

Mapas de distribución de aromas y fragancias en matrices complejas utilizando índices de retención lineal sin preparación de muestras

Autor

Eleazar Rojas Santiago
Agilent Technologies, Inc.

Resumen

La presente nota de aplicación describe un método para el análisis de compuestos de aromas y fragancias. El método utiliza la cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS) con retroflujo y una sonda de separación térmica a flujo constante por medio de un sistema GC Agilent 9000 Intuvo y un GC/MSD de fuente de alta eficiencia Agilent 5977B. Se analizaron compuestos de aromas y fragancias en matrices complejas como jabón, velas perfumadas, pasta de dientes, loción corporal y suavizante de ropa sin preparación de muestras. Las muestras se introdujeron en el sistema GC/MSD utilizando la sonda de separación térmica. La identificación se realizó utilizando espectros de masas deconvolucionados e incorporando resultados de índice de retención lineal. Además, se creó un hipervínculo para conectar el nombre del compuesto con una página web de fragancias y aromas para obtener información organoléptica y cosmética.

Introducción

La sonda de separación térmica (TSP) de Agilent es ideal para realizar análisis de GC/MS rápida de un amplio abanico de muestras líquidas y sólidas sucias para aplicaciones de análisis alimentario, forense y medioambiental. La sonda de separación térmica presenta las siguientes ventajas:

- La preparación de muestras es mínima o innecesaria.
- Mayor flexibilidad con menos riesgo que las tradicionales sondas de muestras directas.
- Bajo riesgo de contaminación o reducción del rendimiento, típicamente asociado con las tradicionales sondas de muestras directas.
- La introducción de la muestra se puede controlar ajustando las relaciones de flujo de split, lo que elimina la posibilidad de sobrecarga o contaminación del detector.
- Programación de temperatura en el inyector y en la columna GC para una mejor identificación de muestras multicomponente, lo que no es posible con las sondas de muestras directas tradicionales.
- Existen dos maneras de utilizar la TSP con los sistemas GC/MS: separando las muestras complejas con una columna analítica más larga, o bien transfiriendo la muestra limpia al sistema MS con una columna capilar desactivada corta.

El sistema GC/MS se lleva usando muchos años para el análisis de compuestos de fragancias y aromas.¹ El sistema GC/MS es probablemente la técnica más potente, y están disponibles bibliotecas de espectros de masas ampliadas, pero no permite una completa identificación. En el control de calidad de aromas y fragancias, el sistema GC/MS con índices de retención (IR) se sigue usando con frecuencia como técnica complementaria al sistema GC/MS. Existen varias bibliotecas con IR disponibles para muchos compuestos de aromas y fragancias²⁻⁴. Los IR dependen menos de los parámetros de funcionamiento que los tiempos de retención absolutos, pero siguen

dependiendo significativamente del tipo de columna (fase estacionaria y proveedor), del programa de temperatura y, en menor medida, de la velocidad del gas portador. En consecuencia, a veces es difícil reproducir los IR publicados en laboratorios distintos. La mayoría de las empresas del sector de los aromas y las fragancias utiliza métodos propios basados en el uso histórico de columnas y condiciones.

El software MassHunter Unknowns Analysis de Agilent utiliza un proceso de deconvolución que ayuda a identificar los compuestos incluso si están ocultos debajo de compuestos de matriz coeluyentes.

El proceso de deconvolución está automatizado y precisa aproximadamente de 1 a 2 minutos para realizar un cromatograma de iones totales (TIC). El proceso no solo permite a los analistas obtener resultados fiables y reproducibles rápidamente, sino que también minimiza los falsos positivos y los falsos negativos⁵.

Debido a que muchos datos de retención ya están disponibles como IR, también se evaluó si estos datos podrían transferirse a tiempos de retención absolutos que coincidan con los tiempos de retención bloqueados. Se demostró que los IR de las bibliotecas de índices de retención existentes se pueden recalcular como tiempos de retención absolutos que coinciden con los datos experimentales. En este estudio, se utilizaron dos bibliotecas con IR: NIST 2017, y la biblioteca de congelación de tiempos de retención (RTL) de aromas y fragancias de Agilent⁶.

Innovaciones en el sistema GC Agilent 9000 Intuvo:

- Un sistema de calentamiento directo, que es más rápido, que usa la mitad de energía y ocupa la mitad de espacio que un horno convencional con baño de aire.
- Las conexiones directas sin férula con una ruta de flujo plug-and-play eliminan una fuente importante de complejidad y fugas.
- El exclusivo Intuvo Guard Chip desechable elimina la necesidad de cortar las columnas.

Experimento

Los análisis se realizaron en un sistema GC Agilent 9000 Intuvo equipado con un inyector multimodo (MMI) y una columna de retroflujo posterior. El MMI se ajustó a 60 °C para introducir la TSP a baja temperatura, evitando así la pérdida de componentes ligeros antes de que se produzca la inyección real. Después de introducir la TSP, la temperatura del MMI se incrementó de 280 °C a 600 °C/min. La separación se realizó en una columna Agilent HP-5ms J&W, 30 m × 0,25 mm de diámetro interno, columna de 0,25 µm (β = 250) (ref. 19091S-433-INT). Se utilizó helio a aproximadamente 65 kPa (9,43 psi) a flujo constante como gas portador. En la Tabla 1 se resumen las condiciones analíticas.

Tabla 1. Condiciones analíticas de GC/MS.

