

サンプル前処理なしでの線形リテンション インデックスによる複雑なマトリックス中の 香料および香気成分のプロファイリング

著者

Eleazar Rojas Santiago
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、香料および香気成分の分析メソッドを説明します。このメソッドでは、バックフラッシュおよび定流量でのサーマルセパレーションプローブを用いたガスクロマトグラフィー/質量分析法 (GC/MS) とともに、Agilent Intuvo 9000 GC および Agilent 5977B GC/MSD を使用します。せっけん、香り付きろうそく、歯磨き粉、ボディローション、繊維柔軟剤などの複雑なマトリックスに含まれる香料および香気成分を、サンプル前処理なしで分析しました。サーマルセパレーションプローブを使用して、サンプルを GC/MSD システムに導入しました。デコンボリュートした質量スペクトルを使用し、線形リテンションインデックスの結果を統合して、同定しました。さらに、官能特性および化粧品の情報を取得するために、香料および香気成分の化合物名を関連付けたハイパーリンクを作成しました。

はじめに

Agilent サーマルセパレーションプローブ (TSP) は、食品分析、法医学、環境のアプリケーションにおいて、さまざまな汚れた液体サンプルや固体サンプルの高速 GC/MS 分析に最適です。サーマルセパレーションプローブには次の利点があります。

- サンプル前処理がほぼ不要
- 従来のダイレクトサンプルプローブよりも柔軟性が高く、リスクが少ない
- 従来のダイレクトサンプルプローブに見られる汚染や性能低下のリスクが小さい
- スプリット流量比の調整によるサンプル供給の制御により、オーバーロードや検出器の汚染を防止
- 従来のダイレクトサンプルプローブではできなかった注入口および GC カラムでの温度プログラミングにより、多成分サンプルの同定が向上
- GC/MS システムでの 2 通りの TSP の使用: より長い分析カラムを使用して複雑なサンプルを分離、または短い不活性化キャピラリーカラムを使用して無希釈サンプルを MS に移送

GC/MS は長年にわたり、香料および香気成分の分析に使用されてきました¹。GC/MS はおそらく最も強力な手法であり、広範な MS ライブラリがありますが、完全に同定することはできません。香料と香気成分の品質管理では、リテンションインデックス (RI) による同定が、GC/MS を補完する手法として今も頻繁に使用されています。多くの香料および香気成分について、複数の RI ライブラリを使用することができます^{2~4}。RI は、分析パラメータよりも絶対リテンションタイムに左右されますが、カラムタイプ (固定相およびサプライヤ)、温度プログラムにも大きく依存し、キャリアガス速度の影響も少なからず受けます。このた

め、ラボが異なると、公表済みの RI を再現することが困難になる場合があります。香料および香気成分業界の多くの企業が、継承してきたカラムや条件を基に自社メソッドを使用しています。

Agilent MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアではデコンボリューションプロセスが使用されるため、共溶出するマトリックス化合物に隠れている化合物も、同定が可能になります。デコンボリューションプロセスは自動化されており、約 1~2 分でトータルイオンクロマトグラム (TIC) の解析が行われます。このプロセスを使用すると、信頼性と再現性の高い結果が高速に得られるだけでなく、偽陽性および偽陰性を最少に抑えられます⁵。

多くのリテンションデータを RI として使用できるようになっているため、ロックされたリテンションタイムと一致する絶対リテンションタイムに、これらのデータを移行できるかどうかも評価しました。既存のリテンションインデックスライブラリの RI を、実験データと一致する絶対リテンションタイムとして再計算できることが示されました。今回の調査では、NIST 2017 と Agilent 香料および香気成分 RTL ライブラリの 2 つの RI ライブラリを使用しました⁶。

Intuvo 9000 GC に搭載された革新技術には次のものがあります。

- 従来の空気浴式オープン半分の消費電力と設置面積でより迅速な加熱を実現する、ダイレクトヒーティングシステム
- 煩雑な作業とリークの主要原因を排除する、プラグ&プレイでの流路確保によるフェアルフリーダイレクト接続
- カラムのトリミングを不要にする、アジレント独自の使い捨て Intuvo ガードチップ

