

Analisi del profilo di aromi e fragranze in matrici complesse utilizzando indici di ritenzione lineari senza preparazione del campione

Autore

Eleazar Rojas Santiago
Agilent Technologies, Inc.

Abstract

La presente nota applicativa descrive un metodo per l'analisi di aromi e fragranze. Il metodo prevede l'impiego di una sonda termica di separazione e del backflush a flusso costante in gascromatografia/spettrometria di massa (GC/MS) con Agilent Intuvo 9000 GC e Agilent 5977B MSD. L'analisi di aromi e fragranze contenuti in matrici complesse quali saponi, candele profumate, dentifrici, lozioni per il corpo e ammorbidenti è stata eseguita senza preparazione del campione. Per l'introduzione dei campioni nel sistema GC/MSD si è utilizzata una sonda termica di separazione. L'identificazione è avvenuta usando lo spettro di massa deconvoluto incorporando i risultati degli indici di ritenzione lineari. Si è inoltre proceduto a creare un collegamento ipertestuale per collegare il nome del composto con il sito web di aromi e fragranze in modo da ottenere le informazioni cosmetiche e organolettiche.

Introduzione

La sonda termica di separazione (TSP) Agilent è ideale per l'analisi rapida in GC/MS di campioni solidi e liquidi "sporchi" in campo alimentare, ambientale e medico legale. La sonda termica di separazione presenta inoltre i seguenti vantaggi:

- Richiede una preparazione del campione minima o nulla.
- Offre maggiore flessibilità e meno rischi rispetto alle sonde di campionamento diretto tradizionali.
- Presenta un minore rischio di contaminazione o di diminuzione delle prestazioni generalmente associati alle sonde di campionamento diretto tradizionali.
- Permette di controllare il trasferimento del campione regolando i rapporti del flusso di splittaggio, eliminando così l'eventuale sovraccarico o la contaminazione del rivelatore.
- Offre una migliore identificazione di campioni multicomponente tramite la programmazione della temperatura dell'iniettore e della colonna GC, impossibile da eseguire con le sonde di campionamento diretto tradizionali.
- Presenta due modalità di impiego con i sistemi GC/MS: separazione di campioni complessi utilizzando una colonna analitica più lunga oppure trasferimento del campione pulito al rivelatore MS impiegando una colonna capillare deattivata più corta.

Da molti anni l'analisi di aromi e fragranze viene effettuata tramite GC/MS¹. La tecnica GC/MS è probabilmente la più potente a disposizione e può usufruire di vaste librerie di spettri di massa, pur senza offrire un'identificazione completa. Il controllo qualità di aromi e fragranze prevede ancora spesso l'utilizzo della GC/MS con indici di ritenzione (RI) quale tecnica complementare alla GC/MS. Sono disponibili diverse librerie con RI per numerosi aromi e fragranze²⁻⁴. Rispetto ai tempi di ritenzione assoluti, gli RI hanno una dipendenza minore dai parametri operativi, tuttavia sono influenzati in modo

significativo dal tipo di colonna (fase stazionaria e fornitore), dal programma di temperatura e, in maniera inferiore, dalla velocità del gas di trasporto. Per questo motivo, a volte è difficile riprodurre gli RI pubblicati in laboratori differenti. La maggior parte delle aziende nell'industria degli aromi e delle fragranze impiega metodi interni che si basano su scelte di condizioni e colonne ormai consolidate.

Il software Agilent MassHunter Unknowns Analysis sfrutta un processo di deconvoluzione che aiuta l'identificazione dei composti anche quando questi ultimi sono nascosti da composti in matrice che coeluiscono. Il processo di deconvoluzione è automatizzato e impiega circa da 1 a 2 minuti per un cromatogramma ionico totale (TIC). Tale processo consente agli analisti di ottenere risultati affidabili e riproducibili in tempi rapidi e inoltre riduce i falsi positivi e i falsi negativi⁵.

Siccome molti dati di ritenzione sono già disponibili come RI, si è valutato se questi dati potessero essere trasformati nei tempi di ritenzione assoluti corrispondenti ai tempi di ritenzione bloccati. È stato dimostrato che è possibile ricalcolare gli RI provenienti da librerie di indici di ritenzione esistenti come tempi di ritenzione assoluti che corrispondono ai dati sperimentali. Lo studio ha utilizzato due librerie con RI: NIST 2017 e la libreria RTL di aromi e fragranze di Agilent⁶.

Il sistema Intuvo 9000 GC include le seguenti innovazioni:

- Un sistema di riscaldamento diretto che è più veloce, dimezza il consumo energetico e lo spazio richiesto sul bancone rispetto a un normale forno ad aria.
- Collegamenti diretti senza ferrule con percorso del flusso a connessione plug-and-play per ridurre la complessità e le perdite.
- L'esclusivo Guard Chip Intuvo monouso elimina la necessità di tagliare la colonna.

Condizioni sperimentali

Per le analisi è stato utilizzato un sistema GC Intuvo 9000 dotato di iniettore multimode e backflush post colonna. L'iniettore MMI è stato impostato a 60 °C per poter introdurre la TSP a bassa temperatura onde evitare la perdita di componenti leggeri prima dell'effettiva iniezione. Una volta introdotta la TSP, si è proceduto ad innalzare la temperatura dell'iniettore MMI a 280 °C a 600 °C/min. La separazione è stata eseguita con una colonna Agilent HP-5MS, 30 m × 0,25 mm id, 0,25 µm (β = 250) (codice 19091S-433-INT). Come gas di trasporto è stato impiegato elio a circa 65 kPa (9,43 psi) a flusso costante. Le condizioni analitiche sono riepilogate nella Tabella 1.

