INGENIERIA ANALITICA S.L.- Avda. Cerdanyola, 73 | 08172 Sant Cugat del Vallés | Barcelona - Spain
Tel. +34 902 456677 | Fax +34 90246677 | Email: inf@ingenieria-analitica.com | www.ingenieria-analitica.com

Resumen de Aplicaciones CENTRI

THE QUEEN'S AWARDS FOR ENTERPRISE: INTERNATIONAL TRADE 2015

A company of the SCHAUENBURG International Group

Aplicaciones

Alimentos y Bebidas

Medioambiente

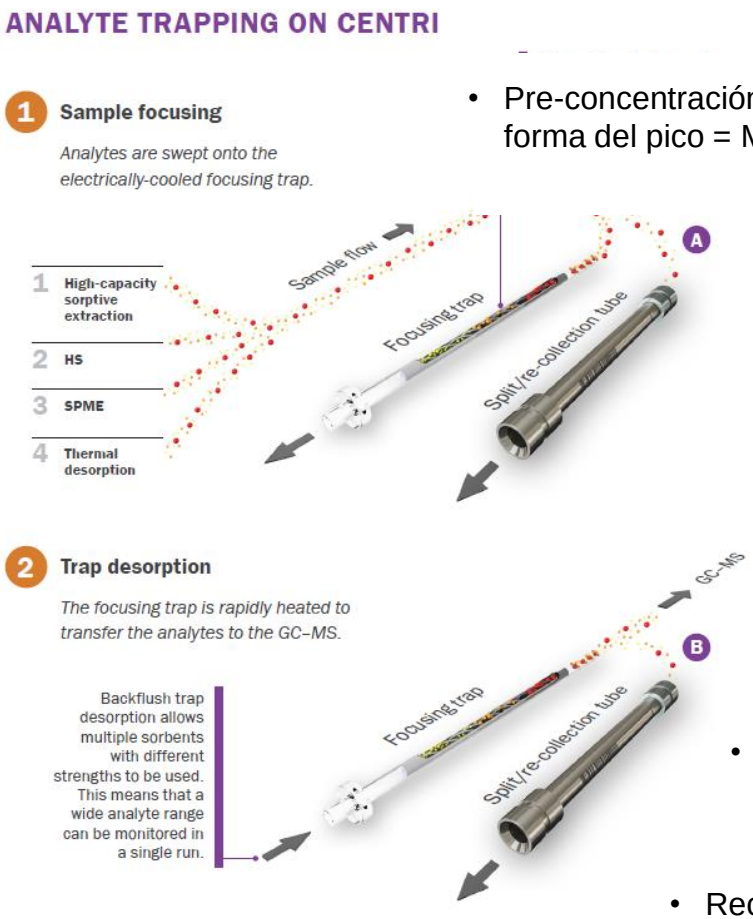
Investigación clínica y farmacéutica

Fragrancias y detergentes

…incluyendo nuestras aplicaciones tradicionales de TD.

Mejora del rendimiento con la trampa fría de focalización

HS-trap, SPME-trap, Probe-trap, TD-trap..



- Pre-concentración (focalización) = Mejora de la forma del pico = Mejor S/N = Más sensibilidad
- Absorbentes hidrófobos y parámetros de purga de trampa (Caudal / tiempo / temperatura) para el uso de disolvente acuoso water/solvent (ej. EtOH)
  - Absorbedores de lecho múltiple para focalización selectiva en un amplio rango de volatilidades.
  - Control de trampa subambiental refrigerado por Peltier que proporciona la máxima eficacia de captura
  - Control de caudal split/spliless flexible en todos los modos
- Grand volumen de muestra (5ml) en el espacio de cabeza (HS) con bajas proporciones de split para una mayor sensibilidad.
- Recolección automática (TD-50) en todos los modos de muestreo- HiSorb, SPME, HS.

NOTA DE APLICACIÓN 250

MARKES international

Centri Application | Food analysis by thermal desorption

Released: April 2018

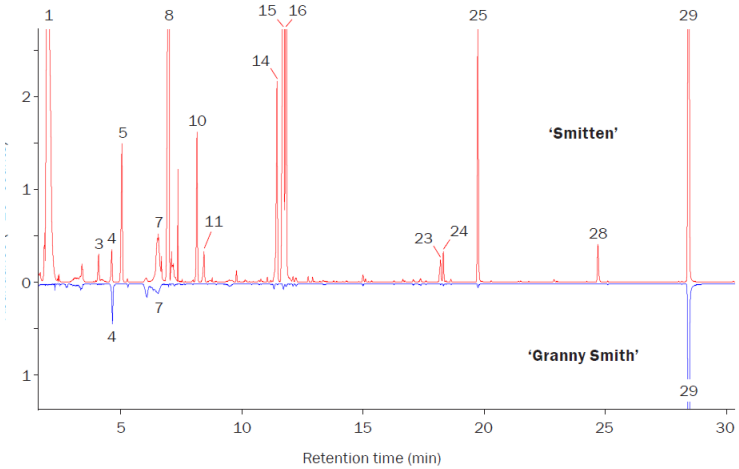
Application Note 250

Correlating consumer sensory experience of apple aroma with VOC profiles acquired by automated TD–GC–MS

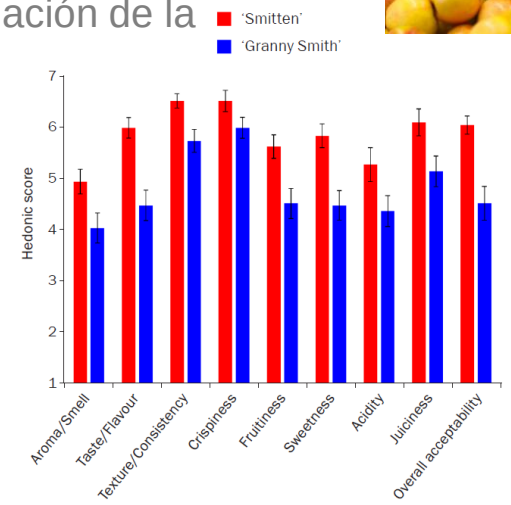
This study shows that data acquired using the new Centri® automated multi-mode sampling and concentration system for gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) can be used to generate useful insights into the aroma profiles of foods. In the example investigated, the headspace profiles of two apple cultivars are sampled onto sorbent tubes, which are then analysed on Centri. The results of this analysis are then correlated with consumer sensory experience to highlight key volatiles of interest.

Centri: Trampa TD

Perfiles del análisis del aroma de Manzana con GC-MS – Correlación de la experiencia sensorial del consumidor con los perfiles de VOC.



1 Ethyl acetate
3 2-Methylpropyl acetate
4 Hexanal
5 n-Butyl acetate
7 Hexan-1-ol
8 2-Methylbutyl acetate
10 n-Pentyl acetate
11 2-Methylbut-2-en-1-yl acetate
14 Hex-4-enyl acetate
15 n-Hexyl acetate
16 *cis*-Hex-2-enyl acetate
23 n-Hexyl butanoate
24 Estragole
25 n-Hexyl 2-methylbutanoate
28 n-Hexyl hexanoate
29 γ-Himachalene



Mean hedonic scores (n = 20) obtained for 'Smitten' and 'Granny Smith' for each of nine attributes, categorised from 1 (dislike very much) to 7 (like very much).

- Muestreo a granel (trozos de manzana de 2cm^3) y extracción dinámica de HS utilizando la cámara Micro.
- Diferenciación en los perfiles VOC entre los dos cultivos.
- Correlaciones positivas estadísticamente entre los resultados de 'Taste/Flavour', 'Fruitiness' & 'Aroma/Smell' y cinco de los ésters identificados en los análisis HS. Acetato de 2-metilpropilo (#3 – pera, manzana), acetato de n-butilo (#5 – dulce, sabroso), acetato de 2-metilbutilo (#8 – sabroso, manzana), acetato de n-pentilo (#10 – sabroso, plátano), y acetato de n-hexilo (#15 – sabroso, pera)
- Análisis automático con tubo multisorbente utilizando Centri, con baja proporción split 2:1, útil para recolección y análisis.

HEADSPACE CON TRAMPA NOTA DE APLICACIÓN 251

MARKES international

Centri Application

Food & beverage analysis by headspace–trap

Released: April 2018

THE QUEEN'S AWARDS FOR ENTERPRISE: INTERNATIONAL TRADE 2015

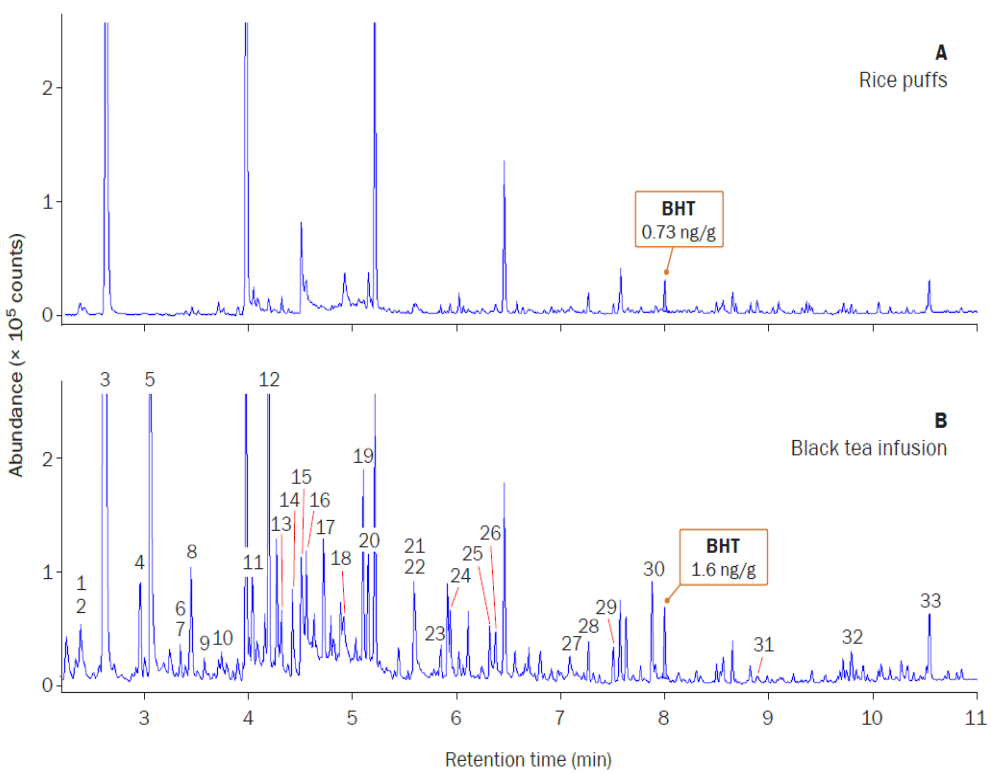
Application Note 251

Screening foods and beverages for butylated hydroxytoluene (BHT) using automated headspace–trap GC–MS

This study shows that headspace samples acquired on the new Centri® automated multi-mode sampling and concentration system for gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) can be used to screen food and beverages for trace-level additives. A breakfast cereal and a tea infusion were investigated, and the antioxidant BHT detected in both samples at the ng/g level, along with a range of aroma compounds.

