

Charakterisierung von Aromastoffen und Duftstoffen in komplexen Matrices mit linearen Retentionsindizes ohne Probenvorbereitung

Autor

Eleazar Rojas Santiago
Agilent Technologies, Inc.

Zusammenfassung

Diese Application Note beschreibt eine Methode für die Analyse von Aroma- und Duftstoffverbindungen. Die Methode nutzt die Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) mittels Backflush und einer Thermal Separation Probe bei konstantem Durchfluss mit einem Agilent Intuvo 9000 GC und einem Agilent 5977B GC/MSD. Aroma- und Duftstoffverbindungen in komplexen Matrices wie Seife, Duftkerzen, Zahnpasta, Körperlotion und Weichspüler wurden ohne Probenvorbereitung analysiert. Die Proben wurden mit der Thermal Separation Probe in das GC/MSD-System eingebracht. Die Identifizierung erfolgte unter Verwendung von dekonvoluierten Massenspektren und unter Einbeziehung der Ergebnisse des linearen Retentionsindexes. Darüber hinaus wurde ein Hyperlink eingerichtet, um den Namen der Verbindung mit einer Website für Duftstoffe und Aromen zu verbinden und organoleptische und kosmetische Informationen zu erhalten.

Einführung

Die Agilent Thermal Separation Probe (TSP) ist ideal für die schnelle GC/MS-Analyse einer Vielzahl von verschmutzten flüssigen und festen Proben in Lebensmittelprüfungen, Forensik und Umweltapplikationen. Zu den Vorteilen der Thermal Separation Probe zählen:

- Wenig oder keine Probenvorbereitung erforderlich.
- Größere Flexibilität bei geringerem Risiko als herkömmliche direkte Probenaufgaben.
- Geringes Risiko an Kontamination oder Leistungsabfall, die typischerweise mit herkömmlichen direkten Probenaufgaben verbunden sind.
- Ausgabeformat der Referenzprobe durch Anpassen der Splitfluss-Verhältnisse, wodurch die Möglichkeit einer Überladung oder Kontamination des Detektors ausgeschlossen ist.
- Temperaturprogrammierung im Einlass und in der GC-Säule zur besseren Identifizierung von Mehrkomponentenproben, was mit herkömmlichen direkten Probenaufgaben nicht möglich ist.
- Zwei Möglichkeiten, TSP mit GC/MS-Systemen zu nutzen: komplexe Proben mit einer längeren analytischen Säule trennen oder die saubere Probe mit einer kurzen deaktivierten Kapillarsäule auf das MS übertragen.

GC/MS wird seit vielen Jahren für die Analyse von Duftstoff- und Aromastoffverbindungen eingesetzt¹. GC/MS ist wahrscheinlich die leistungsfähigste Technik, und erweiterte Massenspektren-Bibliotheken sind verfügbar, ermöglichen aber keine vollständige Identifizierung. In der Duftstoff- und Aromastoff-Qualitätskontrolle wird GC/MS mit Retentionsindizes (Brechungsindizes) immer noch häufig als ergänzende Technik zu GC/MS eingesetzt. Es stehen mehrere Bibliotheken mit Brechungsindizes für viele Duftstoff- und Aromastoffverbindungen zur Verfügung²⁻⁴. Brechungsindizes sind weniger von

Betriebsparametern abhängig als absolute Retentionszeiten, hängen aber dennoch wesentlich vom Säulentyp (stationäre Phase und Lieferant), vom Temperaturprogramm und in geringerem Maße von der Trägergasgeschwindigkeit ab. Daher ist es manchmal schwierig, veröffentlichte Brechungsindizes in verschiedenen Labors zu reproduzieren. Die meisten Unternehmen der Aroma- und Duftstoffindustrie verwenden interne Methoden, die auf historischen Entscheidungen über Säulen und Bedingungen basieren.

Agilent MassHunter Unknowns Analysis Software verwendet einen Dekonvolutionsprozess, der hilft, Verbindungen zu identifizieren, selbst wenn sie unter koelutierenden Matrixverbindungen versteckt sind. Der Dekonvolutionsprozess ist automatisiert und dauert etwa 1 bis 2 Minuten für ein Totalionen-Chromatogramm (TIC). Der Prozess ermöglicht es Analysten nicht nur, schnell zuverlässige und reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen, sondern minimiert auch falsch positive und falsch negatives Ergebnisse⁵.

Da viele Retentionsdaten bereits als Brechungsindizes vorliegen, wurde zudem ausgewertet, ob diese Daten in absolute Retentionszeiten überführt werden können, die mit gesperrten Retentionszeiten übereinstimmen. Es wurde gezeigt, dass Brechungsindizes aus vorhandenen Retentionsindex-Bibliotheken als absolute Retentionszeiten neu berechnet werden können, die mit experimentellen Daten übereinstimmen. In dieser Studie wurden

zwei Bibliotheken mit Brechungsindizes verwendet: NIST 2017 und die Agilent RTL Aroma- und Duftbibliothek⁶.

Zu den Innovationen des Intuvo 9000 GC gehören:

- Ein direktes Heizsystem, das schneller ist, die Hälfte der Leistung verbraucht und die Hälfte der Stellfläche eines herkömmlichen Luftbadofens einnimmt.
- Ferrule-freie Direktverbindungen mit einem Plug-and-Play-Flowpath eliminieren eine große Quelle von Komplexität und Leckagen.
- Der einzigartige Intuvo Guard Chip für den Einmalgebrauch erübrigt das Trimmen von Säulen.

Experimentelles

Die Analysen wurden an einem Intuvo 9000 GC durchgeführt, der mit einem Multimode-Einlass (MMI) und einer Nachsäulen-Backflush ausgestattet ist. Der MMI wurde auf 60 °C eingestellt, um die Thermal Separation Probe bei einer niedrigen Temperatur einzuführen und so den Verlust von Lichtkomponenten vor der eigentlichen Injektion zu vermeiden. Nach der Einführung der Thermal Separation Probe wurde die MMI-Temperatur auf 280 °C bei 600 °C/Min angehoben. Die Trennung erfolgte auf einer Agilent HP-5MS, 30 m × 0,25 mm Innendurchmesser, 0,25 µm Säule ($\beta = 250$) (Bestellnummer 19091S-433-INT). Als Trägergas wurde Helium mit ca. 65 kPa (9,43 psi) bei konstantem Durchfluss verwendet. In Tabelle 1 sind die Analysebedingungen zusammengefasst.

Tabelle 1: Analytische GC/MS-Bedingungen.