実験方法

分析は、マルチモード注入口 (MMI) およびポストカラムバックフラッシュを装備した Intuvo 9000 GC で実行しました。MMI を 60 °C に設定して TSP を低温で導入することで、実際に注入する前に軽い成分が損失しないようにしました。TSP を導入した後、MMI 温度を 600 °C/min で 280 °C にまで上昇させました。Agilent HP-5MS、30 m × 内径 0.25 mm、0.25 μm カラム (β = 250) (p/n 19091S-433-INT) で分離しました。約 65 kPa (9.43 psi)、定流量で、ヘリウムをキャリアガスとして使用しました。表 1 に、分析条件を示します。

表 1. GC/MS 分析条件

パラメータ	説明
カラム	HP-5MS、30 m × 内径 0.25 mm、0.25 μm (p/n 19091S-433-INT)
注入	MMI、スプリット比 100:1、40 °C で 0.2 分、その後、900 °C/min で 300 °C へ
キャリアガス	ヘリウム (13.4 psi)、定流量
RTL	n-ヘキサデカンのリテンションタイムを 32.000 分とするために、流量を 1.46 mL/min に設定
オープンプログラム	3 °C/min で 60 から 240 °C へ (60 分の分析時間)
ガードチップ	Intuvo、マルチモード注入口
温度プログラム	トラックオープン
検出	MSD XTR 6 mm、スキャンモード (40 ~ 400 amu) 溶媒デレイ: 0 分 トランスファーライン温度: 300 °C

表 2 に記述した条件を使用して C₆ から C₄₄ のアルカン混合物を注入し、キャリブレーションリテンションタイム (CRT) ファイルを作成しました。そして、MassHunter を使用し、このファイルのライブラリリテンションタイムを計算しました。

データは、デコンボリューションプロセスと 2 つのライブラリの RI を使用して、MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアで処理しました。このソフトウェアでは、CRT ファイルと異なるライブラリの RI を使用してライブラリリテンションタイムを計算し、ライブラリリテンションタイムと実際のリテンションタイムの差を計算します。リテンションタイムフィルタと最小マッチファクターを適用することによって、誤りのある同定をなくすことができます。

RI の変換

線形リテンションインデックス (LRI) では、目的の分析対象物の溶出範囲で n-アルカン混合物を分析する必要があります。炭素原子数を 100 倍した値を基に、各 n-アルカンに LRI 値が割り当てられます。例えば、オクタン (n-C₈) には 800 の LRI 値、ノナン (n-C₉) には 900 の LRI 値、デカン (n-C₁₀) には 1,000 の LRI 値が割り当てられます。所定の成分の LRI は、成分の直前または直後に溶出する n-アルカンに対して相対的に計算しました。

表 2. MassHunter Unknowns Analysis メソッドパラメータ

パラメータ	説明
RT ウィンドウサイズ係数	25、50、100、200
ピークフィルタ S/N 比スレッシュホールド	5
マッチファクター (RT ペナルティ)	有効 台形 RT 範囲: 60 秒 ペナルティフリー RT 範囲: 30 秒
最小マッチファクター	75
ライブラリ検索の種類	スペクトル検索

温度プログラムされた GC の場合、LRI は次の式に従って計算されます。

ここで、

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

I = 線形リテンションインデックス

n = 成分の直前に溶出する n-アルカン中の炭素原子数

N = 成分の直後に溶出する n-アルカン中の炭素原子数

t_r = リテンションタイム

リファレンス化合物としての n-アルカンのリテンションタイムを使用して、リテンションインデックスから、絶対リテンションタイムを計算しました。

これらの絶対リテンションタイムは、リテンションインデックスを計算するために使用した元のリテンションタイムではなく、計算して求めた値です。つまり、カラムの寸法や温度プログラムが同じ場合、リテンションタイムは、n-アルカンのロックしたリテンションタイムを使用し既存のデータベースに存在する RI から計算できます⁷。

この研究では、サンプル前処理をせずに複数のサンプルを分析しました。わずかな数ミリグラムをマイクロバイアル (バイアル容量 40 μL) に導入しました。サンプルの官能特性のため、また、複雑なマトリックスが原因でシリンジを使用して GC ポートに直接注入できないため、一部のサンプルが選ばれました。

結果と考察

図 1 と図 2 に、歯磨き粉、繊維柔軟剤、香り付きろうそく、クリームリキュールのサンプル中で同定された化合物と TIC を示します。図 3 に、MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアから得られたライブラリ検索結果を示します。また、ウェブの情報を使用することで、同定された化合物が香料および香気成分産業と関係があるかどうかを確認できます (図 4 を参照)。Sorry, your search: "Docosyl octyl ether" returned zero results というメッセージが表示された場合、その化合物は香料および香気成分とは関係がありません。