Parámetro	Descripción
Columna	HP-5MS, 30 m × 0,25 mm id, 0,25 µm (ref. 19091S-433-INT)
Inyección	MMI, relación de split 100:1, 0,2 minutos a 40 °C, después de 900 °C/min a 300 °C
Gas portador	Helio (13,4 psi), flujo constante
RTL	Se ajusta el flujo a 1,46 ml/min para proporcionar un tiempo de retención de 32,000 minutos para <i>n</i> -hexadecano
Programa del horno	De 60 a 240 °C a 3 °C/min (60 minutos de tiempo de análisis)
Guard Chip	Intuvo, inyector multimodo
Programa de temperatura	Seguimiento temperatura del Horno
Detección	MSD XTR 6 mm en modo de barrido (de 40 a 400 amu) retardo del disolvente: 0 minutos línea de transferencia: 300 °C

Se inyectó una mezcla de alcanos de C₆ a C₄₄ usando las condiciones descritas en la Tabla 2 para generar el fichero de tiempos de retención de calibración (TRC), y el software MassHunter se utilizó para analizar el fichero y calcular los tiempos de retención de la biblioteca.

Los datos se procesaron con el software MassHunter Unknowns Analysis, utilizando un proceso de deconvolución y los IR de dos bibliotecas. El software calcula el tiempo de retención de la biblioteca utilizando el fichero TRC y el IR de las diferentes bibliotecas, y calcula la diferencia entre el tiempo de retención de la biblioteca y el tiempo de retención real. Al aplicar el filtro de tiempo de retención y el factor de coincidencia mínimo, fue posible eliminar la identificación incorrecta.

Transformación de los IR

El índice de retención lineal (IRL) requiere que se analice una mezcla de n-alcanos en el rango de elución de los analitos de interés. A cada n-alcano se le asigna un valor de IRL basado en el número de átomos de carbono multiplicado por 100. Por ejemplo, al octano (n-C₈) se le asigna un IRL de 800, al nonano (n-C₉) se le asigna un IRL de 900, al decano (n-C₁₀) se le asigna un valor de IRL de 1.000, y así sucesivamente. El IRL de un analito dado se calculó de acuerdo con el lugar donde se eluye en relación con los n-alcanos que eluyeron inmediatamente antes y después del analito.

Tabla 2. Parámetros del método del software MassHunter Unknowns Analysis.

Parámetro	Descripción
Factor de tamaño de la ventana de TR	25, 50, 100, 200
Umbral de relación señal-ruido del filtro de pico	5
Factor de coincidencia (penalización de TR)	Habilitar Trapezoidal Rango de TR: 60 segundos Rango de TR libre de penalización: 30 segundos
Factor de coincidencia mínimo	75
Tipo de la búsqueda en biblioteca	Búsqueda espectral

Para un sistema GC programado por temperatura, el IRL se calcula mediante la siguiente ecuación:

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

donde:

I = índice de retención lineal

n = Número de átomos de carbono en el n-alcano que se eluyen inmediatamente antes del analito

N = Número de átomos de carbono en el n-alcano que se eluyen inmediatamente después del analito

t_r = Tiempo de retención

A partir del índice de retención, el tiempo de retención absoluto se calculó utilizando los tiempos de retención de n-alcanos como compuestos de referencia.

Estos tiempos de retención absolutos no son los tiempos de retención originales utilizados para el cálculo del índice de retención, sino valores calculados. Esto significa que los tiempos de retención se pueden calcular a partir de los IR presentes en una base de datos existente utilizando los tiempos de retención bloqueados para n-alcanos si las dimensiones de la columna y el programa de temperatura son los mismos⁷.

En este estudio se analizaron varias muestras sin preparación. Solo se introdujeron unos pocos miligramos en el microvial (volumen del vial de 40 µl). Se eligieron las muestras seleccionadas por a sus propiedades organolépticas, y porque no era posible inyectar directamente en el puerto GC usando una jeringa debido a la matriz compleja.

Resultados y comentarios

Las Figuras 1 y 2 muestran cromatogramas con compuestos identificados y TIC de pasta de dientes, suavizante de ropa, velas perfumadas y muestras de licores de crema. La Figura 3 muestra los resultados de búsqueda de la biblioteca del software MassHunter Unknowns Analysis. Además, podemos usar la información de Internet para averiguar si el compuesto identificado tiene una relación con la industria de aromas y fragancias (ver Figura 4). El mensaje *Lo sentimos, la búsqueda: «Docosil octil éter» devolvió cero resultados.* significa que este compuesto no tiene relación con los ingredientes de aroma o fragancia.