Parameter	Beschreibung
Säule	HP-5MS, 30 m × 0,25 mm Innendurchmesser, 0,25 µm (Bestellnummer 19091S-433-INT)
Injektion	MMI, Splitverhältnis 100:1, 0,2 Minuten 40 °C, dann 900 °C/Min bis 300 °C
Trägergas	Helium (13,4 psi), konstanter Fluss
RTL	Fluss gesetzt auf 1,46 ml/Min, um eine Retentionszeit von 32,000 Minuten für <i>n</i> -Hexadecan zu erhalten
Temperaturprogramm Ofen	60 bis 240 °C bei 3 °C/Min (60 Minuten Analysendauer)
Guard Chip	Intuvo, Multimode-Einlass
Temperaturprogramm	Option Ofentemperaturverfolgung
Detektion	MSD XTR 6 mm im Scan-Modus (40 bis 400 amu) Solvent Delay: 0 Minuten Übertragungsleitung: 300 °C

Ein Alkangemisch von C₆ bis C₄₄ wurde unter den in Tabelle 2 beschriebenen Bedingungen injiziert, um die CRT-Datei (Calibration Retention Time) zu erzeugen, und MassHunter wurde verwendet, um die Datei zu analysieren und die Retentionszeiten der Bibliothek zu berechnen.

Die Daten wurden mit der MassHunter Unknowns Analysis Software unter Verwendung eines Dekonvolutionsprozesses und Brechungsindizes aus zwei Bibliotheken verarbeitet. Die Software berechnet die Retentionszeit der Bibliothek unter Verwendung der CRT-Datei und des Brechungsindex aus den verschiedenen Bibliotheken und berechnet die Differenz zwischen der Retentionszeit der Bibliothek und der tatsächlichen Retentionszeit. Durch die Anwendung des Retentionszeitfilters und des minimalen Übereinstimmungsfaktors konnte eine Fehlinterpretation vermieden werden.

Transformation der Brechungsindizes

Der lineare Retentionsindex (LRI) erfordert, dass ein n-Alkan-Gemisch im Elutionsbereich der interessierenden Analyten analysiert wird. Jedem n-Alkan wird ein LRI-Wert basierend auf der Anzahl der Kohlenstoffatome multipliziert mit 100 zugeordnet. So wird beispielsweise Oktan (n-C₈) eine LRI von 800, Nonan (n-C₉) eine LRI von 900, Decan (n-C₁₀) eine LRI von 1000 und so weiter zugeordnet. Der LRI eines bestimmten Analyten wurde berechnet, indem er im Verhältnis zu den n-Alkanen, die unmittelbar vor und nach dem Analyten eluiert wurden, eluiert wurde.

Tabelle 2: Methodenparameter der MassHunter Unknowns Analysis.

Parameter	Beschreibung
RT Window-Größenfaktor	25, 50, 100, 200
Peak Filter Schwellenwert Signal/Rauschen-Verhältnis	5
Übereinstimmungsfaktor (RT-Strafmaßnahme)	Aktivieren Trapezoide RT-Bereich: 60 Sekunden Straffreier RT-Bereich: 30 Sekunden
Min. Übereinstimmungsfaktor	75
Typ der Bibliothekssuche	Spektralsuche

Für die temperaturprogrammierte GC wird der LRI nach der folgenden Gleichung berechnet:

$$I = 100 \times \left[n + \frac{t_{r(\text{unknown})} - t_{r(n)}}{t_{r(N)} - t_{r(n)}} \right]$$

Es gilt Folgendes:

I = Linearer Retentionsindex

n = Anzahl der Kohlenstoffatome in der n-Alkan-Elution unmittelbar vor dem Analyten

N = Anzahl der Kohlenstoffatome in der n-Alkan-Elution unmittelbar nach dem Analyten

t_r = Retentionszeit

Aus dem Retentionsindex wurde die absolute Retentionszeit unter Verwendung der Retentionszeiten von n-Alkanen als Referenzverbindungen berechnet.

Diese absoluten Retentionszeiten sind nicht die ursprünglichen Retentionszeiten, die für die Berechnung des Retentionsindex verwendet werden, sondern berechnete Werte. Dies bedeutet, dass aus den in einer bestehenden Datenbank vorhandenen Brechungsindizes unter Verwendung der gesperrten Retentionszeiten für n-Alkane Retentionszeiten berechnet werden können, wenn die Säulenabmessungen und das Temperaturprogramm gleich sind⁷.

In dieser Studie wurden mehrere Proben ohne Probenvorbereitung analysiert. Nur wenige Milligramm wurden in die Mikro-Probenflasche eingebracht (Fläschchenvolumen 40 µl). Die Auswahl der ausgewählten Proben erfolgte aufgrund ihrer organoleptischen Eigenschaften und weil es aufgrund der komplexen Matrix nicht möglich war, direkt in den GC-Port mit einer Spritze zu injizieren.

Ergebnisse und Diskussion

Die Abbildungen 1 und 2 zeigen Chromatogramme mit identifizierten Verbindungen und Totalionen-Chromatogrammen von Zahnpasta-, Weichspüler-, Duftkerzen- und Sahnelikörproben. Abbildung 3 zeigt die Suchergebnisse der Bibliothek aus der MassHunter Unknowns Analysis Software. Außerdem können wir die Informationen aus dem Internet nutzen, um herauszufinden, ob die identifizierte Verbindung eine Beziehung zur Aroma- und Duftstoffindustrie hat (siehe Abbildung 4). Wenn die Meldung *Sorry, your search: „Docosyl octyl ether“ returned zero results.* angezeigt wird, steht diese Verbindung in keinem Zusammenhang mit Aroma- oder Duftstoffbestandteilen.