Tabella 1. Condizioni analitiche GC/MS.

Parametro	Descrizione
Colonna	HP-5MS, 30 m × 0,25 mm id, 0,25 µm (codice 19091S-433-INT)
Iniezione	MMI, rapporto di splittaggio 100:1, 0,2 minuti a 40 °C, poi a 900 °C/min fino a 300 °C
Gas di trasporto	Elio (13,4 psi), flusso costante
RTL	Flusso impostato a 1,46 mL/min per ottenere un tempo di ritenzione di 32,000 minuti per <i>n</i> -esadecano
Programma del forno	Da 60 a 240 °C a 3 °C/min (tempo di analisi 60 minuti)
Guard Chip	Intuvo, iniettore multimode
Programma di temperatura	Track Oven
Rivelazione	MSD XTR 6 mm in modalità scan (da 40 a 400 amu) ritardo solvente: 0 minuti transfer line: 300 °C

Per ottenere il file di calibrazione dei tempi di ritenzione (CRT) è stata iniettata una miscela di alcani da C₆ a C₄₄ usando le condizioni riportate nella Tabella 2; il file è stato poi analizzato dal software MassHunter per il calcolo dei tempi di ritenzione della libreria.

Il software MassHunter Unknowns Analysis ha poi elaborato i dati usando un processo di deconvoluzione e gli RI di due librerie. Il software calcola il tempo di ritenzione della libreria usando il file CRT e il valore di RI di librerie diverse, per ottenere la differenza tra il tempo di ritenzione della libreria e il tempo di ritenzione effettivo. L'applicazione del filtro sul tempo di ritenzione e del match factor minimo ha permesso di eliminare gli errori di identificazione.

Trasformazione degli RI

Per ottenere l'indice di ritenzione lineare (LRI) è necessario analizzare una miscela di n-alcani compresi nell'intervallo di eluizione degli analiti da esaminare. Ad ogni n-alcane è stato assegnato un valore LRI basato sul numero degli atomi di carbonio moltiplicato per 100. Per esempio, all'ottano (n-C₈) è stato assegnato un LRI di 800, al nonano (n-C₉) un LRI di 900, al decano (n-C₁₀) un valore LRI di 1.000 e così via. Il calcolo dell'LRI di un dato analita ha tenuto conto del punto di eluizione in relazione agli n-alcani eluiti immediatamente prima e dopo l'analita.

Tabella 2. Parametri del metodo per il software MassHunter Unknowns Analysis.

Parametro	Descrizione
RT window size factor	25, 50, 100, 200
Peak filter SNR threshold	5
Match factor (penalità RT)	Abilita Trapezoidale Intervallo RT: 60 secondi Intervallo RT senza penalità: 30 secondi
Match factor minimo	75
Tipo di ricerca in libreria	Ricerca spettrale

Per la GC a temperatura programmata, si è utilizzata la seguente equazione per il calcolo dell'LRI:

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

dove:

I = Indice di ritenzione lineare

n = Numero di atomi di carbonio dell'n-alcane eluito immediatamente prima dell'analita

N = Numero di atomi di carbonio dell'n-alcane eluito immediatamente dopo l'analita

t_r = Tempo di ritenzione

Ottenuto l'indice di ritenzione, si è proceduto a calcolare il tempo di ritenzione assoluto impiegando i tempi di ritenzione degli n-alcani come composti di riferimento.

Questi tempi di ritenzione assoluti non sono i tempi di ritenzione originali utilizzati per il calcolo dell'indice di ritenzione, bensì i valori calcolati. Ciò significa che è possibile calcolare i tempi di ritenzione a partire dagli RI presenti in un database esistente utilizzando i tempi di ritenzione bloccati per gli n-alcani se le dimensioni della colonna e il programma di temperatura sono gli stessi⁷.

Questo studio ha analizzato diversi campioni senza alcuna preparazione del campione. Sono stati introdotti solo pochi milligrammi nel microvial (volume vial 40 µL). La selezione dei campioni è avvenuta basandosi sulle rispettive proprietà organolettiche e tenendo conto dell'impossibilità di procedere all'iniezione diretta tramite siringa nella porta del GC per via della matrice complessa.

Risultati e discussione

Le Figure 1 e 2 mostrano i cromatogrammi dei composti identificati e i TIC di campioni di dentifricio, ammorbidente, candela profumata e liquori cremosi. La Figura 3 mostra i risultati della ricerca in libreria ottenuti con il software MassHunter Unknowns Analysis. Inoltre, è possibile utilizzare le informazioni dal Web per scoprire se il composto identificato ha una correlazione nel settore degli aromi e delle fragranze (si veda la Figura 4). Se compare il messaggio "Spiacenti, la ricerca di: *Docosyl octyl ether* non ha prodotto risultati", tale composto non ha correlazione con gli ingredienti di aromi o fragranze.