- 1,2. Isocianato de hidrógeno
3. 3,5-metanociclopentapirazol, 3,3a,4,5,6,6a-hexahidro-3a,4,4-trimetil-
4. Ácido fosfónico, (*p*-hidroxifenil)-
5. Eucaliptol
6. *gamma*-terpinene
7. Linalol
8. Mentona
9. Ciclopenteno, 1-isopropil-4,5-dimetil-
10. 1-deceno
11. 1-decanol
12. Anetol
13. Eugenol
14. 7-Tetradeceno, (Z)-
15. 1-Undecanol, acetato
16. Isocianato de hidrógeno
17. Tetradecano, 1-cloro-
18. Alcohol laurílico
19. Pentadecano
20. *n*-pentadecanol
21. 1-nonadeceno
22. Acetato de laurilo
23. 1-Octadecanol
24. Ácido sulfuroso, butil undecil éster
25. 1-docoseno
26. Ácido carbónico, hexadecil prop-1-en-2-il éster
27. *n*-octadecano
28. Ácido metoxiacético, octadecil éster
29. 1-formiato de henecosilo
30. 1-hexacosano
31. Ácido carbónico, eicosil prop-1-en-2-il éster
32. *n*-eicosano
33. Disulfuro, di-*tert*-dodecil
34. 3,5,5-trimetilhexil etilfosfonofluoridato
35. Docosil octil éter
36. 2-etiltiolano, S,S-dióxido
37. -[2,3-dihidro-4-hidroxi-2-(2-hidroxiisopropil)benzofurano-7-ilo]cromona
38. *n*-tetracosano
39. Butil triacontil éter
40. Borano, dietil(deciloxi)-
41. Ácido aminometanosulfónico
42. 2-metilbutirato de etilo
43. Benzaldehído
44. 3,7-dimetil-1-octanol
45. Octano, 4-cloro-
46. 1-decanol
47. Ciclopropano, octil-
48. 1-dodeceno
49. *gamma*-nonalactona
50. 1-Tetradeceno
51. Acetato de decilo
52. 1H-bencimidazol-2-carboxaldehído
53. 2',4'-dihidroxiopropiofenona
54. Alcohol laurílico
55. Pentadecano
56. 1-decanol, 2-hexil-
57. 1-hexadecanol
58. *n*-hexadecano
59. Dodecil heptil éter
60. Isobutil hexadecil éter
61. 10-Heneicoseno (c,t)
62. Ácido oxálico, alil tridecil éster
63. Dodecil nonil éter
64. Ácido tricloroacético, pentadecil éster
65. 1-tricoseno
66. Nonil tetradecil éter
67. Alcohol behénico
68. Ácido carbónico, eicosil vinilo éster
69. Silano, triclorodocosil-
70. *n*-tetracosanol-1
71. *n*-eicosano
72. Ácido oxálico, ciclobutil octadecil éster
73. Docosil pentil éter
74. Isobutil tetracosil éter
75. Eicosil octil éter
76. Trifluoroacetato de octacosilo
77. Hexacosil pentil éter

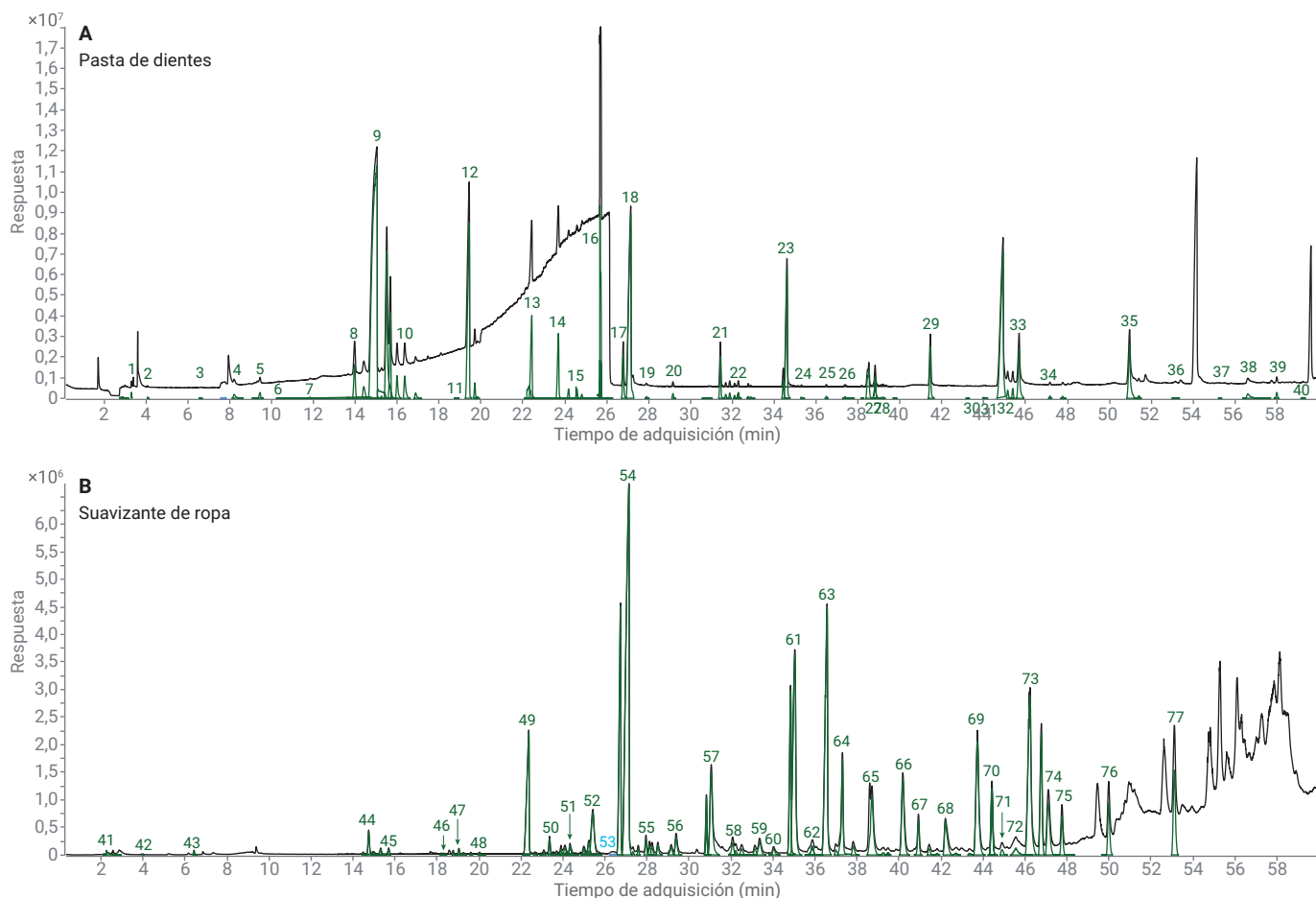


Figura 1. Cromatogramas de pasta de dientes y suavizante de ropa que muestran los compuestos identificados y el TIC.