- | | | |
|--|---|---|
| 1,2. Wasserstoff-Isocyanat | 28. Methoxyessigsäure, Octadecyl Ester | 54. Laurylalkohol |
| 3. 3,5-Methanocyclopentapyrazol, 3,3a,4,5,6,6a-Hexahydro-3a,4,4-Trimethyl- | 29. 1-Henicosylformiat | 55. Pentadecan |
| 4. Phosphonsäure, (p-Hydroxyphenyl)- | 30. 1-Hexacosin | 56. 1-Decanol, 2-Hexyl- |
| 5. Eucalyptol | 31. Kohlensäure, Eicosylprop-1-en-2-ylester | 57. 1-Hexadecanol |
| 6. <i>gamma</i> -Terpinen | 32. <i>n</i> -Eicosan | 58. <i>n</i> -Hexadecan |
| 7. Linalol | 33. Disulfid, Di- <i>tert</i> -Dodecyl | 59. Dodecyl-Heptyl-Ether |
| 8. Menthon | 34. 3,5,5-Trimethyl-Hexylethyl-Phosphonofluoridat | 60. Isobutyl-Hexadecyl-Ether |
| 9. Cyclopenten, 1-Isopropyl-4,5-Dimethyl- | 35. Docosyl Octyl Ether | 61. 10-Henicosan (c,t) |
| 10. 1-Decen | 36. 2-Ethylthiolan, S,S-Dioxid | 62. Oxalsäure, Allyl-Tridecyl-Ester |
| 11. 1-Decanol | 37. -[2,3-Dihydro-4-Hydroxy-2-(2-Hydroxyisopropyl)Benzofuran-7-yl]chromon | 63. Dodecyl Nonyl Ether |
| 12. Anethol | 38. <i>n</i> -Tetracosan | 64. Trichloressigsäure, pentadecylester |
| 13. Eugenol | 39. Butyltriacontylether | 65. 1-Tricosen |
| 14. 7-Tetradecen, (Z)- | 40. Boran, Diethyl(Decyloxy)- | 66. Nonyl-Tetradecyl-Ether |
| 15. 1-Undecanol, Acetat | 41. Aminomethansulfonsäure | 67. Behenylalkohol |
| 16. Wasserstoff-Isocyanat | 42. Ethyl-2methylbutyrat | 68. Kohlensäure, Eicosylvinylester |
| 17. Tetradecan, 1-Chlor- | 43. Benzaldehyd | 69. Silan, Trichlorodocosyl- |
| 18. Laurylalkohol | 44. 3,7-Dimethyl-1-octanol | 70. <i>n</i> -Tetracosanol-1 |
| 19. Pentadecan | 45. Octan, 4-Chlor- | 71. <i>n</i> -Eicosan |
| 20. <i>n</i> -Pentadecanol | 46. 1-Decanol | 72. Oxalsäure, Cyclobutyl-Octadecyl-Ester |
| 21. 1-Nonadecen | 47. Cyclopropan, Octyl- | 73. Docosyl Pentyl Ether |
| 22. Laurylacetat | 48. 1-Dodecen | 74. Isobutyl-Tetracosyl-Ether |
| 23. 1-Octadecanol | 49. <i>gamma</i> -Nonalacton | 75. Eicosyl-Octyl-Ether |
| 24. Schwefelsäure, Butyl undecyl ester | 50. 1-Tetradecen | 76. Octacosyl-Trifluoroacetat |
| 25. 1-Docosen | 51. Decylacetat | 77. Hexacosylpentylether |
| 26. Kohlensäure, Hexadecylprop-1-en-2-ylester | 52. 1H-Benzimidazol-2-Carboxaldehyd | |
| 27. <i>n</i> -Octadecan | 53. 2',4'-Dihydroxypropiofenon | |

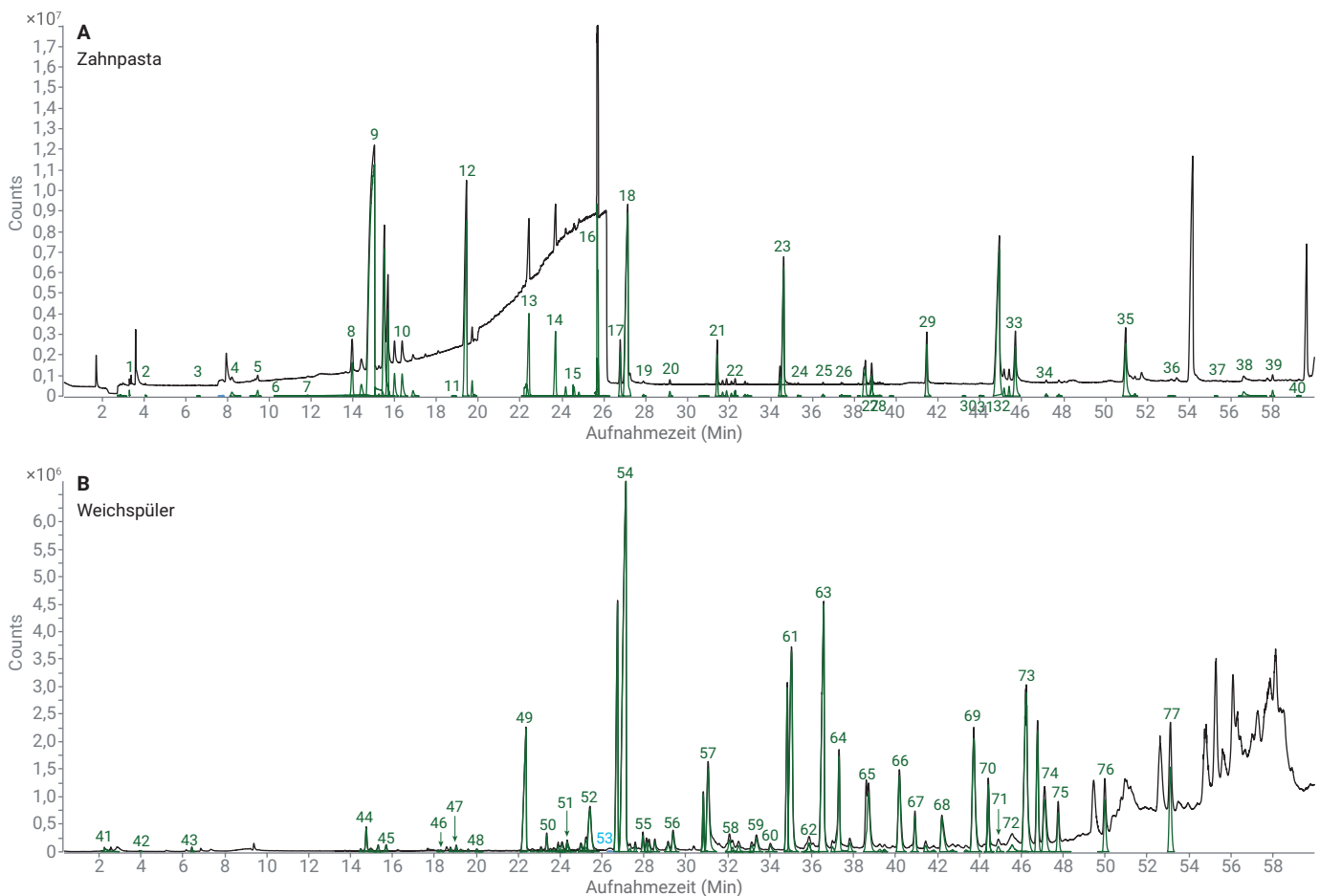


Abbildung 1: Chromatogramme von Zahnpasta und Weichspüler zeigen identifizierte Verbindungen und Totalionen-Chromatogramm.