- 1,2. Idrogeno isocianato
3. 3,5-metanociclopentapirazolo, 3,3a,4,5,6,6a-esaidro-3a,4,4-trimetil-
4. Acido fosforoso, (*p*-idrossifenil)-
5. Eucaliptolo
6. *gamma*-terpinene
7. Linalolo
8. Mentone
9. Ciclopentene, 1-isopropil-4,5-dimetil-
10. 1-deceno
11. 1-decanolo
12. Anetolo
13. Eugenolo
14. 7-Tetradeceno, (Z)-
15. 1-undecanolo, acetato
16. Idrogeno isocianato
17. Tetradecano, 1-cloro-
18. Alcol laurilico
19. Pentadecano
20. *n*-pentadecanolo
21. 1-nonadeceno
22. Lauril acetato
23. 1-ottadecanolo
24. Acido solforoso, butil undecil estere
25. 1-docosano
26. Acido carbonico, esadecil prop-1-en-2-il estere
27. *n*-ottadecano

28. Acido metossiacetico, ottadecil estere
29. 1-eneicosil formiato
30. 1-Esacosano
31. Acido carbonico, eicosil prop-1-en-2-il estere
32. *n*-eicosano
33. Disolfuro, di-*tert*-dodecil
34. 3,5,5-trimetilessil etilfosfonofluoridato
35. Docosil octil etere
36. 2-etiltiolano, S,S-diossido
37. -[2,3-diidro-4-idrossi-2-(2-idrossiisopropile)benzofurano-7-il]cromone
38. *n*-tetracosano
39. Butil triacontil etere
40. Borano, dietil(decilossi)-
41. Acido aminometilfosforico
42. Etil-2metilbutirrato
43. Benzaldeide
44. 3,7-dimetil-1-ottanolo
45. Ottano, 4-cloro-
46. 1-decanolo
47. Ciclopropano, ottil-
48. 1-dodecene
49. *gamma*-nonalattone
50. 1-tetradeceno
51. Acetato decile
52. 1H-benzimidazolo-2-carbossialdeide
53. 2',4'-diidrossipropiofenone

54. Alcol laurilico
55. Pentadecano
56. 1-decanolo, 2-essile-
57. 1-Esadecanolo
58. *n*-esadecano
59. Dodecil eptil etere
60. Isobutile esadecile etere
61. 10-Eneicosano (c,t)
62. Acido ossalico, allile tridecile estere
63. Dodecil nonil etere
64. Acido tricloroacetico, pentadecile estere
65. 1-tricoseno
66. Nonil tetradecil etere
67. Alcol behenilico
68. Acido carbonico, eicosile vinile estere
69. Silano, triclorodocosil-
70. *n*-tetracosanolo-1
71. *n*-eicosano
72. Acido ossalico, ciclobutile ottadecile estere
73. Docosil pentil etere
74. Isobutile tetracosile etere
75. ecosile ottil etere
76. Ottacosile trifluoroacetato
77. esacosile pentile etere

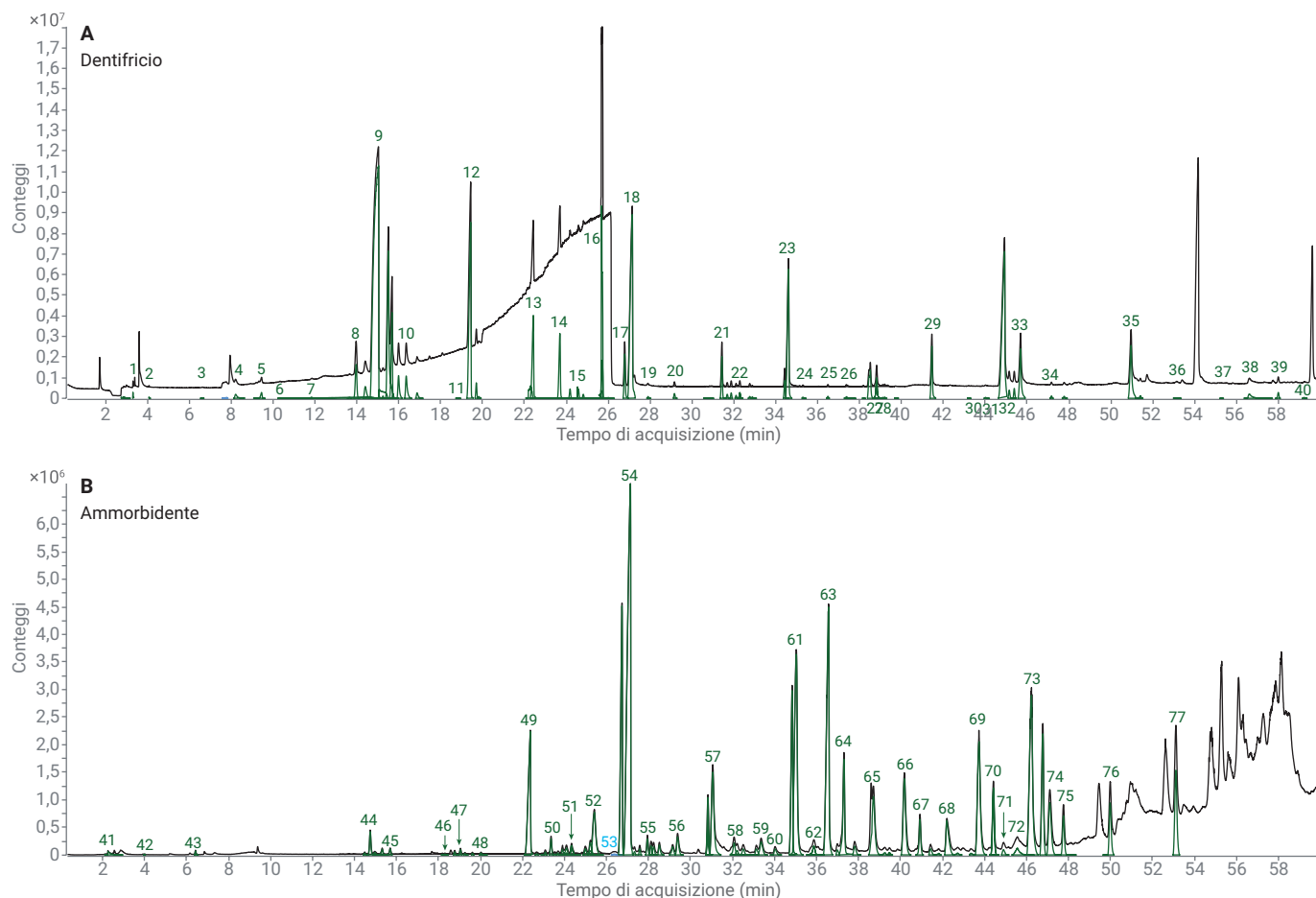


Figura 1. Cromatogrammi di dentifricio e ammorbidente che mostrano i composti identificati e i TIC.

