

Profilage d'arômes et de parfums dans des matrices complexes au moyen d'indices de rétention linéaires et sans préparation d'échantillons

Auteur

Eleazar Rojas Santiago
Agilent Technologies, Inc.

Résumé

Cette note d'application décrit une méthode d'analyse des composés issus d'arômes et de parfums. La méthode fait appel à la chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (GC/MS) en utilisant un rétrobalayage et une sonde à séparation thermique à débit constant avec le système de GC Agilent Intuvo 9000 et le système de GC/MSD Agilent 5977B. Les composés issus d'arômes et de parfums présents dans des matrices complexes telles que le savon, les bougies parfumées, le dentifrice, le lait corporel et les assouplissants ont été analysés sans préparation d'échantillons. Les échantillons ont été introduits dans le système de GC/MSD à l'aide de la sonde à séparation thermique. L'identification s'est faite à partir de spectres de masse déconvolués et en incorporant les résultats des indices de rétention linéaires. En outre, un lien hypertexte a été créé pour connecter le nom du composé à un site sur les arômes et les parfums afin d'obtenir des informations organoleptiques et cosmétiques.

Introduction

Dans le domaines de l'analyse alimentaire, de la médecine légale et de l'environnement, la sonde à séparation thermique (TSP) d'Agilent est idéale pour une analyse rapide par GC/MS de nombreux échantillons « sales », qu'ils soient liquides ou solides. Avantages de la sonde à séparation thermique :

- préparation de l'échantillon réduite ou même inexistante ;
- plus grande flexibilité et moins de risques qu'avec les sondes d'introduction directe classiques ;
- faibles risques de contamination ou de diminution de la performance généralement associées aux sondes d'introduction directe classiques ;
- contrôle de la distribution des échantillons par l'ajustement des rapports de débit avec division, éliminant ainsi le risque d'une saturation ou d'une contamination du détecteur ;
- programmation de la température dans l'injecteur et la colonne GC pour une identification optimisée des échantillons à composés multiples, chose impossible avec les sondes d'introduction directe classiques ;
- deux manières d'utiliser la TSP avec les systèmes de GC/MS : en séparant les échantillons complexes à l'aide d'une colonne analytique plus longue, ou en transférant l'échantillon pur dans le système de MS et en utilisant pour cela une colonne capillaire courte désactivée.

La technique de GC/MS est utilisée depuis de nombreuses années dans l'analyse des arômes et des parfums¹. Il s'agit sans doute de la technique la plus performante et pour laquelle on dispose de bibliothèques de spectres de masse importantes, mais qui ne permettent toutefois pas une identification complète. Dans le cadre du contrôle-qualité des arômes et parfums, la technique de GC/MS avec indices de rétention (RI) est encore fréquemment utilisée en complément à la technique de GC/MS. Plusieurs bibliothèques sont disponibles pour les RI de nombreux composés de type arômes et

parfums²⁻⁴. Si les RI sont moins tributaires des paramètres opérationnels que les temps de rétention absolus, ils dépendent encore toutefois substantiellement du type de colonne (phase stationnaire et fournisseur), du programme de température et, à un moindre degré, de la vitesse du gaz vecteur. Il est donc parfois difficile de reproduire les RI publiés dans les différents laboratoires. La plupart des entreprises de l'industrie des arômes et parfums utilisent des méthodes internes reposant sur leurs choix passés de colonnes et conditions.

Le logiciel MassHunter Unknowns Analysis d'Agilent utilise un processus de déconvolution qui facilite l'identification des composés, même lorsqu'ils sont dissimulés par des composés matriciels coélus. Le processus de déconvolution est automatisé et dure environ 1 à 2 minutes pour un chromatogramme d'ions totaux (TIC). Non seulement ce processus permet aux analystes d'obtenir des résultats fiables et reproductibles, mais il minimise aussi les faux positifs et faux négatifs⁵.

Étant donné que de nombreuses données sur la rétention sont déjà disponibles sous forme de RI, une évaluation a également été réalisée pour savoir si ces données pouvaient être transférées en temps de rétention absolus qui correspondraient aux temps de rétention calés. Il a été démontré que les RI des bibliothèques d'indices de rétention existantes peuvent être recalculés sous forme de temps de rétention absolus correspondant aux données expérimentales. Deux bibliothèques

de RI ont été utilisées pour cette étude : NIST 2017, et la bibliothèque de RTL d'arômes et parfums d'Agilent⁶.

Les innovations du système de GC Intuvo 9000 comportent :

- un système de chauffage direct, qui est plus rapide, consomme deux fois moins d'énergie et prend deux fois moins d'espace sur la paillasse qu'un four à bain d'air conventionnel ;
- des connexions directes sans ferrule avec un circuit plug-and-play éliminant ainsi une source importante de complexité et de fuites ;
- le Guard Chip Intuvo jetable unique qui permet d'éviter de raccourcir la colonne.

Données expérimentales

Des analyses ont été effectuées sur un GC Intuvo 9000 équipé d'un injecteur multimode (MMI) et d'un rétrobalayage de post-colonne. Le MMI a été réglé sur 60 °C pour introduire la TSP à faible température, évitant ainsi la perte des composants légers avant l'injection proprement dite. Après introduction de la TSP, la température du MMI a été augmentée jusqu'à 280 °C à 600 °C/min. La séparation a été réalisée sur une colonne HP-5MS Agilent, 30 m × 0,25 mm de d.i., 0,25 µm (β = 250) (référence 19091S-433-INT). Le gaz vecteur utilisé était de l'hélium à environ 65 kPa (9,43 psi) à débit constant. Les conditions analytiques sont résumées dans le Tableau 1.

