

시료 전처리 없이 선형 머무름 지수를 이용한 복잡한 매트릭스 내의 향미료 및 향료 프로파일링

저자

Eleazar Rojas Santiago
Agilent Technologies, Inc.

개요

본 응용 자료는 향미료 및 향료 화합물의 분석법을 기술합니다. 이 분석법은 Agilent Intuvo 9000 GC 및 Agilent 5977B GC/MSD로 일정 유속에서 thermal separation probe 및 백플러시를 이용한 가스 크로마토그래피/질량 분석법(GC/MS)을 사용합니다. 비누, 향초, 치약, 바디 로션 및 섬유 유연제 등과 같은 복잡한 매트릭스 내의 향미료 및 향료 화합물을 시료 전처리 없이 분석했습니다. 시료는 thermal separation probe를 사용하여 GC/MSD 시스템에 주입했습니다. Deconvoluted 질량 스펙트럼과 선형 머무름 지수 결과를 이용해 식별 작업을 수행했습니다. 또한 관능 및 화장품 정보를 얻기 위해 화합물 명을 향료 및 향미료 웹 사이트와 연결하는 하이퍼링크를 생성했습니다.

소개

Agilent Thermal Separation Probe(TSP)는 식품 테스트, 법과학 및 환경 응용 분야의 다양한 오염된 액체 및 고체 시료를 GC/MS로 빠르게 분석하는 데 이상적입니다. Thermal separation probe의 이점은 다음과 같습니다.

- 시료 전처리가 거의 또는 전혀 필요 없음
- 기존의 직접 시료 프로브보다 적은 위험 및 더 우수한 유연성
- 기존의 직접 시료 프로브로 인한 오염 또는 성능 저하 위험 감소
- Split flow ratio 조절로 시료 전달 제어; 과부하 또는 검출기 오염 방지
- 주입구 및 GC 컬럼의 온도 프로그래밍으로 다성분 시료 식별 개선; 기존의 직접 시료 프로브로는 불가능
- GC/MS 시스템에서 TSP를 사용하는 두 가지 방법: 보다 긴 분석 컬럼으로 복잡한 시료 분리, 짧은 비활성 캐필러리 컬럼을 이용한 순수한 시료의 MS 이송

GC/MS는 향료와 향미료 화합물 분석에 오랫동안 사용되어 왔습니다¹. GC/MS는 아마도 가장 강력한 기술로 확장된 질량 스펙트럼 라이브러리를 이용할 수 있지만 완전한 식별은 수행할 수 없습니다. 향미료 및 향료 품질 관리에는 GC/MS를 보완하는 기법으로 머무름 지수(RI)를 이용한 GC/MS가 여전히 자주 이용됩니다. 많은 향미료 및 향료 화합물에 대한 RI를 몇몇 라이브러리에서 얻을 수 있습니다²⁻⁴. RI는 절대 머무름 시간보다 작동 파라미터에 대한 의존도가 더 낮지만 여전히 대부분의 컬럼 유형(고정상 및 공급업체) 및 온도 프로그램,

그리고 일부의 운반 가스 속도의 영향을 받습니다. 따라서 서로 다른 실험실에서 생성된 RI를 재현하기가 어려울 수 있습니다. 향미료 및 향료 업계의 많은 회사들은 지금까지 선택한 컬럼과 조건에 기반하여 자체 분석법을 이용합니다.

Agilent MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어는 동시 용리 매트릭스 화합물에 숨겨져 있는 화합물도 식별할 수 있는 deconvolution 과정을 사용합니다. 이러한 deconvolution 과정은 자동으로 이루어지며 총 이온 크로마토그램(TIC)을 얻는 데 1~2분 밖에 걸리지 않습니다. 이 과정을 이용하면 분석자가 신뢰할 수 있고 재현성 있는 결과를 빠르게 얻을 수 있을 뿐만 아니라 위양성(false positive)과 위음성(false negative)도 최소화됩니다⁵.

많은 머무름 데이터를 이미 RI로 사용하고 있기 때문에 이러한 데이터를 고정 머무름 시간과 매치하는 절대 머무름 시간으로 전환할 수 있는지도 평가할 수 있습니다. 기존 머무름 지수 라이브러리로부터 RI를 실험 데이터와 매치하는 절대 머무름 시간으로 다시 계산할 수 있다는 것을 입증하였습니다. 본 연구에서는 RI를 포함한 두 개의 라이브러리가 사용되었으며, 각각 NIST 2017과 애질런트 향미료 및 향료 RTL 라이브러리입니다⁶.

Intuvo 9000 GC는 다음과 같은 기술 혁신을 가지고 있습니다.

- 기존의 공기 가열 오븐에 비해 더 빠르고, 전력 소모를 반으로 절감하며, 기존 GC 공간의 절반만 차지하는 직접 가열 시스템 포함
- 페룰 없는 직접 연결과 플러그 앤 플레이 유동 경로 덕분에 복잡성과 누출 가능성의 주요 원인 제거
- 유니크한 일회용 Intuvo Guard Chip으로 컬럼 끝단 자름의 필요성 제거

실험

멀티모드 주입구(MMI) 및 컬럼 후 백플러시를 장착한 Intuvo 9000 GC를 이용하여 분석을 수행했습니다. 실제 주입이 이루어지기 전에 가벼운 성분이 손실되는 문제를 방지하기 위해 낮은 온도에서 TSP를 도입하도록 MMI를 60°C로 설정했습니다. TSP 도입 후, MMI 온도를 600°C/분의 속도로 280°C까지 승온시켰습니다. 분리는 Agilent HP-5MS, 30m × 0.25mm id, 0.25µm 컬럼(β = 250)(p/n 19091S-433-INT)에서 수행하였습니다. 일정 유속의 약 65kPa (9.43 psi)의 헬륨을 운반 가스로 사용하였습니다. 표 1에 분석 조건을 요약하였습니다.