1. Ossido di diazoto
2. Benzoile isocianato
3. 2,3-eptadien-5-ina, 2,4-dimetil-
4. Cicloesano, 1-butenilidene-
5. *p*-cresolo
6. Metil-1-silabenzociclobutene
7. Metil-1-silabenzociclobutene
8. Citronella
9. Mentone
10. L-Mentolo
11. L-Mentolo
12. *alfa*-terpineolo
13. Ciclopentano, 1-metil-1-(2-metil-2-propenil)-
14. d-piperitone
15. benzofuran, 2-metil-
16. Acetato di mentile; d,L-metil-2-(metiletil)cicloesil acetato
17. 2,4-ottadiene, 7,7-dimetil-
18. Tridecano
19. Eugenolo
20. *n*-tetradecano
21. *beta*-carofillene
22. 1H-benzimidazolo-2-carbossialdeide
23. 3,4-diidrossipropiofenone
24. 1-idrossi-7-idrossimetilindano, ciclic solfito estere
25. Acido propanoico, 2-metil-3-[4-*t*-butil]phenyl-
26. Isoamil salicilato
27. *n*-esadecano
28. Fosfosal
29. Eneicosano
30. 1-phenyl-2-(4-metilfenolo)-diazene 1-ossido
31. Benzile benzoato
32. *n*-ottadecano
33. Acido 2-metilbenzoico, 2-formil-4,6-diclorofenil estere
34. Pentacosano
35. *n*-eicosano
36. Acido solforoso, ottadecil pentil estere
37. Acido solforoso, 2-etilesil esadecil estere
38. Borano, dietil(decilossi)-
39. Entriacantano
40. Dotriacantano
41. Tetracosano, 11-decil-
42. Pentatriacantano
43. Acido arsenioso, *tris*(trimetilsilil) estere
44. Cianogeno bromuro
45. 1,2-propadiene, 1,3-dione
46. 2,3,5-trimetilpirazina
47. 2-propinenitrile, 3-fluoro-
48. 1-esene, 3,5-dimetil-
49. Nonanale
50. 1-pirolina, 3-etile-
51. 3,7-dimetil-1-ottano
52. 1-deceno
53. 1-decanolo
54. 2-propenale, 2-metil-3-phenyl-
55. *gamma*-nonalattone
56. Acetato decile
57. Vanillina, isopropile etere
58. Acetato cinnamile
59. 1-tetradecanolo
60. Etanolo, 2-(dodecilossi)-
61. *n*-Pentadecanolo
62. 1-Esadecanolo
63. Acido pentadecanoico
64. Ottadecano, 1-isocianato-
65. Esadecano, 1,16-dicloro-
66. 10-Eneicosano (c,t)
67. Acido carbonico, pentadecil prop-1-en-2-il estere
68. Dodecil nonil etere
69. Dodecil nonil etere
70. 1-Eicosanolo
71. Etanolo, 2-(ottadecilossi)-
72. Acido metossiacetico, ottadecil estere
73. Ottadecano, 1-isocianato-
74. 1-Propanamina, 3-dibenzo[b,e]tiepina-11(6H)-ilidene-N,N-dimetil-, S-ossido
75. Esadecil nonil etere
76. 1-Esacosano
77. Docosil pentil etere
78. 1-Propanamina, 3-dibenzo[b,e]tiepina-11(6H)-ilidene-N,N-dimetil-, S-ossido
79. Acido carbonico, decil esadecil estere
80. Docosil octil etere
81. 5H-Tetrazol-5-ammina
82. 1-Propanamina, 3-dibenzo[b,e]tiepina-11(6H)-ilidene-N,N-dimetil-, S-ossido
83. Clorotrifluorometano
84. Borano, dietil(decilossi)-