Tableau 1. Conditions analytiques de GC/MS.

Paramètre	Description
Colonne	HP-5MS, 30 m × 0,25 mm de d.i., 0,25 µm (référence 19091S-433-INT)
Injection	MMI, rapport de division 100:1, 0,2 minutes à 40 °C, puis 900 °C/min jusqu'à 300 °C
Gaz vecteur	Hélium (13,4 psi), débit constant
RTL	Débit réglé sur 1,46 mL/min pour obtenir un temps de rétention de 32,000 minutes pour le <i>n</i> -hexadécane
Programme du four	de 60 à 240 °C à 3 °C/min (temps d'analyse de 60 minutes)
Guard Chip	Intuvo, injecteur multimode
Programme de température	Suivi du four
Détection	MSD XTR 6 mm en mode scan (40 à 400 uma) délai du solvant : 0 minute ligne de transfert : 300 °C

Un mélange d'alcane de C₆ à C₄₄ a été injecté selon les conditions décrites au Tableau 2 afin de générer le fichier des temps de rétention pour étalonnage (CRT), et le logiciel MassHunter a permis d'analyser ce fichier et de calculer les temps de rétention des bibliothèques.

Les données ont été traitées par le logiciel MassHunter Unknowns Analysis en utilisant un procédé de déconvolution et les RI des deux bibliothèques. Le logiciel calcule les temps de rétention des bibliothèques à l'aide du fichier CRT et des RI des différentes bibliothèques, puis établit la différence entre le temps de rétention des bibliothèques et le temps de rétention réel. En appliquant le filtre de temps de rétention et le facteur de correspondance minimum, il a été possible d'éliminer les erreurs d'identification.

Transformation des RI

L'indice de rétention linéaire (LRI) nécessite qu'un mélange de n-alcane soit analysé dans la gamme d'élution des composés d'intérêt. Chaque n-alcane reçoit une valeur LRI basée sur le nombre d'atomes de carbone multiplié par 100. Par exemple, l'octane (n-C₈) reçoit un LRI de 800, le nonane (n-C₉) un LRI de 900, le décane (n-C₁₀) un LRI de 1 000 et ainsi de suite. Le LRI d'un composé donné a été calculé en fonction de l'endroit où il élué par rapport aux n-alcane qui ont élué immédiatement avant et après le composé.

Tableau 2. Paramètres de la méthode dans MassHunter Unknowns Analysis

Paramètre	Description
Largeur de la fenêtre du facteur de temps de rétention (RT)	25, 50, 100, 200
Seuil SNR du filtre de pic	5
Facteur de correspondance (pénalité sur le RT)	Activer Trapézoïdal Plage de RT : 60 secondes Plage de RT sans pénalité : 30 secondes
Facteur de correspondance min.	75
Type de recherche dans les bibliothèques	Recherche spectrale

Pour un système de GC à température programmée, le LRI est calculé d'après l'équation suivante :

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

où :

I = Indice de rétention linéaire

n = Nombre d'atomes de carbone du n-alcane éluant immédiatement avant le composé

n = Nombre d'atomes de carbone du n-alcane éluant immédiatement après le composé

t_r = Temps de rétention

Le temps de rétention absolu a été calculé à partir de l'indice de rétention en utilisant les temps de rétention des n-alcane comme composés de référence.

Les temps de rétention absolus ne sont pas les temps de rétention initiaux utilisés pour le calcul de l'indice de rétention, mais des valeurs calculées. Cela signifie que les temps de rétention peuvent être calculés à partir des RI présents dans une base de données existante en utilisant les temps de rétention calés pour les n-alcane si les dimensions de la colonne et le programme de température sont les mêmes⁷.

Cette étude a analysé plusieurs échantillons sans préparation de ceux-ci. Quelques milligrammes seulement ont été introduits dans le microflacon (flacon d'un volume de 40 µL). Les échantillons sélectionnés ont été retenus pour leurs propriétés organoleptiques et parce qu'il n'était pas possible de les injecter directement dans le port d'injection du GC avec une seringue à cause de la matrice complexe.

Résultats et discussion

Les chromatogrammes des composés identifiés et des TIC d'échantillons de dentifrice, d'assouplissant, de bougie parfumée et de crème de liqueur sont illustrés aux Figures 1 et 2. La Figure 3 montre les résultats de la recherche effectuée dans les bibliothèques par le logiciel MassHunter Unknowns Analysis. Il est également possible d'effectuer des recherches sur Internet pour voir si le composé identifié a un rapport quelconque avec l'industrie des arômes et parfums (voir Figure 4). Si le message « *Sorry, your search: "Docosyl octyl ether" returned zero results.* » s'affiche, le composé n'a aucun rapport avec les ingrédients des arômes et parfums.

- 1,2. Isocyanate d'hydrogène
3. 3,5-Méthanocyclopentapyrazole, 3,3a,4,5,6,6a-hexahydro-3a,4,4-triméthyl-
4. Acide phosphonique, (p-hydroxyphényl)-
5. Eucalyptol
6. *gamma*-Terpinène
7. Linalol
8. Menthone
9. Cyclopentène, 1-isopropyl-4,5-diméthyl-
10. 1-Décène
11. 1-Décanol
12. Anéthole
13. Eugénol
14. 7-Tétradécène, (Z)-
15. 1-Undécanol, acétate
16. Isocyanate d'hydrogène
17. Tétradécane, 1-chloro-
18. Alcool laurylique
19. Pentadécane
20. *n*-Pentadécanol
21. 1-Nonadécène
22. Acétate de lauryle
23. 1-Octadécanol
24. Acide sulfureux, ester undécylique butylique
25. 1-Docosène
26. Acide carbonique, hexadécyl prop-1-èn-2-yl ester
27. *n*-Octadécane