Centri: Trampa HS

Análisis mediante GC-MS del antioxidante hidroxitolueno butilado (BHT) en alimentos y bebidas.



1 Toluene
2 Heptan-1-ol
3 Hexanal
4 Furfural
5 *trans*-Hex-2-enal
6 2-n-Butylfuran
7 Heptan-2-one
8 Heptanal
9 2-Ethylphenol
10 α-Pinene
11 Benzaldehyde
12 2-Pentylfuran
13 Octanal
14 *trans,trans*-Hepta-2,4-dienal
15 2-Ethylhexan-1-ol
16 Limonene
17 Benzeneacetaldehyde
18 Acetophenone
19 Linalool
20 Nonanal
21 Octanoic acid
22 Nonan-1-ol
23 n-Tridecane
24 Decanal
25 Nonanoic acid
26 *trans*-Dec-2-enal
27 Undec-2-enal
28 n-Pentadecane
29 α-Ionone
30 β-Ionone
31 Benzophenone
32 n-Pentadecanal
33 Diisobutyl phthalate

- La trampa de focalización genera picos delgados para la detección de analitos a nivel de traza.
- La baja proporción de split optimiza la carga de columna para analitos de interés.
- Capacidad de referencia cruzada con otros modos HS es decir, SPME, sonda HiSorb
- Con el módulo TD-50 de recolección de muestras disponible para el desarrollo de método.

: Headspace profiles of (**A**) rice puffs and (**B**) black tea infusion. BHT is indicated in both cases, and the black tea infusion shows a large number of aroma compounds.

HEADSPACE CON TRAMPA NOTA DE APLICACIÓN 252

MARKES international

Centri Application | Food packaging analysis by headspace–trap

Released: April 2018

THE QUEEN'S AWARDS FOR ENTERPRISE: INTERNATIONAL TRADE 2015

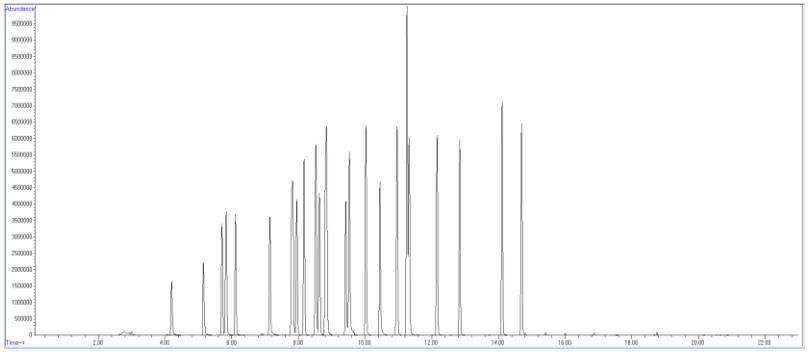
Application Note 252

Quantitation of residual solvents in food packaging by automated headspace–trap GC–MS

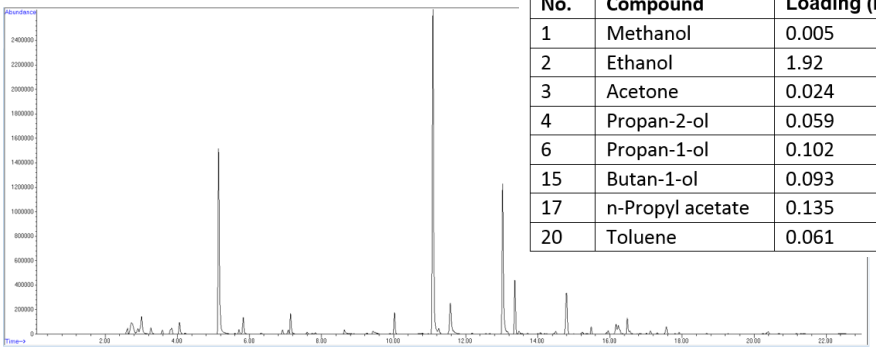
This study shows that headspace samples acquired on the new Centri® automated multi-mode sampling and concentration system for gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) can be used to screen food packaging for residual solvents and other additives. Analysis of a sample of a thin composite polymer used to contain savoury snacks found ethanol at 1.92 mg/m^2, in addition to a number of other volatile compounds resulting from the manufacturing process.

Centri: Trampa HS

Análisis con GC-MS de los disolventes residuales en el envasado de los alimentos.
– Análisis según EN 13682-1/2 (2004)

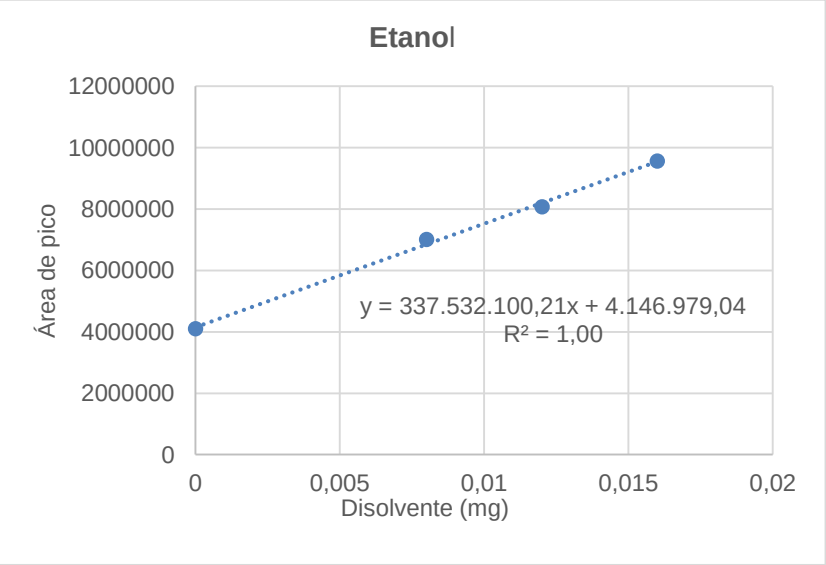


Estándar de calibración de 25 componentes



No.	Compound	Loading (mg/m^2)
1	Methanol	0.005
2	Ethanol	1.92
3	Acetone	0.024
4	Propan-2-ol	0.059
6	Propan-1-ol	0.102
15	Butan-1-ol	0.093
17	n-Propyl acetate	0.135
20	Toluene	0.061

Embalaje flexible



- Cumplimiento con un método de empaquetado bien establecido.
- Capacidad de recolección automática de los análisis para cuantificar un amplio rango de concentraciones de disolventes.
- Split variable
- Aumento volumen HS (>1ml)

HiSorb – GCxGC - TOF MS/FID – Nota de Aplicación 015

SepSolve Analytical

White Paper 015

November 2017

Flavour profiling of milk using high-capacity sorptive extraction and TD–GC×GC–TOF MS/FID

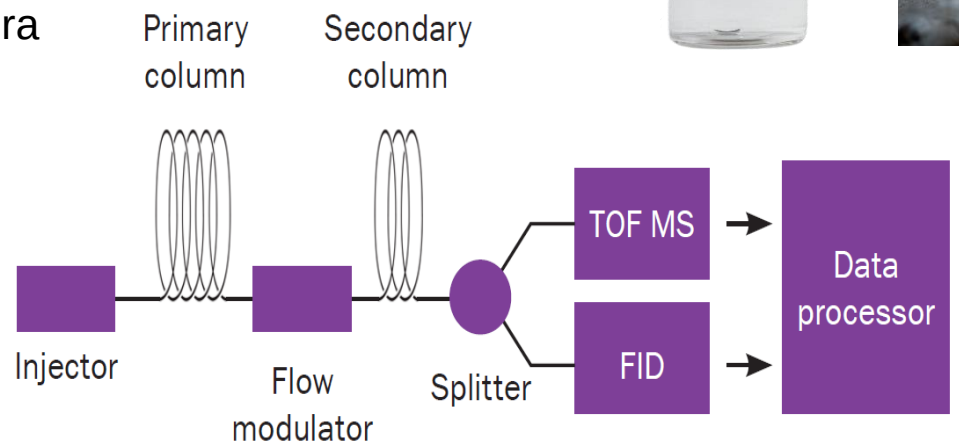
This study demonstrates the high performance of PDMS sorptive extraction probes, coupled with thermal desorption pre-concentration and INSIGHT™ flow-modulated GC×GC–TOF MS/FID analysis, for the separation and identification of flavour compounds in milk. As well as comparing the profiles of ten milk samples, we focus on the ability of the analytical setup to physically separate components that would co-elute in a one-dimensional GC system.