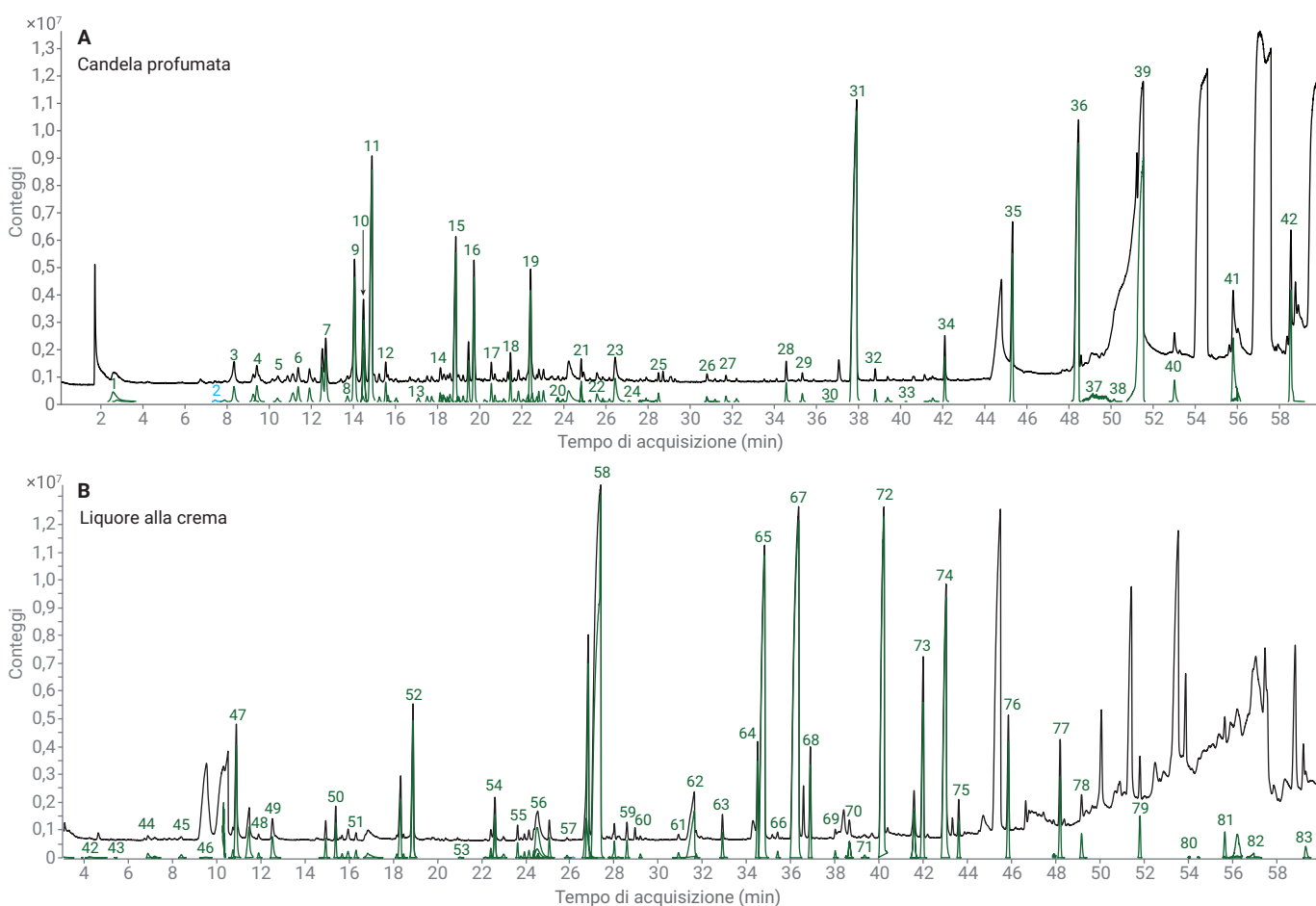


Figura 2. Cromatogrammi di candela profumata e di crema di liquore che mostrano i composti identificati e i TIC.