- | | | |
|---|--|---|
| 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 tetraicosyl 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 | |

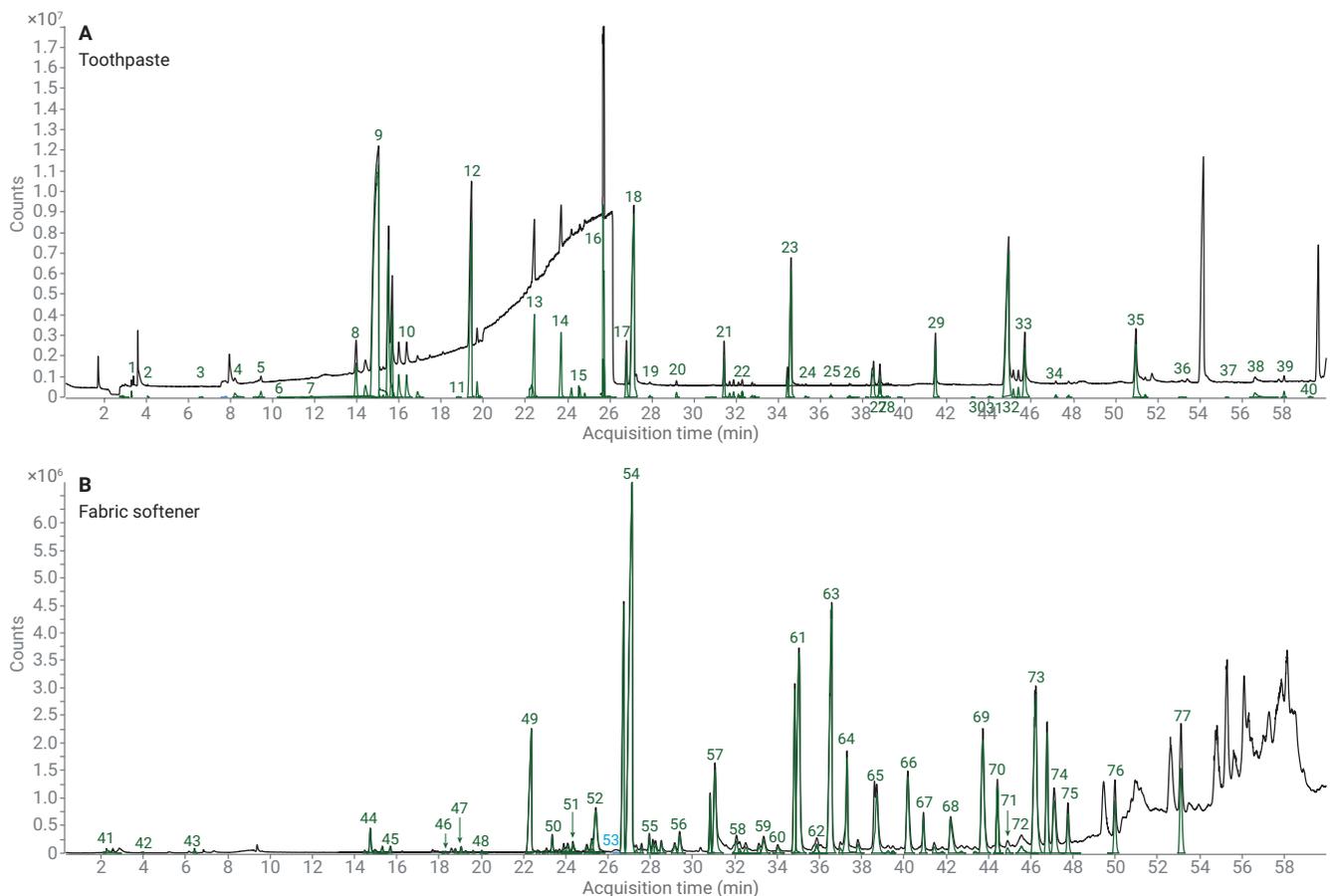


図 1. 歯磨き粉と繊維柔軟剤中で同定された化合物 (緑) と TIC のクロマトグラム (黒)