- | | | |
|---|--|--|
| 1. Stickstoffmonoxid | 29. Heneicosan | 57. Vanillin, Isopropylether |
| 2. Benzoylisoithiocyanat | 30. 1-Phenyl-2-(4-Methylphenyl)-diazon 1-oxid | 58. Zimtaacetat |
| 3. 2,3-Heptadien-5-yne, 2,4-Dimethyl- | 31. Benzylbenzoat | 59. 1-Tetradecanol |
| 4. Cyclohexan, 1-Butenylidene- | 32. <i>n</i> -Octadecan | 60. Ethanol, 2-(Dodecyloxy)- |
| 5. <i>p</i> -Cresol | 33. 2-Methylbenzoesäure, 2-Formyl-4,6-Dichlorphenylester | 61. <i>n</i> -Pentadecanol |
| 6. Methyl-1-silabenzocyclobuten | 34. Pentacosan | 62. 1-Hexadecanol |
| 7. Methyl-1-silabenzocyclobuten | 35. <i>n</i> -Eicosan | 63. Pentadecansäure |
| 8. Citronellal | 36. Schweflige Säure, Octadecylpentylester | 64. Octadecan, 1-Isocyanat- |
| 9. Menthon | 37. Schwefelsäure, 2-Ethylhexylhexadecylester | 65. Hexadecan, 1,16-Dichlor- |
| 10. L-Menthol | 38. Boran, Diethyl(Decyloxy)- | 66. 10-Heneicosan (c,t) |
| 11. L-Menthol | 39. Hentriacontan | 67. Kohlensäure, Pentadecylprop-1-en-2-yl Ester |
| 12. <i>alpha</i> -Terpineol | 40. Dotriacontan | 68. Dodecyl Nonyl Ether |
| 13. Cyclopentan, 1-Methyl-1-(2-Methyl-2-Propenyl)- | 41. Tetracosan, 11-Decyl- | 69. Dodecyl Nonyl Ether |
| 14. d-Piperiton | 42. Pentatriacontan | 70. 1-Eicosanol |
| 15. Benzofuran, 2-Methyl- | 43. Arsensäure, <i>Tris</i> (trimethylsilyl)ester | 71. Ethanol, 2-(Octadecyloxy)- |
| 16. Menthylacetat; d,L-Methyl-2-(methylethyl)Cyclohexylacetat | 44. Cyanogenbromid | 72. Methoxyessigsäure, Octadecyl Ester |
| 17. 2,4-Octadien, 7,7-Dimethyl- | 45. 1,2-Propadien-1,3-Dion | 73. Octadecan, 1-Isocyanat- |
| 18. Tridecan | 46. 2,3,5-Trimethylpyrazin | 74. 1-Propanamin, 3-Dibenzo[b,e]thiepin-11(6H)-Ylidene-N,N-Dimethyl-, S-Oxid |
| 19. Eugenol | 47. 2-Propylenitril, 3-Fluor- | 75. Hexadecyl Nonyl Ether |
| 20. <i>n</i> -Tetradecan | 48. 1-Hexen, 3,5-Dimethyl- | 76. 1-Hexacosin |
| 21. <i>beta</i> -Caryophyllen | 49. Nonanal | 77. Docosyl Pentyl Ether |
| 22. 1H-Benzimidazol-2-Carboxyaldehyd | 50. 1-Pyrrolin, 3-Ethyl- | 78. 1-Propanamin, 3-Dibenzo[b,e]thiepin-11(6H)-Ylidene-N,N-Dimethyl-, S-Oxid |
| 23. 3,4-Dihydroxypropiofenon | 51. 3,7-Dimethyl-1-Octanol | 79. Kohlensäure, Decyl Hexadecyl Ester |
| 24. 1-Hydroxy-7-hydroxymethylindan, zyklischer Sulfitester | 52. 1-Decen | 80. Docosyl Octyl Ether |
| 25. Propansäure, 2-Methyl-3-[4- <i>t</i> -butyl]phenyl- | 53. 1-Decanol | 81. 5H-Tetrazol-5-amin |
| 26. Isoamylsalicylat | 54. 2-Propenal, 2-Methyl-3-Phenyl- | 82. 1-Propanamin, 3-Dibenzo[b,e]thiepin-11(6H)-Ylidene-N,N-Dimethyl-, S-Oxid |
| 27. <i>n</i> -Hexadecan | 55. <i>gamma</i> -Nonalacton | 83. Chlorotrifluoromethan |
| 28. Fosfosal | 56. Decylacetat | 84. Boran, Diethyl(Decyloxy)- |

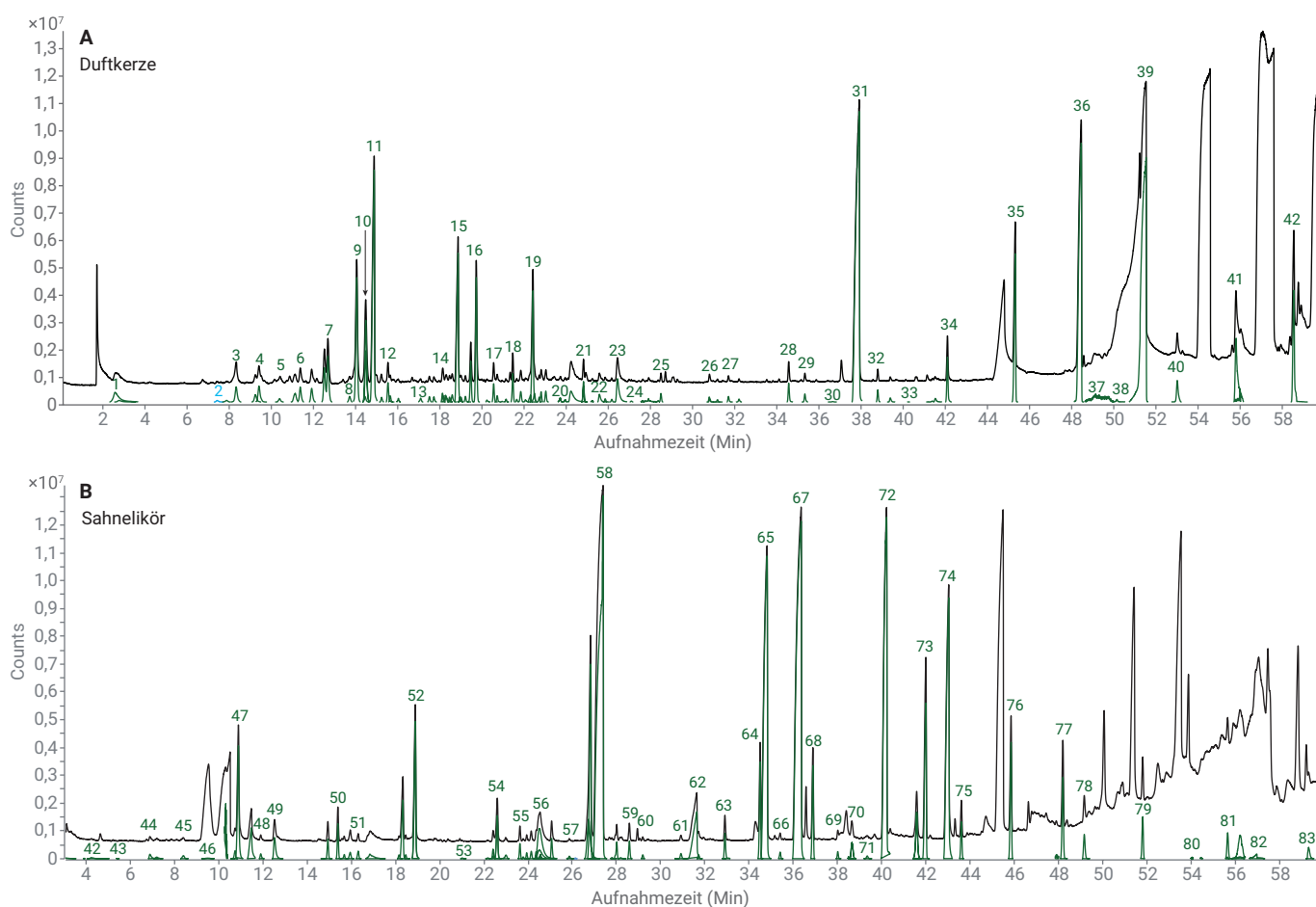


Abbildung 2: Duftkerzen- und Sahnelikör-Chromatogramme mit identifizierten Verbindungen und Totalionen-Chromatogramm.