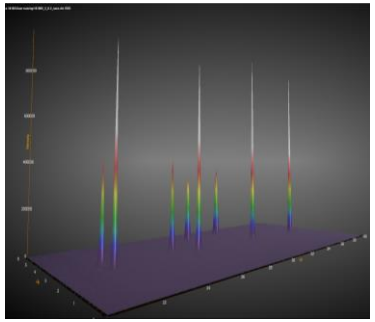
Centri: HiSorb-probe

Análisis de leche mediante GC x GC-TOF MS/FID

- <u>10 muestras de leche</u>
  - Entera
  - Desnatada
  - Semi-desnatada
  - Vida útil prolongada
  - De cabra
  - Para bebés(2 marcas comerciales)
  - De soja
  - De almendra
  - De coco

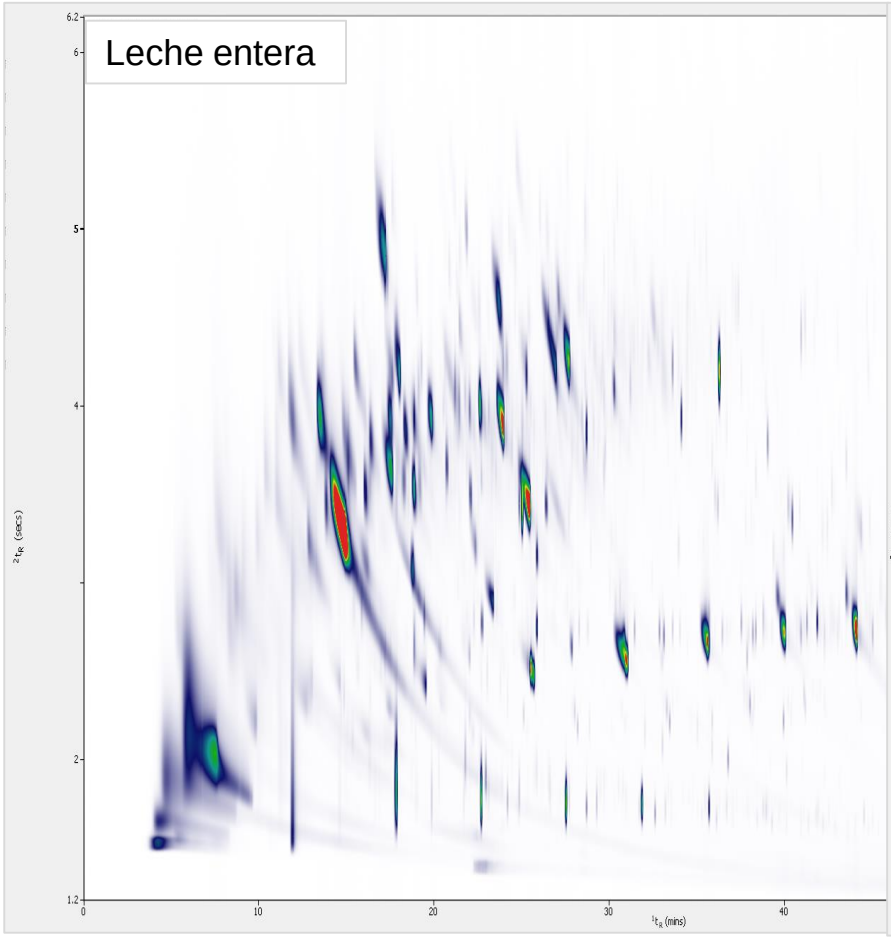
ChromSpace™

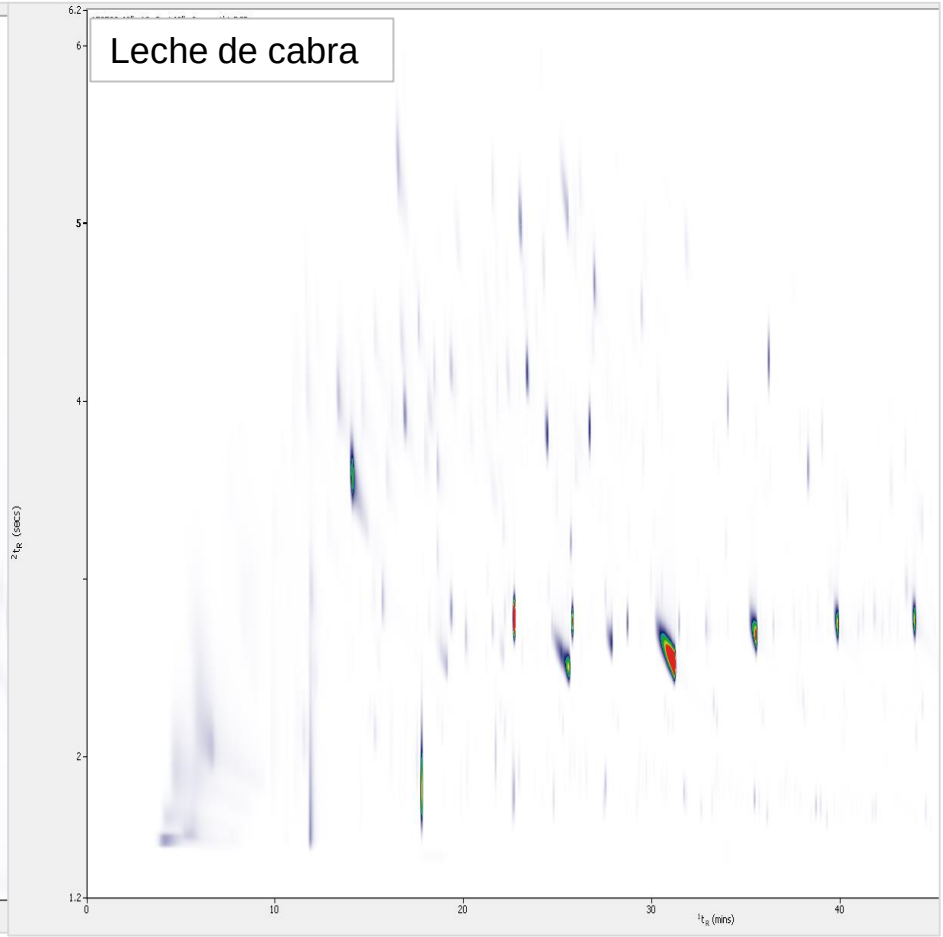




A GC x GC-TOF MS/FID

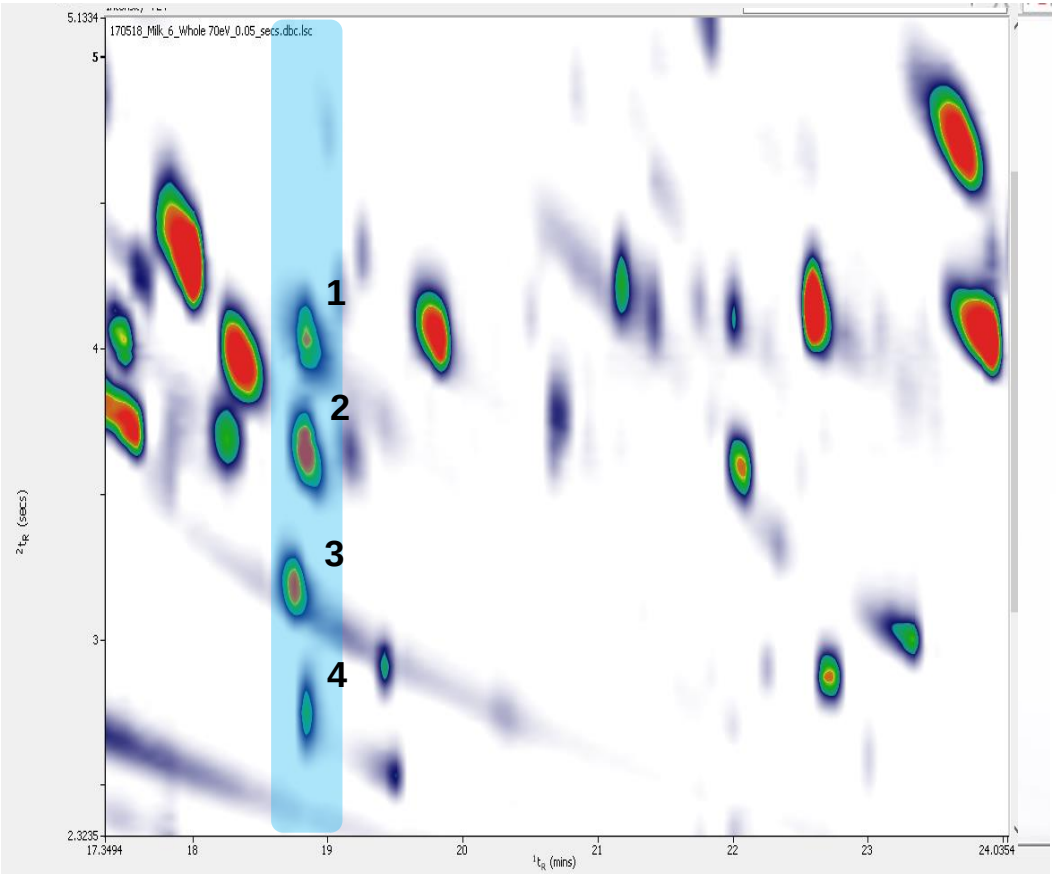
Ejemplos de separación mediante GC×GC para muestras de leche