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

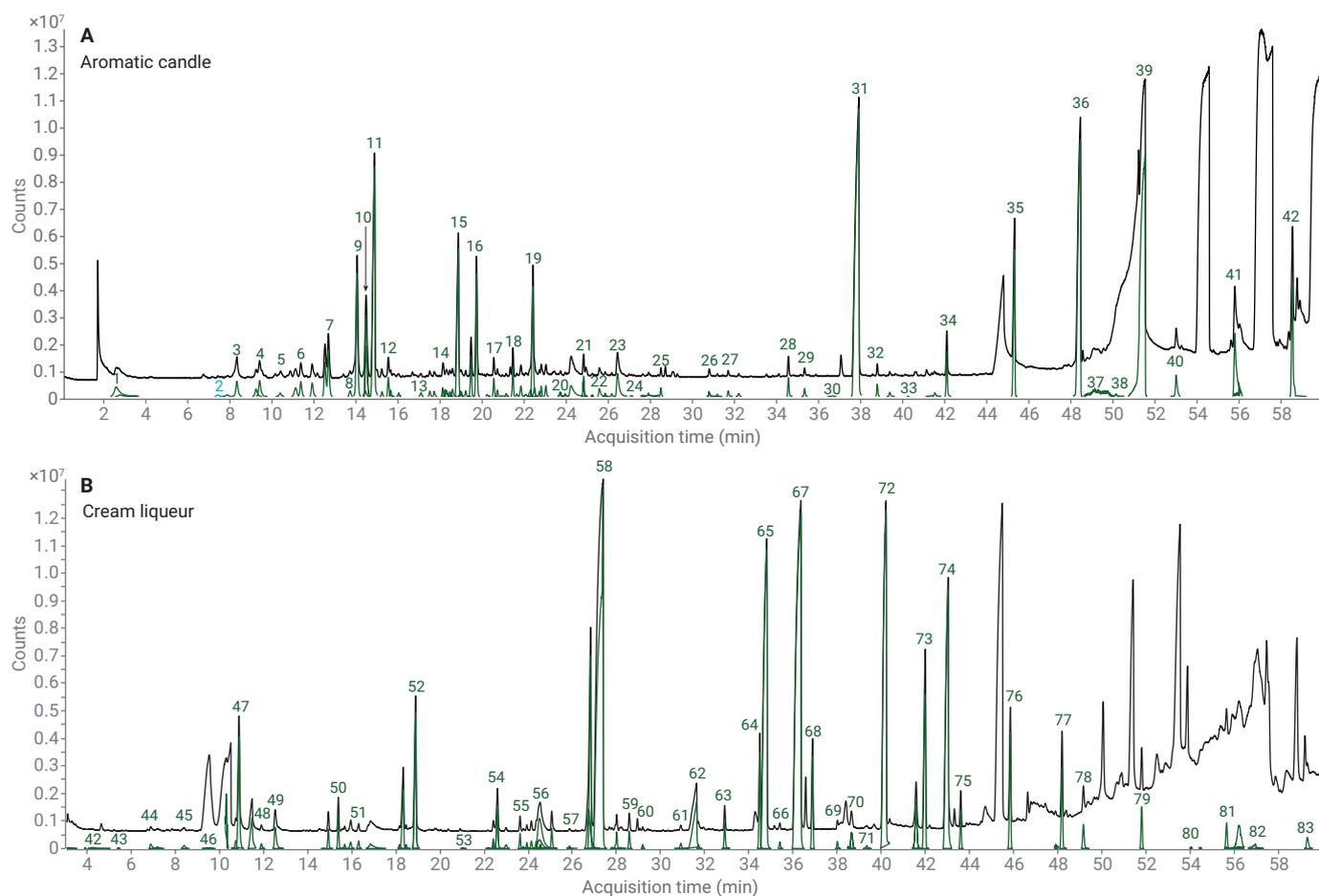


図2. 香りつきろうそくとクリームリキュール中で同定された化合物(緑)とTICのクロマトグラム(黒)