1. Óxido nitroso
2. Isotiocianato de benzoilo
3. 2,3-heptadieno-5-ino, 2,4-dimetil-
4. Ciclohexano, 1-butenilideno
5. *p*-cresol
6. Metilo-1-silabenzociclobuteno
7. Metilo-1-silabenzociclobuteno
8. Citronela
9. Mentona
10. L-mentol
11. L-mentol
12. *alfa*-terpineol
13. Ciclopentano, 1-metilo-1-(2-metilo-2-propenil)-
14. d-piperitona
15. Benzofurano, 2-metil-
16. Acetato de metilo; acetato de d,L-metil-2- (metiletilo) ciclohexilo
17. 2,4-octadieno, 7,7-dimetil-
18. Tridecano
19. Eugenol
20. *n*-tetradecano
21. *beta*-cariofileno
22. 1H-benzimidazol-2-carboxialdehído
23. 3,4-dihidroxiopropiofenona
24. 1-hidroxi-7-hidroxiimetilindano, éster de sulfito cíclico
25. Ácido propanoico, 2-metil-3- [4-*t*-butil] fenil-
26. Salicilato de isoamilo
27. *n*-hexadecano
28. Fosfosal
29. Heneicosano
30. 1-fenil-2-(4-metilfenil)-diazén 1-óxido
31. Benzoato de bencilo
32. *n*-octadecano
33. Ácido 2-metilbenoico, éster 2-formil-4,6-diclorofenilico
34. Pentacosano
35. *n*-eicosano
36. Ácido sulfuroso, octadecil pentil éster
37. Ácido sulfuroso, 2-etilhexil hexadecil éster
38. Borano, dietil(deciloxi)-
39. Hentriacontano
40. Dotriacontano
41. Tetracosano, 11-decil-
42. Pentatriacontano
43. Ácido arsenioso, *tris*(trimetilsilil) éster
44. Bromuro de cianógeno
45. 1,2-propadieno-1,3-diona
46. 2,3,5-trimetilpirazina
47. 2-Propinenitrilo, 3-fluoro-
48. 1-hexeno, 3,5-dimetil-
49. Nonanal
50. 1-pirrolina, 3-etil-
51. 3,7-dimetil-1-octanol
52. 1-deceno
53. 1-decanol
54. 2-Propenal, 2-metilo-3-fenil-
55. *gamma*-nonalactona
56. Acetato de decilo
57. Vainillina, éter isopropílico
58. Acetato cinámico
59. 1-tetradecanol
60. Etanol, 2- (dodeciloxi)-
61. *n*-pentadecanol
62. 1-hexadecanol
63. Ácido pentadecanoico
64. Octadecano, 1-isocianato
65. Hexadecano, 1,16-dicloro-
66. 10-Heneicoseno (c,t)
67. Ácido carbónico, pentadecyl prop-1-en-2-il éster
68. Dodecil nonil éter
69. Dodecil nonil éter
70. 1-eicosanol
71. Etanol, 2- (octadeciloxi)-
72. Ácido metoxiacético, octadecil éster
73. Octadecano, 1-isocianato
74. 1-propanamina, 3-dibenzo[b,e]tiepin-11 (6H)-iliden-N,N-dimetil, S-óxido
75. Hexadecil nonil éter
76. 1-hexacosano
77. Docosil pentil éter
78. 1-propanamina, 3-dibenzo[b,e]tiepin-11 (6H)-iliden-N,N-dimetil, S-óxido
79. Ácido carbónico, decil hexadecil éster
80. Docosil octil éter
81. 5H-tetrazol-5-amina
82. 1-propanamina, 3-dibenzo[b,e]tiepin-11 (6H)-iliden-N,N-dimetil, S-óxido
83. Clorotrifluorometano
84. Borano, dietil(deciloxi)-