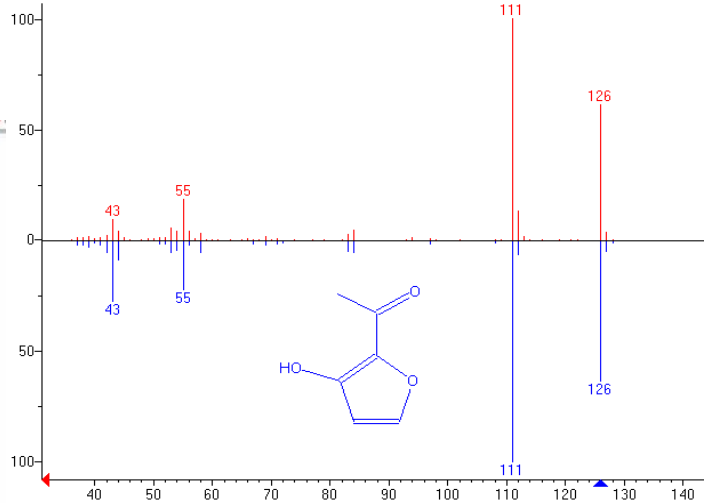


Separación mediante GC×GC mejorada

Los analitos coeluirían en un análisis 1D GC-MS

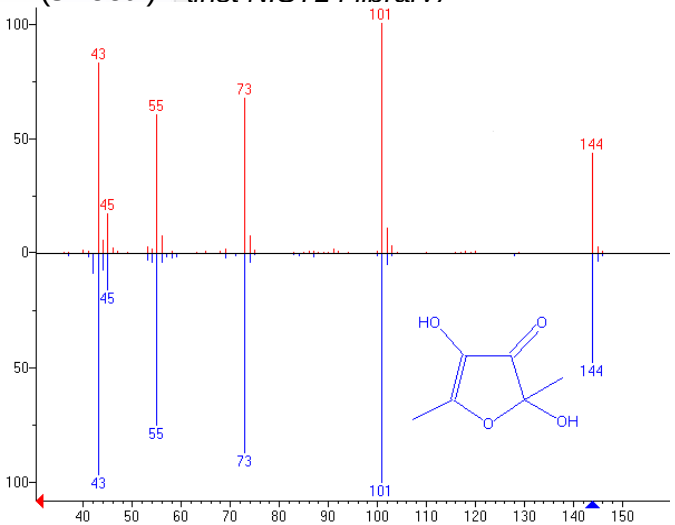


2. Isomaltol
(*caramellic*[1])



B

3. 2,5-Dimethyl-2,4-dihydroxy-3(2H)-furanone
(*sweet*[2]) *against NIST14 library*)

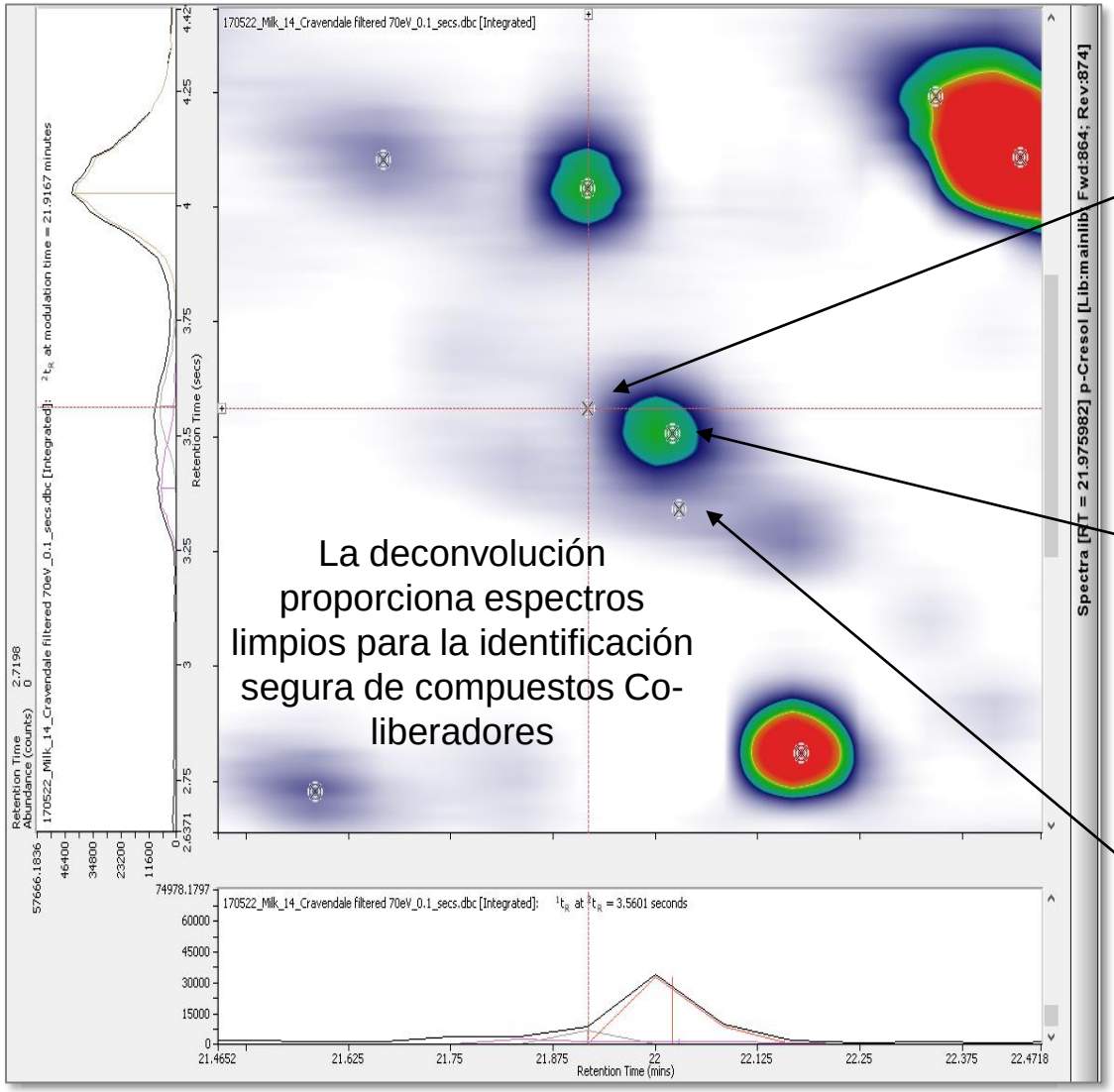


[1]*Good Scents*, *www.thegoodscentscompany.com*
[2] C.J. Chukwu *et al*, Chemistry and Materials Research, 2016, 8, 63-72

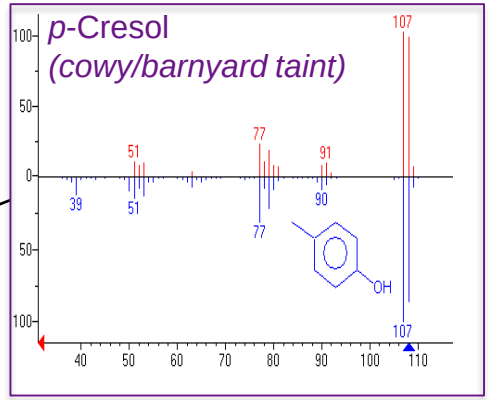
MARKES International

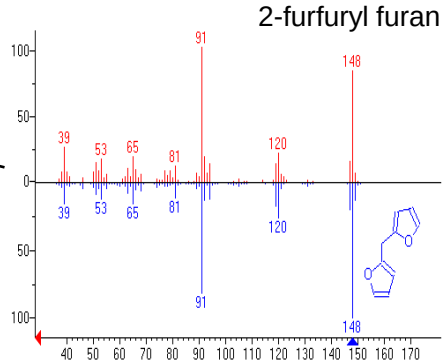
IngenieríaAnalítica Chromatography & Spectrometry

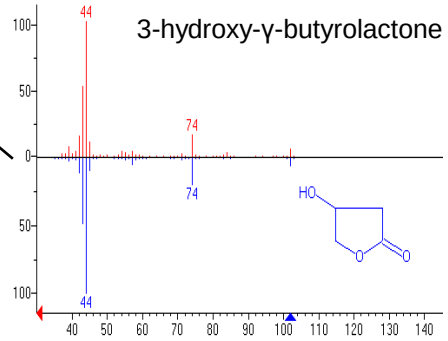
Identificar trazas de olores/sabores desagradables



La deconvolución proporciona espectros limpios para la identificación segura de compuestos Co-liberadores



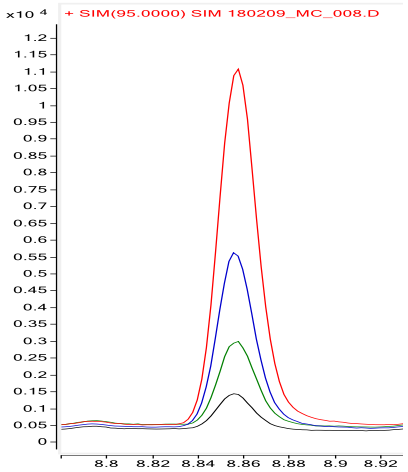




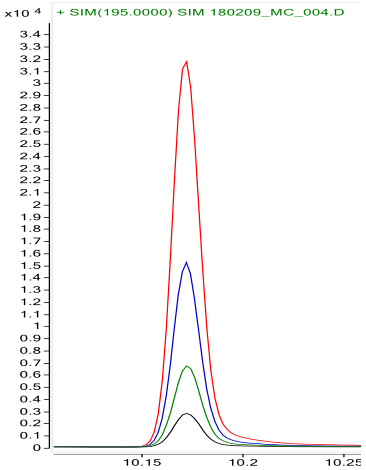
Centri: Trampa HS

Efecto del volumen de muestra en la forma del pico

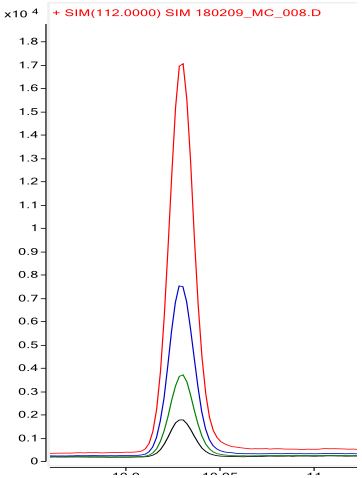
- Análisis HS. Muestra: 10mL @500ppt odorantes en agua.