28. Acide méthoxyacétique, ester octadécylique
29. Formate de 1-hénicosyle
30. 1-Hexacosène
31. Acide carbonique, éicosyl prop-1-èn-2-yl ester
32. *n*-Éicosane
33. Disulfure, di-*tert*-dodécyl
34. 3,5,5-Triméthylhexyl éthylphosphonofluoridate
35. Éther docosylique octylique
36. 2-Éthylthiolane, S,S-dioxyde
37. -[2,3-dihydro-4-hydroxy-2-(2-hydroxyisopropyl)benzofuran-7-yl]chromone
38. *n*-Tétracosane
39. Éther triacontylique butylique
40. Borane, diéthyl(décyloxy)-
41. Acide aminométhanesulfonique
42. Éthyle-2méthylbutyrate
43. Benzaldéhyde
44. 3,7-Diméthyl-1-octanol
45. Octane, 4-chloro-
46. 1-Décanol
47. Cyclopropane, octyl-
48. 1-Dodécène
49. *gamma*-Nonalactone
50. 1-Tétradécène
51. Acétate de décyle
52. 1H-Benzimidazole-2-carboxaldéhyde
53. 2',4'-Dihydroxypropionophénone

54. Alcool laurylique
55. Pentadécane
56. 1-Décanol, 2-hexyl-
57. 1-Hexadécanol
58. *n*-Hexadécane
59. Éther heptylique dodécylique
60. Éther hexadécylique isobutylique
61. 10-Hénicosène (c,t)
62. Acide oxalique, ester tridécylique allylique
63. Éther dodécylique nonylique
64. Acide trichloroacétique, ester pentadécylique
65. 1-Tricosène
66. Éther tétradécylique nonylique
67. Alcool béhénique
68. Acide carbonique, ester vinylique eicosylique
69. Silane, trichlorodocosyl-
70. *n*-Tétracosanol-1
71. *n*-Éicosane
72. Acide oxalique, ester octadécylique cyclobutylique
73. Éther pentylique docosylique
74. Éther tétracosylique isobutylique
75. Éther octylique eicosylique
76. Trifluoroacétate d'octacosyle
77. Éther pentylique hexacosylique

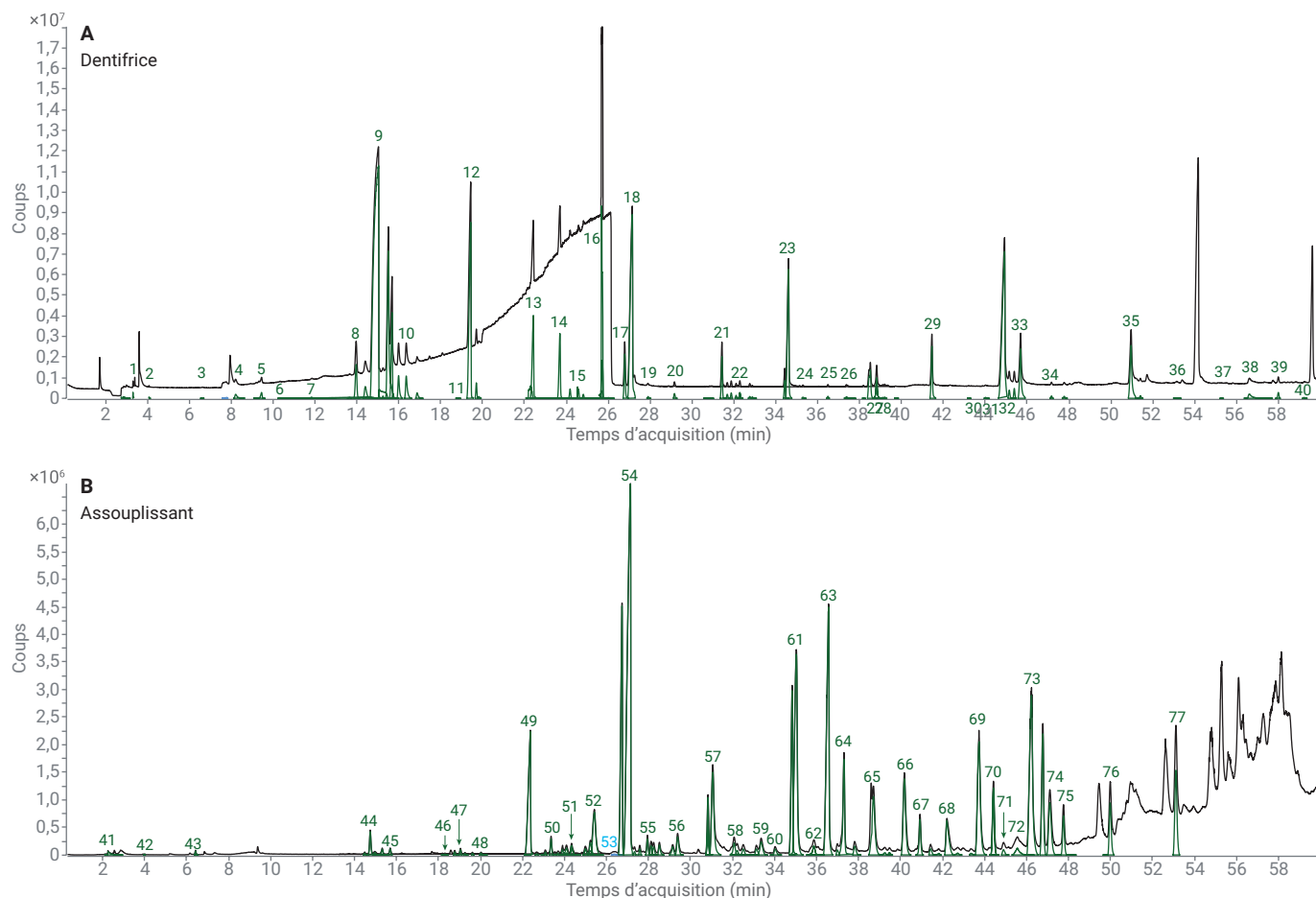


Figure 1. Chromatogrammes de dentifrice et d'assouplisseur montrant les composés identifiés et le TIC.