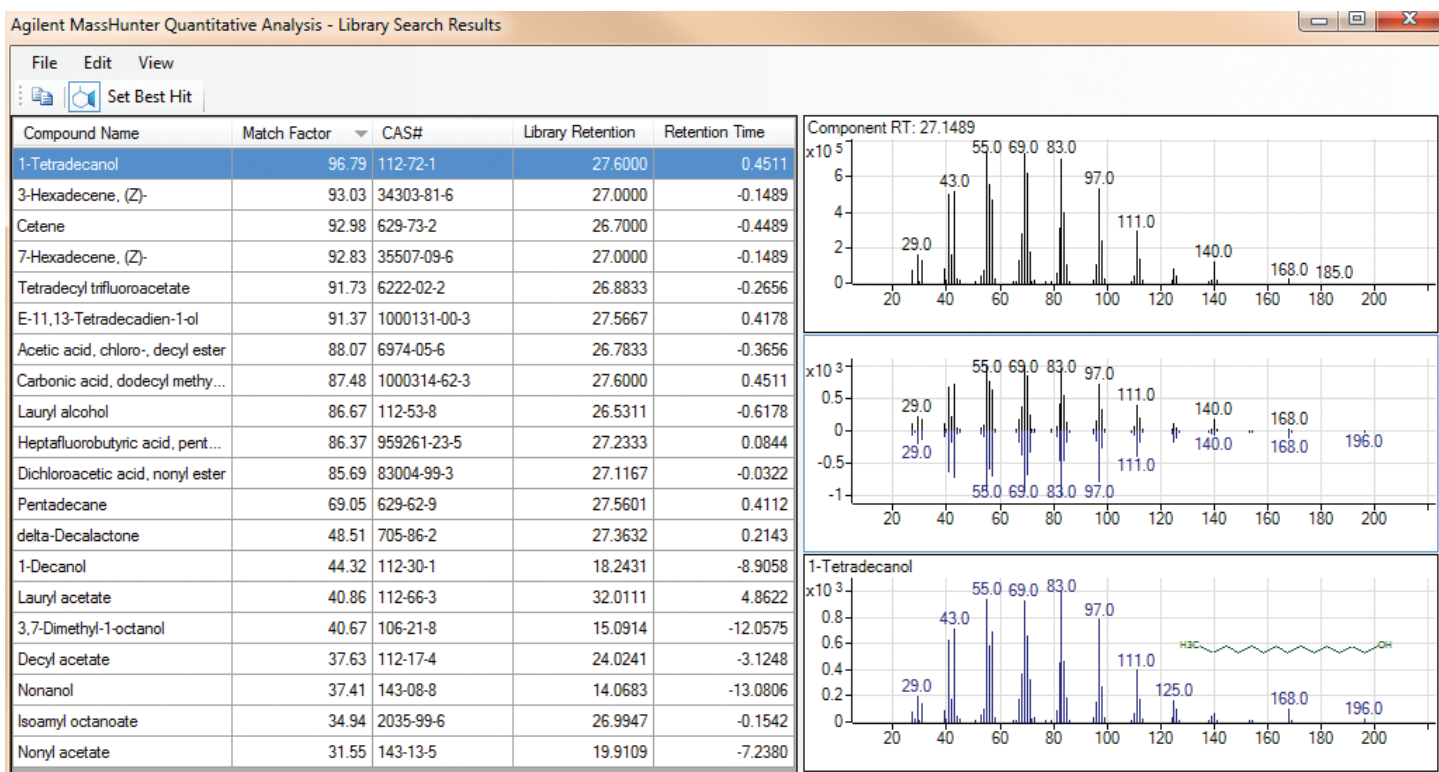


Abbildung 3: Die MassHunter Unknowns Analysis Software ermöglicht die Bewertung einer Alternative anhand des Übereinstimmungsfaktors und der Retentionszeit. Diese Informationen können nach dem Abgleichfaktor oder nach der Retentionszeitdifferenz zwischen der Retentionszeit der Komponente und der Retentionszeit der Bibliothek sortiert werden.

eugenol
4-allyl-1-hydroxy-2-methoxybenzene

Cosmetic Information:

CosIng: cosmetic data

denaturants
Cosmetic Uses: perfuming agents
tonic

stearyl alcohol
1-hydroxyoctadecane

Cosmetic Information:

CosIng: cosmetic data

emollients
emulsifying agents
emulsion stabilisers
foam boosting agents
Cosmetic Uses: masking agents
opacifying agents
refatting agents
surfactants
viscosity controlling agents

Abbildung 4: Informationen über Eugenol und Stearylalkohol aus dem Web, und der Hyperlink wurde verwendet, um eine MassHunter Unknown Analysis zu erstellen.

Components										
Compound Name	CAS#	Match Factor	Library File	Component RI	Delta RI	Library RI	Component RT	Delta RT	Library RT	
Linalol	78-70-6	83.9	flavor_RI_NoR...	1101	0	1101	11.8274	-0.0088	11.8186	
Isopulegol	59905-53-2	84.4	flavor_RI_NoR...	1146	-2	1144	13.0518	-0.0076	13.5842	
L-Menthone	14073-97-3	98.5	NIST17.L	1154	-6	1148	13.9649	-0.8293	13.1355	
Menthone	14073-97-3	95.8	flavor_RI_NoR...	1165	-1	1164	14.4009	-0.0446	14.3563	
L-Menthyl	2816-51-5	91.7	flavor_RI_NoR...	1188	-12	1173	15.2483	-0.5016	14.7467	
Cyclopentane, 1-butyl-2-propyl-	62199-50-2	94.6	NIST17.L	1192	27	1219	15.5049	0.5188	16.0237	
Methylsalicylate	119-30-8	98.0	flavor_RI_NoR...	1197	-3	1194	15.6796	-0.1025	15.5771	
4-Undecene, 5-methyl-, (Z)-	74630-69-6	92.7	NIST17.L	1204	-5	1199	15.9913	-0.7845	15.2068	
Cyclopentane, 1-butyl-2-propyl-	62199-50-2	91.4	NIST17.L	1213	6	1218	16.3570	-0.3339	16.0237	
Cyclopentane, 1-hexyl-3-methyl-	61142-68-5	92.9	NIST17.L	1226	-7	1219	16.8742	-0.8505	16.0237	
Squal(5)Shundecane	180-43-8	80.3	NIST17.L	1240	-6	1234	17.4660	-0.8190	16.6470	
1-Decanol	112-30-1	86.4	flavor_RI_NoR...	1272	0	1272	18.8128	-0.0031	18.8097	
trans-Anethole	4180-23-8	99.1	flavor_RI_NoR...	1288	-2	1285	19.4354	-0.0962	19.3392	
(-)-Neomenthylacetate	1000152-81-2	93.2	NIST17.L	1294	10	1304	19.7039	-0.1485	19.5553	

