

Perfil de aromas e fragrâncias em matrizes complexas usando índices de retenção linear sem preparo de amostras

Autor

Eleazar Rojas Santiago
Agilent Technologies, Inc.

Resumo

Esta Nota de aplicação descreve um método para a análise de compostos de aroma e fragrância. O método utiliza cromatografia gasosa/espectrometria de massas (GC/MS) usando backflush e uma sonda de separação térmica em fluxo constante com um sistema GC Agilent 9000 Intuvo e um GC/MSD Agilent 5977B. Compostos de aroma e fragrância em matrizes complexas, como sabonete, velas perfumadas, creme dental, loção corporal e amaciante de roupas, foram analisados sem preparo de amostras. As amostras foram introduzidas no sistema GC/MSD usando a sonda de separação térmica. A identificação foi feita usando espectros de massa deconvoluídos e incorporando resultados de índice de retenção linear. Além disso, um hiperlink foi criado para conectar o nome do composto com um site de aromas e fragrâncias para obter informações organolépticas e cosméticas.

Introdução

A sonda de separação térmica (TSP) Agilent é ideal para análises rápidas de GC/MS de uma variedade de amostras líquidas e sólidas sujas em testes de alimentos, análise forense e aplicações ambientais. As vantagens da sonda de separação térmica incluem:

- pouco ou nenhum preparo de amostras;
- maior flexibilidade com menor risco do que as sondas de amostras diretas tradicionais;
- baixo risco de contaminação ou diminuição do desempenho tipicamente associado a sondas de amostras diretas tradicionais;
- controle a entrega da amostra ajustando taxas de fluxo dividido, eliminando a possibilidade de sobrecarga ou contaminação do detector;
- programação de temperatura no injetor e na coluna para GC para melhor identificação de amostras multicomponentes, o que não é possível com sondas de amostras diretas tradicionais;
- duas maneiras de usar a TSP com sistemas GC/MS: separe amostras complexas usando uma coluna analítica mais longa ou transfira a amostra pura para a MS usando uma coluna capilar curta desativada.

A GC/MS tem sido usada há muitos anos para a análise de compostos de aroma e fragrância¹. GC/MS é provavelmente a técnica mais poderosa e extensas bibliotecas de espectro de massas estão disponíveis, mas não permitem a identificação completa. No controle de qualidade de aromas e fragrâncias, a GC/MS com índices de retenção (RIs) ainda é frequentemente usada como uma técnica complementar à GC/MS. Várias bibliotecas estão disponíveis com RIs para muitos compostos de aromas e fragrâncias²⁻⁴. Os RIs dependem menos de parâmetros operacionais do que os tempos de retenção absolutos, mas ainda

dependem significativamente do tipo de coluna (fase estacionária e fornecedor), do programa de temperatura e, em menor extensão, da velocidade do gás de arraste. Portanto, por vezes é difícil reproduzir os RIs publicados em diferentes laboratórios. A maioria das empresas do setor de aromas e fragrâncias usa métodos internos baseados em escolhas históricas de colunas e condições.

O software de análise de desconhecidos MassHunter da Agilent usa um processo de deconvolução que ajuda a identificar compostos mesmo quando eles estão ocultos em compostos de matriz em coeluição. O processo de deconvolução é automatizado e leva aproximadamente 1 a 2 minutos para um cromatograma de íons totais (TIC). O processo não apenas permite que os analistas obtenham resultados confiáveis e reproduzíveis rapidamente, mas também minimiza falsos positivos e falsos negativos⁵.

Como muitos dados de retenção já estão disponíveis como RIs, também foi avaliado se esses dados poderiam ser transferidos para tempos de retenção absolutos que correspondem aos tempos de retenção com travamento. Foi demonstrado que os RIs das bibliotecas de índice de retenção existentes podem ser recalculados como tempos de retenção absolutos que correspondem aos dados experimentais. Neste estudo, duas bibliotecas com RIs

foram utilizadas: NIST 2017 e a biblioteca RTL de aromas e fragrâncias da Agilent⁶.

As inovações no GC 9000 Intuvo incluem:

- Um sistema de aquecimento direto, que é mais rápido, usa metade da energia e ocupa metade do espaço na bancada de um forno de banho de ar convencional.
- Conexões diretas sem anilhas com uma trajetória de fluxo plug-and-play eliminam uma grande fonte de complexidade e vazamentos.
- O exclusivo Intuvo Guard Chip descartável elimina a necessidade de cortar a coluna.

Parte experimental

Foram realizadas análises em um GC 9000 Intuvo equipado com um injetor multimodal (MMI) e backflush pós-coluna. O MMI foi ajustado para 60 °C para introduzir a TSP a uma temperatura baixa, evitando assim a perda de componentes leves antes que a injeção real ocorresse. Após a introdução do TSP, a temperatura do MMI foi aumentada para 280 °C a 600 °C/min. A separação foi feita em uma coluna Agilent HP-5MS, 30 m × 0,25 mm de DI, 0,25 µm (β = 250) (p/n 19091S-433-INT). Utilizou-se hélio a aproximadamente 65 kPa (9,43 psi) em um fluxo constante como gás de arraste. A Tabela 1 resume as condições analíticas.

Tabela 1. Condições analíticas de GC/MS.