1. Protoxyde d'azote
2. Isothiocyanate de benzoyle
3. 2,3-Heptadiène-5-yne, 2,4-diméthyl-
4. Cyclohexane, 1-buténylidène-
5. *p*-Crésol
6. Méthyl-1-silabenzocyclobutène
7. Méthyl-1-silabenzocyclobutène
8. Citronellal
9. Menthone
10. L-Menthol
11. L-Menthol
12. *alpha*-Terpinéol
13. Cyclopentane, 1-méthyl-1-(2-méthyl-2-propényl)-
14. d-Pipéritone
15. Benzofurane, 2-méthyl-
16. Acétate de menthyle ; acétate de d,L-méthyl-2-(méthyléthyl)cyclohexyle
17. 2,4-Octadiène, 7,7-diméthyl-
18. Tridécano
19. Eugénol
20. *n*-Tétradécane
21. *bêta*-Caryophyllène
22. 1H-Benzimidazole-2-carboxaldéhyde
23. 3,4-Dihydroxypropionphénone
24. 1-Hydroxy-7-hydroxyméthylindane, ester de sulfite cyclique
25. Acide propanoïque, 2-méthyl-3-[4-*t*-butyl]phényl-
26. Salicylate d'isoamyle
27. *n*-Hexadécane
28. Fosfosal
29. Hénéicosane
30. 1-Oxyde de 1-phényl-2-(4-méthylphényl)-diazène
31. Benzoate de benzyle
32. *n*-Octadécane
33. Acide 2-méthylbénzoïque, 2-formyl-4,6-dichlorophényl ester
34. Pentacosane
35. *n*-Éicosane
36. Acide sulfurique, ester pentylique octadécylique
37. Acide sulfurique, 2-éthylhexyl hexadécyl ester
38. Borane, diéthyl(décyloxy)-
39. Hentriacontane
40. Dotriacontane
41. Tétracosane, 11-décyl-
42. Pentatriacontane
43. Acide arsénieux, tris(triméthylsilyl) ester
44. Bromure de cyanogène
45. 1,2-Propadiène-1,3-dione
46. 2,3,5-Triméthylpyrazine
47. 2-Propynitrile, 3-fluoro-
48. 1-Hexène, 3,5-diméthyl-
49. Nonanal
50. 1-Pyrroline, 3-éthyl-
51. 3,7-Diméthyl-1-octanol
52. 1-Décène
53. 1-Décanol
54. 2-Propénal, 2-méthyl-3-phényl-
55. *gamma*-Nonalactone
56. Acétate de décyle
57. Vanilline, éther isopropylique
58. Acétate de cinnamyle
59. 1-Tétradécanol
60. Éthanol, 2-(dodécyloxy)-
61. *n*-Pentadécanol
62. 1-Hexadécanol
63. Acide pentadécanoïque
64. Octadécane, 1-isocyanato-
65. Hexadécane, 1,16-dichloro-
66. 10-Hénéicosène (c,t)
67. Acide carbonique, pentadécyl prop-1-èn-2-yl ester
68. Éther dodécylique nonylique
69. Éther dodécylique nonylique
70. 1-Éicosanol
71. Éthanol, 2-(octadécyloxy)-
72. Acide méthoxyacétique, ester octadécylique
73. Octadécane, 1-isocyanato-
74. 1-Propanamine, 3-dibenzo[b,e]thiépín-11(6H)-ylidène-N,N-diméthyl-, S-oxyde
75. Éther hexadécylique nonylique
76. 1-Hexacosène
77. Éther pentylique docosylique
78. 1-Propanamine, 3-dibenzo[b,e]thiépín-11(6H)-ylidène-N,N-diméthyl-, S-oxyde
79. Acide carbonique, ester hexadécylique décyl-lique
80. Éther docosylique octylique
81. 5H-Tétrazol-5-amine
82. 1-Propanamine, 3-dibenzo[b,e]thiépín-11(6H)-ylidène-N,N-diméthyl-, S-oxyde
83. Chlorotrifluorométhane
84. Borane, diéthyl(décyloxy)-