표 1. GC/MS 분석 조건

파라미터	설명
컬럼	HP-5MS, 30m × 0.25mm id, 0.25µm(p/n 19091S-433-INT)
주입	MMI, 분할비 100:1, 0.2분 40°C, 그 다음 900°C/분의 속도로 300°C까지 승온
운반 가스	헬륨(13.4 psi), 일정 유속
RTL	n-hexadecane에 대해 32,000분의 머무름 시간을 얻기 위해 유속을 1.46mL/분으로 설정
오븐 프로그램	3°C/분의 속도로 60°C에서 240°C로 승온(60분 분석 시간)
Guard Chip	Intuvo, 멀티모드 주입구
온도 프로그램	오븐 추적
검출	스캔 모드에서 MSD XTR 6mm(40 ~ 400amu) 용매 지연: 0분 이송 라인: 300°C

검량 머무름 시간(CRT) 파일을 생성하기 위해 표 2에 설명한 조건에서 C₆ ~ C₄₄의 알케인 혼합물을 주입했으며, MassHunter를 사용해 파일을 분석하고 라이브러리 머무름 시간을 계산하였습니다.

MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어에서 두 라이브러리의 RI와 deconvolution 과정을 사용해 데이터를 처리하였습니다. 이 소프트웨어는 여러 라이브러리의 CRT 파일과 RI를 이용해 라이브러리 머무름 시간을 계산하고 라이브러리 머무름 시간과 실제 머무름 시간 간의 차이를 계산합니다. 머무름 시간 필터와 최소 매치 인수를 적용하여 잘못된 식별을 제거할 수 있었습니다.

RI 전환

선형 머무름 지수(LRI)를 사용하려면 관심 대상 분석물질의 용리 범위에서 n-알케인 혼합물을 분석해야 합니다. 각 n-알케인에는 탄소 원자의 수에 100을 곱한 값에 기반한 LRI 값이 할당됩니다. 예를 들어, 옥테인 (n-C₈)에는 800의 LRI가 할당되고 노네인 (n-C₉)에는 900의 LRI가 할당되며 데케인 (n-C₁₀)에는 1,000의 LRI 값이 할당됩니다. 주어진 분석물질의 LRI는 분석물질 직전이나 직후에 용리되는 n-알케인과의 상대 용리 위치에 따라 계산됩니다.

표 2. MassHunter Unknowns Analysis 분석법 파라미터

파라미터	설명
RT 범위 크기 인자	25, 50, 100, 200
피크 필터 SNR 임계값	5
매치 인수(RT 지연)	사용 가능 사다리꼴 RT 범위: 60초 지연 없는 RT 범위: 30초
최소 매치 인수	75
라이브러리 검색 유형	스펙트럼 검색

온도 프로그래밍 GC의 경우, LRI는 다음 공식으로 계산됩니다.

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

여기서

I = 선형 머무름 지수

n = 분석물질 직전에 용리되는 n-알케인의 탄소 원자 수

N = 분석물질 직후에 용리되는 n-알케인의 탄소 원자 수

t_r = 머무름 시간

머무름 지수에 기반해, n-알케인의 머무름 시간을 참조 화합물로 사용하여 절대 머무름 시간을 계산했습니다.

이러한 절대 머무름 시간은 머무름 지수 계산에 사용된 원래의 머무름 시간이 아니라 계산된 값입니다. 즉, 컬럼 규격과 온도 프로그램이 동일하다면 n-알케인에 대해 고정 머무름 시간을 이용하여 기존 데이터베이스에 있는 RI로부터 머무름 시간을 계산할 수 있다는 것입니다⁷.

본 연구에서는 시료 전처리 없이 여러 개의 시료를 분석했습니다. 마이크로바이알에 수 밀리그램만 주입했습니다(바이알 부피 40μL). 관능적 특성을 갖추고 있다는 점, 그리고 복잡한 매트릭스로 인해 시린지를 사용해 GC 포트에 직접 주입할 수 없다는 점 때문에 시료를 선택하였습니다.

결과 및 토의

그림 1과 2는 치약, 섬유 유연제, 향초 및 크림 리큐어 시료에서 식별된 화합물과 TIC를 포함한 크로마토그램을 나타냅니다. 그림 3은 MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어의 라이브러리 검색 결과를 나타냅니다. 또한, 웹에 나온 정보를 이용해 식별된 화합물이 향미료 및 향료 산업과 관련이 있는지 확인할 수 있습니다(그림 4 참조). Sorry, your search: "Docosyl octyl ether" returned zero results. 라는 메시지가 표시되면 이 화합물이 향미료 또는 향료 성분과 관련이 없다는 것을 나타냅니다.