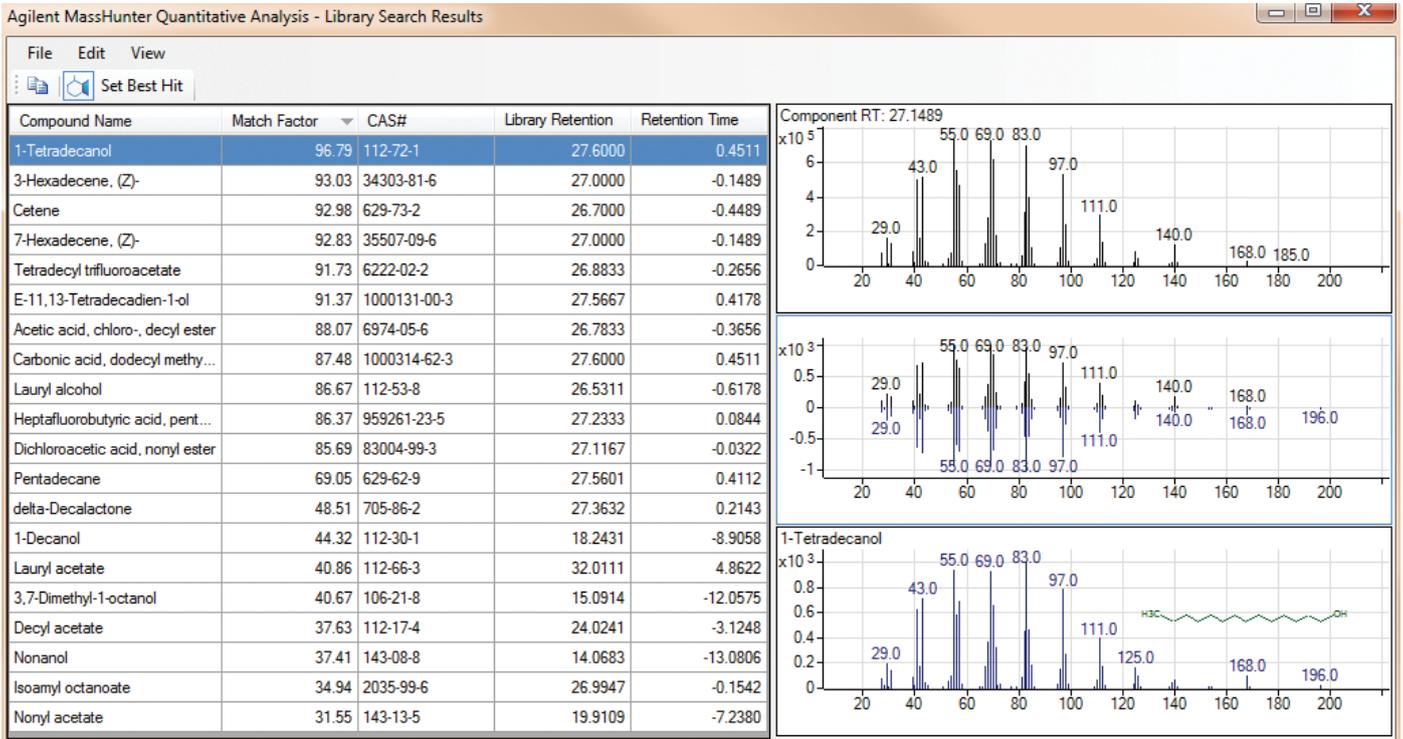


図 3. MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアにより、マッチファクターとリテンションタイムを使用した代替評価方法が実現します。マッチファクターまたは成分 RT とライブラリ RT 間のリテンションタイムの違いによって、この情報を分類できます。

<p>eugenol 4-allyl-1-hydroxy-2-methoxybenzene</p>	<p>Cosmetic Information:</p> <p>CosIng: cosmetic data</p> <p>denaturants</p> <p>Cosmetic Uses: perfuming agents tonic</p>
<p>stearyl alcohol 1-hydroxyoctadecane</p>	<p>Cosmetic Information:</p> <p>CosIng: cosmetic data</p> <p>emollients</p> <p>emulsifying agents</p> <p>emulsion stabilisers</p> <p>foam boosting agents</p> <p>Cosmetic Uses: masking agents</p> <p>opacifying agents</p> <p>refatting agents</p> <p>surfactants</p> <p>viscosity controlling agents</p>

図 4. ウェブから得られるオイゲノールおよびステアリルアルコールについての情報を、MassHunter Unknown Analysis にハイパーリンクを使用して作成

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
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

図 5. 歯磨き粉サンプルの解析。一部の成分はアジレントのライブラリで同定し、他の成分は NIST17 で同定しました。どちらの場合も、システムがライブラリのリテンションインデックスを使用してリテンションタイムを計算しました。また、次の 2 つのハイパーリンクがあります。CAS 番号から NIST ウェブページに移動して化学情報を得ることができるハイパーリンクと、化合物名から Good Scents 社のウェブページに移動して官能および化粧品の特徴、サプライヤ、安全性データシートなどについての情報を得ることができるハイパーリンクです。

