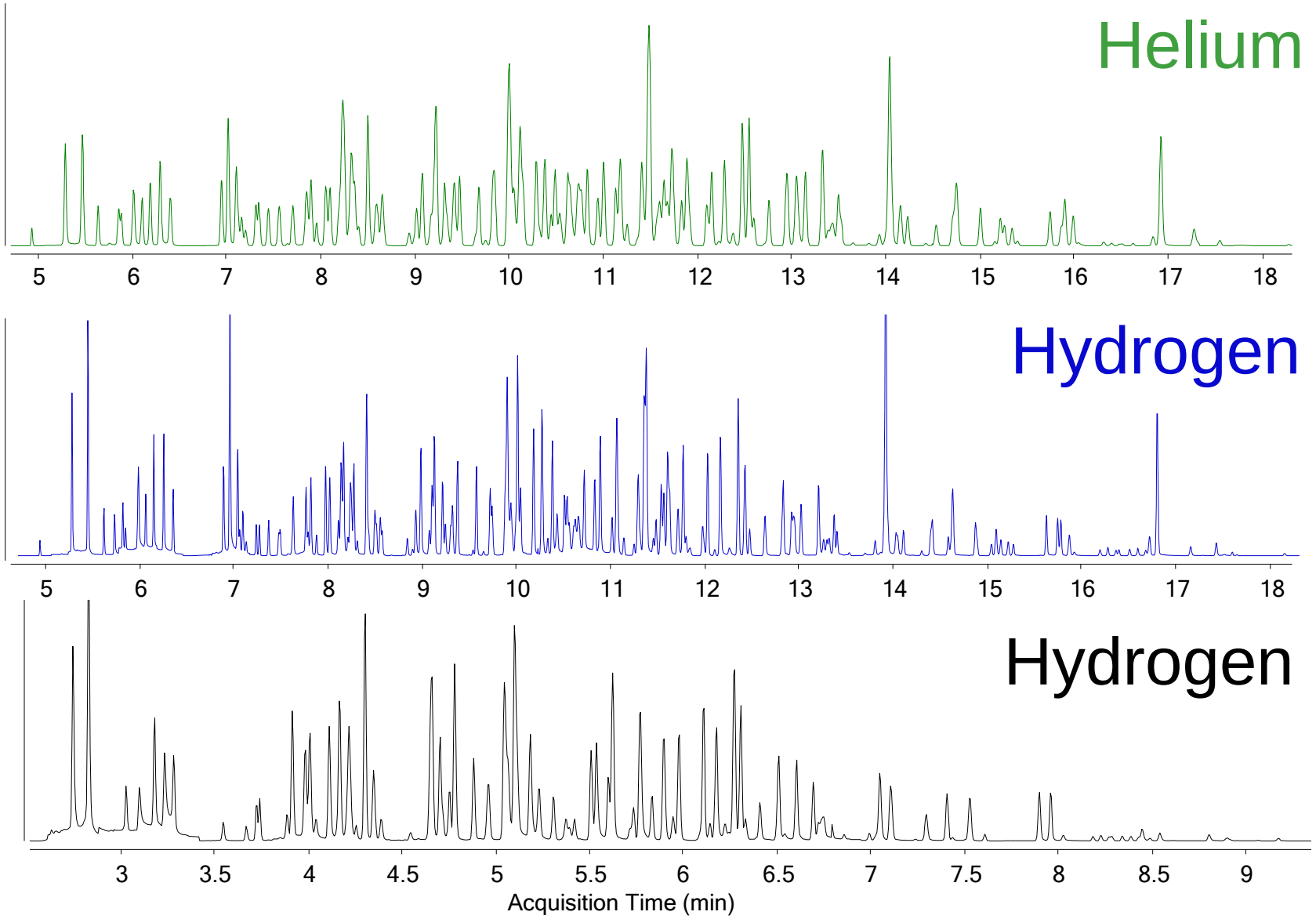


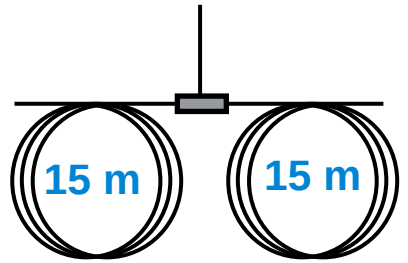
0.18mm x 0.18 µm

Superior Resolution with Hydrogen

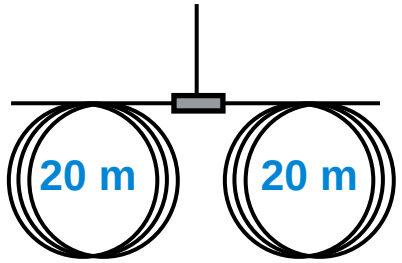


Proof-of-Concept: 10-Minute with Hydrogen

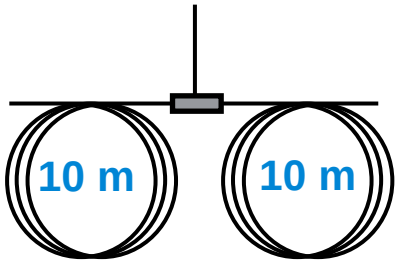




0.25mm x 0.25 µm

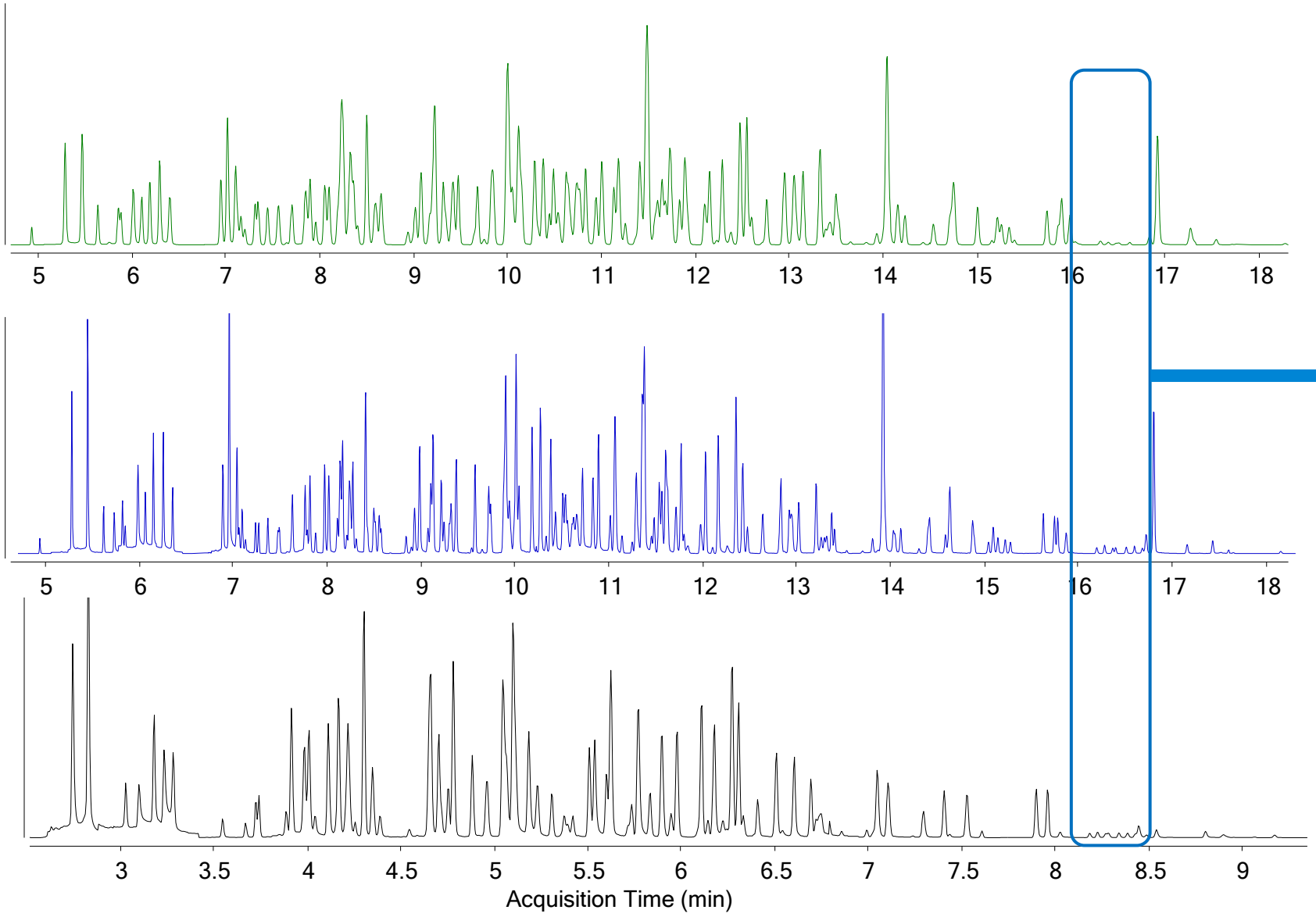


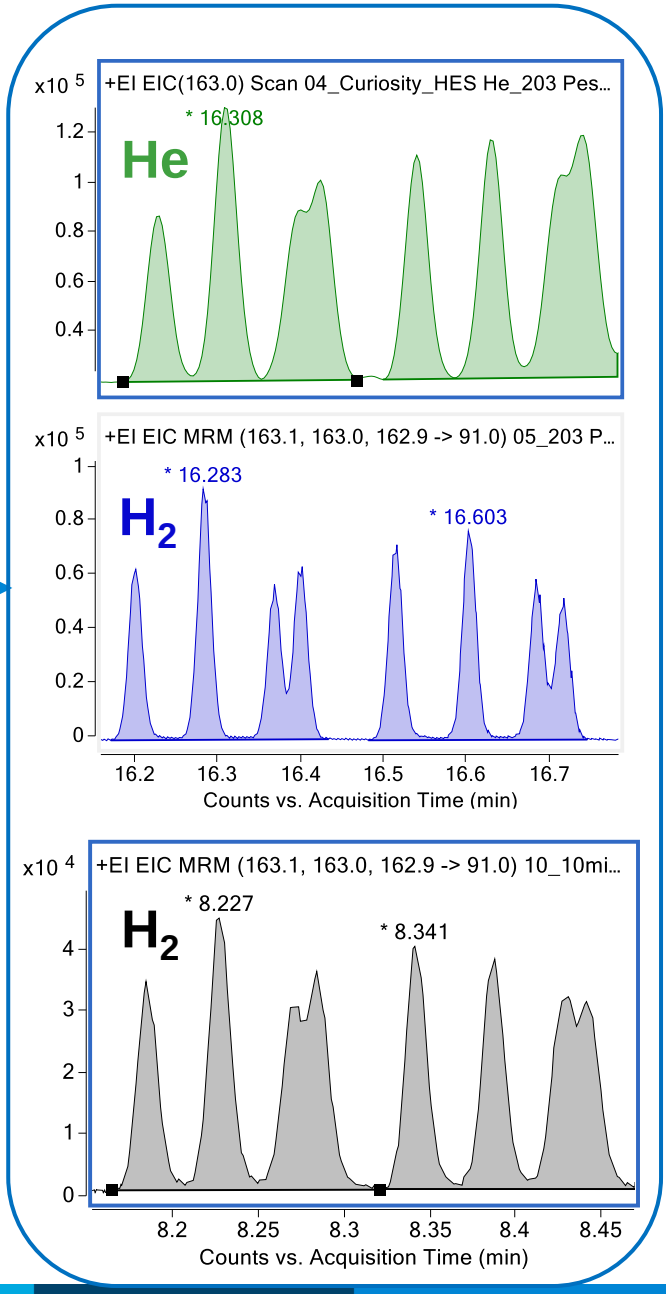
0.18mm x 0.18 µm



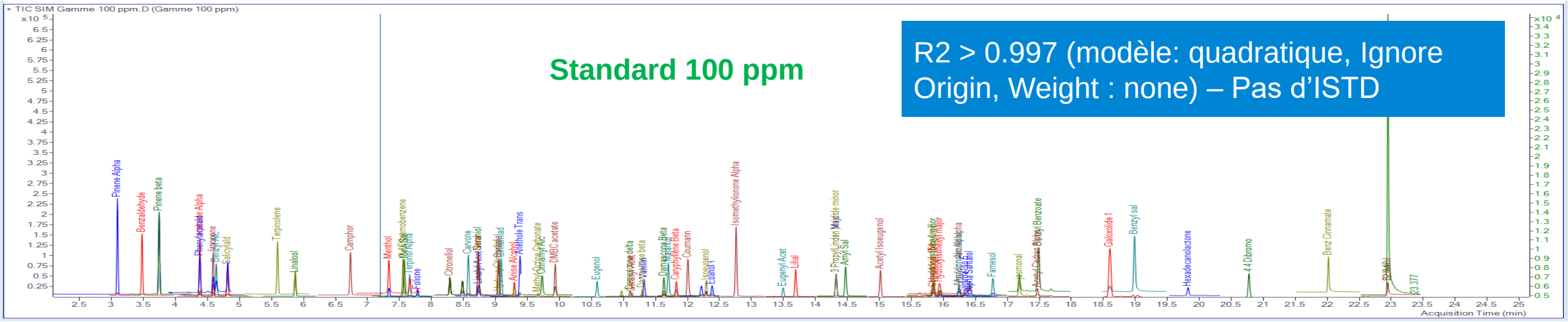
0.18mm x 0.18 µm

10-Minute with Hydrogen and Still Good Resolution