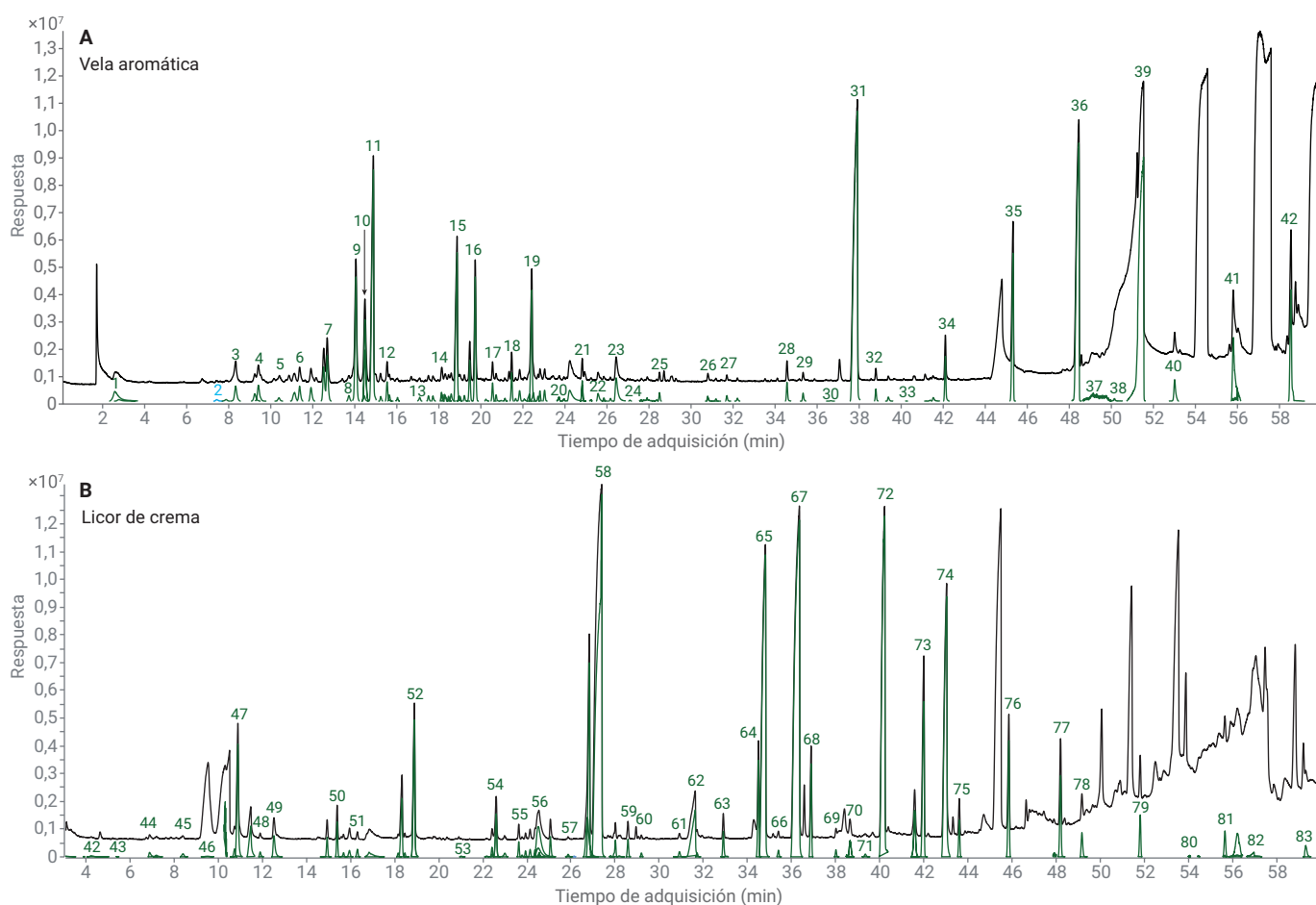


Figura 2. Cromatogramas de velas perfumadas y licores de crema que muestran los compuestos identificados y el TIC.