- | | | |
|---|--|---|
| 1,2. Hydrogen isocyanate | 28. Methoxyacetic acid, octadecyl ester | 54. Lauryl alcohol |
| 3. 3,5-Methanocyclopentapyrazole, 3,3a,4,5,6,6a-hexahydro-3a,4,4-trimethyl- | 29. 1-Heneicosyl formate | 55. Pentadecane |
| 4. Phosphonic acid, (p-hydroxyphenyl)- | 30. 1-Hexacosene | 56. 1-Decanol, 2-hexyl- |
| 5. Eucalyptol | 31. Carbonic acid, eicosyl prop-1-en-2-yl ester | 57. 1-Hexadecanol |
| 6. <i>gamma</i> -Terpinene | 32. <i>n</i> -Eicosane | 58. <i>n</i> -Hexadecane |
| 7. Linalol | 33. Disulfide, di- <i>tert</i> -dodecyl | 59. Dodecyl heptyl ether |
| 8. Menthone | 34. 3,5,5-Trimethylhexyl ethylphosphonofluoridate | 60. Isobutyl hexadecyl ether |
| 9. Cyclopentene, 1-isopropyl-4,5-dimethyl- | 35. Docosyl octyl ether | 61. 10-Heneicosene (c,t) |
| 10. 1-Decene | 36. 2-Ethylthiolane, S,S-dioxide | 62. Oxalic acid, allyl tridecyl ester |
| 11. 1-Decanol | 37. -[2,3-dihydro-4-hydroxy-2-(2-hydroxyisopropyl)benzofuran-7-yl]chromone | 63. Dodecyl nonyl ether |
| 12. Anethole | 38. <i>n</i> -Tetracosane | 64. Trichloroacetic acid, pentadecyl ester |
| 13. Eugenol | 39. Butyl triacontyl ether | 65. 1-Tricosene |
| 14. 7-Tetradecene, (Z)- | 40. Borane, diethyl(decyloxy)- | 66. Nonyl tetradecyl ether |
| 15. 1-Undecanol, acetate | 41. Aminomethanesulfonic acid | 67. Behenic alcohol |
| 16. Hydrogen isocyanate | 42. Ethyl-2methylbutyrate | 68. Carbonic acid, eicosyl vinyl ester |
| 17. Tetradecane, 1-chloro- | 43. Benzaldehyde | 69. Silane, trichlorodocosyl- |
| 18. Lauryl alcohol | 44. 3,7-Dimethyl-1-octanol | 70. <i>n</i> -Tetracosanol-1 |
| 19. Pentadecane | 45. Octane, 4-chloro- | 71. <i>n</i> -Eicosane |
| 20. <i>n</i> -Pentadecanol | 46. 1-Decanol | 72. Oxalic acid, cyclobutyl octadecyl ester |
| 21. 1-Nonadecene | 47. Cyclopropane, octyl- | 73. Docosyl pentyl ether |
| 22. Lauryl acetate | 48. 1-Dodecene | 74. Isobutyl tetracosyl ether |
| 23. 1-Octadecanol | 49. <i>gamma</i> -Nonalactone | 75. Eicosyl octyl ether |
| 24. Sulfurous acid, butyl undecyl ester | 50. 1-Tetradecene | 76. Octacosyl trifluoroacetate |
| 25. 1-Docosene | 51. Decyl acetate | 77. Hexacosyl pentyl ether |
| 26. Carbonic acid, hexadecyl prop-1-en-2-yl ester | 52. 1H-Benzimidazole-2-carboxaldehyde | |
| 27. <i>n</i> -Octadecane | 53. 2',4'-Dihydroxypropiophenone | |