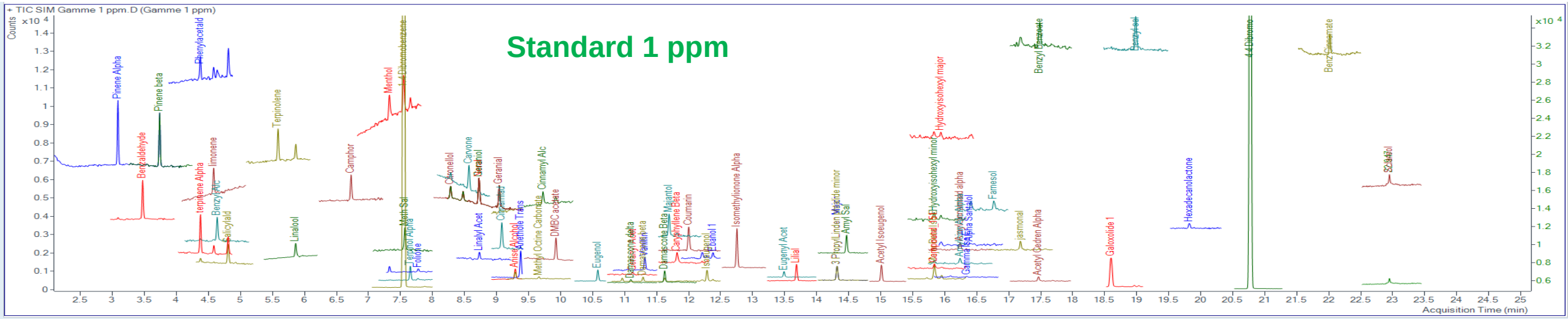




Méthode d'analyse : Profil chromatographique & Linéarité de la gamme

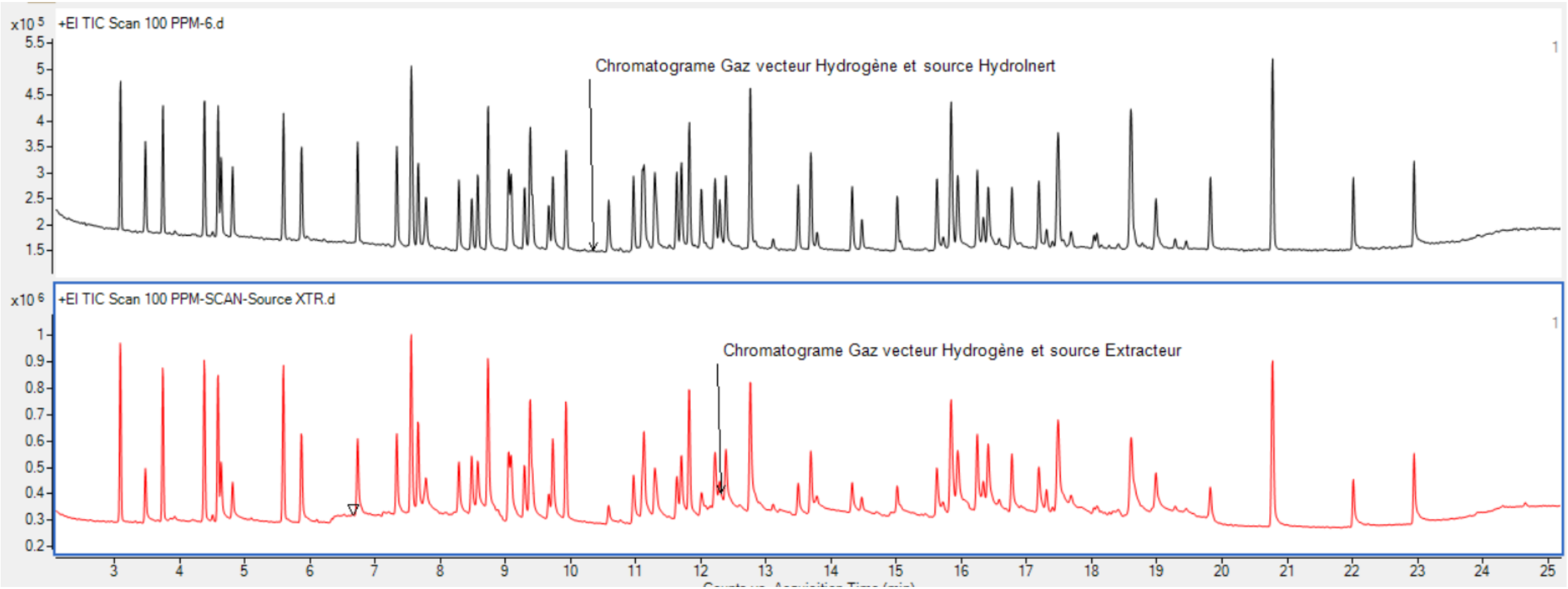


R2 > 0.997 (modèle: quadratique, Ignore Origin, Weight : none) – Pas d'ISTD



Analyse de composés inconnus

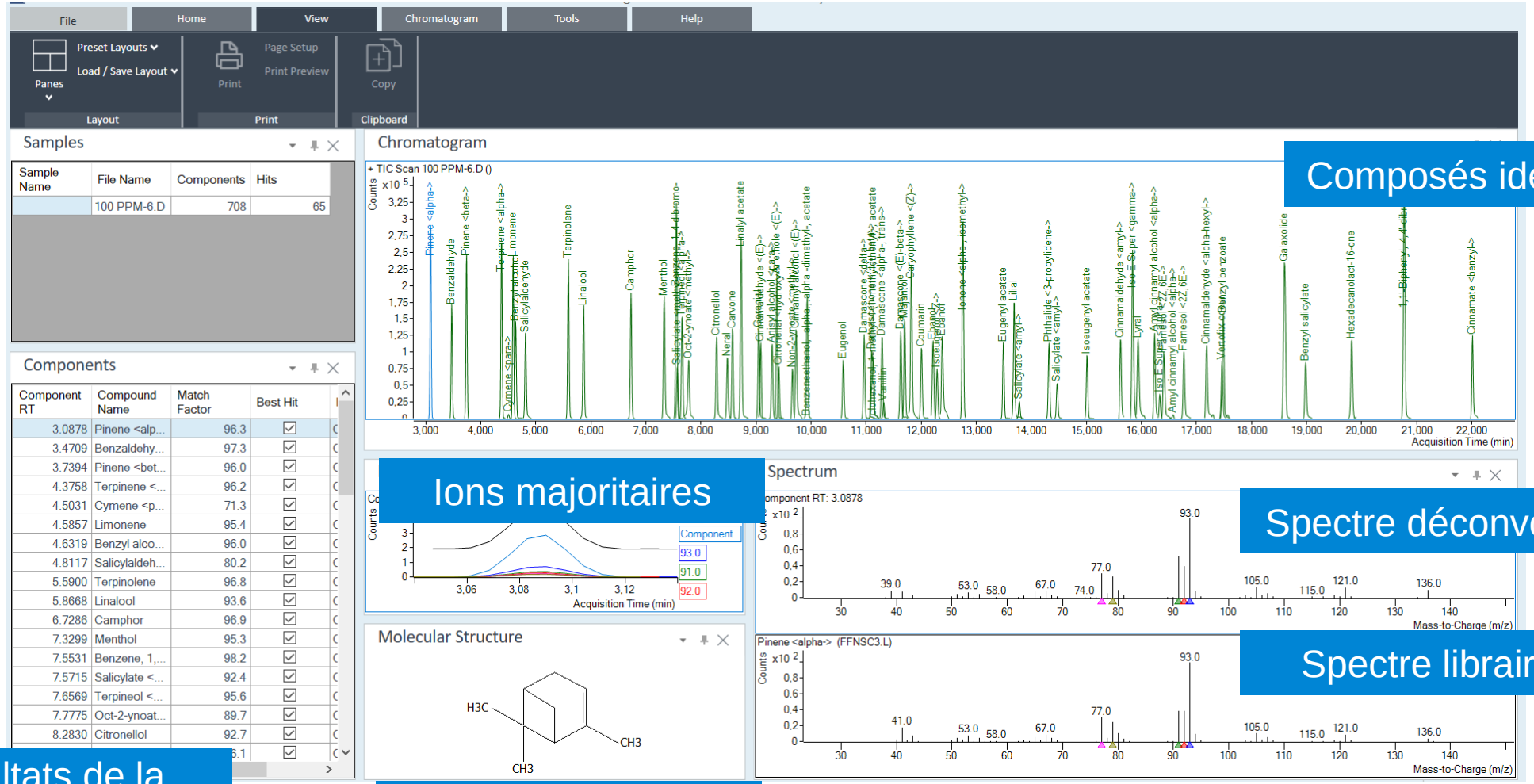
Comparaison des chromatogrammes obtenus



On observe un chromatogramme dégradé avec la source Extracteur et notamment de plus grandes trainées des pics par rapport au système en source HydroInert