2-MIB



2,4,6-TCA



Geosmin

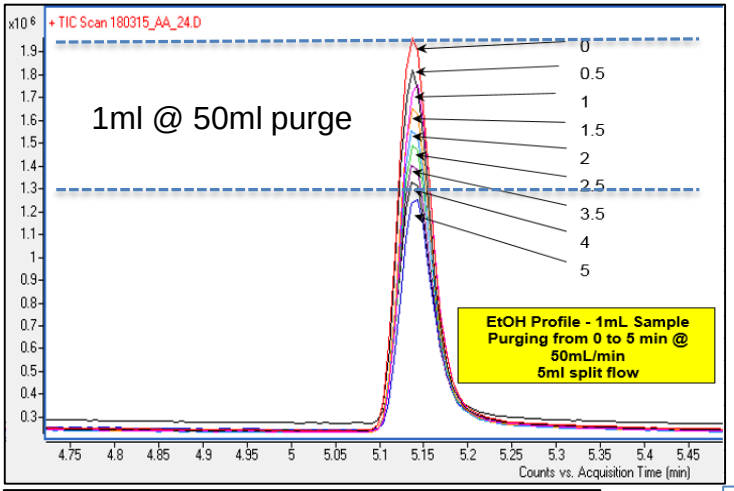
Vol. Inj.
0.5mL
1mL
2mL
5mL

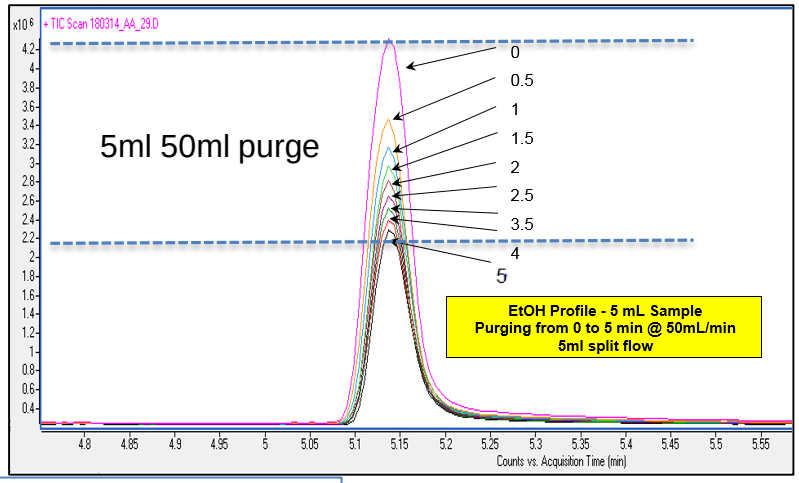
- Aumentamos el volumen de muestra HS por un factor de 10.
- No cambian ni la anchura del pico ni su simetría.
- No hay división de pico a mayor volumen.
- Mayor sensibilidad.
- *Análisis sin split*

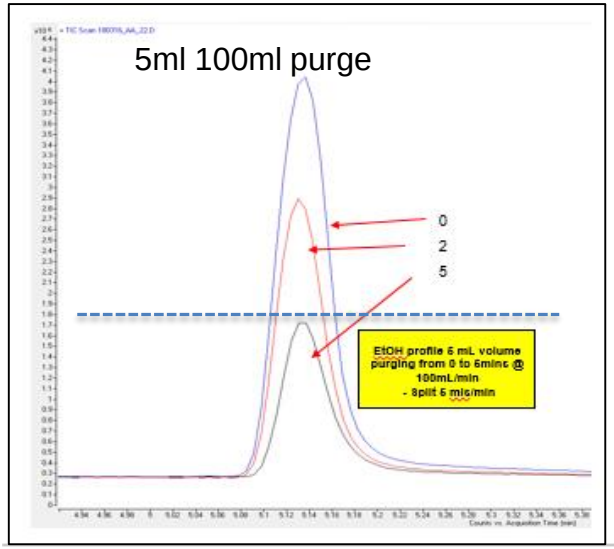
Centri: Trampa HS

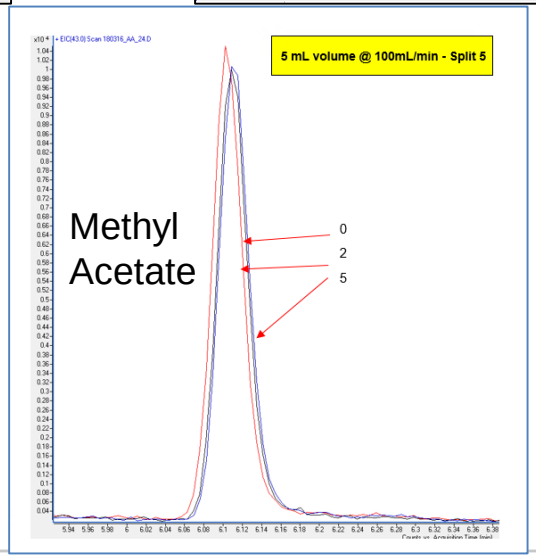
Purga selectiva de etanol en una bebida alcohólica usando muestras HS.
Efecto del tiempo de purga variable y flujo con volumen de muestra (0-5mL)

Trap Critical









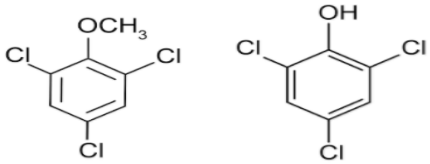
- El compuesto de elución parecido al Ethanol (Tr 5.15 min) es Acetato de Metilo (Tr 6.1 min)
- Perfiles EIC muy parecidos a 100mls/min
- Sin discriminación con la purge de Etanol

MARKES International

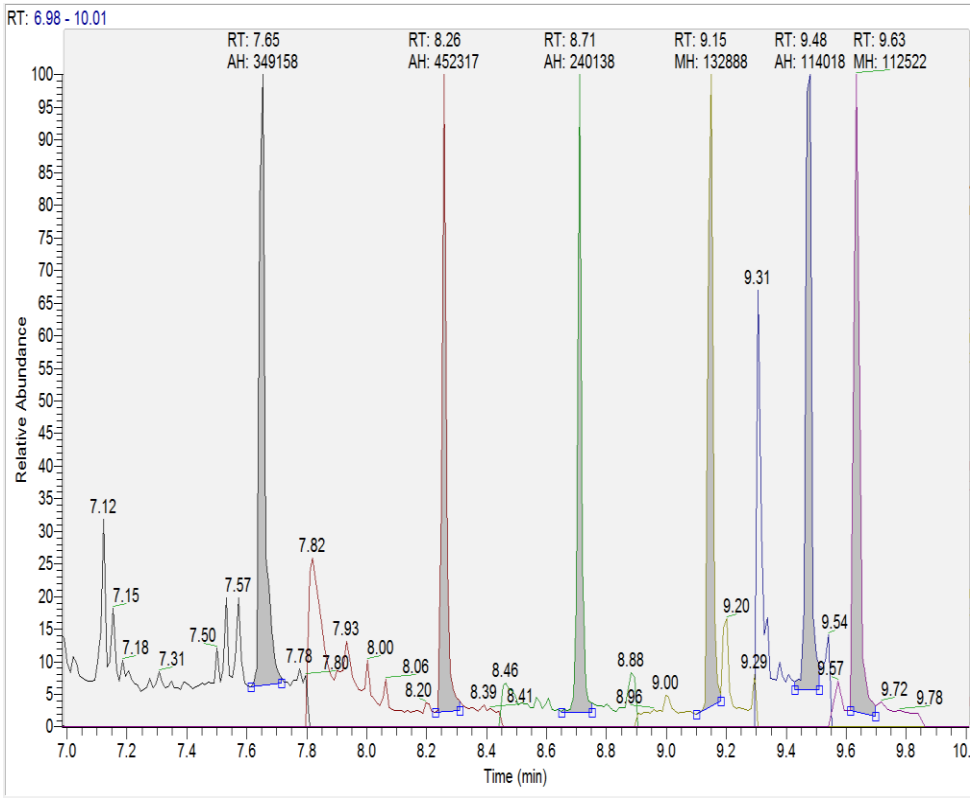
IngenieríaAnalítica Chromatography & Spectrometry

Centri: Trampa HiSorb

Análisis de Haloanisoles y Halofenol odorantes en agua



- Análisis de una muestra de agua de 5ppt (5ng/L) con GCMS SIM.



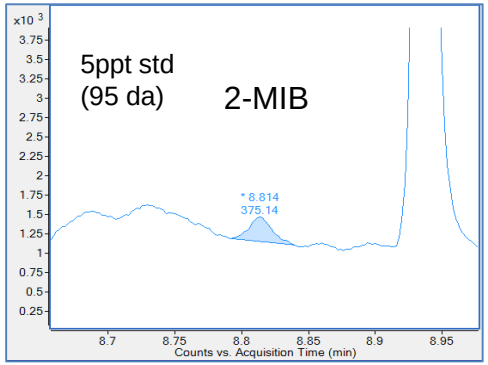
Compound	RT (mins)	Quant ion (m/z)
2,4,6-Trichloroanisole	7.65	195
2,4,6-Trichlorophenyl acetate	8.26	196
2,3,4,6-Tetrachloroanisole	8.71	231
2,3,4,5-Tetrachlorophenyl acetate	9.15	232
2,4,6-Tribromoanisole	9.48	344
2,4,6-Tribromophenyl acetate	9.63	330

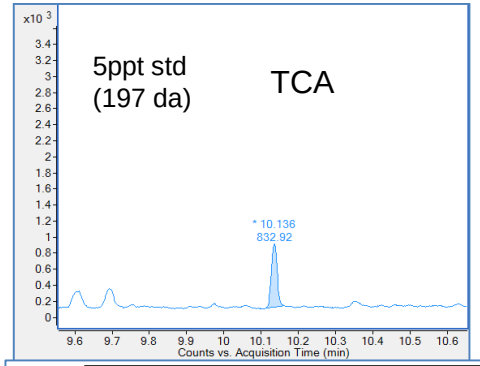
- Los Haloanisoles tienen un olor mohoso y los Halofenoles imparten un olor medicinal al agua.
- Valores bajos de OTC para componentes HA (TCA = 0.1-2ppt)
- Las proporciones bajas de Centri (2: 1) permiten una alta carga de muestra en la columna a nivel de traza para una sensibilidad máxima.
- La focalización de la trampa proporciona una excelente forma de pico para una respuesta S/N óptima.