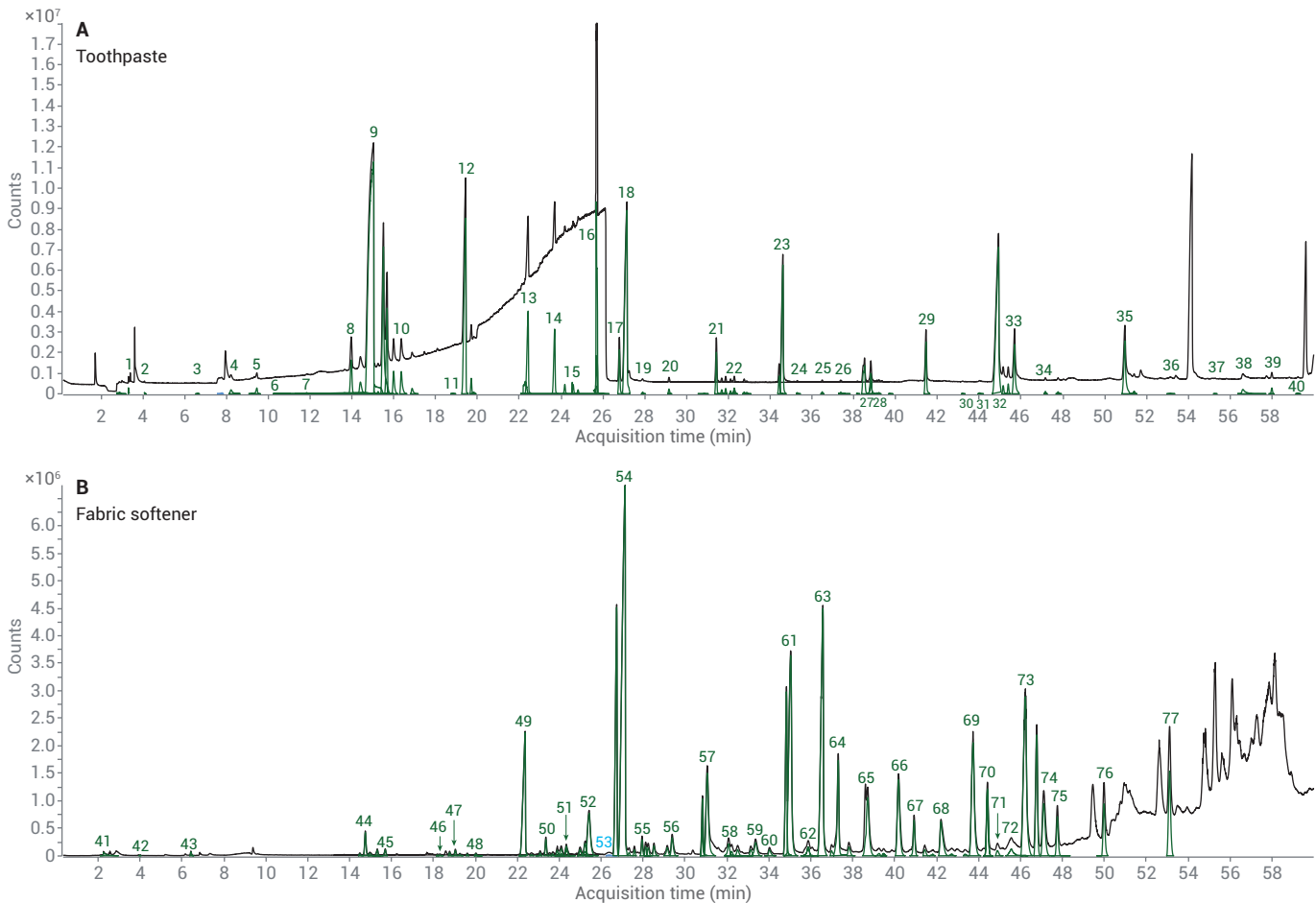


그림 1. 식별된 화합물과 TIC를 보여주는 치약 및 섬유 유연제 크로마토그램

1. Nitrous oxide
2. Benzoyl isothiocyanate
3. 2,3-Heptadien-5-yne, 2,4-dimethyl-
4. Cyclohexane, 1-butenylidene-
5. *p*-Cresol
6. Methyl-1-silabenzocyclobutene
7. Methyl-1-silabenzocyclobutene
8. Citronellal
9. Menthone
10. L-Menthol
11. L-Menthol
12. α -Terpineol
13. Cyclopentane, 1-methyl-1-(2-methyl-2-propenyl)-
14. *d*-Piperitone
15. Benzofuran, 2-methyl-
16. Menthyl acetate; *d*,*L*-methyl-2-(methylethyl)cyclohexyl acetate
17. 2,4-Octadiene, 7,7-dimethyl-
18. Tridecane
19. Eugenol
20. *n*-Tetradecane
21. β -Caryophyllene
22. 1*H*-Benzimidazole-2-carboxyaldehyde
23. 3,4-Dihydroxypropiophenone
24. 1-Hydroxy-7-hydroxymethylindane, cyclic sulfite ester
25. Propanoic acid, 2-methyl-3-[4-*t*-butyl]phenyl-
26. Isoamyl salicylate
27. *n*-Hexadecane
28. Fosfosal
29. Heneicosane
30. 1-Phenyl-2-(4-methylphenyl)-diazene 1-oxide
31. Benzyl benzoate
32. *n*-Octadecane
33. 2-Methylbenzoic acid, 2-formyl-4,6-dichlorophenyl ester
34. Pentacosane
35. *n*-Eicosane
36. Sulfurous acid, octadecyl pentyl ester
37. Sulfurous acid, 2-ethylhexyl hexadecyl ester
38. Borane, diethyl(decyloxy)-
39. Hentriacontane
40. Dotriacontane
41. Tetracosane, 11-decyl-
42. Pentatriacontane
43. Arsenous acid, *tris*(trimethylsilyl) ester
44. Cyanogen bromide
45. 1,2-Propadiene-1,3-dione
46. 2,3,5-Trimethylpyrazine
47. 2-Propylenitrile, 3-fluoro-
48. 1-Hexene, 3,5-dimethyl-
49. Nonanal
50. 1-Pyrroline, 3-ethyl-
51. 3,7-Dimethyl-1-octanol
52. 1-Decene
53. 1-Decanol
54. 2-Propenal, 2-methyl-3-phenyl-
55. γ -Nonalactone
56. Decyl acetate
57. Vanillin, isopropyl ether
58. Cinnamil acetate
59. 1-Tetradecanol
60. Ethanol, 2-(dodecyloxy)-
61. *n*-Pentadecanol
62. 1-Hexadecanol
63. Pentadecanoic acid
64. Octadecane, 1-isocyanato-
65. Hexadecane, 1,16-dichloro-
66. 10-Heneicosene (c,t)
67. Carbonic acid, pentadecyl prop-1-en-2-yl ester
68. Dodecyl nonyl ether
69. Dodecyl nonyl ether
70. 1-Eicosanol
71. Ethanol, 2-(octadecyloxy)-
72. Methoxyacetic acid, octadecyl ester
73. Octadecane, 1-isocyanato-
74. 1-Propanamine, 3-dibenzo[b,e]thiepin-11(6*H*)-ylidene-*N,N*-dimethyl-, *S*-oxide
75. Hexadecyl nonyl ether
76. 1-Hexacosene
77. Docosyl pentyl ether
78. 1-Propanamine, 3-dibenzo[b,e]thiepin-11(6*H*)-ylidene-*N,N*-dimethyl-, *S*-oxide
79. Carbonic acid, decyl hexadecyl ester
80. Docosyl octyl ether
81. 5*H*-Tetrazol-5-amine
82. 1-Propanamine, 3-dibenzo[b,e]thiepin-11(6*H*)-ylidene-*N,N*-dimethyl-, *S*-oxide
83. Chlorotrifluoromethane
84. Borane, diethyl(decyloxy)-