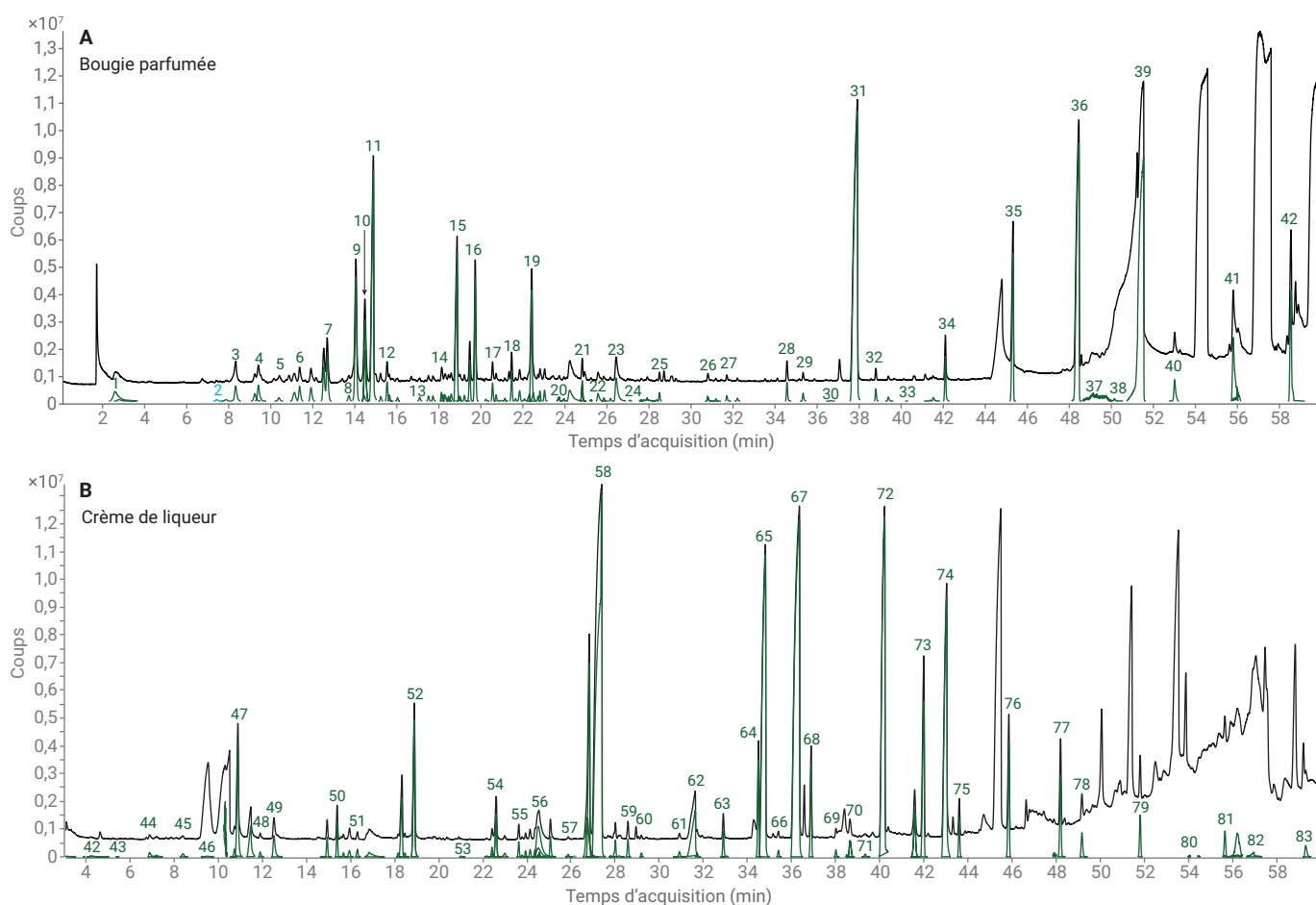


Figure 2. Chromatogrammes de bougie parfumée et de crème de liqueur montrant les composés identifiés et le TIC.