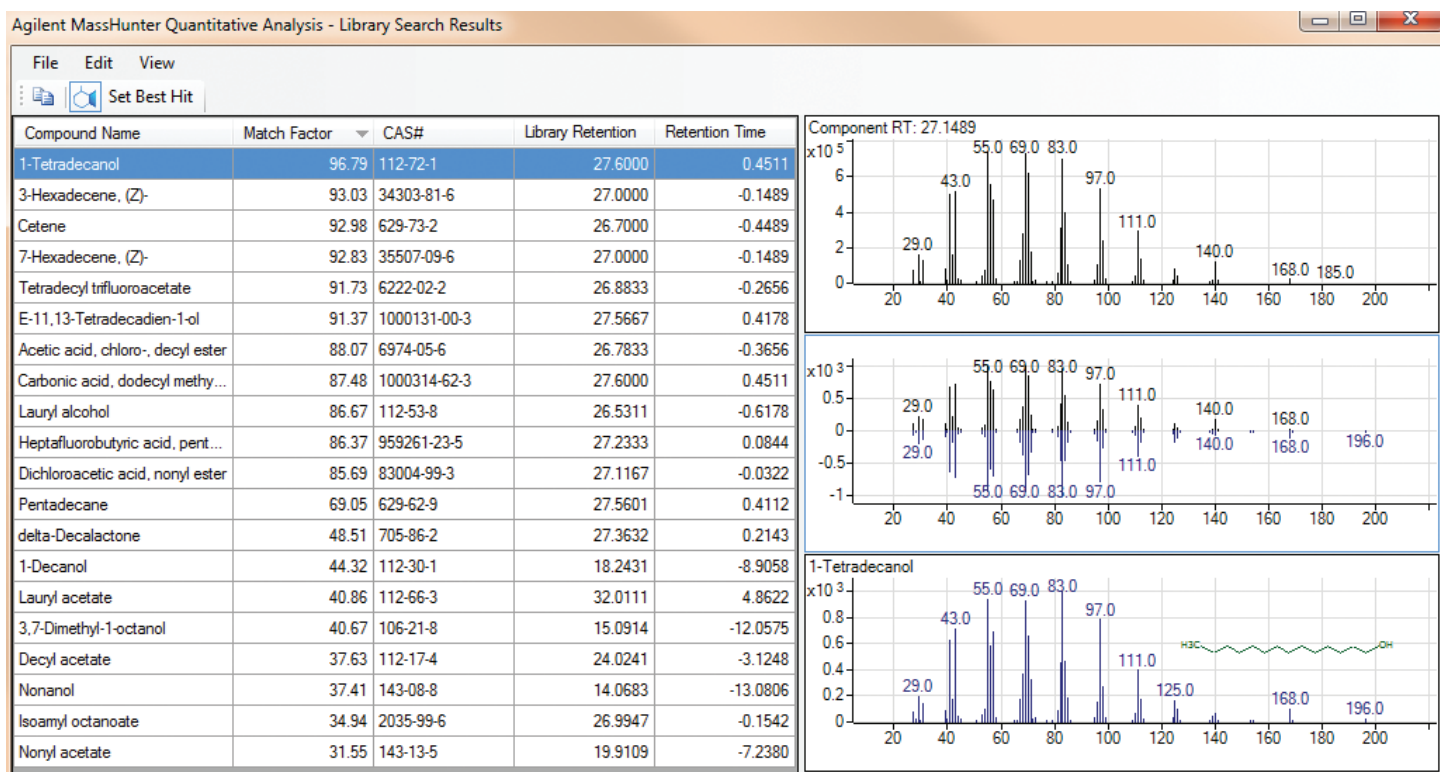


Figura 3. El software MassHunter Unknowns Analysis permite evaluar una alternativa utilizando el factor de coincidencia y el tiempo de retención. Esta información se puede ordenar por factor de coincidencia o por diferencia entre el tiempo de retención del componente y el de la biblioteca.

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

Figura 4. En Internet se obtuvo la información sobre el eugenol y el alcohol estearílico, y el hipervínculo se utilizó para crear un análisis de especies desconocidas con el software MassHunter Unknowns Analysis.

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-Menthol	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	0.5180	16.0237	
Methylsalicylate	119-30-8	99.0	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	

Figura 5. Análisis de la muestra de pasta de dientes. Algunos componentes fueron identificados con la biblioteca de Agilent y otros, con NIST17. En ambos casos, el sistema calcula el tiempo de retención utilizando el índice de retención de las bibliotecas. Además, hay dos hipervínculos: el hipervínculo para el número CAS va a la página web del NIST para obtener información química, y el hipervínculo para el nombre del compuesto va a la página web de la compañía Good Scents para obtener información sobre propiedades organolépticas y cosméticas, proveedores, ficha de datos de seguridad, etc.

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	-53	1474	29.1545	-2.1188	27.0357	

Figura 6. En esta tabla, se deshabilitó la penalización por coincidencia de TR, por lo que el alcohol laurílico se detectó 10 veces, todas con un factor de coincidencia superior a 84. Pero solo una tiene el TR delta más bajo y el factor de coincidencia más alto. Esta característica facilitó la identificación de compuestos. Cuando se habilitó esta función, solo apareció un compuesto en los resultados de la búsqueda.