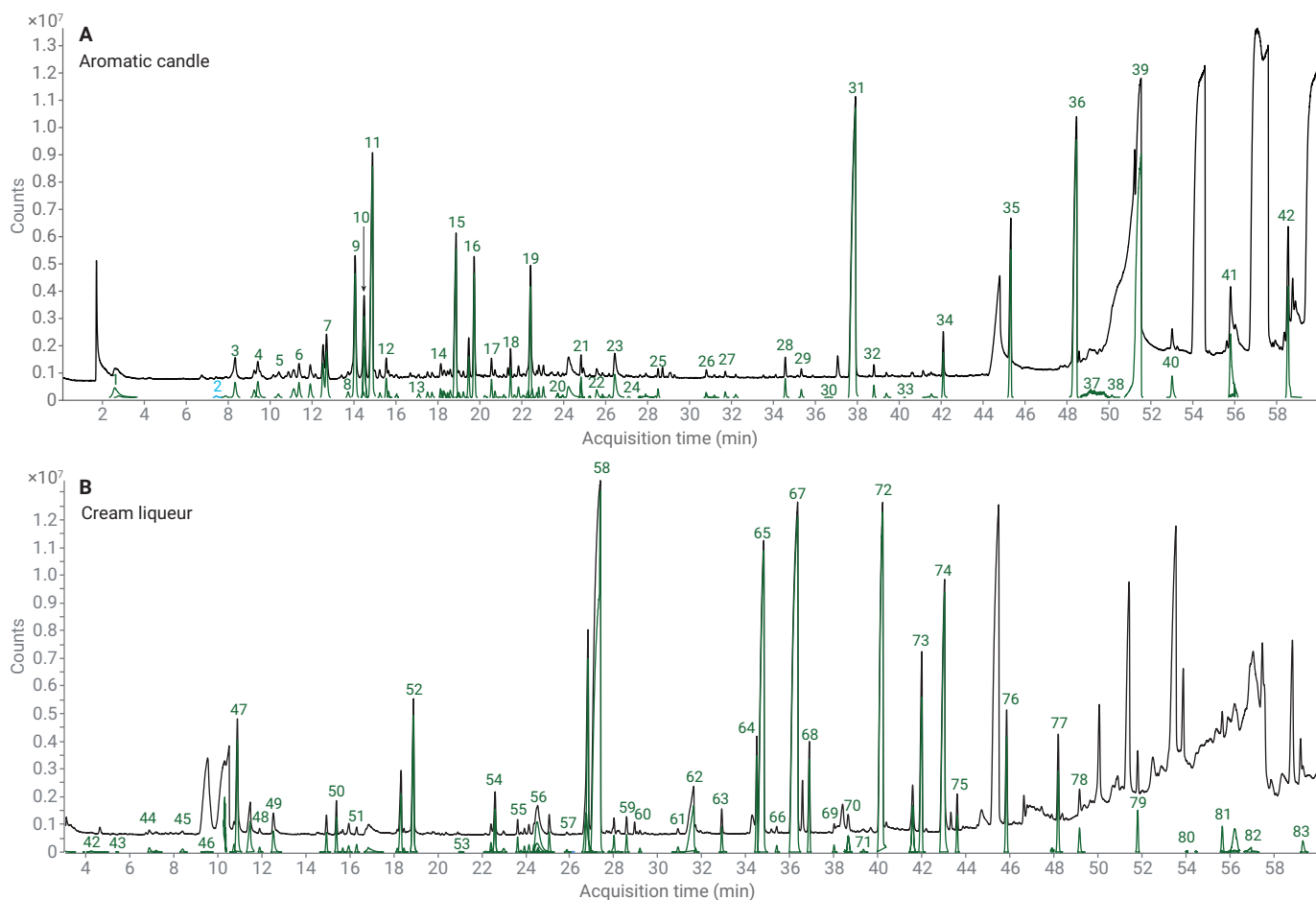


그림 2. 식별된 화합물 및 TIC를 보여주는 향초 및 크림 리큐어 크로마토그램

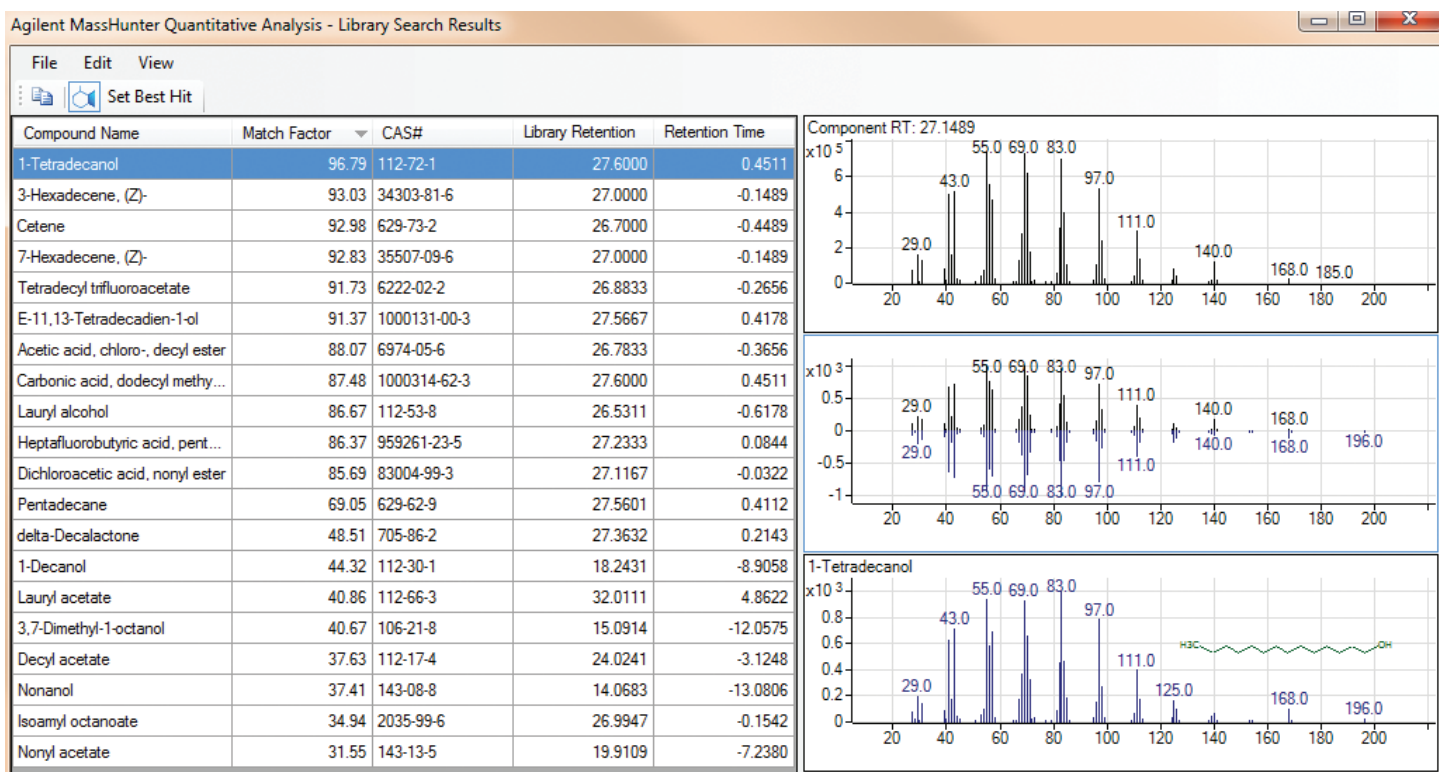


그림 3. MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어는 매치 인수와 머무름 시간을 사용하여 대안을 평가할 수 있습니다. 이 정보는 매치 인수 또는 성분 RT와 라이브러리 RT 사이의 머무름 시간 차이를 기준으로 분류될 수 있습니다.

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

그림 4. 웹에서 얻은 eugenol 및 stearyl alcohol에 관한 정보와 하이퍼링크로 생성된 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	13.6518	-0.0676	13.5842	
l-Menthone	14073-97-3	98.5	NIST17.L	1154	-6	1148	13.9649	-0.8293	13.1355	
Menthone	14073-97-3	85.8	flavor_RI_NoR...	1165	-1	1164	14.4009	-0.0446	14.3563	
L-Menthol	2616-51-5	91.7	flavor_RI_NoR...	1186	-12	1173	15.2483	-0.5016	14.7467	
Cyclopentane, 1-butyl-2-propyl-	62199-50-2	94.8	NIST17.L	1192	27	1219	15.5049	0.5188	16.0237	