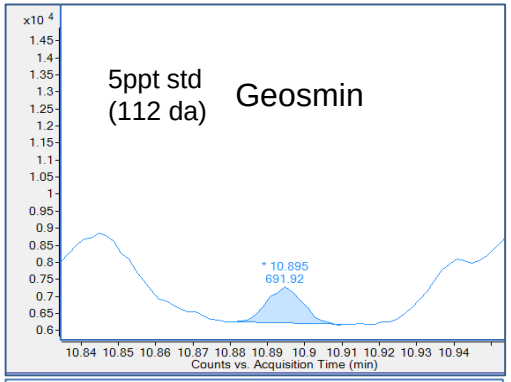
Centri: Trampa SPME

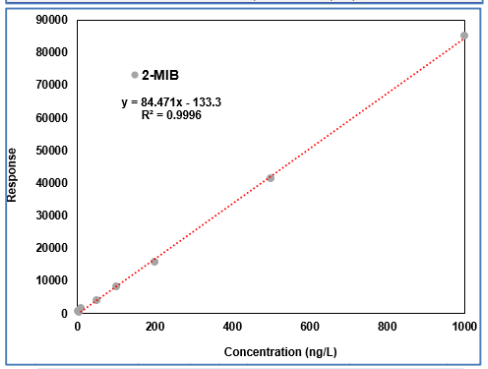
Análisis de los odorantes 2-MIB, 2,4,6 TCA y Geosmina en agua.

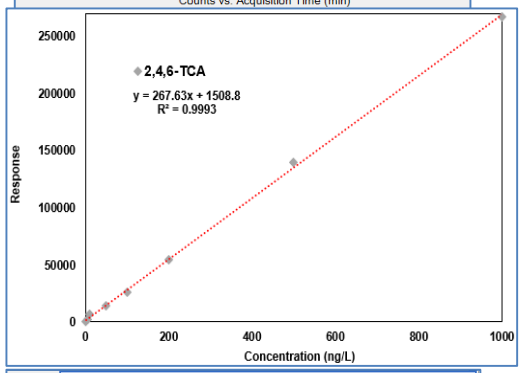
SPME fibra DVB/CAR/PDMS - SIM análisis – Inyección sin split.

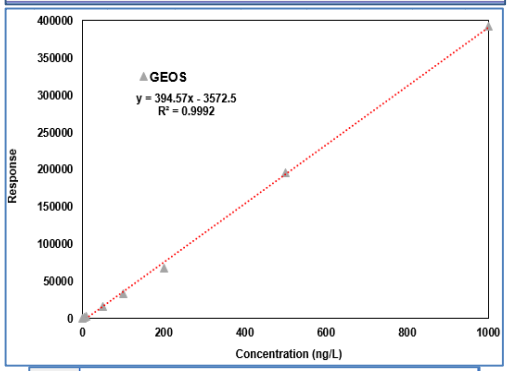


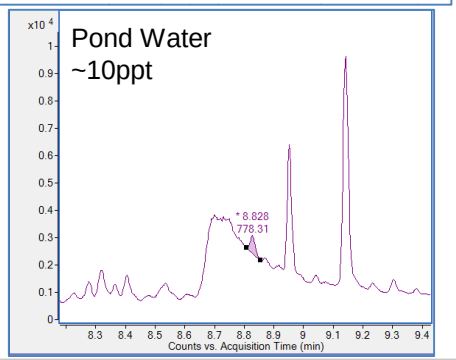


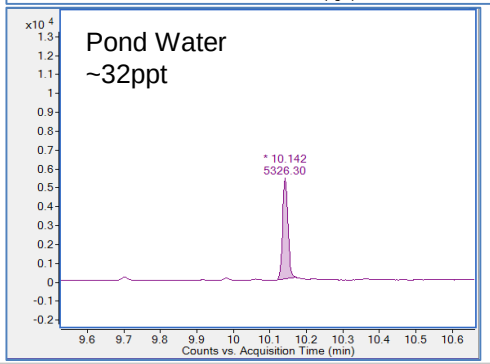


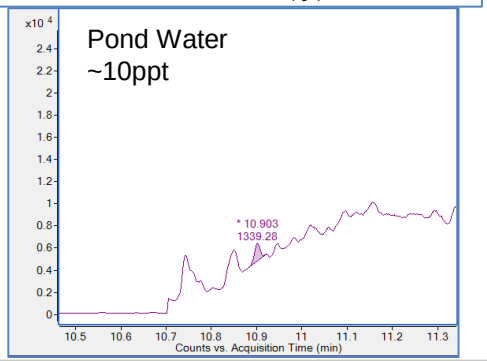








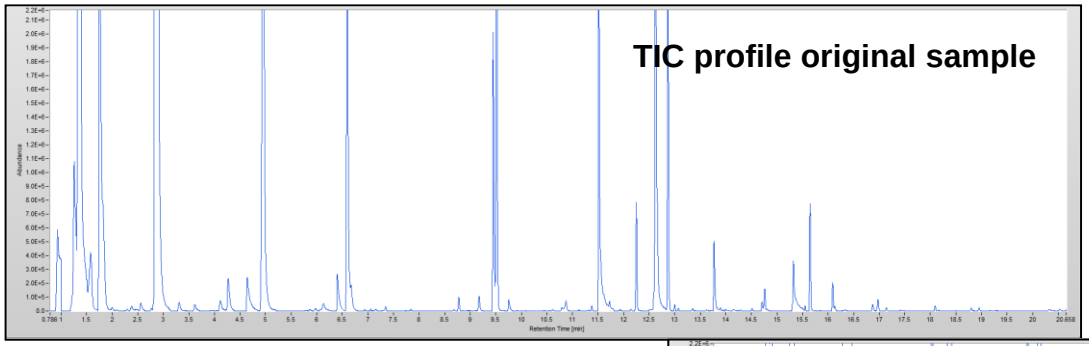




Centri: Trampa HiSorb

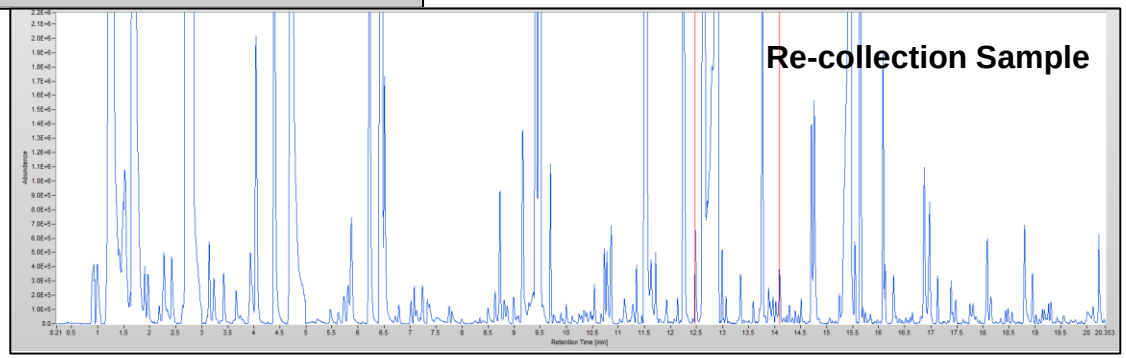
Análisis de vino mediante muestreo inmersivo

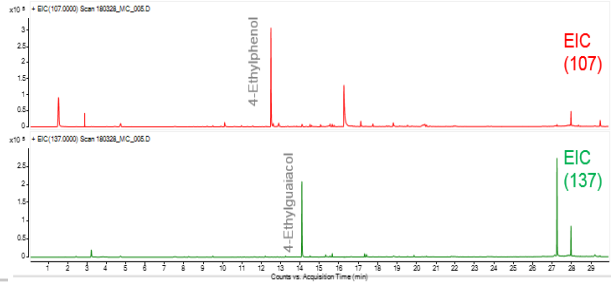
Identificación de contaminantes de la levadura de putrefacción: 4-Ethyl phenol/4-ethyl guayacol usando re-colección de muestra.



- Ejemplo de análisis mediante recolección de muestras automática.
- Split caudal inicial 50ml/min para identificación y cuantificación de los principales componentes.

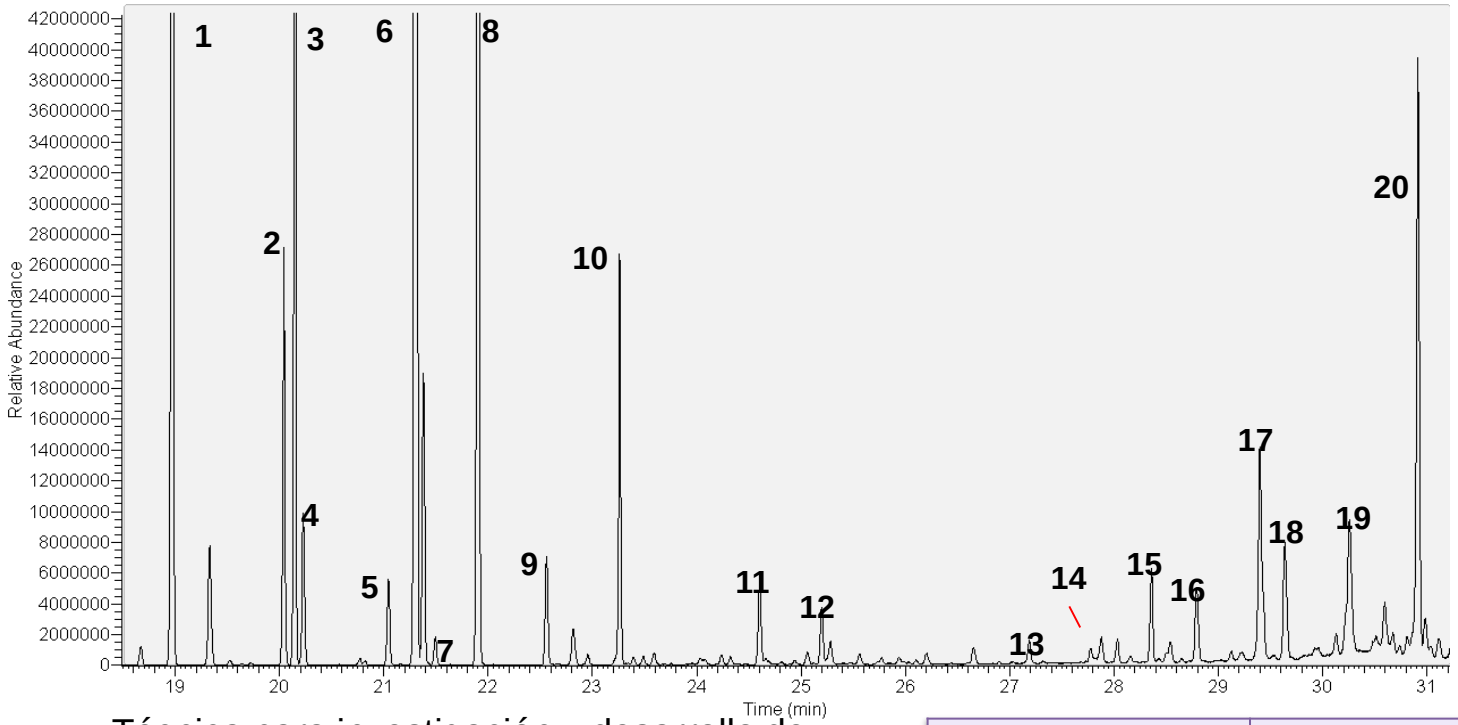
- Recolección automática, bajo caudal split 5ml/min (SR=3.5:1)
- Identificación de trazas 4-Ethylphenol and 4-Ethylguaiacol
- Permite la determinación de compuestos de aroma a nivel de traza con bajos valores
- Muestreo completamente automático: proceso de extracción/lavado/secado/inyección