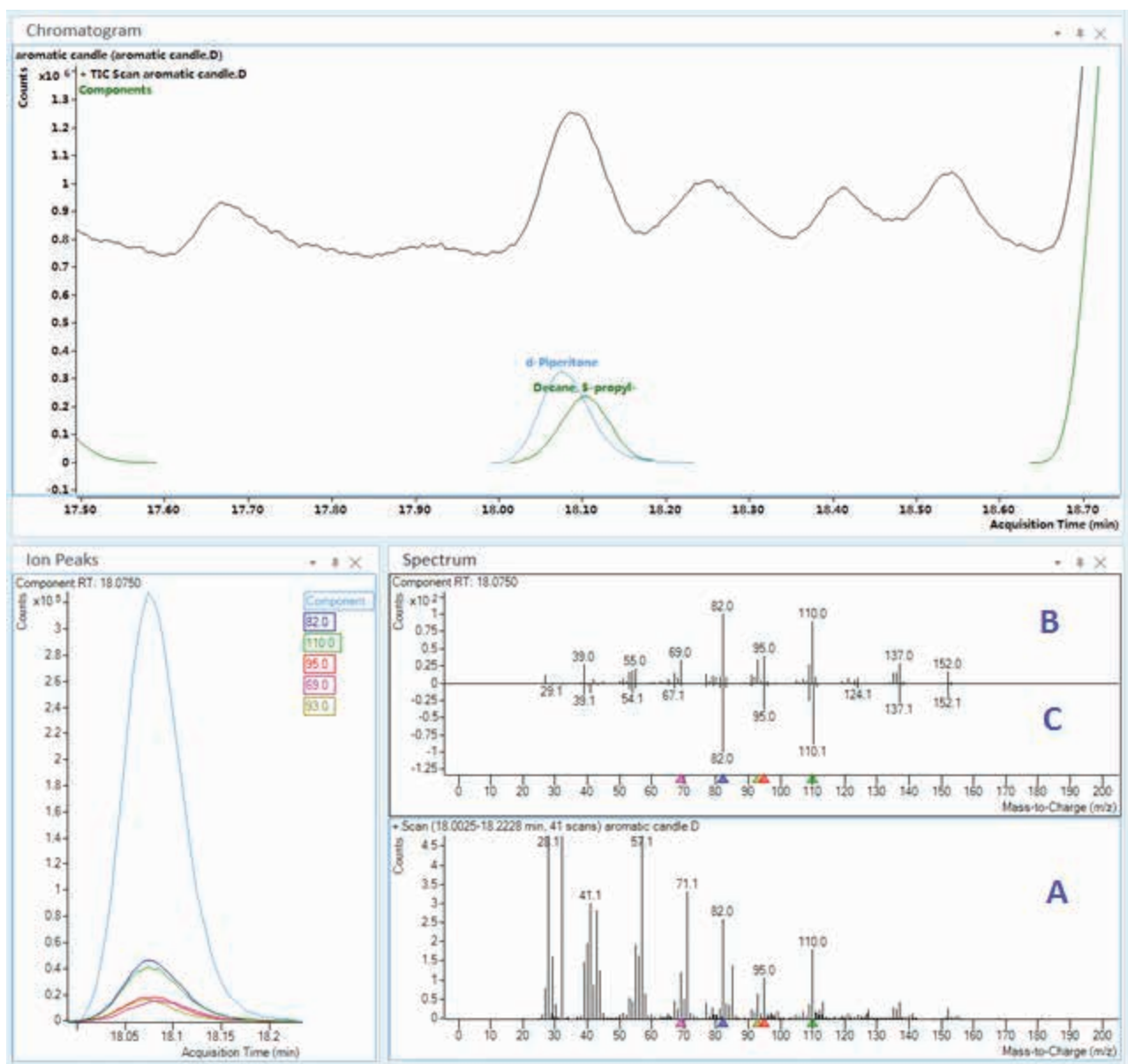


Figura 7. El software MassHunter Unknowns Analysis utiliza un algoritmo de deconvolución para separar dos compuestos coeluyentes. El espectro deconvolucionado (A), el espectro deconvolucionado de compuestos (B) y el espectro de la biblioteca (C) se muestran en la misma ventana para facilitar la revisión de datos.

Conclusiones

Se ha desarrollado un método para analizar aromas y fragancias en matrices complejas sin preparación de muestras. Se depositó una pequeña cantidad de muestra en el microvial y se insertó en el puerto de entrada. El método puede usarse para el análisis de control de calidad. El método congela los tiempos de retención utilizando n-hexadecano como patrón de bloqueo. Se modificó una base de datos de índices de retención, que contiene aproximadamente 400 compuestos, a partir de un método existente. Esta base de datos se puede utilizar para identificar componentes en función de su tiempo de retención absoluto en las condiciones congeladas. El método congelado también garantiza la estabilidad del tiempo de retención en función del tiempo, entre columnas y entre instrumentos.

Finalmente, se ha demostrado que los IR para los compuestos aromáticos medidos en condiciones operativas específicas pueden transferirse a los tiempos de retención congelados utilizando los tiempos de retención congelados de los n-alcanos. Por lo tanto, las bases de datos del IR existentes se pueden convertir en bases de datos de tiempos de retención congelados.

Apéndice

La Figura 8 muestra el flujo de trabajo para crear bibliotecas GC/MS deconvolucionadas con valores de IRL y procesar archivos de datos de muestra en el software MassHunter Unknowns Analysis. El procedimiento completo se puede encontrar en la ficha técnica de Agilent Technologies *Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data*, con número de publicación 5991-8221EN.

Referencias

1. Tabacchi, R.; Garner, 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, *Resumen técnico de Agilent Technologies*, número de publicación 5989-2249EN, **2005**.
6. David, F. y cols. Analysis of Essential Oil Compounds Using Retention Time Locked Methods and Retention Time Databases, *nota de aplicación de Agilent Technologies*, número de publicación 5988-6530EN, **2002**.
7. Sandy, C.; Butler, I. Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data, *ficha técnica de Agilent Technologies*, número de publicación 5991-8221EN, **2017**.
8. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. Retention Time Locking: Concepts and Applications, *nota de aplicación de Agilent Technologies*, número de publicación 5966-2469E, **1997**.

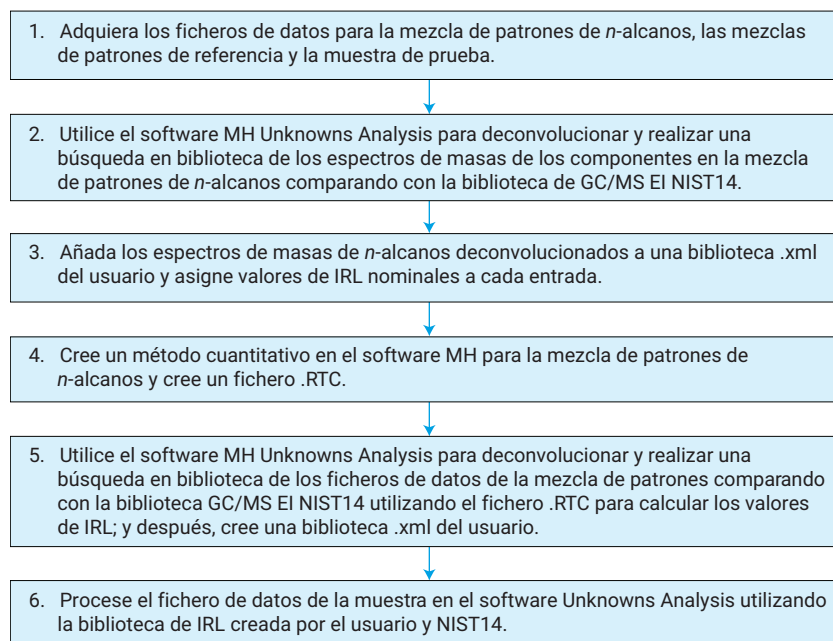


Figura 8. Flujo de trabajo para crear bibliotecas GC/MS deconvolucionadas con valores de IRL.

Para proporcionar información cualitativa sobre los componentes de mezclas complejas de aromas y fragancias, se puede buscar en bibliotecas de usuarios y en bibliotecas GC/MS disponibles comercialmente (como NIST17). La implantación de la congelación de tiempos de retención o de IR lineales puede mejorar la confianza en la identificación de los analitos al reducir los falsos positivos. La deconvolución espectral de masas proporciona espectros de masas de mejor calidad de los componentes que eluyen muy próximos o que se solapan cuando se buscan en bibliotecas GC/MS.