Parâmetro	Descrição
Coluna	HP-5MS, 30 m × 0,25 mm de DI, 0,25 µm (p/n 19091S-433-INT)
Injeção	MMI, razão de split de 100:1, 0,2 minutos 40 °C, depois 900 °C/min até 300 °C
Gás de arraste	Hélio (13,4 psi), fluxo constante
RTL	Fluxo ajustado para 1,46 mL/min para resultar em um tempo de retenção de 32,000 minutos para <i>n</i> -hexadecano
Programa do forno	60 a 240 °C a 3 °C/min (60 minutos de tempo de análise)
Guard Chip	Intuvo, injetor multimodal
Programa de temperatura	Rastreamento do forno
Deteção	MSD XTR 6 mm no modo de varredura (40 a 400 amu) delay de solvente: 0 minutos linha de transferência: 300 °C

Uma mistura de alcanos de C_6 a C_{44} foi injetada usando as condições descritas na Tabela 2 para gerar o arquivo de tempo de retenção de calibração (CRT) e o MassHunter foi usado para analisar o arquivo e calcular os tempos de retenção da biblioteca.

Os dados foram processados com o software de análise de desconhecidos MassHunter, usando um processo de deconvolução e RIs de duas bibliotecas. O software calcula o tempo de retenção da biblioteca usando o arquivo CRT e o RI das diferentes bibliotecas e calcula a diferença entre o tempo de retenção da biblioteca e o tempo de retenção real. Ao aplicar o filtro de tempo de retenção e o fator de correspondência mínimo, foi possível eliminar o erro de identificação.

Transformação de RIs

O índice de retenção linear (LRI) requer que uma mistura de n-alcanos seja analisada na faixa de eluição dos analitos de interesse. A cada n-alcano é atribuído um valor de LRI baseado no número de átomos de carbono multiplicado por 100. Por exemplo, a octano ($n-C_8$) é atribuído um LRI de 800, a nonano ($n-C_9$) é atribuído um LRI de 900, a decano ($n-C_{10}$) é atribuído um valor de LRI de 1.000 e assim por diante. O LRI de um dado analito foi calculado de acordo com o local de eluição em relação aos n-alcanos que eluíram imediatamente antes e depois do analito.

Tabela 2. Parâmetros do método de análise de desconhecidos MassHunter.

Parâmetro	Descrição
Fator de tamanho da janela de RT	25, 50, 100, 200
Pico do limiar de SNR do filtro	5
Fator de correspondência (penalidade de RT)	Ative o intervalo de RT trapezoidal: 60 segundos Intervalo de RT livre de penalidade: 30 segundos
Fator de correspondência mín.	75
Tipo de pesquisa na biblioteca	Pesquisa espectral

Para GC com temperatura programada, o LRI é calculado pela seguinte equação:

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

onde:

I = Índice de retenção linear

n = Número de átomos de carbono no n-alcano eluindo imediatamente antes do analito

N = Número de átomos de carbono no n-alcano eluindo imediatamente após o analito

t_r = Tempo de retenção

A partir do índice de retenção, o tempo de retenção absoluto foi calculado usando os tempos de retenção de n-alcanos como compostos de referência.

Esses tempos de retenção absolutos não são os tempos de retenção originais usados para o cálculo do índice de retenção, mas sim os valores calculados. Isso significa que os tempos de retenção podem ser calculados a partir dos RIs presentes em um banco de dados existente usando os tempos de retenção com travamento para n-alcanos se as dimensões da coluna e o programa de temperatura forem os mesmos⁷.

Este estudo analisou várias amostras sem preparo de amostras. Apenas alguns miligramas foram introduzidos no microvial (volume do frasco de 40 μ L). As amostras selecionadas foram escolhidas por suas propriedades organolépticas e porque não foi possível injetar diretamente na porta de GC usando uma seringa devido à matriz complexa.

Resultados e discussão

As Figuras 1 e 2 mostram cromatogramas com compostos identificados e TICs de amostras de creme dental, amaciante de roupas, velas perfumadas e licor de creme. A Figura 3 mostra os resultados da pesquisa de biblioteca do software de análise de desconhecidos MassHunter. Além disso, podemos usar as informações da Web para descobrir se o composto identificado tem relação com a indústria de aromas e fragrâncias (consulte a Figura 4). Se a mensagem *Desculpe, sua pesquisa: "Éter docosílico octílico" retornou zero resultados.* for exibida, este composto não tem relação com ingredientes de aroma ou fragrância.

- 1,2. Isocianato de hidrogênio
3. 3,5-Metanociclopentapirazol, 3,3a,4,5,6,6a-hexahidro-3a, 4,4-trimetil-
4. Ácido fosfônico, (p-hidroxifenil)-
5. Eucaliptol
6. *gamma*-Terpineno
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 hidrogênio
17. Tetradecano, 1-cloro-
18. Álcool laurílico
19. Pentadecano
20. *n*-Pentadecanol
21. 1-Nonadecano
22. Acetato de lauril
23. 1-Octadecanol
24. Ácido sulfuroso, éster butil-undecílico
25. 1-Docoseno
26. Ácido carbônico, éster hexadecílico prop-1-en-2-il
27. *n*-Octadecano

28. Ácido metoxiacético, éster octadecílico
29. Formiato de 1-Heneicosilo
30. 1-Hexacoseno
31. Ácido carbônico, éster eicosílico prop-1-en-2-il
32. *n*-Eicosano
33. Dissulfeto, di-*terc*-dodecil
34. 3,5,5-Trimetilhexil etilfosfonofluoridato
35. Éter docosílico octílico
36. 2-Etiltiolano, S,S-dióxido
37. -[2,3-dihidro-4-hidroxi-2-(2-hidroxi-isopropil)benzofurano-7-il]cromona
38. *n*-Tetracosano
39. Éter butil-triacontílico
40. Borano, dietil(deciloxi)-
41. Ácido aminometanossulfônico
42. Etil-2-metilbutirato
43. Benzaldeído
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-Benzimidazol-2-carboxaldeído
53. 2',4'-Dihidroxipropiofenona