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

図 6. この表では、RT マッチペナルティは無効でした。その結果、ラウリルアルコールが 10 回検出され、そのすべてのマッチファクターが 84 以上でした。しかし、デルタ RT がより小さく、マッチファクターが高いものが 1 つだけあります。この機能により、化合物を容易に同定できました。この機能を有効にすると、検索結果に 1 つの化合物のみが表示されました。

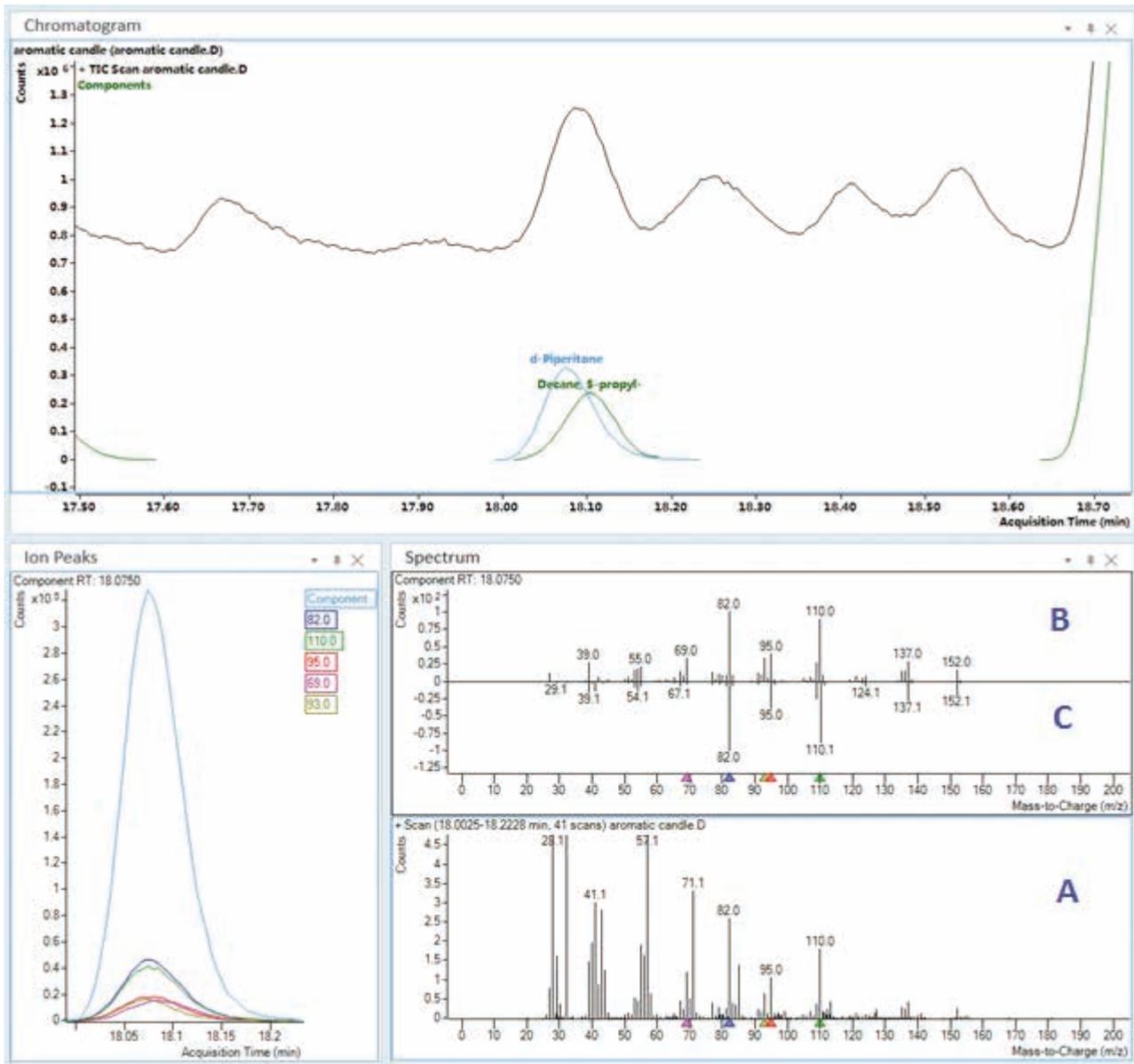


図 7. MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアはデコンボリューションアルゴリズムを使用して 2 つの溶出化合物を分離します。デコンボリューションしないスペクトル (A)、化合物デコンボリューションスペクトル (B)、ライブラリスペクトル (C) が同一ウィンドウに表示され、より容易にデータを確認できます。