Abbildung 5: Analyse der Zahnpastaprobe. Einige Komponenten wurden von der Agilent Bibliothek identifiziert, andere von NIST17. In beiden Fällen berechnet das System die Retentionszeit anhand des Retentionsindex aus den Bibliotheken. Es gibt auch zwei Hyperlinks: Der Hyperlink für die CAS-Nummer führt zur NIST-Webseite, um chemische Informationen zu erhalten, und der Hyperlink für den Namen der Verbindung zur Website des Unternehmens Good Scents, um Informationen über organoleptische und kosmetische Eigenschaften, Lieferanten, Sicherheitsdatenblatt usw. abzurufen.

Components										
Compound Name	CAS#	Match Factor	Library File	Component RI	Delta RI	Library RI	Component RT	Delta RT	Library RT	
Lauryl alcohol	112-53-8	96.7	flavor_RI_NoR...	1477	-3	1474	27.1406	-0.1049	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	94.9	flavor_RI_NoR...	1575	-101	1474	31.0604	-4.0247	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	91.7	flavor_RI_NoR...	1429	45	1474	25.2327	1.8030	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	94.7	flavor_RI_NoR...	1752	-278	1474	37.3101	-10.2744	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	90.0	flavor_RI_NoR...	1533	-59	1474	29.3837	-2.3480	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	92.3	flavor_RI_NoR...	1488	-14	1474	27.5848	-0.5491	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	95.4	flavor_RI_NoR...	1686	-212	1474	35.0377	-8.0020	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	95.4	flavor_RI_NoR...	1383	92	1474	23.3611	3.6746	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	90.6	flavor_RI_NoR...	1638	-164	1474	33.3644	-6.3287	27.0357	
Lauryl alcohol	112-53-8	86.4	flavor_RI_NoR...	1528	-83	1474	29.1545	-2.1188	27.0357	

Abbildung 6: In dieser Tabelle wurde der Straffaktor für die Übereinstimmung der Retentionszeit deaktiviert, was dazu führte, dass Laurylalkohol 10-mal erkannt wurde, alle mit einem Übereinstimmungsfaktor über 84. Aber nur ein Vorkommen hat die niedrigere Delta-Retentionszeit und den höchsten Übereinstimmungsfaktor. Diese Funktion erleichterte die Identifizierung von Verbindungen. Wenn diese Funktion aktiviert war, wurde nur eine Verbindung in den Suchergebnissen angezeigt.

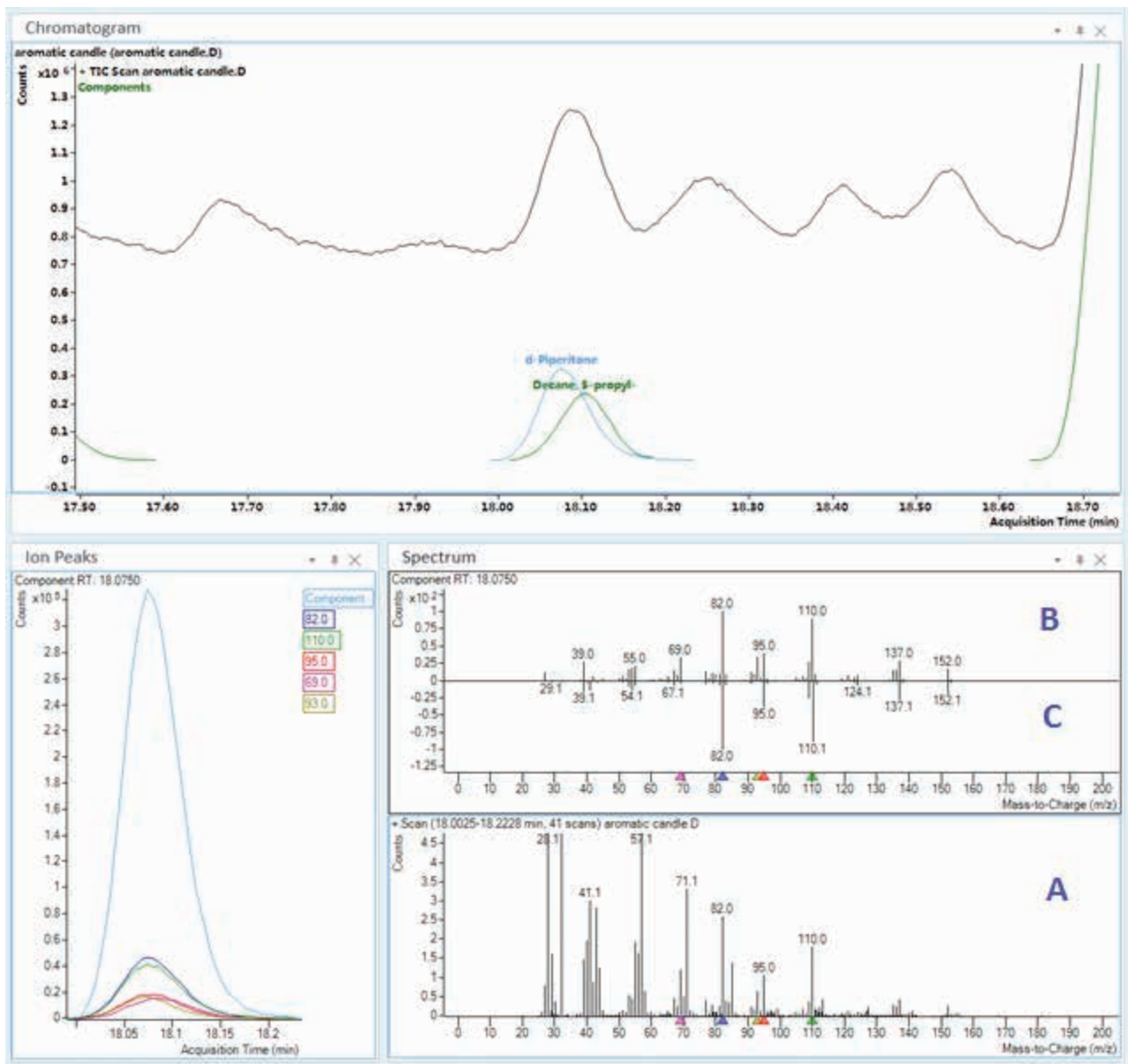


Abbildung 7: Die MassHunter Unknowns Analysis Software verwendet einen Dekonvolutionsalgorithmus, um zwei koeluerende Verbindungen zu trennen. Das nicht dekonvolvierte Spektrum (A), das dekonvolvierte Spektrum der Verbindung (B) und das Bibliotheksspektrum (C) werden im selben Fenster angezeigt, um die Datenauswertung zu erleichtern.