54. Álcool laurílico
55. Pentadecano
56. 1-Decanol, 2-hexil-
57. 1-Hexadecanol
58. *n*-Hexadecano
59. Éter heptílico dodecílico
60. Éter hexadecílico isobutílico
61. 10-Heneicoseno (c, t)
62. Ácido oxálico, éster alilo-tridecílico
63. Éter dodecil nonílico
64. Ácido tricloroacético, éster pentadecílico
65. 1-Tricoseno
66. Éter tetradecílico nonílico
67. Álcool beénico
68. Ácido carbônico, éster vinílico eicosílico
69. Silano, triclorodocosil-
70. *n*-Tetracosanol-1
71. *n*-Eicosano
72. Ácido oxálico, éster octadecílico ciclobutílico
73. Éter docosílico pentílico
74. Éter tetracosílico isobutílico
75. Éter octílico eicosílico
76. Trifluoroacetato de octacosil
77. Éter pentílico de hexacosil

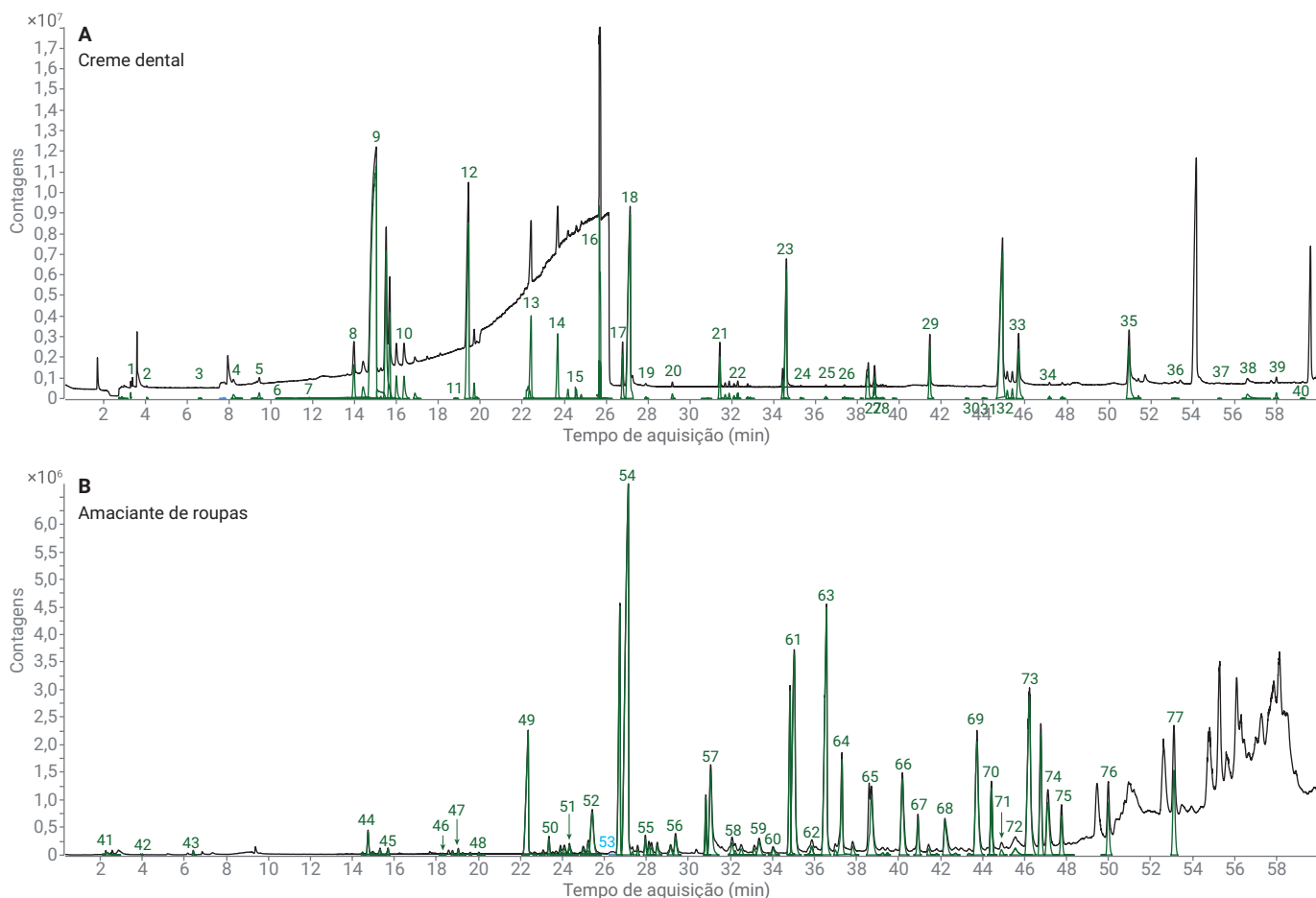


Figura 1. Cromatogramas de creme dental e amaciante de roupas mostrando compostos identificados e TIC.