Analyse de composés inconnus

Fenêtre de résultats Unknown Analysis



Analyse de composés inconnus : Gaz Vecteur H2

	Component RT	Compound Name	CAS#	Match Factor en Source HI	Match Factor en Source Ext	Δ Match Factor
1	3.088	Pinene <alpha->	80-56-8	96.3	96.2	-0.1
2	3.471	Benzaldehyde	100-52-7	97.3	95.2	-2.1
3	3.739	Pinene <beta->	127-91-3	96.0	96.7	0.7
4	4.376	Terpinene <alpha->	99-86-5	96.2	86.8	-9.4
5	4.503	Cymene <para->	99-87-6	71.3	75.5	4.2
6	4.586	Limonene	138-86-3	95.4	92.8	-2.6
7	4.632	Benzyl alcohol	100-51-6	96.0	85.7	-10.3
8	4.812	Salicylaldehyde	90-02-8	80.2	Phenylacetaldehyde 61.8	Phenylacetaldehyde 61.9
9	5.590	Terpinolene	586-62-9	96.8	90.9	-5.9
10	5.867	Linalool	78-70-6	93.6	Lynalyl acetate 86.4	Lynalyl acetate 86.5
11	6.729	Camphor	76-22-2	96.9	93.8	-3.1
12	7.330	Menthol	1490-04-6	95.3	94.2	-1.1
13	7.553	Benzene, 1,4-dibromo-	106-37-6	98.2	94.5	-3.7
14	7.571	Salicylate <methyl->	119-36-8	92.4	90.2	-2.2
15	7.657	Terpineol <alpha->	98-55-5	95.6	91.5	-4.1
16	7.778	Oct-2-ynoate <methyl->	111-12-6	89.7	79.5	-10.2