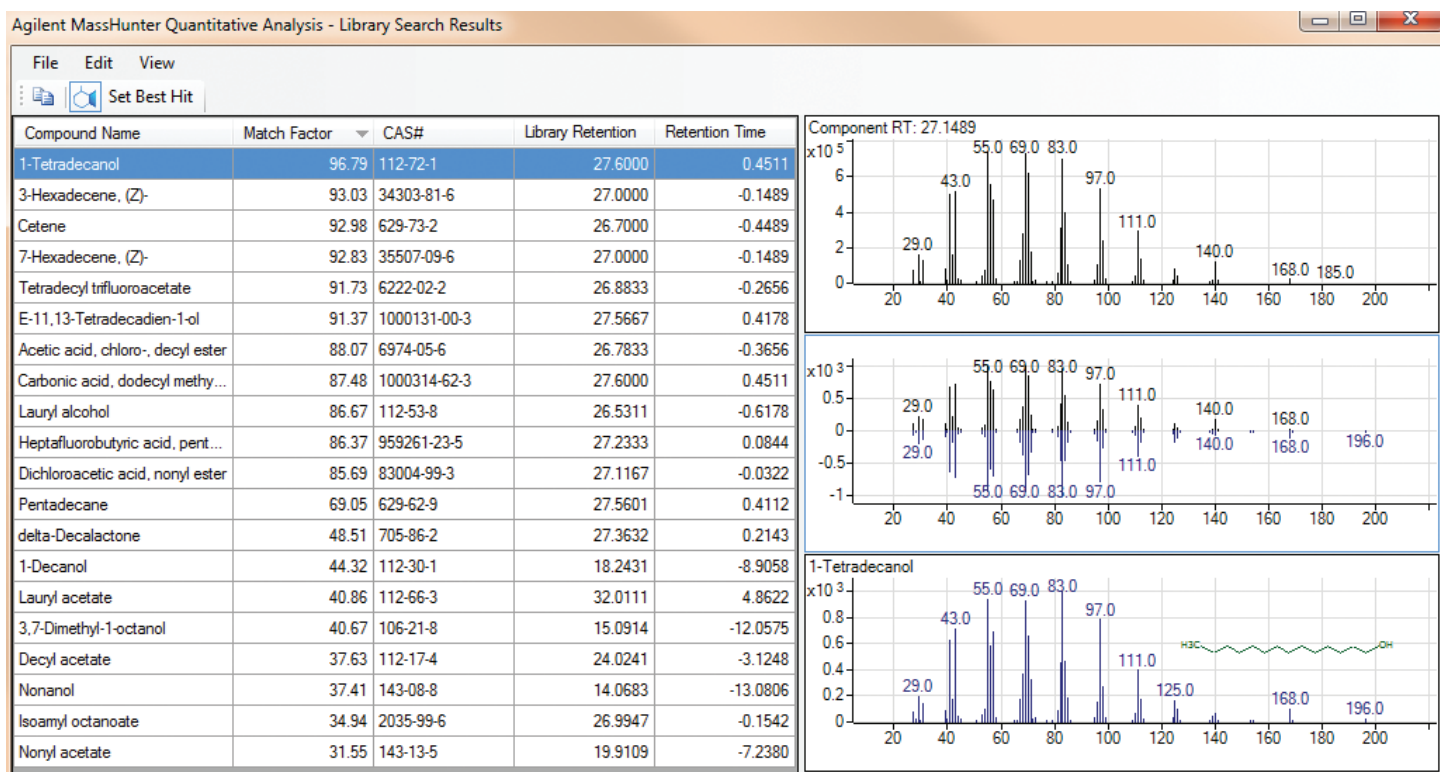


Figure 3. Le logiciel MassHunter Unknowns Analysis permet d'évaluer une méthode alternative, reposant sur le facteur de correspondance et le temps de rétention. Ces informations peuvent être triées selon le facteur de correspondance ou la différence de temps de rétention entre le temps de rétention (RT) du composant et le RT de la bibliothèque.

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

Figure 4. Les données sur l'eugénol et l'alcool stéarylique proviennent d'Internet, et le lien hypertexte a été utilisé dans 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	14.7487	
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	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	

Figure 5. Analyse de l'échantillon de dentifrice. Certains composants ont été identifiés par la bibliothèque d'Agilent, d'autres par la bibliothèque NIST17. Dans les deux cas, le système calcule le temps de rétention en utilisant l'indice de rétention des bibliothèques. Il y a aussi deux liens hypertextes : le lien hypertexte du numéro CAS qui conduit à la page Web du NIST pour obtenir les informations chimiques, et le lien hypertexte du nom du composé qui conduit à la page Web de l'entreprise Good Scents pour obtenir des informations sur les propriétés organoleptiques et cosmétiques, les fournisseurs, les fiches de sécurité et autres.

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	

Figure 6. Dans ce tableau, la pénalité de correspondance du temps de rétention (RT) a été désactivée, ce qui fait que l'alcool laurylique a été détecté 10 fois avec à chaque fois un facteur de correspondance supérieur à 84. Mais un seul de ces composés possède le delta RT le plus faible et le facteur de correspondance le plus élevé. Cette fonctionnalité facilite l'identification de composés. Lorsqu'elle est activée, un seul composé apparaît dans les résultats de la recherche.