1. Óxido nitroso
2. Isotiocianato de benzoila
3. 2,3-Heptadieno-5-ino, 2,4-dimetil-
4. Ciclohexano, 1-butenilideno-
5. *p*-Cresol
6. Metil-1-silabenzociclobuteno
7. Metil-1-silabenzociclobuteno
8. Citronelal
9. Mentona
10. L-Mentol
11. L-Mentol
12. *alfa*-Terpineol
13. Ciclopentano, 1-metil-1-(2-metil-2-propenil)-
14. d-Piperitona
15. Benzofurano, 2-metil-
16. Acetato de mentilo; acetato de d,L-metil-2-(metiletil)ciclohexil
17. 2,4-Octadieno, 7,7-dimetil-
18. Tridecano
19. Eugenol
20. *n*-Tetradecano
21. *beta*-Cariofileno
22. 1H-Benzimidazol-2-carboxaldeído
23. 3,4-Dihidroxi-propiofenona
24. 1-Hidroxi-7-hidroximetilindano, éster de sulfato cíclico
25. Ácido propanoico, 2-metil-3-[4-*t*-butil]fenil-
26. Salicilato de isoamil
27. *n*-Hexadecano
28. Fosfosal
29. Heneicosano
30. 1-Fenil-2-(4-metilfenil)-diazeno 1-óxido
31. Benzoato de benzilo
32. *n*-Octadecano
33. Ácido 2-metilbenoico, éster 2-formil-4,6-diclorofenílico
34. Pentacosano
35. *n*-Eicosano
36. Ácido sulfuroso, éster octadecílico pentílico
37. Ácido sulfuroso, éster 2-etilhexil hexadecílico
38. Borano, dietil(deciloxi)-
39. Hentriacontano
40. Dotriacontano
41. Tetracosano, 11-decil-
42. Pentatriacontano
43. Ácido arsenoso, éster *tris*(trimetilsilil)
44. Brometo de cianogênio
45. 1,2-Propadieno-1,3-diona
46. 2,3,5-Trimetilpirazina
47. 2-Propenonitrilo, 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-metil-3-fenil-
55. *gamma*-Nonalactona
56. Acetato de decilo
57. Vanilina, éter isopropílico
58. Acetato de cinamilo
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 carbônico, éster pentadecílico prop-1-en-2-il
68. Éter dodecil nonílico
69. Éter dodecil nonílico
70. 1-Eicosanol
71. Etanol, 2-(octadeciloxi)-
72. Ácido metoxiacético, éster octadecílico
73. Octadecano, 1-isocianato-
74. 1-Propanamina, 3-dibenzo[b, e]tiepina-11(6H)-ilideno-N, N-dimetil-, S-óxido
75. Éter hexadecílico nonílico
76. 1-Hexacoseno
77. Éter docosílico pentílico
78. 1-Propanamina, 3-dibenzo[b, e]tiepina-11(6H)-ilideno-N, N-dimetil-, S-óxido
79. Ácido carbônico, deciléster hexadecílico
80. Éter docosílico octílico
81. 5H-Tetrazol-5-amina
82. 1-Propanamina, 3-dibenzo[b, e]tiepina-11(6H)-ilideno-N, N-dimetil-, S-óxido
83. Clorotrifluorometano
84. Borano, dietil(deciloxi)-