Centri: Trampa HiSorb

Análisis de compuestos de sabor / aroma por extracción inmersiva - London Gin



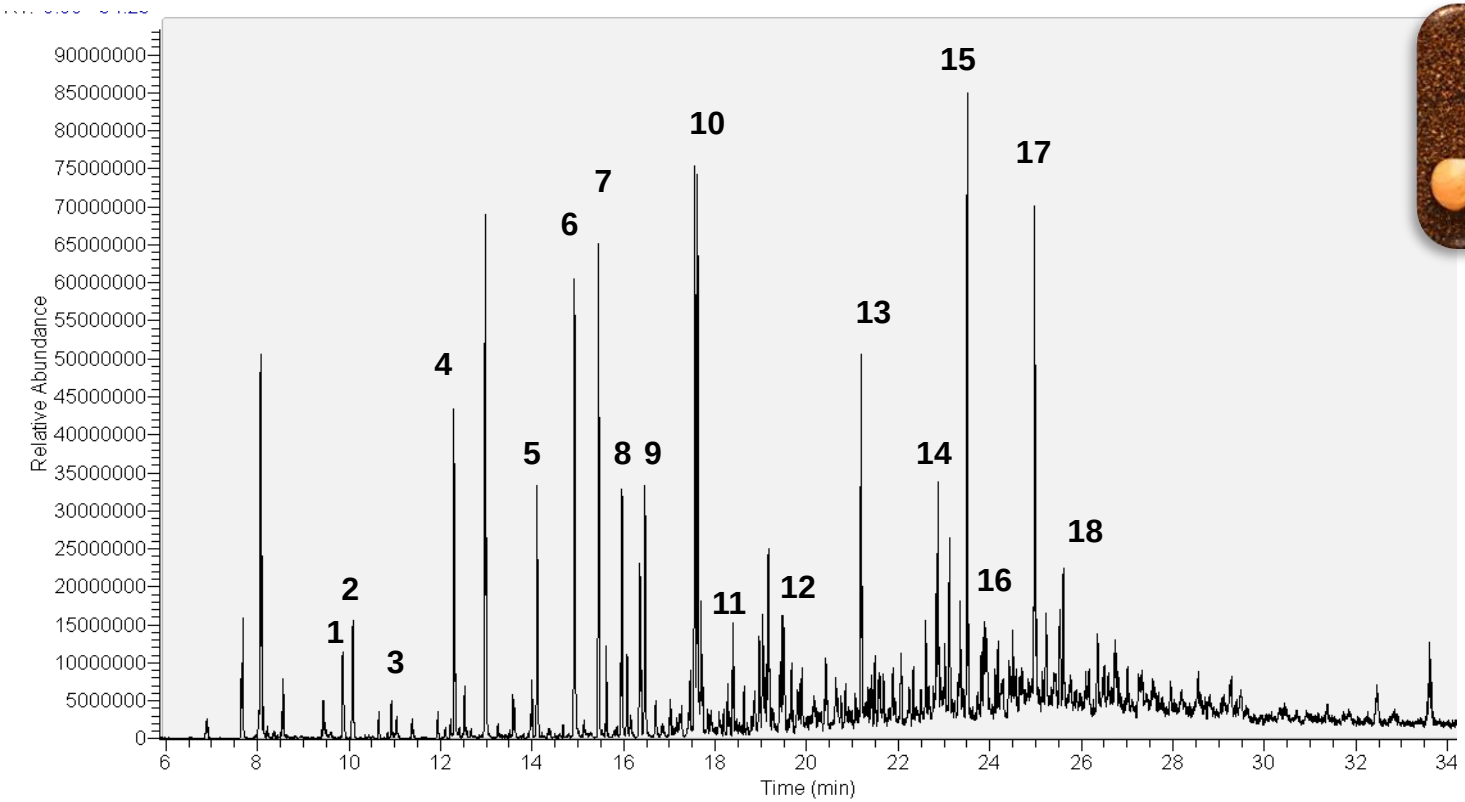
- Técnica para investigación y desarrollo de productos y análisis de productos competitivos.

- Selección de productos para análisis QA/QC.
- Excelente recuperación de compuestos de terpeno y sesqui terpeno

1. a-Pinene	11. Verbenyl ethyl ether
2. 4(10)-Thujene	12. Terpinen-4-ol
3. b-myrcene	13. Borneol acetate
4. (1S, 5S)-(-)-2(10)-Pinene	14. a-Copene
5. a-Terpinene	15. Geranyl acetate
6. Limonene	16. a-Guaiene
7. o-Cymene	17. c-Elemene
8. c-Terpinene	18. Caryophyllene
9. p-mentha-1,4(8)-diene	19. Humulene
10. Linalyl acetate	20. Cadina-1(10),4-diene

Centri: Trampa HiSorb

Análisis de compuestos de sabor / aroma por extracción inmersiva – Café de Colombia

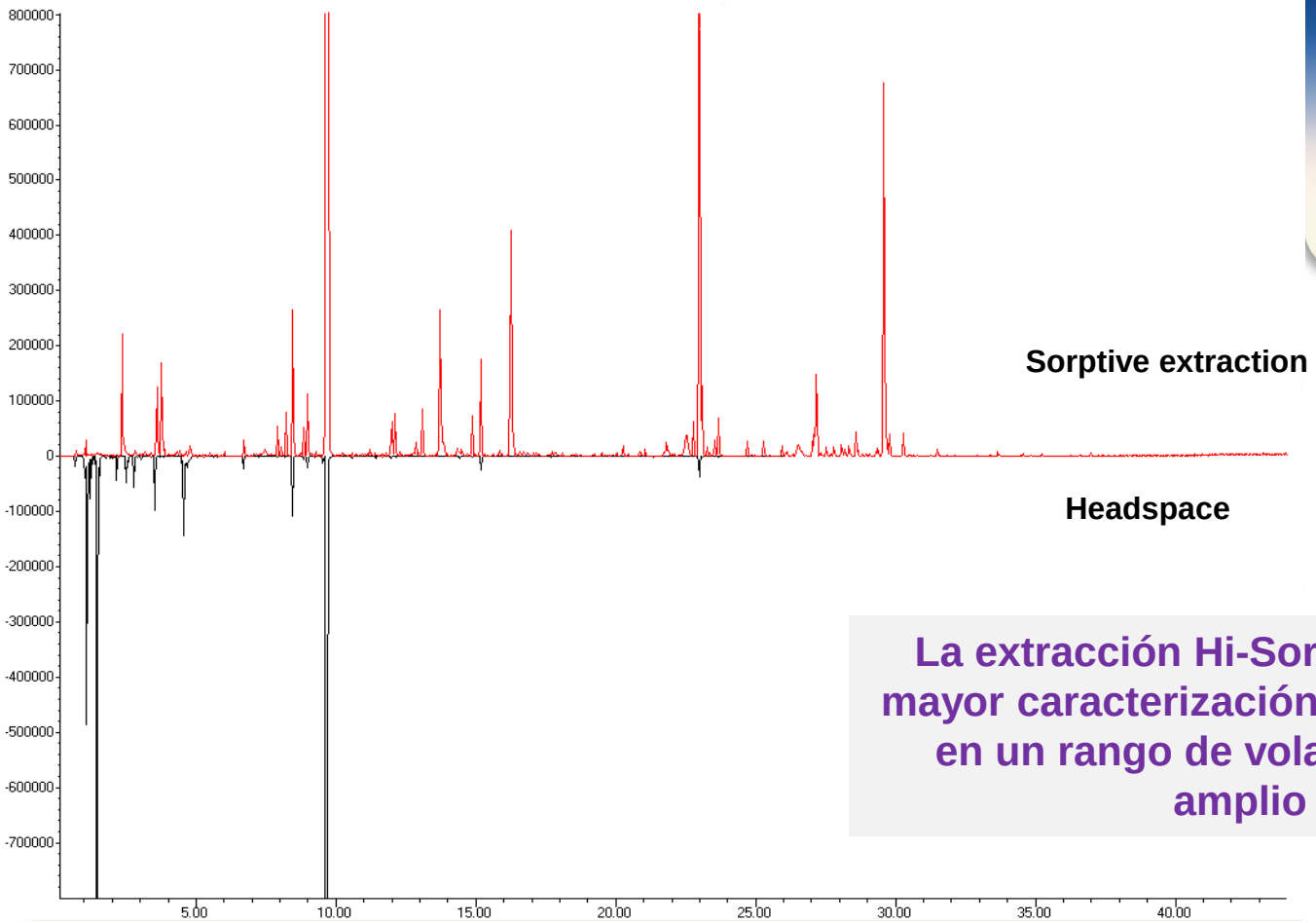


- Caracterización del producto por análisis de aroma mediante HS-Probe.
- Muestreo inmersivo, extracción de compuestos de sabor Mwt mas altos.