Methylsalicylate	119-36-8	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	1219	16.3576	-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	
Spiro[5.5]undecane	180-43-8	80.3	NIST17.L	1240	-6	1234	17.4660	-0.8190	16.6470	
l-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	

그림 5. 치약 시료 분석. 일부 성분은 애질런트 라이브러리로 식별되었고 기타 성분은 NIST17로 식별되었습니다. 두 가지 경우 모두에서, 시스템은 라이브러리의 머무름 지수를 사용하여 머무름 시간을 계산합니다. 또한 두 개의 하이퍼링크가 있는데, CAS 번호에 대한 하이퍼링크는 화학 정보를 얻기 위한 NIST 웹페이지로 이동하며 화합물 명에 대한 하이퍼링크는 관능 및 화장품 특성, 공급 업체, 안전 데이터시트 등에 대한 정보를 얻기 위한 Good Scents 회사 웹페이지로 이동합니다.

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	98.7	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	84.7	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	

그림 6. 이 표에서는 RT 매치 지연 시간이 적용되지 않아 lauryl alcohol은 10회 측정되었으며 모두의 매치 인수는 84 이상이었습니다. 그러나 델타 RT가 낮고 매치 인수가 가장 높은 결과는 단 하나입니다. 이 기능은 화합물 식별을 쉽게 만들었습니다. 이 기능을 사용하면 검색 결과에 하나의 화합물만 나타납니다.