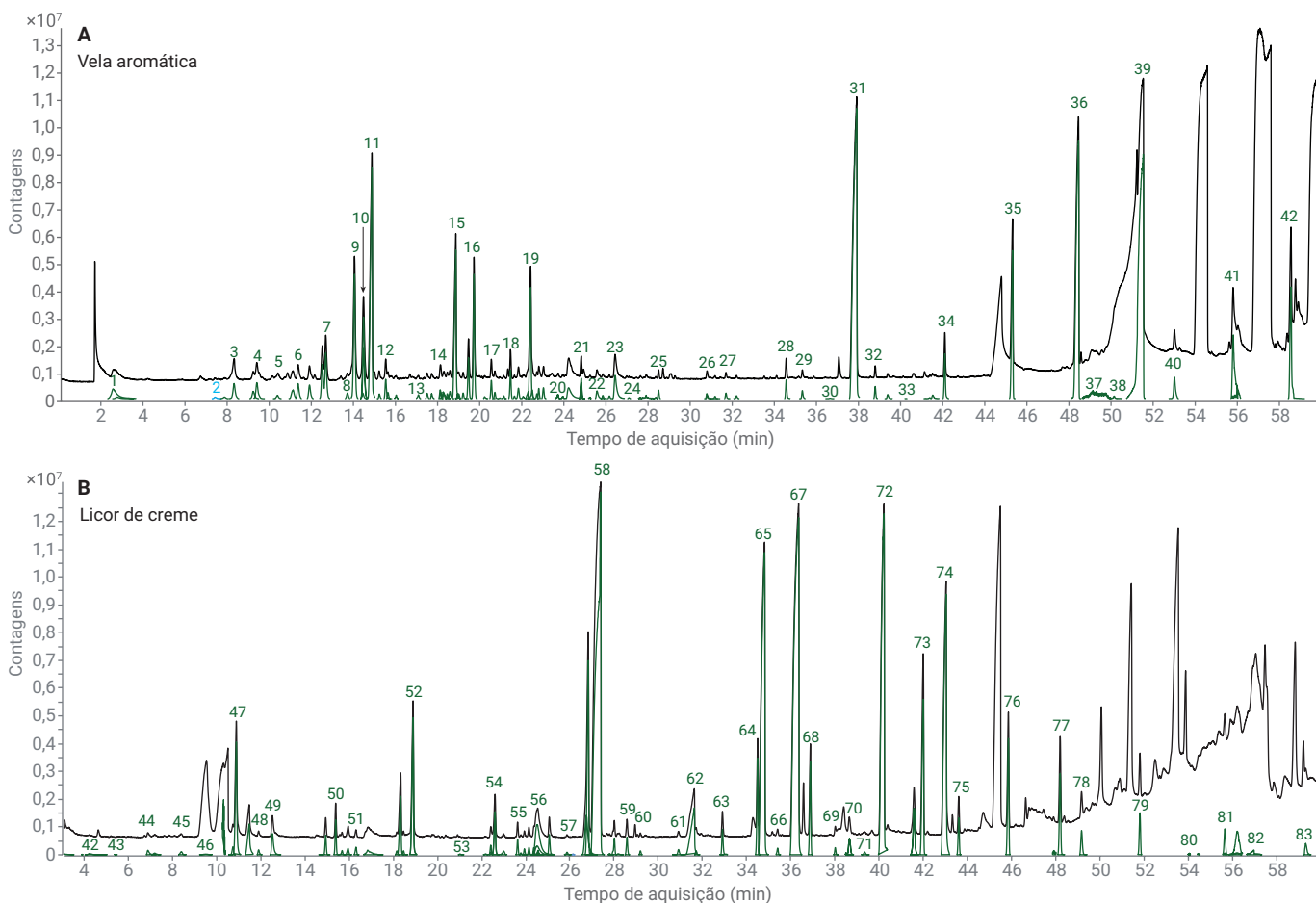


Figura 2. Cromatogramas de velas perfumadas e licor de creme mostrando compostos identificados e TIC.

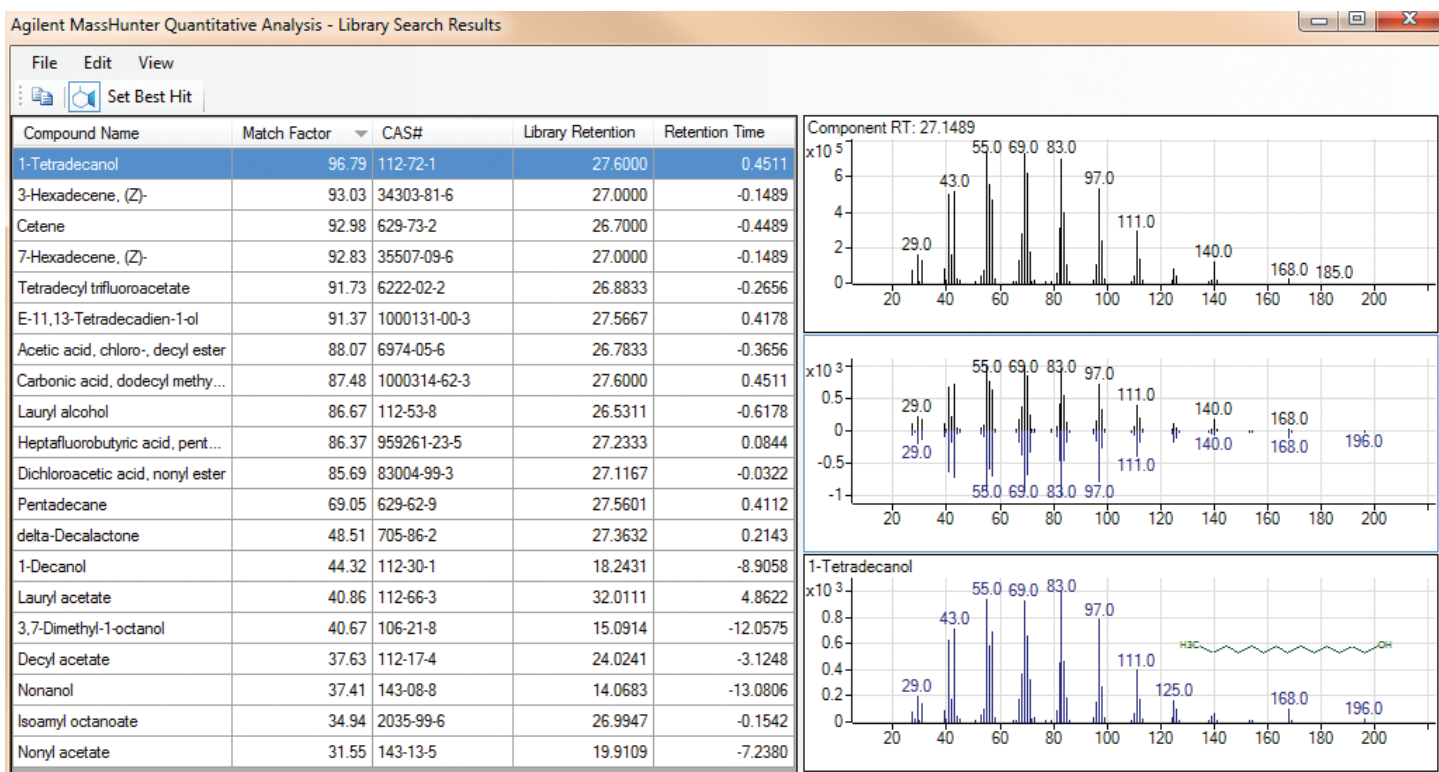


Figura 3. O software de análise de desconhecidos MassHunter permite a avaliação de uma alternativa usando o fator de correspondência e o tempo de retenção. Essas informações podem ser classificadas pelo fator de correspondência ou pela diferença do tempo de retenção entre o RT do componente e o RT da 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. Informações sobre eugenol e álcool estearílico obtidas da Web e o hiperlink foi usado para criar uma análise de desconhecidos MassHunter.