結論

サンプル前処理を行わずに、複雑なマトリックス中の香料および香気成分を分析するメソッドを開発しました。少量のサンプルをマイクロバイアルに入れて、注入口ポートに挿入しました。このメソッドは品質管理分析用に使用できます。メソッドでは、*n*-ヘキサデカンをロック用標準として使用し、リテンションタイムをロックします。約 400 個の化合物が登録されたリテンションインデックスデータベースは、既存メソッドから修正されました。このデータベースを使用すると、ロックした条件下での絶対リテンションタイムを基に成分を同定できます。また、ロックしたメソッドにより、カラム間や機器間で、リテンションタイムの安定性が時間の関数として保証されます。

最終的に、特定の使用条件で測定した香料化合物の RI は、*n*-アルカンのロックしたリテンションタイムを使用することで、ロックしたリテンションタイムに移行できることが示されました。このようにして、既存の RI データベースを、ロックしたリテンションタイムのデータベースに変換することができます。

付録

図 8 に、LRI 値を含むデコンボリュートした GC/MS ライブラリを作成して MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアでサンプルデータファイルを処理するワークフローを示します。完全なワークフロー手順は、アジレントのデータシート「Incorporating Retention Index Results in Deconvoluted GC/MS Library Search Data」(資料番号 5991-8221EN) に記載されています。

参考文献

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**.

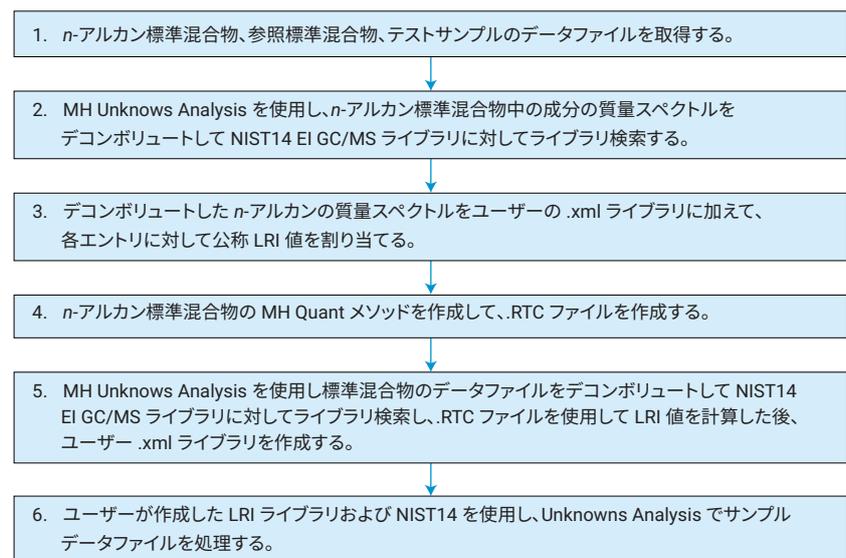


図 8. LRI 値を用いてデコンボリュートした GC/MS ライブラリを作成するためのワークフロー

複雑な香料や香気成分の混合物の定性情報を提供するために、市販の GC/MS ライブラリ (NIST17 など) と組み合わせてユーザーライブラリを検索できます。リテンションタイムロッキングや線形 RI の使用により、偽陽性を低減し、成分同定の信頼性を高められます。質量スペクトルデータのデコンボリューションによって、GC/MS ライブラリ検索時に、近接したり重なって溶出する化合物の質量スペクトルの品質が向上します。

一部の化合物についての詳細な情報を得るために、MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアでハイパーリンクを作成できます。

1. パス: ProgramFiles\Agilent\MassHunter\Workstation\Quant\bin\の QuantAnalysis.exe.config ファイルを開いて、目的の URL へのリンクを編集します。このファイルは、デフォルトで読み取り専用で設定されているため、この機能を無効にする必要があります。
2. ファイルを開いて、次の行を見付けます。
<add key="Column.CASNumber.Action" value="URL:http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID={0}"/>
3. 次の行を追加し、化合物名についての新しいハイパーリンクを MassHunter に作成します。
<add key="Column.CompoundName.Action" value="URL:http://www.thegoodscentscompany.com/search3.php?qName={0}"/>
4. ファイルを保存します。
5. MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェアを起動します。すると、化合物名のフィールドに新しいハイパーリンクが設定され、ウェブに接続して、官能特性および化粧品の情報、データシートなどを得られるようになります (図 9 および 10)。