17	8.283	Citronellol	106-22-9	92.7	93.6	0.9
18	8.480	Neral	106-26-3	86.1	Carveol 86.9	Carveol 86.10
19	8.572	Carvone	99-49-0	94.7	89.3	-5.4
20	8.729	Linalyl acetate	115-95-7	91.4	86.7	-4.7
21	9.046	Geranial	141-27-5	88.1	82.4	-5.7
22	9.084	Cinnamaldehyde <(E)->	14371-10-9	93.9	91	-2.9
23	9.291	Anisyl alcohol <para->	105-13-5	94.3	54.8	-39.5
24	9.378	Anethole <(E)->	4180-23-8	96.5	89.4	-7.1
25	9.412	Citronellal <hydroxy->	107-75-5	85.2	Citronellyl Butirate 74.7	Citronellyl Butirate 74.8
26	9.661	Non-2-ynoate <methyl->	111-80-8	92.0	Undecyne 74.5	Undecyne 74.6
27	9.726	Cinnamyl alcohol <(E)->	4407-36-7	90.8	Cinnamyl Formate 71.9	Cinnamyl Formate 71.10
28	9.929	eethanol, .alpha.,.alpha.-dimethyl-,	151-05-3	97.3	93.3	-4.0
29	10.583	Eugenol	97-53-0	95.4	87.3	-8.1
30	10.963	Damascone <delta->	57378-68-4	93.6	86.9	-6.7
31	11.100	Damascenone <(E)-, beta->	23726-93-4	77.6	86.9	9.3
32	11.126	anol, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-	10198-23-9	72.8	non identifié	non identifié

