

マイクロ試料コレクターを用いた微小試料のサンプリング(4) — 織布に付着した油状試料の分析 —

[背景] 鑑識や製品の不具合原因調査においては、微小試料の採取とその定性分析がしばしば求められる。油状試料の分析の場合、主成分として難揮発性のトリグリセリドの含有が想定される。その場合、有機アルカリ試薬による誘導体化を利用すると効果的にGC分析が行える。本報では、織布に付着した未知の油状試料をマイクロ試料コレクター(MSC)¹⁾によりサンプリングし、水酸化トリメチルフェニルアンモニウム(TMPAH)による誘導体化後、GC/MS分析した事例を紹介する。

[方法] 織布に付着した油状試料にMSCのマイクロコイルを擦り付けてサンプリングし、熱脱着(TD)-GC/MS分析を行った²⁾。次に、TD分析後のコイル上の残留物を分析するため、TMPAH 20%メタノール溶液1 µLをコイルに滴下した。1分間静置して風乾後、ニードル中に収納した。GC注入口(260 °C)にニードルを挿入し、コイルを露出させてTMPAHにより誘導体化し、GC/MS分析を行った。なお、誘導体化に用いた有機アルカリ試薬のTMPAHは、不飽和脂肪酸の異性化が起きにくいことから選択した³⁾。

[結果] MSCにより採取した油状試料のTDおよび誘導体化後のクロマトグラムをFig. 1とFig. 2に示す。TD法ではトリグリセリドは検出されなかったが、ステアリン酸と植物性ステロールが検出されており、試料は植物油と推測された。続く誘導体化法により、トリグリセリド由来の不飽和脂肪酸のメチル化体が検出された。脂肪酸組成比をピーク面積比から求め、データベース⁴⁾と照合したところ、試料は植物油の中でも菜種油であると推定できた。MSCとTMPAHを用いることで織布上の油状試料の簡便な定性が可能であった。

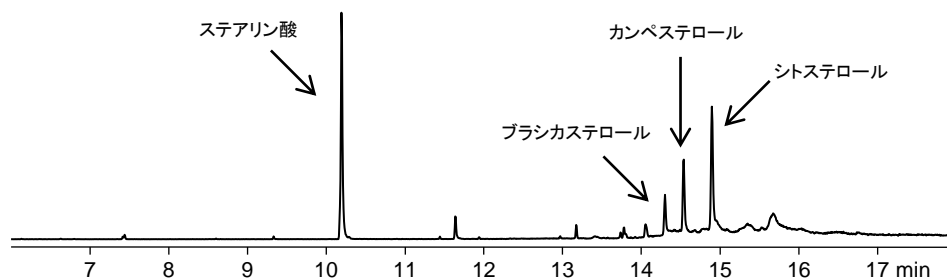


Fig. 1 油状試料のTDクロマトグラム

注入口温度(TD温度): 330 °C(0.5 min 保持), スプリット比: 1/10, GCオープン温度: 60 – 320 °C(20 °C/min),
分離カラム: Ultra ALLOY+5 (5% ジフェニル-95% ジメチルポリシロキサン), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm, カラム流量: 1.5 mL/min

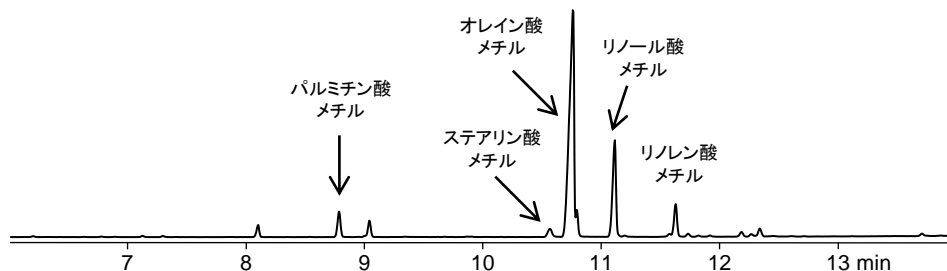


Fig. 2 油状試料の誘導体化後のクロマトグラム

誘導化試薬: TMPAH 20%メタノール溶液 1 µL, 注入口温度(反応温度): 260 °C(0.5 min 保持), スプリット比: 1/50,
GCオープン温度: 100 – 240 °C(10 °C/min, 4 min 保持),
分離カラム: Ultra ALLOY-WAX (ポリエチレングリコール), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 µm, カラム流量: 1.5 mL/min

1)テクニカルノート PYT-032, 2)テクニカルノート PYA1-091, 3)金子ら, 分析化学 64(2015)363-369, 4)USDA Food Composition Databases

Keywords: サンプリングツール, 微小試料, 微量試料, 未知試料, 植物油, 有機アルカリ試薬, 誘導体化

使用製品: マイクロ試料コレクター, UA+5, UA-WAX, Vent-free GC/MS アダプター

応用分野: 鑑識, 異物分析, 食品分野, 脂質分析

関連テクニカルノート: PYT-032, PYA1-091

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
<http://www.frontier-lab.com/>