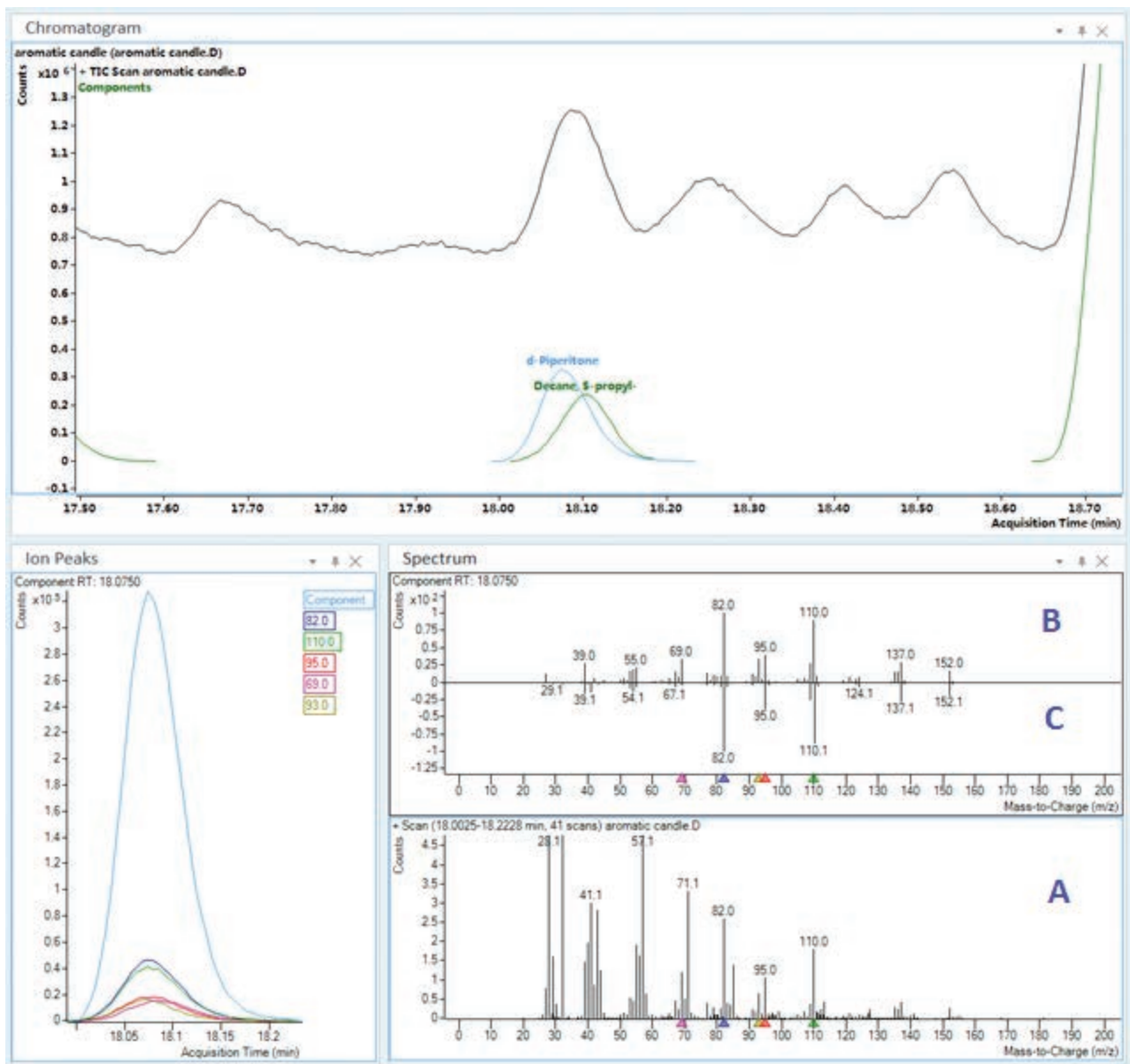


그림 7. MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어는 deconvolution 알고리즘을 사용하여 두 개의 동시 용리 화합물을 분리합니다. Undeconvoluted 스펙트럼(A), 화합물 deconvoluted 스펙트럼(B) 및 라이브러리 스펙트럼(C)이 동일한 창에 표시됨으로써 데이터를 쉽게 검토할 수 있습니다.

결론

시료 전처리 없이 복잡한 매트릭스에서 향미료 및 향료를 분석하기 위한 분석법을 개발했습니다. 소량의 시료를 마이크로바이알에 주입하고 주입구 포트에 삽입했습니다. 이 분석법은 품질 관리 분석에 이용될 수 있습니다. 이 분석법은 고정 표준물질로서 n-exadecane을 이용한 머무름 시간 고정 분석법입니다. 기존 분석법에서 약 400종 화합물을 포함한 머무름 지수 데이터베이스가 수정되었습니다. 이 데이터베이스는 고정된 조건 하에서 절대 머무름 시간에 기반하여 성분을 확인하는 데 사용될 수 있습니다. 고정된 분석법은 또한 컬럼 간 및 기기 간에 시간의 함수로서 머무름 시간의 안정성을 보장합니다.

마지막으로, 특정한 작동 조건에서 측정된 향미료 화합물의 RI는 n-알케인의 고정 머무름 시간을 이용해 고정 머무름 시간으로 전환시킬 수 있음이 입증되었습니다. 따라서, 기존 RI 데이터베이스는 고정 머무름 시간 데이터베이스로 전환할 수 있습니다.

참고문헌

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**.

부록

그림 8은 MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어에서 LRI 값을 포함한 deconvolution GC/MS 라이브러리를 생성하고 시료 데이터 파일을 처리하기 위한 워크플로를 보여줍니다. 전체 절차는 애질런트 테크놀로지스 데이터시트 *Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data*(발행물 번호 5991-8221EN)에서 확인할 수 있습니다.