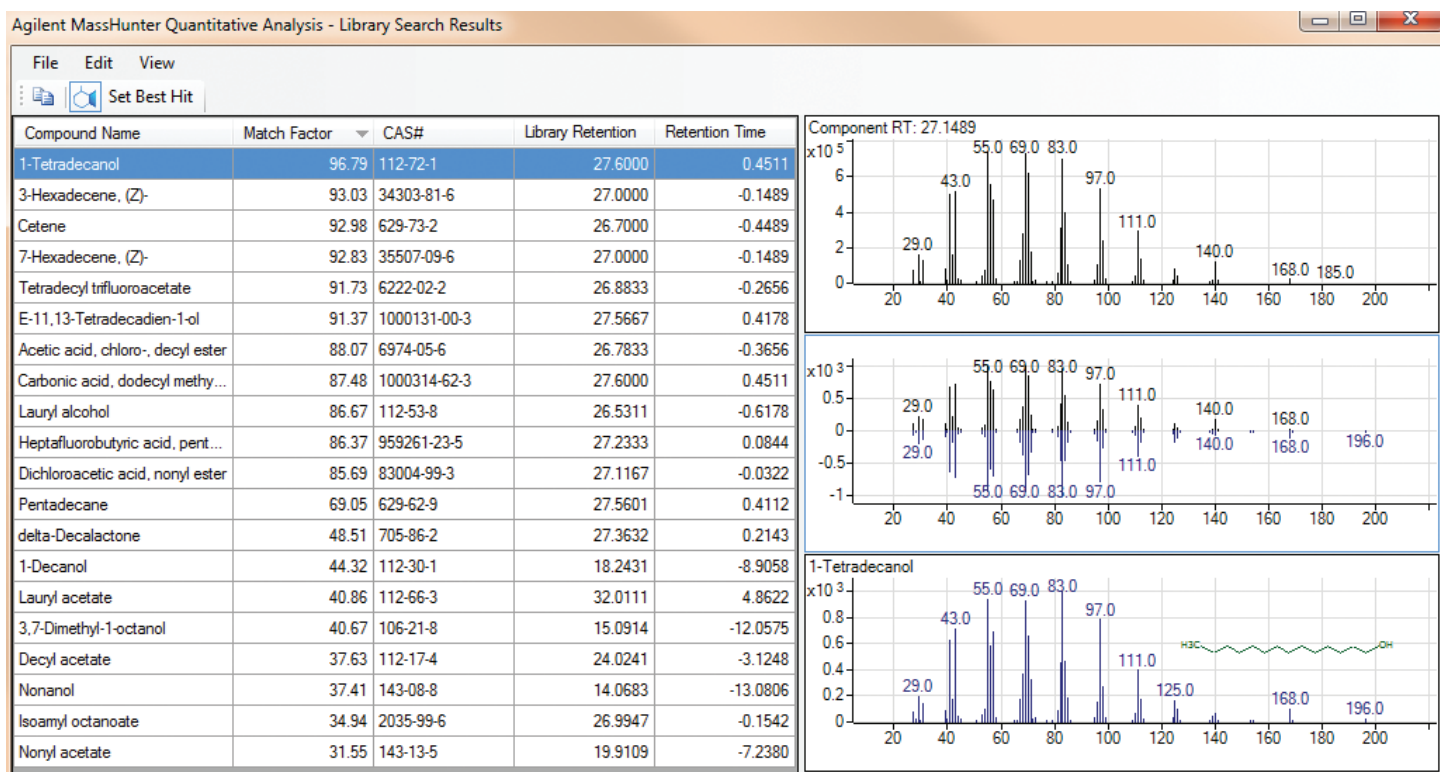


Figura 3. Il software MassHunter Unknowns Analysis permette di prendere in esame un'alternativa utilizzando il match factor e il tempo di ritenzione. Tale informazione può essere ottenuta mediante il match factor o in base alla differenza del tempo di ritenzione tra il tempo di ritenzione del componente e il valore di RT in libreria.

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. Informazioni su eugenolo e alcol stearilico ottenute dal Web e il collegamento ipertestuale utilizzato per MassHunter Unknown 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	0.5188	16.0237	
Methylsalicilate	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. Analisi del campione di dentifricio. Alcuni componenti sono stati identificati tramite libreria Agilent, altri consultando la NIST17. In entrambi i casi, il sistema ha calcolato il tempo di ritenzione utilizzando l'indice di ritenzione dalle librerie. Sono inoltre presenti due collegamenti ipertestuali: quello per il numero CAS rimanda alla pagina Web NIST per ottenere le informazioni chimiche, l'altro per il nome del composto rimanda alla pagina Web dell'azienda Goos Scents per ottenere le informazioni sulle proprietà cosmetiche e organolettiche, su fornitori, schede di sicurezza e così via.

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	

Figura 6. In questa tabella è stata disabilitata la funzione RT match penalty, per cui l'alcol laurilico è stato rilevato 10 volte, con un match factor superiore a 84 in tutti i rilevamenti. Soltanto uno però mostra il delta RT più basso e il match factor più elevato. Questa funzione ha reso più semplice l'identificazione dei composti. Quando è stata abilitata questa funzione, la ricerca ha prodotto un solo risultato.