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	2816-51-5	91.7	flavor_RI_NoR...	1188	-12	1173	15.2483	-0.5016	14.7467	
Cyclopentane, 1-butyl-2-propyl-	62199-50-2	94.6	NIST17.L	1192	27	1219	15.5049	0.5188	16.0237	
Methylsalicylate	119-30-8	98.0	flavor_RI_NoR...	1197	-3	1194	15.6796	-0.1025	15.5771	
4-Undecene, 5-methyl-, (Z)-	74630-69-6	92.7	NIST17.L	1204	-5	1199	15.9913	-0.7845	15.2068	
Cyclopentane, 1-butyl-2-propyl-	62199-50-2	91.4	NIST17.L	1213	6	1218	16.3570	-0.3339	16.0237	
Cyclopentane, 1-hexyl-3-methyl-	61142-68-5	92.9	NIST17.L	1226	-7	1219	16.8742	-0.8505	16.0237	
Squal(5)Shundecane	180-43-8	80.3	NIST17.L	1240	-6	1234	17.4660	-0.8190	16.6470	
1-Decanol	112-30-1	86.4	flavor_RI_NoR...	1272	0	1272	18.8128	-0.0031	18.8097	
trans-Anethole	4180-23-8	99.1	flavor_RI_NoR...	1288	-2	1285	19.4354	-0.0962	19.3392	
(-)-Neomenthylacetate	1000152-81-2	93.2	NIST17.L	1294	10	1304	19.7039	-0.1485	19.5553	

Figura 5. Análise da amostra de creme dental. Alguns componentes foram identificados pela biblioteca Agilent, outros foram identificados pela NIST17. Em ambos os casos, o sistema calcula o tempo de retenção usando o índice de retenção das bibliotecas. Além disso, há dois hiperlinks: o hiperlink do número CAS acessa a página NIST para obter informações químicas e o hiperlink do nome do composto acessa a página da Web da empresa Good Scents para obter informações sobre propriedades organolépticas e cosméticas, fornecedores, folhas de dados de segurança e assim por diante.

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. Nesta tabela, a penalidade de correspondência do RT foi desabilitada, resultando em álcool laurílico sendo detectado 10 vezes, todos eles com um fator de correspondência acima de 84. Mas apenas um tem o menor delta RT e o maior fator de correspondência. Esse recurso facilitou a identificação de compostos. Quando esse recurso estava ativado, apenas um composto aparecia nos resultados da pesquisa.