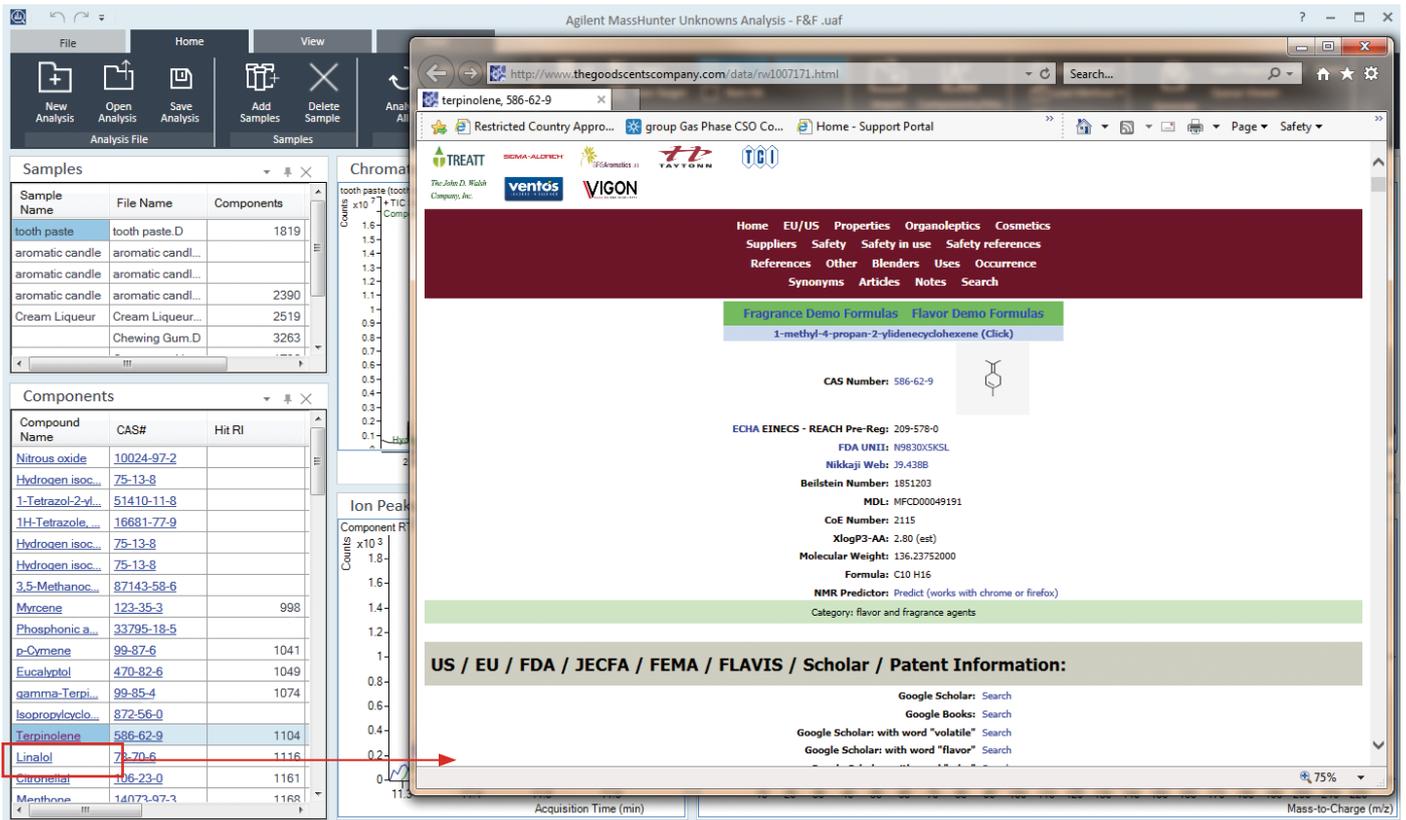


図 9. MassHunter Unknowns Analysis ソフトウェア内で、化合物名をウェブページと接続するハイパーリンク

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 lig

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

図 10. 関連するウェブページ (<http://www.thegoodscentcompany.com>) から得た化合物情報の例

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに
変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2019
Printed in Japan, April 11, 2019
5994-0546JAJP