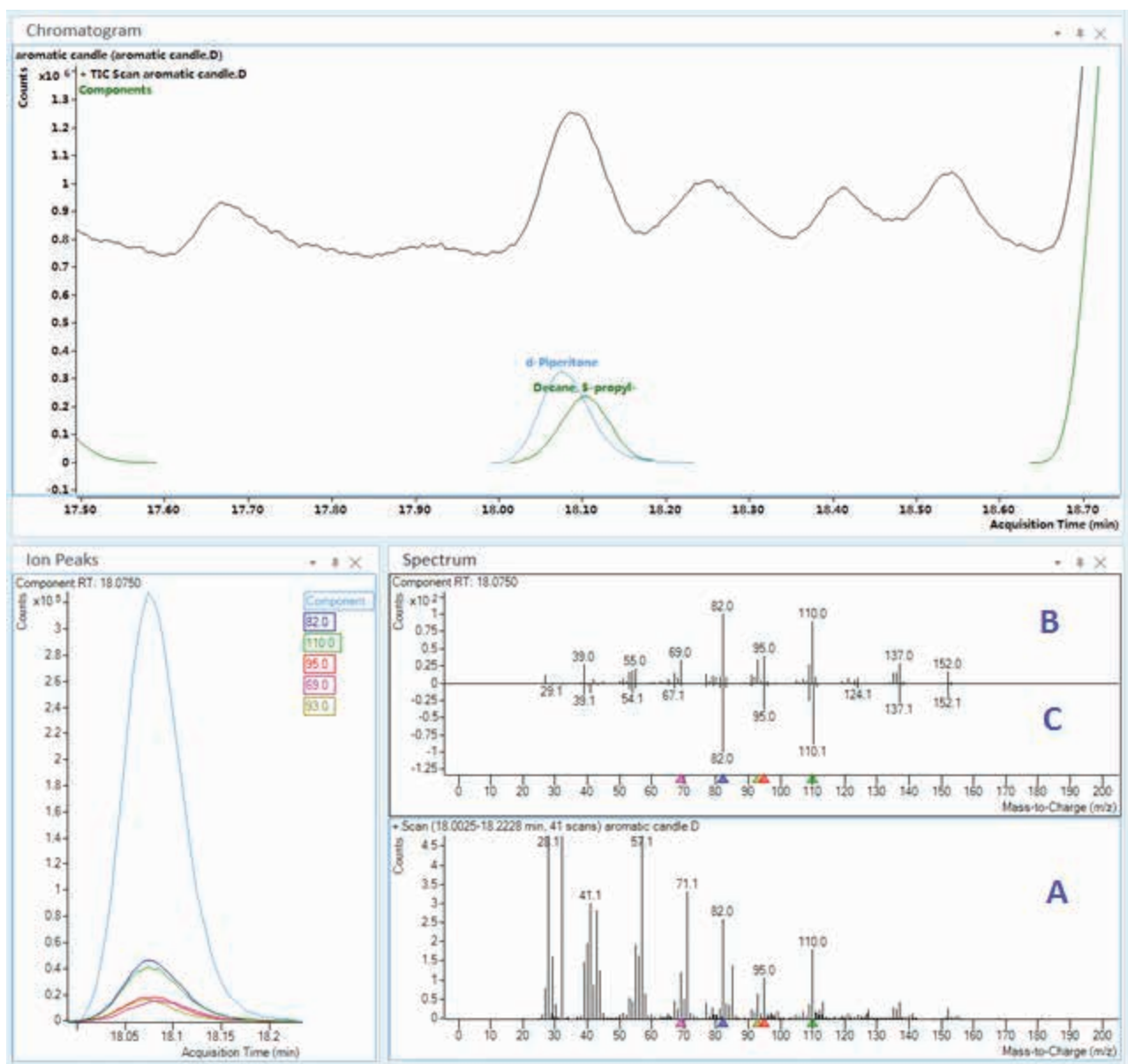


Figure 7. Le logiciel MassHunter Unknowns Analysis utilise un algorithme de déconvolution pour séparer les composés coélus. Le spectre non déconvolué (A), le spectre déconvolué du composé (B) et le spectre de la bibliothèque (C) s'affichent dans la même fenêtre pour faciliter l'examen des données.

Conclusions

Une méthode a été développée pour l'analyse des arômes et parfums dans des matrices complexes sans préparation d'échantillons. Une petite quantité d'échantillon a été déposée dans le microflacon, puis introduite dans le port de l'injecteur. Cette méthode peut être utilisée dans le cadre des analyses de contrôle-qualité. Les temps de rétention de cette méthode sont calés en utilisant le n-hexadécane comme étalon de calage. Une base de données d'indices de rétention, contenant environ 400 composés, a été modifiée à partir d'une méthode existante et peut servir à identifier des constituants en fonction de leur temps de rétention absolu dans les conditions de calage. La méthode calée garantit également la stabilité des temps de rétention en fonction du temps, entre les colonnes et entre les instruments.

Enfin, il a été démontré que les RI de composés d'arômes mesurés dans des conditions de fonctionnement spécifiques peuvent être transférés en temps de rétention calés en utilisant pour cela les temps de rétention calés des n-alcanes. Cela permet de traduire les bases de données de RI existantes en bases de données de temps de rétention calés.

Annexe

Le flux de tâches permettant de créer des bibliothèques déconvoluées de GC/MS avec les valeurs des LRI, et de traiter les fichiers de données d'échantillons dans le logiciel MassHunter Unknowns Analysis sont illustrés sur la Figure 8. On trouvera la totalité de la procédure dans la fiche technique d'Agilent Technologies *Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data*, numéro de publication 5991-8221EN.

Références

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, *présentation technique d'Agilent Technologies*, numéro de publication 5989-2249EN, **2005**.
6. David, F. *et al.* Analysis of Essential Oil Compounds Using Retention Time Locked Methods and Retention Time Databases, *note d'application d'Agilent Technologies*, numéro de publication 5988-6530EN, **2002**.
7. Sandy, C.; Butler, I. Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data, *fiche technique d'Agilent Technologies*, numéro de publication 5991-8221EN, **2017**.
8. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. Retention Time Locking: Concepts and Applications, *note d'application d'Agilent Technologies*, numéro de publication 5966-2469E, **1997**.

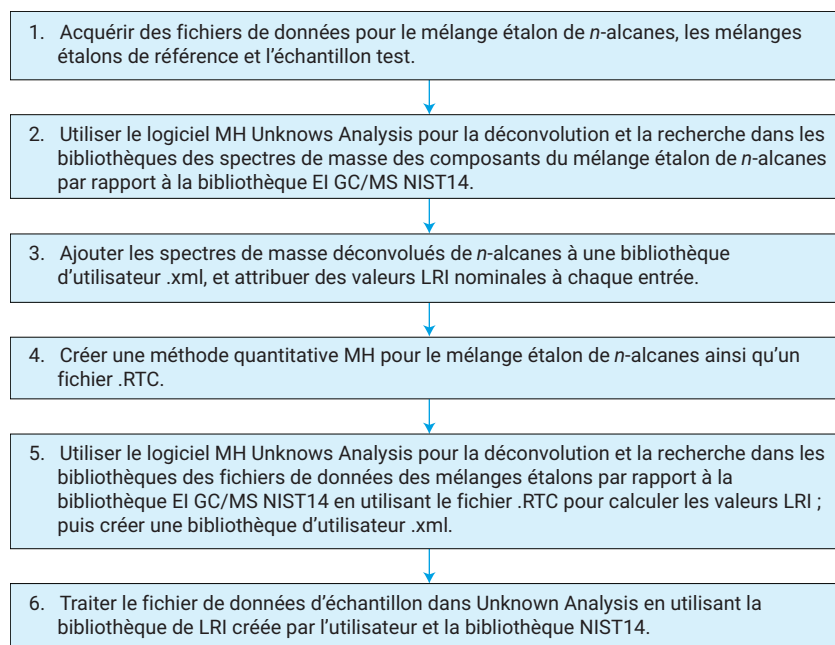


Figure 8. Flux de tâches permettant de créer des bibliothèques GC/MS déconvoluées avec des valeurs de LRI.

Pour obtenir des informations qualitatives sur les composants de mélanges d'arômes et parfums complexes, il est possible de faire des recherches dans des bibliothèques d'utilisateur en combinaison avec des bibliothèques GC/MS disponibles dans le commerce (telles que NIST17). L'emploi du calage des temps de rétention ou des RI linéaires peut améliorer la confiance dans l'identification des composés en minimisant les faux positifs. La déconvolution des spectres de masse fournit des spectres de masse de meilleure qualité pour des composants qui éluent dans une zone proche/chevauchante lors des recherches dans les bibliothèques de GC/MS.