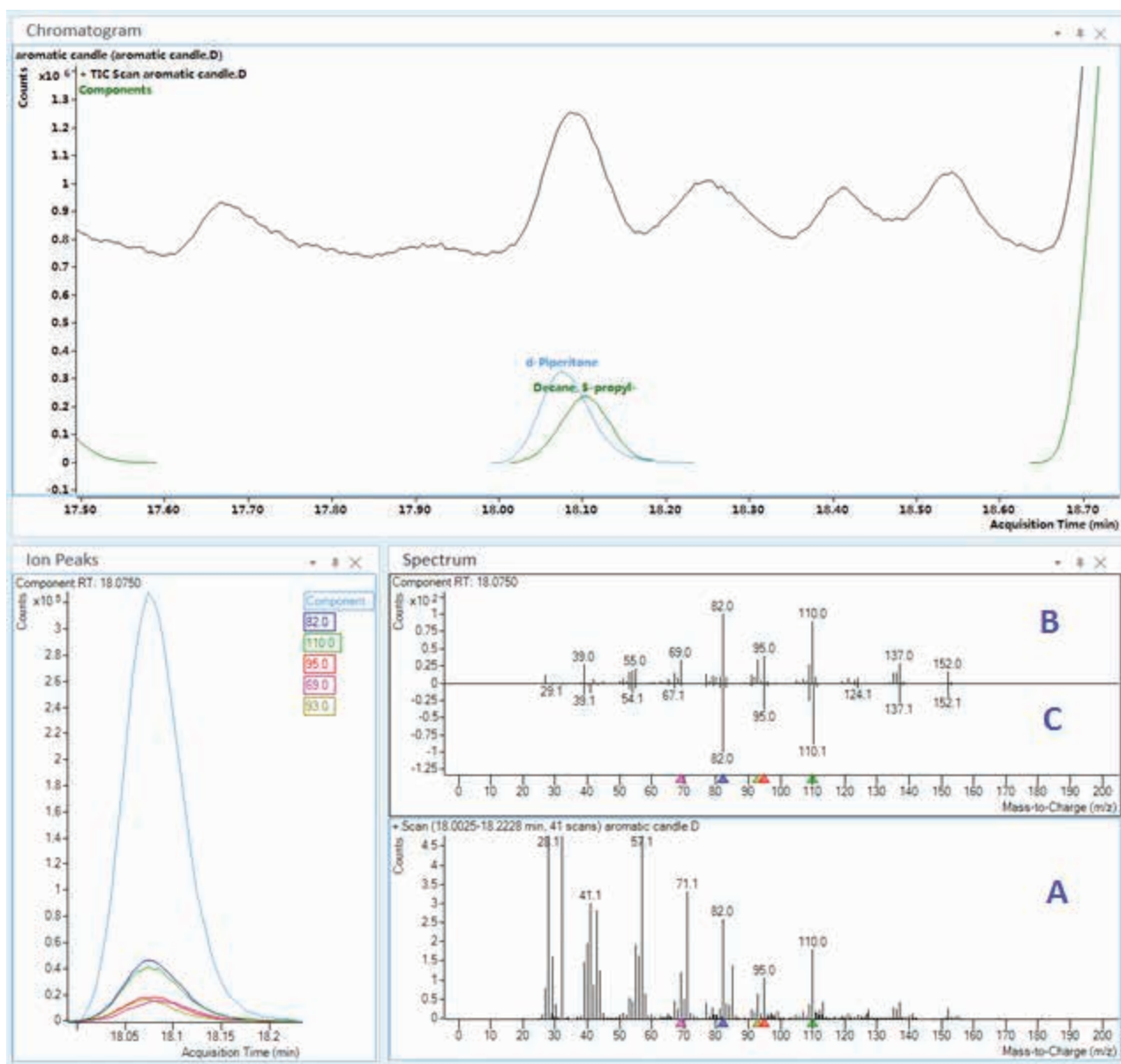


Figura 7. O software de análise de desconhecidos MassHunter usa um algoritmo de deconvolução para separar dois compostos em coeluição. O espectro sem deconvolução (A), o espectro do composto com deconvolução (B) e o espectro da biblioteca (C) são exibidos na mesma janela para facilitar a revisão de dados.

Conclusões

Um método foi desenvolvido para a análise de aromas e fragrâncias em matrizes complexas sem preparo de amostras. Uma pequena quantidade de amostra foi depositada no microvial e inserida na porta do injetor. O método pode ser usado para análise de controle de qualidade. O método possui travamento do tempo de retenção usando n-hexadecano como o padrão de travamento. Um banco de dados de índice de retenção, contendo aproximadamente 400 compostos, foi modificado a partir de um método existente. Esse banco de dados pode ser usado para identificar constituintes com base em seu tempo de retenção absoluto sob as condições de travamento. O método com travamento também garante a estabilidade do tempo de retenção em função do tempo entre colunas e entre instrumentos.

Finalmente, mostra-se que os RIs de compostos de aromas medidos sob condições de operação específicas podem ser transferidos para tempos de retenção com travamento utilizando os tempos de retenção com travamento de n-alcenos. Assim, os bancos de dados de RI existentes podem ser convertidos em bancos de dados de tempo de retenção com travamento.

Apêndice

A Figura 8 mostra o fluxo de trabalho para a criação de bibliotecas de GC/MS com deconvolução com valores de LRI e o processamento de arquivos de dados de amostra no software de análise de desconhecidos MassHunter. O procedimento completo pode ser encontrado na Folha de dados Agilent Technologies, *Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data*, número de publicação 5991-8221EN.

Referências

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, *Visão geral da técnica Agilent Technologies*, número de publicação 5989-2249EN, **2005**.
6. David, F. et al. Analysis of Essential Oil Compounds Using Retention Time Locked Methods and Retention Time Databases, *Nota de aplicação Agilent Technologies*, número de publicação 5988-6530EN, **2002**.
7. Sandy, C.; Butler, I. Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data, *Folha de dados Agilent Technologies*, número de publicação 5991-8221EN, **2017**.
8. Giarrocco, V.; Quimby, B.; Klee, M. Retention Time Locking: Concepts and Applications, *Nota de aplicação Agilent Technologies*, número de publicação 5966-2469E, **1997**.

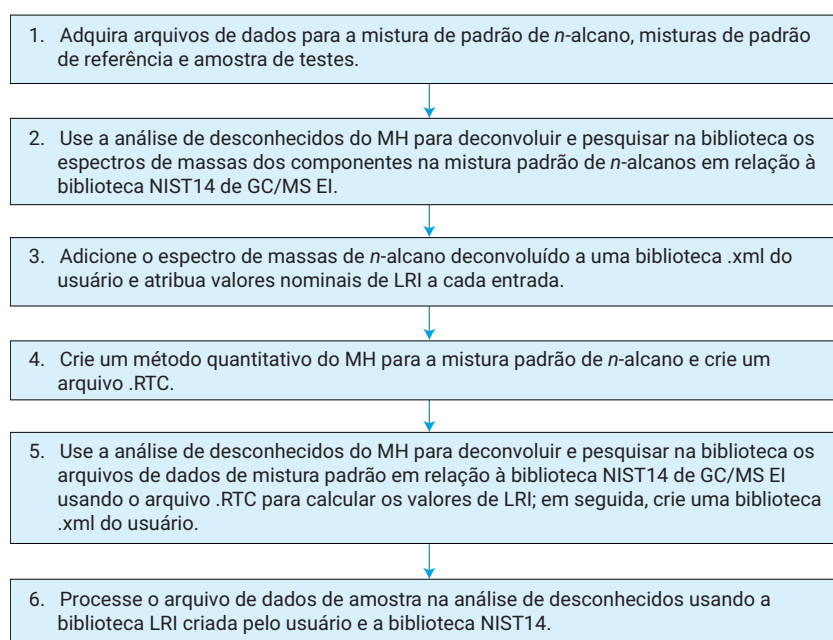


Figura 8. Fluxo de trabalho para criar bibliotecas de deconvolução GC/MS com valores de LRI.