Schlussfolgerungen

Es wurde eine Methode zur Analyse von Aromastoffen und Duftstoffen in komplexen Matrizen ohne Probenvorbereitung entwickelt. Eine kleine Menge der Probe wurde in die Mikro-Probenflasche eingebracht und in die Einlassanschluss eingeführt. Das Verfahren kann für die Qualitätskontrollanalyse verwendet werden. Die Methode ist Retention Time Locking unter Verwendung von n-Hexadecan als Festschreibungsstandard. Eine Retentionsindex-Datenbank, die etwa 400 Verbindungen enthält, wurde von einer vorhandenen Methode modifiziert. Diese Datenbank kann verwendet werden, um Komponenten basierend auf ihrer absoluten Retentionszeit unter den festgeschriebenen Bedingungen zu identifizieren. Die Festschreibungsmethode garantiert zudem die Stabilität der Retentionszeit in Abhängigkeit von der Zeit, zwischen den Säulen und zwischen den Instrumenten.

Schließlich wird gezeigt, dass RIs für unter bestimmten Betriebsbedingungen gemessene Aromastoffe mit Hilfe der festgeschriebenen Retentionszeiten von n-Alkanen in festgeschriebene Retentionszeiten überführt werden können. Auf diese Weise können vorhandene Brechungsindex-Datenbanken in Datenbanken mit festgeschriebenen Retentionszeiten übersetzt werden.

Anhang

Abbildung 8 zeigt den Arbeitsablauf zum Erstellen von dekonvolvierten GC/MS-Bibliotheken mit LRI-Werten und zum Verarbeiten von Beispieldatendateien in der MassHunter Unknowns Analysis Software. Die vollständige Vorgehensweise finden Sie im Datenblatt von Agilent Technologies *Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data*, Publikationsnummer 5991-8221EN.

Literatur

1. Tabacchi, R.; Garnero, J. *Capillary Gas Chromatography in Essential Oil Analysis*; Sandra, P., Bicchi, C., Eds.; Huthig: Heidelberg, **1987**; 1–11.
2. Jennings, W.; Shibamoto, T. *Qualitative Analysis of Flavor and Fragrance Volatiles by Glass Capillary Gas Chromatography*; Academic Press: New York, **1980**.
3. Shibamoto, T. *Capillary Gas Chromatography in Essential Oil Analysis*; Sandra, P., Bicchi, C., Eds.; Huthig: Heidelberg, **1987**; 259–274.
4. Adams, R. P. *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography - Mass Spectroscopy*; Allured Publishing Corporation: IL, USA, **1995**.
5. Ping, X.; Menge, C.-K.; Zslewski, M. Building Agilent GC/MSD Deconvolution Reporting Libraries for Any Application, *Agilent Technologies Technical Overview*, publication number 5989-2249EN, **2005**.
6. David, F. et al. Analysis of Essential Oil Compounds Using Retention Time Locked Methods and Retention Time Databases, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5988-6530EN, **2002**.
7. Sandy, C.; Butler, I. Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data, *Agilent Technologies Data Sheet*, publication number 5991-8221EN, **2017**.
8. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. Retention Time Locking: Concepts and Applications, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5966-2469E, **1997**.

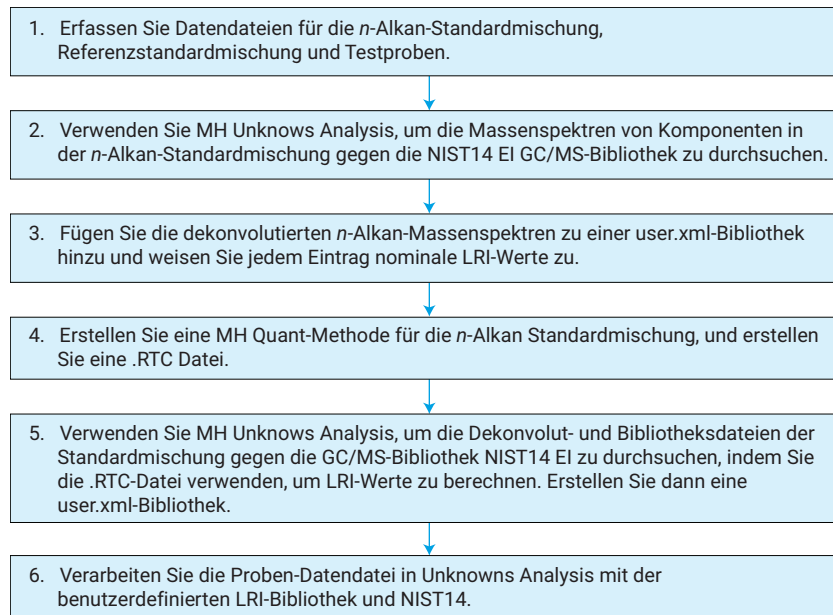


Abbildung 8: Arbeitsablauf zum Erstellen von dekonvolvierten GC/MS-Bibliotheken mit LRI-Werten.

Um qualitative Informationen über die Komponenten komplexer Aroma- und Duftstoffmischungen zu erhalten, können Anwenderbibliotheken in Kombination mit handelsüblichen GC/MS-Bibliotheken (z. B. NIST17) durchsucht werden. Der Einsatz von Retention Time Locking oder linearen Brechungsindizes kann das Vertrauen in die Identifizierung von Analyten verbessern, indem er Fehlalarme reduziert. Die massenspektrale Dekonvolution liefert qualitativ hochwertigere Massenspektren von eng eluierenden/überlappenden Komponenten bei der Suche in GC/MS-Bibliotheken.

Um weitere Informationen über eine ausgewählte Verbindung zu erhalten, kann in der MassHunter Unknowns Analysis Software ein Hyperlink erstellt werden.

1. Öffnen Sie die Datei *QuantAnalysis.exe.config* unter dem folgenden Pfad:
ProgramFiles\Agilent\MassHunter\Workstation\Quant\bin und bearbeiten Sie den Link zur gewünschten URL. Diese Datei ist standardmäßig schreibgeschützt, daher müssen Sie diese Funktion deaktivieren.
2. Öffnen Sie die Datei, und suchen Sie die folgende Zeile:
<add key="Column.CASNumber.Action" value="URL:http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID={0}"/>.
3. Fügen Sie die nächste Zeile hinzu, um den neuen Hyperlink in MassHunter für den Namen der Verbindung zu erstellen
<add key="Column.CompoundName.Action" value="URL:http://www.thegoodscentscompany.com/search3.php?qName={0}"/>.
4. Speichern Sie die Datei.
5. Starten Sie die MassHunter Unknowns Analysis Software. Jetzt haben Sie im Feld für den Namen der Verbindung einen neuen Hyperlink, der sich mit dem Web verbindet, um organoleptische und kosmetische Informationen, Datenblätter usw. abzurufen (Abbildungen 9 und 10).