Analyse de composés inconnus : Gaz Vecteur H2

	Component RT	Compound Name	CAS#	Match Factor en Source HI	Match Factor en Source Ext	Δ Match Factor
33	11.288	Damascone <alpha-, trans->	24720-09-0	91.3	86.7	-4.6
34	11.318	Vanillin	121-33-5	50.0	56.7	6.7
35	11.628	Damascone <(E)-beta->	23726-91-2	92.1	89.2	-2.9
36	11.698	Majantol	103694-68-4	90.9	62.7	-28.2
37	11.820	Caryophyllene <(Z)->	118-65-0	92.1	92	-0.1
38	12.004	Coumarin	91-64-5	94.2	89.5	-4.7
39	12.214	Ebanol	67801-20-1	93.0	82.4	-10.6
40	12.289	Isoeugenol <Z->	5912-86-7	93.8	91.6	-2.2
41	12.382	Ebanol	67801-20-1	92.0	82.4	-9.6
42	12.757	Ionone <alpha-, isomethyl->	127-51-5	89.8	78.3	-11.5
43	13.493	Eugenyl acetate	93-28-7	94.0	85.3	-8.7
44	13.688	Lilial	80-54-6	91.2	77.9	-13.3
45	13.782	Salicylate <amyl->	2050-08-0	89.6	83.9	-5.7
46	14.321	Phthalide <3-propylidene->	17369-59-4	94.8	89	-5.8
47	14.470	Salicylate <amyl->	2050-08-0	93.4	83.9	-9.5
48	15.013	Isoeugenyl acetate	93-29-8	95.4	90.3	-5.1
49	15.622	Cinnamaldehyde <amyl->	122-40-7	88.9	83.5	-5.4
50	15.841	Iso E Super <gamma->	68155-67-9	77.1	64	-13.1
51	15.940	Lyral	31906-04-4	78.9	Amberonne 81.8	Amberonne 81.9
52	16.241	Amyl cinnamyl alcohol <alpha->	184900-07-0	86.6	71.2	-15.4
53	16.335	Iso E Super <alpha->	68155-66-8	79.8	non reconnu	non reconnu
54	16.408	Farnesol <2Z,6E->	3790-71-4	83.3	80.2	-3.1
55	16.577	Amyl cinnamyl alcohol <alpha->	184900-07-0	56.8	71.2	14.4
56	16.772	Farnesol <2Z,6E->	3790-71-4	85.9	80.2	-5.7
57	17.185	Cinnamaldehyde <alpha-hexyl->	101-86-0	92.4	83.6	-8.8
58	17.466	Vertofix coeur	68039-35-0	77.8	67.6	-10.2
59	17.487	Benzyl benzoate	120-51-4	95.1	83.5	-11.6
60	18.600	Galaxolide	1222-05-5	89.8	88.5	-1.3
61	18.984	Benzyl salicylate	118-58-1	90.5	85.6	-4.9
62	19.820	Hexadecanolact-16-one	109-29-5	82.5	83.3	0.8
63	20.774	1,1'-Biphenyl, 4,4'-dibromo-	92-86-4	92.4	77.3	-15.1
64	22.014	Cinnamate <benzyl->	103-41-3	93.7	79.6	-14.1
65	22.946	Labd-(13E)-8,15-diol	10267-31-9	79.6	62	-17.6

Conclusions

- L’utilisation de l’hydrogène avec une source extracteur classique montre une dégradation du profil chromatographique et une déformation des spectres de masses pouvant poser problème pour une bonne identification des composés en bibliothèque

- Le système proposé GC 8890 – MSD 5977C avec **source Hydro inerte** permet d’atteindre les seuils requis de sensibilité pour la détection des allergènes.

- La linéarité du système est satisfaisante sur la gamme étudiée (1 à 500 ppm)

- Il n’a pas été démontré d’impact notable de l’utilisation de H2 en gaz vecteur combiné à la source HydroInert sur les spectres :
  - Possibilité de faire des analyses non-ciblés et des recherches en bibliothèque sans crainte de mauvaise identification.

Analyse des Allergènes :
Nouvelle Réglementation
Européenne

Webinaire I 18 janvier 2024 I 10h00