1. 3-methyl-butanal	10. Furfuryl hexanoate
2. 2-methyl-butanal	11. 1-methyl-1H-Pyrrole-2-carboxaldehyde
3. N-Nitrosodimethylamine	12. 1,4-Cyclohexanedimethanol
4. Pyridine	13. 1-(2-furanmethyl)-1H-pyrrole
5. methyl-pyrazine	14. 4-ethyl-2-methoxy-phenol
6. Furfural	15. 2-Methoxy-4-vinylphenol
7. 3-Furanmethanol	16. 5-amino-1-phenylpyrazole
8. 2,5-dimethyl-pyrazine	17. a-Furfuryliden-a-furylmethylamine
9. 1-(2-furanyl)-ethanone	18. 2-n-butylfuran

Centri: Trampa HiSorb

Análisis de componentes con sabor a zumo de naranja mediante muestreo inmersivo y HS.

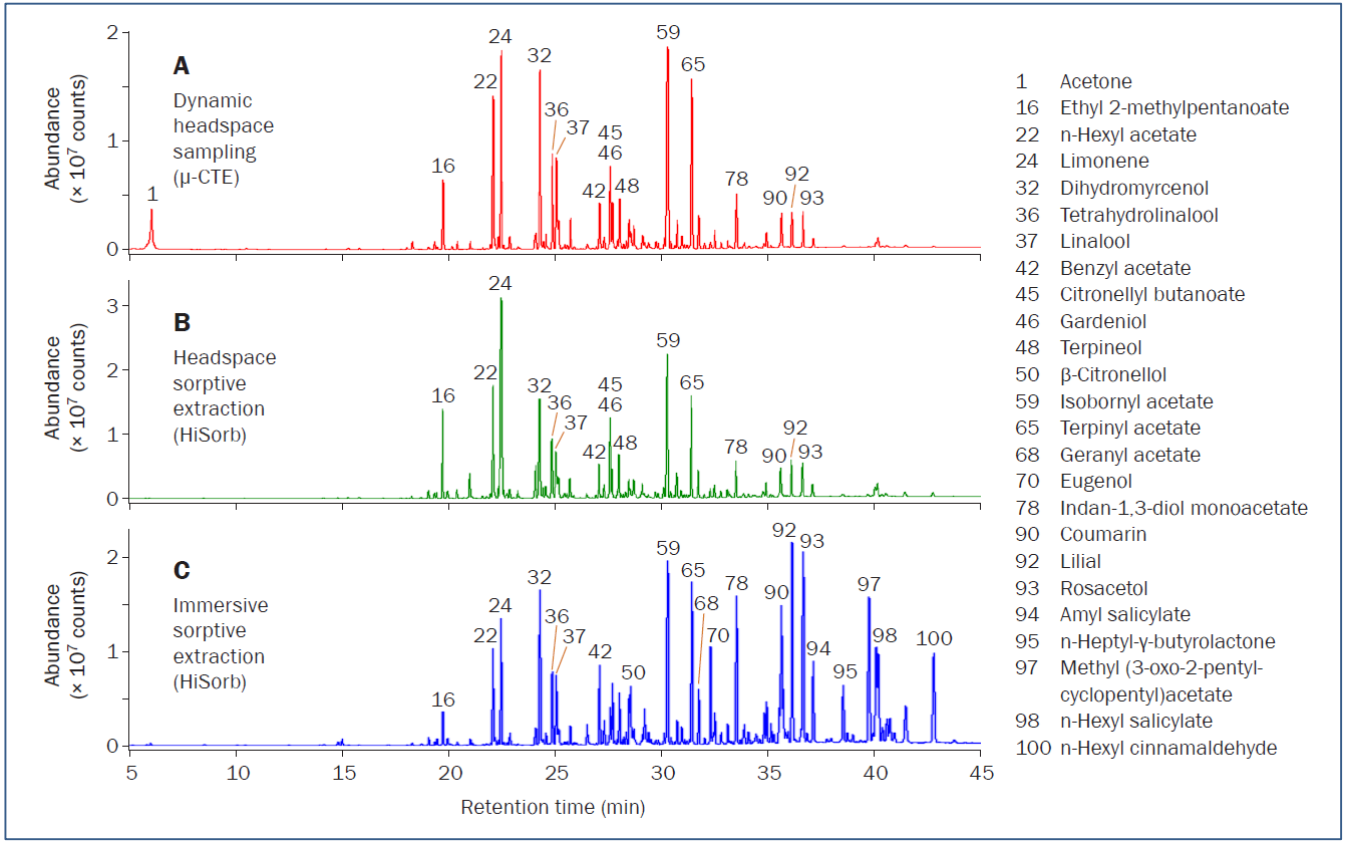


La extracción Hi-Sorb ofrece una mayor caracterización de la muestra en un rango de volatilidad más amplio

Centri: Trampa HiSorb

Caracterización completa de la acondicionador de telas limpio

Comparación entre HS dinámico y HiSorb HS muestreo de inmersión.

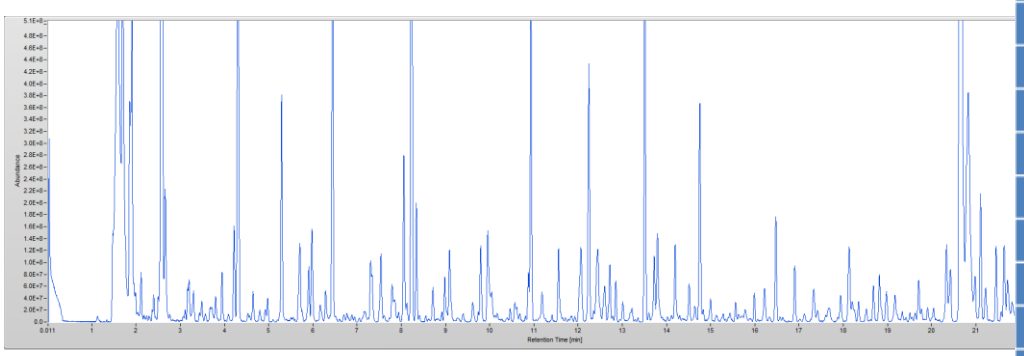


- Excelente correlación entre el análisis de Hisorb y HS-(u-CTE)
- Caracterización extendida de muestras mediante sondas PDMS de alta capacidad
- Control de división variable para la carga óptima de la columna
- Opción adicional para el análisis de SPME HS
- Estándar TD con el módulo TD-50

Centri: Hisorb trampa

Potencial significativo en el mercado clínico.....

Sondeo HiSorb inmersivo de orina para biomarcadores clínicos



- Investigación clínica en las principales universidades del Reino Unido para biomarcadores de enfermedades en la respiración y la orina
- La alta capacidad de extracción agitadora mediante muestreo inmersiva crea perfiles complejos con correlación cruzada con los análisis por Hisorb y los modos HS y SPME

Compuestos identificados en orina

RT	Compound
3.197	Disulfide, dimethyl
4.217	Furan, 2,3,5-trimethyl-
4.641	1H-Pyrrole, 3-methyl-
4.973	2-Butanone
5.291	4-Heptanone
5.706	Styrene
5.907	Heptanal
6.283	Dimethyl sulfone
7.304	Benzaldehyde
7.542	Dimethyl trisulfide
8.057	2,3-Dehydro-1,8-cineole
9.089	Eucalyptol
10.166	Carbamic acid,2-(2-tolyloxycarbonylamino)ethyl ester
11.558	trans-1-Phenyl-1-pentene
11.609	Naphthalene-2,6-dicarboxylic acid, p-butoxyphenyl ester, p-pentylphenyl ester
12.851	Terpinen-4-ol
13.72	1,3-Cyclohexadiene-1-carboxaldehyde, 2,6,6-trimethyl-
13.796	Benzaldehyde, 2,5-dimethyl-
14.511	Carvone
14.753	Benzene, 1,3-bis(1,1-dimethylethyl)-
16.219	1,2-Benzenedicarboxylic acid
18.679	13-Tetradecenal
19.163	p-Cymene-2,5-diol
20.686	2,4-Di-tert-butylphenol

En resumen... Características de rendimiento para promover el uso de la trampa de focalización (1)

HiSorb-trap, HS-trap, SPME-trap... una oferta única

- Para muestras en fase gas la preconcentración (focalización), mejora la forma del pico (compuestos más volátiles) = mejora S/N = gana sensibilidad
- El uso de sorbentes con base hidrofóbica proporciona una técnica para purgar selectivamente (algunas/la mayoría) de muestras de agua o etanol (u otros disolventes similares) para cada modo de muestreo, lo que resulta en:
  - Menos agua/solvente que entra en el sistema analítico que puede suprimir la respuesta del detector y afectar adversamente la cromatografía
  - La interferencia reducida entre estos solventes (como colas) y otros picos próximos
- Purga selectiva de la trampa fría durante la desorción del tubo, fibra de SPME, HS, utilizando parámetros específicos de purga (flujo de purga, tiempo de purga)
- Optimización de parámetros del método para el control de flujo, es decir, 1 o 2x Split para tubos, 1 x Split (salida) para los otros modos, sin Split, todos proporcionando una carga de muestra óptima en la columna
- También se puede trabajar con bajo Split o con Splitless

En resumen... Características de rendimiento para promover el uso de la trampa de focalización (2)

- Recolección de muestra con todas las ventajas asociadas Principalmente análisis de muestra desconocidas, también permite el desarrollo de métodos, archivos, etc.
- Recolección disponibles para los diferentes métodos de preparación, HiSorb, HS ySPME
- Trampas multilecho (fuerte/medio/débil) para que sean selectivas para todo el rango de concentración (C_{2-3}-C_{44}) en la misma muestra a diferencia de los sistemas (SPME/HS/Twister)
- Gran cantidad de tratamiento de muestra (1ml) con la posibilidad de realizar inyecciones de hasta 5 mL
- En comparación con la plataforma TD100-xr, se amplia el rango de concentración a C_{2-3}-C_{44}

Preguntas?