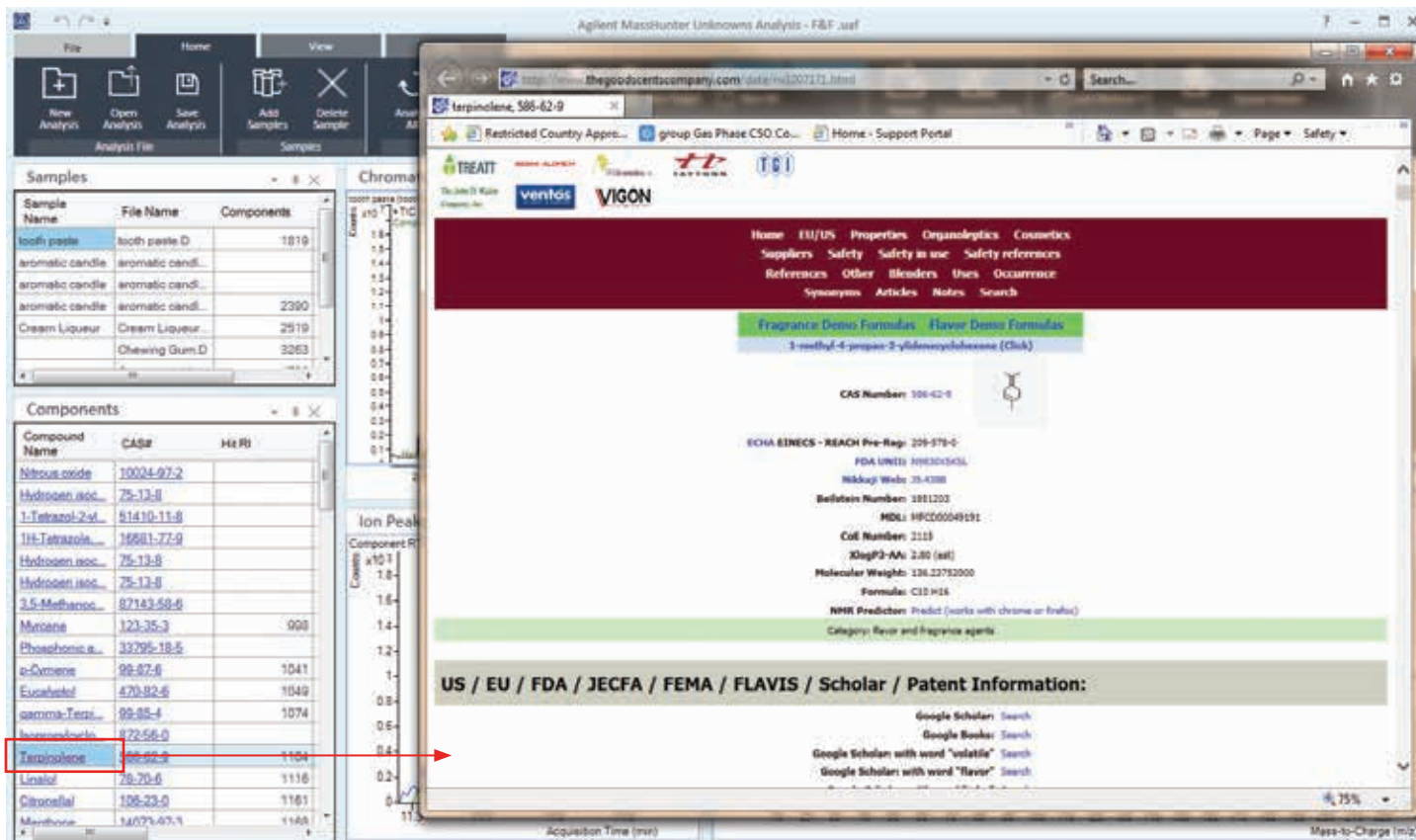


Abbildung 9: Hyperlink, der den Namen einer Verbindung mit einer Website verbindet, in der MassHunter Unknowns Analysis Software.

[Home](#)
[EU/US](#)
[Properties](#)
[Organoleptics](#)
[Cosmetics](#)
[Suppliers](#)
[Safety](#)
[Safety in use](#)
[Safety references](#)
[References](#)
[Other](#)
[Blenders](#)
[Uses](#)
[Occurrence](#)
[Synonyms](#)
[Articles](#)
[Notes](#)
[Search](#)

[Fragrance Demo Formulas](#)
[Flavor Demo Formulas](#)

[1-methyl-4-propan-2-ylidenecyclohexene \(Click\)](#)

CAS Number: 586-62-9



ECHA EINECS - REACH Pre-Reg: 209-578-0

FDA UNII: N9830X5KSL

Nikkaji Web: J9.438B

Beilstein Number: 1851203

MDL: MFCD00049191

CoE Number: 2115

XlogP3-AA: 2.80 (est)

Molecular Weight: 136.23752000

Formula: C10 H16

NMR Predictor: [Predict \(works with chrome or firefox\)](#)

Category: flavor and fragrance agents

FDA Regulation:

FDA PART 172 -- FOOD ADDITIVES PERMITTED FOR DIRECT ADDITION TO FOOD FOR HUMAN CONSUMPTION
 Subpart F--Flavoring Agents and Related Substances
 Sec. 172.515 Synthetic flavoring substances and adjuvants.

Physical Properties:

Appearance: colorless clear liquid (est)

Assay: 95.00 to 100.00 %

Food Chemicals Codex Listed: No

Specific Gravity: 0.88000 to 0.89000 @ 25.00 °C.

Pounds per Gallon - (est): 7.322 to 7.406

Refractive Index: 1.46000 to 1.46400 @ 20.00 °C.

Boiling Point: 183.00 to 185.00 °C. @ 760.00 mm Hg

Vapor Pressure: 1.126000 mm/Hg @ 25.00 °C. (est)

Vapor Density: 4.7 (Air = 1)

Flash Point: 148.00 °F. TCC (64.44 °C.)

logP (o/w): 4.470

Shelf Life: 24.00 month(s) or longer if stored properly.

Storage: store in cool, dry place in tightly sealed containers, protected from heat and light

Soluble in:

alcohol

water, 9.5 mg/L @ 23C (exp)

Stability:

alcoholic fine fragrance, fair

antiperspirant, good

deodorant stick

fabric softener, good

hard surface cleaner

liquid detergent, good

perborate powder detergent, poor

shampoo

soap, good

Abbildung 10: Beispiel für Informationen zu einer Verbindung von einer zugehörigen Website (<http://www.thegoodscentscompany.com>).

www.agilent.com/chem

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Gedruckt in den USA, 11. April 2019
5994-0546DEE