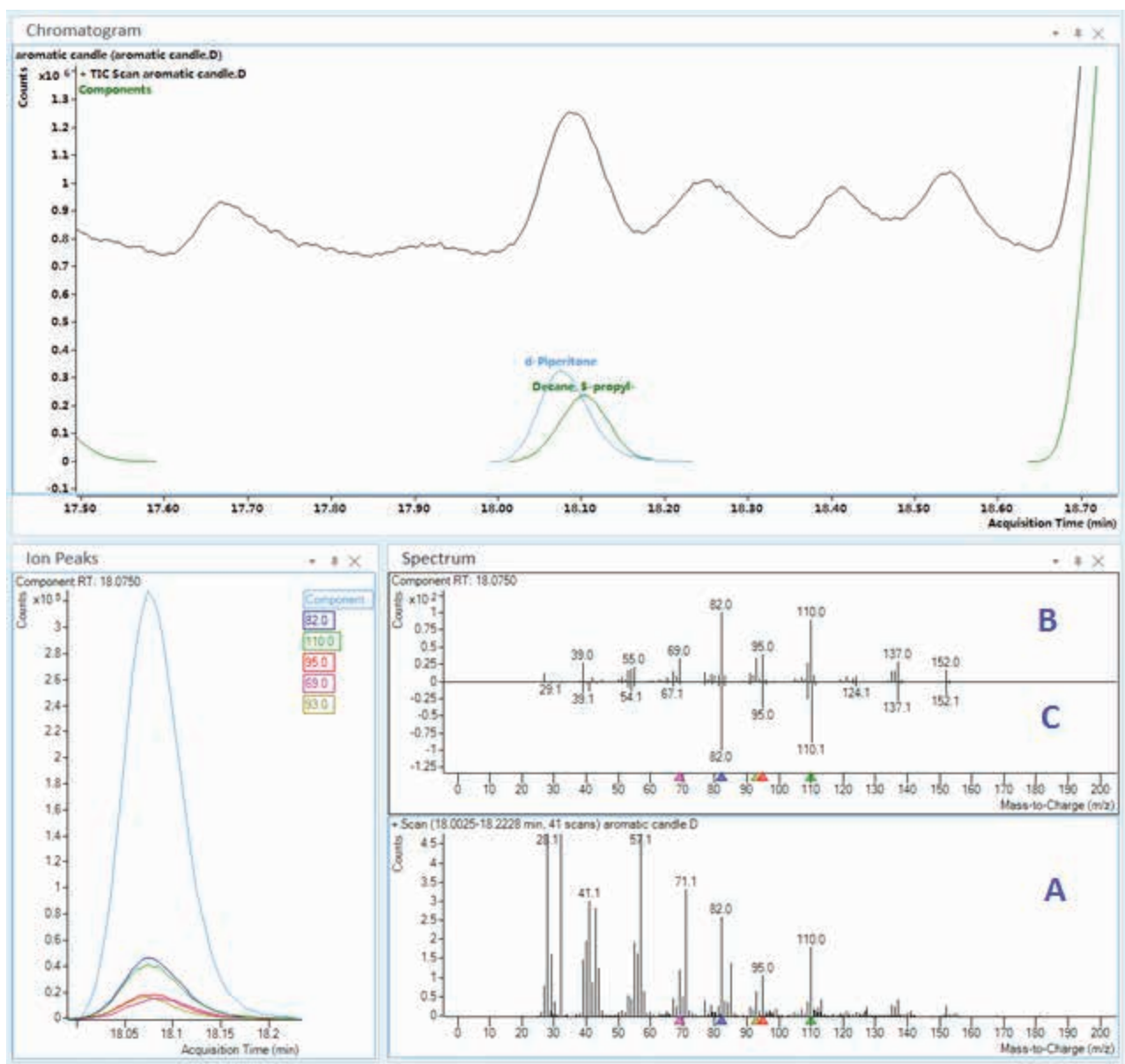


Figura 7. Il software MassHunter Unknowns Analysis utilizza un algoritmo di deconvoluzione per la separazione di due composti coeluiti. La finestra mostra lo spettro non deconvoluto (A), lo spettro deconvoluto del composto (B) e lo spettro di libreria (C) simultaneamente per semplificare la revisione dei dati.

Conclusioni

È stato sviluppato un metodo per l'analisi di aromi e fragranze presenti in matrici complesse senza preparazione del campione. Si è proceduto a depositare una piccola quantità di campione nel microvial che poi è stata inserita nella porta dell'iniettore. Questo metodo può essere utilizzato per le analisi di controllo qualità. Nel metodo, i tempi di ritenzione sono bloccati utilizzando n-esadecano come standard di blocco. Un database degli indici di ritenzione, contenente circa 400 composti, è stato modificato partendo da un metodo esistente. Tale database può essere utilizzato per identificare i costituenti in base al rispettivo tempo di ritenzione assoluto in condizioni bloccate. Il metodo bloccato assicura inoltre la stabilità dei tempi di ritenzione in funzione del tempo, tra colonne e strumenti.

Si è infine dimostrato che è possibile trasferire gli RI per i composti aromatici misurati in condizioni operative specifiche in tempi di ritenzione bloccati usando i tempi di ritenzione bloccati degli n-alcani. In questo modo, è possibile trasformare i database di RI esistenti nei database di tempi di ritenzione bloccati.

Appendice

La Figura 8 mostra il flusso di lavoro per la creazione delle librerie GC/MS deconvolute con i valori LRI e l'elaborazione dei file di dati del campione con il software MassHunter Unknowns Analysis. Per la procedura completa, si consulti la specifica tecnica Agilent Technologies *Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data*, codice pubblicazione 5991-8221EN.

Bibliografia

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*, codice pubblicazione 5989-2249EN, **2005**.
6. David, F. *et al.* Analysis of Essential Oil Compounds Using Retention Time Locked Methods and Retention Time Databases, nota applicativa *Agilent Technologies*, codice pubblicazione 5988-6530EN, **2002**.
7. Sandy, C.; Butler, I. Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data, specifica tecnica *Agilent Technologies*, codice pubblicazione 5991-8221EN, **2017**.
8. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. Retention Time Locking: Concepts and Applications, nota applicativa *Agilent Technologies*, codice pubblicazione 5966-2469EN, **1997**.

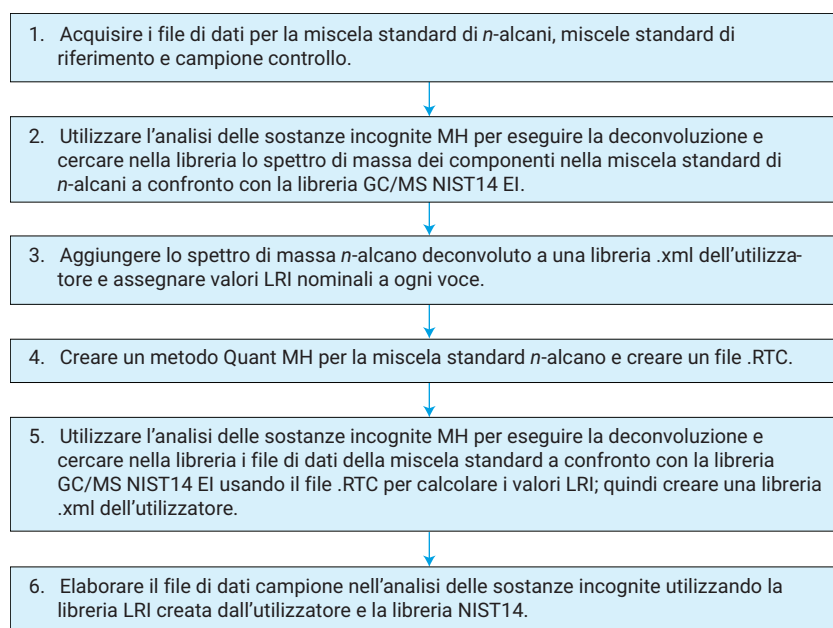


Figura 8. Flusso di lavoro per la creazione di librerie GC/MS deconvolute con i valori LRI.

Per ottenere informazioni qualitative sui componenti delle miscele complesse di aromi e fragranze, si può eseguire una ricerca nelle librerie utente abbinata alle librerie GC/MS disponibili in commercio (ad esempio NIST17). L'implementazione del blocco del tempo di ritenzione o di RI lineari può aumentare l'affidabilità nell'identificazione degli analiti riducendo i falsi positivi. La deconvoluzione dello spettro di massa, durante la ricerca nelle librerie GC/MS, offre uno spettro di massa di qualità superiore dei componenti sovrapposti o con eluizione ravvicinata.