Pour en savoir plus sur un composé en particulier, il est possible de créer un lien hypertexte dans le logiciel MassHunter Unknowns Analysis.

1. Ouvrez le fichier *QuantAnalysis.exe.config* accessible par le chemin : *ProgramFiles\Agilent\MassHunter\Workstation\Quant\bin* puis modifiez le lien avec l'URL voulue. Par défaut, ce fichier est en lecture seule. Vous devez donc désactiver cette fonctionnalité.
2. Ouvrez le fichier et recherchez la ligne : `<add key="Column.CASNumber.Action" value="URL:http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID={0}"/>`.

3. Ajoutez la ligne suivante afin de créer dans MassHunter le nouveau lien hypertexte pour le composé du même nom
`<add key="Column.CompoundName.Action" value="URL:http://www.thegoodscentscompany.com/search3.php?qName={0}"/>`
4. Enregistrez le fichier.
5. Démarrez le logiciel MassHunter Unknowns Analysis. Vous disposez maintenant d'un lien hypertexte dans le champ du nom du composé pour vous connecter à Internet et obtenir des données organoleptiques et cosmétiques, une fiche technique, etc. (Figures 9 et 10).

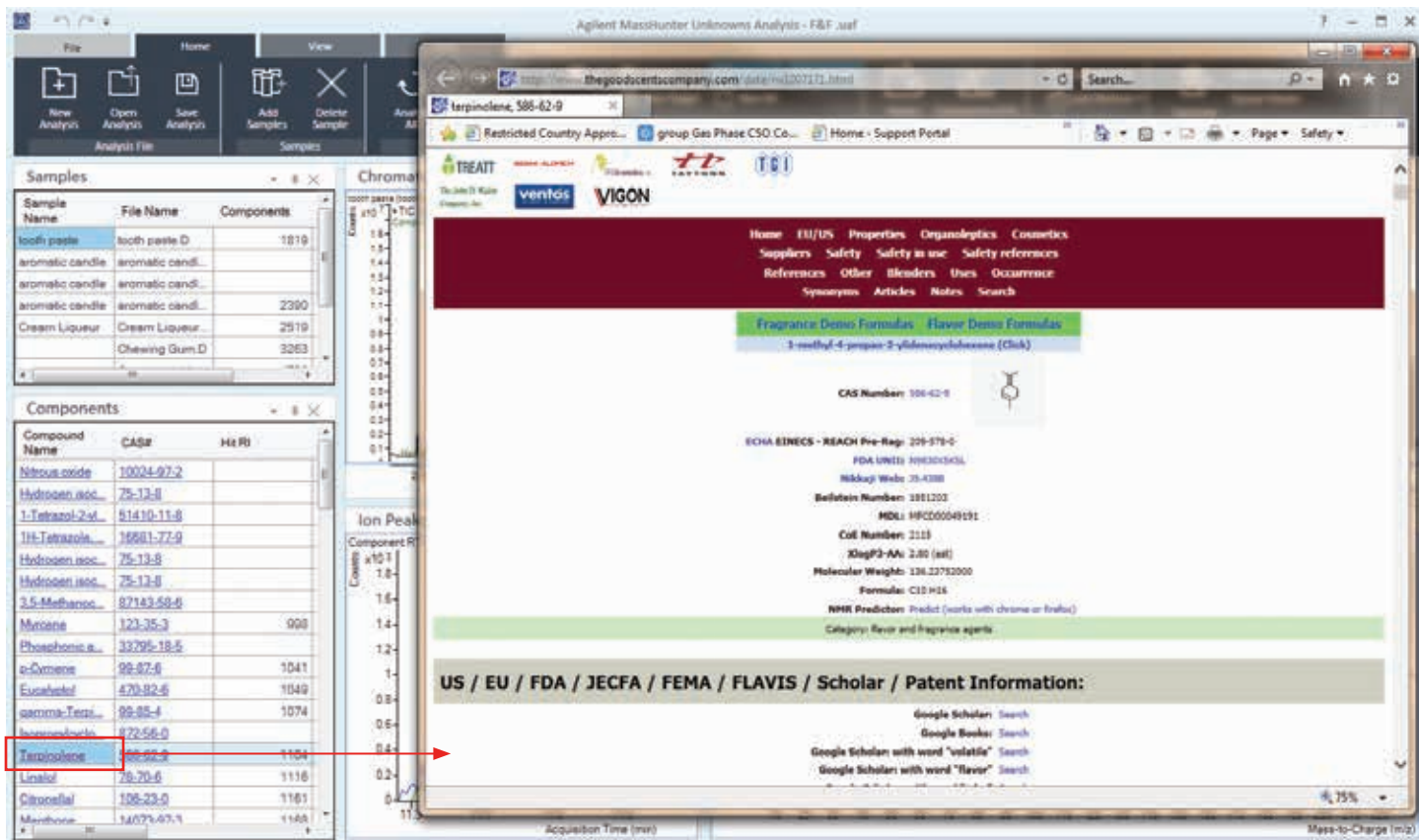


Figure 9. Lien hypertexte reliant le nom d'un composé à une page Web dans le logiciel MassHunter Unknowns Analysis.

[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

Figure 10. Exemple d'informations relatives à un composé provenant d'une page Web associée (<http://www.thegoodscentscompany.com>).

www.agilent.com/chem

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Imprimé aux États-Unis, le 11 avril 2019
5994-0546FR