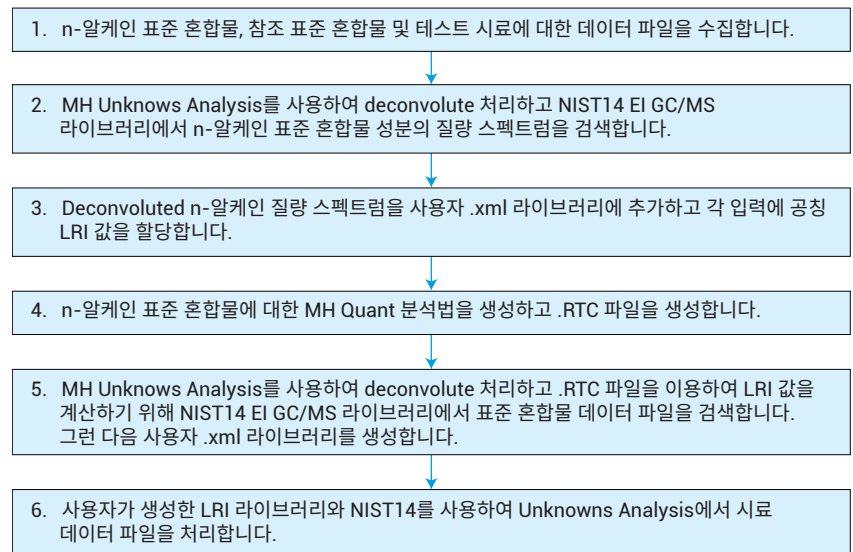


그림 8. LRI 값을 이용해 deconvoluted GC/MS 라이브러리를 생성하기 위한 워크플로

복잡한 향미료 및 향료 혼합물의 성분에 대한 정성 정보를 얻기 위해, 사용자 라이브러리를 상용 GC/MS 라이브러리(NIST17 등)와 함께 검색할 수 있습니다. 머무를 시간 고정 또는 선형 RI를 효율적으로 사용하면 위양성(false positive)을 줄여 분석물질 식별의 신뢰성을 개선할 수 있습니다. 질량 스펙트럼 deconvolution은 GC/MS 라이브러리에서 검색할 때, 근접하게 용리/중첩되는 성분에 대해 향상된 품질의 질량 스펙트럼을 제공합니다.

선택된 화합물에 대한 보다 자세한 정보를 얻기 위해 MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어에서 하이퍼링크를 생성할 수 있습니다.

1. 다음 경로에서 *QuantAnalysis.exe.config* 파일을 엽니다.
ProgramFiles\Agilent\MassHunter\Workstation\Quant\bin
그리고 원하는 URL 링크를 편집합니다.
이 파일은 기본적으로 읽기만 가능한 상태이므로 이 특성을 비활성화시켜야 합니다.
2. 파일을 열고 다음 라인을 찾습니다.
`<add key="Column.CASNumber.Action" value="URL:http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID={0}" />`
3. 다음 라인을 추가해 MassHunter에 화합물 명에 대한 새 하이퍼링크를 생성합니다.
`<add key="Column.CompoundName.Action" value="URL:http://www.thegoodscentscompany.com/search3.php?qName={0}" />`

4. 파일을 저장합니다.
5. MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어를 시작합니다. 이제 화합물 명 필드와 웹을 연결해 관능 및 화장품 정보, 데이터 시트 등을 가져오는 새 하이퍼링크가 생깁니다(그림 9 및 10).

The screenshot shows the Agilent MassHunter Unknowns Analysis software interface. On the left, the 'Samples' and 'Components' tables are visible. The 'Components' table lists various compounds, with 'Terpinolene' highlighted in blue. A red arrow points from the 'Terpinolene' entry to a web browser window on the right. The browser window displays the chemical information for Terpinolene (CAS Number: 586-62-9) from the website 'the goodscents company'. The page includes various identifiers (ECHA EINECS, FDA UNII, Nikkaji Web, Beilstein Number, MDL, CoE Number, XlogP3-AA, Molecular Weight, Formula, NMR Predictor) and a section for 'US / EU / FDA / JECFA / FEMA / FLAVIS / Scholar / Patent Information' with search links for Google Scholar, Google Books, and Google Scholar with specific keywords.

Sample Name	File Name	Components
tooth paste	tooth paste.D	1819
aromatic candle	aromatic candl...	
aromatic candle	aromatic candl...	
aromatic candle	aromatic candl...	2390
Cream Liqueur	Cream Liqueur...	2519
	Chewing Gum.D	3263

Compound Name	CAS#	Hit RI
Nitrous oxide	10024-97-2	
Hydrogen isoc...	75-13-8	
1-Tetrazol-2-yl...	51410-11-8	
1H-Tetrazole...	16681-77-9	
Hydrogen isoc...	75-13-8	
Hydrogen isoc...	75-13-8	
3,5-Methanoc...	87143-58-6	
Myrcene	123-35-3	998
Phosphonic a...	33795-18-5	
p-Cymene	99-87-6	1041
Eucalyptol	470-82-6	1049
gamma-Terpi...	99-85-4	1074
Isopropylcyclo...	872-56-0	
Terpinolene	586-62-9	1104
Linalol	78-70-6	1116
Citronellal	106-23-0	1161
Menthone	14073-07-3	1162

그림 9. MassHunter Unknowns Analysis 소프트웨어에서 화합물 명을 웹페이지에 연결하는 하이퍼링크

[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

www.agilent.com/chem

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
2019년 4월 11일, 한국에서 인쇄
5994-0546KO

서울시 용산구 한남대로 98, 일신빌딩 4층 우)04418
한국애질런트테크놀로지스(주) 생명과학/화학분석 사업부
고객지원센터 080-004-5090 www.agilent.co.kr