La creazione di un collegamento ipertestuale nel software MassHunter Unknowns Analysis permette di ottenere maggiori informazioni sul composto selezionato.

1. Aprire il file *QuantAnalysis.exe.config* nel percorso:
ProgramFiles\Agilent\MassHunter\Workstation\Quant\bin
e modificare il link per l'URL desiderato. Per impostazione predefinita questo file è di sola lettura, per cui è necessario disabilitare questa funzione.
2. Aprire il file e cercare la riga:
<add key="Column.CASNumber.
Action" value="URL:http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID={0}"/>.
3. Per creare il nuovo collegamento ipertestuale del nome del composto in MassHunter, aggiungere la seguente riga
<add key="Column.CompoundName.
Action" value="URL:http://www.thegoodscentcompany.com/search3.php?qName={0}"/>.
4. Salvare il file.
5. Avviare il software MassHunter Unknowns Analysis. Nel campo del nome del composto comparire un nuovo collegamento ipertestuale da utilizzare per connettersi al Web e ottenere le informazioni cosmetiche e organolettiche, le schede tecniche e via dicendo (Figure 9 e 10).

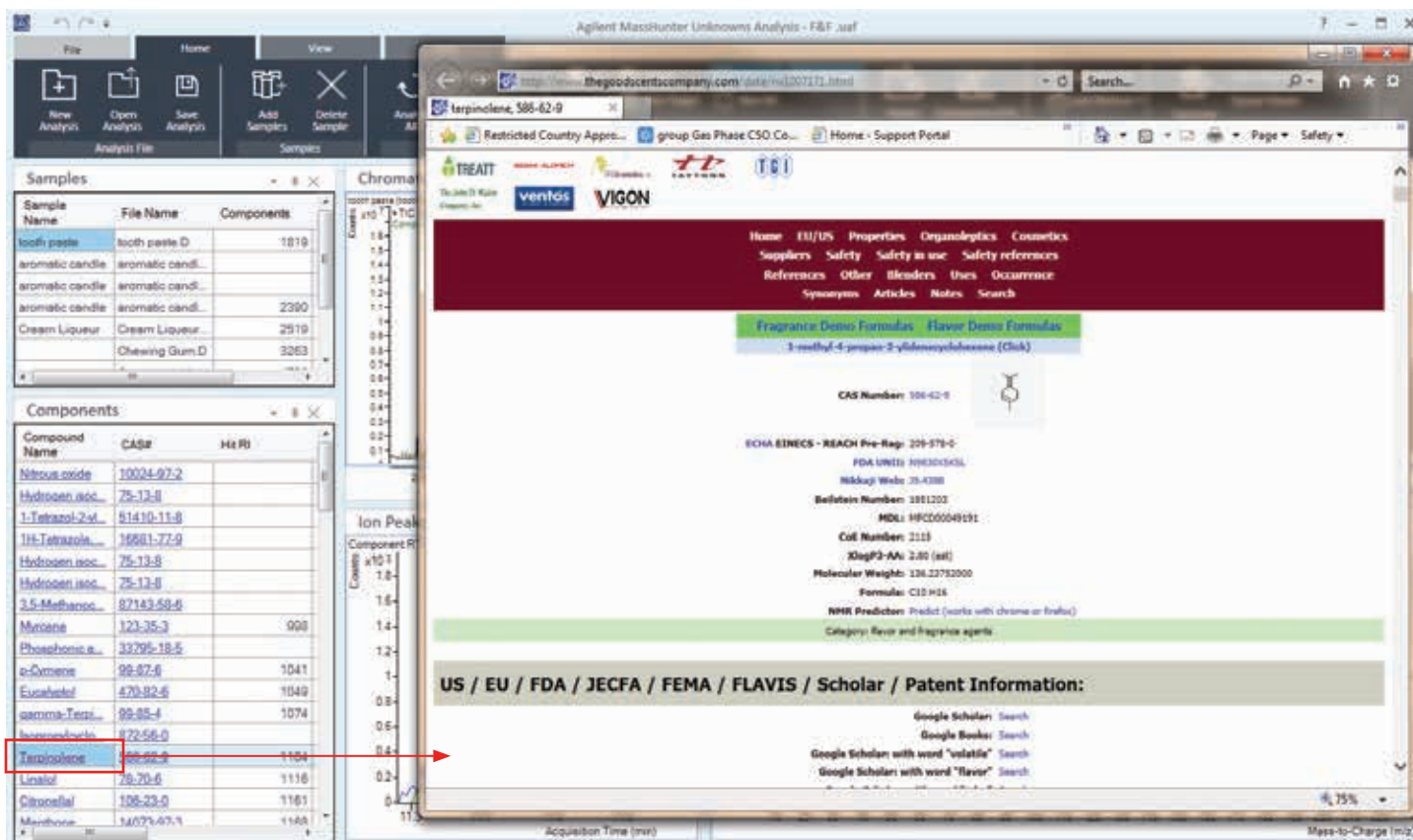


Figura 9. Collegamento ipertestuale che collega il nome del composto alla pagina Web nel software MassHunter Unknowns Analysis.

[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. Esempio di informazioni sul composto dalla pagina Web associata (<http://www.thegoodscentscompany.com>).

www.agilent.com/chem

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Stampato negli Stati Uniti, 11 aprile 2019
5994-05461TE