Para fornecer informações qualitativas sobre os componentes de misturas complexas de aromas e fragrâncias, as bibliotecas de usuários podem ser pesquisadas em combinação com bibliotecas de GC/MS disponíveis comercialmente (como NIST17). Implantar o travamento do tempo de retenção ou RIs lineares pode melhorar a confiança na identificação do analito, reduzindo falsos positivos. A deconvolução espectral de massa fornece espectros de massa de melhor qualidade de componentes próximos de eluição/sobreposição ao pesquisar em bibliotecas de GC/MS.

Para obter mais informações sobre um composto selecionado, um hiperlink pode ser criado no software de análise de desconhecidos MassHunter.

1. Abra o arquivo *QuantAnalysis.exe.config* no caminho:
`ProgramFiles\Agilent\MassHunter\Workstation\Quant\bin\`
e edite o link para o URL desejado. Este arquivo é somente leitura por padrão, então você precisa desativar este recurso.
2. Abra o arquivo e procure a linha:
`<add key="Column.CASNumber.Action" value="URL:http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID={0}"/>`
3. Adicione a próxima linha para criar o novo hiperlink no MassHunter para o nome do composto
`<add key="Column.CompoundName.Action" value="URL:http://www.thegoodscentscompany.com/search3.php?qName={0}"/>`
4. Salve o arquivo.
5. Inicie o software de análise de desconhecidos MassHunter. Agora, você tem um novo hiperlink no campo do nome de composto que se conecta à Web para obter informações organolépticas e cosméticas, folhas de dados e assim por diante (Figuras 9 e 10).

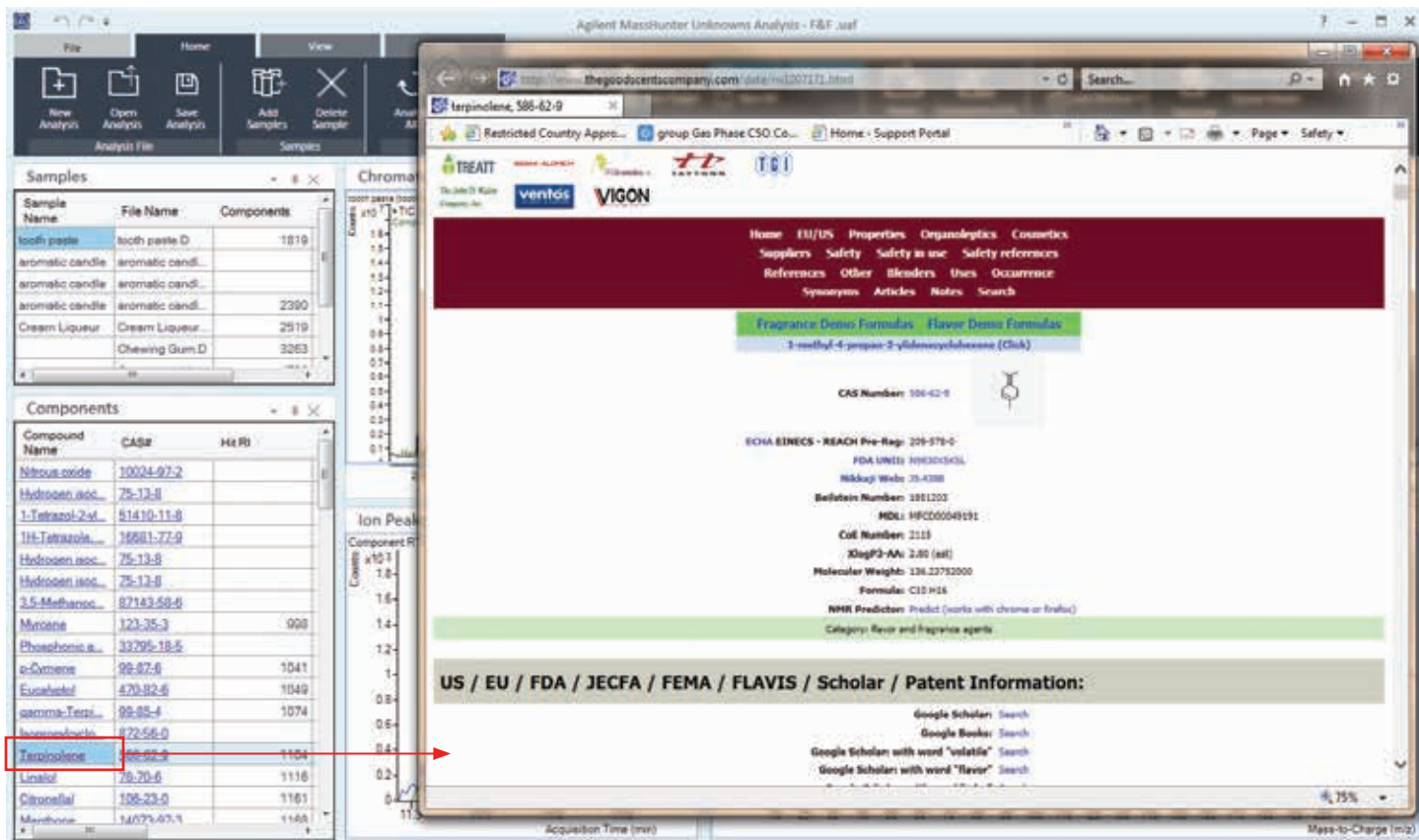


Figura 9. Hiperlink conectando o nome de um composto a uma página da Web, no software de análise de desconhecidos MassHunter.

[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. Exemplo de informações de composto de uma página da Web associada (<http://www.thegoodscentscompany.com>).

www.agilent.com/chem

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2019
Impresso nos EUA, 11 de abril de 2019
5994-0546PTBR