Para obtener más información sobre un compuesto seleccionado, se puede crear un hipervínculo en el software MassHunter Unknowns Analysis.

1. Abra el fichero de configuración *QuantAnalysis.exe* en la ruta: *ProgramFiles\Agilent\MassHunter\Workstation\Quant\bin* y edite el enlace con la URL que quiera. Este fichero es de solo lectura de forma predeterminada, por lo que debe desactivar esta función.
2. Abra el fichero y busque la línea:
`<add key="Column.CASNumber.
Action" value="URL:http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID={0}"/>`
3. Añada la línea siguiente para crear el nuevo hipervínculo en el software MassHunter para el nombre del compuesto
`<add key="Column.CompoundName.
Action" value="URL:http://www.thegoodscentscompany.com/search3.php?qName={0}"/>`
4. Guarde el fichero.
5. Inicie el software MassHunter Unknowns Analysis. Ahora tiene un nuevo hipervínculo en el campo de nombre del compuesto que se conecta con la página Web para obtener información organoléptica y cosmética, ficha técnica, etc. (Figuras 9 y 10).

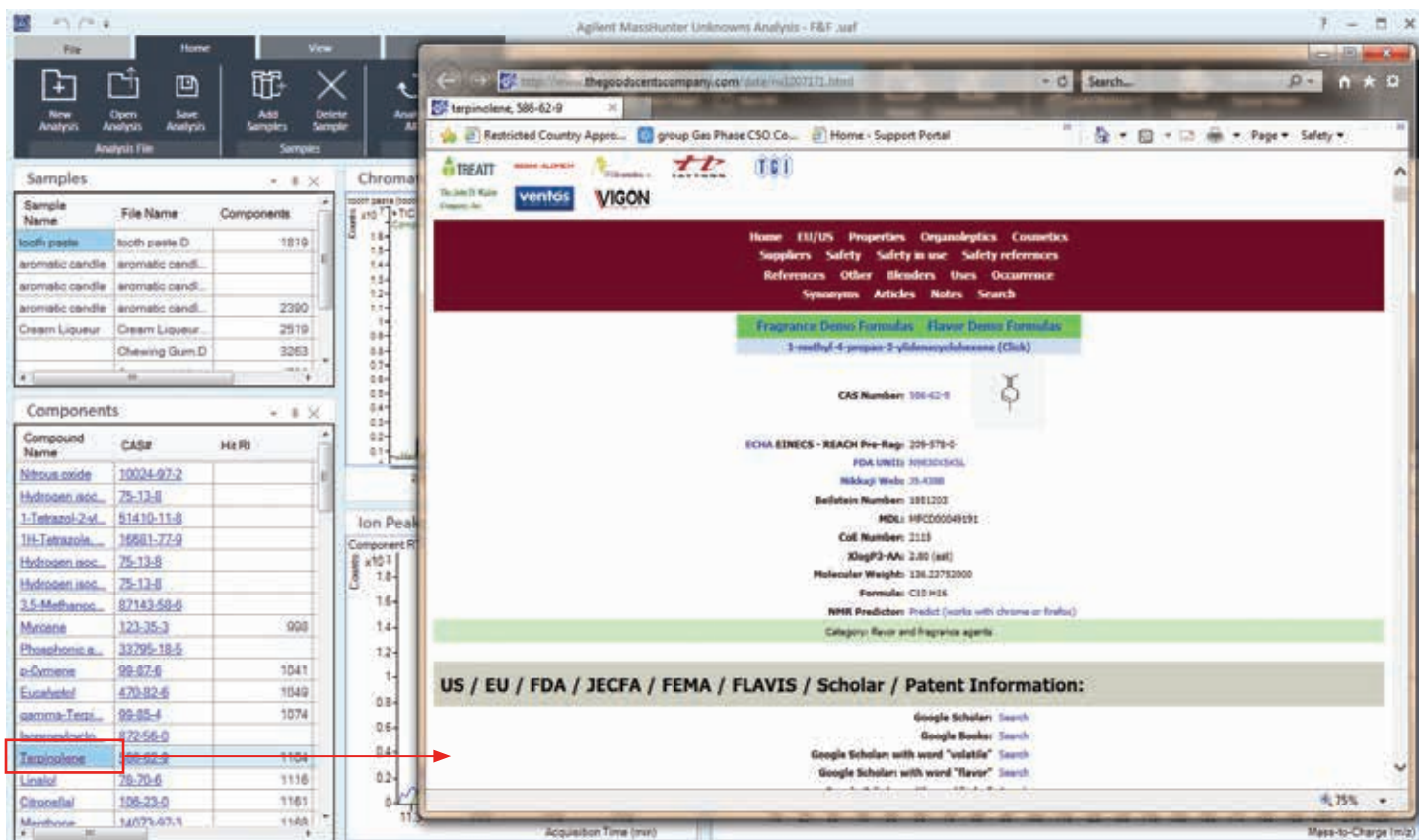


Figura 9. Hipervínculo que conecta un nombre de compuesto a una página web en el software MassHunter Unknowns Analysis.

[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

Figura 10. Ejemplo de información de compuesto de una página web asociada (<http://www.thegoodscentscompany.com>).

www.agilent.com/chem

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impreso en EE.UU., 11 de abril de 2019
5994-0546ES

